

Analitikai rendszerek a kőzet- és fémanalitikában

Nemzetközi trendek és a hazai helyzet áttekintése*

Dr. Bartha András**

Az érc- és kőzetanalitikai, valamint a fémanalitikai szakcsoportok úgy döntöttek 1994 őszén, hogy a mindkét szakmát érintő leépítések hatására kialakult helyzetre való tekintettel a két szakcsoportot egyesítjük, és Érc-, Kőzet- és Fémanalitikai Szakcsoport néven hozunk létre egy új szakcsoportot, amelynek feladata – elsősorban az átmeneti helyzetben – a folyamatosság biztosítása. Nem terveztünk az első időszakban túlzott aktivitást, inkább az volt a célunk, hogy a fenti területeken tevékenykedő szakembereket összefogjuk, és a meglévő szervezeti kereteket ne hagyjuk szétesni.

Az érc- és kőzetanalitika helyzete

A terület rendkívül szerteágazó, bemutatása során többféle szempontot is érvényesíteni lehet. Szigorúan véve most csak az elemanalitikai rendszereket kívánom áttekinteni, nem ismertetem részletesen azokat a módszereket, berendezéseket, amelyek az ásványos összetétel meghatározására valók. Az elemanalitikába azonban bele fogom érteni az egyre nagyobb jelentőséggel bíró izotóp-összetétel meghatározási lehetőségeket is.

Az érc- és kőzetanalitikai szakcsoport korábban főleg az ipari kutatóintézetek, a bányavállalatok és a MÁFI analitikai szakembereit tömörítette. A 80-as évek végén kezdődő átalakulási folyamatok ezeket a kutatóhelyeket nagyon megrázták: több közülük megszűnt, vagy kft-kbe alakultak át, amelyek megmaradt, annak pedig jelentősen csökkent a létszáma. S bár a 90-es évek elején néhány cég – főleg pályázati pénzen (OTKA, Phare, OMF) – vásárolhatott műszereket, de azok fenntartására, működtetésére, szervizelésére évről évre kevesebb pénz jut.

Az 1. táblázaton látható a múlt, amikor az érc- és kőzetanalitikai szakcsoportot ezeknek a cégeknek az analitikusai alkották elsősorban. Azóta a KBFI megszűnt, a SZIKKTI szintén megszűnt, és néhány kft. alakult a helyén, így az elemanalitikai részleg, a Cem-Kut Kft., a főleg ásványos összetétel meghatározásával foglalkozó SZIKKTI Labor Kft., a SZIKKTI Kerámia Kft. és a Betonolith Kft.

mányosan szakcsoportunk motorjának számítottak, megszűnt, néhány kft. alakult a helyén. Itt a bányászat 1997 októberében szűnt meg.

Szintén megszűnt az Országos Érc- és Ásványbányák Vállalat, az egri labor nem létezik többé.

A recski labor lényegében készenléti állapotban van, nem készülnek elemzések, nem megy a tűzi labor sem, itt egyedül az ércelőkészítő működik.

Hasonló sorsra jutott az Aluterv-FKI is, műszerei egy része eladásra került, vállalatok, alapítványok működtetik most ezeket a műszereket.

Megszűnt, illetve szintén kft-sedett az Almádi Bauxitkutató Vállalat, amely a hazai, és nyugodtan mondhatjuk, a világ szinte valamennyi jelentős bauxit-előfordulásáról származó mintáknak az analízisében megfelelő szakértelemmel rendelkezett.

Az ELTE Kőzetan-Geokémia Tanszékén működő kis kamara-laboratórium szintén felszámolásra került.

Más cégek, ahol nem volt ennyire drasztikus a változás, jelentősen átalakultak. Jó példa erre a MÁFI, melynek laboratóriumaiban összesen 54 fő dolgozott a 93-as nagy leépítést megelőzően, ezután 20-an maradtunk. Ezen belül az elemanalitikai osztály, mely a korábbi nedves kémiai csoportból és a szinképelemző laboratóriumból alakult ki, szintén jelentősen karcsúsodott, létszáma 20-ról 9-re csökkent. Azt hiszem, ez a társaság maradt talán a kőzetanalitika olyan bázisa Magyarországon, ahol még a hagyományos módszerekhez is értnek, és végzünk is ilyen méréseket amellet, hogy a műszeres technikák kőzetanalitikai bevezetésében is élen járunk (ICP-AES, ICP-MS stb.).

A felsorolt kutatóhelyek megszűnése, illetve átalakulása nehéz helyzetbe hozta a hazai kőzet- és ércanalitikat, mert nagyon sok olyan szakember vonult nyugdíjba, illetve hagyta el a pályát, akik területüket valóban magas szinten tudták képviselni. A volt karakteresnek mondható laborok helyén alakult kft-k, miután meg akarnak élni a piacon, egyre inkább elmennek a környezetvédelmi analízisek irányába, megszűnnek a profilizista laborok, illetve kutatóhelyek, és nagyon sok fontos terület gazda nélkül marad. Tapasztalatból mondhatom, hogy a mostani helyzet nagyon súlyos terheket ró a még állva maradt laborokra, hiszen az oktatástól a kutatásig jelentkeznek a megrendelők, de technológiai jellegű minták elemzési igényei is rendszeresen felmerülnek, nem ritkán néhány minta kedvéért kell nagyon nehéz analitikai-feltérési feladatokat megoldani. Természetesen ezek a feladatok – főleg, ha az egyetemektől érkeznek – gyakran nagyon igényesek, kidolgozásuk, megoldásuk sok energiát igényel, fizetni értük pedig csak nagyon korlátozottan tudnak. Így olyan helyzet alakul ki, hogy sokszor egymást ajánlgatjuk, győzködjük, vállalja el a munkát valamelyik másik labor.

