

Az RVI jövője

A távvezérelt vizuális vizsgálati rendszerek fejlesztése a hozzáilleszhető, mozgatható és minőségileg újat adó elemek irányába folytatódik. A jövőben egyetlen kábelt használhatunk majd, amely hardverfejlesztés nélkül csatlakoztatható számos rendszerhez. Forgó kamera vagy az egyedi igények szerint megépített speciális kamera is csatlakoztatható lesz a jelenlegi rendszerhez. A kulcs az intelligencia, ahogy a szoftver és a hardver kisebbé, olcsóbbá és hatékonyabbá válik. A kamerarendszerek képesek lesznek hibák azonosítására is, és alkalmasak lesznek a vizsgálat levezetésére ellenőrzés nélkül és/vagy más technológiákkal együttműködni, s így több vizsgálati adatot szolgáltatni. A lehetőségek valóban korlátlanok, ám a jó hír az, hogy a kifejlesztett különleges szolgáltatások hétköznapivá válnak és az árak is csökkennek.

Összefoglalás

A távvezérelt vizuális vizsgálatok a video- és optikai alapú berendezések széles körét igénylik. Ezek használata számos ipar számára lehetővé teszi a bepillantást a gépek, szerkezetek és az ún. infrastruktúra rendszerek belsejébe biztonságosan, hatékonyan és eredményesen. Ahogy a videoalapú berendezések elérhetőkké váltak az 1980-as

évek végén a távvezérelt vizuális vizsgálati technológia alapvető gyakorlattá lépett elő sok iparág területén, beleértve a föld alatti csatorna- és egyéb infrastruktúra rendszerek állapotellenőrzését. Ahhoz, hogy a RVI berendezések széles választékából a vizsgálati feladat és igény, nemkülönben a költségek szempontjait figyelembe véve választani tudjunk, érdemes néhány gyakorlati tanácsot is szem előtt tartani:

A pásztázó-billenő-zoom-videokamerák legalkalmasabbak a zárt terek általános ellenőrzésére, illetve a nagy átmérőjű (kb. 1-2 m) terek felületeinek részletes vizsgálatára. A zoom-kamera nagy felbontású képet ad, megvilágító tartozékkal kiegészítve pedig a sötét, föld alatti terek vizsgálatára is alkalmas. Ezeknek a kameráknak az ára 10 000 és 30 000 \$ között változik.

Az önjáró vizsgálórobotok masszív és sokféle környezeti ártalomnak ellenálló kivitelűek; akár 200 méternyi utat is meg tudnak tenni. Ezek rendszerbe szervezése a gyártónál időigényesebb, és árak 35 000 és 65 000 \$ között van.

Az áttolható videokamerák multifunkcionális "igásló" eszközök. Számos változatban kaphatók az olcsó, a csőszerelő munkáját segítő változattól – ez csak a cső belsejének képét közvetíti – a technikailag fejlett – kép- és videokép rögzítési és feliratozási lehetőséggel – állapotellenőrzésre alkalmas modellekig. Árak 5500 és 15 000 \$ között van.

A MiniPal hordozható, energiadisziperzív röntgenfluoreszcens spektrométer

Joó Katalin*

Bevezetés

A röntgensugárzás felfedezése óta a röntgenemissziós analízis (REA) az elemek minőségi és mennyiségi meghatározásának alapvető módszerévé vált. Olyan analitikai módszerek tekintik, amely különböző anyagok főalkotóinak és nyomelemeinek meghatározására egyaránt alkalmas. Számos változata ismert, melyek a gerjesztés és jelfelbontás módjaiban térnek el egymástól. A szekunder emissziós röntgenanalízis, vagy más néven röntgenfluoreszcens spektrometria (XRFS) azért vált széles körben alkalmazott módszerré, mert alkalmazásával – néhány kis rendszámú elem kivételével – az összetevők néhány, vagy néhány tized ppm-től 100%-ig terjedő koncentrációban határozhatók meg. A kimutathatósági határokat befolyásolja a mátrix, az alkalmazott módszer és a meghatározandó elem rendszáma, de nagy előnyt jelent, hogy a spektrum viszonylag vonalszegény és különösen az egykristállyal történő jelfelbontás esetén (hullámhosszdisziperzív röntgenspektrometria /WDXRFS/) csaknem interferenciamentes. A sokcsatornás jelfelbontást alkalmazó energiadisziperzív röntgenspektrométerek (EDXRFS), amelyek családjába tartozik a Philips cég által kifejlesztett PW 4025/00 típusú MiniPal készülék is, a kalibrálást követően a különféle ásványi, ipari és környezeti, szilárd vagy folyékony minták gyors és roncsolásmentes elemzését teszik lehetővé [1],[2],[3],[4], [5], [6], [7].

