

# Az analitikai kémia szerepe a minőségbiztosításban

Dr. Vorsatz Brunó\*

A minőségbiztosítási rendszerek – mint ismeretes – azt a célt szolgálják, hogy valamely alkatrész, vagy gyártmány előállítása folyamán az előírt minőségben jöjjön létre. A megfelelően szervezett minőségbiztosítási rendszer emellett még az előállítási költségek csökkenésével és a termelékenység növekedésével is jár. További előny lehet az is, hogy olyan gyártmányok is előállíthatók az adott folyamattal, amelyek a minőségbiztosítási rendszer nélkül drágább módon volnának gyárthatók.

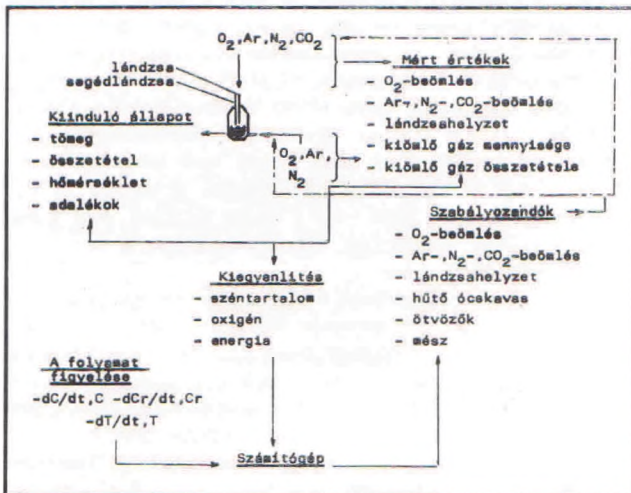
Az előírt minőség a gyártmány több tulajdonságára, illetve jellemzőjére vonatkozik. Ezek között az egyik az anyagi összetétel, vagyis, hogy a gyártmány mely kémiai elemeket, illetve ezek vegyületeit milyen mennyiségben tartalmazza.

A gyártmány minőségi jellemzőire és ezek túréseire vonatkozó előírásokat szabványok, illetve megállapodások írják elő.

A különböző jellemzőkre vonatkozó információk megszerzése fajtáiktól függő módon történik. Az összetételei információk megszerzése az analitikai kémia feladata.

A minőségbiztosítás bonyolult feladat, amennyiben eredményes működést várunk tőle, akkor az adott gyártás egész rendszerét át kell, hogy szője. Ezért általános, illetve teljes tárgyalása helyett csak az analitika szerepének fontosságát – melynek kiemelése jelen írás célja – mutatjuk be az acélgártás területéről vett példákon. Ez azért is célszerű, mert az acélgártás egyik jellemzője, hogy a gyártás folyamán az acél több komponensének mennyiségét is kell változtatni, más komponensek csökkenését pedig ellenőrizni kell. Mindezek millió tonna nagyságrendben gyártott anyagra vonatkoznak, ezért a minőségbiztosítás kedvező eredményei jelentős haszonnal járnak.

Mint ismeretes, az acélgártásnál a kiinduló betét szénttartalmát az előírt szintre kell csökkenteni, más elemek mennyiségét pedig egy bizonyos határ alatt kell tartani, egyes ötvözők mennyiége is beállítandó és eközben a gyártási körülményeket a meghatározott optimumon kell tartani több 10 – 100 tonnás adagnál, 1700 °C körüli hőmérséklet mellett. Ehhez még azt is hozzá kell tenni, hogy az adagidők a ma elterjedten alkalmazott oxigénbefúvós konverteres acélgártási eljárásnál 45 perc körüliek. Oxigénbefúvós konverterüzem egy adagjánál az összes bevitt hőenergia félezer GJ nagyságrendű, ezért ha az előírt összetétel a minőségbiztosítási rendszer, illetve az annak részeként működő folyamatszabályozás segítségével akár perc nagyságrendű idővel hamarabb érhető el, ez mind a megtakarított hőenergia, mind pedig a kemence termelékenységének növekedése által jelentős haszonnal jár, a minőség biztosítása mellett.



