

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS • ÁLLAPOTELLENŐRZÉS

13. évfolyam
3. szám
2003.



MiniPal 2



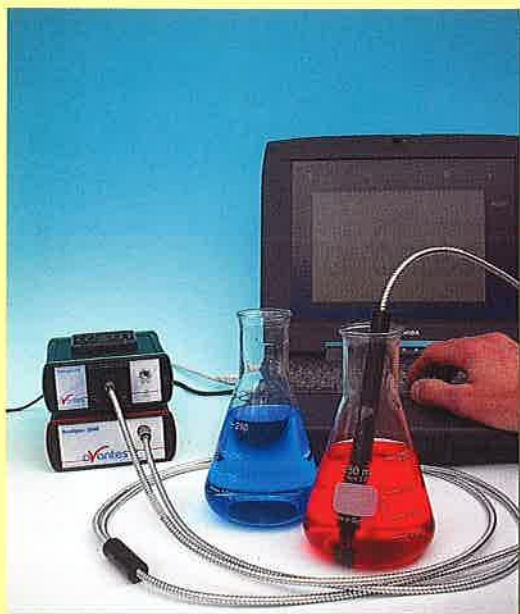
**Philips
Analytical**



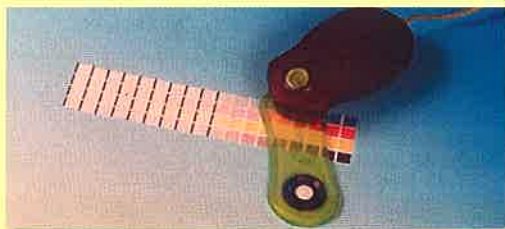
PHILIPS

Let's make things better.

SZERTEÁGAZÓ FELHASZNÁLÁSI LEHETŐSÉGEK



avantes



PHILIPS



Forgalmazza:

www.testor.hu

TESTOR

♦ 06 (1) 319 1 319

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

Szerkesztőség:

a kiadó **TESTOR Kft.** címén
Budapest XII., Meredek u. 33.
1538 Budapest, Pf. 528.
Telefon: 319-1-319
Telefax: 319-2284
E-mail: info@testor.hu
Internet: www.testor.hu

Felelős szerkesztő:

dr. Lehofer Kornél

A szerkesztőbizottság tagjai:

dr. Borbás Lajos
Eur. Ing. Fücsök Ferenc
dr. Havas István
dr. Koczor Zoltán
dr. Pólos László
dr. Tóth László

Kiadja:

TESTOR Kft.

Felelős kiadó:

Szapannos György
ügyvezető igazgató

Előfizetési díj a 2003. évre

(1–4. szám): 2.240,- Ft

Előfizethető közvetlenül a kiadónál
a mellékelt vagy az internetről letölthető
úrlap felhasználásával.

Hirdetések felvétele és kéziratok
leadása a TESTOR Kft. címén.

Nyomda:

KÁNAI NYOMDA KFT.

1225 Budapest,
Kolozsvári utca 67.
Felelős vezető: Kánai József

Előkészítés:

PC-Print Bt.

Tel.: 205-6399, 204-3688
E-mail: pcprint@chello.hu

FIGYELEM!

Le ne maradjon!
Idejében fizessen elő!

Köszöntjük a kémiai analitika neves hazai kutatóit!

Az utóbbi évtizedek kémiai analitikai kutatásainak homlokterében az automatizálható eljárások kidolgozása állt. Ezt alapozta meg az érzékelők fejlesztése, a szelektivitás növelése, az elválasztási eljárások (pl.: a kromatográfiai módszerek) továbbfejlesztése és a kémiai informatika (kemometria) módszereinek az alkalmazása.

A hazai kutatócentrumok közül két intézményt emelünk ki jelen lapszámunkban, mivel e két kutatócsoport közelmúltbeli vezetői ez évben töltik be nyolcvanadik életévüket.

A hazai kémiai analitikai kutatás két fontos műhelyének: a BME, mai nevén Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, és a VVE, mai nevén Veszprémi Egyetem analitikai tanszékeinek emeritus professzorait:

Pungor Ernő és Inczedy János akademikusokat köszöntjük,
jó egészséget kívánva, 80. születésnapjuk alkalmából!

Vezetésükkel mindkét intézet nemzetközileg is elismert eredményeket ért el a kémiai elemzés korszerű módszereinek kidolgozásában.

Nehéz röviden összefoglalni sokrétű, szerteágazó tevékenységüket, de bátran állíthatjuk, hogy sokat tettek az analitikai eljárások elvi alapjainak és módszereinek kidolgozása terén. Az oktatásban és a kutatásban felhasználták a kemometria, a robottechnika legújabb eredményeit, a módszerek automatizálásának bevezetésével korszerűsítették a laboratóriumi munkát. Eredményeikkel növelték a honi analitikai kutatás külföldi elismertségét, kitűnő külföldi kapcsolatokat építettek ki, és ma is számos tanítványuk elismert professzor hazánkban és külföldön. A ma is élő eleven kapcsolataik révén hívószavukra a külföldi tudósok szívesen vesznek részt és tartanak előadásokat a magyarországi konferenciákon. Ugyanakkor sok tanítványuk és munkatársuk jutott segítségükkel külföldi ösztöndíjhoz, illetve tanulmányúthoz.

Hazai közéleti tevékenységeikkel: konferenciák szervezésével, folyóiratok szerkesztésével, szakkönyvek írásával igen jó értelemben befolyásolták vegyész társadalmunk tudományos és ipari tevékenységét növelve tudományos közéletünk színvonalát.

Lapunk Mérföldkövek rovatában tömören bemutatjuk az ünnepeltek – pályakezdők számára is példaértékű – tudományos életútját, és az eddig elért eredményeikről adunk némi betekintést olvasóink számára.

A műszeres analitika két kiválóságának tisztelettel nyújtjuk át születésnapi jókívánságaink kíséretében életútjaikat bemutató és méltató lapszámunkat. Isten éltesse még sokáig a Professor Emeritus Urakat!

A szerkesztőbizottság

MÉRŐFÖLDKÖVEK – MILESTONE – MEILENSTEIN*TÓTH Klára:*

Pungor Ernő akadémikus 80 éves – Academician Ernő Pungor is 80 years old – Akademiker Ernő Pungor ist 80 Jahre alt 79

HAVAS Jenő:

Pungor Ernő a hazai elektroanalitikai műszergyártás megalapozója

Ernő Pungor had been laying the foundation of the home manufacturing of electroanalytical instruments

Die heimische elektroanalytische Instrumentherstellung wurde durch Ernő Pungor gegründet 80

HLAVAY József:

Inczédy János akadémikus 80 éves – Academician János Inczédy is 80 years old – Akademiker János Inczédy ist 80 Jahre alt 81

MŰSZERES ANALITIKA – ANALYSIS WITH INSTRUMENT – INSTRUMENTELLE ANALYSE*LINDNER Ernő:*

Az ionszelektív elektródok fejlődése a csapadék alapútól az ionofor alapúig

Development of the ion-selective electrodes from based on precipitation to based on ionofor

Entwicklung der ionselektive Elektroden von der Präzipitatarten bis der Ionofor-Arten 82

NAGY Géza, NAGY Livia:

Az áramló oldatos sorozatelemző készülékek fejlődésének főbb lépései

Main steps of development of equipments for serial analysis of the flow solutions

Die wichtigsten Schritte von Entwicklung der Geräte für Serienanalyse der Lösungflüsse 86

GÁSPÁR Attila:

A kapilláris elektroforézis alkalmazása szervesetlen vegyületek meghatározására

Adoption of the capillary electrophoresis for determination of inorganic compounds

Anwendung der Kapillarelektrophorese für Bestimmung der anorganische Verbindungen 91

MISKOLCZI Norbert, BARTHA László:

A Philips MiniPal PW 4025/02 energiadiszperzív röntgenspektrométer olajipari alkalmazhatóságának vizsgálata

Testing of the Philips MiniPal PW 4025/02 EDXRF spectrometer in oil industrial usefulness respect

Prüfung der ölindustrielle Anwendungsmöglichkeiten von Philips MiniPal PW 4025/02 Spektrometer 95

SZEMLE – REVIEW – RUNDSCHAU 96 és 104**RmV-HELYZETKÉP – Minőségbiztosítás – NDT-REVIEW – Quality assurance – ZfP-RUNDSCHAU – Qualitätssicherung***SZÉLL László:*

Ausustenites feltöltő varratok ultrahangos vizsgálata atomerőműi szerkezetek gyártásakor

Ultrasonic testing of weld joints welded with austenitic filling material during manufacturing of NPS's structures

Ultraschallprüfung des mit austenitische Füllstoff geschweisstet Bindungen von KKV-Strukturen 97

VARGA Géza:

Hasonló érzékenységű ipari röntgenfilmek összehasonlítása

Comparison of industrial X-ray films having similar sensitivness

Vergleich der industrielle Röntgenfilme mit ähnlich Empfindlichkeit 99

ANYAGOK – MATERIALS – MATERIALEN*DOGOSSY Gábor, KOVÁCS József Gábor, CZIGÁNY Tibor:*

Kukoricamaghéj alkalmazhatóságának vizsgálata polimerek töltő- és erősítőanyagaként

Usefulness testing of corn seed skin as filling and strengthening material for polymers

Prüfung der Anwendungsmöglichkeiten von der Maiskernschale als Füll- und Stärkungstoff für Polymeren 101

SZABVÁNYOSÍTÁS – STANDARDISATION – NORMEN

Új, nemzeti és nemzetközi szabványok – New national and international Standards – Neue National- und Internzinalnormen 105

ESEMÉNYNAPTÁR – CALENDAR OF EVENTS – AKTUALITÄTKALENDER 108

Pungor Ernő akadémikus 80 éves



Pungor Ernő 1923. október 30-án született Vasszécsényben. Édesapja földműveléssel foglalkozott, mintegy három és fél hold földön gazdálkodott. A gyermek Pungor tehetségével már korán kitűnt. Magánszorgalomból már négyéves korában megtanult olvasni és az elemi iskola alsó tagozatát, külön engedéllyel, a normál felvételi idő előtt látogathatta.

1935-ben iratkozott be a szombathelyi Faludy Ferenc Gimnáziumba, ahol kezdetben a tárgyak mindegyike egyformán lekötötte érdeklődést, sőt verseket is írt. A későbbi évek során érdeklődése – kiváló középiskolai tanárainak hatására – egyre inkább a természettudományok, a fizika és a kémia felé fordult. Egyetemi tanulmányait a Pázmány Péter Tudományegyetemen végezte, ahol 1948-ban kémiai kiegészítő oklevelet szerzett. Schulek Elemér professzor meghívására doktoránsként kezdte meg tudományos munkáját az Eötvös Loránd Tudományegyetem Szervetlen és Analitikai Kémia Tanszékén, ahol 1962-ig, mint tanársegéd, adjunktus, majd egyetemi docens oktatott és kutatott. Oktatómunkája a vegyészmérnök hallgatók analitikai kémiai képzésére irányult, és komoly erőfeszítéseket tett a korszerű műszeres analitikai kémia hazai képzésének a megteremtésére. Ez utóbbi témakörben tartott speciálkollégiumai egyedi és érdekesítőek voltak (e sorok írója is nagy érdeklődéssel hallgatta). Az adszorpciós indikátorok területén végzett kutatásai indították el tudományos karrierjét, amelyhez kapcsolódtak a lángfotometria, a nagyfrekvenciás titrálások és a gázanalízis terén elért eredményei. Az 50-es évek második felében kezdte el a később világsikert jelentő, az ionszelektív elektródok fejlesztésére irányuló kutatásait. Az e periódusban publikált, közel 30 tudományos dolgozat egyértelműen mutatja Pungor Ernő tudományos kutatás iránti elkötelezettségét. 1949-ben kiegészítő doktort, 1952-ben a kémiai tudomány kandidátusa, majd 1956-ban a kémiai tudomány doktora fokozatot szerezte meg.

1962–1970 között a Veszprémi Vegyipari Egyetem Analitikai Kémia Tanszék tanszékvezető professzora. E rendkívül eredményes években Pungor Ernő korábbi kutatási témáit tovább véve és kiszélesítve egy Analitikai Iskolát alakított ki, melynek fő profilját az elektroanalitika, ezen belül az ionszelektív és a voltammetriás elektródok, valamint technikák fejlesztése, vizsgálata volt. Kutatási eredményei közül számos szabadalmi oltalommal védett és megvalósult. Inspirálására és közreműködésével elindult, a világon elsőként, az ionszelektív elektródok gyártása a Radelkis Elektrokémiai Szövetkezetben. Sokat tett a Tanszék nemzetközi elismertetése érdekében, kutatási együttműködéseket alakított ki különböző vezető nyugati egyetemekkel, így a Bécsi Műszaki Egyetemen (1962), az angol Birminghami Egyetemen (1964) és a zürichi Műszaki Főiskolával (ETH) (1968). Pungor Ernő 1967-ben az Magyar Tudományos Akadémia levelező tagja, és 1976-tól rendes tagja.

1970-ben meghívást kapott Erdey László professzor, nemzetközi elismerésnek örvendő, Analitikai Kémiai Tanszékének vezetésére a Budapesti Műszaki Egyetemen, melynek 20 éven át volt tanszékvezető professzora. Vezetője volt az MTA Műszaki Analitikai Kémiai Kutatócsoportjának is. E periódusban jelentősen kiszélesítette kutatásait az ionszelektív elektródok elméletének és az orvosi biológiai szempontból fontos ionszelektív elektródok fejlesztésének irányába. Figyelemre méltó a közvetlen munkatársaival, valamint Tőke László professzor csoportjával (BME Szerves Kémiai Technológia Tanszék) kooperációban kifejlesztett káliumion-szelektív elektród sikere, mely a tudományos eredményeken túl rutin analitikai jelentőséggel is bír, a japán Horiba cég klinikai laboratóriumi elemzőiben nyert alkalmazást. Elindította az áramló oldatos analitikai metodikák fejlesztését, és a kutatásokat a mérés-automatizálás irányába vitte el. Pungor Ernő e tématerület egyik elindítójaként és meghatározójaként is nemzetközi elismerést kapott.

Oktatómunkája a vegyészmérnök hallgatók graduális és posztgraduális képzésén belül az analitikai kémia tárgya előadására és folyamatos

korszerűsítésére irányult. Egyetemi jegyzeteket írt, melyek még ma is alapjául szolgálnak az analitikai kémia oktatásának, nemcsak a BME-n, hanem más hazai egyetemeken is. 1972–1981 között a BME Vegyészmérnöki Kar dékánja. A kétfokozatú képzés bevezetője a Karon. A BME Vegyészmérnöki Kar Pungor Ernő oktató és kutató, valamint a Kar érdekében végzett munkáját 1993-ban a Professor Emeritus cím adományozásával ismerte el.

1970–1990 között az általa vezetett tanszék nemzetközi kapcsolatai tovább bővültek. Tudományos együttműködés alakult ki a Floridai Egyetemen, az Észak-carolinai Egyetemen, a Texasi Egyetemen, számos európai egyetem mellett. Szinte nem volt a tanszéken olyan munkatárs, aki ne töltött volna több hónapot tudományos ösztöndíjasként külföldi egyetemeken. A hazai kutatók nemzetközi tudományos életbe való bekapcsolódását rendkívüli mértékben segítette a Pungor Ernő által szervezett Mátrafüredi Nemzetközi Konferenciák, melyeket 1972 óta négyévenként tartottak az ionszelektív elektródok témakörében és az analitikai kémiai kutatások homlokterébe kerülő témákban. A konferenciák teljes anyaga a vitákkal egyetemben könyv formájában jelentek meg az Akadémiai Kiadó gondozásában. A Mátrafüredi Konferencia fogalomává vált a hazai és külföldi elektroanalitikus közösségben, és napjainkban is megszervezésre kerül.

Pungor Ernő több nemzetközi szervezetben vett és vesz részt, képviselve a hazai analitikai tudományt. A teljesség igénye nélkül néhányat említve: 1981–1987 között az Európai Kémikus Egyesületek Analitikai Kémiai Bizottságának elnöke. 1973-tól 1987-ig részt vett az IUPAC Analitikai Bizottságában, illetve annak Elektroanalitikai Munkabizottságában. Ez utóbbi elnöke 1985–1989 között. Az Analytical Chemistry mellett számos nemzetközi folyóirat szerkesztőbizottságában dolgozott, illetve dolgozik. A Magyar Kémia Folyóirat főszerkesztői tisztjét 25 éven keresztül látta el. Pungor Ernő tagja a Csehszlovák Tudományos Akadémia Kémiai Osztályának (1966), az Egyiptomi Gyógyszerész Egyesületnek (1973), az Osztrák Analitikusok és Mikroanalitikusok Egyesületének (1977), a Finn Kémikus Egyesületnek (1979), a Japán Kémikus Egyesület tiszteletbeli tagja (1981), valamint tagja a Finn Műszaki Akadémiának (1990). Az Angol Analitikai Kémiai Társaság Redwood Lecturer címének, a Robert Boyle-aranyérem, a Talanta-aranyérem, a Magyar Tudományos Akadémia Aranyérem tulajdonosa.

Pungor Ernő analitikai kémiai kutatásaiban a fő hangsúlyt az elektroanalitika, ezen belül az ionszelektív elektródok kapták. Az ionszelektív elektródok kutatás úttörőjeként elismert professzor. E mellett elindítója és sikeres művelője a különböző áramló oldatos technikáknak, a nagyfrekvenciás titrimetriának és a lángfotometriának. Tudományos eredményeit könyvei és közel 500 tudományos dolgozat foglalja össze. Irányításával számos doktori és kandidátusi értekezés készült el. Munkatársait, tanítványait a szorgalmas, célutatos kutatómunkára és az eredményeket időben történő publikálására nevelte. Példátlán munkabírása ösztönzőleg hatott munkatársaira is. Oktatói, kutatói pályafutása alatt analitikus generációk nőttek fel. Tanítványai megtalálhatók a vegyipar különböző területein, a magyarországi és külföldi egyetemeken.

Pungor Ernő Tanár Úr sokat tett az analitikai kémia hazai és nemzetközi elismertetéséért, a kutatási feltételek megteremtéséért. A tudományos kutatás mellett törődött a kutatásfejlesztéssel, a kutatási eredmények realizálásával és a haza sorsával. 1990-ben felkérték az Országos Műszaki Fejlesztési Bizottság vezetésére, majd 1990 decemberében tárca nélküli miniszterré nevezték ki. Az OMFB elnökeként elindított egy tehetségeket kutató, valamint ezzel párhuzamosan, a nagyon elhanyagolt magyar infrastruktúra állapota miatt, a kutatás és fejlesztés infrastruktúrájának javítását célzó pályázati rendszert. Elindította továbbá a nemzetközi projekt pályázati rendszerek és tenderek kiírását. 1994 és 2001 között a Bay Zoltán Alkalmazott Kutatások Alapítvány főigazgatója.

A tanítványok, a munkatársak és az analitikus társadalom nevében kívánunk boldog születésnapot! Isten éltesse sokáig!

Tóth Klára

Pungor Ernő a hazai elektroanalitikai műszergyártás megalapozója

Az elmúlt évszázad (!) ötvenes éveinek végén nagy felüdülés volt számomra, és az újdonság iránti izgalom hatott át, amikor a büretták és a színváltások világából speciális kollégium keretében kirándulást tettem a műszeres analízis ígéretes földjére, ahol már akkor Pungor Ernő tanár úr uralkodott.

A sors úgy hozta, hogy pár év múlva, végzett vegyészként Pungor professzor vendégül látott veszprémi tanszékén és beavatott a paraffin membrán-elektrodokkal végzett, világviszonylatban a kutatás élvonalába tartozó kísérleteibe. Felfedezésekben gazdag évek követték egymást és a kutatómunka elvezetett a hidegen vulkanizálható szilikonumi alapú, már ipari gyártásra is alkalmas ionszelektív membránelektrodok kifejlesztéséhez.

Egyik nap Pungor professzor bejelentette, hogy délután vendégeink lesznek a RADELKIS-ből, akiknek felvetette az elektrodok nagyüzemi gyártásának kérdését. A tárgyalások során tudatosult csak bennem, hogy Pungor Ernő a magyar műszeriparban is közmegebecsülésnek örvend, és később megtudtam, hogy javaslatára indult el az elektroanalitikai műszergyártás hazánkban, amelynek eredményeképpen a RADELKIS Kelet-Európa legnagyobb gyártóbázisává fejlődött.

Pungor Ernő bemutatkozása a műszeres analízis területén, az igazi nagy belépő a nagyfrekvenciás titriméter megalkotása volt az 1950-es években. A készülék megjelenése és a témakörrel foglalkozó könyve katalizátorként hatott a tématerületre, és futótűzként terjedt el a nagyfrekvenciás technika az analitikusok körében hazánkban és a környező országokban is. Alig volt iskola, amely ne próbálta volna ki a nagyfrekvenciás titrimétert, majd a RADELKIS-ben száz számra gyártott oszcillotitrátort. A bennfentesek mesélik, hogy a minőség biztosítása érdekében az első években minden műszert (!) maga a feltaláló tanár mért be.

A nagyfrekvenciás technikát továbbfejlesztendő a hatvanas években a Pungor Ernő vezette csapat kidolgozta a Neo-oszcillotitrátort és a hozzá rendszeresített újszerű mérőcelláját, amelyet ugyancsak a RADELKIS gyártott.

A Pungor-iskola által kidolgozott nagyfrekvenciás mérés technikai megoldások között számomra a legemlékezetesebb az „Eljárás haranggömbeszerű változással jelzett vezetőképességi paraméterek nagyfrekvenciás váltakozó áramú mérésére folyadékokban” című szabadalom (1982) kínálta megoldás volt, talán nem is a lényege miatt, hanem azért, mert láttam együtt alkotni egykori Principálisomat fiaival.

Talán kevesen tudják, hogy Pungor Ernő azok közé a tudósok közé tartozott, akik az ELTE TTK Schulek professzor vezette tanszékén még dolgozhatott a Szabellédy-féle coulometriás berendezéssel. Tudom, hogy fizikusi lelke mélyén mindig foglalkoztatta a gondolat, hogy az elektronika új lehetőségeinek felhasználásával modern coulombmetriás

berendezést dolgozzon ki. Kutatótársaival, barátaival – akik között ott láthatjuk a szépmemlékű Dévay József professzort is – együttműködve megszületett az új berendezés, amely szériagyártásra került a RADELKIS-ben. Ez a készülék családdá terebélyesedett. Tagjai alkalmasak voltak célfeladatok megoldására (kloridmeter, merkaptometer stb.) és mikrotérfogatú mérések kivitelezésére (coulombmetriás titráló).

Nem tudjuk, hogy már a Heyrovsky professzor melletti munka (1952) során felvetődött-e Pungor Ernőben a kényelmetlenül kezelhető higanyelektrod megújításának gondolata. Azt viszont tudjuk, hogy e téma kapcsán érvényesülni látszik egyik „kutatásszervezési eljárása”, amely szerint: ha nem boldogulsz, hagyd pihenni a témát, mert csak így érthető, hogy a „Szabályozható felületű folyékonyfém elektrod” című szabadalom – amely a videopolarográf tartozékaként gyártásra is került – miért 1987-ben született meg.

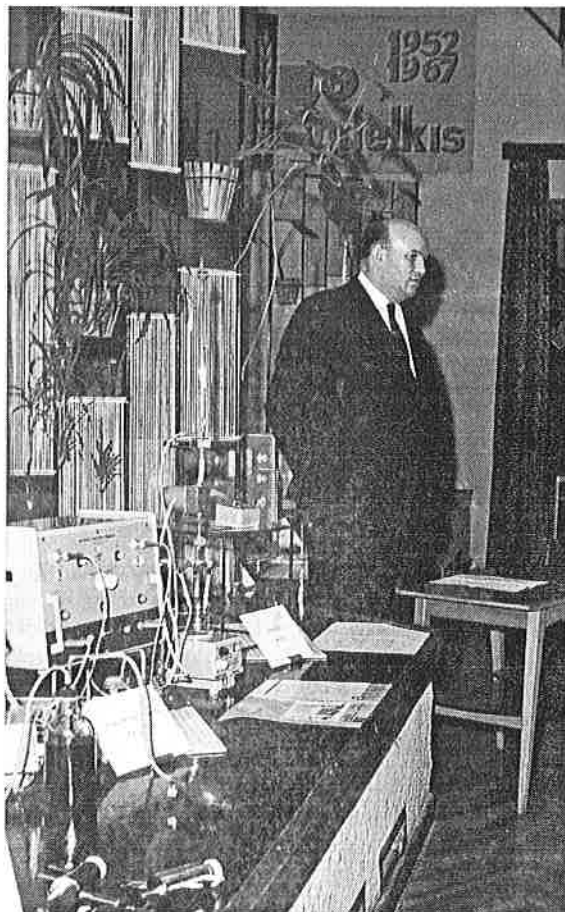
Szándékosan hagytam végére a nagy előadást, amely két felvonásból állt. Az első a paraffinok felhasználása címet viselte. Pungor professzorban már 1958-ban felvetődött a gondolat, hogy kellő ironcsere-sebességgű anyagokat kellene felhasználni szelektív elektrodok céljaira. 1961-ben elsőként számolt be az ezüst-jodidot tartalmazó paraffin-membránelektrodok sajátosságairól és meglepetés számba menő igen nagy szelektivitásáról.

Már a második felvonás első pillanatai soha nem feledhető hatással voltak ránk. Villanások az előadásból: Másodpercek alatt stabilizálódott az első, ezüst-jodid tartalmú szilikonumi membránelektrod potenciálja, miután 10^{-1} mol/l koncentrációjú kálium-jodid oldatba merítettük. Lélegzet visszafolytva vártuk, hogy mekkora lesz a potenciálkülönbség a 10^{-1} és a 10^{-2} hígítású oldatok között. A potenciálkülönbség 50 mV-nál nagyobb volt. Ez után versenyfutásszerűen rohantak az események. Pungor professzor volt a karmester: „Klárkám, hígítsa tovább!” (Azt hiszem Tóth Klára professzor

asszonnyal akkor még nem tegezték egymást!) Még a 10^{-6} és a 10^{-7} hígítású oldatok között is észleltünk potenciálkülönbséget. A csoda bekövetkezett, az első elektrod megszólalt és reprodukálhatóan viselkedett. Izgatottan ültünk egymás mellett és tudtuk, új felfedezés tanúi voltunk. Köztünk a legbölcsebb, akit már akkor nemcsak becsültünk, de szeretünk is, megszólalt: ezt le kell védeni.

A Pungor-regény további lapjait az olvasó már ismeri. A világban elsőként 1965-ben Magyarországon (P.L. Bailey, 1976) kezdték a különféle ionokra szelektív elektrodok nagyüzemi gyártását, illetve az elektrodokat alkalmazó készülékek kifejlesztését. A kutatócsoport pedig nemzetközi híré iskolává fejlődött. Igazi öröm számomra, hogy tagja lehettem.

Havas Jenő



Inczedy János akadémikus 80 éves



Inczedy János 1923. június 26-án született Budapesten. Édesapja ügyvéd volt, Vác polgármestere. Középiskoláit Vácott, a Plarista Gimnáziumban végezte, majd 1941-ben a József Nádor Műszaki és Gazdasági Egyetem Vegyész-mérnöki Karára iratkozott be, és 1946-ban vegyész-mérnöki oklevelet szerzett. 1945 és 1951 között Budapesten a Höerő-műben, majd a Pannónia Szőrmegyárban dolgozott mint vegyész-mérnök, kezdetben üzemvezető mérnökként, majd a főmérnök helyetteseként. 1951-ben került a Budapesti Műszaki Egyetem Általános és Analitikai Kémia Tanszékére, ahol tanársegédként, adjunktusként majd tudományos tanácsadóként (címzetes egyetemi docensként) oktatott és kutatott 1971-ig. Oktatási feladatként a vegyész-mérnök hallgatók képzésében vett részt, míg kutatási munkájával a kémiai kinetika és az analitikai kémia különböző területeit művelte. Az 50-es évek elején kezdte el kutatási munkáját az ioncserélők és alkalmazásuk területén, amelynek eredményeivel később világhírnévre tett szert.

1970. november 1-jétől kinevezték az akkori Veszprémi Vegyipari Egyetem Analitikai Kémia Tanszékére tanszékvezető egyetemi tanárnak és a Magyar Tudományos Akadémia Analitikai Kémia Kutatócsoportja vezetőjének. Innen ment nyugdíjba 1990-ben. 1980/81-ben a Veszprémi Vegyipari Egyetem rektora volt.

A kémiai tudomány kandidátusa fokozatot 1957-ben szerezte meg az *Adatok a H₂O₂ bomlásának kinetikájához* című dolgozatával. A műszaki doktori címét 1959-ben kapta meg a Budapesti Műszaki Egyetemen a *Redox reakciók ioncserélő oszlopokon* című dolgozatáért. 1966-ban a Magyar Tudományos Akadémia a kémiai tudomány doktora fokozatot adta az *Ioncserélők analitikai alkalmazása* című dolgozatáért. Inczedy Jánost 1993-ban az MTA levelező tagjává, 2001-ben rendes taggá választották. 1995-ben a Veszprémi Egyetem a Professor Emeritus cím, 2001-ben Tiszteletbeli Doktori cím adományozásával ismerte el az egyetem érdekében végzett tevékenységét.

Inczedy János oktatási munkájával a Veszprémi Egyetemen teljes egészében átszervezte és modernizálta az analitikai kémia oktatását. 1972-ben jegyzetet írt a *Kémiai analízis alapvető módszerei* címmel, bevezette az *anyagszerkezeti vizsgálatok* előadást és laboratóriumi gyakorlatot, a *folyamatos és automatikus elemzés és a mérőérzékelők* tárgyakat. Új graduális szakot kezdeményezett 1984-ben a Budapesti Műszaki Egyetem Villamosmérnöki Karával közös képzésben *Műszer- és Méréstechnika* szak néven. A hallgatók vegyész-mérnöki diplomát kaptak a speciális szak megnevezésével. Amikor rektorként szolgált az egyetemen, kezdeményezte néhány tárgy angol nyelven oktatását. Így az *anyagszerkezeti vizsgálatok*, a *folyamatos és automatikus elemzés* és a *kémiai környezetvédelem* tárgyakat éveken át párhuzamosan angolul és magyarul is tanulhatták a hallgatók. Vezetése alatt az Analitikai Kémia Tanszék minden évben számos diplomázó vegyész-mérnök és vegyipari szervezőmérnök hallgató kutatási munkáját irányította. 1990-ben a process analytical chemistry egyetemi oktatásáról nemzetközi konferencián plenáris előadásban számolt be.

Rendkívül széteágazó kutatási munkáját jelentős nemzetközi elismerés övezte. Főként az ioncserélők analitikai alkalmazásával, új analitikai eljárások tervezésével, valamint a folyamatos és automatikus elemzés kérdéseivel foglalkozott. Az *Ioncserélők analitikai alkalmazása* című könyve 1962-ben magyarul, 1964-ben németül, 1966-ban angol nyelven jelent meg. Megjelenésekor a könyv az egész világon hézagpótló volt, és Argentínától Japánig nemcsak az analitikusok, hanem az ioncserélők elméletével, műszaki alkalmazásával foglalkozó szakemberek is alapvető szakkönyvként használták. A *komplex egyensúlyok analitikai alkalmazása* című könyve öt nyelven jelent meg. Ez a könyv hamarosan rendkívül népszerűvé vált, amit a Citation Indexben regisztrált nagyszámú hivatkozás bizonyít. Az 1982-ben megjelent *Folyamatos és automatikus analízis* című könyve alapul szolgált a világviszonylatban is egyedülálló kezdeményezésnek: a process analytical chemistry egyetemi oktatásának. A könyv a dinamikus rendszerek analitikai kémiajának alapjait és gyakorlati alkalmazását, valamint a műveleti áramok minőség-ellenőrzési módszereit foglalja össze. A 2001-ben megjelent *Kémiai folyamatok műszeres ellenőrzése* című könyvében foglalta össze a dinamikus rendszerek analitikája témakörben végzett kutatásainak eredményeit. A könyvet mind az egyetemi hallgatók, mind a termelő és szolgáltató szférában dolgozó mérnökök alapvető ismeretanyagként használhatják.

A mintegy 200 tudományos közleményben megjelent eredményeinek fontosabb témakörrei:

- ioncserés elválasztások tervezése,
- új elmélet szilárd anyagok homogenitásának jellemzésére,
- redoxi ioncserélők alkalmazása,
- oldategyensúlyi számítások alkalmazása új analitikai eljárások tervezésében,
- analitikai mérés paramétereinek szerepe a folyamatszabályozás jóságában,
- dinamikus rendszerek analitikai kémiaja,
- analitikai eljárások szelektivitásának becslése.