A leépítésekkel párhuzamosan nagy mértékben változott az analitikai igény is. A háttérbe szoruló nyersanyagkutatás helyére Magyarországon, de azt lehet mondani legalábbis Európa-szerte egyre inkább a környezetföldtani feladatok ellátása lépett. A mélyfúrások korábbi részletes vizsgálatát egyre inkább a felszíni képződmények vizsgálata váltotta fel. A geokémia súlya és aránya növekszik a földtani kutatási irányok között. Egyre nagyobb súlyt kapnak az alkalmazott földtani kutatások, az ország földtani környezetállapotának vizsgálata, geokémiai alapszintértékek és anomáliák meghatározása, és ezzel összefüggésben az egészségvédelemmel kapcsolatos kutatások elvégzése.

A 2. táblázaton láthatók a kőzetanalitikában az utóbbi időben jelentkező igények. Ezek itt most az olyan igényeket jelentik, ahol nagyszámú minta elemzését kell elvégezni, és az eredmények a nyert adatok elemzése és szintetizálása alapján születnek. A geokémiai prospekció analitikai bázisát a Földtani Intézetben korábban az optikai emisszós

1. táblázat

Az érc- és kőzetanalitika korábbi fontos bázisintézményei

KBFI	– Központi Bányászati Fejlesztő Intézet
SZIKKTI	– Szilikátipari Központi Kutató és Tervező Intézet
Mecseki Ércbányászati Vállalat	
Országos Érc- és Ásványbányák Vállalat:	
	Egri laboratórium
	Recski Laboratórium
Aluterv-FKI	– Fémipari Kutató Intézet
Bauxitkutató Vállalat	
ELTE Kőzetan - Geokémia Tanszék	
MÁFI	– Magyar Állami Földtani Intézet

A SZIKKTI laboratóriuma volt korábban a hazai szilikátanalitika egyik fontos kutatóhelye, vezetője, dr. Tráger Tamás hosszú ideig a szakcsoport elnöke volt. A Cem-Kut Kft.-ben továbbra is folyik elemanalitikai munka, de műszerzettségük meglehetősen elöregedettnek mondható.

A Mecseki Ércbányászati Vállalat, melynek munkatársai hagyo-

* Az 1998. évi Analitikai Anketon az Érc-, Kőzet- és Fémanalitikai Szakcsoport részéről elhangzott előadás.

** Magyar Állami Földtani Intézet, Budapest

spektrográfia jelentette. Ennek pontossága azonban bizonyos feladatok megoldásához nem bizonyult kielégítőnek.

2. táblázat

Igények a kőzetanalitikában**Korábban:**

Elsődlegesen feladat volt a kőzetalkotó főkategorizáció meghatározása hagyományos nedvensanalitikai módszerekkel és műszeres eljárásokkal. Geokémiai prospekció: optikai emissziós spektrográfias meghatározások

Az utóbbi időben:

Nyersanyagkutatás háttérbe szorul és a környezetföldtani feladatok kerülnek előtérbe:

- Felszínalatti vizek geokémiai vizsgálata
- Országos geokémiai felvételek

Cél: A felszín jelenlegi környezet-geokémiai állapotának felvétele, nullállapot meghatározás, nyersanyagcélú értékelés az anomália területeken

Magyarország (1:500.000) geokémiai térképének elkészítése

Foregs-módszerek alapján:

- Hegyvidéki területek stream sediment felvétele (1:200.000)
- Arany kutatás. Carlin típusú aranyérc potenciál felmérése (Au, Ag, As, Tl, Sb, Hg)
- Agrogeokémiai térképezés (1:100.000) Talaj-anyakőzet-talajvíz rendszerek agrogeológiai célú tanulmányozása
- Agyagásványok ritka földfém-tartalmának meghatározásán keresztül genetikai következtetések levonása
- Víz-kőzet kölcsönhatási folyamatok
- Adszorpciós vizsgálatok

A Foregs (Forum of European Geological Surveys) 1995. évi ülésén megfogalmazódott az a szándék, hogy az európai geológiai intézetek analitikai módszereit szabványosítsák, illetve harmonizálni kell, hiszen egyre erősebben jelentkezik az az igény, hogy a különböző intézetekben született analitikai eredmények összehasonlíthatók legyenek egymással. Sok olyan feladat van, ahol geokémiai háttérértékek, anomália-területek meghatározásánál, környezeti állapotfelvételek elvégzésénél az adott vizsgálandó terület országhatárokon átnyúlik, a kiértékelésbe különböző országok laboratóriumaiban született eredményeket be kell vonni. Nagyon fontos volt az a döntés, hogy Magyarország geokémiai felvételezését Foregs-módszerek alapján végezzük el. Hasonlóan a hegyvidéki területek stream sediment felvételezése is ezen az alapon kezdődött el. Olyan fontos új területek is kutatásra kerültek, mint a Carlin típusú aranyérc potenciál felmérése, vagy az agrogeokémiai térképezés. A felmérések során nagyon gyakori igény, hogy mind a teljes, mind a kioldható elemtartalom meghatározásra kerüljön.

A MÁFI részt vesz egy, az európai geológiai intézetek analitikai módszereit harmonizáló projektben, melynek az a célja, hogy a felmérések eredményeit kölcsönösen elfogadhatóvá tegye. Mind a teljes elemtartalom, mind a mobilizálható, kioldható elemtartalom meghatározási módszereit érinti ez a projekt.