A MiniPal röntgenspektrométer

A Philips cég által kifejlesztett röntgenspektrométerek közül figyelmet érdemel a MiniPal energiadisziperzív, kisméretű és kis tömegű (215x530x495 mm, 26 kg), asztali készülék, amely terepi mérésekre is alkalmas, mivel működtetéséhez mindössze 220 V-os áramforrás és egy laptop szükséges. Felépítését tekintve nagy előnye a Rh (vagy igény szerint más, pl. Cr) anódú, 9 W-os röntgenszó, amely kis teljesítménye miatt nem igényel hűtést. Továbbá, szemben a radioaktivizotóp-ger-

jesztésű asztali készülékekkel, a sugárforrás, a röntgenszó élettartama gyakorlatilag korlátlan, és a készülék nem ÁNTSZ-engedélyköteles.

A MiniPal készülék (fotója a címlapon látható) elvi felépítését az 1. ábra szemlélteti vázlatosan. A 12 minta befogadására alkalmas, automata mintaváltó elemzési helyzetbe forgatja a mintát, amelynek felületi rétegét, annak atomjait az oldal ablakos röntgenszóból kilépő és a célszerűen (a vezérlő szoftverrel) megválasztott szűrőn áthaladó röntgensugár gerjeszti karakterisztikus röntgensugárzás kibocsátására. Ezt észleli a Si-PIN félvezetős detektor, amely nagy felbontású: 250 eV @ 5,9 keV.

Az adatfeldolgozást a 2048 csatornás (MCA) analízátor végzi. Az analitikai program a mintán belüli elemek szimultán mérését teszi lehetővé a Na-U elem- és a ppm-100% koncentráció-tartományban. A könnyűelemek (Na, Mg, Al) detektálhatóságát javítja a beépített hélium-átöblítő rendszer működtetése. A mérési idő általában 100-300 s, a mérendő elemek koncentrációjától függően. (Ha célszerű, akkor elemzés közben a minta forgatható is.) A szoftver gondoskodik a spektrum háttér-korrekciójáról, az egymásra eső vonalsúcok szétválasztásáról és a nettó intenzitásértékek elemkoncentráció értékekké konvertálásáról egy olyan algoritmus segítségével, amely empirikus tényezőket és többváltozós regresszió-számítást alkalmaz. Egyidejűleg különböző spektrumok megjelenítése és összehasonlítása is lehetséges. Az elemzési feladatra kalibrált készülékkel a rutinmérés mindössze az ismeretlen összetételű minták behelyezéséből és a mérés elindításából áll. A szoftver Windows 2000 alatt fut, amelyhez IBM kompatibilis számítógép, Pentium processzor és CD-ROM ajánlott.