Inczedy professzor az Egyesült Államoktól Japánig 17 országban tartott előadást meghívott előadóként. Számos nemzetközi és hazai folyóirat: a *Talanta*, a *Reactive Polymer*, a *Solvent Extraction and Ion Exchange*, a *Magyar Kémiai Folyóirat*, a *Középiskolák Kémiai Lapok*, a *Studies in Analytical Chemistry*, a *Comprehensive Analytical Chemistry szerkesztőbizottságának* a tagja. 1969 óta tevékenyen részt vesz az International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) munkájában, az V. 1. osztályának kezdetben tagja, majd titkára és 1981–1985 között elnöke volt, illetve 1983 és 1985 között az V. osztályának is tagja volt. Az MTA Automatikus Elemzési Munkabizottságának elnöke volt 1980 és 1985 között, és ma is aktívan részt vesz a bizottság munkájában. Tagja továbbá az MTA Analitikai Bizottságának, az MTA Kémiai és Környezetvédelmi Munkabizottságának és a Veszprémi Akadémiai Bizottságnak. 1976 és 1980 között a Magyar Kémikusok Egyesületének alelnöke, majd két cikluson át (1981–1990) elnöke volt. Jelenleg az egyesület tiszteletbeli társelnöke.

Inczedy János professzor kezdeményezte, és elnökként megszervezte az ioncsere szimpóziumokat a Balatonnál (Symposium on Ion Exchange at Lake Balaton 1963, 1969, 1974, 1980, 1986, 1990) rendezvényt. Tagja volt 1972 és 1980 között a FECS tanácsadó testületének (Advisory Board of the Federation of European Chemical Societies). A Magyar Piarista Szövetség alapító tagja, majd 1989-től alelnöke.

Inczedy János számos kitüntetésben részesült tudományos és oktatói munkájáért: 1980-ban Állami Díjjal tüntették ki, kapott MTESZ-díjat, Than Károly-emlékérmét, Schulek Elemér-emlékérmét. 1988-ban elnyerte a Veszprémi Egyetem Pro Universitate Vespriensis arany fokozatát. A moszkvai Mendelevjev Egyetem díszdoktora lett 1981-ben.

Inczedy János professzor nemzetközi hírű tudósként is nagy szerepet tanította fiatal kollégáit és az egyetemi hallgatókat. Vezetése alatt az Analitikai Kémia Tanszéken számtalan diploma- és szakdolgozat, illetve számos egyetemi doktori, kandidátusi és akadémiai doktori disszertáció készült. Számos tanítványa dolgozik különböző egyetemi tanszéken, intézetekben és az iparban. Az alkotó, kutató munkához olyan feltételeket teremtett, amelyben örömmel volt tanítványainak dolgozni, és tudományos kutatásaikhoz minden emberi és szakmai segítséget megkaptak.

Isten éltesse a Professzor Urat születésnapja alkalmából!

Inczedy János akadémikus 80. születésnapját tudományos üléssel ünnepelte meg a Veszprémi Egyetem Analitikai Kémia, valamint Föld- és Környezettudományi Tanszéke 2003. június 27-én a VEAB székházában. A levezető elnök Némecz Ernő akadémikus volt. Az ünnepeltet köszöntötte Gaál Zoltán, a Veszprémi Egyetem rektora, Horváth Géza, a Mérnöki Kar dékánja, valamint a tanszékvezetők: Mink János és Hlavay József, az MTA Kémiai Tudományok Osztálya nevében pedig Kortvélyessy Gyula főtitkár. A tudományos ülésen a következő előadások hangzottak el: *Kristóf János*: Korszerű felületanalitikai módszerek; *Martonné Schmidt Erika*: Elektrokémiai stripping analízis az oktatásban; *Papp Tamás*: Folyamatszabályozás a komponens analízis segítségével; *Halmos Pál – Borszéki János*: Komplex szerelem; *Mink János*: Új spektroszkópiai kultúrák a kémiai analízisben; *Marton Aurél*: Kémiai környezetek; *Polyák Klára*: Atomabszorpciótól az ioncseréig; *Hlavay József*: Analitikai kémia – a megismerés tudománya. A tudományos ülést fogadás követte a VEAB pincéjében.

Hlavay József

Az ionszelektív elektródok fejlődése a csapadék alapútól az ionofor alapúig

Lindner Ernő*

Bevezetés

Az ionszelektív elektródok történetét Magyarországon 1961-től számítjuk, mert az évben jelent meg *Pungor Ernő* első közleménye, amelyben az ezüst-jodid csapadék alapú, jodidszelektív elektród kiváló szelektivitási tulajdonságáról tudósít [1]. Mikor ezt tesszük, pontosan tudjuk, hogy ez a történelemszemlélet nem igazán helytálló, hiszen az ionszelektív elektródok története elválaszthatatlan a potenciometriás analízis sokkal bővebb tématerületének történetétől.

Nernst már 1897-ben hidrogén gáz elektródot használt vizes oldatok savasságának a meghatározására [2], és 1909-ben pedig *Haber* gömb alakú érzékelő membránnal készített üvegelektroddal rögzítette a sav-bázis titrálások titrálási görbéit [3]. 1937-ben *Kolthoff* és *Sanders* ezüst-klorid csapadék megőmlésztésével készített, a mai csapadék alapú elektródokra kísértetiesen emlékeztető, korong formájú, AgCl membrán elektródot, amelynek elméleti potenciálválaszával mérte vizes oldatok ezüstion koncentrációját [4]. Végezetül, de nem utolsósorban, *Nikolski* és *Eisenman* elméleti munkássága 1962-re megalapozta a potenciometriás elektródok és azok szelektivitásának modern elméletét [5, 6]. Ennek ellenére, mi *Pungor* tanítványok sokszor kicsit megbántva vesszük tudomásul, hogyha az ionszelektív elektródok történetét ismertető közleményekben legtöbbször csak a fejlődés egy stádiumaként említik a parafinba, majd később szilikongumiba ágyazott ezüst-halogenid alapú elektródokat [7–9]. Ahhoz, hogy ezt az érzést megmagyarázzuk, úgy gondolom, arra kell válaszolni: milyen alapon tekintjük mi pont ezt a közleményt a hatvanas évek végén, hetvenes évek elején az ionszelektív elektródok területén bekövetkezett robbanásszerű fejlődés közvetlen előfutárának? Hiszen ezekben az években már rutinszerűen használták AgCl, AgBr, AgI és Ag₂S bevonatú ezüstdrót elektródot referencia elektródként és a titrálások végpontjelzésére [10]. A válasz erre a kérdésre az lehet, hogy *Pungor Ernő* az ezüst-jodid elektród szelektív potenciálválaszt látva rögtön megértette, hogy többről van szó, mint egy publikálható, érdekes kísérleti eredményről. Már a kezdetek kezdetén megérezte ezekben az újfajta potenciometriás elektródokban rejlő lehetőségeket. A kezdetleges üvegelektroddal szerzett saját negatív tapasztalatai alapján [11] azt is pontosan tudta, hogy a siker feltétele az, hogy a nehezen kezelhető, sérülékeny, paraffin membránt ki kell váltani egy felhasználóbarát, könnyen kezelhető és megbízható membránnal. Amint ez sikerült, az újfajta elektródokat azonnal szabadalmaztatta [12]. Az 1963. július 22-én bejelentett szabadalom alapján, alig négy évvel az első cikk megjelenését követően, 1965-ben Magyarországon gyártották az első, kereskedelmi forgalomban is kapható, ionszelektív elektródokat, évekkel megelőzve ezzel az Orion Research-öt. *Pungor Ernő*nek az ezüst-jodid alapú membránokkal végzett kezdeti kísérleteinek hosszú távú megítélése szempontjából a magyarországi gyártás megvalósítása, úgy gondolom, perdöntő jelentőségű. A gyártás megvalósításának a gyorsasága a legfejlettebb piacgazdaságokban is jelentős teljesítménynek számított volna. A szocialista Magyarországon, 1965-ben, egyedülálló volt.

Elolvassa az ionszelektív elektródok történetéről szóló közlemé-

nyeket, és meghallgatva a tématerület legnevesebb szakembereinek a kezdetekről szóló beszámolóit, az idő múlásával egyre inkább megérttem a többi szubjektív beszámolóknak a szemléletét is, amelyek a lantan-fluorid alapú fluorid elektród [13] és a 2-etil-hexil foszfosav kalcium sójával készült kalciumszelektív folyadék elektród [14] megjelenését tekintik egy fokozatos fejlődési periódus kiteljesedését jelző időpontnak. Ehhez, persze jelentősen hozzájárult az is, hogy két éve, *Buck* professzor úrral közösen mi is megírtuk, hogy szerintünk hogyan, és kiknek köszönhetően tett szert ez az analitikai kémián belül is kis tématerület olyan megkülönböztetett figyelemre [15], hogy több mint negyven évvel a tématerületet indító alapvető publikációk megjelenését követően még mindig az analitikai kémia élvonalbeli kutatási területeihez tartozik. Ez utóbbi állítást alátámasztja, hogy a közelmúltban az ionszelektív potenciometria megint többször is felkerült az analitikai kémia vezető folyóiratának a címlapjára [15–17].

Az új módszerek csak akkor számíthatnak igazi viszhangra és szinte feltételek nélküli elfogadására és elterjedésre, ha olyan igényeket elégítenek ki, amelyekre az adott pillanatban nagy szükség van és a rendelkezésre álló módszerekhez képest számos előnyt nyújtanak. A korukat (az aktuális igényeket) lényegesen megelőző felfedezések (például *Kolthoff* ezüst-klorid alapú elektródja) számos esetben nem, vagy csak megkésve kapják meg a megérdemelt figyelmet és elismerést, és még az alapvetően újszerű megoldások és módszerek elfogadtatása is sikertelen maradhat, ha a meglévő és jól működő módszerek helyett kívánják azokat bevezetni, illetve ha az alkalmazási terület nem alapvető igények kielégítését szolgálja. Mindezt figyelembe véve, az Orion Research fluoridszelektív elektródja tökéletes „időzítéssel” jelent meg pont akkor, amikor az ivóvizek fluórozása miatt a vizes oldatok fluoridion tartalmának a meghatározására óriási igény volt [18]. Az elektród működését az analizálandó mintákban szinte semmi se zavarta, így az újfajta potenciometriás módszerrel egyszerűen kiváltható volt a rendkívül nehézkes fluorid-meghatározási eljárás. Hasonló módon, a hatvanas években rendkívüli mértékben megnőtt a K⁺, Na⁺, Ca⁺⁺ ionok és a CO₂ teljes vérben történő meghatározásának igénye. Ez részben az úrkutatással volt kapcsolatos, illetve a világűrbe feljuttatott emberek egészségi állapotának az űrutazás alatt történő folyamatos nyomonkövetése érdekében volt fontos. A hatvanas években a vérszérum alkálifémion-tartalmát szinte kizárólag lángfotometriásan határozták meg, ami az adott körülmények között természetesen nem volt használható. Az alkálifém- és a földfémionok potenciometriás meghatározását *James Ross* folyadék membrán kalciumszelektív elektródja [14] és a *Wilhelm Simon* professzor által kidolgozott, valinomicin alapú, káliumszelektív elektród [19] tették lehetővé. A biológiai minták nátriumion-koncentrációjának mérésére a mai napig többnyire üvegmembrán alapú nátriumelektródot használnak.

Nyomon követve az 1961-től eltelt időszak legfontosabb eredményeit és fejlődését, úgy gondolom, hogy a tématerületet indító és megalapozó munkák fontosságával összemérhető annak a ténynek a jelentősége, hogy a magyar analitikai kémikusok nemcsak elindítói és aktív résztvevői, hanem mindvégig meghatározó egyéniségek voltak a potenciometria területén az elmúlt negyven évben tapasztalt renkívül intenzív fejlődésnek. Ahhoz azonban, hogy a magyar elektroanalitikai kutatás ilyen hosszú ideig megőrizze a tématerület indulásakor megszerzett kedvező pozícióját, *Pungor Ernő* iskolateremtő munkássága mellett

* Department of Biomedical Engineering, The University of Memphis, Memphis, TN, 38152, USA

olyan munkatársakra volt szükség, mint Tóth Klára, Havas Jenő, Nagy Géza, Horvai György, Gratzl Miklós, Gráf Zoltánné, Jeney Judit és Gyurcsányi Róbert, akik időről időre új lendületet adtak, illetve tovább is fejlesztették az ionszelektív elektródok kutatását. Pungor Ernő iskolateremtő munkásságnak számos eleme volt, amelyeket nagyon nehéz rangsorolni. Ha valamit mégis ki kell emelni, akkor én annak az alkotói környezetnek és nyitottságnak a hatását említeném, amely a hatvanas-hetvenes évek idején egészen egyedülálló volt Magyarországon. Pungor professzor úr a hírnevét és személyes kapcsolatait arra használta, hogy fiatal munkatársainak lehetőséget adjon arra, hogy azok Európa és az USA legkiválóbb laboratóriumában dolgozhassanak. Ezek a hosszabb-rövidebb tanulmányutak szinte kivétel nélkül rendkívül gyümölcsöző kétoldalú együttműködésekévé fejlődtek, és a várakozásokat felülmúló, hosszú távú sikereket eredményeztek. A jelen cikk témája kapcsán ezen együttműködések közül a Zürich-i ETH Szerves Kémiai Tanszékével (Wilhelm Simon és Ernő Pretsch professzorok), az Észak-carolinai Egyetem Kémiai Intézetével (Richard P. Buck professzor) és a Bécsi Egyetem Analitikai Kémiai Tanszékével (Robert Kellner professzor) hosszú ideig fennállókat indokolt külön is kiemelni. Ezen együttműködések eredményei vezettek arra, hogy a csapadék alapú elektródok területén sikeres kutatócsoport fokozatosan az ionofor alapú folyadék membrán elektródok kutatására helyezte a hangsúlyt. Ez a váltás azonban csak azért lehetett sikeres, mert a BME Szerves Kémiai és Szerves Kémiai Technológiai Tanszékeinek munkatársaiban (Tőke László, Bitter István és Ágai Béla professzorok) az ionoforok szintézisében tapasztalt, ideális együttműködő partnert találtak.

Ionofor alapú elektródok

Az első ionofor alapú, káliumszelektív elektródok úgy készültek, hogy valinomycinnek vízzel nem elegyedő oldószerben készült oldatával egy szűrőpapírt átitattak és az így nyert „folyadék membrán” erősítették a mérendő ion oldatát tartalmazó elektródotest végére [20, 21]. A membránnak mechanikai szilárdságot adó szűrőpapírt inert hordozónak tekintették. Ebből a szempontból volt valami hasonlóság a csapadék alapú elektródokkal, ahol az elektród aktív anyagát szintén egy inertnek tekintett hordozófázisban diszpergálva használták. Így logikusnak tűnt, hogy a csapadék alapú elektródok esetén bevált szilikongumi hordozófázist a káliumszelektív ionofor hordozófázisaként is kipróbálják.

Az első polimer matrixú elektród

A valinomycinnek szilikongumi mátrixba történő diszpergálásával készült szilikongumi alapú káliumelektrod tökéletesen működött. Ez volt az első polimer matrixba épített, ionofor alapú elektród, és a közlemény, amely az elektród kiváló tulajdonságairól beszámolt, volt Pungor és Simon professzorok első közös közleménye [22]. A siker bizonyos szempontból váratlan volt, mert az ionofor alapú membránok működéséhez abban az időben elengedhetetlennek tartották az ionofor szabad mozgását a membránfázisban. Ez a szilikongumi alapú elektród esetén nem volt világos, hogyan is történhet. Ebből a szempontból tehát az azonnali siker hátrányos is volt, mert megerősítette azt az elképzelést, hogy a szilikongumi hordozónak „különleges” szerepet tulajdonítsanak, amit a későbbiekben nem sikerült kísérleti adatokkal alátámasztani. A szilikongumi membránokban a valinomycin (K^+ szelektív) és a nonaction (NH_4^+ szelektív) ionoforokat leszámítva, az ionofor diffúziós mozgását elősegítő lágyító adagolása nélkül, semmilyen más ionofor nem működött. Ugyanakkor, a szilikongumi hordozófázissal szinte egy időben javasolt lágyított PVC membránokban minden ionofor működött [23].

Ellentétben a csapadék alapú elektródokkal, az ionofor alapú elektródokról a különböző kutatócsoportok alapvetően ellentétes nézeteket vallottak az elektródok potenciálválaszanak és szelektivitásának értelmezése tekintetében. A nézetek elősorban az ionszelektív membrán két oldalán fellépő fázishatár potenciálok és a membrán belsejében fellépő diffúziós potenciál jelentőségének, vagy másként fogalmazva, a határ-

felületi tértöltés illetve a membránon belüli transzport fontosságának kérdésében, tértek el. A szilikongumi alapú káliummembrán működése a fázishatár potenciálok jelentőségét látszott alátámasztani. Ugyanakkor az ionofor alapú membránokon keresztüli transzport (elektrodialízis) kísérletekben meghatározott szelektivitási állandók szinte tökéletesen egyeztek az egyensúlyi körülmények között meghatározott értékekkel, ami a transzportfolyamatok fontosságát látszott igazolni [24]. A fázishatár potenciálok jelentőségét hangsúlyozók szemében az ionofor alapú folyadék membrán elektródok rendkívül rövid (a csapadék alapú elektródokéhoz hasonló, 100 ms nagyságrendű) válaszideje szintén döntő érveknek számított [25, 26]. Az egyértelmű konklúzió levonását azonban zavarta, hogy az ionofor alapú PVC membránok válaszideje lényegesen rövidebb volt, mint az ionofor alapú szilikongumi membránoké [27] annak ellenére, hogy a PVC membránokat folyadék membránoknak tekintjük, amiben az ionofor diffúziója teljesen szabad, míg a szilikon membránokat szilárd fázisúnak, amiben a diffúzió legalábbis korlátozott.

Működési mechanizmusuk, kémiai szerkezetük

Az ionofor alapú elektródok működési mechanizmusának az értelmezése érdekében kezdődtek meg a membránok komplex impedanciájának mérésével kapcsolatos munkák [28–30] és a folyadék membránok határfelületi rétegeiben kialakuló koncentráció profilok meghatározására végzett FTIR-ATR spektroszkópiás kísérletek [31–33]. Az impedancia vizsgálatok bizonyították először, hogy a PVC membránok permszelektivitása, a PVC hordozóban szennyezésként jelenlevő, negatív töltésű kötőhelyeknek köszönhető. Ezeket a kötőhelyeket később azonosították. [34]. Az impedancia vizsgálatok eredményei vezettek a mai napig érvényes membrán modell megalkotásához is [35]. Ennek értelmében, mivel a kötött és elmozdulásra képes negatív töltésű kötőhelyek koncentrációja a permszelektív membránon belül állandó, ezért az elektroneutralitás értelmében a pozitív töltésű ionofor-ion komplex koncentrációja illetve a szabad ionofor koncentrációja is állandó kell legyen. Ideális perm- és ionszelektivitással (Nernst-i potenciálválasszal) rendelkező membránok belsejében tehát a koncentráció profilok horizontálisak, azaz a membránok két oldala között nincs iontranszport. Ettől csak rendkívül tömény, illetve nagyon híg oldatokban tapasztalható eltérés (lipofil anionok és zavaró kationok jelenlétében), amikor az ionszelektív membránok már nem tekinthetők tökéletesen perm-, illetve ionszelektívnek. Ilyenkor, a membrán összetételének a változásával járó transzport folyamatok eredményeképpen eltéréseket tapasztalunk a Nernst-i potenciálválasztól is [16].

Az ionofor alapú ionszelektív membránok működése, illetve a membránon keresztüli iontranszport mechanizmusának tisztázása érdekében végzett ún. elektrodialízis kísérletekben az iontranszport szelektivitását vizsgálták és bemutatták, hogy a membránokon belüli koncentráció profilok külső feszültség alkalmazásával megváltoztathatók [36]. A stationárius állapotban rögzíthető áram-feszültség görbék és a kronoamperimetriás transziensek kvantitatív értelmezése Pungor Ernő és Richard P. Buck professzorok együttműködésének az eredménye [37, 38].

Az impedancia vizsgálatok esetenként nagy ellenállású határfelületi rétegek kialakulására utaltak, amit a membránlágyítók szegregálódásával magyaráztak [28, 29]. A membránok belsejének az összetételétől eltérő, lágyítóban gazdag határfelületi rétegek jelenlétét az FTIR-ATR vizsgálatok alátámasztották [31–33]. A nagy ellenállású határfelületi rétegekkel a bizonyos esetekben tapasztalt hosszabb válaszidők is értelmezhetők voltak [39].

Az elektródok működési mechanizmusára vonatkozó kutatások mellett nagy erőfeszítések történtek az ionofor kémiai szerkezete és szelektív potenciálválasza között fennálló összefüggések tisztázására. Pungor Ernő csoportjában a BME Szerves Kémiai Technológiai Tanszékén szintetizált, új típusú, biszkronaéter alapú káliumszelektív ionoforokkal foly-

tak elsősorban kísérletek [40–42]. Az új ionofor család legsikeresebb tagja, a BME-44 elnevezésű, káliumszelektív ionofor rendkívüli lipofilitásának köszönhetően különösen előnyösen alkalmazható mikroelektrodotokban [43], néhány mikrométer vastagságú optod membránokban [44] és biológiai minták analizésére, ahol az ionofor membránból történő kioldódása határozza meg az érzékelők élettartamát. A BME-44 ionofort a Fluka cég Kálium ionofor III elnevezéssel forgalmazza (Fluka 60397) és BME-44 alapú káliumelektrodot használnak a Horiba (Kyoto-Japan) cég vér elektrolit analizátorában.

Az új típusú ionoforok kidolgozására tett erőfeszítések eredményei közül a biszkoronaéter alapú káliumszelektív elektód mellett az ólom-monohidroxó komplexet mérő ólomionszelektív elektrod [45], az iminodiacetamid alapú, cinkionszelektív elektrod [46], a fenoxazine származék alapú pH elektrod [47, 48], a lipofil diamid alapú kalciumelektrod [49] és a kalixarén származék alapú nátriumszelektív elektrod [50, 51] kell kiemelni.

Alkalmazásuk optikai szenzorokban

Az ionofor alapú elektrodok optikai szenzorokban (optodok) történő felhasználását az ún. kromioionoforok megjelenése tette lehetővé. A kromioionoforok a pH indikátorokhoz hasonlóan működnek. Az elektromos semleges, szabad komplexképző színe (spektruma) a komplexképződés során megváltozik. A színváltozás elméleti lehetőséget kínál optikai detektálásra. Azonban, mint arra a fentiekben rámutattunk, mivel az ionszelektív membránok összetétele a Nernst-i potenciálválasz tartományában állandó, ezért a hagyományos összetételű, ionszelektív membránok csak nagyon tömény (az anionzavarás tartományban), illetve nagyon híg oldatokban (a kationzavarás tartományban) működtek optod membránként [52, 53]. Ez azzal magyarázható, hogy a membrán összetétele csak a mintaoldat lipofil anionjainak a koextrakciója (anionzavarás), illetve a nagy koncentrációban jelenlévő zavaró ionok ioncsere reakciójának következtében (kationzavarás) változik jelentősen.

A teljes koncentráció-tartományban működő optod membránok összetétele ezért eltér a potenciometria gyakorlatában használt ionszelektív membránok szokásos összetételétől. A legelterjedtebben használt optod membránok az elsődleges, mérendő iont komplexáló ionofor mellett egy hidrogénion-szelektív kromioionofort is tartalmaznak. A pozitív töltésű ionofor ionkomplex és a protonált kromioionofor koncentrációjának összege az elektroneutralitás értelmében egyenlő a membránban levő negatív kötőhelyek koncentrációjával. A kétféle aránya azonban a mintaoldat összetételének a függvényében változik, ami értelemszerűen spektrofotometriásan detektálható. A megoldás eleganciája elsősorban abból adódik, hogy ily módon a bevált ionoforok megfelelő kromioionoforokkal kombinálva optodként is használhatók lettek [54, 55]. A kromioionoforok jelentősége az optikai szenzorokban történő alkalmazásokon túlmenően a membránok működési mechanizmusának megértése, a fázishatár és a membrán belsejében lejátszódó folyamatok szerepének tisztázása szempontjából is alapvető fontosságú. A kromioionoforokat alkalmazó képalkotási módszerek segítségével az ionszelektív membránokban kialakuló koncentráció profilekat potenciometriás és kronoamperometriás mérésekkel egyidejűleg (spektropotenciometria és spektro-kronoamperometria) lehetett az idő függvényében regisztrálni [53, 56, 57]. Kromioionoforok segítségével a membránokban levő kötőhelyek koncentrációja is egyszerűen meghatározható [58].

Nagy szelektivitású ionoforok fejlesztése

Az ionofor alapú elektrodok megjelenése óta eltelt közel negyven évben óriási erőfeszítések történtek a nagy szelektivitású ionoforok kidolgozására. Az ionofor alapú elektrodok és optodok elméletét és gyakorlatát összefoglaló közleményükben Bakker, Bühlman és Pretsch [59, 60] több mint 300 kationszelektív ionofor szerkezetét ismertetik. Az ionofor alapú elektrodok alkalmazását tekintve azonban továbbra is a biológiai minták elektrolit koncentrációjának a meghatározása a leg-

fontosabb. A biológiai minták analizése területén az utóbbi évtizedben az elektrodok miniaturizálása, a mikroelektronikai iparokban használt technológiáknak az elektrodok gyártására történő adaptálása, valamint az mikroelektrodok in-vivo alkalmazásának elterjedése voltak a legjelentősebb állomásai [16].

A biológiai mintákban mérendő ionok koncentrációja a millimól koncentráció-tartományban van. Tehát, az ionofor alapú elektrodok legfontosabb alkalmazási területén nem volt szükség igazán kis koncentrációk mérésére. Talán ez is hozzájárult ahhoz, hogy az ionofor alapú elektrodok esetén minden indoklás nélkül elfogadták, hogy az elektrodok mérési alsó határa az alkalmazott ionofor szerkezetétől, a választott lágyító polaritásától továbbá a membránhozhozó polimer mátrix mibenlététől függetlenül mindig 10^{-6} mol/liter körülinek adódott. Ez a szinte egyöntetű hozzáállás azért különösen meglepő, mert időközben rendkívül sok tapasztalat halmozódott fel, hogy miképpen befolyásolja az elektrodok szelektivitását az ionoforok szerkezete, a mérendő és zavaró ionokkal alkotott komplexeinek a stabilitása, valamint a lágyítók és membránhozhozók dielektromos sajátságai. Továbbá az is ismert volt, hogy megfelelő ionpufferek jelenlétében a Nernst-i potenciálválasz tartománya kiterjeszthető a szub-mikromól koncentrációkig. Végezetül, csapadék alapú elektrodok esetén kísérletileg is sikerült kimutatni, hogy híg oldatokban az oldat nominális koncentrációja eltérhet az elektrod felületének közvetlen közelében érvényes koncentrációtól, és ilyenkor eltérések tapasztalhatók az elméleti és a kísérleti válaszgörbék között [61, 62].

Az optod membránok elterjedésével azonban ennek a felfogásnak a tarthatatlansága már teljesen egyértelművé vált. Nem lehetett ugyanis megmagyarázni, hogy ugyanazt az ionofort tartalmazó membránt, ugyanabban a közegben használva miért működik több nagyságrenddel higabb oldatokban is, ha optodként használják, mintha elektrodként alkalmazzák. A két detektálási mechanizmus között azonban lényeges különbségek vannak. Az elektrodok potenciálját az érzékelő membránnal közvetlenül érintkező oldat koncentrációja határozza meg és az érzékelő membrán összetétele a mintaoldat összetételétől függetlenül állandó. Ezzel szemben az optod membránok összetétele a mintaoldat koncentrációjával változik és a membrán fényelnyelése ezen változás függvénye. Tehát a potenciometriás elektrodokkal nagyobb koncentrációknál mutató kimutatási határ oly módon magyarázható, ha feltételezzük, hogy a mérőmembránnal közvetlenül érintkező oldat koncentrációja nagyobb, mint az oldat belsejének a nominális koncentrációja. Tekintettel arra, hogy híg mintaoldatok esetén az ionofor alapú elektrodok membránjának két oldalával érintkező oldatok (minta és a belső töltő elektrolit) koncentrációja több nagyságrenddel is eltérhet, továbbá, hogy az ionofor alapú membránokban használatos koncentrációk (szabad ionofor, ionofor kation komplex, lipofil só adalék) általában millimól értékűek, logikus volt feltételezni, hogy a membránból kioldódó elsődleges ionok „szennyezik” el a hatafelületi réteget. Az elsődleges ionoknak mintaoldat belsejében érvényes koncentrációjánál nagyobb határfelületi koncentrációk jelenlétét, illetve egy ezzel összefüggő diffúziós réteg kialakulását pásztázó elektrokémiai mikroszkópiás módszerrel ki is lehetett mutatni [63].

Kis mennyiségű elsődleges ion kioldódása a mérőmembrán összetételének jelentős változása nélkül is jelentős koncentráció-változást eredményezhet a membrán által érzékelt határfelületi réteg koncentrációjában. Ilyen esetekben egy potenciometriás érzékelő mérési alsó határát a kioldódott elsődleges ionok határfelületi koncentrációja határozza meg, ugyanakkor az optod membránok összetétele (abszorbancia) továbbra is a mintaoldat nominális koncentrációjától függ. Az optod membránokkal összemérhető detektálási határ pedig akkor várható, ha az elsődleges ionoknak a membránból való kioldódását sikerül megakadályozni.

Az elsődleges ionoknak a mérőmembránból a mintaoldatba történő szivárgását oly módon akadályozták meg, hogy az ionofor alapú ionszelektív elektrod belső töltő elektrolitjaként olyan oldatot választottak,

ami a belső töltő elektrolit irányába történő transzportot indukált [64]. A belső elektrolit leggyakrabban, jelentős koncentrációban tartalmazott olyan komplexképzőt, amely az elsődleges ionokkal rendkívül stabil komplexet alkotott, így az elsődleges ionok koncentrációja a belső elektrolitban minimális értéken volt tartható. Ha ilyen komplexképzők nem álltak rendelkezésre (alkálifémekre szelektív elektródok) a belső elektrolitba nagy ionszere-kapacitással rendelkező ioncserélőt használtak [65], illetve kis áramsűrűségeket alkalmazva galvanosztatikusan kompenzálták az elsődleges ionok szívargását [66].

A kontrolált transzportú membránokkal elért eredmények minden szempontból felülmúlták a várakozásokat. Az elektródok mérési alsó határát és szelektivitási állandóját esetenként öt-hat nagyságrenddel is sikerült megjavítani. A kontrolált transzportú membránok gyakran nanomól koncentrációnál is kisebb mérési alsó határa különös jelentőséget kap, ha figyelembe vesszük, hogy az elektródok méretének a csökkentésével a méréseket akár néhány mikroliternyi mintában is el lehet végezni. Az újonnan megnyílt lehetőségek tükrében az ionfor alapú elektródok és optodok jövője a kezdetekhez hasonlóan ígéretesnek tűnik. A múlttal összemérhető sikerek eléréséhez azonban, úgy gondolom, meg kell találni azokat az alkalmazási területeket, ahol az új lehetőségeket valódi igények kielégítésére használjuk, illetve ahol az új lehetőségek kihasználása minőségi változásokat eredményezhet.