A 3. táblázaton a kőzetanalitikában alkalmazott teljes és kioldható elemtartalom meghatározására alkalmas módszereket tekintjük át. Azt mondhatom, valamennyi analitikai módszert művelik Magyarországon, legfeljebb nem mindegyiket rutinszerűen, illetve úgy fogalmazzák inkább: valamennyi módszernek van magyar művelője, csak ezeknek a méréseknek egy része külföldi kutatások, ösztöndíjak során valósult meg. Neutronaktivációs és röntgenfluoreszcens mérések végzésére természetesen van lehetőség Magyarországon. Itt nyilván finanszírozási problémákról van szó, a geokémiai projektek finanszírozása általában nem megoldott. Ez azt jelenti, hogy a Földtani Intézet a reá hátruló feladatokat kénytelen önerőből megoldani, akkor is, ha erre lenne ideálisabb megoldási lehetőség. Ezért nem alkalmazunk NAA illetve XRF méréseket a teljes elemtartalom meghatározásoknál.

3. táblázat

Teljes és kioldható elemtartalom meghatározási módszerek**Teljes elemtartalom meghatározása****Szilárd módszerek:**

NAA – neutronaktivációs analízis

XRF – röntgenfluoreszcens analízis

Szilárd minták közvetlen bejuttatása spektrométerekbe: a lézerablációs (LA), illetve az elektrotermikus párologtatásos (ETV) induktív csatolású plazmás (ICP) módszerekkel:

LA-ICP-AES atomemissziós spektrometria

LA-ICP-MS tömegspektrometria

ETV-ICP-AES atomemissziós spektrometria

ETV-ICP-MS tömegspektrometria

Porbefúvásos ill. szuszpenziós technikák

Oldatos technikák:

Alkáli ömlesztéses feltárás

Teljes feltárás HF tartalmú savkeverékkel atmoszférikus nyomáson, ill. zárt rendszerben

Kioldható elemtartalom meghatározása:

Kioldás királyvízzel

Kioldás HNO₃/H₂O₂ keverékkel

Enyhe kivonószerek

Sorozatos kioldások növekvő erősségű kivonószerekkel

A lézerablációs mintabevételnek vannak művelői, pl. az ELTE-n dr. Nagy Béláné LA-optikai emissziós méréseket végez. A nagyon új és divatos technikának számító LA-ICP-MS mérésekre a MÁFI-ban lesz lehetőség remélhetően a nagyon közeli jövőben. A technikának vannak magyar művelői, így Borszédi Jánosnak, Bertalan Évának és Dobosi Gábornak volt alkalmuk ilyen kutatásokat végezni külföldi tanulmányútjaik során. Az ETV, az elektrotermikus párologtatásos módszereknek Kántor Tibor kitűnő hazai szakértője, és Galbács Gábornak voltak Belgiumban ETV-ICP-MS kutatásai. A MÁFI-ban a teljes elemtartalom meghatározása a különböző feltárásokat követően spektrometriás módszerekkel kerül sor: AAS, ICP-AES, ICP-MS módszerekkel.

A földtani gyakorlatban a királyvízes feltárást fogadta el a Foregs, ezzel oldjuk ki azokat a komponenseket, amelyek a jövőben egyáltalán mobilizálódhatnak. A talajtani gyakorlatban szívesebben alkalmazzák a HNO₃/H₂O₂ keverékkel történő kioldásokat, míg a környezetvédelmi analitikában népszerűek a sorozatos, egyre növekvő erősségű kivonószerekkel végzett extrakciók. Magyarországon régóta végeznek ilyen típusú meghatározásokat Hlavay Józsefék.

A Vjtuki-ban Cravero Istvánék évek óta végeznek nyitott és zárt rendszerű mikrohullámú feltárási kísérleteket üledékek nehézfém tartalmának oldatba vitelére. A MÁFI-ban mi magunk is vizsgáljuk az ellenálló ásványok feltárhatóságát mikrohullámú feltáróban különböző savkeverékek alkalmazásával.

Az érc- és kőzetanalitika nagyon szerteágazó terület. Ha meg akarjuk ítélni, hogy egy intézet, vagy analitikai rendszer, vagy a szakma globálisan milyen erőt képvisel, mennyire közelíti meg a világszínvonalat, vagy a nemzetközi színvonalat, el kell helyeznünk az illető rendszert a hasonlóak között a világon. Longerichnek volt egy előadása az 1995-ös CSI-t követő ICP-MS posztzimpóziumon, ahol arról beszélt, hogy a geokémiai kutatások során alkalmazott analitikai módszereket rangsorolva ő az XRF, ICP-MS, LA-ICP-MS, ICP-OAS sorrendet tudná felállítani.

Ez a sorrend a kanadai Newfoundland-i Egyetem Földtudományi Tanszékének a laborjában kialakult helyzetet tükrözi, vagyis egy gazdag országról van szó, ahol a geokémia valamennyi ágát művelik. A kanada-

iak 1983 óta élen járnak az ICP-MS módszer geokémiai alkalmazásaiban.

Néhány, általam ismert geoanalitikai laboratórium felépítését szeretném vázolni.

A Dél-Afrikai Geológiai Intézetben arccal a nyersanyagkutatás felé fordulnak, nagy mintaszámban végeznek elemzéseket, de allig-allig foglalkoznak oldatos technikákkal, szinte valamennyi analitikai feladatot röntgenfluoreszcens módszerekkel oldanak meg. Ennek oka elsősorban az, hogy nem nagyon vannak rászorítva arra, hogy környezeti geokémiai módszerekkel foglalkozzanak. A hidrológiai kutatásokat Dél-Afrikában nem a Geológiai Intézet, hanem a Water Affairs végzi. A geokémiai prospekciós munkáik során egy szimultán Philips XRF készüléket használnak, amellyel a 4. táblázatban látható kimutatási határokat érik el. A földkéregbeli gyakorisági adatok és a XRF kimutatási határok összevetéséből kiténik, hogy csak néhány elemnél kell megelégedniük gyengébb kimutatási határral, mint amit a földkéregbeli átlagok indokolnak. E módszerrel egyébként évi 100,000 talaj- illetve patakhordalék minta elemzését képesek elvégezni.