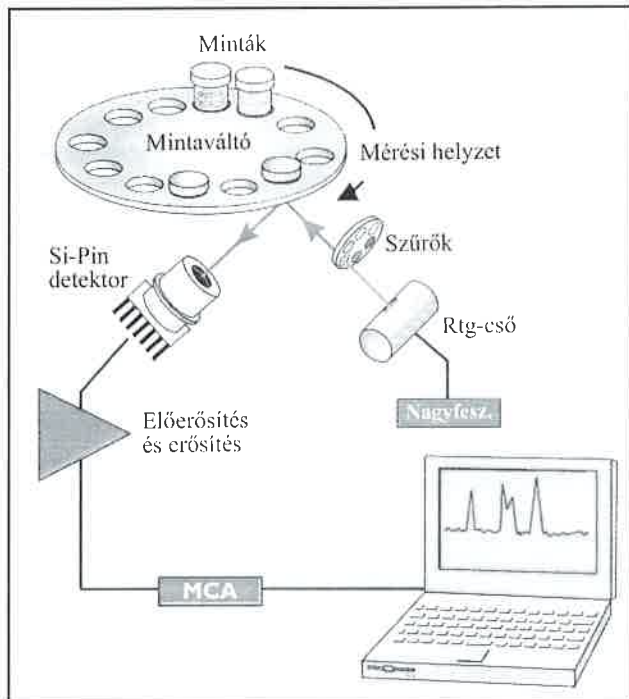
A MiniPal készülék előnyös tulajdonsága az is, hogy az ismeretlen összetételű mintáról 10 s alatt minőségi felvételt szolgáltat, azaz tájékozódhatunk a mintában jelenlévő elemekről és megállapíthatjuk a főalkotókat. Ennek ismeretében a már meglévő, kalibrált elemzőprogramjaink közül célszerűen választva percek alatt mennyiségi elemzést is végezhetünk.

A MiniPal készülék sokoldalú alkalmazhatóságát segítik a **mintaelőkészítő berendezések**. Az ásványok és a hasonló minták finom szemcséjű porrá őrölhetők és homogénizálhatók a **MiniMill** berendezésben.

*Testor Kft.

KÉSZÜLÉKEK, BERENDEZÉSEK

A pormintából elemzésre alkalmas tabletta préselhető a **MiniPress** laborprésszel, vagy gyönggyé olvasztható a **MiniFuse** berendezésben. Így módon kiküszöbölhetők a részecske méretéből és az ásványtani hatásokból eredő problémák is.

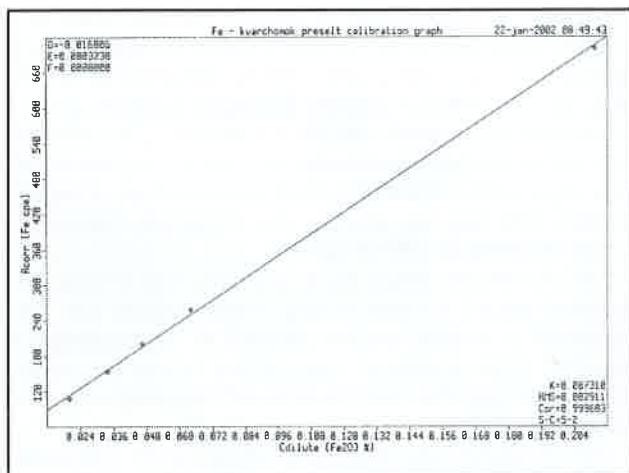


1. ábra. A Philips MiniPal energiadisperzív röntgenspektrométer elvi vázlata

A MiniPal felhasználási területei

A MiniPal felhasználó közé tartoznak például az ásvány- és ércbányák, az üvegyar, a cementipar, a petrokémiai ipar, az élelmiszeripar, a gyógyszer és a gyógyhatású készítmények gyártói, a hulladék-feldolgozó cégek és a festékgyártók, de az igazságügyi és a vámlaboratóriumok, az egyetemek, a környezetvédelmi laboratóriumok is. Egy szóval, a szervesen analízist végzők gyakorlatilag mindegyike. Röviden néhány jellemző alkalmazási példát említünk.

A nagy tisztaságú kvarchomok – mint üvegyipari alapanyag – leggyakoribb szennyezője a vas, mely a termék tulajdonságait (pl. színét) befolyásolja. A vaselemzés hagyományos módon roncsolásos mintakezelést igényel, ami nem csak az időigénye miatt hátrányos, hanem azért is, mert a nagy szilíciumtartalom okozta nehézségek miatt ez a



2. ábra. A kvarchomok kalibrációs görbéje vasra

művelet az elemzés bizonytalansági tényezője is. Röntgenspektrometriával mindezek a hátrányok kizárhatók.