Hivatkozások

- (1) Pungor, E.; Hollos-Rokosinyi, E. *Acta Chim. Acad. Sci. Hung.* **1961**, *27*, 63.
- (2) Nernst, W. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **1897**, *30*, 1547-1563.
- (3) Haber, F.; Klemensiewicz, Z. *Z. Phys. Chem.* **1909**, *67*, 385.
- (4) Kolthoff, I. M.; Sanders, H. L. *J. Am. Chem. Soc.* **1937**, *59*, 416.
- (5) Eisenman, G.; Rudin, D. O.; Cosby, J. U. *Science* **1957**, *126*, 831.
- (6) Nikolski, B. P.; Schultz, M. M. *Zh. Fiz. Khim.* **1962**, *36*, 704.
- (7) Frant, M. S. *Analyst* **1994**, *119*, 2293.
- (8) Frant, M. S. *J. Chem. Edu.* **1997**, *74*, 159-166.
- (9) Ruzicka, J. *J. Chem. Eng.* **1997**, *74*, 166-170.
- (10) Cihalik, J.; Ruzicka, J. *Czech. Chem. Commun.* **1957**, *51*, 264.
- (11) Ammann, D.; Morf, W. E.; Anker, P.; Meier, P. C.; Pretsch, E.; Simon, W. *Ion-Select. Electrode Rev.* **1983**, *5*, 3-92.
- (12) Pungor, E.; Havas, J.; Toth, K.; Madarász, G. *Hungarian patent* 152.106 1963.
- (13) Frant, M. S.; Ross, J. W. *Anal. Chem.* **1968**, *40*, 1169.
- (14) Ross, J. W. *Science* **1967**, *156*, 1378.
- (15) Buck, R. P.; Lindner, E. *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 88A-97A.
- (16) Lindner, E.; Buck, R. P. *Anal. Chem.* **2000**, *72*, 336A-345A.
- (17) Bakker, E.; Pretsch, E. *Anal. Chem.* **2002**, *74*, 420A-426A.
- (18) Frant, M. S.: US Patent 3 431 182, 1969.
- (19) Simon, W.: Swiss Patent, 479870, 1969.
- (20) Stefanac, Z.; Simon, W. *Chimia* **1966**, *20*.
- (21) Stefanac, Z.; Simon, W. *Microchem. J.* **1967**, *12*, 125-132.
- (22) Pick, J.; Toth, K.; Pungor, E.; Vasák, M. S., W. *Anal. Chim. Acta* **1973**, *64*, 477.
- (23) Fiedler, U.; Ruzicka, J. *Anal. Chim. Acta* **1973**, *67*, 179-193.
- (24) Morf, W. E.; Simon, W. *Helv. Chim. Acta* **1986**, *69*, 1120-1131.
- (25) Lindner, E.; Tóth, K.; Pungor, E.; Morf, E.; Simon, W. *Anal. Chem.* **1978**, *50*, 1627-1631.
- (26) Huser, M.; Gehrig, P. M.; Morf, W. E.; Simon, W.; Lindner, E.; Jeney, J.; Tóth, K.; Pungor, E. *Anal. Chem.* **1991**, *63*, 1380-1386.
- (27) Lindner, E.; Tóth, K.; Jeney, J.; Pungor, E.; Buck, R. P. In *Ion-selective electrodes*, 5; Pungor, E., Ed.; Akadémiai Kiadó: Budapest, 1989, pp 459-480.
- (28) Horvai, G.; Graf, E.; Toth, K.; Pungor, E.; Buck, R. P. *Anal. Chem.* **1986**, *58*, 2735-2740.
- (29) Toth, K.; Graf, E.; Horvai, G.; Pungor, E.; Buck, R. P. *Anal. Chem.* **1986**, *58*, 2741-2744.
- (30) Lindner, E.; Gráf, E.; Niegriesz, Z.; Tóth, K.; Pungor, E.; Buck, R. P. *Anal. Chem.* **1988**, *60*, 295-301.
- (31) Kellner, R.; Fischböck, G.; Götzinger, G.; Pungor, E.; Tóth, K.; Pólos, L.; Lindner, E. *Fresenius J. Anal. Chem.* **1985**, *322*, 151-156.
- (32) Kellner, R.; Zippel, E.; Pungor, E.; Tóth, K.; Lindner, E. *Fresenius J. Anal. Chem.* **1987**, *328*, 464-468.
- (33) Tóth, K.; Lindner, E.; Pungor, E.; Zippel, E.; Kellner, R. *Fres. Z. Anal. Chem.* **1988**, *331*, 448-453.
- (34) van den Berg, A.; van der Wal, P.; Ptasiński, D.; Sudhölter, E. J. R.; Bergveld, P.; Reinhoudt, D. N. *Anal. Chem.* **1987**, *59*, 2827.
- (35) Buck, R. P.; Toth, K.; Graf, E.; Horvai, G.; Pungor, E. *J. Electroanal. Chem.* **1987**, *223*, 51-66.
- (36) Thoma, A. P.; Viviani-Naurer, A.; Arvanitis, S.; Morf, W. E.; Simon, W. *Anal. Chem.* **1977**, *49*, 1567-1572.
- (37) Iglehart, M. L.; Buck, R. P.; Horvai, G.; Pungor, E. *Anal. Chem.* **1988**, *60*, 1018-1022.
- (38) Iglehart, M. L.; Buck, R. P.; Pungor, E. *Anal. Chem.* **1988**, *60*, 290-295.
- (39) Lindner, E.; Niegriesz, Z.; Tóth, K.; Pungor, E.; Berube, T. R.; Buck, R. P. *J. Electroanal. Chem.* **1989**, *259*, 67-80.
- (40) Lindner, E.; Tóth, K.; Horváth, M.; Pungor, E.; Ágai, B.; Bitter, I.; Tóke, L.; Hell, Z. *Fresenius J. Anal. Chem.* **1985**, *322*, 157-163.
- (41) Lindner, E.; Tóth, K.; Jeney, J.; Horváth, M.; Pungor, E.; Bitter, I.; Ágai, B.; Tóke, L. *Microchim. Acta [Wien]* **1990**, *1*, 157-168.
- (42) Tóth, K.; Lindner, E.; Horváth, M.; Jeney, J.; Bitter, I.; Ágai, B.; Tóke, L. *Anal. Letters* **1989**, *22*, 1185-1207.
- (43) Shortreed, M. R.; Durado, S.; Kopelman, R. *Sensors and Actuators B-Chemical* **1997**, *38*, 8-12.
- (44) Wang, K.; Seiler, K.; Morf, W. E.; Spichiger, U. E.; Simon, W.; Lindner, E.; Pungor, E. *Anal. Sci.* **1990**, *6*, 715-720.
- (45) Lindner, E.; Tóth, K.; Pungor, E.; Behm, F.; Oggenfuss, P.; Welti, D. H.; Ammann, D.; Morf, W. E.; Pretsch, E.; Simon, W. *Anal. Chem.* **1984**, *56*, 1127-1131.
- (46) Lindner, E.; Horváth, M.; Toth, K.; Pungor, E.; Bitter, I.; Ágai, B.; Tóke, L. *Analytical Letters* **1992**, *25*, 453-470.
- (47) Cosofret, V. V.; Nahir, T. M.; Lindner, E.; Buck, R. P. *J. Electroanal. Chem.* **1992**, *327*, 137-146.
- (48) Lindner, E.; Rosatzin, T. R.; Jeney, J.; Cosofret, V. V.; Simon, W.; Buck, R. P. *J. Electroanal. Chem.* **1993**, *352*, 309-312.
- (49) Toth, K.; Lindner, E.; Horváth, M.; Jeney, J.; Pungor, E.; Bitter, I.; Ágai, B.; Tóke, L. *Electroanalysis* **1993**, *5*, 781-790.
- (50) Toth, K.; Lan, B. T. T.; Jeney, J.; Horváth, M.; Bitter, I.; Grun, A.; Ágai, B.; Tóke, L. *Talanta* **1994**, *41*, 1041-1049.
- (51) Lan, B. T. T.; Toth, K. *Analytical Sciences* **1998**, *14*, 191-197.
- (52) Bakker, E.; Nágel, M.; Schaller, U.; Pretsch, E. *Electroanalysis* **1995**, *7*, 817-822.
- (53) Lindner, E.; Zwickl, T.; Bakker, E.; Lan, B. T. T.; Tóth, K.; Pretsch, E. *Anal. Chem.* **1998**, *70*, 1176-1181.
- (54) Morf, W. E.; Sella, K.; Lehmann, B.; Behringer, C.; Tan, S.; Hartman, K.; Sorensen, P.; Simon, W. In *Ion-Selective Electrodes*, 5; Pungor, E., Ed.; Akadémiai Kiadó: Budapest/Hungary, 1989, pp 115-131.
- (55) Morf, W. E.; Sella, K.; Lehmann, B.; Behringer, C.; K., H.; Simon, W. *Pure Appl. Chem.* **1989**, *67* (9), 1613.
- (56) Lindner, E.; Gyurcsányi, R. E.; Pendley, B. D. *Pure and Appl. Chem.* **2001**, *73*, 17-22.
- (57) Schneider, B.; Zwickl, T.; Federer, B.; Pretsch, E.; Lindner, E. *Anal. Chem.* **1996**, *68*, 4342-4350.
- (58) Gyurcsányi, R. E.; Lindner, E. *Anal. Chem.* **2002**, *74*, 4060-4068.
- (59) Bühlmann, P.; Pretsch, E.; Bakker, E. *Chem. Rev.* **1998**, *98*, 1593-1687.
- (60) Bakker, E.; Bühlmann, P.; Pretsch, E. *Chem. Rev.* **1997**, *97*, 3083-3132.
- (61) Harsanyi, E. G.; Toth, K.; Pólos, L.; Pungor, E. *Analytical Chemistry* **1982**, *54*, 1094-1097.
- (62) Harsanyi, E. G.; Toth, K.; Pungor, E. *Analytica Chimica Acta* **1984**, *161*, 333-341.
- (63) Gyurcsányi, R. E.; Pergel, É.; Nagy, R.; Kapui, I.; Lan, B. T. T.; Tóth, K.; Bitter, I.; Lindner, E. *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 2104-2111.
- (64) Sokalski, T.; Ceresa, A.; Zwickl, T.; Pretsch, E. *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, *119*, 11347-11348.
- (65) Qin, W.; Zwickl, T.; Pretsch, E. *Analytical Chemistry* **2000**, *72*, 3236-3240.
- (66) Lindner, E.; Gyurcsányi, R. E.; Buck, R. P. *Electroanalysis* **1999**, *11*, 695-702.

Az áramló oldatos sorozatelemző készülékek fejlődésének főbb lépései

Nagy Géza*, ** – Nagy Livia*

Bevezetés

Az áramló oldatos mennyiségi elemző módszereket napjainkban, széles körben alkalmazzák a kémiai analízis különböző területein. Így például a nagy hatékonyságú folyadék kromatográfia az áramló eluens oldat segítségével éri el az egyes komponensek elválasztását, a detektálás is áramló oldatokban történik. Egyes ipari folyamatokat, folyamatos technológiákat gyakran az áramló oldatokban végzett műszeres mérésekkel ellenőrzik. A reakciókinetika eszköztárában is előkelő helyet foglalnak el a „flow” módszerek.

A sorozatelemzés céljára számos cég gyárt mechanizált, illetőleg automatizált analizátorokat. A laboratóriumi sorozatelemzők fejlődésének egy fontos lépését jelentette az áramló oldatos készülékek megszületése, elterjedése. Az áramló oldatos módszerek alkalmazásához új szemlélet szükséges. Nem véletlen tehát, hogy az analitikai kémiai kézikönyvek, tankönyvek, módszergyűjtemények külön fejezetet szentelnek az „automatikus” laboratóriumi sorozatelemző módszereknek és készülékeknek.

A kezdeti kromatográfiai eredmények, a folyamatosan működő szelektív detektorok, regisztrálók, adatgyűjtők megjelenése és az ipari készülékekkel szerzett kedvező tapasztalatok járultak hozzá a mechanizált sorozatelemzők fejlődéséhez. A működési alapelvek kidolgozásában, számos jól működő módszer kifejlesztésében a Veszprémi Egyetemen, majd a Budapesti Műszaki Egyetemen dolgozó, Pungor Ernő professzor által vezetett kutatócsoport úttörő munkát végzett. A munka során elért eredmények jelentős nemzetközi elismerést vívtak ki. Ennek ellenére a hazai kutatók munkájának hozzájárulása a tématerület fejlődéséhez viszonylag kevésbé ismert. Jelen közleményben rövid áttekintést adunk az áramló oldatos sorozatelemző készülékek fajtáiról, fejlődéséről, alkalmazási területéről. Igyekszünk ennek során a megemlékezni, a fejlődés egyes fontos lépését jelentő olyan eredményekről is, amelyek hazai laboratóriumokban születtek.

A kémiai analízis céljára kifejlesztett korai mechanizált készülékek gyakran csak a teljes procedura egy-egy lépésének elvégzésében segítettek az analitikust. Megtírták a bemért mintaoldatot, felvették a titrálási görbét, esetleg megállapították az egyenértékpontot, frakciókat gyűjtöttek stb. A teljes analitikai procedura elvégzéséhez több mechanikus egység összehangolt, időzített működésére van szükség.

Az analitikus munkáját elvégző, annak lépéseit utánzó mechanizált analizátorok első példányainak megalkotásakor megfelelő elektronikus szabályzó egységek nem álltak rendelkezésre, illetőleg alkalmazásuk túl költséges volt. Így az időzítést is gyakran elektromechanikai úton kellett megoldani. A mozgó alkatrészeket tartalmazó készülékek karbantartási igénye rendszerint nagy. Egy mozgó alkatrészt, dugattyút, szelepeket, csapokat, programtárcsát stb. tartalmazó berendezés megfelelő karbantartás mellett is viszonylag gyakran meghibásodik. Különösen így van ez olyan készülékek esetén, amelyeknek kémiai reagensekkel, laboratóriumi atmoszférában kell működni. Az analízist diszkrét, elkülönített edényzetben végző mechanizált analizátorok (batch típusú készülékek) korai példányai nem kielégítő üzembiztonságuk miatt csak korlátozottan terjedtek el a gyakorlatban.

Az áramló oldatos készülékek teljesen más működési sémát követnek. A mérést átfolyó analízis csatornában végzik. Ezzel a megoldással a készülék meghibásodásra hajlamos, gondos karbantartást igénylő

mozgó alkatrészeinek száma jelentősen csökkenthető volt. Az áramló oldatos sorozatelemzők első sikeres példányait az 1950-es években dolgozták ki. Ezek működése perisztaltikus pumpán, folyamatosan működő kolorimetriás detektáláson, a detektor jelének folyamatos regisztrálásán és egyszerű mintaváltó alkalmazásán alapult.

A készülékek kedvező működési biztonsága, az analízis viszonylag nagy sebessége, kedvező reprodukálhatóságot biztosító sajátossága hamarosan széles körű elterjedést eredményezett. Hamarosan létrejöttek az áramló mintaoldatok előkészítését végző átfolyó egységek, amelyeket az analízis csatornába iktatva a mind bonyolultabb analitikai eljárások is adaptálhatókká váltak az áramló oldatos készülékre.

Az áramló oldatos analizátorokat az általuk alkalmazott működési alapelv szerint szokásos csoportosítani. Beszélhetünk *buborékszegmentálást alkalmazó, injektációs elemzést (flow injection analysis-t) végző készülékekről és áramló oldatos titrátorokról (flow titrators)*. Az áramló oldatos készülékekhez hasonlóan működnek az ún. *batch injection analyser*-ek.

Buborékszegmentálást alkalmazó analizátorok

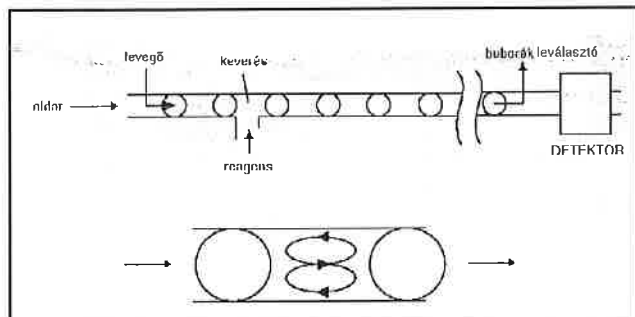
Az első népszerűvé vált áramló oldatos mintaelemző készüléktípus kidolgozása L. T. Skeggs [1] amerikai kutató nevéhez fűződik. Az általa, az 1950-es évek végén, eredetileg a klinikai analízis számára kidolgozott készülék viszonylag nagy belső átmérőjű (2–3 mm) üvegcsövekből, üveg csőígyókból összeállított, többcsatornás perisztaltikus szivattyúval működtetett analízis csatornát alkalmaz. A szivattyú egyrészt reagens oldatot, másrészt felváltva mintaoldatot illetőleg mosófolyadék dózisokat juttat az analízis csatornába. A mintaoldatok helyén adott gyakorisággal kalibráló standard oldatok bejuttatására kerül sor. Az analízis csatornában áramló minta- illetve standard oldat a reagenssel elegyedik és megindul a kémiai reakció. Az áramló reakció elegy a detektorcellába jut, ahol a kémiai átalakulásnak megfelelő analitikai jel keletkezik. Skeggs kezdeti megoldásaiban rendszerint a látható hullámhosszok tartományában működő fotometriás átfolyó detektorcellát alkalmazott. Az ő munkáján egy nagy sikerű analizátor-család alapul, a Technikon cég AutoAnalyzer készülékei.

A készülékek sikeréhez nagyban hozzájárult Skeggs nagyszerű ötlete: a buborékszegmentálás. Amint az ismeretes, a perisztaltikus szivattyú pulzáló folyadékáramlást hoz létre a nyomócsőben. Ahogy a görög lelép a nyomócsőről, hirtelen megváltozik a nyomás a kilépő oldalon, és ez az áramlás stagnálását, esetleg rövid idejű megfordulását eredményezheti. A stagnálás pillanatában rövid ideig megnyitott szelepen keresztül bevezetett levegő vagy inert gáz buborékai jelentősen csökkenthetik, már az analízis csatorna kezdeti szakaszában, az áramló oldat pulzálását. Az oldatot szegmentáló rugalmas buborékok tovább növelik az áramlás stabilitását. A buborékszegmentálás további fontos előnye a buborékok között áramló oldatszegmensekben kialakuló örvénylő mozgásnak köszönhető keveredés. A folyadékok összefolyási helye után rövid távolságra a szegmensekben már homogén elegy áramlik a detektor felé. Az analízis csatorna működését mutatja az 1. ábra.

Az áramlási sebesség, az analízis csatorna térfogata adott, azonos hosszúságú reakció időt biztosít az oldatszegmensek számára. Az egyes oldatszegmensek az áramlás során különböző reagensekkel találkozhatnak, különböző kezeléseken eshetnek át. Így gyakori a pH beállítása, a termosztálás, a dialízissal vagy a gázdialízissal történő elválasztás és az UV besugárzás alkalmazása.

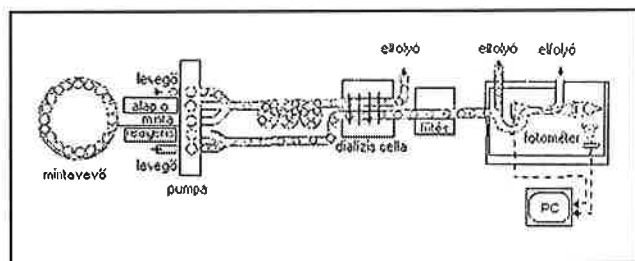
* MTA-PTE Kémiai Szenzorika Kutatócsoport, Pécs, Ifjúság u. 6. H-7601

** Pécsi Tudományegyetem, TTK, Általános és Fizikai Kémia Tanszék, Pécs, Ifjúság u. 6. H-7601



1. ábra. Az oldat áramlásának vázlatos képe a buborékszegmentált elemzőkben

A buborékszegmentált rendszerű sorozatelemzők alkalmazásához nagyszámú módszert dolgoztak ki. Az egyes mérőeljárások céljaira speciális átfolyó egységek születtek, ezekből lehet a szükséges sajátosságú analízis csatornát összeállítani (2. ábra). Az analízis csatorna bemutatásához speciális jelrendszer született, amely mutatja a szükséges áramlási sebességeket biztosító nyomócsövek méretét, a reagensek becsalakoási helyeit, a reakció lejátszódásához szükséges csökkyő méretét, az elválasztó, a termosztáló, a buborékleválasztó egységeket valamint a detektorcellát és a detektáláshoz szükséges mérési paramétereket.



2. ábra A méréshez alkalmas analízis csatorna vázlatos összeállítási rajza

A buborékszegmentált rendszerek nagyszámú, közel azonos koncentráció-tartományba eső mintaoldat sorozatelemzésére jól alkalmazhatók. A mérési sorozat megindítása rendszerint gondos odafigyelést igényel. Hátrányos tulajdonságok között a viszonylag nagy reagensfogyasztást és mintatérfogat igényt szokás említeni.

A Technikon AutoAnalyzer® készüléksaládhöz hasonló évek óta gyártott a hazai Labor MIM cég Contiflo néven. A készülékek fejlesztéséhez, a készülékek használatával végezhető módszerek kidolgozásához jelentős segítséget adott Pungor Ernő professzor kutató csoportja [2]. Hazánkban számos regionális mezőgazdasági laboratóriumban, környezetanalitikai, gyógyszergyári, klinikai laboratóriumban működtek, illetve működnek ma is buborékszegmentációt alkalmazó áramló oldatos sorozatelemzők.

Szegmentálás nélküli, folyamatos áramlást alkalmazó analizátorok

Pungor Ernő 1968-ban az áramló oldatos analizátorok új típusával kezdett foglalkozni. Feltételezhető volt ugyanis, hogy buborékszegmentálás nélküli, áramló oldatos készülékek kifejlesztésével kisebb mintatérfogatok sorozatelemzésére illetve áramló oldatos titrimetriás analízisére nyílik lehetőség. A munka nyomán létrejöttek az első *injektálós elemzőkészülékek*, valamint az *áramló oldatos titrátorok egy új válfaja*. A tématerületen folyó fejlesztő munka eredményeiről szóló közlemények [3–5] igen kedvező fogadtatásra találtak. A hazai műszeripar azonban nem tudta a lehetőségeket új készülékek piacra vitelével kihasználni.

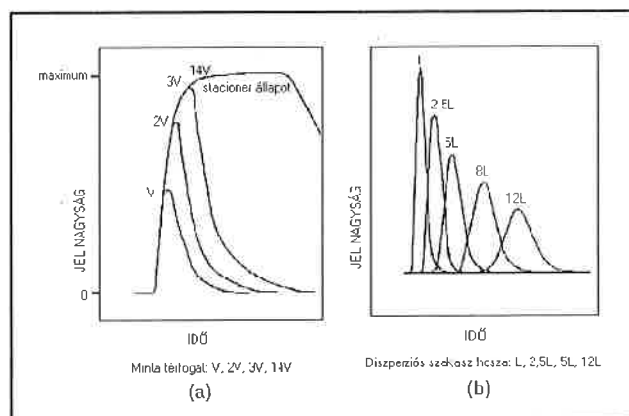
Az injektálós elemző módszerek napjainkra főleg J. Ruzicka és E. Hansen 1975-ben indult munkája és professzionális marketing tevé-

kenysége nyomán [6,7], flow injection analysis (FIA) néven óriási népszerűsége tetek szert. A módszerről szóló közlemények száma meghaladja a 13 000-et, róla tizenöt monográfia és több mint százötven disszertáció szól. Több cég gyárt FIA módszert alkalmazó készüléket.

A továbbiakban az említett két fajta elemzőtípust mutatjuk be.

Injektálós rendszerek, flow injection analysis

Az egyszerű felépítésű injektálós elemzőkbe a mintaoldatok kis térfogatú dózisát állandó térfogatsebességgel, folyamatosan áramló vivő oldat áramába juttatjuk. A dózis diszperziót szenvedve az áramlás során végigjárja az analízis csatorna különböző szakaszait, azaz az esetleges minta-előkészítési lépéseken, a kémiai reakció zónán túljutva az átfolyó detektor cellába jut, majd a lefolyóba távozik. Ennek során a diszperzió mértékének, jellegének megfelelő szélességű csúcs alakú detektorjel-idő görbe keletkezik a detektorcellában. A különböző diszperziós viszonyok mellett kialakuló tranziensek jellegét mutatja be a 3. ábra.



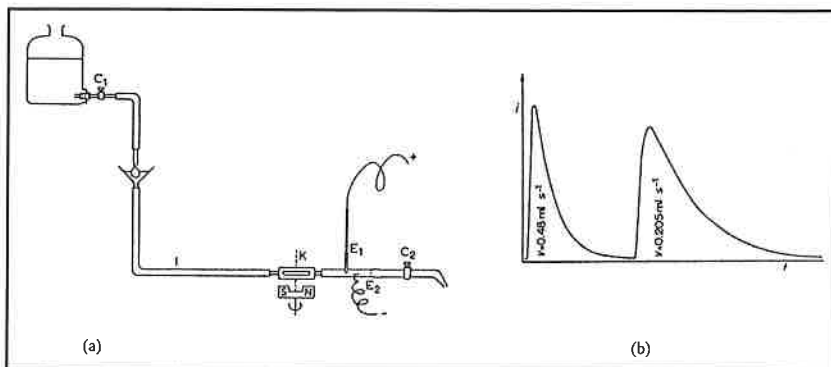
3. ábra. A minta V térfogatának (a) és a diszperziós csőszakasz L hosszának (b) hatása a jel nagyságára

Látható, hogy nagy mintatérfogat esetén (3. a. ábra) a jel stacionárius állapotot ér el, nem történik hígulás, míg kisebb mintatérfogatok esetében, a hígulásnak megfelelően kisebb csúcsokat kapunk. A minta áthaladása után a jel az eredeti értékére csökken. Két minta között nincs szükség az analízis csatorna kimosására. Megfelelően kis átmérőjű, különböző hosszúságú diszperziós csőszakaszon átáramló mintaoldat-dugó esetében kapható jeleket mutat be a 3. b. ábra. Látható, hogy nagyobb diszperzió esetén a jel közel szimmetrikussá válik. A mai korszerű FIA készülékek analízis csatornája 0,5 – 1 mm belső átmérőjű. Ilyen feltételek mellett az áramlásra merőleges irányban az oldat homogénnek tekinthető. Más a helyzet nagyobb csőátmérő esetében. A Pungor és munkatársai első injektálós kísérleti berendezésükben [3] átfolyó amperometriás detektorcellát alkalmaztak. Ez az *elektrodfelülettel közvetlenül érintkező oldatban levő elektroaktív anyag koncentrációjával lineáris függvénykapcsolatban lévő jelet (áramot) produkál*. Az alkalmazott nagy csőátmérő miatt csak úgy sikerült reprodukálható, zajmentes jelet kapni, ha a diszperziót jelentősen növelő, mechanikusan meghajtott, kis térfogatú keverő cellát iktattak a detektor és az injektáció helye közé.

Az 1970-ben leírt [3] készülék vázlatos rajza és a készülékkel kapott amperometriás áram-idő regisztrátumok láthatók a 4. ábrán.

Látható, hogy a folyadék áramoltatását úszós szintszabályozóval stabilizált hidrosztatikai nyomás biztosította. Az elektroaktív mintaoldat dózisokat az elasztikus csőfalat átszűrő fecskendővel lehetett beadni. A detektor csőszakaszba nyúló 0,25 – 2 mm átmérőjű, impregnált grafitkorong munkaelektrod szolgáltatta a jeleket. A csúcsok alatti terület és a beinjektált anyagmennyiség közötti függvénykapcsolatot sikerült a Levics-egyenlettel és a kevert tankmodell segítségével leírni, és igazolni az egyenlet érvényességét.

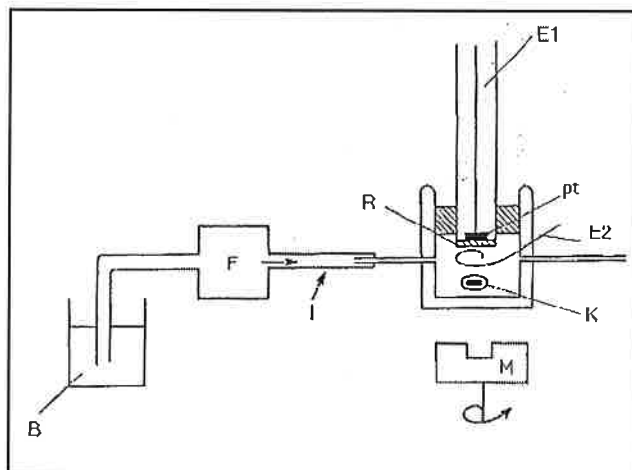
Az injektálós elemzők nagy átalakuláson mentek át azóta. Többcsatornás perisztaltikus szivattyú szállítja az oldatokat, a mintaoldat be-



4. ábra. Pungor és munkatársai első injektálásos kísérleti berendezése (a) [jelölések: C1, C – nyit-zár csapok, K – keverő, E1 – munka elektród, E2 – referencia elektród] és amperometriás detektálási jelek: 0,1 ml 10^{-2} M propilén minta injektálásával és két különböző áramlási sebesség alkalmazásával nyert csúcsok (b)

juttatására megfelelő hurok injektor szolgál. Különböző minta-előkezelő, elválasztó, reakció időt biztosító egységek, csőhígyók kerülnek alkalmazásra. A detektálás céljára leggyakrabban kolorimetriás egység szolgál. Természetesen elektrokémiai detektorok, UV-, fluoreszcenciás cellák, atomabszorpciós készülékek alkalmazása sem ritka. A spektrofotometriás detektáláshoz gyakran alkalmaznak optikai szálak fényvezetőt. Az analízis csatorna átmérője és szerkezete kisméretű diszperziót okoz, így lehetőség van igen kis mintatérfogat igen nagy sebességű analízisére igen kis fajlagos reagensfelhasználás mellett.

A mechanikusan meghajtott keverő cella nagyméretű diszperziót okozván csak olyan esetekben jelenik meg az analízis csatornában, amikor a reagens és a mintaoldat közötti reakció lejátszódása viszonylag lassú, vagy a detektor válaszideje hosszú. Ilyen esetre készült készülék vázlatos rajzát mutatja az 5. ábra.



5. ábra. Mechanikusan meghajtott keverő cellás készülék
Jelölések: B – alapoldat, F – perisztaltikus pumpa, I – injektor,
R – reakció réteg, E1 – L-aminosav enzimelektrod,
E2 – referencia elektród, K – keverő, M – mágneseskeverő-motor

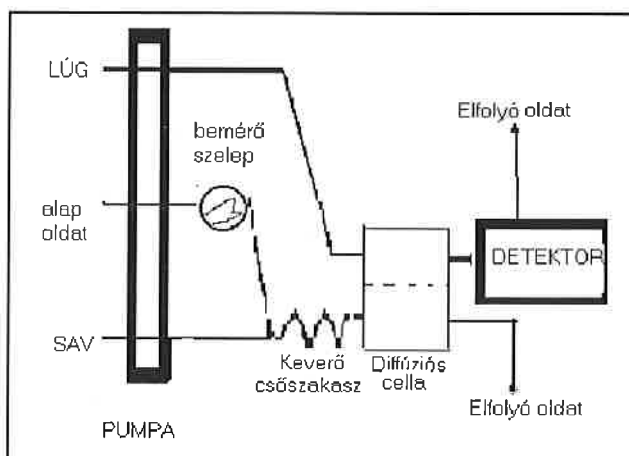
Az 1975-ben leírt készülék [5] lassú válaszu enzimelektrodát alkalmazott detektorként. Látható, hogy a készülék esetében a viszonylag nagy felületű enzimelektrodát a keverő cellában foglal helyet.

A keverő cella előnyei, hátrányai éveken át vitákat váltott ki a FIA módszert fejlesztő iskolák között. Beigazolódott [8], hogy a csőben áramló, különböző viszkozitású minták diszperziójának mértéke eltérő. Ez jelentős mérési hibát okozhat, amit a mechanikus keverő kamra alkalmazásával elkerülhetünk. A sokat vitatott keverő kamra ma már a viszonylag ritkán alkalmazott FIA titrátorok fontos szerkezeti eleme.

A 6. ábra egy korszerű FIA készülék vázlatos rajzát mutatja. A kor-

szerű készülékek megfelelő számítógépes szabályozó, adatgyűjtő, értékelő egységekkel vannak ellátva.

A FIA módszer fejlődésének egy újabb irányát jelenti a **szekvenciális injektálás (sequential injection, SI)** technika alkalmazása [9]. Ebben az esetben a készülék felépítése és működési programja lehetőséget biztosít az áramlás irányának megfordítására. A kis térfogatú mintaoldatot és a reagens kis térfogatú dózisát egy megfelelően kialakított injektorral közvetlenül egymás után injektálják az inert vívő oldatba. Az áramlás ekkor a detektortól távolodó irányú. Áramlás közben a reagens és a minta a diszperzió következtében keveredik, a reakció megindul. Adott idejű áramlás vagy beiktatott várakozás után a készülék az áramlás irányát



6. ábra. Korszerű FIA készülék

megfordítva a reakcióelegyet átvizsi a detektoron. A minta detektorjelét a standardokéval összevetve kapjuk az analízis eredményét. A megoldás komplikáltabb készüléket igényel, de nagy előnye a kis reagens-felhasználás, továbbá az, hogy az analitikai reakció ideje széles tartományban megválasztható. A hagyományos FIA mérésnél a reakció időt az analízis csatorna térfogat és az áramlási sebesség megválasztásával csak szűk tartományban változtathatjuk. A módszer kétségtelen előnyei mellett bonyolultabb volta hátrányként jelentkezhethet. Bár egy 2002-ben megjelent összefoglaló tanulmány [10] háromszáznál több SI közleményt tart számon, a módszer széles körű alkalmazása még várat magára.

A fejlődés egy újabb irányát jelenti a **mikrogyöngy injektálásos technika (bead injection, BI)** [11]. Az analízis alapjául szolgáló, detektálható változást előidéző reakció ebben az esetben a miniatűr méretű, reagenst tartalmazó gyöngyök hatására jön létre. A még meglehetősen új technika igen sok lehetőséget rejt magában lévén, hogy a gyöngyökben vagy a gyöngyök felületén számos, különböző típusú reagens alkalmazható. A BI analízis során első lépésben a reagens gyöngyöket – legtöbbször vizes szuszpenzió formájában – az analízis csatornába injektálják. A gyöngyök az áramlási csőszakasz egy bizonyos helyén megállnak, kis gyöngy reaktort képeznek. Az ez után injektált minta a reaktorba jutva a gyöngyökkel kölcsönhatásba kerül. Egyes esetekben kémiai reakció játszódik le, máskor a gyöngyök első lépésben megkötik a mérendő komponenszt. A mátrix anyagok eltávoznak és a kémiai reakció a megkötött, a zavaró mátrix részekről megtisztított mérendő komponens és az utólag injektált reagens között játszódik le. A kémiai átalakulás termékének detektálása után a gyöngyök eltávolíthatók az áramlás irányának megfordításával.