4. táblázat

**Prospekció a Dél-Afrikai Földtani Intézetben
XRF kimutatási határok, és az átlagos gyakoriság
a földkéregben**

PW 1606 PHILIPS XRF spektrométer
24 elem szimultán meghatározása, Rh Compton MAC korrekcióhoz,
3 háttéracsatorna
Helikopteres mintavétel, 1 minta/km²
Szitálás után a 40 µm alatti frakciót sajtoltják, elemzik

Elem	XRF kimutatási határ	Földkéregbeli gyakoriság
Sc	1 ppm	22 ppm
TiO ₂	0.01%	0.57%
V	5 ppm	135 ppm
Cr	4 ppm	100 ppm
MnO	0.01%	0.10%
Fe ₂ O ₃	0.01%	5.63%
Co	10 ppm	25 ppm
Ni	10 ppm	75 ppm
Cu	9 ppm	55 ppm
Zn	3 ppm	75 ppm
As	10 ppm	1.8 ppm
Rb	4 ppm	90 ppm
Sr	1 ppm	375 ppm
Y	1 ppm	33 ppm
Zr	1 ppm	165 ppm
Nb	5 ppm	20 ppm
Mo	0.2 ppm	1.5 ppm
Sn	2 ppm	2 ppm
Sb	5 ppm	0.2 ppm
Ba	10 ppm	425 ppm
W	4 ppm	1.5 ppm
Pb	4 ppm	12.5 ppm
Th	4 ppm	9.6 ppm
U	2 ppm	2.7 ppm

A Dél-Afrikai Geológiai Intézetnek egyébként 7 darab különböző energia- és hullámhosszdiszperzív XRF készüléke van, nincs ICP-MS

készüléke, és ICP-AES készüléke is csak egy van, amit még én vettem 1993-ban.

Az európai földtani intézetekben mind az oldatos ICP-OES, illetve ICP-MS technikákat, mind a XRF technikát egyaránt művelik, elég itt az általam ismert finn, angol, német vagy a francia intézet példáira hivatkozni. Például a Német Szövetségi Geológiai Intézetben, Hannoverben 120 fős nagy laboratórium van, az XRF berendezéssel, évi 15.000 mintát határoznak meg üvegyöngyből, van 3 db ICP-AES, 2 db ICP-MS, 1 db nagy felbontású ICP-MS készülékük és atomabszorpciós berendezések mindenféle csatolt technikákkal. Abszolút nincsenek rákényszerítve arra, hogy bevételt termeljenek, sőt, nem megengedett a számukra az, hogy a magáncégeknek konkurenciát támasszanak a környezetanalitikai piacon. Teljesen profitiltizták maradhatnak. Hasonlóan erős a legtöbb nyugat-európai labor is, de a cseh, a szlovák és a lengyel labor is nagyon ütőképes, XRF, ICP-AES és AAS bázison működnek, évi 20–30.000 minta meghatározására képesek. Lényegesen nagyobb a létszámuk, pillanatnyilag az ICP-MS hiányzik csak a palettájukról, de csak rövid idő kérdése, hogy mindhárman vegyenek ilyen berendezést.

A nagy különbség az igazán erős, gazdag laborok és köztünk az, hogy nálunk úgy alakult ki az elemanalitikai labor, hogy az oldatos technikákra épülő klasszikus gravimetriás labor helyét váltotta fel.

Szinte minden feladatot meg tudunk oldani, csak olyan nagyon leépített létszámmal, és lehetetlenül kevés működtetési pénzzel rendelkezünk, hogy meg sem tudjuk közelíteni az optimális működtetési feltételeket. A megoldás a finanszírozási rendszer megváltozásával születhetne meg, erre azonban pillanatnyilag nem sok remény látszik. Jól működő XRF laborokkal kellene kooperálni a jövőben, ehhez azonban pénzre lenne szükségünk, vagy barterügyletként elemzésekkel kell majd fizetnünk: pl. ICP-MS mérésekkel az XRF elemzésekért.

Az 5. táblázaton a MÁFI elemanalitikai labor főbb műszerei láthatók. A 6. táblázat az OTKA 5. sz. Földtani Műszerközpontot mutatja be.

A köztelemzési rendszerek helyzetének megértéséhez talán segítséget jelent egy olyan laboratórium árainak bemutatása, amely

5. táblázat

A MÁFI Labor fontosabb műszerei

JY-70 ICP-AES készülék
VG PlasmaQuad II STE ICP-MS készülék LaserLab 2 lézerepárolgatóval (Nd: YAG lézer, 1064 nm)
Varian SpectrAA-10BQ atomabszorpciós készülék folyamatos hidridfejlesztővel és ETV egységgel
AMA 254 higany meghatározó
Pye Unicam SP-9 AA berendezés
Milestone MLS MEGA 1200 mikrohullámú feltáró
Waters ionkromatográf vezetőképességi és UV detektorral
FISONS Carlo Erba NA 1500 NCS elemanalizátor (C, S, N meghatározásához)
PEKIN-ELMER 1600 FTIR spektrofotométer
HP 5890 GC
Philips XRD készülék, PW 1710, számítógép vezérelt, kiértékelő szoftverrel
MOM Derivatográf PC
JEOL pásztázó elektronmikroszkóp ásványtani és mikropaleontológiai vizsgálatokhoz
Kriogén magnetométer magnetosztatográfiai célokra CCL
LEICA spektrofluorometriás mikrofotométeres mikroszkóp

6. táblázat

Az 5. sz. OTKA Földtani Műszerközpont

Gesztorintézmény: Magyar Állami Földtani Intézet

Tagok:

- ELTE Kőzettan-Geokémia Tanszék
- ELTE Ásványtani Tanszék
- ELTE Alkalmazott Földtani Tanszék
- MTA Geokémiai Kutató Laboratórium
- JATE Ásványtan, Geokémia Tanszék
- Atomki – Atommag Kutató Intézet
- Vituki – Vízügyi Tudományos Kutató Intézet

Kanadában működik ugyan, de rendkívül nehéz versenyhelyzetbe hozza a hazai laborokat. Árai annyira olcsók ugyanis, hogy a postaköltséggel együtt megéri a megrendelőknél ebben a laborban elemzéstetni.