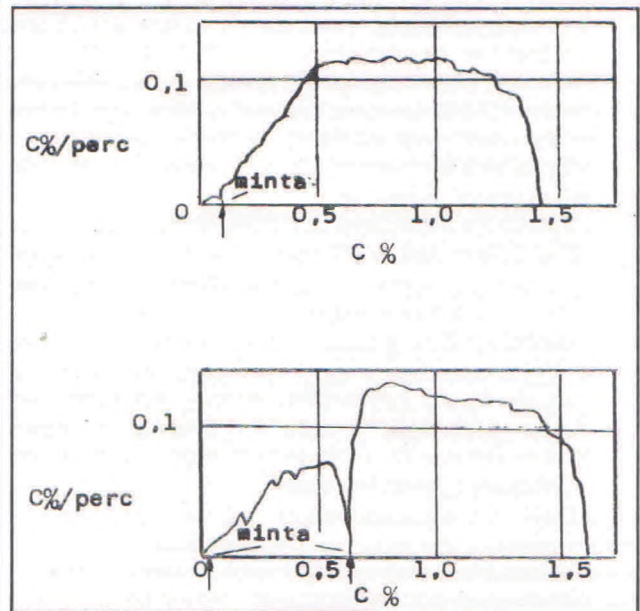
1. ábra Oxigénbefúvós acélgártó konverter dinamikus modellel vezérelt folyamatszabályozó rendszere

\* nyugalmazott egyetemi tanár

Az 1. ábra ennek az új eljárásnak a folyamatszabályozó rendszerét mutatja vázlatosan. Az olvadék aktuális állapotát dinamikus modellel figyelik és szabályozzák. A modellt, kiindulva az ismert kezdeti kémiai összetételről mért gázelegy-összetételből, folyamatosan számítja a karbonoxidáció, valamint a krómleégés sebességét, és megadja a szükséges információkat a befűjt gázelegy összetételének folyamatos beállításához és az idő, valamint a szénttartalom-csökkenés sebességéből – az adalékok és ötvözők mennyiségének figyelembevételével – kiszámítja a modell az aktuális szénttartalmat.

A folyamat állandó felügyeletével elérhető a termodinamikai egyensúlyhoz közeli állapot, aminek eredménye az olvadék alacsony oxigéntartalma, ezáltal pedig a kis krómvesztés. [1].

A 2. ábrán a szénttartalom csökkenésének a sebessége látszik az olvadékban. Az ábra felső része a dinamikus modellel működő eljárásnál mutatja a szénttartalom-csökkenés sebességét az olvadék szénttartalmának függvényében egy Cr-Ni-acéladagnál, míg az alsó ábrán ugyanez látszik konvencionális adagvezetésnél. A folyamatmodellezés segítségével egy mintavétellel érhető el az előírt szénttartalom, míg a konvencionális eljárásához két mintavételre van szükség, ami hosszabb adagidővel és a gyártási folyamat megzavarásával jár [2].



2. ábra A szénttartalom-csökkenés sebessége az acél szénttartalmának függvényében, dinamikus modellel vezérelt folyamatszabályozásnál (felső diagram), és a klasszikus gyártási eljárásnál, (alsó diagram).

Az említett konverteres acélgártásnál az összetételre vonatkozó információkat két módon nyerhetjük: közvetlen elemzéssel, vagy közvetve, mintavétel és a minta megvizsgálása segítségével.

Közvetlen elemzéssel határozhatók meg a be- és kiömlő gázok és mennyiségük, valamint az olvadék oxigéntartalma; a szénttartalom és a többi elem meghatározásához mintavétel szükséges. A mintavétel a segédláncsán keresztül történhet. A közvetett elemzéshez kivett mintákat a konverter közelébe telepített, gyorslemezest végző műszerek (C, S, N, H-meghatározó automaták, illetve spektrométer) dolgozzák fel, vagy a minták gyorsítóvártással (pneumatikus gyorsposta) az analitikai laboratóriumba kerülnek, ahol mind a műszerek, mind pedig a nedves kémiai elemző módszerek rendelkezésre állnak.