Nyilvánvaló, hogy az ilyen típusú analízis séma segítségével akár

nagy érzékenységű immunanalitikai (ELISA –BI) mérések is elvégezhetők. Előnyös az is, hogy nagy térfogatú, igen híg mintaoldatból a gyöngyök felületén az analízishez elégséges mennyiségű mérendő komponens gyűjthető össze, tehát lehetőség van kellő mértékű dúsításra. A mérésekhez rendszerint 2000 – 10 000 darab, egyenként 30 – 150 μm átmérőjű Sephadex, grafit esetleg más anyagból készült mikrogömböcskéket használnak, amelyek felületét a megfelelő reagenssel, ioncserélő anyaggal, avidinnal, kelátképző ágenssel, immunreagenssel vonják be. A kétségtelen előnyök mellett a mind bonyolultabb analízis séma, annak alkalmazását lehetővé tevő komplikáltabb készülék hátrányként jelentkezhet. A mintákat hagyományosan, elkülönítve kezelő analízátor készülékek és az automatizált HPLC elemzők komoly vetélytársai lehetnek a mind bonyolultabbá váló injektációs készülékeknek. Különösen, hogy az elemző robotok fejlődése, elterjedése meglehetősen intenzív folyamat napjainkban.

Áramló oldatos titrátorok

A direkt analitikai módszerek és a titrálási mennyiségi elemzési eljárások összehasonlítása során a titrimetriás módszerek több, nem elhanyagolható előnnyel rendelkeznek. A direkt analitikai módszerek a megfelelően előkészített mintát valamilyen detektorral kapcsolatba hozva a detektor által szolgáltatott jelet rögzítik. Majd azt kalibrációs adatokkal összehasonlítva adják meg a mérési eredményt. A kalibrációs adatok gyűjtéséhez rendelkezniünk kell a mérendő anyag kellő tisztaságú, adott mennyiségével. Ha a kalibráló standard nem kellő tisztaságú, akkor az eredményt szisztematikus hiba terheli. A másik hibaforrás lehet a detektor érzékenységének a kalibráció utáni megváltozása, vagy egyes zavaró mátrix-komponenseknek a detektor jelre gyakorolt hatása.

A titrálások esetében a reagens titerét lehetőségünk van jól bevált, pontosan bemérhető, nagy tisztaságban beszerezhető ágenssel megmérni. Nincs tehát szükség kalibrációra, kalibráló standardokra. A mérési eredményt a reagens és a minta stöchiometriai egyenértékűsége alapján nyerjük. Az egyenértékűség helye a titrálási görbén kitüntetett pont. A detektor érzékenységének változása ennek helyét csak kevésbé befolyásolhatja. Még azt is mondhatjuk, hogy a titrálás egy folyamat, ami megfigyelhető, nyomonkövethető. A hiba a titrálási görbe vizsgálatával detektálható. Diszkrét oldatminták titrimetriás elemzésére számos cég gyárt mechanizált elemzőkészüléket.

Az áramló oldatos sorozatelemzők fejlődése során kézenfekvő volt kísérletet tenni áramló oldatos titrimetriás sorozatelemzők kifejlesztésére. Feltételezhető volt ugyanis, hogy az áramló oldatos módszerek előnyeinek ötvözése a titrimetriás analízis megbízhatóságával több területen kihasználható.

Az iparban folyamatos ellenőrzésre használatos ún. folyamatos titrátorok közül több működik áramló oldatokban. Ezek a berendezések az egyszerű szabályozó körök elvén működve előre megállapított végpontérték elérésig adagolják a reagenst. Így a detektor érzékenységének változása hibát okozhat. A készülékek felépítésüknél fogva nem alkalmasak kis térfogatú minták sorozatelemzésére.

Áramló oldatminták teljes titrimetriás analízisére Eichler [12], majd később Fleet és Ho [13] készítettek készüléket a Technikon cég áramló oldatos elemzőinek használatával. A titrálendő oldat áramához gradiensképző edényzetből származó, az időben lineárisan növekvő koncentrációjú reagensoldattal végezik a titrálást. Megoldásuk szerint a reagens és a mintaoldat elegendési pontja utáni reakció zónát elhagyó oldat a detektorcellába jutott. A detektorjel jelezte az egyenértékűségi pontot. Azonban az áramlásból adódó időkéés és diszperzió miatt nehéz volt megállapítani az egyenértékűségi pontot tartozó pillanatnyi reagens-koncentrációt. A készülék alkalmazását a gradiensképző rendszer működtetésének körülményes volta is nehezítette.

A Pungor professzor csoportja által kidolgozott titrimetriás technika [14-18] jól alkalmazhatónak bizonyult áramló oldatminták elemzésére.

A készülék működési alapelve könnyen megérthető a következők alapján. Tegyük fel, hogy az analízis csatorna egy pontján állandó térfogatsebességgel áramló mintaoldat és reagensoldat találkozik. Az össze-

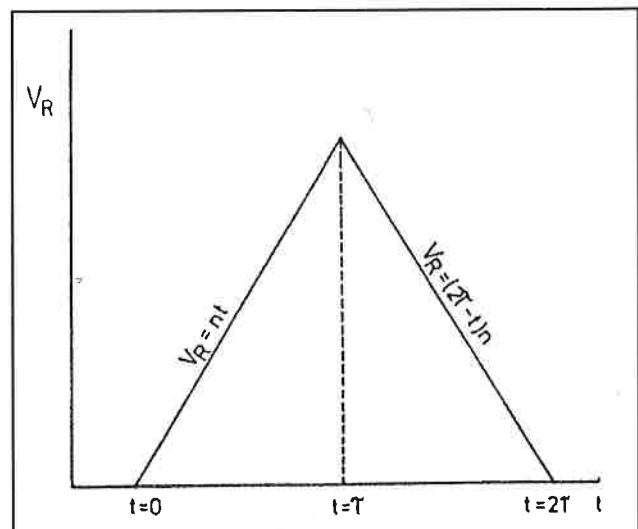
folási pont után a keveredés teljes, az áramlásra merőleges irányban homogén oldatszegmensek követik egymást. A titrálási reakció gyors. A keveredési pont után adott távolságra elhelyezett detektorhoz érkező oldatban a titrálás alapját képező kémiai folyamat már lejátszódott. A detektorral a titrálási fok nyomonkövethető. Más-más koncentrációjú reagensoldatot áramoltatva, a stacionárius detektorjelet megvárva felvehetnénk a titrálási görbét. Ekkor azonban igen nagy oldattérfogatokra és hosszú időre volna szükségünk egy analízis elvégzéséhez.

Más a helyzet, ha a C_S koncentrációjú mintaoldatot állandó v_S térfogatsebességgel áramoltatunk, de a $V_R = C_R V_R$ reagensanyagáramot időben lineárisan növeljük nulláról indulva a $V_R = nt$ függvény szerint, ahol t az idő, n pedig konstans.

Ekkor a t időpillanat és a titrálási fok között jól definiált összefüggés áll fenn. Ez a csőszaknak arra a pontjára vonatkozik, amelyben a minta és a reagens keveredése pillanatszerűen létrejön. Az összekeveredés után a reakcióelegy folyamatosan továbbáramlik a csőben, így egy bizonyos késleltetési idő után a t időpillanatnak megfelelő reagens anyagáramhoz tartozó titrálási fokú oldatrész az átfolyó analíziscsatorna minden további részébe eljut. A detektor így némi késéssel követi a titrálási folyamatot. Kellő túltritrálási fok elérése után a detektorjelből az egyenértékűségi megállapítható. Ha ismert a reagensadagolási program n konstansa, valamint az áramlási sebesség és a csőszakasz térfogata által meghatározott t késleltetési idő, továbbá eltekintünk az áramlás során bekövetkező diszperziótól, akkor a regisztrált detektorjel-idő függvényen jelentkező egyenértékűségi ponthoz tartozó időből kiszámítható a mintaoldat anyagáram, azaz koncentrációja.

A lehetőség vizsgálatával kapcsolatos kezdeti kutatások azonban rámutattak arra, hogy a diszperzió fellépte és más okok miatt az aktuális Δt késleltetési idő meghatározása bizonytalan. Ez megengedhetetlen mértékű mérési hibát okozhat. A hiba kiküszöbölésére célszerűnek látszott a Δt késleltetési idő becslésként értékek használata helyett más módon kiszámítani az egyenértékűségi ponthoz tartozó reagens anyagáramot (V_{RE}), [10].

Jó megoldást jelentett, olyan egyenlőszárú háromszög alakú reagens anyagáram-idő mérési program alkalmazása, amely esetben két egyenértékűségi pont jelentkezik a detektorjel-idő transziensen. A módszert a mérési program alakja alapján **háromszögtitrálásnak** nevezzük. Az alkalmazott reagensadagolási program alakját a 7. ábra mutatja.



7.ábra. A reagensadagolási program

Amint az látható $t = \tau$ ideig $V_R = nt$. Ez a felszálló ág. A leszálló ágban, $t > \tau$ esetén, $V_R = (2\tau - t)n$. Az egyenértékűségi pont megjelenése közötti idő (Q) azonos mérési program esetén nyilvánvalóan a minta anyagáramától függ. Nagyobb mintanyagáram esetén a két egyenértékűségi pont közötti idő rövidebb. A $Q = t_{E2} - t_{E1}$ idő könnyen megadható, ha feltételezzük, hogy a titrálási reakció pillanatszerű, a reagens és a

minta összekeveredése egy infinitézimalis oldatszegmensben történik és teljes, továbbá eltekintünk az áramlással párhuzamos irányú diszperziótól. A képletben v az analízis csatornában áramló folyadék térfogatsebessége, a és b az

$$aS + bR = gP_1 + hP_2$$

titrálási reakció stöchiometriai állandóit jelenti.

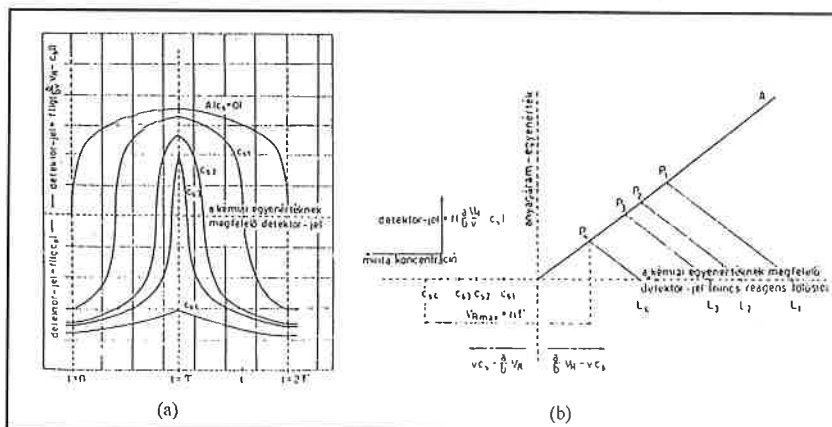
Látható, hogy a mintaoldat koncentrációja a reagensadagolási program sajátosságainak ismeretében kiszámítható, azaz a háromszög-programozott titrálási módszer alkalmas áramló mintaoldatok elemzésére.

Potenciometriás illetve amperometriás detektálás mellett, különböző koncentrációjú oldatok esetében nyerhető elméleti titrálási görbék mutat be a 8.a és 8.b ábra.

$$Q = t_{E2} - t_{E1} = 2\tau - \frac{2a}{bn} C_s v$$

A háromszög-programozott titrálásokhoz szükséges reagensadagolási program megvalósításának egyik legkézenfekvőbb módja az áramerősség-kontrollált elektrolízis.

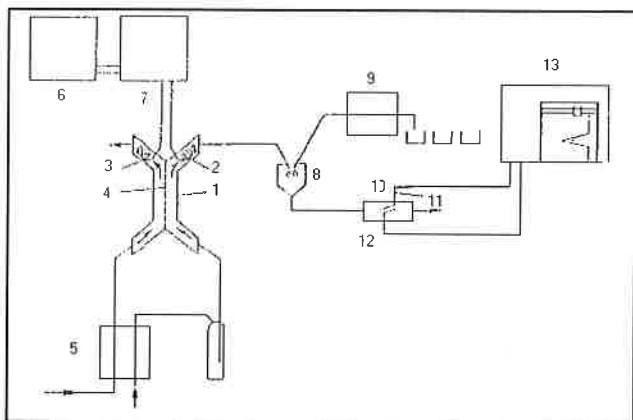
A 9. ábra a coulometriás háromszögtitrálásos készülék vázlatos



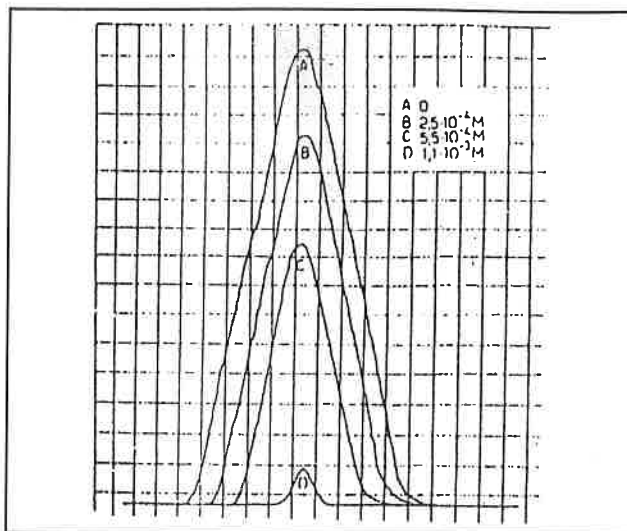
8. ábra. Az amperometriás és a potenciometriás titrálás elméleti görbéi

rajzát mutatja. A készülékkel készített amperometriás titrálási görbék mutat be a 10. ábra.

A Pungor-csoport a coulometriás áramló oldatos titrátor számos változatát építette meg és ezeket sikerrel alkalmazta különböző analitikai feladatok megoldására. Német kutatók [19] készítették el a programozható dugattyús folyadékadagolóval megvalósított volumetriás háromszögtitrátor készülékek több változatát.



9. ábra. A coulometriás háromszögtitrálásos berendezés vázlatos rajza (1 – elektrolizáló cella, 2 – munkaelektrod, 3 – segédelektrod, 4 – dialízis membrán, 5 – perisztaltikus pumpa, 6 – generátor, 7 – áram generátor, 8 – cseppedény, 9 – perisztaltikus pumpa, 10 – voltametriás detektorcella, 11 – anód, 12 – katód, 13 – polarográf)



10. ábra. Amperometriás titrálási görbe

Összefoglalás

A mennyiségi kémiai analízis területén gyakran szükséges közel azonos koncentrációjú, kis térfogatú oldatminta egyes komponenseinek a meghatározása. A minták egyre növekvő száma mechanizált, automatizált analízisre kifejlesztést és alkalmazását helyezte előtérbe. Az áramló oldatos elemzők a feladat megoldására alkalmas készülékeknek bizonyultak. Több változatukat fejlesztették ki. Széles körű elterjedésük még a számítógépesített analízis megjelenése előtti időben megindult, és az analitikai eszközök fejlődésének fontos lépését jelentik. Jelentőségüket csak kismértékben csökkentik a mikrochip analízis, az analitikai robotok elterjedése és az elválasztástechnikát alkalmazó sorozatelemző készülékek térhódítása.

Pungor Ernő professzor csoportja a szelektív kémiai érzékelők fejlesztésének eredményeit, valamint a hidrodinamikai kutatások során szerzett tapasztalatait felhasználva jelentősen hozzájárult az áramló oldatos sorozatelemzők fejlődéséhez.

Irodalom

1. L. T., Skeggs: *Am. J. Clin Pathol.* 28 (1957) 311
2. M. Hango-Mahr, E. Pungor, V. Kuznecov: Separation and automatic spectrophotometric determination of low concentrations of cyanide in water, *Anal. Chim. Acta*, 178 (1985) 289-298
3. G. Nagy, Zs. Fehér, E. Pungor: Application of silicone rubber-based graphite electrodes for continuous flow measurements II. Voltammetric study of active substances injected into electrolyte streams, *Anal. Chim. Acta* 52 (1970) 47
4. Zs. Fehér, G. Nagy, K. Tóth, E. Pungor: The use of precipitate based silicon rubber ion selective electrodes and silicone rubber-based graphite voltammetric electrodes in continuous analysis, *Analyst* 99 (1974) 699
5. G. Nagy, E. Pungor: Enzyme Electrodes, Application of a Voltammetric L-amino Acid Enzyme Electrode to Analysis in Flowing Solutions, *Hung. Sci. Instr.* 32 (1975) 1
6. J. Ruzicka, E. H. Hansen: Flow Injection Analysis, *Anal. Chim. Acta*, 78, (1975) 145
7. J. Ruzicka, E. H. Hansen: Flow Injection Analysis, John Wiley and Sons Inc. New York, USA (1981), ISBN 0 47108192-2 (Könyv)
8. Zs. Fehér, G. Nagy, K. Tóth, E. Pungor: A detailed study of sample injection into flowing streams with potentiometric detection, *Anal. Chim. Acta* 98 (1978) 193
9. J. Ruzicka, G.D. Marshall: *Anal Chim Acta*, 237 (1990) 329 (sequential IA)

10. C. E. Lenehan, N. W. Barnett, S. W. Lewis: *Analyst*, 127, (2002) 997 (330 cikk)
11. J. Ruzicka: "Lab on-valve: Microflow Analyzer Based on Sequential and Bead Injection. *Analyst*, 125, (2000) 1053
12. D.L. Eichler: *Technicon Symposium*, 1969 Vol.1, Mediad, White Plains New York 1970, 51.
13. B.Fleet, A.Y.W. Ho: *Anal. Chem* 46 (1974) 9
14. G. Nagy, K. Tóth, E. Pungor: Novel Programmed Coulometric Titration Technique; Chloride Determination in Streaming Solutions, *Anal. Chem.* 47 (1975) 1460
15. G. Nagy, Zs. Fehér, K. Tóth, E. Pungor: A novel titration technique for the analysis of streamed, samples - The triangle programmed titration technique Part I. General considerations, *Anal. Chim. Acta* 91 (1977) 87
16. G. Nagy, Zs. Fehér, K. Tóth, E. Pungor: A novel titration technique for the

analysis of streamed samples - The triangle programmed titration technique Part II Argentimetric titrations, *Anal. Chim. Acta* 91 (1977) 97

17. G. Nagy, Zs. Fehér, K. Tóth, E. Pungor: A novel titration technique for the analysis of streamed samples - The triangle programmed titration technique Part III. Titrations with electrically generated bromine *Anal. Chim. Acta* 100 (1978) 181
18. G. Nagy, Z. Lengyel, Zs. Fehér, K. Tóth, E. Pungor: A novel titration technique for the analysis of streamed samples - The triangle programmed titration technique Part IV. Automatic evaluation of the titration curves obtained with linear signal detectors, *Anal. Chim. Acta* 101 (1978) 261
19. M.Becker, B.Fuhrmann, U.Spohn: Selective determination of gas dialysable components in complex sample solutions using triangle programmed coulometric titration in continuous flow systems. *Anal.Chim.Acta*, 324, (1996). 115-123.

A kapilláris elektroforézis alkalmazása szervesetlen vegyületek meghatározására

Gáspár Attila*

A kapilláris elektroforézis rövid áttekintése

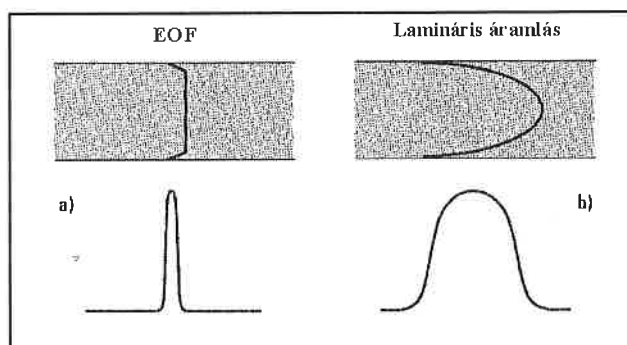
A jelenleg leghatékonyabb elválasztási technikák az elektroforézis elvén alapulnak, melynek lényege, hogy elektromos térben az oldott anyagok különböző sebességgel vándorolnak. A kapilláris elektroforézisnél (CE) az elektroforézis egy vékony, általában 25-75 μm belső átmérőjű, puffer oldattal töltött kapillárisban történik. A kapilláris alkalmazásának számos előnye van, így például az, hogy a kapilláris nagy elektromos ellenállásánál fogva a rendkívül nagy térerő (100-500 V/cm) alkalmazását csekély hőfejlődés mellett teszi lehetővé, ráadásul a fejlődött hő (Joule-hő) a kapilláris nagy felület/térfogat aránya miatt jól eloszlik. A nagy elektromos térerő használata rövid mérési időt, valamint nagy elválasztási hatékonyságot és felbontást biztosít. Az elméleti tányérszám, a kapillárison belüli elektroosmotikus áramlás dugószerű profiljának köszönhetően, sok esetben meghaladja a 10^6 értéket. Az elektroosmotikus áramlás lehetővé teszi valamennyi oldott részecske egyidejű vizsgálatát, tekintet nélkül a részecske töltésére. A CE minimális mintamennyiséget (1-10 nl) igényel, könnyen automatizálható. A módszer egyik legnagyobb előnye a lehetséges alkalmazások rendkívül széles köre. Míg a kapilláris elektroforézist eleinte csak biológiai makromolekulák vizsgálatához használták, ma már alkalmazzák fémionok, szervesetlen anionok, szerves savak, aminosavak, királis vegyületek, peszticidek, peptidok és fehérjék, szénhidrátok, DNS fragmentumok, vagy akár egész sejtek és vírusok elválasztásához és meghatározásához is. Mivel az elektroforézises, illetve a kromatográfiás elválasztások mechanizmusai eltérnek, így a vizsgálatok kölcsönösen kiegészíthetik egymást. Ezen kívül a CE módszer fejlesztése egyszerűbb, rendkívül kis oldatmennyiségekkel történő, gyakorlatilag szerves oldószerek-től mentes munkát tesz lehetővé, és minimális minta-előkészítést igényel.

A kapilláris elektroforézis módszer fogalma különböző elválasztási technikákat foglal magába, amelyek közül a legalapvetőbbek a kapilláris zónaelektroforézis (CZE), a micelláris elektrokinetikus kromatográfia (MEKC), a kapilláris izoelektromos fókuszálás (CIEF), a kapilláris gélelektroforézis (CGE), a kapilláris elektrookromatográfia (CEC) és a kapilláris izotachoforézis (CITP). A CZE jelenleg a leggyakrabban használt kapilláris elektroforetikus módszer, mely az oldott részecskék különböző elektroforetikus mozgékonyágán alapszik.

A kapilláris elektroforézis elve

Az elektroforetikus elválasztási módszerek elve, hogy elektromos erőterben az oldott anyagok különböző sebességgel vándorolnak. Mivel egy ion sebességét az ion töltése, mérete, az alkalmazott térerősség nagysága, illetve a közeg viszkozitása szabja meg, a kis méretű, nagy töltésű részecskék rendelkeznek a legnagyobb sebességgel.

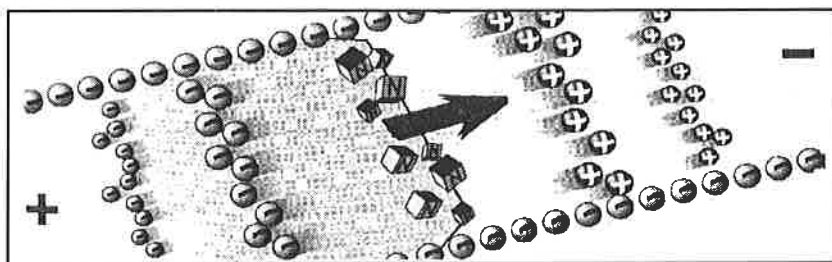
A CE működésének egyik fontos eleme az elektroosmotikus áramlás (electroosmotic flow, EOF). Az EOF a folyadék kapillárisbeli tömegtranszportja, mely a kapilláris belső falán kialakult felületi töltések (kettős réteg) következménye. A kapillárisbeli EOF fontos jellemzője a lapos áramlási profil (1-a ábra). Mivel az áramlás hajtóereje egyenletesen oszlik el a kapillárisban, egyáltalán nincs nyomásesés a kapillárison belül, s így az áramlás teljesen egyenletesnek tekinthető. A lapos áramlási profil következtében a részecskék zónáinak diszperziója csak kis mértékű. Ennek ellenkezője igaz a nyomáskülönbség hatására (pl. pumpákkal) előállított lamináris vagy parabolikus áramlásokra (1-b ábra).



1. ábra. Áramlási profilok és részecske zónák kapilláris elektroforézisnél (a) és kromatográfiás technikáknál (b)

Az EOF egy másik fontos előnye, hogy az gyakorlatilag az összes részecskét, függetlenül azok töltésétől, azonos irányú mozgásban tartja. A szokásos körülmények mellett (vagyis amikor a kapilláris belső felülete negatív töltésű) az áramlás az anódtól a katód irányába történik. A katód felé nem csak a kationok vándorolnak, de az anionok is, mivel az EOF akár egy nagyságrenddel is nagyobb lehet az anionok sebességénél. Így a kationok, töltés nélküli részecskék és anionok akár egyetlen CE-s „futtatással” is elemezhetők. A folyamatot a 2. ábra mutatja be. A kationok vándorolnak a leggyorsabban a katód felé az elektroforetikus vonzóerő és az EOF miatt; a töltés nélküli részecskéket kizárólag az

* Debreceni Egyetem, Szervesetlen és Analitikai Kémiai Tanszék, 4010 Debrecen, Pf.21., gaspara@tigris.klte.hu



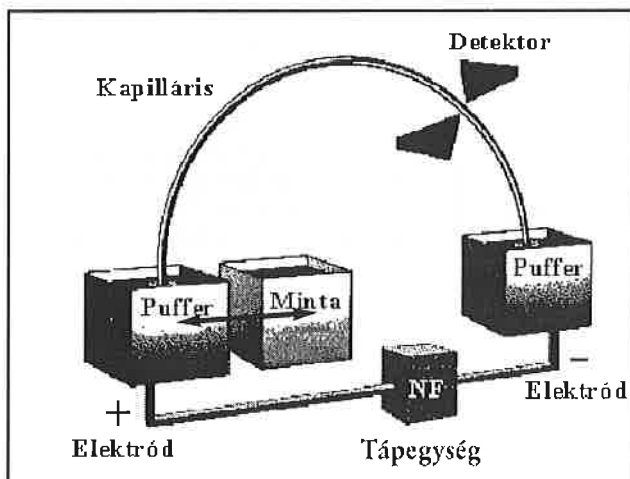
2. ábra. Különböző töltésű és méretű részecskéknek az elektroosmotikus áramlással szuperponált vándorlása kapilláris zónaelektroforézisnél [1]

EOF szállítja, így a különböző töltés nélküli részecskék itt nem szeparálódnak; a leglassabban pedig az anionok vándorolnak a katód felé (az EOF-nek köszönhetően), mivel ezekre az anód az EOF irányával ellentétes vonzóerőt fejt ki.

Az EOF szabályozásához elsősorban a kapilláris felületi töltésének vagy a puffer viszkozitásának megváltoztatása szükséges. A gyakorlatban jelentős változás az EOF-ben a puffer pH-jának megváltoztatásával érhető el. A pH változása azonban hatással lehet az oldott részecskék töltésére, és így mozgékonyására is. Ezenkívül az EOF változtatható a kapilláris falának módosításával (stabil réteg kialakításával vagy speciális adalékokkal) is.

A készülék felépítése

A CE készülékekben a két, elektrolitot (puffer oldatot) tartalmazó edény között egy, az elektrolittal megtöltött 25-100 μm belső átmérőjű, 25-120 cm hosszú kvarckapilláris van elhelyezve (3. ábra). A kis mennyiségű (néhány nI) mintát a detektortól távolabb eső kapilláris végénél (általában a kapilláris anódos végénél) juttatják be. A mintabevitel történhet a megfelelő edény megemeléssel/süllyesztésével, a mintaedénynél nyomás alkalmazásával, a puffer edénynél vákuum alkalmazásával vagy egyszerűen a minta komponenseinek a kapillárisba történő elektroforetikus migrációjával. A puffer edényekre nagyfeszültséget (10–30 kV) kapcsolnak.



3. ábra. A CE készülék vázlatos felépítése

A minta komponenseinek vándorlása a pufferrel töltött kapillárisban akkor kezdődik, amikor a puffer edényekre feszültséget kapcsolunk. A részecskék elektroforetikus vándorlásához hozzáadódik egy kisebb-nagyobb mértékű elektroosmotikus áramlás, mely hozzájárul az oldott részecskék zónáinak szállításához. Mint azt már említettük, az EOF sokszor olyan nagy, hogy nem csak a töltés nélküli molekulák, de ellentétes irányú elektroforetikus mozgásuk dacára néha még a negatív töltésű ionok is eljuttathatók a detektorig. A modern CE készülékek mindegyike a sorozatmérésekhez rendkívül hasznos automata minta-

adagolóval, a kapilláris állandó hőmérsékletét biztosító termosztátó egységgel és a készülék vezérlését, valamint a mérési adatok feldolgozását ellátó számítógéppel is fel van szerelve.

A CE technikáknál a detektálás egyfajta kihívásnak számít a kapilláris kis átmérője és a csupán nanoliternyi mintatérfogattal. Bár a CE egyike a legkevesebb minta mennyiséget felhasználó módszereknek, nem tekinthető „nyom-analitikai” módszernek, mivel nagyon kis koncentrációk meghatározására nem alkalmas,

ezért sokszor dúsítási eljárás alkalmazása szükséges. Számos, a HPLC-s technikáknál korábban már alkalmazott detektálási módszert próbáltak ki a CE esetén is, leggyakrabban azonban az UV-látható fényelnyeléses detektálás használatos.

Az UV-látható fényelnyeléses detektálás elsősorban univerzális jellege miatt a legszélesebb körben használatos detektálási módszer. Kvarckapillárisok esetén a detektálás történhet 190 nm-től kezdve a látható fény teljes hullámhossz-tartományában. Amint a HPLC technikában, úgy a CE-nél is, a detektálás rögzített és változtatható hullámhosszokon is megvalósítható. A CE-nél a spektrofotometriás detektálást azért szokták nagy hatékonyságúnak nevezni, mert a detektálás magán a kapillárison keresztül (on-capillary) történik, így a detektálási lépés nem okoz zónaszélesedést. Mivel a CE-nél a csúcsok 2-5 mm szélesek, a részhélesség ezen érték legfeljebb egyharmada lehet. A detektor tervezésénél figyelemmel kellett lenni a rövid optikai úthosszra is. A fényt közvetlenül a kapilláris belsejébe kell fókuszálni, hogy a résnél maximális áthatolás legyen elérhető, és hogy a lehető legkevesebb szórt fény jusson a detektorba. A CE-nél a detektálás érzékenységét elsősorban a rövid úthossz korlátozza. Az érzékenység és a lineáris kimutatási tartomány ugyan javítható a kapilláris belső átmérőjének növelésével, ennek alkalmazási lehetőségét azonban korlátozza, hogy a nagyobb áramerősségek alkalmazása a kapilláris jelentős felmelegedését okozza. A kapilláris átmérőjének megkétszerezése például a jelabszorbancia kétszeres, de az áramerősség négyszeres növekedéséhez vezet. A túlzott áramfelhasználás (és így a túl nagy hőtermelés) elkerülése érdekében olyan speciális kapillárisokat állítottak elő, melyek átmérőjét csupán az optikai fényút helyén növelték meg. Ilyen kapilláris típusok a buborékcélás és a Z-célás kapillárisok.

Azok az anyagok, amelyeknek az UV-tartományban csekély az elnyelése, indirekt UV-detektálással határozhatók meg. Ehhez, az adott részecske mozgékonyásával közel megegyező, UV-tartományban jól elnyelő anyagot kell a pufferhez adni. Az elektroneutralitás elve miatt, a fényelnyelő anyag koncentrációja kisebb a mintarészecskék zónája helyén (kiszorítási mechanizmus). Ez kisebb abszorbanciához vezet, mely negatív csúcsként jelenik meg az elektroferogramon.

Az elektroforetikus elválasztás során a háttélelektrolit valamely ionjának kicserélődése egy eltérő mozgékonyaságú mintakomponenssel olyan változást okoz a vezetőképességben, mely felhasználható a zónák detektálására. Ennek megfelelően csak olyan komponens detektálható, amelynek effektív mozgékonyasága eltér a háttélelektrolit azonos töltésű ionjának mozgékonyaságától. A vezetőképesség-méréses detektálás alkalmazásakor a fő nehézség, hogy egyszerre kell megfelelni két egymással ellentétes követelménynek. Egyrészt a CE-nél alapvető kíváncsi, hogy olyan háttélelektrolitot alkalmazzunk, melynek a meghatározandó ionnal megegyező töltésű ionjának (koion) effektív mozgékonyasága hasonló a mintaiion mozgékonyaságához, különben a csúcsalakok jelentős torzulásával kell számolnunk (tailing, illetve fronting). Másrészt azonban az érzékeny konduktometriás detektáláshoz maximálnunk kell az elválasztott mintazónák és a háttélelektrolit vezetőképessége közötti különbséget. Mindezek miatt a megfelelő elektrolit kiválasztásakor kompromisszumot kell találni a szükséges érzékenység és felbontás elérése érdekében.