A 7. táblázatban a Kanadai Activation Laboratories Ltd, az ACT-LABAS elemzési programja látható. Itt tehát összesen 48 elem meghatározását, beleértve az aranyat is, végzik el 16 USD-ért (2 évvel ezelőtti ár) ami postaköltséggel együtt kevesebb, mint 4000 Ft-ot jelent. Azok a megrendelők, akiknek az eredmény nem túl sürgős, és a kész analitikai csomagokkal megelégednek, kb. 80 Ft-ért kapnak egy kompo-

7. táblázat

A kanadai ACTLABS elemzési csomagja 48 elemre

Neutronaktivációsan meghatározott elemek

elem	kimutatási határ	elem	kimutatási határ
Au	2 ppb	Na	0.01%
As	0.5 ppm	Nd	5 ppm
Ba	50 ppm	Rb	5 ppm
Br	0.5 ppm	Sb	0.1 ppm
Ce	3 ppm	Sc	0.1 ppm
Co	1 ppm	Se	3 ppm
Cr	5 ppm	Sm	0.1 ppm
Cs	1 ppm	Sn	100 ppm
Eu	0.2 ppm	Ta	0.5 ppm
Fe	0.01%	Th	0.2 ppm
Hf	1 ppm	Tb	0.5 ppm
Hg	1 ppm	U	0.5 ppm
Ir	5 ppb	W	1 ppm
La	0.5 ppm	Yb	0.2 ppm
Lu	0.05 ppm		

Kevert savas teljes feltárást követően

ICP-OES módszerrel mért elemek:

elem	kimutatási határ	elem	kimutatási határ
Ag	0.4 ppm	Mo	1 ppm
Al	0.01%	Ni	1 ppm
Be	2 ppm	P	0.001%
Bi	5 ppm	Pb	5 ppm
Ca	0.01%	Sr	1 ppm
Cd	0.5 ppm	Ti	0.01%
Cu	1 ppm	V	2 ppm
K	0.01%	Y	2 ppm
Mg	0.01%	Zn	1 ppm
Mn	1 ppm		

Az elemzési csomag ára 16 amerikai dollár

nenst, aranyat, ezüstöt, ritkaföldfémeket is beleértve. Hasonló kőzet-analitikai gyárak még az ír OMAK, vagy az ausztrál ANALABS. Alapvetően neutronaktivációs és XRF bázisra épülnek ezek a laborok, de rendkívül erősek a minta-előkészítésben, és az oldatos technikákban egyaránt. A "széncsatát" ők a rendkívül nagy mintaszámú nyírké, heti több ezer minta fut át rajtuk, nem nagyon vannak egyévre szabott elemzések, analitikai csomagok vannak. Nagyon erős marketingmunka folyik ezeken a helyeken, és igen hatékonyak. Ismerve a hazai árakat, ezekkel a csomagokkal nem lehet versenyezni, hiszen ma Magyarországon olyan 500–2000 Ft közötti komponens árak vannak ebben a koncentrációtartományban.

Az eddigiek során kőzetelemzési meghatározásokat ismertettem, ahol tehát viszonylag nagyszámú minta vizsgálata volt szükséges. Van azonban a kőzetelemzéseknek egy olyan új ága, ahol viszonylag kis mintaszámú elvégzett elemzésekkel vonnak le genetikai következtetéseket. Ez a viszonylag új terület az izotóp-geokémia. Az MTA Geokémiai Kutatólaboratóriumában Demény Attilának végeznek C, H, O izotóp méréseket egy Finnigan tömegspektrométerrel. A Debreceni Atomkiban Hertelendi Edéék saját építésű tömegspektrométerrel végeznek C, H, O, N, S könnyű, stabil izotóp méréseket, illetve K-Ar kormeghatározásokat végeznek. Ezek a berendezések gázanalitikai MS készülékek. Az ország két ICP-MS készülékén, a Vituki-ban és a MÁFI-ban folynak kísérletek nehézfém izotóp meghatározására toxikus elemek esetén, egyrészt a szennyezések eredetének lokalizálására, másrészt genetikai elkülönítésre.

A nemzetközi gyakorlatban a TIMS (thermo ionisation mass spectrometry) szerepét egyre inkább átveszi a LA-ICP-MS (laser ablation ICP-MS), mivel a TIMS-hez a minta-előkészítés igen időigényes. A Quad-ICP-MS szórása csak ritkán elegendő ehhez a feladathoz (0.1-0.5%), de a HR-ICP-MS (high resolution) szórása már jobb 0.05-0.2%, illetve az ICP-TOF-MS (time of flight-repülési idő ICP-MS) 0.05-0.1% RSD és a MS-MC-ICP-MS (magnetic sector-multicollection) 0.002-0.01% RSD értéke már eléri a TIMS szórását. A sokkal gyorsabb minta-előkészítés miatt az izotóp-geokémiai mérésekhez a jövő útja tehát a különböző HR, MC illetve TOF LA-ICP-MS mérések. A TOF és a MS-MC technikák lényegesen jobb szórása egyrészt a stabilizált ionáram és ionstatistika miatt érhető el, másrészt azért, mert ezekkel az új technikákkal a különböző izotópok szimultán meghatározására van lehetőség. A TOF-készülékkel pl. 10 s alatt végig lehet pásztázni a spektrumot.