Az etalonként használt különböző vastartalmú, de azonos matrixú mintákkal a MiniPal készülékkel felvett kalibráció eredményeként vasra 0,9996 szorosságú korrelációt kaptunk, a hozzá tartozó szórásjellemző értéke pedig 0,002911 értékre adódott (2. ábra). A minták rendkívül jó ismételtőltséggel mérhetők vissza, már 100 s mérési idő alkalmazásával is. Ezt szemlélteti az 1. táblázat.

1. táblázat. Kvarchomok minta ismételt mérési eredményei Fe₂O₃-ra átszámított vastartalomra

Nr	Ident	Fe2O3	
		C	Unit
1	st7 visszameres	0.060	%
2	st7 visszameres	0.060	%
3	st7 visszameres	0.062	%
4	st7 visszameres	0.062	%
5	st7 visszameres	0.061	%
6	st7 visszameres	0.062	%
7	st7 visszameres	0.061	%
8	st7 visszameres	0.061	%
9	st7 visszameres	0.061	%
10	st7 visszameres	0.061	%

A jó eredmény igazolta várakozásunkat. Ennek alapja – cemelemzési eredményeinken [5] túlmenően – az az általános tapasztalat, miszerint a geológiai mintákon AAS, ICP és XRF módszerekkel elvégzett összehasonlító vizsgálatok alapján igazolódott, hogy a legmegbízhatóbb eredményt a röntgenfluoreszcens spektrometria szolgáltatja.

A MiniPal olajipari alkalmazhatóságát a Veszprémi Egyetem munkatársai – dr. Hartyáni Zsuzsanna, Szilágyi Virág, dr. Bartha László és Kis Gábor – részletesen megvizsgálták. (Munkájukat az OTKA is támogatta: T 026423 sz.) Vizsgálataik eredményeiről a 44. Spektrokémiai Vándorgyűlésen (Baja, 2001. június 25–27.) számoltak be. Meghatározták az egyes elemzési feladatok optimális mérési paramétereit, majd kalibrálták a készüléket ezekre a feladatokra. Az elemzési programok a következő területeken alkalmazhatók:

- gázolaj és benzin kén- és ólomtartalmának ellenőrzése;
- kenő- és hidraulika olajok, kenőzsírok természetes és adalékanyagainak ellenőrzése (a Na-, Mg-, P-, S-, Cl-, Ba-, Si-, Ca-, Zn-, Mo-tartalom meghatározása);
- fáradt olajokban a motoralkatrészek kopására jellemző fémek (Al, Si, Fe, Ni, Cu, Pb) mérése;
- gumiőrlemény és gumidegradátum vizsgálata Zn-, Ca-, Mg-, Fe-, Si-, Ti-tartalomra;
- katalizátorok fémtartalmának (Al, Si, Co, Mo) meghatározása.

Élelmiszerek és gyógyhatású készítmények gyors, a technológiai vonalban elvégezhető, elemzéséhez a MiniPal készülék jól alkalmazható. Példaként a pezsgőtabletták vizsgálatát említem.

Pezsgőtabletták vizsgálata: Kihasnálva a MiniPal már említett előnyeit, a kereskedelembe kapható pezsgőtablettákat minta-előkészítés nélkül analizáltuk. E módszerrel gyors (mintánként max. 100 s mérési idővel) gyártásközi és végtermék ellenőrzés is végezhető, és kiváltható a hagyományos nedveskémiai módszer. A spektrométer elhelyezhető a technológiai sorba is.

Vizsgálataink a következő elemekre terjedtek ki: Ca, Mg, Fe, Mn és Zn. A mennyiségi meghatározásokat a mérési paraméterek megválasztása céljából – 10 s mérési időt és alapbeállítást alkalmazva – minőségi felvétel készítése előzte meg. Ezt követte a mérési paraméterek elemző vonalra optimált meghatározása, amely a röntgencső gerjesztésének (feszültség, áramerősség), valamint a szűrő és a

mérőközeg (levegő vagy He atmoszféra) megválasztásából áll. Az alkalmazandó feszültség (kV) az elem anyagi minőségétől függ, az áramerősség (μA) a koncentráció függvénye, a cső ablaka elé helyezhető szűrő pedig a vonalfelbontást, illetve a jel/zaj viszonyt javítja. A mérőközeg a kis energiájú röntgensugárzást emittáló, alacsony rendszámú elemek ($Z < 20$, Ca) mérésekor He, az ennél nagyobb rendszámú elemek mérésekor levegő. A pezsgőtabletták elemzéséhez alkalmazott mérési paraméterek a 2. táblázatban szerepelnek.