A CE-nek az egyik legnagyobb teljesítőképességű detektorhoz, a tömegspektrométerhez (MS) való kapcsolásánál a legnagyobb nehézséget a CE által szolgáltatott, rendkívül kis sebességű (100 nl/perc) folyadékáram jelenti. Ezért egy pótlólagos folyadékáramot (make-up flow) vezetnek a kapillárishoz, hogy így biztosítsák – például az elektro-spray ionizációhoz szükséges – az EOF-nél körülbelül 50-szer nagyobb folyadékáram igényt. A legtöbb CE-MS rendszernél elektro-spray interfészt használnak, de intenzív kutatások folynak a CE és a különböző ionforrásokkal (pl. induktív csatolású plazma ionforrással, ICP) felszerelt MS összekapcsolásán is.

A CE elválasztást megelőzően ismert származékképző reagensekkel kromofór vagy fluoreszcens csoportokat lehet bevenni az UV-tartományban el nem nyelő vagy nem fluoreszcens meghatározandó anyagokba. Megfelelő származék-, vagy komplexképzésre igen gyakran szükség van az átmenetifémek, nehézfémet meghatározásánál, vagy speciációs vizsgálatoknál is. A higanyvegyületeket például ciszteines komplexbe viszik, mivel a higanyvegyületek gyakorlatilag nem disszociál, töltés nélküli anyagok, melyek spektrofotometrián is csak rosszul detektálhatók. A komplexképzési reakciók teljesek, gyorsak, a kapott vegyületek pedig ionosak, és spektrofotometrián jól detektálhatók. A komplexképzés történhet off-line (elemzés előtt a higanyvegyületeket tartalmazó mintaoldathoz adunk ciszteint) vagy on-line módon (a ciszteint a pufferelektrolit tartalmazza, a komplexképzés az elektroforézis első szakaszában, a kapillárisban megy végbe) is.

A szervesetlen ionok meghatározása

Bár a CE egy viszonylag új módszer, mostanáig az egyatomos, kisméretű ionoktól a nagy molekulatömegű biomolekulákig sokféle anyag elválasztását leírták már, s azt is megállapították, hogy a CE kiválóan alkalmazható szervesetlen vegyületek meghatározásához [2]. A módszer alkalmazásával kapcsolatos közlemények száma napjainkban is meredeken növekszik. A következőkben a CE rendkívül széles körű alkalmazási lehetőségeit igyekszem bemutatni a szervesetlen vegyületek esetén érdekes, vagy gyakorlati szempontból fontos példákon keresztül, néhány saját munkánkat is ismertetve. Az elektroferogramok megadásánál nem volt célom a körülmények pontos, részletes megadása. Mivel a töltéssel rendelkező részecskék elválasztásához a legegyszerűbb CE technika, a kapilláris zónaelektroforézis (CZE) alkalmazható különösen előnyösen, nem meglepő, hogy az ismertetett módszerek majd mindegyikénél ezt a technikát használják a szervesetlen vegyületek meghatározásához.

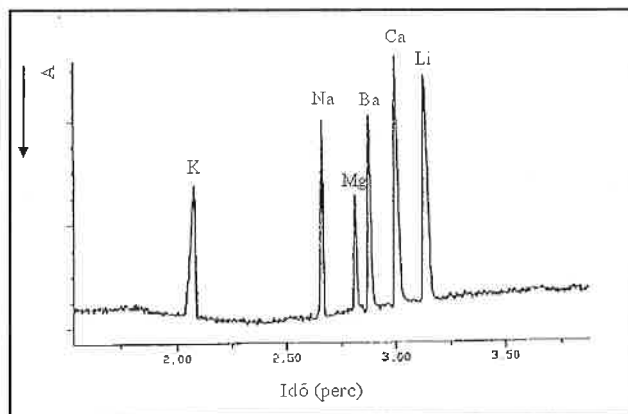
A fémionok, kisméretű szervesetlen anionok mozgékonyasága általában nagy. A zónák direkt fényelnyeléses detektálása többnyire nem alkalmazható, mivel ezen ionok többsége nem nyeli el a fényt az UV vagy a látható tartományban. Emiatt vagy indirekt fényelnyeléses detektálást vagy másfajta detektálási módszert (pl.: vezetőképesség-mérés, ICP-MS stb.) kell használni. A vízoldható szervesetlen kationok, anionok és azok komplexei meghatározásának elsősorban az ivóvizek, illetve a környezeti, klinikai és ipari minták esetén van nagy jelentősége.

Az alkáli- és alkáliföldfém ionok vizes oldatbeli töltés-méret viszonya kellően különbözik ahhoz, hogy CZE módszerrel könnyen, gyorsan, a legegyszerűbb elektrolit rendszerben elválaszthatók legyenek. Gyakran imidazol tartalmú oldatot használnak háttéreltrolitként, az imidazol kis hullámhosszaknál való nagy elnyelése és megfelelő ionmozgékonyasága miatt (4. ábra, [3]). Az átmenetifém, ritkaföldfém ionok elválasztásakor általában komplexképzőket (pl. EDTA, tejsav) adagolnak az elemzendő mintához vagy a pufferelektrolitokhoz. A CZE-t a lantanidák elválasztásához például előnyösebben lehet használni mint az ionkromatográfiát, mert jobb elválasztási hatékonyságot, csúcsfelbontást és rövidebb mérési időt lehet elérni. CZE-vel akár az összes lantanidát el lehet választani, ami ionkromatográfiás módszerrel nehéz feladat (5. ábra, [4]). A CZE-nél a minta-előkészítés rendkívül egyszerű, környezeti minták esetén a legfontosabb művelet csupán a minta szűrése az

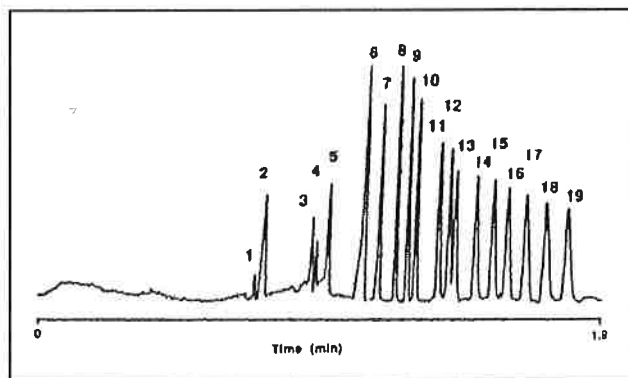
elemzést megelőzően. Míg a legtöbb elválasztástechnikai módszernél a biológiai minták analízisa sokkal összetettebb minta-előkészítést (pl. fehérjementesítés) igényel, a CZE-nél lehetőség van ezen minták közvetlen injektálására/elemezésére is. (Egy 100-szoros hígítású vérminta fehérjetartalma még 0,7 g/l felett van, mely így még mindig jelentős mátrixkomponensnek számít a legtöbb vizsgálómódszer esetén. Mindemellett a fémionok nehézség nélkül meghatározhatók CZE-vel, mert mozgékonyaságuk jóval nagyobb, mint a mátrixkomponenseknek, és így a fehérjék csak a fémionokat követően érik el a detektort.)

A CZE kiváló felbontóerejének köszönhetően jól használható fém-speciációs analitikai célokra, amikor is ugyanazon fémion különböző formáinak, komplexekének meghatározása a cél. Az As(III) és As(V) gyors, 2 percen belüli elválasztását rövid (40 cm) kapilláris alkalmazásával, az EOF irányának megfordításával, borát pufferben értük el (6. ábra) [5], ugyanezen rendszerben lehetőség van jónéhány szerves arzénvegyület meghatározására is.

Szervesetlen és szerves higanyvegyületek meghatározásakor e vegyületeket ciszteines komplexekbe vittük, s így módon a megfelelő töltésre, vízoldhatóságra és UV elnyelésre szert tett komponensek elválaszthatók és 200 nm-en detektálhatók voltak (7. ábra) [6]. Az UV spektrofotometriás detektálással elérhető 1 µg/ml körüli kimutatási határok lézer indukált fluoreszcens (LIF) detektálással akár 2-3 nagyságrenddel is javíthatók megfelelő származékképzés után (pl. fluoreszcein izotiocianát segítségével).

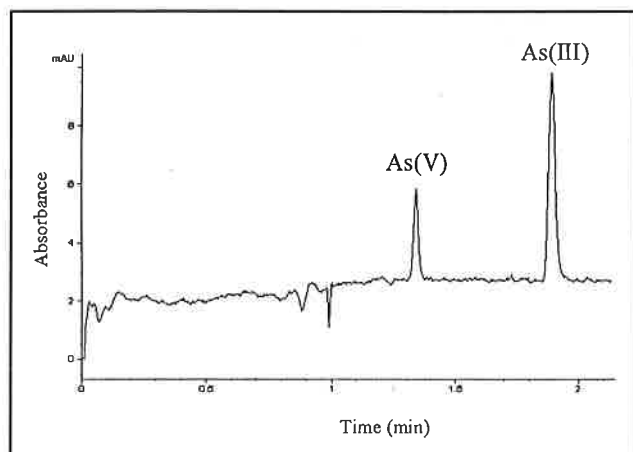


4. ábra. Alkáli- és alkáliföldfémionok elválasztása imidazol pufferben [3] (Körülmények: kapilláris: 75 µm, 50/56 cm, télerő: 446 V/cm, puffer: 5 mM imidazol/kénsav, pH=4,0, detektálás: indirekt, 214 nm, minta: 1 mg/l K, Na, Mg, Ba, Ca és 0,5 mg/l Li)

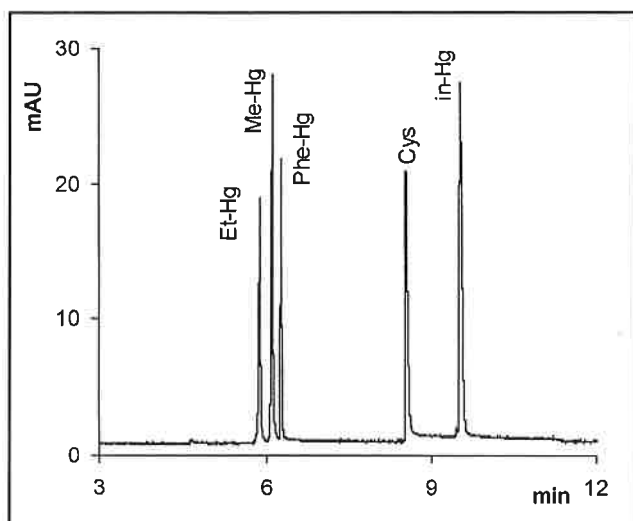


5. ábra. Alkáli-, alkáliföld- és ritkaföldfémek elválasztása [4].

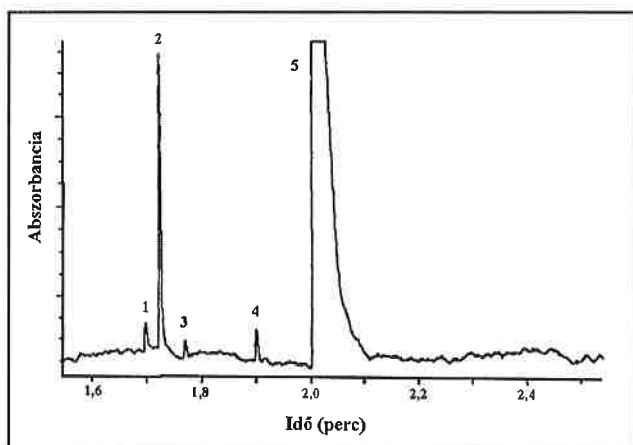
(Körülmények: kapilláris: 36,5 cm x 75 µm, 10 mM Waters UVCat-1, 4 mM HIBA, pH=4,4, +30 kV, injektálás: 20 s/10 cm, λ=214 nm indirekt detektálás, 1: 1 ppm Rb, 2: 5 ppm K, 3: 2 ppm Na, 4: 1 ppm Na, 5: 1 ppm Mg, 6: 1 ppm Li, 7: 5 ppm La, 8: 5 ppm Ce, 9: 5 ppm Pr, 10: 5 ppm Nd, 11: 5 ppm Sm, 12: 5 ppm Eu, 13: 5 ppm Gd, 14: 5 ppm Tb, 15: 5 ppm Dy, 16: 5 ppm Ho, 17: 5 ppm Er, 18: 5 ppm Tm, 19: 5 ppm Yb)



6. ábra. As(III) és As(V) gyors elválasztása [5].
(Körülmények: L=40 cm, U=-30 kV, puffer: 50 mM borát, 0,5 mM CTAB, pH: 9,3, λ =200 nm)



7. ábra. Higanyvegyületek elválasztása [6] (Körülmények: kapillaris: 64,5 cm x 50 μ m, 25 mM borát, pH=9,2, +25 kV, 100 mbar.s, λ =200 nm, Et-Hg (etil-Hg): 108 μ g/ml; Me-Hg (metil-Hg): 172 μ g/ml; Ph-Hg (fenil-Hg): 57 μ g/ml; in-Hg (Hg²⁺): 50 μ g/ml, a higanyvegyületek származékképzése ciszteinnel (Cys) történt)



8. ábra. Anionok meghatározása felszíni vízben (Bajkál-tó) [3].
Körülmények: kapillaris: 75 μ m, 50/58 cm, térerő: -431 V/cm, puffer: 5 mM kromát/kénsav, 0,5 mM CTAB pH=8,0, hidrosztatikus injektálás: 10 cm 30 s, detektálás: indirekt 254 nm, csúcsok: 1: klorid (0,5 mg/l), 2: szulfát (12,4 mg/l), 3: nitrát (<0,5 mg/l), 4: foszfát (<0,5 mg/l), 5: hidrogénkarbonát (81,1 mg/l).

Az anionok elválasztása CZE-vel a leggyakoribb elrendezés mellett (amikor a detektor a katód végéhez esik közelebb) nehezebb, mert az anionok elektroforetikus mozgékonyságának és az EOF mozgékonyságának iránya ellentétes. Emiatt a pufferelektrolithoz kationos felületaktív anyagot (pl.: CTAB-t) adagolnak, hogy az EOF iránya megforduljon. Felszíni vizek szervesen aniontartalmának meghatározásához indirekt UV spektrofotometriás detektálást használhatunk (pl. kromatós pufferelektrolit alkalmazásával) (8. ábrán, [3]).

A kapilláris elektroforézis fontosabb fejlődési irányai, fejlesztései

Az alig 20 éve bevezetett CE módszer technikai fejlesztése, illetve alkalmazási területeinek folyamatos bővítése napjainkban is intenzíven folyik. Valószínűleg a legfontosabb megoldásra váró probléma az elválasztott zónák detektálási érzékenységeinek jelentős javítása. A következőkben a CE két fontos fejlesztési területe kerül rövid bemutatásra.

A kapilláris elektrokrómográfia (CEC) egyfajta kombinációja a HPLC-nek és a CE-nek. Itt az elválasztó egység egy olyan töltött kapillaris, melynek állófázisa a HPLC-nél használt állófázisok valamelyike (hidrofób, hidrophil, C18, C8), így az elválasztások mechanizmusa nagyon hasonlít a HPLC elválasztások mechanizmusához. A CEC-nél viszont nincs pumpa, mert itt a folyadékok áramoltatását az elektrooszmózis végzi. Ennek következménye, hogy a HPLC-nél sajnos meglévő parabola áramlási profil és sáv szélesedés a CEC-nél elhanyagolható. A minta injektálásakor, detektálásakor a CE-nél szokásos módszereket használják.

Az eredetileg a Caliper és Agilent által közösen kifejlesztett LabChip (Lab-on-a-chip technika, vagy mikrochip kapilláris elektroforézis) technikánál az elektroforetikus elválasztó egység egy csupán 3-4 cm oldalú üveg- vagy műanyag lapka, melynek felületén mikroszkopikus (10 μ m) méretű, általában géllal töltött csatornák találhatók. Míg a számítógépes chipekben elektronok mozognak, addig a LabChipekben néhány pl. térfogatú folyadék szegmensek vándorolnak. E folyadékszegmensek szállítását, illetve folyadékok áramoltatását a chip különböző részein feszültség alkalmazásával, azaz az EOF segítségével érik el. E mikroszkopikus rendszerben természetesen nincsenek mozgó alkatrészek, de mégis mindent el lehet érni, amit a szokásos „makroszkopikus” folyadék-rendszerekben szelepekkel, pumpákkal, keverőkamrákkal, injektorokkal végeznek. A LabChip technikát jelenleg elsősorban DNS minták, fragmentumok meghatározásához használják, legfontosabb előnyei közé tartozik a minimális reagens- és mintamennyiség-felhasználás, a rendkívül gyors elemzés lehetősége (az egyes DNS minták elemzése rövidebb 90 s-nál), teljes körű automatizálás, kiváló reprodukálhatóság.

Hivatkozások

- [1] D. N. Heiger: *High Performance Capillary Electrophoresis*, Hewlett-Packard, Waldbrohn, 1992.
- [2] P. Jandrik, G. Bonn: *Capillary electrophoresis of small molecules and ions*, VCH-Weinheim, 1993
- [3] W. Beck, H. Engelhardt: *Chromatographia*, 1992, 33, 313
- [4] P. Jandik, W. R. Jones, A. Weston, P. R. Brown: *LC GC* 1991, 9, 634
- [5] A. Gáspár, C. Sógor, J. Posta: *Chromatographia*, 2000, 51, 135
- [6] A. Gáspár, C. Páger: *Chromatographia*, 2002, 54, 115

A Philips MiniPal PW 4025/02 energiadiszperzív röntgenspektrométer olajipari alkalmazhatóságának vizsgálata

Miskolczi Norbert* – Bartha László*

A különböző kőolajszármazékok, elsősorban a motorhajtóanyagok minőségi szabványaiban egyre szigorúbb környezetvédelmi célú előírásokat vezetnek be, amelyeknek célja az emisszió környezetre káros elemeinek fokozatos kiküszöbölése. Ez a motorhajtóanyagoknál jelenleg elsősorban a kéntartalom, míg a motorolajoknál a különböző adalékanyagokkal bevitt fémek koncentrációjának csökkentését jelenti. A kőolaj-származékokban levő szennyezőanyag-tartalom pontos meghatározása tehát mind a gyártás, mind pedig a minőség-ellenőrzés szempontjából felértékelődött. Ugyanakkor ez, éppen a túlságosan alacsony koncentráció-tartományok miatt, ma még nehézkesen elvégezhető, vagy sok esetben költséges feladatot jelent. Számos analitikai módszer létezik ugyan a vizsgálatunk tárgyát képező komponensek meghatározására, de elvégzésükhöz sok esetben drága műszerek és mérési eljárások szükségesek. A felmerülő költségek csökkenthetők az olcsóbb, de ugyanolyan hatékonyságú (ismételhetőség, pontosság stb.) mérési módszerek alkalmazásával. Összeállításunkban egy ilyen lehetőség feltárására irányuló munkánk eredményéről számolunk be.

Napjainkban mind a törvényalkotók, mind pedig a szénhidrogénekkal foglalkozó kutatók legtöbbet a motorhajtóanyagok kéntartalmának – kényszerű – csökkentésével foglalkoznak. A kéntartalmat tekintve dízelgázolajoknál jelenleg 350 ppm (EN 590:2000), míg motorbenzineknél 150 ppm (EN 228:2000) a megengedett maximális koncentráció. A jelenlegi környezetvédelmi jogalkotási tendenciák alapján a jövőben még ennél is szigorúbb előírások várhatók. Az EU előírásai és ajánlásai értelmében 2005-re mindkét motorhajtóanyagnál legfeljebb 50 ppm kén lesz a maximálisan megengedett koncentráció. Kenőolajok esetében szintén a kén és az adalékolás során bevitt fémek okoznak emissziós problémákat. Ezen szennyezők közül a kéntartalom ellenőrzése tűnik a leginkább megoldhatóknak, mivel az utóbbi években történt fejlesztések eredményeként számos elfogadott, vagy elfogadásra váró új szabvány foglalkozik a kéntartalom meghatározásának körülményeivel. Közülük néhány a 2005 utáni előírásokban specifikált tartományokra vonatkozik, mint például 50 ppm alatti kéntartalom-tartomány. Ugyanakkor a készülékgyártók is jelentős fejlesztéseket végeztek, és a már korábban is meglévő mérési módszerek pontosságát, ismételhetőségét és reprodukálhatóságát sikerült lényeges mértékben javítani. Ezáltal az alkalmazható módszerek palettája jelentősen kibővült, sőt több esetben a korábbi költséges módszerek akár olcsóbbak alkalmazásával is helyettesíthetők.

A Philips PW 4025/02 MiniPal energiadiszperzív röntgenspektrométer (lásd a címlapon és [1]), az eddigi mérési tapasztalataink alapján, olyan multielemes készüléknek bizonyult, amely az olajiparban az új specifikációknak is eleget téve számos előnnyel alkalmazható. Az EDXRF elven alapuló vizsgálati módszert a kőolajipari gyakorlatban kéntartalom meghatározására régóta használják (pl.: [2]). Más elemek meghatározására azonban egyelőre nincs szabványosított EDXRF alapú előírás.

Vizsgálataink során kimutattuk, hogy a pontos és reprodukálható méréshez a gerjesztési paraméterek helyes megválasztása igen fontos előfeltétel jelent. Megfigyelhető volt, hogy azoknál az elemeknél, amelyeknél az analitikai mérőgörbe felvétele során nagy volt a készülék

érzékenysége, pontos, jól ismételhető és reprodukálható volt a mérés. Ez legjobban a kén meghatározásánál mutatkozott meg és jelentett előnyt. Ugyanakkor néhány esetben kisebb érzékenység mellett is sikerült megfelelő statisztikai jellemzőket elérni, ami szintén a készülék stabil működését igazolta. Általában azon elemeknél, amelyeknél a legkisebb érzékenységet tapasztaltuk (Si, Cl, Na, Mg) csak az elemenként optimalizált gerjesztési és mérési paraméterekkel elvégzett statisztikai vizsgálatok után lehet az elemzés megbízhatóságáról véleményt mondani.

A mérés ismételhetőségének és a készülék reprodukálási képességének adatait összevetve több, jelenleg is érvényben levő szabvány előírásaival, úgy találtuk, hogy teljesíthetők az EDXRF-re, sőt némely esetben még a WDXRF-re vonatkozó előírások is. Vizsgálataink szerint a kéntartalom meghatározhatósága számos olyan előírásnak is megfelel, amelyek a „Round Robin” (CEN TC 19 WG 27) specifikációiban szerepelnek (pl. ISO/CD 20884, ISO/CD 20874). Megjegyezzük, hogy a mérések adott módszer szerinti reprodukálhatóságának megállapítására máshol működő azonos típusú berendezések párhuzamos működtetésére, azaz körmintavizsgálatokra lesz szükség.

A készülék jelentős előnyeként értékelhető, hogy ha már rendelkezünk a megfelelően optimált gerjesztési és mérési paraméterekkel, a megfelelő analitikai mérőgörbékkel, akkor sok elem egyidejű meghatározására alkalmas. Az optimális gerjesztési és mérési paraméterek meghatározása, illetve a különböző készülékeken mért eredmények összehasonlítása – az egyelőre nem létező előírások és ajánlások, valamint az eltérő kémiai környezetből eredő mátrixhatás miatt – sokszor nehéz, sok tapasztalatot és időt igénylő feladat.

A készülék előnye még az is, hogy automatikus mintaváltóval rendelkezik, és az irányító szoftver is könnyen kezelhető. Ezek kényelmessé és egyszerűvé tették a meghatározást. A módszer további előnye, hogy nem igényelt hosszadalmas és bonyolult mintaelőkészítést, így a minták homogenizálás után azonnal elemezhetők voltak.

Az általunk vizsgált motorhajtó- és kenőanyag mátrixokban – a gerjesztési paraméterek optimálása nélkül is (I) – nagy pontossággal és jó reprodukálhatósággal sikerült meghatározni az S, Ba, Zn, Co, K, P, Ca elemek koncentrációját a 0 – 750 ppm tartományban, illetve az S, Co, Zn, Ca, Ba elemek koncentrációját a 0 – 50 ppm tartományban. Am a gerjesztési és mérési paraméterek optimalizálásával további kedvező lehetőségek várhatók a Na, Si, Cl, Mg elemek meghatározásában is.

Kiemelve a kis koncentráció meghatározását, eredményeink alátámasztották annak lehetőségét, hogy a módszert a 2010-ben várható 10 ppm-es kéntartalom limit szerinti minősítésre is felhasználhatjuk. Ennek megerősítésére azonban kis kéntartalmú gyári standardokkal további, több mérőhelyen lefolytatandó sorozatvizsgálatokat és statisztikai adatfeldolgozást tartunk szükségesnek.

Hivatkozások

- [1] Joó Katalin: A MiniPal hordozható, energiadiszperzív röntgenfluoreszcens spektrométer, Anyagvizsgálók Lapja 2002/4. p. 119.
- [2] Csabai László: Mérési tapasztalatok a MiniPal EDXRF készülékkel, Anyagvizsgálók Lapja, 2003/1. p. 22.

* Veszprémi Egyetem, Ásványolaj- és Széntechnológiai Tanszék, 8201 Veszprém, Pf. 158

A szuperötvözetek „mágikus számai”

A szuperötvözetek ultranagy szilárdsági, szuperrugalmas és szuper-keplékeny tulajdonságokat széles (a szobahőmérsékletet is magába foglaló, néhány száz fokok) hőmérséklet-tartományban mutató csoportját fedezték fel a Toyota Központi Kutató- és Fejlesztőlaboratórium és a Tokiói Egyetem kutatói, akik számítógépes módszerekkel, az elemek számtalan lehetséges kombinációját átvizsgálva jutottak el a használható ötvözetekhez. Ennek során részben azt találták, hogy három „mágikus szám” egyidejű teljesülése vezet el a szuperötvözetekhez. Nevezetesen: az elektron/atom viszonyszám $\sim 4,24$; a kötésrendhez tartozó kötési szilárdság 2,87 és a d-héj elektronegativ szintje pedig $\sim 2,45$ kell legyen.

Az ily módon megtalált ötvözetcsoport tagjai Ti-alapú és Ta, Nb, Zr, V és O ötvözőelemeket tartalmazó szuperötvözetek, amelyeknek egyszerű, térben középpontos köbös a rácsszerkezetük. Az ötvözeteket a szupertulajdonságaik eléréséhez először „hidegen” kell alakítani. A további részletekről a Takashi Saito et al.: 2003 *Science* 300 464 cikkben olvashatnak.

A szén nanocsövek alkalmazásának távlatai

A Look Japán 2002. novemberi számában Aoki Shi'ichi a Make Way for the Nanotubes című cikkében többek között arról is ír, hogy a Nissen cég „önjavító” lökhárítót készített az alaklélekű X-TRAIL műanyagból, amely erősítőanyagként 3–5% szén nanocsövet tartalmaz. A nanocső-erősítésű műanyag nagy szilárdságú, mivel maga a szén nanocső gyémántkeménységű és szakítószilárdsága a piacon ma kapható, legnagyobb szilárdságú fémötvözetnél 25-ször nagyobb. Ez az anyag az autóépítők súlycsökkentési terveikben fontos szerepet kaphat. Am jelenleg – a nanocsőgyártás technológiájának gyors fejlődése ellenére – a szén nanocső ára az aranyénak tízszerese.

A szén nanocső mikroelektronikai alkalmazása is ígéretes. Ennek magyarázata a nanocső parányi méreteiben (0,5–10 nm átmérőjű és 1 μ m hosszú) és szerkezetfüggő villamos tulajdonságaiban rejlik. Amikor a szénatomok hatszög alakú képződményei egyenesen (a csővecske hossz tengelyével párhuzamosan) láncolódnak nanocsővé, akkor villamos vezetőképességük a fémekével vetekszik. Am ha a hosszirányú láncolódnak spirál alakú, akkor a szén nanocső félvezető tulajdonságú. Technológiailag ma már az is megoldható, hogy a nanocsővecske egyik vége villamosan jól vezető molekulaszervezetű legyen, míg a csővecske közepétől a másik végéig félvezető molekulaszervezetű legyen, azaz dióda készíthető belőle. Továbbá, mivel a nanocső stabil molekula, ezért – a Si-alapú dióddal ellentétben – nem szükséges oxidszigetelés sem alkalmazni a két vég között. Vagy is a szén nanocsővekből a Si-alapú elektronikai elemeknél lényegesen kisebb méretű elemek készíthetők, miáltal a működtetésük energiaigénye is és a kapcsolási idő is csökken.

A paksi atomerőmű gőzfejlesztőinek állapotfelmérése

A Korrozíós figyelő 2003/3. száma *Gőzfejlesztők hőátadó csövek korrozíós állapotfelmérése I. és II.*, valamint a *Gőzfejlesztők primer és szekunder oldali állapota* címmel tanulmányokat közöl a Paksi Atomerőmű Rt., a Veszprémi Egyetem Radiokémiai, illetve Szilikát- és Anyagmérnöki Tanszékei, az Eötvös Loránd Tudományegyetem Magkémiai Tanszék és a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem szakértő munkatársainak tollából, akik beszámolnak az évek óta összehangoltan, az OTKA által is támogatva folyó kutatásaiknak eddigi eredményeiről. A színvonalas tanulmányokra azért is hívjuk fel olvasóink figyelmét, mert az azokban foglaltak az előzményei a fűtőelem-kazetták elszennyeződésének, amiért is azok megtisztítása mellett döntöttek. A fűtőelem-kazetták tisztításához alkalmazott francia technológia – mint arról a sajtóból is értesülhetünk – üzemzavarhoz vezetett, amelynek megszüntetésén napjainkban is dolgoznak a szakértők.

A tanulmányokban olvashatók lényege a következő: Az 1,4 mm falvastagságú, hőátadó, ausztenites acélcsövekből álló gőzfejlesztők jelentik a VVER-440-es blokkok radioaktív primer és inaktív szekunder köreiinek fizikai elválasztását. Ennek a vékony anyagnak a védelme az egész

blokk üzemeltethetősége szempontjából alapvető jelentőségű. Ugyanakkor, normál üzem közben a csövek belső, primer oldali felületén felaktíválódott korrozíótermékek rakodhatnak le, illetve kontamináció léphet fel, amely korlátozná a gőzfejlesztő időszakonkénti állapotellenőrzésének, és ennek nyomán az esetleg szükséges javításoknak az elvégzését, ha előtte nem dekontaminálnák a hőcserélőt. A hőátadó csövek korrozíós állapotfelmérésére irányuló, korszerű elektrokémiai (voltammetria) és felületelemző (SEM-EDX – energiadiszipatív röntgenanalízissel kombinált pásztázó elektronmikroszkópos, CEMS – konverziós elektron Mössbauer-spektroszkópos, XRD – röntgendifrakciós fázis-elemzés) módszerekkel elvégzett vizsgálatok eredményeinek értékelésekor kitértek a dekontaminációs eljárások hatásainak összehasonlító elemzésére is. Megállapították, hogy „a kedvezőtlenebb korrozíós állapotban lévő hőátadó csöveket korábban az AP-CITROX eljárással dekontaminálták. (...) A kémiai dekontaminálás hatására az eredetileg stabil oxidok (magnetit, spinell, hematit) formájában kötött Fe egy része átalakult amorf Fe(III)-hidroxidokká és a felületen maradt. A Fe(III)-hidroxid réteg azonban gyenge védőképességű, lazán kötött (mobilis), s a borsavas hőhordozóba jutva jelentősen befolyásolhatja a radioaktív kontamináció, illetve a korrozíótermék-lerakódás mértékét a teljes primer hűtőkörben. (...) Elkerülhetetlen tehát a dekontaminációs technológia felülvizsgálata, hatékonyságának és felületkémi hatásainak komplex elemzése.” Jelenleg a vizsgálatok ebben az irányban folytatódnak.

Új interferometriás eljárások

A Materialprüfung 2003/3. számában Henry Gerhard és Gerd Busse a Zerstörungsfrei Prüfung mit neuen Interferometrie-Verfahren című cikkükben két, az anyaghiányok érintésmentes kimutatására alkalmas, interferometriás módszerről számolnak be. Mindkettő a termometria mérési eljárást ötvözi az interferometriával. Az egyik az *optikai gerjesztésű módszer*, amelynek lényege, hogy a vizsgálandó tárgyat periodikusan megvilágítják, amely a tárgy periodikus felmelegedést és az ezzel járó – az anyaghiánynál a környezetéhez képest eltérő – alakváltozást idézi elő. A tárgy felszínének alakváltozási mezejét pedig lézeres interferométerrel megjelenítik és értékelik. A másik az *ultrahang-gerjesztésű módszer*, amelynek lényege: a vizsgálandó tárgyba bevezetett ultrahang az anyaghiány környezetében hővé alakul, amely helyi alakváltozást, felületi domborulatot eredményez. Az ehhez tartozó alakváltozás-mezőt a lézeres interferométerrel megjelenítik és értékelik.