Ugyancsak jelentős előny származik az erősen ötvözött öntészeti acélok gyártásánál, az összetételei információk gyors megszerzése által, mivel ezeknél az acéloknál elsősorban az összetétel a minőség meghatározója. Az előnyök itt is összetételei túrés alsó határa körüli ötvözéssel

megtakarított drága ötvözők (Cr, Ni, Mo) árából és a – percekkel is – megrövidült olvasztási idő következtében megnőtt termelékenység révén keletkezhetnek.

Az összetételei információk megszerzésénél az ilyenfajta esetekben az időfaktor határozza meg a megválasztandó elemző módszert. A spektrométerek mindenképpen előnyösen alkalmazhatók, mert az egyszerű mintaelőkészítés és a perc nagyságrendű elemzési idő 1–2 % relatív hiba mellett jelenleg más módszerrel nem érhető el. Bizonyos különleges ötvözeteknél azonban – 30–40 %-os összetevők meghatározása – már nem alkalmazható az optikai színekpelemzés, ezért más módszert kell használni. A röntgen-fluoreszcencia-spektroszkópia ilyen esetekben előnyös lehetőségeket nyújt, a nedves kémiai elemzés azonban nem mellőzhető olyan esetekben, amikor a megfelelő hitelesítő minta – azaz a megelemzendő ötvözethez hasonló, ismert összetételű minta nem áll rendelkezésre.

Mivel a színekpelemzés relatív módszer, tehát hitelesítő mintát igényel, a röntgen-fluoreszcencia-spektroszkópiával való elemzésnél is szükség van hitelesítő anyagokra, ezért ezeknek nagy jelentőséget kell tulajdonítani, mert a mérési eredmények hitelessége nagy fontossággal bír a minőség szempontjából.

Azok az elemző módszerek, amelyek közvetlen összetételei információkat adnak az acél összetételéről, ma még csekély számban állnak rendelkezésre. (Oxigénelemzés, [3] egyes esetekben a szén meghatározása [4], ezért a jelenleg még kísérleti állapotban lévő néhány kezdeményezés fejlesztése indokolt.

## Összefoglalás

A minőségbiztosítás bonyolult rendszerében az összetételei információk figyelése és ennek alapján történő szabályozása mind a minőség, mind pedig a gazdaságosság szempontjából jelentős előnnyel bír. Ezért a folyamatszabályozásra használható analitikai eljárások fejlesztése és alkalmazásuk kiterjesztése még nagyobb szerepet játszhat a minőségbiztosításban.

932 063 112

## Irodalom

- [1] Holzhauser, J.F., Scheller, P.R., Wiedmeier, F.J., Zörcher, H.: Stahl und Eisen 112(1992) Nr. 6.97–102. old.
- [2] Heinke, R. et al.: Proc Int. Oxygen Steelmaking Congress Linz, 1987.
- [3] Hereaus–Elektro Nite Int. N.V. Belgium, Houthalen
- [4] Tectip S, Leads & Northep Ltd. England, Birminghami

## HÍREK

### Analitikai mérések minőségbiztosítása szakcsoport megalakulása

1989. novemberében 10 európai ország vezető analitikusai megalapították az EURACHEM szervezetet, amelynek keretében az analitikusok megbízható, validált kémiai analíziseket végezhetnek. 1990. júniusában 12 ország írta alá a Memorandumot és 1990. év végére már 16 ország vett részt a szervezet munkájában.

Az EURACHEM tevékenysége iránti érdeklődés folyamatosan nő és ma már az Egyesült Államok-beli National Institute of Standards and Technology (NIST), a Federation of European Chemical Societies, valamint az ADAC International is bekapcsolódott a munkába.

Lengyelország 1992. májusában küldte el szakembereit az oslói találkozóra. Mivel a volt szocialista országok nem tagjai az Európai Közösségnek, ezért jelenleg csak megfigyelőként vehetnek részt a munkában. Hazánkat az OMFb megbízásából dr. Fodor Péter egyetemi docens (Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem) és dr. Hlavay József egyetemi docens (Veszprémi Egyetem) képviselték.

