

MiniPal-nap

A Philips érdekeltségű PANalytical cég asztali, energiadisziperzív röntgenfluoreszcens MiniPal-1, illetve a továbbfejlesztett MiniPal-2 spektrométerét hazánkban is már sokan használják. Ez adta a szakmai alapot a *MiniPal-t használunk!* mottóval meghirdetett, bemutatóval egybekötött, egynapos tapasztalatcseréhez, amelyet a készülék hazai forgalmazója, az Atestor Kft. szervezett március 3-án a Hilton WestEnd Budapest Eger-termében. Sajnos a holland cég szakértőjét a rossz időjárás a repülőtéren marasztalta, de hazai szakértők előadásaiából is kikerekedett a magas műszaki (hardver és szoftver) színvonalához és használati értékéhez (gyors, megbízható és pontos elemzéshez) képest olcsó MiniPal asztali spektrométerek széles körű és eredményes alkalmazhatósága (lásd még a lapunk korábbi számaiban közölték is). Az elhangzottak lényege a következőkben foglalható össze.

A tablettázott gyógyszerek gyártásánál technológiai okokból fontos ismerni a préserszám kenését szolgáló adalék, a magnézium-sztearát mennyiségét és eloszlását – kezdte előadását dr. Hódi Klára egyetemi tanár (SZTE Gyógyszer technológiai Intézet). Korábban a páztázó elektronmikroszkóppal végezhető XRF elemzéssel csak a tablettá tömegét adó sorbitol anyag szemcséinek felületén lehetett kimutatni a magnézium-sztearátot. Ám a MiniPal készülékkel a tablettá egész felületét elemezhetjük, sőt a felület ismételt csiszolását követően a kenőanyag mélységi eloszlását is vizsgálhatták, tisztázva a sorbitol szemmagyságának a kenőanyag eloszlására gyakorolt hatását.

A MiniPal készülék a gyógyszergyártás minőségbiztosítási rendszerébe is beilleszthető, mivel kiválóan alkalmas a tablettás gyógyszerek porkeverékhez adagolt hatóanyaga homogenitásának gyors, gyártásközi ellenőrzéséhez is! – mutatott rá Hódi professzor. Példaként bemutatta a 36 tömeg% piridoxid-klorid tartalmú porkeverék homogenitás-vizsgálatának eredményeit. A keverési idő és sebesség függvényében a porkeverék klorid tartalmát elemezték EDXRF módszerrel a MiniPal készülékkel és UV spektrofotometriás módszerrel az Unicam Helios Alpha S2 (Spectronic Unicam, Cambridge) készülékkel. Statisztikai T-próbával kimutatták, hogy a kétféle módszer eredményei között nincs szignifikáns különbség, azaz a porkeverékek homogenitása a különleges minta-előkészítést nem igénylő, gyors EDXRF módszert alkalmazó MiniPal készülékkel ellenőrizhető.

A MiniPal készüléket eredményesen használják az olaj- és petrokémia ipar termékeinek minőség-ellenőrzéséhez. A Veszprémi Egyetem munkatársainak eredményeit Miskolczi Norbert foglalta össze előadásában. Eredményeik az EDXRF módszer széles körű alkalmazhatóságát bizonyítják. Ugyanis a különböző kőolajipari termékeket reprezentáló matricokban (i-oktán, n-cetán, fehérolaj) vizsgálták a S, a P, a Zn, a Co, a Ba, a Mo és a K koncentrációját 0 – 50 mg/kg, illetve fehérolaj matricában 0 – 750 mg/kg tartományban is, mégpedig a statisztikai értékelések szerint igen jó eredménnyel. Erre alapozva eredményesen vizsgálták a motorhajtóanyagok S-tartalmát, a kenőolajok Mo-tartalmát, valamint poliolefinek termikus krakkolásával előállított folyadéktermékek S-tartalmát. Végezetül megállapították, hogy az EDXRF módszert alkalmazó MiniPal készülékkel kielégíthető a WDXRF hullámdisziperzív röntgenfluoreszcens módszerre előírt elemzési követelmények is, beleértve elsősorban a S-tartalomra ez évtől bevezetett szigorításokat is.

A fűtőolajok S-tartalmának meghatározásában a MiniPal készülékkel szerzett kedvező tapasztalatairól számolt be Csabai László, a MÁV Gépészeti Központ Olajlaboratóriumának vezetője is. A nemzetközi körviszállásban WDXRF módszerrel, illetve a MiniPal-lal EDXRF módszerrel elemzett olajminták S-tartalma között tapasztalt legnagyobb különbség 2 rel.% volt csupán. Mint mondta, a pontos és megbízható eredményeket szolgáltató MiniPal készülék üzembe állítása számukra azért is nagy jelentőségű, mert az esetleges minőségi reklamációk megalapozottak és alátámasztottak lettek.

A MiniPal ismeretlen minta kalibrálás nélküli (standardless) elemzési programja különösen a hulladékégetőbe beérkező szállítmányok, folyékony és szilárd veszélyes hulladékok gyors ellenőrzésében bizonyult nagy jelentőségűnek – fejtette ki *MiniPal a portás; Minőségi kép az ismeretlen mintáról pillanatok alatt* című előadásában Sasváriné Meszes Erzsébet laborvezető (ONYX Magyarország Kft., Dorog). Az évente mintegy 35 ezer tonna hulladék – még a gépkocsi-szállítmány kirakodása előtti ellenőrzése a MiniPal-lal felvett teljes spektrum alapján – gyors minőségi osztályozása céljából 13 ezer elemzést végeznek. Az égetési technológia szempontjából különösen fontos a hulladékminták S- és halogén- (különösen a Cl-) és nehézfém-tartalmának az ismerete. A kvázi azonos matricú mintákon fél-quantitatív elemzéseket is végeznek, például TCB (tetraklór-benzol – garéi hulladék)

elemzése klóra. De a MiniPal-lal vizsgálják a hulladékok homogenitását is, mivel ez fontos információ az égetést vezető szakember számára.