A cikk az új roncsolásmentes eljárások alkalmazására példaként a szénszál-erősítésű műanyag kompozitból gyártott szerkezeti elemek, a rétegelt-ragasztott fa, fa-műanyag szerkezetek rétegződési hibáinak kimutatását említi, illetve felvételekkel illusztrálja.

Az üzemi szilárdság vizsgálati idejének csökkentése

Szerkezeti elemek üzemi szilárdságának meghatározása általában költség- és időigényes. A vizsgálati idő csökkentésének módszereit és kompromisszumait tekinti át C. M. Sonsino a Versuchszeitverkürzung in der Betriebsfestigkeitsprüfung című cikkében (Materialprüfung 2003/4). A vizsgálat időigénye az igénybevétel frekvenciájának és/vagy szintjének a növelésével elérhető, azonban figyelembe kell venni ennek a kifáradási élettartamra gyakorolt hatásait. Például: az ily módon vizsgált elem kifáradási élettartama azért lesz nagyobb, mert a valósághoz képest rövidebb időt tölt a korrozíós környezetben, viszont rövidebb lesz az élettartama, mert már a nem tűrhető hőmérséklet-növekedés lerontja az eredetileg meglévő visszamaradt feszültségek élettartam-növelő hatását. Ismert, hogy a változó amplitúdójú terhelésre igénybevett szerkezeti elem fáradási viselkedése általában nem határozható meg állandó amplitúdójú igénybevétellel. Viszont, a valószínűen nem károsító, de gyakran előforduló amplitúdók elhagyása hozzájárulhat a vizsgálati idő csökkentéséhez, azonban az igénybevételi programot az egyenértékű károsodás elv szerint ki kell egyenlíteni. Befejezésül szerző hangsúlyozza: a vizsgálati idő csökkentése számos kompromisszumon alapul. Különösen akkor kell a tudomány és a technika mindenkori állása szerint körültekintően eljárunk, amikor a biztonsági szempontból fontos alkatrészek üzemi szilárdságát vizsgáljuk ily módon.

Auszténites és ferrites feltöltő varratok ultrahangos vizsgálata atomerőműi szerkezetek gyártásakor

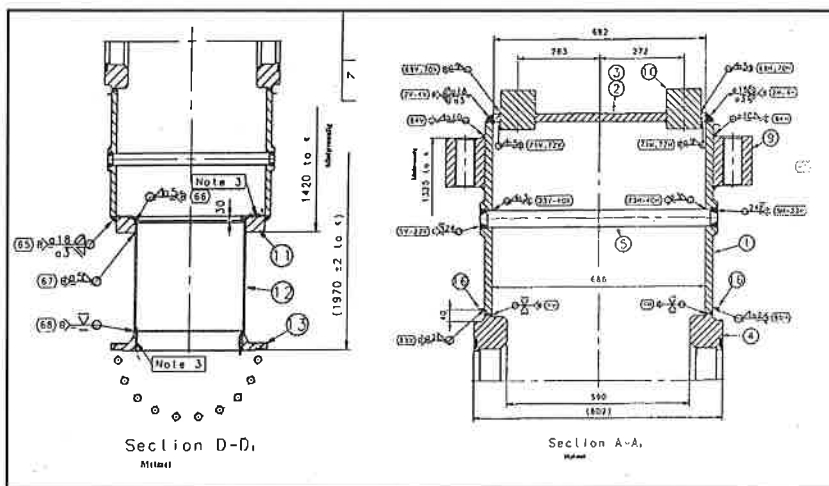
Széll László*

Az ALSTOM Power Hungária Rt. (korábban Láng Gépgyár) erőműi berendezések, gőzturbinák turbinakomponensek és különféle hegesztett szerkezetek: tartályok, hőcserélők, előmelegítők gyártásával, szervizelésével foglalkozik. Gyártmányainak jelentős része az Európai Unión belül talál vásárlóra.

Felrakó hegesztéssel készült varratok vizsgálata

Az Oskarshamn svéd atomerőműi projekt keretén belül megrendelt egy hegesztett radiál ház legyártását. A gyártás megkezdését a részletes ultrahangos eljárás elfogadásától tette függővé a megrendelő. A részletes ultrahangos eljárást (detailed ultrasonic procedure – DUP) a svéd Atomerőművi Ellenőrző Hatósághoz (SAQ) kellett benyújtani elfogadásra.

A radiál ház hegesztési rajzának két részlete az 1. ábrán látható.



1. ábra. A radiál ház két hegesztési részlete (ferrites és auszténites varratok)

A rajzon látható, hogy a szerkezet többféle geometriájú hegesztési varratot tartalmaz. A ferrites tompavarratokat MSZ EN 1712, MSZ EN 1714 szerint kellett vizsgálni, ez nem kíván különösebb magyarázatot. A felrakó hegesztések vizsgálatához a KBM EP 3-5-23 előírást adta meg a megrendelő.

A ferrit-perlites szövetszerkezetű P265GH alapanyagra az egyik feltöltő hegesztést a ferrit-martenzites szövetszerkezetű CN 13/4 hozaganyaggal végeztük, míg a másik feltöltő hegesztés az auszténites szövetszerkezetet eredményező, CN 23/12Mo-FD hozaganyaggal készült. Az alapanyag névleges és a hegesztőanyagok tipikus kémiai összetételét az 1. táblázat foglalja össze.

1. táblázat. Az alap- és hegesztőanyagok kémiai összetétele

	C %	Si %	Mn %	Cr %	Ni %	Mo %	V %
	max.	max.					
P265GH	0,2	0,4	0,5–1,4	–	–	–	–
CN13/4	0,03	0,3	0,6	12,5	4,5	0,5	–
CN23/12Mo-7D	0,02	0,7		23	12–13	2,5	–

*ALSTOM Power Hungária Rt.

A KBM-EP 3-5-23 előírás összefoglalása

A felrakó hegesztésben esetleg előforduló kötési hibák, térfogatos hibák és repedések kimutatását kell megoldani.

Az elvégzendő ultrahangos vizsgálatok technológiája, kiterjedtsége függ az ömledék repedésérzékenységtől, mivel a térfogati és repedés-szerű hibák nem ismerhetők fel egyidejűleg. A hegesztés repedés-érzékenysége meghatározására az alábbi képletet szolgál, a hivatkozott előírás szerint:

$$G = Cr + 3,3.Mo + (8,1.V) - 2$$

Ha $G > 0$, akkor a hegesztést repedésre érzékenynek kell tekinteni, és 70°-os osztott adóvevő szögfejjel kell vizsgálni.

A vizsgálóberendezés érzékenysége és referencia szintje kalibráló egy referencia testtel, melyben egy 2 mm átmérőjű furat van a hegesztési varrat és az alapanyag átmeneti zónájában. Erre az Ø 2 mm-es furatra a szabvány nem tér ki, így nem tudni,

hogy merőleges hengeres furatról vagy körtárcsa reflektorról van-e szó. A referenciaszint az Ø 2 mm-es furat. Minden olyan reflektor, amely ezt a referenciaszintet 50%-kal meghaladja értékelendő, és tisztázandó az oka függetlenül a hiba hosszától. Repedések és repedés jellegű hibák nem megengedettek.

Olyan térfogatos hibák, amelyek nagyobbak a referenciaszintnél, nem megengedettek. Azon térfogatos hibák, amelyek a referenciaszint 50–100%-val megegyezők, és ha a hosszuk kisebb, mint 25 mm, elfogadhatók, ha számuk nem haladja meg a 15 db/m² értéket.

A kivonatoltan ismertett előírás több érdekességet is tartalmaz. Látható, hogy az ASME elveire épül, és a lehető legegyszerűbben fogalmazza meg a vizsgálat végrehajtását és az elfogadási kritériumokat. Nem írja elő, például az alkalmazandó vizsgálati frekvenciát, a folytonos-

sági hiányok közelállóságát, nem alkalmaz anyagcsoportokat, falvastagsági különbségeket stb.

Vizsgálófej kiválasztása az auszténites feltöltő varrat vizsgálatához

Az alapanyag – a képletből kiszámolva – nem érzékeny repedésre ($G \approx -2$), míg az ömledéket, illetve az átmeneti zónát repedésre érzékenynek kell tekinteni ($G \approx 12$ illetve $G \approx 20$). A vizsgálatokat a ferrit-martenzites feltöltő varratokra éppen úgy el kell végezni, mint az auszténitesekre, de az előbbi ultrahangos szempontból nem jelent különösebb gondot, mivel az alapanyagban és a varratban a hang terjedési sebessége és gyengülése közel azonos.

Az SAQ hatósághoz elfogadásra kiküldött, a feltöltő varratok ultrahangos vizsgálatának részletes eljárása a következő négy pontban foglalható össze:

- 1.) A ferrites feltöltő varratok, illetve
- 2.) az auszténites feltöltő varratok vizsgálata a térfogatos hibák, a kötési hibák és a repedések kimutatására.
- 3.) A vizsgálófejek kiválasztása
- 4.) Az ellenőrző testek

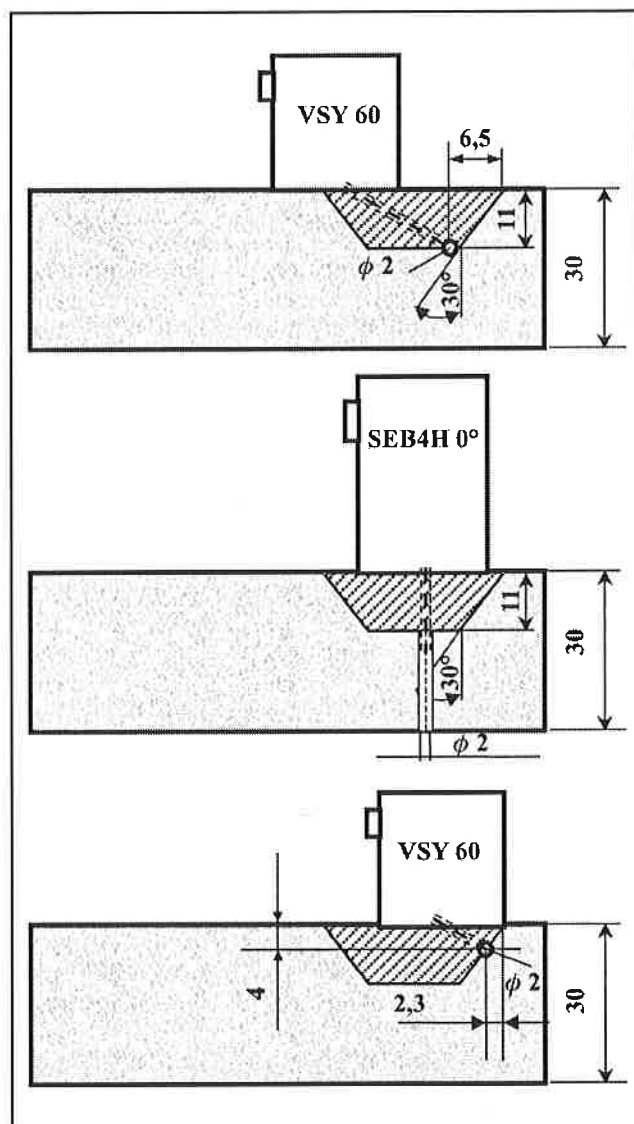
A vizsgálófejek kiválasztását jelen esetben három szempont döntötte el:

- a vizsgálati előírás,
- a szóba jöhető vizsgálófejek paraméterei és
- a varrat geometriája.

A vizsgálati előírás meghatározza az Ø 2 mm-es furat vizsgálati érzékenységet, osztott adóvevő fej alkalmazását. A vizsgálófej paramétereinél a fő szempont az ultrahang hatótávolsága és a vizsgálófej mérete. Az 2. táblázatban láthatók a szóba jöhető vizsgálófejek.

2. táblázat. Segéd táblázat a Krautkrämer fejek kiválasztásához

Tipus	Méret a x b (mm)	Frekvencia f (MHz)	Szög β (°)	Hatástávolság min. (mm)	Hatástávolság max. (mm)
VRV45	10x22	1,8	45	21	150
VRV60	10x22	1,8	60	20	120
VRV70	10x22	1,8	70	15	100
VSV45-2	5x10	2	45	4	30
VSV60-2	5x10	2	60	4	30
VSV70-2	5x10	2	70	5	25
VSV45	5x10	4	45	3	40
VSV60	5x10	4	60	3	40
VSV70	5x10	4	70	4	35



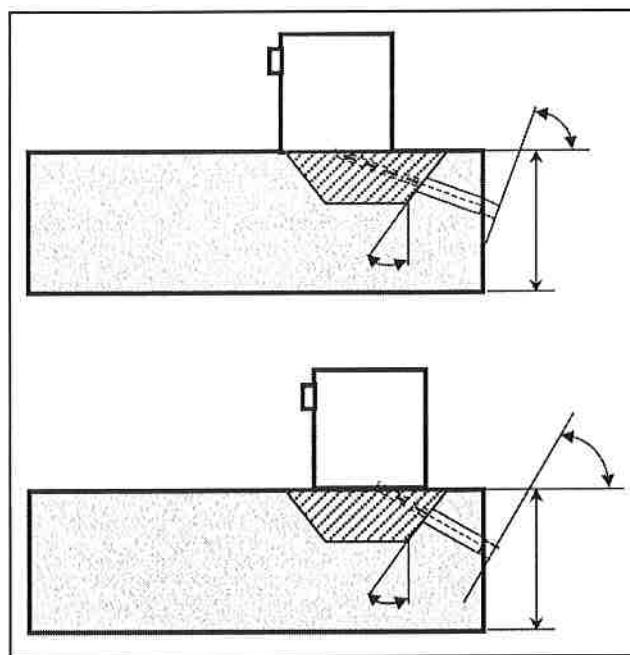
2. ábra. Az ET 8 ellenőrző test

A varratgeometria ismeretében kiválasztható a táblázatból az alkalmas vizsgálófeje. A **VRY** típusú vizsgálófejek sem méretük, sem pedig hatástávolságuk miatt nem felelnek meg. A **VSY 2** típusú vizsgálófejek közül a **VSY 70-2** a kis hatótávolság miatt nem alkalmas az adott feladatra. Az említett szempontok alapján a gyártási rajz szerinti varratok vizsgálatához a **VSY 60** és a **VSY 70** típusú vizsgálófejek alkalmazhatók. Az auszterítés alapanyag és az átmeneti zóna vizsgálatához pedig a **SEB 4H 0°** vizsgálófejet választottuk.

Az ellenőrző testek elkészítése

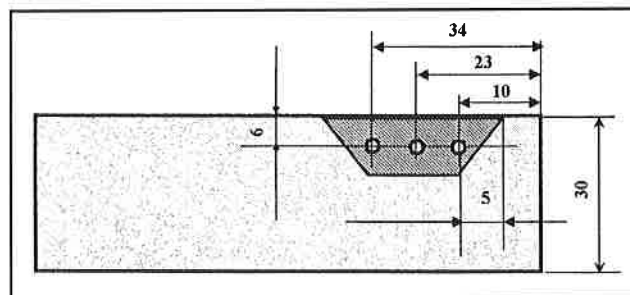
A gyártási rajz szerinti varratalaknak megfelelő ellenőrző testeket kellett megtervezni úgy, hogy kielégítsék a már ismertetett követelményeket. A 2. ábrán látható ET 8 jelű ellenőrző test a *kötés- és a térfogati hibák* vizsgálatának a kalibrálásához készült. A kötés hibák elsősorban az alapanyag és a feltöltő hegesztés találkozásánál várhatók. Vizsgálati szempontból az eset szerencsés, mert mind a **VSY 60**, mind a **SEB 4H 0°** fejjel a varrat-alapanyag zóna teljes biztonsággal vizsgálható és a térfogati hibák is ellenőrizhetők. A vizsgálatot, hasonló elrendezésben, a 70°-os fejjel is elvégeztük.

A repedések vizsgálatához az ET 9 jelű ellenőrző test készült, vázlat a 3. ábrán látható.



3. ábra. Az ET 9 ellenőrző test

Az előírás 70°-os szög-vizsgálófejet ír elő. Első ránézésre a két ellenőrző testtel a vizsgálat megoldható, de, mint az a 3. ábrán látható, ha a vizsgálófejet X irányban mozgatjuk, a fősugár átlép a varrat-alapanyag határfelületén. Az ultrahang a hangút egy részét a ferrites alapanyagban, egy másik részét az ausztenites töltővarratban teszi meg. A két anyagban mind a terjedési sebesség, mind a hanggyengülés erősen



4. ábra. A háromfuratos ellenőrző test (ET 3)

eltér egymástól. Ezért mind az esetleges hibahely meghatározásához, mind az előírásához viszonyított hibahagyság meghatározásához ez a két ellenőrző test nem elégséges.

A megoldást az ET 1-től az ET 6-ig terjedő ellenőrző testek alkalmazása jelentette. Ezeknél a feltöltött hegesztési varratba – különböző mélységekben – 2 illetve 3 referencia furatot munkáltattunk ki. Erre mutat egy példát a 4. ábra.

Összefoglalás

A részletes ultrahangos eljárás (DUP) kidolgozását megelőzően, papíron számos vizsgálati lehetőséget modelleztünk kiszámítva a lehetséges minimális és maximális hangutakat, ami alapján kiválasztottuk a meglévő készülékhez alkalmas fejekeket. Az UH-fejek beszerzésével egyidejűleg elkészült a 12 darab **ellenőrző test**, amelyek alkalmazásával egyértelműen behatárolható volt az a zóna, ahol mind a repedés, mind pedig a térfogati hibák kimutathatók. Az ellenőrző testek egyrészt

igazolták, hogy a választott fejekkel és az ultrahangos vizsgálattechnológiai megoldásokkal a kívánt térfogatok biztonságosan ellenőrizhetők, illetve a hibakimutathatóság is elfogadható.

A nagyszámú, a konkrét gyártmányhoz igazodó ellenőrző test elkészítése és bevizsgálása egyrésztől biztosította, hogy a svéd SAQ hivatal minden megjegyzés nélkül elfogadta a DUP-ot, valamint a tényleges gyártmányon elvégzett vizsgálatok eredményeit.

Ahhoz, hogy a gyártmánnyal szemben támasztott minőségi követelmények miatt az ultrahangos vizsgálatokat megbízhatóan, megfelelő hiba-kimutathatósággal el lehessen végezni, gyakran több ellenőrző testet kell elkészíteni. Ennek időigényét és többletköltségét figyelembe kell venni ahhoz, hogy a DUP kidolgozásának a cikkben csak nagy vonalakban ismertetett módját ne csak a nagyobb értékű termékeknél lehessen alkalmazható.

Az ALSTOM Power Hungária Rt. megkapta a megbízást és a hegesztett radiál házat legyártotta.

Hasonló érzékenységgű ipari röntgenfilmek összehasonlítása

Varga Géza*

A hazai iparban egyre nagyobb jelentősége van a roncsolásmentes vizsgálatoknak. Ezekben belül az ipari radiográfia az egyik legelterjedtebb vizsgálati módszer, ugyanis a hegesztett kötésekről, vagy a munkadarabról készült radiográfiai felvétel még mindig a legjobban archiválható és perdöntő dokumentum.

Az ipari radiográfia részére különböző minőségű és árú filmeket és vegyszereket állítanak elő a vegyiparban, határon innen és túl, de leginkább túl. A film- és vegyszergyártók anonimitását szem előtt tartva végeztünk összehasonlítást azonos, vagy közel azonos minőségű filmek (Agfa, Foma és Fuji), valamint a gyártók által hozzájuk ajánlott vegyszerek között, végecéként a feketedésbeli és felbonásbeli különbségek kimutatását kitűzve.

Az összehasonlító vizsgálat jellemzői

A vizsgálatot laboratóriumi körülmények között folytattuk le.

A sugárforrás egy Seifert Eresco típusú, 200 kV/8 mA-es készülék volt. A röntgencső az RVK 1 típusú vizsgálószekrényben helyezkedett el.

A vizsgálatok megkezdése előtt ellenőriztük a szórt és háttérsugárzást (SS) az alábbi módon:

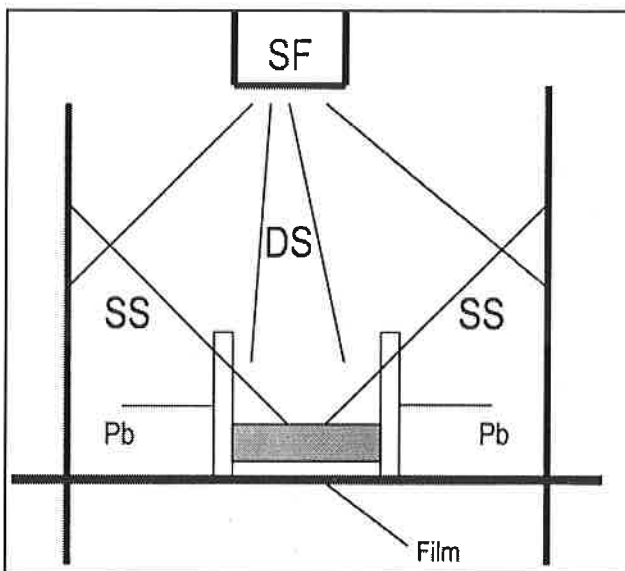
A tárgyasztalra helyezett filmet egy ugyanolyan méretű acéllemezzel betakartuk, melyet majd a későbbiekben vizsgálni fogunk. A film szemközti oldalai mellé, a filmmel párhuzamosan L profilra hajtott ólomlemez csíkokat állítottunk, amelyeknek magassága 47 mm, szélessége 6 mm és vastagsága 1 mm volt (1. ábra).

A szórt sugárzás, ha van, filmfeketedés-különbséget eredményez a film melletti ólomlemezcsíkok vetületének árnyéka.

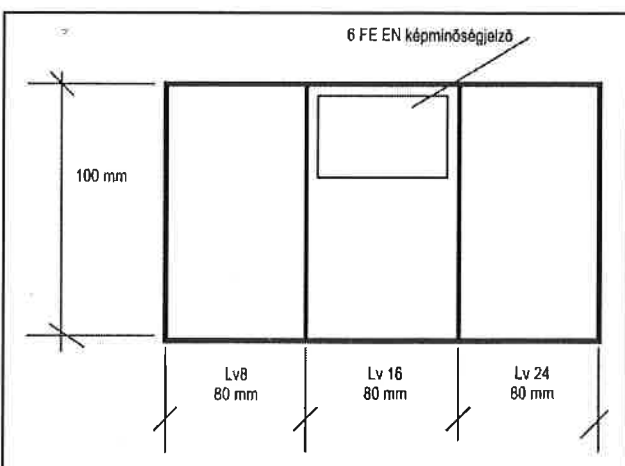
Az 1. ábra szerinti elrendezésben készített filmfelvételeket a laborálást követően kiértékeljük. Szórt sugárzásra utaló feketedés-különbség nem volt tapasztalható.

Ezt követően, a megfelelően bemelegített röntgenkészülékkel egy ultrahangos lépcsős etalonról (L.E.) és egy durva lépcsős etalonról (D.L.E.) készítettünk felvételeket ugyanazon beállítással (gyorsító feszültség, mA, film-fókusz távolság, megvilágítási idő).

* okl. gépészmérnök, MBVTI – Műszaki Biztonsági Vizsgáló és Tanúsító Intézet Kft.



1. ábra. A szórt sugárzás vizsgálatának összeállítása.
SF: sugárforrás, DS: direkt sugárzás, SS: szórt sugárzás



2. ábra. A durva lépcsős etalon

A laboráláshoz az alábbi jelölési rendszer volt az irányadó:

Vegyszer típus			
Film típus	X	1	2
X	XX	X1	X2
1	1X	11	12
2	2X	21	22

Pl.: X típusú filmet hívtam X vegyszerben: XX
X típusú filmet hívtam 1 vegyszerben: X1
X típusú filmet hívtam 2 vegyszerben: X2

Minden esetben a vegyszerek (a hívó és a fixir) hőmérséklete 24 °C volt, a hívásidő 4 perc, fixirben töltött idő 8 perc, valamint minden hívásnál használtunk hívó-ellenőrző tesztcsíkot. Az előhívott filmekken a feketedést DDS 2 típusú densitometerrel mértük.

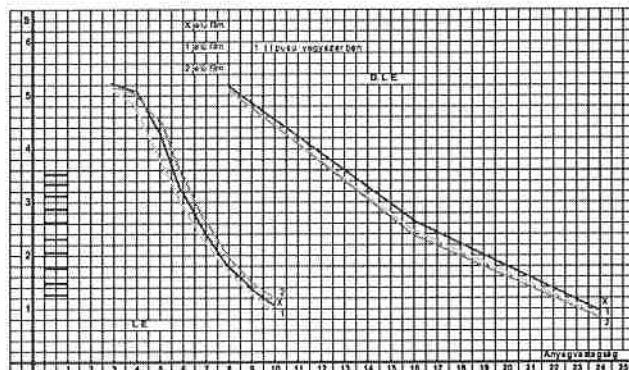
Az eredmények értékelése

A filmekken a leképezett etalonok egyes lépcsőkhöz tartozóan mért öt feketedési értéket átlagoltuk az 1. táblázatban foglaltuk össze és ezek alapján elkészítettük vegszerekenként a feketedés-falvastagság görbéket (3. – 5. ábrák). A grafikonok bal szélén található fekete vízszintes

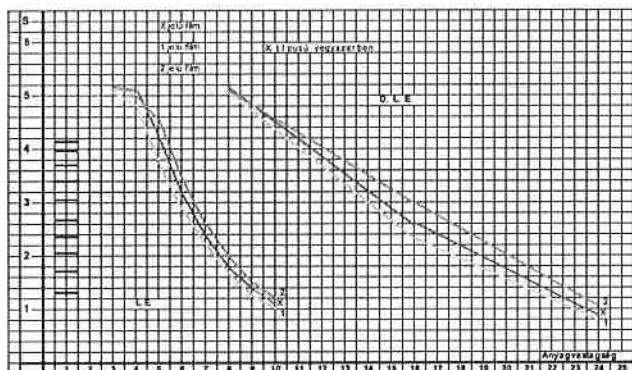
vonalak az adott előhívás során alkalmazott ellenőrző tesztcsík feketedési értékeit szemléltetik (adatok a 2. táblázatban).

Az alkalmazott képminőségjelző legvékonyabb átmérőjű huzala is látszott mindegyik típusú filmen.

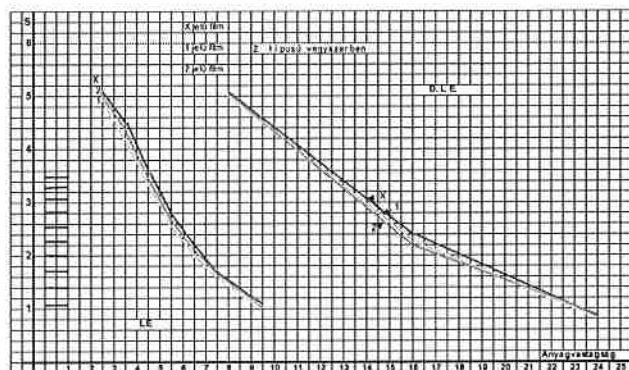
A diagramokból és a táblázatokból kitűnik, hogy a hasonló érzékenységű filmek között számottevő különbség nem észlelhető. Az elvégzett keresztvizsgálat eredményei szerint a vizsgált filmek feketedése és felbontása azonos, és a kereskedelmi kondíciók határozzák meg a gyártmány megválasztását.



4. ábra. Az 1 vegyszerben előhívott filmek feketedés-falvastagság diagramjai



3. ábra. Az X vegyszerben előhívott filmek feketedés-falvastagság diagramjai



5. ábra. A 2 vegyszerben előhívott filmek feketedés-falvastagság diagramjai

1. táblázat. A kétféle lépcsős etalon radiogramjain mért feketedések átlagértékei a film és az alkalmazott vegyszer típusának függvényében

Vegyszer-jel: X													
Selfert Eresco(200kV/0,008A) 135 kV/ 0,008 A Texp.: 1 min										185kV/0,008A Texp.: 1,1 min			
Lépcsősetalon mm-ben										Durva lépcsősetalon mm-b			
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	8	16	24	GREEN
Film típus	Feketedés, S												
X	5,17	5,1	4,29	3,2	2,39	1,78	1,38	1,08	5,16	2,61	0,87	W12	
1	5,12	4,82	3,79	2,92	2,23	1,74	1,34	0,98	5,12	2,35	0,79	W12	
2	5,17	5,1	4,56	3,47	2,65	2,01	1,53	1,21	5,16	3,09	1,06	W12	

Vegyszer-jel: 1													
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	8	16	24	GREEN
Film típus	Feketedés, S												
X	5,17	5,1	4,29	3,2	2,39	1,78	1,38	1,08	5,17	2,71	0,98	W12	
1	5,12	4,82	3,79	2,92	2,23	1,74	1,34	0,98	5,15	2,5	0,86	W12	
2	5,17	5,1	4,56	3,47	2,65	2,01	1,53	1,21	5,16	2,39	0,85	W12	

Vegyszer-jel: 2													
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	8	16	24	GREEN
Film típus	Feketedés, S												
X	5,07	4,45	3,59	2,82	2,21	1,73	1,38	1,12	5,12	2,4	0,84	W12	
1	4,95	4,14	3,35	2,63	2,05	1,6	1,28	1,03	4,98	2,29	0,82	W12	
2	5,08	4,42	3,47	2,69	2,1	1,65	1,27	1,02	5,07	2,24	0,85	W12	

2. táblázat. A hívó-ellenőrző tesztcsíkokon mért feketedések átlagértékei

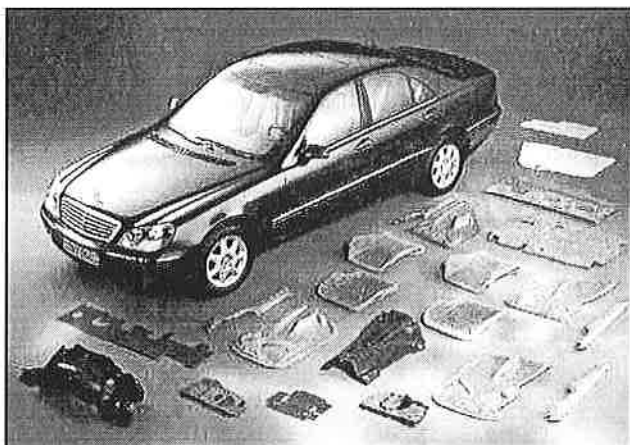
Vegyszer típus	Feketedés, S									
X	1,28	1,64	2,04	2,35	2,66	3,05	3,4	3,7	3,94	4,1
1	1,15	1,44	1,77	2,04	2,32	2,58	2,85	3,1	3,32	3,49
2	1,07	1,4	1,69	1,97	2,23	2,53	2,82	3,04	3,27	3,45

Kukoricamaghéj alkalmazhatóságának vizsgálata polimerek töltő- és erősítőanyagaként

Dogossy Gábor¹ – Kovács József Gábor² – Czigány Tibor³

Bevezetés

A polimer kompozitok elterjedése az utóbbi évtizedekben exponenciálisan fejlődik. Míg régebben a felhasznált anyagokat a hőre keményedő mátrix és az üvegszál erősítés jellemezte, addig ma már a mátrix anyaga egyre inkább a hőre lágyuló polimerek irányába tolódik, és erősítőanyagként számos más, mesterséges és természetes szál jelenik meg a kompozit termékekben. Erre bizonyíték a 2003. április 1-3. között Párizsban megrendezett Kompozit Világkiállítás, ahol a kompozit hagyományosnak mondható felhasználása, például a hajóépítésben, csak kis szerepet kapott. Legnagyobb hányadban az autópár jelent meg mint felhasználó, és mellette jelentős szerepet kapott az építőipar, a repülőgépipar, a sporteszközök gyártása, és a legújabbban az energiaipar (szélkerekek). Amíg a hagyományos hajóépítés anyaga elsősorban az üvegszál erősítésű poliszter gyanta, addig az autópárban felhasznált hőre lágyuló polimerek széles skálája megtalálható (PA6, PP stb.). Az egyeduralkodó üvegszál mellett megfigyelhető a szénszál térhódítása, ami azzal magyarázható, hogy a nagy piaci verseny és az alkalmazási területek kiszélesedése lehetővé tette a gyártók számára a szénszál árának drasztikus csökkentését. A kiállításon az üveg- és szénszálgártók közel azonos arányban voltak jelen. Több gyártó ajánlotta a már említett üveg- és szénszál mellett az aramidszálat, és egy új típusú erősítőanyag is megjelent a kiállításon, ez pedig a bazaltszál. A felsorolt szálak jellemzően kiváló mechanikai tulajdonságúak, azonban újrahasznosításuk még nem megoldott. Az európai környezetvédelmi törvények (pl. a roncsautó irányelv) arra ösztönzik és kényszerítik, elsősorban a járműiparban, a kompozitgyártókat, hogy olyan alapanyagokat, illetve termékeket gyártsanak [1], amelyek részben vagy teljes mértékben lebomlanak a környezetben (biodegradálisanak) [2]. Ezért az erősítő anyagok között megjelent a farost, valamint számos ipari növény rostja (len, kender, sisal stb.) [3,4,5]. Természetesen ezek a szálak nem érik el a hagyományos szálak szilárdsági tulajdonságait, azonban számos kis, illetve közepes igénybevétel helyre kiválóan megfelelnek, és felváltathatják a „hagyományos” szálak alkalmazását. Erre már több példa található, pl. lenszál-erősítést alkalmaznak a Mercedes S osztály modelljének számos alkatrészéhez (1. ábra) [6].