2. táblázat. A pezsgőtabletták kémiai analizéséhez (EDXRFS) alkalmazott mérési paraméterek

A mért elem	Rh anódú röntgenső feszültsége, kV	áramerőssége, μA	Mérőközeg	Szűrő
Ca	5	450	levegő	nincs
Mg	4	1000	He	nincs
Fe	10	300, 500	levegő	Al-vékony
Mn	10	900	levegő	nincs
Zn	11	500	levegő	nincs

Példaképpen a pezsgőtabletták Ca-tartalmának elemzési eredményeit mutatjuk be a 3. táblázatban.

3. táblázat. A Ca-pezsgőtabletták Ca-tartalmára mért eredmények

Mérések sorszáma	Standard Ca-koncentráció (m/m%)	Szórás (%)	Relatív szórás (%)
1	12,50	0,018	0,15
2	12,50	0,029	0,22
3	12,50	0,036	0,28
4	12,50	0,038	0,29
5	12,50	0,039	0,30
1	6,66	0,024	0,35
2	6,66	0,029	0,42
3	6,66	0,031	0,45
4	6,66	0,031	0,45
5	6,66	0,029	0,42

Gyógyszertabletták gyártástechnológiájának ellenőrzése napjainkban is időszerű feladat. Ugyanis a tablettázáshoz különböző segédanyagokat szükséges adagolni. Ezek egyik csoportja a kenőanyagok, amelyekkel megakadályozható a tablettá felragadása a tablettázó szerszám falára, és jelentősen csökkenthető a szerszámkopás.

A gyógyszeriparban jól ismert és széles körben alkalmazott kenőanyag a magnézium-sztearát. Használata alapvető, mert kis nyírószi-lárdságú filmet képez a szerszám fala és a tömörítvény (a tablettá) között csökkentve ez által a sűrűlódást; ám néhány kedvezőtlen hatás tulajdonsága is van. Mivel tablettápreparálás közben a kenőanyag érintkezik a szemcsékkel, ezért a Szegedi Orvostudományi Egyetem Gyógyszertechnológiai Intézetében dr. Hódi Klára és munkatársai kísérleteket végeztek, melynek célja annak tanulmányozása volt, hogy a tablettázandó por szemcsemérete befolyásolja-e, és ha igen milyen mértékben a kenőanyag, a magnézium-sztearát tablettába kerülését és eloszlását.

A kísérleti tablettákat sorbitol (Ph.Eur.) vibrációs szitával különválasztott szemcseméretű frakcióiból ellenőrzöttan azonos préselési technológiával $\varnothing 12 \times 4$ mm méretűre készítették. A $0,69 \text{ m}^2/\text{g}$ fajlagos felületű magnézium-sztearát (Ph.Eur.) kenőanyag felhasznált mennyisége 1% volt. Eloszlásának jellemzésére a tablettá alsó és felső felületén a magnézium mennyiségét közvetlenül mérték XRF módszerrel a MiniPal készülékkel. Mérési paraméterek: Rh anódú röntgenső, 4 kV, 1000 μA , szűrő nélkül, He-öblítés, mérési idő: 600 s a Mg K_{α} csúcsán. Eredményeiket a 4. táblázatban közöljük. Látható, hogy a különböző szemcsenagyságú frakciókból sajtolt tabletták alsó és felső felületén mért Mg-tartalomban nincs szignifikáns különbség. Viszont a mélységi eloszlást már számottevően befolyásolja a szemcseméret,

amint az kitűnik az 5. táblázat adataiból. Az eredmények technológiai értelmezése meghaladja cikkünk kereteit.