Ígéretes új kutatási terület az agyagásványok genetikájának megismerésére azok ritkaföldfém-eloszlásának analízise útján. Ilyen méréseket egy éve végzünk a MÁFI-ban ICP-MS módszerrel.

A fémanalitika helyzete

A fémanalitika területéről – mivel ebben én nem vagyok igazán járatos – nagyon sok segítséget kaptam dr. Vorsatz Brunó professzor úrtól, aki sokáig a fémanalitikai szakcsoport elnöke volt. Az érintett laboratóriumok vezetőivel konzultálva sikerült begyűjteni sok értékes információt. Természetesen itt is hangsúlyoznom kell, hogy beszámoló a fémanalitika helyzetéről a teljesség igénye nélkül készült. Korábban a fémanalitika a nagyüzemek laboratóriumaihoz kötődött. Ezek a laborok zömében ma is megvannak, működnek, sorsuk nagymértékben függ az iparági megrendelésektől.

A vas- és acéliparban a két nagy cég, a Diósgyőri Kohászati Művek és a Dunaújvárosi Vasmű (Dunaferr) viszik a prímet.

A diósgyőri Metalcontrol Vaskohászati és Minőségellenőrző Központ Kft. (vezető: Nádkúti Tivadar) közel 100 fős laboratóriumával látja el a Kohászati Művek analitikai igényeit. Ez a labor egyébként a Miskolci Egyetem kihelyezett Minőségbiztosítási Tanszéke is egyben. Az EU-hoz tartozó angol NAMAS cég által akkreditált laboratóriumról van szó, mely zömében 1989-90-es berendezéseivel megbízhatóan, jól működik, és azt lehet mondani: a műszaki színvonal nagyjából megfelel a nyugati cégek hasonló laborjainak, vagyis lényegében képviseli a nemzetközi

színvonalat. A 8. táblázat mutatja a labor fontosabb eredményeit. Az XRF berendezést fémek, salakok, szilikátok, ferroötvözetek meghatározására használják. A szikra spektrométerek a gyártási folyamatra belülről szimultán berendezések. Működik még a Metalcontrolnál egy központi labor, amely az analitikai piacon dolgozik, és elsősorban környezetvédelmi jellegű méréseket végeznek.

8. táblázat

Metalcontrol

Vaskohászati és Minőségellenőrző Központ Kft műszerei

- 1 db XRF-spektrométer: ARL 8680, szimultán-szekvens
- 4 db szikra-spektrométer: ARL, szimultán
- 1 db ICP-AES-spektrométer: ARL-3410 szekvens
- 7 db C-, S-, H-, O-, N-elemző készülék: LECO-elemanalizátor
- 1 db hordozható spektrométer: Metalscan 1650

Azt lehet általánosan is mondani, a legtöbb ipari labor indít környezetvédelmi mérésekre alkalmas részleget, egyre csökken az ún. profiltizta laborok száma.

A vas- és acélipar másik nagy cége a Dunaferrehez kötődő Qualitest Minőségügyi Kft. 200 fővel működő nagy laboratóriumi egység, amely a Dunaferren belüli elemzési igényeket elégíti ki, minőségbiztosítási és környezetvédelmi méréseket végez. A Minőségbiztosítási és Környezetvédelmi Divíziók mellett az Anyagvizsgáló Divízió a legjelentősebb, mintegy 140 fővel. Főleg a Vasmű igényeit szolgálják ki, de külső megrendelésre is dolgoznak. A mechanikai és fizikai tesztekre most nem térnek ki, ezért a 9. táblázaton csak a spektrokémiai osztály műszerparkját mutatom be. Ehhez az összeállításhoz Bocz Andrásról, a divízió helyettes vezetőjétől kaptam sok segítséget. A szikra spektrométerek megbízhatóan működnek, 1 percen belüli adatszolgáltatásra képesek. Ezekkel a berendezésekkel gyakorlatilag valamennyi fémanalitikai feladatot el tudják végezni, salakok, ércék, környezetvédelmi minták analízisére is lehetőség van. A cég átvászelte a privatizációt. Itt is előjön a profiltizta laborok kérdése, vagyis, hogy szinte mindenki beszáll a környezeti minták piacára. Ez persze érthető. A Qualitest működése megnyugtató, berendezéseik többnyire jók, vagy felújítottak, megfelelnek a nemzetközi színvonalnak. A LIMS (Laboratory Informations Manager System) rendszert bevezették, és jól működik.

9. táblázat

A QUALITEST berendezései

- 3 db szikra spektrométer: ARL-3460
- 1 db XRF-spektrométer: ARL 8660, szimultán
- 1 db XRF-spektrométer: ARL 8410, szekvens
Uniquant szoftverrel
- 1 db ICP-AES-spektrométer: ARL2510, szekvens
- 2 db AA-atomabszorpciós készülék
- 4 db C-, S-, N-, H-elemző készülékek: LECO

A Csepeli Fémmű Analitikai laborja szintén jelentős analitikai erővel képvisel. (vezetője: Szentmiklósi László). Műszereit a 10. táblázat illusztrálja. Ez is akkreditált labor, mint az előbbi kettő, de most 1997-ben nem újították meg az akkreditálásukat. Az egész cég egyébként az ISO 9002 szerint működik. Az analitikai labor 22 főből áll, 4 műszakban dolgoznak

10. táblázat

Csepeli Fémmű Analitikai Laboratórium

- 3 db XRF spektrométer: ARL 8680, szimultán-szekvens
ARL 9400 szekvens
ARL1990 szimultán-szekvens
- 2 db szikra spektrográf: Q-24
PGS-2

itt is. Mintáik zöme rézötvözetek, bronzok, alpakák. A fizikai tesztek is beleértve 500.000 komponens mérésére kerül sor évente. A cég még nincs privatizálva, jelenlegi tulajdonosa a Magyar Fejlesztési Bank. Sorsa nyilvánvalóan nagymértékben függ attól, ki lesz a tulajdonos. Műszereik jók, főleg az XRF berendezések számítanak korszerűnek, a 9400-as szekvens készülék új. Terveik között szerepel a spektrográfok cseréje spektrométerekre, és a nedvesanalitikai részleg fejlesztése ICP-AES illetve AA készülékekkel.