1. ábra. A Mercedes S Class polimer alkatrészei

¹szigorló gépészmérnök, ² egyetemi tanársegéd, ³ dr., tanszékvezető egyetemi docens: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika és Textiltechnológia Tanszék

A természetes eredetű szálak alkalmazhatósága mellett egyre nagyobb figyelmet kap a mezőgazdasági melléktermékek (pl. kukoricamaghéj, búzakorpa) polimerekbe való alkalmazhatósága is. Ennek oka a környezetvédelmi előírások mellett azok alacsony árban (kilogrammonkénti áruk 5-10-szer kisebb, mint a legolcsóbb polimeré) és nagy volumenű keletkezésükben keresendő. Ezért kezdeményezte a BME Polimertechnika és Textiltechnológia Tanszék a mezőgazdasági melléktermékek polimerek töltő- és erősítőanyagaként való alkalmazhatóságának vizsgálati programját.

Magyarország nagy mennyiségben termel kukoricát. Az étkezési és takarmányozási felhasználás mellett a kukoricamagnak a keményítő frakcióját alkalmazzák nyersanyagként alkohol (bioüzemanyag) előállításához. A kukoricamag mellékterméke a maghéj, amelynek felhasználása ma még nem megoldott. Kezdeti próbálkozások történtek biomaszként, etilalkohol előállítására, valamint biobrikett gyártására, és bár mindkét alkalmazási kísérlet hozott eredményeket, a kihozatali és gazdaságossági hatások „rendkívül” alacsonyok voltak.

A cikk célja bemutatni a polimerhez erősítő/töltő anyagként adagolt kukoricamaghéj alkalmazhatóságának vizsgálati eredményeit. Változó erősítőanyag-tartalom mellett vizsgáltuk az anyag folyási mérőszámát és a fröccsöntéssel gyártott próbatestek mechanikai tulajdonságait.

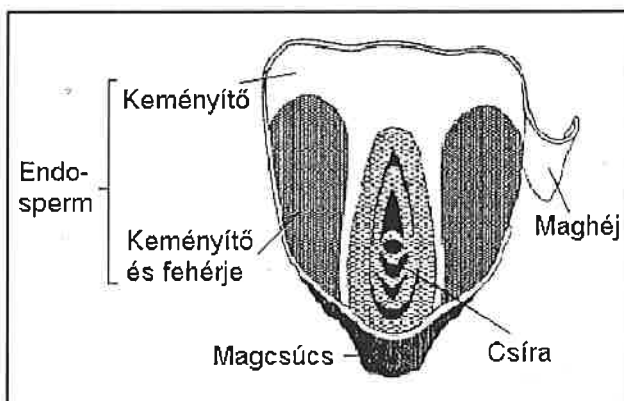
A felhasznált anyagok és előállításuk

Vizsgálataink során mátrix anyagként a TVK által gyártott Tipelin márkanévű polietilént (PE) használtuk. Erősítőanyagként a Hungrana Kft-ben melléktermékként nagy mennyiségben keletkezett, 2002-ben aratott kukoricának a maghéját alkalmazzuk.

Kukoricamaghéj

A kukoricamagnak négy fő része van (2. ábra) [7]:

1. Magcsúcs: segítségével kapcsolódnak a szemek a kukoricacsőhöz.
2. Maghéj: a rostanyagokat tartalmazza.
3. Endosperm: a külső rétege főként olajban és fehérjében, míg a belső rétege keményítőben és fehérjében gazdag.
4. Csíra: az endosperm alsóbb rétegébe van ágyazódva.



2. ábra. Az érett kukoricamag keresztmetszete

A kukoricamag átlagos összetételét és az egyes komponensek megoszlását a négy frakció között az 1. táblázat tartalmazza. A rostanyag (hemicellulóz + cellulóz + lignin) több, mint 50%-át a kukoricamaghéj tartalmazza.

1. táblázat A kukoricamag összetétele [8]

Frakciók	Komponensek megoszlása (%)						Teljes magra vonatkoztatott %
	Keményítő	Oldható cukrok	Hemicellulóz + cellulóz + lignin	Lipidek	Fehérje	Hamu	
Magcsúcs	0,1	0,7	0,1	0,7	0,8	0,9	0,49
Maghéj	0,5	1	51	1,1	2	2,9	5,3
Endosperm	98	28,2	27	14,5	74,8	16,5	81,9
Csira	1,4	70,2	16	83,7	22,4	79,7	12,31
Teljes kukoricamag	71,7	2,6	8,1	4,3	10,3	1,4	100

A kukoricamaghéj a kukoricaszem nedves őrlése során bőséges mennyiségben keletkező melléktermék. Napjainkban a kukoricamaghéjat a besűrített áztató lével, valamint a csíraolaj kisajtolása után visszamaradt csíralepénnyel együtt elsősorban állati takarmánnyként hasznosítják, illetve elégetik.

Az általunk felhasznált kukoricamaghéj összetételét a 2. táblázat szemlélteti [9].

2. táblázat A kukoricamag összetétele

Kukoricamaghéj	Összetétel [%]
Keményítő-tartalom	22,54
Cellulóz-tartalom	23,38
Hemicellulóz-tartalom	31,14
Hamu-tartalom	1,18
Lignin-tartalom	7,37
Fehérje-tartalom	11,68
Zsirtartalom	2,71
Összesen	100

Próbatest gyártás

A vizsgálatokhoz a polietilénbe 0, 10, 20, 30, 40 és 50 tömegszázalékos arányban kevertünk kukoricamaghéjat, amelyet Brabender 814402 típusú, kétszigás extruderben homogenizáltunk, és 3 mm átmérőjű előgyártmányt húztunk belőlük, majd Brabender 881203 típusú aprítóval granuláltuk. A granulátumból ISO 3167 szabvány szerinti piskóta alakú próbatesteket fröccsöntöttünk az Arburg Allrounder 270C típusú öntőgéppel. Az ütőműves vizsgálatokhoz az ISO 178 szabvány szerinti téglalap alakú próbatesteket alkalmaztuk.

Vizsgálati eljárások

Folyóképesség vizsgálat (MFI)

A folyási mutatószám meghatározását Zwick 4104 típusú, kapilláris plaztométerrel végeztük. A vizsgálat célja a különböző kompozitok fröccsöntéssel való feldolgozhatóságának a megállapítása volt. A vizsgálatokat 180 °C hőmérsékleten, és 4,35 kg tömegű pótsúllyal hajtottuk végre. Az MFI folyási mutatószám az (1) összefüggés szerint:

$$MFI = \frac{m \cdot s}{t} \quad (g/10 \text{ perc}), \quad (1)$$

ahol s (s) a szabványos időnek (10 perc = 600 s) megfelelő szorzószám, t (s) az az idő, amely alatt az m (g) anyagmennyiséget a dugattyú a készülékből kisajtolta.

Szakítóvizsgálat

A méréshez Zwick Z050 BZ050/TH3A típusú, számítógép-vezérelt, univerzális szakítógépet használtunk. A méréseket 10 mm/perc szakítási sebességgel, szobahőmérsékleten végeztük. Az erő-elmozdulás görbékből húzószilárdságot (σ_M), és nyúlást (ε_M) számoltunk:

$$\sigma_M = \frac{F_M}{A_0} \quad (MPa), \quad (2)$$

ahol F_M (N) a maximális erő, A_0 (mm²) a kezdeti keresztmetszet (4x10 mm).

$$\varepsilon_M = \frac{L_M - L_0}{L_0} \cdot 100 \quad (\%), \quad (3)$$

ahol L_0 (mm) a próbatest vizsgált szakaszának eredeti terheletlen hossza, L_M (mm) a próbatest vizsgált szakaszának a maximális erőnél mért megnyúlt hossza.

Hárompontos hajlítóvizsgálat

A méréshez Zwick Z020 BZ020/TN2S típusú, számítógép-vezérelt, univerzális szakítógépet használtunk. A hajlítást 10 mm/perc keresztfej sebességgel, szobahőmérsékleten végeztük. Az erő-elmozdulás görbékből hajlítószilárdságot (σ_H), illetve nyúlást (ε_H) számoltunk:

$$\sigma_H = \frac{3 \cdot F_{\max} \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (MPa), \quad (4)$$

ahol $F_{\max}$ (N) a diagramról leolvasott maximális erő, L (mm) az alátámasztás távolsága, b (mm) a próbatest szélessége, h (mm) a próbatest vastagsága.

$$\varepsilon_H = \frac{L_M - L_0}{L_0} \cdot 100 \quad (\%), \quad (5)$$

ahol L_0 (mm) a próbatest vizsgált szakaszának eredeti terheletlen hossza, L_M (mm) a próbatest vizsgált szakaszának a maximális erőnél mért megnyúlt hossza.

Charpy-féle ütőhajlító vizsgálat

A méréseket Ceast Resil Impact Junior ütőművel végeztük. A kalapács ütési energiája: 25 J, a támaszköz: 62 mm volt. Az ütőhajlító szilárdságot (a_v) a (6) összefüggéssel határoztuk meg:

$$a_v = \frac{A_n}{b \cdot h} \cdot 10^3 \quad (kJ/m^2), \quad (6)$$

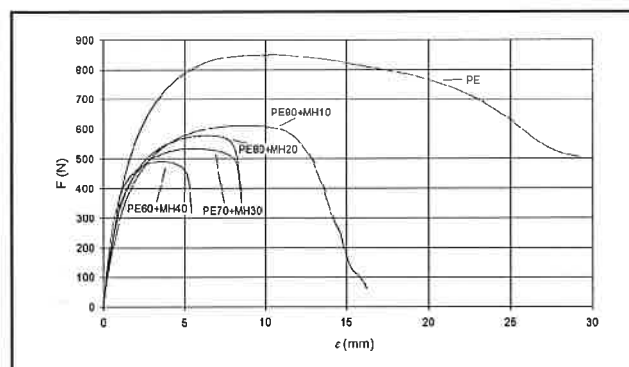
ahol A_n (J) a mintadarab eltöréséhez szükséges munka, h (mm) a próbatest vastagsága, b (mm) a próbatest szélessége.

Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok

A töretfelületekből metszeteket készítettünk, amelyeket Polaron SC7620 típusú berendezésben bearanyoztunk, majd a felületeket JEOL 5500LV típusú pásztázó elektronmikroszkóppal megvizsgáltuk és a jellemző részleteket lefényképeztük.

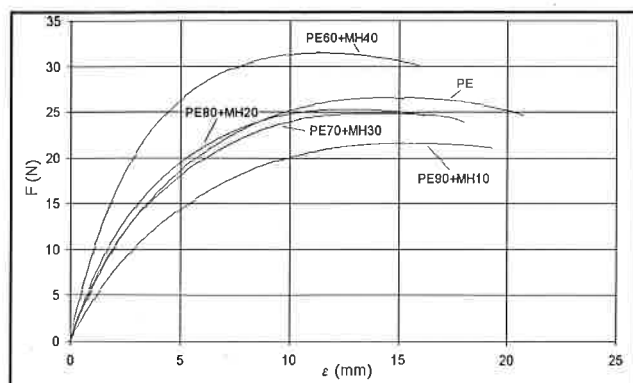
Az eredmények értékelése

A különböző tömegszázalékú kukoricamaghéjjal töltött PE előállításkor az 50% vagy a feletti töltőanyag esetén már csomósodást és elégtelen keveredést tapasztaltunk. Megállapítottuk, hogy a kukoricamaghéj



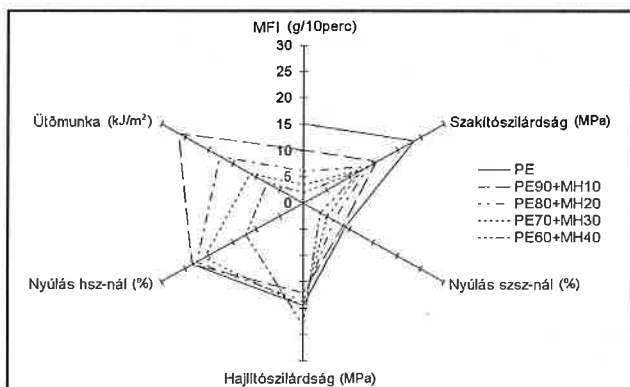
3. ábra. A vizsgált anyagok szakítódigramjai

növekvő mennyisége mellett a fröccsöntött próbatest felületi minősége romlik, és a 40% fölötti mennyiség már nagymértékben destabilizálja a kompozitot, ezért vizsgálatainkat a 10, 20, 30 és 40%-os töltésű anyagokkal végeztük el. A szakítóvizsgálat eredményei a 3. ábrán, míg a hajlítóvizsgálaté a 4. ábrán láthatóak.

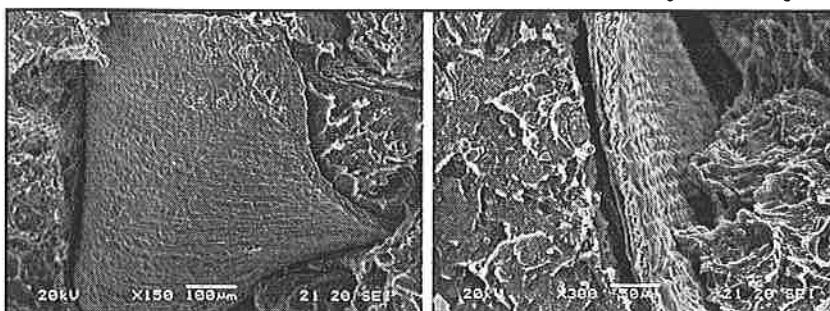


4. ábra. A vizsgált anyagok hajlítódíagramjai

A szakítóvizsgálat során a töltetlen PE bizonyult a legerősebbnek. A kukoricamaghéj-tartalom növekedésével a szakítószilárdság és a nyúlás is csökkent. A hajlítóvizsgálat során pedig csak a 40%-ban töltött kompozit mutatott a PE-nél nagyobb hajlító merevséget. Az eredmények alapján megállapítható, hogy a maghéjjal töltött PE kompozit a jelen formájában elsősorban másodlagos termékek készítésénél alkalmazható, ahol nincs, illetve csekély a mechanikai igénybevétel, de fontos a merevség, a kis tömeg, és az alacsony ár (pl. fröccsöntött tömegcikk). Az 5. ábrán polárdiagramban összesítettük a vizsgált kompozitok mechanikai tulajdonságait. (Számértékeit tekintve valamennyi skála léptéke azonos.) A diagram alapján is megállapítható, hogy a kukoricamaghéjjal töltött rendszereknek mind a statikus, mind a dinamikus hárompontos hajlítással szembeni ellenálló képessége jó, így alkalmazhatók környezetbarát autópálya alkatrészek (pl. autók belső burkolata) előállításához is.



5. ábra. A maghéjjal töltött PE anyagok és a PE mechanikai tulajdonságai



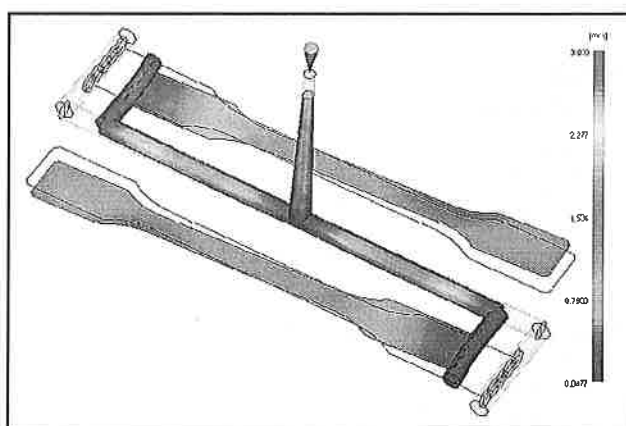
6. ábra. A maghéjjal töltött PE töretéről készült SEM felvételek

A töretfelületről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvételeken jól látszik, hogy a PE és a kukoricamaghéj közötti kapcsolat nem kielégítő, a határfelületi adhézió nem megfelelő. Ez a próbatestek töltőanyag-tartalomtól függően romló felületi minősége alapján várható volt.

A fényképfelvételeken megfigyelhető a kukoricamaghéj réteges szerkezete, és a maghéj és a képlékeny mátrix közötti üregek. Ezért megoldandó feladat a maghéj illetve a mátrix megfelelő kezelése, amellyel elérhetővé válhat nemcsak a fröccsöntött tárgy felületi minőségének, hanem mechanikai tulajdonságainak lényeges javulása is.

Szimuláció

A szakirodalomból [10] közismert, hogy a PE mátrix zsugorodása nagy (1,3–3,5%). Ezt a belőle fröccsöntéssel készülő termékek tervezésekor figyelembe kell venni. Szimulációval vizsgáltuk a fröccsöntött, piskóta alakú próbatestek zsugorodását annak megállapítása céljából, hogy a kukoricamaghéj mennyivel csökkenti a PE zsugorodását. A szimulációban a kukoricamaghéjat rostos anyagként modelleztük.



7. ábra. A maghéjjal töltött PE anyagból előállított darabok vetemedése (az ábra 10-szeres nagyításban mutatja a vetemedéseket, amely tartalmazza a zsugorodást is)

A szimuláció eredményei (7. ábra) a zsugorodás nagymértékű csökkenését mutatták (1,8%-ról 0,3%-ra). A számítógépes szimuláció eredményét összehasonlítva mérési adatainkkal kielégítő egyezést tapasztaltunk. Ugyan is a névlegesen 170 mm hosszú, PE-ből készült próbatest 165,95 mm-re, míg a 40% maghéjat tartalmazó anyagból készült 169,8 mm-re zsugorodott. Megoldásra váró további feladat a végelelemes szimulációs modellünk peremfeltételeinek pontosítása, finomítása.

Összefoglalás

Munkánkban célul tűztük ki, hogy egy, a mezőgazdaságban nagy mennyiségben keletkező mellékterméket, a kukoricamaghéjat alkalmazzuk polimerek erősítő/töltő anyagaként. A maghéjat PE polimerhez adagoltuk. A vizsgálataink alapján megállapítottuk, hogy a maghéj elsősorban mint töltőanyag alkalmazható. A PE-maghéj keverékek mechanikai tulajdonságai a maghéj tömegarányának növelésével a töltetlen PE-hez képest csökkennek, kivétel csak a 40%-os töltőanyag tartalmú keverék, amelynek hajlítószilárdsága jobb, mint a töltőanyag nélküli PE alapanyagé. 40%-nál nagyobb arányú keveréket nem sikerült előállítani, mert a PE és a maghéj sűrűsége nagyon eltérő, és ezért a két anyag az extruder adagoló tölcserájában külön válik, aminek hatására először kisebb arányú keverék keletkezik, majd a „besűrűsödött” maghéj beragad

a csigába. Megoldásra váró további feladat a magháj és a mátrix határ felületi adhéziójának növelése, a mechanikai vizsgálatok kiterjesztése és a szimuláció további pontosítása.

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnénk köszönetet mondani az ARBURG Hungária Kft-nek, hogy rendelkezésünkre bocsátotta az ARBURG Allrounder 270C típusú fröccsöntőgépet, valamint az ANTON Kft-nek a cserélhető betétes fröccsöntő szerszámért. Továbbá köszönjük a szabadegyházi Hungara Kft-nek, hogy felhasználhattuk a náluk keletkező kukorica-magháját. A vizsgálatokat az OM NKFP 3A/0036/2002 számú pályázata támogatta.

Irodalom

- [1] Tschöke H.: Grüner Kunststoff fürs Auto, Technische Rundschau, 94 (2002), 41
- [2] Mohanty A. K., Misra M., Hinrichsen G.: Biofibers, biodegradable polymers and biocomposites, Macromolecular Material Engineering 276/277 (2000), 1-24

- [3] Van den Oever M. J. A., Bos H. L., van Kemenade M. J.: Influence of the physical structure of flax fibres on the mechanical properties of flax fibre reinforced polypropylene composites, Applied Composite Materials, 7 (2000), 387-402
- [4] Van de Velde K., Kiekens P.: Thermoplastic polymers: overview of several properties and their consequences in flax fibre reinforced composites, Polymer Testing, 20 (2001), 885-893
- [5] Yan Li, Yiu-Wing Mai, Lin Ye: Sisal fibre and its composites: a review of recent developments; Composites Science and Technology, 60 (2000), 2037-2055
- [6] Ingo Kleba, Jochen Zabold: Eine Fahrt ins Blaue; Kunststoffe, 2002/3, 113
- [7] Sárdi Á.: A kukorica magháj, mint mezőgazdasági melléktermék feldolgozásának lehetőségei; Diplomamunka, BME Mezőgazdasági Kémiai Technológia Tanszék, 2003.
- [8] Czikkovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai; Műegyetemi Kiadó, Budapest, 2000.

SZEMLE

Üteskárosodott üvegszál-erősítésű kompozit maradék szilárdsága

Impulzushullám-elemzés alkalmazásán alapuló, új roncsolásmentes vizsgálati módszerrel számolt be Frank Berning és Klaus Eberle a Materialprüfung 2003/4. számában a Restfestigkeit von impactgeschädigten Glasfaserverbundproben című cikkben.

Szerzők célul tűzték ki, hogy az üvegszál-erősítésű lemez próbatesteken az ismert energiájú ütés okozta károsodás roncsolásmentes „láttelele” és a hozzátartozó szilárdság között meghatározott összefüggéssel az ismeretlen energiájú ütés által károsodott kompozit alkatrész maradék szilárdsága meghatározható legyen.

Az ismert energiájú ütés okozta károsodás „láttelelehez” a lemez próbatestben mintegy 200 kHz frekvenciával gerjesztett Lamb-hullámok (ultrahang lemez-hullámok) terjedésének felületre merőleges, nm nagyságrendű amplitúdójának a legnagyobb értékét rendelték, amelyet a károsodott folton áthaladó egyenes mentén pontonként mérték lézer-vibrométerrel. A mérési idő kb. 200 µs. A méréseket követően meghatározták a lemez próbatest maradék szilárdságát szakítóvizsgálattal. A mérési adatok statisztikus feldolgozásával a maradék szilárdság (N/mm²) és a legnagyobb amplitúdó (nm) között lineáris korrelációs összefüggést határoztak meg: a maradék szilárdság fordítva arányos a legnagyobb amplitúdóval. Ez az összefüggés alkalmas az ismeretlen energiájú ütés által károsodott kompozit lemez alkatrész maradék szilárdságának roncsolásmentes meghatározására. Ugyanis a károsodott folton át megmérve roncsolásmentesen a Lamb-hullámok legnagyobb amplitúdóját, az összefüggéssel a maradék szilárdság kielégítően pontosan becsülhető.

A Monte Carlo-szimuláció alkalmazása a radiográfiában

A hagyományos radiográfiai szimulátorok a lineáris gyengülési törvényt és a sugárzás-anyag kölcsönhatását leíró gyengülési tényezőket alkalmazzák. Ez utóbbi csökkenti a az átsugárzásos felvételtechnika szimulálásakor a szórt sugárzás kontrasztcsökkentő hatását. Am számos alkalmazáshoz, például a hegesztési varratok vizsgálatához, ez az egyszerűsítés gyakorlatilag kielégítően alkalmazható. Viszont a Monte Carlo-eljárással az egyes kölcsönhatások mechanizmusai, mint a Compton- és a Rayleigh-szórások, részletesen leírhatók. Továbbá, ez a módszer lehetővé teszi a különböző, a képmínőséget befolyásoló tényezők, mint például az erősítőfóliák alkalmazása, a detektorzaj (pl. a film szemcsézettsége) okozat belső élettenségek vizsgálatát és leírását is. Általában, a Monte Carlo-szimuláció minden olyan esetben eredményesen alkalmazható, amikor a szórt sugárzás hatásának részletes vizsgálata hozzájárul a radiográfiai képalkotás minőségének a javításához. Segítségével a felvételtechnika optimalizálhatóan tervezhető – mutat rá Gerd-Rüdiger Tillach a Monte-Carlo-Simulation für radiographische Anwendungen című, a Materialprüfung 2003/3. számában megjelent cikkben.

A kifáradási élettartam előrejelzése megbízhatóságának javítása

A repedésképződés és a rövid repedések terjedése mechanizmusának pontosabb megismerésével azért javítható az élettartam-becslés megbízhatósága, mert ez a károsodás kezdetétől tartó folyamat a teljes élettartam jelentős hányada.

Számos megfigyelés igazolja, hogy a fáradásos repedések az anyagszerkezet hibáinál keletkeznek, így a mikropredések gyakorisága és terjedésgyorsaságára vonatkoztatott sűrűsége jelentősen függ az anyag szerkezetétől és az igénybevétel szintjétől, kölcsönhatásban a vizsgált mintadarab felületi minőségével.

Az új élettartam-becslési eljárás, amelyet Michael Vormwald közöl a Lebensdaueruvorhersagen verbessern című cikkében (Materialprüfung 2003/3.), a károsodás kezdeti, sztochasztikus folyamatának szimulálása.

Az anyagszerkezetnek meghatározó hatása van a mikropredések keletkezésére és terjedésük kezdeti szakaszára. Ezt a hatást számításba vehetjük a kísérleti tényeket magába foglaló empirikus repedésnövekedési függvényekkel, vagy a feltérképezett anyagszerkezeti inhomogenitásokat megfelelően felhasználó mechanikai modellel. Ez utóbbiak közül az első, a Tanaka által továbbfejlesztett Dugdale-modell volt. A felerpedés-élettartam szórására és a töltetgelyű igénybevételre vonatkozóan felvetődött kérdésekre újabb modellekkel kellett válaszolni. Ugyanis, amikor a mikropredés hossza meghaladja az anyagszerkezetre jellemző méretet, akkor az anyagszerkezet inhomogenitásainak a repedésterjedésre gyakorolt hatása elenyészik. Ezt követően a repedés terjedését a kontinuum-mechanika makroszkopos módszereivel írhatjuk le, különösképpen a rugalmas-képlékeny törésmechanikával, jelenleg előnybe részesítve a repedés csúcsát tényleges igénybe vevő, ciklusonkénti J-integrál értékekkel, megkülönböztetve a repedés kinyílásakor és záródásakor a feszültség- és alakváltozás-állapotot.

A károsodás kritériuma vékony lemezek tartamzilárdságának meghatározásához

Az anyag-energia- és költségtakarékos lemezkonstrukciók széles körű elterjedése magával hozta a vékony lemezek és a belőlük (ponthegeztéses, lézeres hegesztéssel, kisajtolásos szegecseléssel, ragasztással és más hibrid eljárással) szerelt szerkezeti elemek fáradási tartamzilárdságának az egységes károsodási kritérium szerinti meghatározásának igényét. Ezzel a kérdéskörrel foglalkozik Ping Xu és Bernhard Lehmkuhl a Materialprüfung 2003/4. számában megjelent Einheitliches Versagenskriterium című cikkben. Áttekintik, vizsgálati példákkal illusztrálva, a gyakorlatban jelenleg használatos károsodási kritériumokat (például a rendszerint R = 0,1 aszimmetria tényezőjű lengőterhelésre a dinamikus merevség kétféle: a terhelés-/alakváltozás-amplitúdó, illetve a legnagyobb terhelés/legnagyobb alakváltozás viszonyszámok százalékban kifejezett értékeit), amelyekhez értelemszerűen különböző tartamzilárdságok tartoznak. Ezért a különböző szerkezeti megoldások, kötéstípusok fáradásbírására, tartamzilárdságára gyakorolt hatásának összehasonlítható megítélését az egységes károsodási kritérium hiánya zavarja. Szerzők az egységes károsodási kritérium elfogadása mellett érvelnek.

Új, érvényes nemzeti szabványok

A Magyar Szabványügyi Testület által, a Szabványügyi Közlöny 2003/2.-7. számaiban közzétett és szakterületünket érintő érvényes szabványok a következők:

01 Általános előírások. Terminológia

- MSZ EN ISO 8044:2003; Fémek és ötvözték korróziója. Alapvető szakkifejezések és fogalom-meghatározások.

03 Vállalatszervezés és irányítás

- MSZ EN ISO 19011:2003; Útmutató minőségirányítási és/vagy környezetközpontú irányítási rendszerek auditjához (Az MSZ EN 30011-1-3:1993 és az MSZ EN ISO 14010-12:2003 helyett!)

19 Vizsgálatok

- MSZ EN 583-4:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Ultrahangos vizsgálat. 4. rész: A felületre merőleges folytonossági hiányok vizsgálata.
- MSZ EN 13860-1-2:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Örvényáramú vizsgálat. A vizsgálóberendezés jellemzői és igazoló ellenőrzése. 1. rész: A vizsgálókészülék jellemzői és igazoló ellenőrzése. 2. rész: A szonda jellemzői és igazoló ellenőrzése.
- MSZ EN 13927:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Szemrevételezéses vizsgálat. Felszerelés.
- MSZ EN 9934-2:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Mágnesezhető poros vizsgálat. 2. rész: Vizsgálóanyag.

23 Általános rendeltetésű hidraulikus és pneumatikus rendszerek és egységeik

- MSZ EN 764-4-5:2003; Nyomástartó berendezések. 4. rész: Fémanyagok szállítási műszaki feltételeinek megállapítása. 5. rész: Anyagok dokumentálásának megfeleltetése és ellenőrzése.
- MSZ EN 12266-1-2:2003; Ipari csőszervények. A csőszervények vizsgálata. 1. rész: Nyomáspróbák, vizsgálati eljárások és átvételi feltételek. Kötelező előírások. 2. rész: Vizsgálatok, vizsgálati eljárások és átvételi feltételek. Kiegészítő előírások.

25 Gyártástechnika

- MSZ EN ISO 12517:1998/A1:2003; Hegesztett kötések roncsolásmentes vizsgálata. Hegesztett kötések radiográfiai vizsgálata. Átvételi szintek.

59 Textil- és bőrpar

- MSZ EN 12332-2:2003; Gumi- vagy műanyag bevonatú kelmék. A repesztési szilárdság meghatározása. 2. rész: Hidraulikus módszer.
- MSZ EN 14020-1-3:2003; Erősítőanyagok. Az üvegszövet előfonatok műszaki követelményei. 1. rész: Megnevezés. 2. rész: Vizsgálati módszerek és általános követelmények. 3. rész: Különleges követelmények.
- MSZ EN ISO 3377-1-2:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A továbbszakító erő meghatározása. Egyirányú (1. rész) és kétirányú (2. rész) továbbszakítás.
- MSZ EN ISO 5402:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A hajtogatással szembeni ellenállás meghatározása flexométeres módszerrel.
- MSZ EN 14118-1-3:2003; Erősítőanyagok. Üvegszövet hálók (vágott szálú és folyamatos, végtelen szálú hálók) műszaki követelményei. 1. rész: Megnevezés. 2. rész: Vizsgálati módszerek és általános követelmények. 3. rész: sajátos követelmények.
- MSZ EN ISO 3376:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A szakítószilárdság és a nyúlás meghatározása.
- MSZ EN ISO 17233:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A fedőréteg hidegtörési hőmérsékletének meghatározása.
- MSZ EN ISO 17235:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A puhaság meghatározása.
- MSZ EN ISO 17236:2003; Készbőr. Fizikai és mechanikai vizsgálatok. A maradék nyúlás meghatározása.
- MSZ EN 13893:2003; Rugalmas, rétegelt és textil padlóburkoló anyagok. A dinamikus súrlódási tényező mérése száraz padlófelületen.

77 Kohászat

- MSZ EN 10314:2003; Az acélok legkisebb növelt hőmérsékleti folyáshatárértékének meghatározási módszere.
- MSZ EN 12680-1-3:2003; Öntészet. Ultrahangos vizsgálat. 1. rész: Általános célú acélöntvények. 2. rész: Acélöntvények erősen igénybe vett alkatrészekhez. 3. rész: Gömbgrafitos vasöntvények.
- MSZ EN 12681:2003; Öntészet. Radiográfiai vizsgálat.