4. táblázat. A tabletták felületén mért Mg-tartalom

Tabletta-csoport	Szemcseméret, μm	Magnéziumtartalom, ppm	
		a felső felületen	az alsó felületen
1.	250–315	23,06 \pm 2,45	21,48 \pm 1,28
2.	316–400	24,58 \pm 0,73	25,46 \pm 4,36
3.	401–630	25,28 \pm 6,21	22,75 \pm 2,01
4.	631–1000	22,66 \pm 1,48	22,59 \pm 4,31

5. táblázat. A magnézium mélységi eloszlása

A 2. tablettá-csoport		A 4. tablettá-csoport	
A mikrometszet vastagsága, mm	Magnézium-tartalom, ppm	A mikrometszet vastagsága, mm	Magnézium-tartalom, ppm
3,944	24,58 \pm 0,73	3,864	22,66 \pm 1,48
2,981	15,40 \pm 0,60	2,999	9,20 \pm 1,20
2,530	13,20 \pm 0,90	2,228	4,60 \pm 2,20
2,114	15,60 \pm 1,50	1,776	3,30 \pm 1,20

A környezetvédelmi alkalmazások közül két példát említünk. Az egyik az égetőműbe beérkező veszélyes hulladékok gyors minősítése a MiniPal készülékkel. Ennek az a jelentősége, hogy a veszélyes hulladékok hatástalanításához megalapozottan kiválasztható a megfelelő égetési technológia.

A másik alkalmazási terület a folyami üledékek (különös tekintettel a tiszai szennyezésre), a szennyvíziszapok nehézfém-tartalmának rendszeres ellenőrzése.

Összefoglaló értékelés

Aki rendszeresen használja, vagy akár csak kipróbálta már a MiniPal készüléket saját területén, hamar rádöbben a lényegre: nincs szükség hosszú órákig roncsolni, majd többször hígítani a mintát. Ezen előkészítő műveletekben rejlik különben is a legtöbb hibalehetőség. Nincs vegyszerigény sem. A 100–600 s alatt kapott röntgenes eredmény alapján eldönthető, hogy kell-e más módszerrel is alátámasztani az eredményt.

Az általánosan kialakult felhasználói nézet szerint „a MiniPal készülék által egy térben és időben jól elhelyezhető összképet kapunk a mintáról, egyszerűen és gyorsan. Segítségével tendencia állítható fel. Bizonyos koncentráció-tartományban önmagában elegendő a kapott eredmény, és csak esetenként, az alacsony koncentráció-tartományban szükséges további célzott vizsgálat. Az egyszeri műszerbeszerzéssel folyamatos megtakarítás érhető el. A röntgenfluoreszcens módszer alkalmazása rendkívül hasznos előszűrés: azonnal felhívja a figyelmet a kiugró jellemzőkre, majd a teljes kép után közelíthetünk a részletekre, zárva ezzel a «csőlátásból» eredő későbbi problémákat.”

Köszönetnyilvánítás. Ezúton is hálásan köszön a MiniPal készülék használatának, hogy megosztották velünk alkalmazási tapasztalataikat.

Irodalom

- [1] Jenkins, R.: An Introduction to X-Ray Fluorescence Spectrometry. Wiley and Sohn (1995)
- [2] Hartyáni Zs.: Röntgenfluoreszcens spektrometriás módszer alkalmazása ásványok könnyű elemei kémiai kötésének... Kandidátusi értekezés (1995)
- [3] Csikósné Hartyáni Zs.: Mintakészítéssel kapcsolatos problémák a röntgenfluoreszcens spektrometriában. ATOMKI közlemények. 27, (1), 17-21 (1985).
- [4] Pallósi J., Hartyáni Zs.: Minta-előkészítési technikák röntgenfluoreszcens elemzésnél, MKE Analitikai napok, Budapest, 1999. febr. 3.
- [5] Joó Katalin: Mini-röntgenspektrométer a cementgyártás szabályozásában, Anyagvizsgálók Lapja 10. (2000) 4. p. 117.
- [6] Testor Hírlevél 12. (2000), 13., 15., 16. (2001) és 17. (2002) számai (www.testor.hu)
- [7] K. Pintye-Hódi et al.: Investigation of the formation of magnesium stearate film by energy dispersive X-ray microanalysis, Pharm. Acta Helv. 56 (1981) pp. 320-324.