A Csepel Művek területén működő AGMI (11. táblázat) Anyagvizsgáló és Minőségellenőrző Rt. laboratóriuma nemzetközileg akkreditált, (vezetője: Gyórfi dr. Buzási Anna). Fémek, ötvözetek, levegő, víz, környezeti minták, környezeti állapotfelmérés jelenti a fő profiljukat. 1992-ben alakultak át részvénytársasággá és az önprivatizáció után önfenn tartók lettek. A labor jó példája annak, hogy azoknak az ipari laboroknak, melyek mögött csökken az iparágai megrendelések száma, milyen irányban kell elindulniuk ahhoz, hogy talpon maradjanak.

11. táblázat

AGMI Anyagvizsgáló és Minőségellenőrző Rt. Laboratórium műszerei

- 1 db XRF spektrométer: PW - 1460, szekvens
- 2 db emissziós spektrográf: Q-24
- 1 db emissziós spektrográf: PGS-2
- 1 db szikra spektrográf: Spectro Test F, mobil berendezés
- 1 db AA spektrométer: Unicam SP-9 láng+grafit

Az alumíniumipar területén befejeződött a privatizáció. Ajkán pl. a MAL Rt. tulajdonába került az alumíniumkohó. Az Alufém Kft. laborja 24 órás üzemmódban dolgozik, nagyon stabil berendezés a szikra gerjesztésű szimultán-szekvens ARL spektrométer. Tartaléka egy 20 éves XRF berendezés, melyet egyébként timföldgyári vizsgálatokra használnak fel, de fém alumínium is mérhető rajta. Jó készülékek, de persze előbb-utóbb újabbakat kell majd venni.

Ajkán van még egy formaöntőde, a Le-Belifer féle öntőde. 100% francia tulajdonban lévő öntődéről van szó. Ők egy Spectro szikra spektrométert használnak, melynek van egy gazdája, aki a kalibrálást, ellenőrzést végzi, de az olvasztárok a műszakban be vannak tanítva, és önállóan ellenőrzik a gyártási folyamatot, vagyis mérnek a készülékkel. Automata rendszer jelzi, hogy a túrésen belül van-e az összetétel. A cég ISO-9002 szerint működik. Ez az analitikai rendszer nemzetközi színvonalú.

A volt székesfehérvári Kőfém-et az amerikai ALCOA cég vette meg. Szinképanalitikai laborjuk pillanatnyilag 2 fővel működik, vezetője Patai Antal. Az ISO előírások szerint működik a cég, kevés szakmai kapcsolat maradt a magyar analitikusokkal, az American Technique Center irányítja a méréseket. Főleg alumíniumipari termékeket, idomokat, tüskéket, hengerelt, olvasztott árukat elemeznek. Két szikra spektrométerük van, egy Baird és egy Spectro LABS készülék. Felújított készülékek, 2000-ig terveznek új berendezéseket vásárolni. A cégnek van egy nedveslaborja is, ahol ICP-AES, AA és XRF berendezésekkel sok környezeti mintát elemeznek.

A Mosonmagyaróvári Motim Timföld és Alumíniumipari Kft.-nél timföld, korund, Zr tűzálló anyagok, Al-hidroxid, Mg-spinell, elektromullit elemzéseket végeznek. (Winkler Péter) A 12. táblázaton láthatók a labor berendezései. Sokféle készülékük van, néhányat közülük, pl. az ICP-AES készüléket, a szedigráfot vagy az ionkromatográfot az Aluterv-FKI-től vették, de magyar gyártmányú műszereik is vannak. Nem akkreditált labor, de a cég ISO-9002 szerint működik. Nyersanyagok és termékek mérése folyik, valamint gyártásközi ellenőrzés. Néhány dolgot ki kellene cserélni, pl. spektrográfot spektrométerre, de megfelelő színvonalon működő ipari labor ez.

A felsorolt példák mellett megemlítendő még, hogy az utóbbi 8 évben

12. táblázat

MOTIM Timföld és Alumíniumipari Kft műszerei

- 1 db XRF spektrométer: ASA-1024 Atomki gyártmány, energiaszelektív
- 1 db neutronaktivációs berendezés: MTA-1527 bauxitelemző
- 1 db XRF spektrométer: ARL 8480 szimultán-szekvens
- 1 db ICP-AES spektrométer: ARL-típusú, szimultán-szekvens, felújított, új szoftver
- 1 db C-, S-elemző készülék: LECO
- 1 db spektrográf: Q-24 váltóáramú ívgerjesztéssel
- 1 db ionkromatográf: Bio-Rad
- 1 db Szedigráf
- 1 db lézerdiffrakciós szemcseelemző: Malvern

10 db Hilger gyártmányú szikra spektrométert helyeztek üzembe olyan öntödékben és kohászati üzemekben, ahol ezekkel a készülékekkel oldják meg a gyártásközi ellenőrzést, és a végermékek analízisét. Így a Ganz-Mávag-Soroksári Vasöntöde, az Egri Vasöntöde, a Salgótarjáni

Kohászati Üzem, a Szolnoki Mezőgép, a Mofém Csornai Színesfém Öntöde, a Kecskeméti Alumíniumipari Szövetkezet, az Orosházi Alföldi Kőolajipari Gépgyár, a Salgótarjáni Acélárugyár, illetve az Inotai Bauxitbányák Vállalata.