81 Üveg- és kerámiaipar

- MSZ EN 12600:2003; Építési üveg. Ingás vizsgálat. Ütésvizsgálati módszerek és a síküveg osztályba sorolása.
 - MSZ EN 12603:2003; Építési üveg. Eljárások az üvegszilárdság adatok Weibull-eloszlása illeszkedési jóságának és megbízhatósági tartományának meghatározására.
 - MSZ EN 623-5:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Monolit kerámiák. Általános szerkezeti tulajdonságok. 5. rész: Fázistérfigat-hányad meghatározása mikrofénykép alapján.
 - MSZ EN 658-2-5:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiakompozitok mechanikai tulajdonságai szobahőmérsékleten. 2. rész: A nyomószilárdság meghatározása. 3. rész: A hajlítószilárdság meghatározása. 4. rész: A rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása bemetszett próbatestek nyomóterhelésével. 5. rész: A rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása rövid támaszközü hajlítóvizsgálattal (hárompontos elrendezés).
 - MSZ EN 820-1:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Monolit kerámiák vizsgálati módszerei. Termomechanikai tulajdonságok. 1. rész: A hajlítószilárdság meghatározása növelt hőmérsékleten.
 - MSZ ENV 1006:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Monolit kerámiák. Útmutatás a tulajdonságok meghatározásához használt próbatestek kiválasztásához.
 - MSZ EN 1007-1-3:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiakompozitok. Az erősítőbetétek vizsgálati módszerei. 1. rész: Az írezőanyag mennyiségének meghatározása. 2. rész: A lineáris/vonalmenti sűrűség meghatározása. 3. rész: Az elemi szálak átmérőjének és keresztmetszetének meghatározása.
 - MSZ ENV 1007-6:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiakompozitok. Az erősítőbetétek vizsgálati módszerei. 6. rész: Az elemi szálak szakítószilárdságának meghatározása nagy hőmérsékleten.
 - MSZ EN 1071-1-2 és -6:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiabevonatok vizsgálati módszerei. 1. rész: A bevonat vastagságának meghatározása érintkező profilletapogató műszerrel. 2. rész: A bevonat vastagságának meghatározása krátercsiszolás módszerrel. 6. rész: A bevonat kopásállóságának meghatározása mikrokoptató vizsgálattal.
 - MSZ EN 12789:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiakompozitok mechanikai tulajdonságai nagy hőmérsékleten, levegőben, légköri nyomáson. A hajlítószilárdság meghatározása.
 - MSZ ENV 14186:2003; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámiakompozitok. Mechanikai tulajdonságok környezeti hőmérsékleten. A rugalmasság meghatározása ultrahangos eljárással.
- ### 83 Gumi- és műanyagipar
- MSZ EN 13706-2-3:2003; Erősített, összetett műanyagok. A húzott profilok műszaki követelményei. 2. rész: Vizsgálati módszerek és általános követelmények. 3. rész: Különleges követelmények.
 - MSZ ISO 37:2003; Gumi vagy hőre lágyuló elasztomer. Húzófeszültség-nyúlási tulajdonságok meghatározása.
 - MSZ EN ISO 178:2003; Műanyagok. A hajlítási tulajdonságok meghatározása.
 - MSZ EN ISO 294-4:2003; Műanyagok. Hőre lágyuló műanyag próbatestek fröccsöntése. 4. rész: Az alakítási zsugorodás meghatározása. MSZ EN ISO 1628-3:2003; Műanyagok. Hígított polimeroldatok viszkozitásának meghatározása kapillárisviszkoziméterrel. 3. rész: polietilén és polipropilén.

- MSZ EN 13677-1-3:2003; Erősített, hőre lágyuló műanyag fröccskeverékek. Az üveghalóval erősített, hőre lágyuló műanyag (GMT) műszaki követelménye: 1. rész: megnevezés. 2. rész: vizsgálati módszerek és általános követelmények. 3. rész: Sajátos követelmények.
- MSZ EN ISO 868:2003; Műanyagok és keménygumi. A bonyomódásos keménység meghatározása keménységmérővel (Shore-keménység).
- MSZ EN 14410:2003; Tapadószalagok. A szakítóerő és a szakadási nyúlás mérése.

85 Papírpap

- MSZ EN ISO 8254-1-2:2003; Papír és karton. A fényvisszaverődés meghatározása. 1. rész: Mérés 75°-os beesési szögű összetartó fénysugarakkal, TAPPI-módszer. 2. rész: Mérés 75°-os beesési szögű párhuzamos fénysugarakkal, DIN-módszer.

91 Építőanyagok és építés

- MSZ EN 13894-2:2003; Termékek és rendszerek a betonszerkezetek védelmére és javítására. Vizsgálati módszer. A kifáradás meghatározása dinamikus teher alatt. 2. rész: A kikeményedés után.
- MSZ EN 13892-1,-2,-4,-6,-8:2003; Esztrichhabarcsok vizsgálati módszerei. 1. rész: Mintavétel, a vizsgálati próbatetek készítése és előkészítése. 2. rész: A hajlító- és a nyomószilárdság meghatározása. 4. rész: A BCA kopási ellenállás meghatározása. 6. rész: A felületi keménység meghatározása. 8. rész: A tapadósilárdság meghatározása.
- MSZ EN 13496:2003; Építőipari hőszigetelő termékek. Az üvegszál háló mechanikai tulajdonságainak meghatározása.

93 Mélyépítés

- MSZ EN 1437:2003; Műanyag csővezetékrendszerek. Csővezetékrendszerek föld alatti alagcsővezetéshez és csatolásához. A ciklikus hőmérsékleti igénybevétellel és az egyidejű külső terheléssel szembeni ellenállás vizsgálati módszere.
- MSZ EN 12274-1-6:2003; Hidegaszfalt vékony rétegekhez. Vizsgálati módszerek.
- MSZ EN 12697-1-29:2003; Aszfaltkeverékek. Meleg aszfaltkeverék vizsgálati módszerei.

Nemzeti szabványok visszavonása

A Szabványügyi Közlöny 2003. 3. számának mellékletét olvasóink figyelmébe ajánljuk, amelyben felsorolják mindazokat a nemzeti szabványokat, amelyeket elsősorban az időközben érvénybe léptetett MSZ EN, illetve MSZ EN ISO szabványok miatt az MSZT 12/2003. sz. határozatával 2003. november 1-jével visszavontak. Szakterületünk a következő témakörökben érintett:

- Roncsolásmentes vizsgálatok: sugárvédelem, dozimetria, gamma-defektoszkópok.
- Mechanikai vizsgálatok: többek között az MSZ 105: Fémek mechanikai vizsgálata több lapja, és az MSZ 6855: Fémek törésmechanikai vizsgálata több lapja.
- Bevonatok (festék, galvánréteg) vizsgálata: rétegvastagság-mérés, a bevonat korrózióállósága.
- Korróziós kitéti és gyorsított vizsgálati eljárások.
- Kohászati anyagok és termékek analitikai módszerei, makroszkópos vizsgálatok (Baumann-lenymat, mélymarás), néhány metallográfiai mikroszkópos mérés.
- Fa- és textilipari termékek vizsgálati módszerei.
- Színmérési módszerek.
- Hosszmérési módszerek és eszközök (pl. érdességmérés, mikrométerek).

Érdemes tehát a közlöny mellékletét átböngészni, annál is inkább, mert a visszavonási határozat végrehajtása nem jelenti azt, hogy ezen szabványok műszaki tartalma elveszne, ugyanis, ezek műszaki tartalma, megállapodás alapján, továbbra is használható. A visszavont szabványok az MSZT Szabványboltjában beszerezhetők.

Megjelent A magyar nemzeti szabványok jegyzéke I. – II. kötet, 2003. Megrendelhető és megvásárolható az MSZT Szabványboltban (1091 Budapest, Üllői út 25.).

Új CEN-szabványok (szerkesztőségünk címfordításai)

- EN 12680-1-3:2003; Öntészet. Ultrahangos vizsgálat. 1. rész: Általános célú acélöntvények. 2. rész: Nagy igénybevételre szánt acélöntvények. 3. rész: Gömbgrafitos öntöttvas öntvények.
- EN 12681:2003; Öntészet. Radiográfiai vizsgálat.
- EN 13860-1,-2:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Örvényáramos vizsgálat. Készülékjellemzők és hitelesítésük. 1. rész: Műszerjellemzők és hitelesítésük. 2. rész: A szondajellemzők és hitelesítésük.
- EN 1330-10:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Terminológia. 10. rész: A vizuális vizsgálat szakkifejezései.
- EN 13927:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Vizuális vizsgálat. Készülék.
- EN 13925-1-2:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Polikristályos és amorf anyagok röntgen-diffrakciós vizsgálata. 1. rész: Általános elvek. 2. rész: Eljárások.
- EN 14096-1-2:2003; Roncsolásmentes vizsgálat. Radiográfiai filmdigitalizáló rendszerek minősítése. 1. rész: Meghatározások, a képminőség jellemzőinek mérése, szabványos referencia film és a minőségi ellenőrzés. 2. rész: Követelményminimumok
- EN ISO 2039-1:2003; Műanyagok. A keménység meghatározása. 1. rész: Golyóbenyomásos módszer.
- EN ISO 7539-6:2003; Fémek és ötvözetek korróziója. Feszültségkorróziós vizsgálat. 6. rész: Az előrepszett próbatetek előkészítése és alkalmazása állandó terheléssel vagy állandó alakváltozással történő vizsgálathoz.
- EN ISO 643:2003; Acélok. A látható szemcseméret mikrógráfiai meghatározása.
- EN ISO 3887:2003; Acélok. A dekarbonizáció mélységének meghatározása.
- EN ISO 17653:2003; Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálata. Ponthegesztett kötések csavarása.
- EN ISO 17654:2003; Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálata. Ellenállás-hegesztés. Tompahegesztett kötés nyomóvizsgálata.
- EN ISO 17655:2003; Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálata. Mintavételi módszer a delta-ferrit meghatározásához.
- EN ISO/IEC 17024:2003; Az értékelés összhangja. Általános követelmények a személyzettanúsító szervezetekkel szemben.
- EN 71-1:2003; A játékok biztonsága. 1. rész: Mechanikai és fizikai tulajdonságok.
- EN 13160-1-2,-4,-6-7:2003; Szívárgásérzékelő rendszerek. 1. rész: Általános elvek. 2. rész: Nyomásos és vákuumos rendszerek. 4. rész: Folyadékot és/vagy gőzt érzékelő rendszerek a szívárgás elleni védelem vagy térköz ellenőrzéséhez. 6. rész: A figyelőkaták érzékelői. 7. rész: Általános követelmények és vizsgálati módszerek az ipari terek, a szívárgásvédő betétek és köpenyek számára.

Új ISO-szabványok, amelyek 2002. október 8-a és 2003. április 15-e között jelentek meg. (Az ISO Bulletin alapján készül tájékoztató címfordítások.)

- ISO 17973:2002; Felületi vegyi elemzés. Közepes felbontású Auger-elektron-spektrometria. Az energiaskála kalibrálása elemanalízishez.
- ISO 15632:2002; Mikrosugaras elemzés. Műszerezettségi előírások félvezető detektoros energiadiszperzív röntgensugaras spektrometria-hoz.
- ISO 17974:2002; Felületi vegyi elemzés. Nagy felbontású Auger-elektron-spektrometria. Az energiaskála kalibrálása elem- és vegyiállapotanalízishez.

- ISO 9934-2:2002; Roncsolásmentes vizsgálatok. Mágnesezhető poros vizsgálat. 2. rész: Detektálóközeg.
- ISO 2639:2002; Acél. A betétedzett kéreg vastagságának meghatározása és igazolása.
- ISO 12106:2003; Fémes anyagok. Fáradásvizsgálat. Tengelyirányú alakváltozással vezérelt módszer.
- ISO 12107:2003; Fémes anyagok. Fáradásvizsgálat. Statisztikai tervezés és az adatok elemzése.
- ISO 12108:2002; Fémes anyagok. Fáradásvizsgálat. Fáradási repedésnövekedés módszere.
- ISO 12135:2002; Fémes anyagok. Egységes vizsgálati módszer a kvázistatikus törési ridegség meghatározásához.
- ISO 17653:2003; Hegesztett fémkötések roncsolásos vizsgálata. Ponthegeztések csavarvizsgálata.
- ISO 17654:2003; Hegesztett fémkötések roncsolásos vizsgálata. Ellenálláshegeztetés. Hegesztett kötések nyomóvizsgálata.
- ISO 17655:2003; Hegesztett fémkötések roncsolásos vizsgálata. Mintavételi módszer a deltaferrit méréséhez.
- ISO 1463:2003; Fémes és oxidos bevonatok. A bevonat vastagságának mérése. Mikroszkópos módszer.
- ISO 2177:2003; Fémes bevonatok. A bevonatvastagság mérése. Coulombmetriás módszer.
- ISO 2815:2003; Festékek és lakkok. Buchholz-féle keménységvizsgálat.
- ISO 294-5:2003; Műanyagok. Hőre lágyuló műanyag próbatestek fröccsöntése. 5. rész: Szabványos próbatestek előkészítése anizotrópia vizsgálatához.
- ISO 1268-9:2003; Szálerősítésű műanyagok. A vizsgálati lemezek készítési módszerei. 9. rész: GMT/STC öntés.
- ISO 6601:2002; Műanyagok. Sűrűdés és kopás csúsztatással. A vizsgálat paramétereinek meghatározása.
- ISO 17281:2002; Műanyagok. A törési szívósság (G_{IC} és K_{IC}) meghatározása mérsékelt nagy terhelési sebességen (1 m/s).
- ISO 10012:2003; Mérésirányítási rendszerek. Követelmények a mérési folyamatokhoz és a mérőberendezésekhez.
- ISO/IEC 17024 :2003; Megfelelőség-értékelés. Személyzettanúsítást működtető testületek általános követelményei.

Első alkalommal kerül **együttes megrendezésre a HUNGAROCOAT és HUNGAROCORR** szakkiállítás, az

HUNGAROCOAT

EUROCORR
2003

HUNGAROCORR

Nemzetközi Korrózióvédelmi
Konferencia és Kiállítás
keretében

2003 szeptember 28 - október 2.
Budapesti Kongresszusi Központ

Ne hagyja berozsdásodni üzletét, vigyen új szint vállalkozásába!
Minden résztvevőt, kiállítót és látogatót szeretettel várunk!

Jelentkezési lap és a rendezvénnyel kapcsolatos információk az EUROCORR honlapján található:
www.diamond-congress.hu/eurocorr
Tel.: 06-1/214-7701, E-mail: diamond@diamond-congress.hu

 AGMI Anyagvizsgáló és Minőségellenőrző Rt. Oktatásszervezési Osztály 1211 Budapest, Gyepor u. 1. Tel.: 278-0755, Fax: 278-0756		
Tanfolyam típusa	Tervezett kezdés	
ANYAGVIZSGÁLÓ SZAKKÉPESÍTŐ, MINŐSÍTŐ TANFOLYAMOK 2003-ban		
	1. szint	2. szint
Ultraszagos anyagvizsgáló (UT)	szept. 1.	nov. 3.
Örvényáramos anyagvizsgáló (ET)	szept. 15.	nov. 10.
Radiográfiai anyagvizsgáló (RT)	szept. 29.	nov. 17.
Mágneseshelios poros anyagvizsgáló (MT)	okt. 6.	nov. 24.
Folyadékbehatolásos anyagvizsgáló (PT)	okt. 13.	dec. 3.
Szemrevételezéses anyagvizsgáló (VT)	okt. 16.	dec. 8.
Tömörégi anyagvizsgáló (LT)	okt. 20.	dec. 1.
Rezgéselemző (VAT)	okt. 13.	nov. 25.
Színképelemző (SPT)	Létszámlógó	Létszámlógó
EURÓPAI HEGESZTÉS FELÜGYELŐ (EWIP) 2003-ban		
Európai hegesztés felügyelő mérnök (EWI-E)	II. félév	
Európai hegesztés felügyelő technológus (EWI-T)		
Európai hegesztés felügyelő specialista (EWI-S)		
Európai kiemelt hegesztés felügyelő (EWI-P)		
BIZTONSÁGTECHNIKAI KÉPZÉSEK 2003-BAN		
Alapfokú sugárvédelmi	szept. 9.	
Bővített fokozatú sugárvédelmi		
Alapfokú sugárvédelmi továbbképző		
Bővített fokozatú sugárvédelmi továbbképző		
Bővített fokozatú sugárvédelmi továbbképző (RT1 és RT2 szintű anyagvizsgálók részére)	nov. 17.	
NYOMÁSTARTÓ- ÉS TARTÁLYTECHNIKAI TANFOLYAMOK 2003-BAN		
Tartályvizsgáló	szept. 29.	
Tartályvizsgáló újraminősítő	okt. 13.	
Nyomástartóedény-gépész	Létszámlógó	
MINŐSÉGIRÁNYÍTÁSI KÉPZÉSEK 2003-BAN		
Minőségellenőr	nov. 3.	
Minőségbiztosítási felülvizsgáló és tanúsító	okt. 27.	
MÉRÉSÜGYI KÉPZÉSEK 2003-BAN		
A metrológia alapjai	szept. 16.	
Metrológia	szept. 23.	
EGYÉB KÉPZÉSEK 2003-BAN		
Környezetvédelmi szakelődő	Létszámlógó	
Emelőgép-üzemeltető		
Értékesítési menedzser		
SPECIÁLIS KÉPZÉSEK		
Cégek részére, kihelyezett formában (csak tájékoztató jellegű felsorolás)		
Általános öntvényvizsgáló minőségellenőr	Megrendelés és szerződés szerint	
Hőkezelő továbbképző		
Autóipari mérés és minősítéses vizsgálat		
Képzéseinket megfelelő létszám esetén indítjuk. Tanfolyamokat kihelyezett formában is szervezünk.		
A tanfolyamok helye: AGMI Rt. Anyagvizsgáló Épülete (1211 Budapest, Gyepor u. 1.)		
Szolgáltatások: Szállást és étkezést igény szerint biztosítunk,		
Részletes Információt nyújt: Lombos Hajnalka (oktatási menedzser) és Fekete Gerzsonné		
Tel.: 425-0761, 278-0755, E-mail: agmivig@malatval.hu		
Szeretettel várjuk tanfolyamainkon!		
Mikis Erzsébet, osztályvezető		

Hazai rendezvények 2003-ban

Eurocorr 2003 – nemzetközi konferencia és a kapcsolódó 14. Hungarokorr korrózióvédelmi valamint a 4. Hungarocoat lakk-festékipari nemzetközi szakkonferenciák, 2003. szeptember 28. – október 2., Budapest Kongresszusi Központ. Szervezi az Európai Korróziós Szövetség megbízásából a Magyar Korróziós Szövetség, a kiállításokat pedig a Festékipari Kutató Kft.-vel közösen. **Fő témák:** a korróziós jelenségek, az ellenük való védelem és a festéklaminálás legújabb K+F eredményei. Kiállítási terület: 1500 m². Részletes tájékoztatás a www.chemres.hu/eurocorr és a www.diamondcongress.hu honlapokon olvasható.

DAS – Duna-Adria Symposium: nemzetközi rendezvény a kísérleti mechanika tárgykörében, 2003. szeptember 24–27. Győr. Szervezi a GTE Anyagvizsgáló Szakosztály feszültségvizsgáló szakbizottsága. (Tájékoztató ad: Berzy Judith, GTE Rendezvényiroda, tel.: 214–6041, 457-0728; fax: 457-0727; e-mail: berzy.gte@mtsz.hu)

Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálói és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás, 2003. október 12–14., Balatonfüred. Szakciók: Az új évezred anyagai – Korszerű anyagkutatási és -vizsgáló módszerek – Modellelés és anyaginformatika – Innovatív termékek és technológiák. A konferencia titkarsága: Dunaferi Kutatóintézet, OAAKK4, 2401 Dunajváros, Pf. 110., tel.: (25) 58 43 29, fax: (25) 58 43 27, e-mail: titkarsag@oaaakk.hu, honlap: www.oaaakk.hu.

Nemzetközi rendezvények 2003-ban

Int. Meeting, 2nd Workshop: NDT in Progress, október 6–8., Prága. Szervezi a cseh CNDT és a német DGZIP szervezet az Agla támogatásával. Előzetes jelentkezés és a rövid kivonat beküldése: azonnal a cndt@cndt.cz e-mail-címre. Részletek a www.cndt.cz honlapon.

Materials Characterisation, november 5–7., San Santa Fe, New Mexico. Előadás-kézirat: június 13-ig. Cím: Conference Secretariat, Materials 03, Wessex Institute of Technology, Ashurst Lodge, Ashurst, Southampton, SO40 7AA, UK. Tel.: 44 (0) 238 029 3223, Fax: 44 (0) 238 029 2853, e-mail: gcoosulla@wessex.ac.uk.



**OKTATÁS ÉS RENDEZVÉNY SZERVEZŐ,
ADATSZOLGÁLTATÓ ÉS KIADVÁNYGONDOZÓ BT.**
 Kamarai azonosító: 345597; Regisztrációs szám: 01-0166-98
 1752 Budapest, Pf.101 • Tel.: 402-4098 • Fax: 402-4099
 Mobil: 06-20-958-2659 • E-mail: orszak@axelero.hu

Az ÉMI-TÜV Bayern Kft. által MS 00124-056 számon MSZ EN ISO 9001:2001 szerint tanúsított képző intézmény.

Az ORSZAK BT. a 2003. évi és 2004. tavaszi időszakban roncsolásmentes anyagvizsgáló (RmAv) tanfolyamokat szervez az eljárások széles skáláján, és egyszerre nyújtja mind az 50/1999. (IX. 10.) GM. rendeletben előírt OKJ-s bizonyítványt, mind az EU-ban elismert MSZ EN 473 szabvány szerinti tanúsítványt. Az RmAv tanfolyamok alapozó tárgyait – anyagvizsgálat, anyag- és gyártásismeret – előzetesen kell elsajátítani az alapozó tanfolyamokon, illetve a mentességet adó szakirányú felsőfokú végzettséget, vagy az érvényes anyagvizsgáló képesítést a bizonyítvány fényképfelületével igazolni kell.

Tanfolyamaink hallgatói nyomtatott jegyzeteket, az érvényes szabványok listáját, az MHIE tematikáit és vizsgakérdéseit, valamint ebédet kapnak a szorgalmi időszakban. Kérésre szállást is biztosítunk félpanzióval (kétágyas, fürdőszobás szoba, reggeli, vacsora).

Segítségét adunk az MSZ EN 473:2001 szabvány szerinti csoportosításban a termék szektorok (c, f, w, wp, ...) és a belőlük felépülő ipari szektorok megválasztásához, tájékoztatunk az 1. és 2. szintű roncsolásmentes anyagvizsgáló tanfolyamra való jelentkezés feltételeiről (alapozó tanfolyam, orvosi alkalmasság, alapképzettség, gyakorlati idő, felmentések). Kíváncságra jelentkezési lapot és a tanfolyamok részletes programját elküldjük.

Célunk, hogy tanfolyamaink hallgatói jól elsajátítsák az adott eljárás elméletét és gyakorlati feltételeit. Ennek érdekében tanfolyamainkon 3. vagy 2. szintű képesítéssel és nagy gyakorlattal rendelkező előadók oktatnak, a gyakorlati foglalkozások MSZ EN ISO/IEC 17025 szerinti akkreditált vizsgálat laboratóriumokban folynak. A tanfolyamok legeredményesebb hallgatóit hasznos anyagvizsgáló eszközöket tartalmazó csomaggal ajándékozunk meg.

AZ Rm ANYAGVIZGÁLÓ TANFOLYAMAINK PROGRAMJA

A tanfolyam- és vizsgaköltség a szakképzési hozzájárulás terhére elszámolható!

Alapozó tanfolyam az 1. szinthez: szept. 15-16. és jan. 5-6.
 Alapozó tanfolyam a 2. szinthez: okt. 27-28. és febr. 23-24.
 Tömörésgvizsgáló LT-1: szept. 15-24., vizsga: szept. 25-26. / febr. 16-25., vizsga febr. 26-27.
 Tömörésgvizsgáló LT-2: szept. 15-24., vizsga: szept. 25-26. és kondicionáló febr. 2-5.
 Rezgéselemző VAT-1, az SKF Rt-vel közösen szept. 15-24., vizsga szept. 24-25.
 Rezgéselemző VAT-2, az SKF Rt-vel közösen nov. 17-26 és ápr. 14-23., vizsga: nov. 27-28. és ápr. 24-25.
 Mágneseshelios poros MT-1: szept. 17-19., vizsga szept. 30-okt. 1. és jan. 7-9., vizsga jan. 20-21.
 Folyadékbehatolásos PT-1: szept. 22-24., vizsga szept. 30-okt. 1. és jan. 12-14., vizsga jan. 20-21.
 Vizualis VT-1: szept. 25-29., vizsga szept. 30-okt. 1. és jan. 15-19., vizsga jan. 20-21.
 Ultrahangos UT-1 (Krautkrämer, Sonatest, Panametrics): okt. 6-20., vizsga okt. 21-22. és jan. 26-febr. 1., vizsga febr. 12-13.
 Mágneseshelios poros MT-2: okt. 29-31., vizsga nov. 11-12. és febr. 25-27., vizsga márc. 9-10.
 Folyadékbehatolásos PT-2: nov. 3-5., vizsga november 11-12. és márc. 1-3., vizsga márc. 9-10.
 Vizualis VT-2: nov. 5-10., vizsga nov. 11-12. és márc. 4-8., vizsga márc. 9-10.
 Ultrahangos UT-2 (Krautkrämer, Sonatest, Panametrics): nov. 17-26., vizsga nov. 27-28. és márc. 16-25., vizsga márc. 26-27.

Akusztikus emissziós AET-2 újraminősítő ápr. 5-14., vizsga ápr. 15-16.
Kondicionáló tanfolyamok: MT-2, PT-2, VT-2 dec. 1-4. (jelentkezés nov. 11-ig), UT-2 dec. 8-11. (jelentkezés nov. 21-ig) és RT-2 bővített sugárvédelmi ismerettel jan. 12-16. (jelentkezés dec. 19-ig). A kondicionáló tanfolyamokat az 1998-ban 2. szintű vizsgát tett kollégáknak ajánljuk. A foglalkozásokon felrészlítettük a szakma alapjait, ismertetjük az elmúlt években megjelent szabványokat, (MSZ EN, MSZ EN ISO...) és az új vizsgálati eljárásokat, vizsgálati anyagokat, -eszközöket és -készülékeket. Segítségét nyújtunk a tanúsítványaik meghosszabbításához.

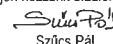
Legalább 6 fő jelentkezése esetén induló tanfolyamok: Színképelemző SPT-1, SPT-2 (acél, színesfém); Akusztikus emissziós AET-1, AET-2 és Örvényáramos A1, ET2 szakokon.

Vállalatok, társaságok részére kihelyezett tanfolyamokat, speciális igényeket kielégítő képzési formákat is szervezünk – nemcsak anyagvizsgálóknak! – hanem: tartályvizsgáló, nyomástartó berendezést vizsgáló, minőségellenőr, minőségbiztosítási felülvizsgáló és tanúsító, kisgép-, könnyűgép- és nehézgépgépező szakokon.

Tanfolyamainkat évről-évre azonos időszakban szervezzük, kurzusaink már 5-6 jelentkező esetén is elindulnak, ezért velünk évekre előre tervezhet!

Küldjön egy névjegykártyát, és kérje részletes ismertető füzetünket!

Forduljon hozzánk bizalommal!


Szűcs Pál


Dénes Gáborné

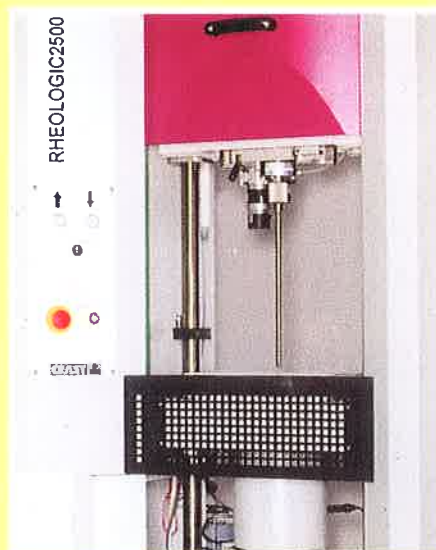
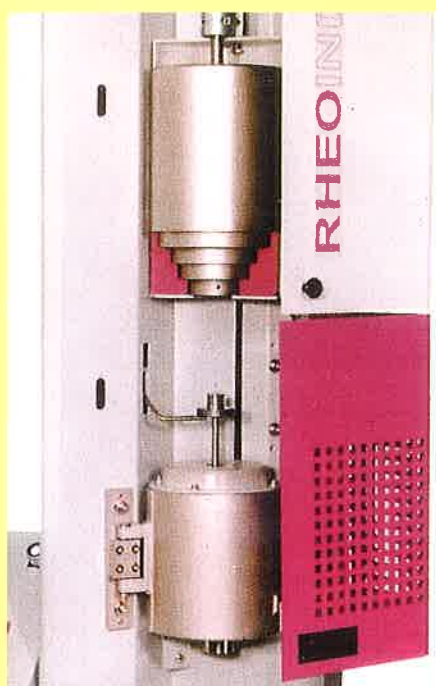
Nonlinear Finit Element Analysis, 2003. december 15–19., Párizs. Tájékoztatót kérhet: ZACE Services Ltd., P.O. Box 2-CH-1015 Lausanne 15, Switzerland, Phone +41/21/802 46 05, fax +41/21/802 46 06, e-mail: info@zace.com, home page: www.zace.com.

Programelőzetes 2004-re

7 ICBMFF – 7th Int. Conf. on Biaxial/Multiaxial Fatigue & Fracture, 2004. június 28–30., Berlin, a BAM intézet kongresszusi központjában. Szervezők: ESIS és DVM. Témakörök: terhelés, törésmechanika, anyagok és vizsgálatok, alkalmazások. Kiállítást is szerveznek. Az angol nyelvű előadásokhoz küldjék: DVM Mrs. Ingrid Maslinski, Unter den Eichen 87, D-12205 Berlin, Tel.: +49-30-811 30 66, Fax: +49-30-811 93 59, e-mail: office@dvm-berlin.de vagy icbmff@bam.de; home page: www.dvm-berlin.de.

16th World Conf. on Non-Destructive Testing, 2004. augusztus 30. – szeptember 3., Montréal, Kanada. A konferencia titkarsága: Events International Meeting Planners Inc., 759 Square Victoria, Suite 300, Montréal, Québec, Canada H2Y 217., tel.: +1(514)286-0855; fax: +1(514)286-6066; e-mail: info@eventsintl.com; website: www.wcndt2004.com.

26th European Conf. on Acoustic Emission, 2004. szept. 15 – 17., Berlin, Németország. Részletek a www.dgzfp.de honlapon olvashatók.



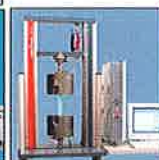
A CEAST készülékek teljes választékát forgalmazza:
TESTOR Kft. Budapest XII., Meredek u. 33. • 1538 Budapest, Pf. 528
 Tel.: 319-1-319 • Fax: 319-2284 • www.testor.hu • info@testor.hu

Budapest XII., Meredek u. 33. • 1538 Budapest, Pf. 528
Tel.: 319-1-319 • Fax: 319-2284 • www.testor.hu • info@testor.hu



Zwick / Roell anyagvizsgáló berendezések

A Zwick / Roell csoport roncsolásos anyagvizsgáló berendezései. Tervezésükkor a rendkívüli precizitáson kívül a könnyű kezelhetőség és a hosszú élettartam a legfontosabb szempont.



- **Szakítógépek:** húzó-, nyomó-, hajlító vizsgálatokhoz, 1N-től 3000kN-ig. Professzionális szoftverháttér a könnyű kezelhetőség érdekében.

- **Keménységmérők:** minden skálán, telepített és hordozható kivitelben, számítógép csatlakozással.

- **Meltindex mérők:** egyszerű, olcsó kivitel a ritka de precíziós mérésekhez, automatikus berendezés a sorozatmérésekhez.



AHLBORN - maximális flexibilitás a mérés technikában

Mérő- adatgyűjtő rendszerek fizikai, kémiai, villamos mennyiségek mérésére

Rugalmas, igényre szabható mérés technikai megoldások.

A műszerekhez nagy szenzorválaszték kapható, de illeszthető saját érzékelő is.

Egy csatornától több százig, kéziműszertől a mérőhálózatiig.

Speciális szenzorok műanyag és gumipari területre!

Hőmérséklet, páratartalom, légsebesség, pH, elmozdulás, stb.



Precisa Mérlegek: félmikro-, analitikai-, laboratóriumi és ipari kivitelben (0,01 mg - 60 kg), nedvességmeghatározók



**2 év
garancia**



**Akkreditált
mérlegkalibráló
laboratóriumot
üzemeltetünk!**



Laboratóriumi készülékek, mágneses keverők, keverőmotorok, kén-, higany- és arzén meghatározó, gyúró készülékek, laborreaktorok, rotációs viszkoziméterek stb.



Forgalmazás, márkaszerviz, szaktanácsadás:

Senselektro Kft.

1064 Budapest,
Vörösmarty u. 33.

Tel.(36-1) 351-43-17; Tel./fax: (36-1) 342-79-82;

Email: senselektro@interware.hu

Honlap: www.nexus.hu/senselektro

Senselektro Kft.