A különböző, biológiailag káros környezeti minták (pl. szennyvíziszapok, gyógyszermasszák) EDXRF (MiniPal), kalibrálás nélküli gyors elemzési, valamint az erre alapozott, és a főalkotókra (pl. gyógyszerekből S és Cl; izotópokból Pb) kalibrált elemzési tapasztalatait összegezte előadásában dr. Hartváni Zsuzsanna docens (Veszprémi Egyetem, Föld- és Környezet-tudományi Tanszék). Véleménye szerint „a kicsi szép” mottó jegyében a MiniPal sokoldalú alkalmazhatóságát a magas műszaki színvonalú hardvere (a 9 W-os röntgencső, amely kis teljesítménye miatt nem igényel hűtést, és különösen a Si-PIN félvezetős detektor, amely nagy felbontású: 250 eV @ 5,9 keV; a 2048 csatornás (MCA) analízátor) és a sokoldalú szoftvere teszi lehetővé.

Joó Katalin (Atestor Kft.), az egyes előadásokhoz kapcsolódóan, valós elemzési feladatok – miniummal hamisított pirospaprika Pb-tartalmának meghatározása, ismeretlen minta kalibráció nélküli gyors elemzése – elvégzésével szemléltette a MiniPal-2 készülék sokoldalúságát, kalibrálását és kezelőbarát vezérlő és értékelő szoftverjének a használatát.

A szakmai nap befejezésekként külön előadásban összefoglalóan bemutatta a MiniPal készülék sokoldalú alkalmazhatóságát segítő minta-előkészítő berendezéseket. A MiniMill malmot, amelyben az ásványok és a hasonló minták finom szemcséjű porrá őrlhetők és homogenizálhatók; a MiniPress laborprést, amellyel a pormintából elemzésre alkalmas tablettá préselhető, illetve a MiniFuse berendezést, amelyben a minta gyönggyé olvasztható. Így módon kiküszöbölhetők a részecske méretéből és az ásványtani hatásokból eredő elemzési problémák is.

Összefoglalva, a MiniPal-nap jó színvonalú, mindvégig kitartó, érdemi érdeklődéssel és párbeszéddel kísért hasznos tapasztalatcserére volt. A résztvevők kézhez kapták, programfüzetbe kötve, az előadók publikációit és a gyártó legújabb készülékismertetőit. A témák iránt érdeklődők az elhangzott előadásokat megtekinthetik a www.atestor.hu honlapon is.

A MiniPal alkalmazási tapasztalatairól lapunk (AL) korábbi számaiban közölt cikkek:

- Joó Katalin: *Mini-röntgenspektrométer a cementgyártás szabályozásában*, AL 2000/4., 117. oldal
- Joó Katalin: *A MiniPal hordozható, energiadisziperzív röntgenfluoreszcens spektrométer*, AL 2002/4. 119. oldal
- Csabai László: *Mérés tapasztalatok a Philips MiniPal-1 EDXRF készülékkel*, AL 2003/1. 22. oldal
- Miskolczi Norbert, Bartha László: *A Philips MiniPal PW 4025/02 energiadisziperzív röntgenspektrométer olajipari alkalmazásának vizsgálata*, AL 2003/3. 95. oldal
- Joó Katalin: *Gyors elemzés a MiniPal2 EDXRF spektrométerrel*, AL 2005/1. 27. oldal

Lehofer Kornél

Európai Téli Plazma-spektrokémiai Konferencia

Budapest, 2005. január 30. – február 3.

A konferenciát két évenként rendezik meg. Sorrendben a 12. rendezésének a jogát hazánk 2001-ben, a norvég konferencián nyerte el. A Budapesti Corvinus Egyetem épületében megrendezett konferenciánk szakmai programja 150 előadást és több mint 250 posztert tartalmazott, és 24 kiállító termékeit is bemutatta. A 480 résztvevő, a kontinensek mindegyikéről, 30 országból érkezett hazánkba.

A konferencia teljes programját és előadásait az érdeklődők megismerhetik a www.conferences.hu/winter2005 honlapról, illetve az ICP Information Newsletter, Vol 30, 9, 2005 számából. A konferencián elhangzott előadásokból a Journal of Analytical Atomic Spectroscopy, illetve az Analytical and Bioanalytical Chemistry folyóiratok külön számot kívánnak megjelentetni. E két folyóirat képviselőiből és a konferencia szervezőiből álló nemzetközi zsűri naponta három posztert különdíjban részesített, továbbá az Agilent Technologie által felajánlott 2005. évi Európai Plazma kiüntetését a lyoni egyetem professzorának, Jean-Michel Mermetnek ítélte, aki így nyitó előadást tarthatott a konferencián az optikai plazma-spektroszkópia jövőjéről. A konferencián a Yobin Ivon cég felajánlásából először díjazták a Richard Payling poszterelőadást és Paylin- emlékülést is szerveztek.

Két év múlva a 13. konferenciát az olasz spektroszkóposok szervezik Sziciliában, 2007 márciusában.

Dr. Fodor Péter,
a konferencia elnöke