A Nemesfémvizsgáló Rt. még a fémanalitika egyik fontos szereplője. ICP-AES módszerrel elemeznek nemesfémeket (Au, Pd, Rh). Készülék: ULTRACE JY ICP-AES berendezés.

A fémanalitikáról általában elmondható, hogy megoldandó feladat a kis öntödék helyzete. Ezeknél egyre nagyobb gondot okoz a korrek analitika hiánya. A klasszikus vizsgálatokra egyre kevesebb ember maradt, egyre kevesebben értnek hozzá, spektrométerek beszerzésére pedig nincs módjuk ezeknek a kis öntödéknek, illetve nincs meg a méréshez a szakértelmük. Komoly feladat lenne olyan analitika kidolgozása, ahol a technikus az öntés során be tud avatkozni.

Végezetül köszönetet szeretnék mondani dr. Vorsatz Brunó professzor úrnak, a Fémanalitikai Szakcsoport korábbi elnökének értékes tanácsaiért, és az előadásban érintett laboratóriumok munkatársainak, vezetőinek a szükséges információk rendelkezésre bocsátásáért.

Elemanalitikai feladatainak gyors, megbízható és gazdaságos megoldásához korszerű, számítógéppel vezérelt, egyszerűen programozható spektrométereket kínál a TESTOR

A mobil ARC-MET 900 S&P és a hordozható ARC-MET 930 S&P optikai emissziós spektrométerekkel egyszerű programváltással a fémötvözetek sokféle fajtáját elemezheti. **Meghatározhatja** az acélok legfontosabb ötvözőjét, a **karbont** és a szennyezői közül a **foszfort** és a **kenet is**, mégpedig laborpontossággal néhány perc alatt!

Az ARC-MET spektrométerek előnyösen alkalmazhatók például:

- karbantartások minőségbiztosítási feladataihoz, megelőzve az

esetleges anyagcserelésből adódó károkat, üzemzavarokat például az erőművi, vegyipari, technológiai berendezések javításakor;

- acél- és fémöntödékben a betét összeállításához és az adagvezetéshez; műbizonylatok kiállításához;
- a beérkező szállítmányok gyors ellenőrzéséhez;
- az acél-, a fémötvözet-, illetve a fémhulladék-kereskedelemben azonosításra és az elvesztett vagy hiányos műbizonylatok pótlására.

Kérjen ajánlatot! **TESTOR** – Budapest XII., Meredek u. 45. • Telefon: 319-4728 • Fax: 319-2284

HÍREK

Szerkezetek integritása a hálózaton

Az Elsevier Science kiadó új on-line szolgáltatása a **Structural Integrity Network SiNET** nyolc jelentős témakörrel nyújt átfogó információkat a szerkezetek épsége (integritása) iránt érdeklődőknek, mégpedig:

- a SiAlert a kiadó gondozásában megjelenő nyolc folyóirat: az Engineering Failure Analysis, az Engineering Fracture Mechanics, az International Journal of Fatigue, az International Journal of Impact Engineering, az NDT & E International, a Theoretical and Applied Fracture Mechanics, a Tribology International and Wear tartalomjegyzékét és a közlemények rövid kivonatait közli.

Ezt a szolgáltatást díjmentesen ki lehet próbálni. Bejelentkezés a <http://www.elsevier.nl/locate/SiNET> címen.

- a SiCommunications – a közleményekről,
- a SiPublications – a kiadványokról, könyvekről,
- a SiConference – a rendezvényekről,
- a SiPublishing Services – a kiadói szolgáltatásokról,
- a SeNews – a szakterület híreiről,
- a SiWho s Who – a szakértőkről és
- a SiFeedback – a visszacsatolásokról ad információkat.

Az érdeklődők részletes tájékoztatást kaphatnak:

Mark Lester, Global Marketing Elsevier Science, Tel.: +44 0 1865 843177, fax: +44 0 1865 843929, E-mail: m.lester@elsevier.co.uk



ASME-szeminárium Budapesten

A Gépipari Tudományos Egyesület és az ASME, az Amerikai Gépészmérnökök Egyesülete közötti együttműködés keretében május 25-én szemináriumot tartottak a Budapesti Műszaki Egyetemen.

Matolcsy Mátyás, a GTE elnöke megnyitójában hangsúlyozta, hogy a magyar ipar szerkezet- és tulajdonosváltását követően növekszik a két egyesület közötti együttműködés jelentősége. Ginszler János, a BME rektorhelyettese köszöntőjében kiemelte: ez az első alkalom, hogy az ASME magas szinten képviselteti magát hazánkban.

Gad Hetsroni, az ASME alelnöke bevezetőjében a gazdaság globalizálására hívta fel a figyelmet, amely igényli a műszaki tudományos együttműködést, az eredmények integrálását és a technikai követelmények egyeztetését.

Michael Michaud, a nemzetközi kapcsolatok igazgatója az ASME szervezetét ismertette. Egyesületüknek a világ 13 régiójában mintegy 125 ezer tagja van, ebből 24 ezer az egyetemista. Évente 30 konferenciát és 200 továbbképző tanfolyamot szerveznek. Jelentős a műszaki kiadói és a szabványosítási tevékenységük.

A bevezető előadásokat követően – a szeminárium meghirdetett témájával összhangban – Martin Koenig instruktorként az ASME szabályzatokról és az ASME akkreditálási eljárásról tartott többrészes előadást. Az elhangzottak a Technical seminars című ASME-kiadványban részben megtalálhatók.

Az érdeklődőknek ajánljuk, hogy vegyék fel a kapcsolatot az ASME hazai képviselőjével, dr. Váradi Károly műegyetemi docenssel, e-mail: varadi@eih.bme.hu.