Az EURACHEM évente több alkalommal tart ülést, amelynek keretében a minőségbiztosítás legfontosabb kérdéseit tárgyalják. A bizottság legutóbbi összejövetelén nyilvánosságra hozták az analitikai laboratóriumok akkreditálásáról szóló javaslatot, amely szerint az EN 45000 és az ISO Guide 25 szabványok alapján minősíthetik a laboratóriumokat: Accreditation for Chemical Laboratories.

Az útmutató elfogadása után az Európai Közösség és az EFTA országokban a termékek minőségbiztosítása ezen szempontok alapján történik.

Az 1992. november 12-én megtartott Minőségügyi Világnapra kiadott munkaanyag (Dr. Veress Gábor: Jövőkért, a minőségért) világosan megfogalmazta tennivalóinkat. A feladat sokrétű. számos szervezetnek, ipari és intézményi szakembernek kell összefognia a minőségügy egész társadalmat érintő fejlesztéséért, oktatási rendszerének kialakításáért.

A Veszprémi Egyetemen posztgraduális képzésben analitikai mérések minőségbiztosítása címmel – az országban elsőként – szakmérnöki szakot indítottunk. A 4 féléves, 444 órás kurzus elvégzése után a hallgatók analitikai minőségbiztosítási szakmérnök oklevelet nyernek. Az első évfolyam 1993. decemberében végez, a következő szakmérnöki szakot 1993. októberében kívánjuk indítani.

1993. március 26-án a Magyar Kémikusok Egyesülete Analitikai Szakosztályán belül analitikai mérések minőségbiztosítása szakcsoport alakult. A szakcsoport egyben a hazai EURACHEM szervezet is EURACHEM/HUNGARY néven.

Az analitikai mérések minőségbiztosítása és az analitikai laboratóriumok akkreditálása érdekében a szakcsoport a következő feladatokat vállalta:

- A szakcsoport munkája során tájékoztatja az analitikai laboratóriumokban dolgozó munkatársakat a minőségbiztosítás és akkreditálás legfontosabb tudnivalóiról, a különböző területeken folyó körelemzésekről, hiteles anyagmintákról, új referencia anyagokról, a nemzetközi szervezetek tevékenységéről és a kapcsolódási lehetőségekről. Minden olyan információt megosztunk, amely megkönnyíti és szakszerűvé teszi az analitikusok minőségbiztosítási munkáját. Külön figyelmet fordítunk a minőségügyi fogalomrendszer magyar kifejezéseinek megalkotására, az egységes és világos fogalmak használatára. A szakcsoport feladata a megbízható, validált analitikai mérésekkel kapcsolatos valamennyi tevékenység oktatása és koordinálása.
  - Az analitikai mérések minőségbiztosításának oktatásába be kívánjuk vonni a szakmai szervezeteket, az MKE Analitikai Szakosztálya és az MTA Kémiai Osztálya számos munkabizottságot foglal magába és ezekben a szervezetekben tevékenykednek az analitikával foglalkozó szakembereink. Feladatuk, hogy a legmodernebb analitikai módszereket széles körben ismertessék és megtanítsák minden érdeklődő számára. Ezekkel a munkabizottságokkal szoros együttműködünk. A közös munka egyik lehetséges módja például egy konkrét akkreditálási eljárásra kiválasztott ad hoc bizottság, amelynek tagjai mind a mérési módszert, mind a mérési eredmények validálásának lépéseit megtanítják az adott laboratórium szakembereinek.
  - A szakcsoport együtt dolgozik a minőségügy államigazgatási szervezeteivel (pl. Országos Mérésügyi Hivatal, Országos Szabványügyi Hivatal). Bár a szakcsoport szigorúan csak az analitikai mérések minőségbiztosításával, a mérési eredmények és módszerek validálásával foglalkozik, tevékenysége szervesen illeszkedik a termékek minőségbiztosításának folyamatába. A közös nyelv használata nagymértékben elősegíti minőségügyi kultúránk színvonalának emelését.
- Az analitikai mérések minőségbiztosítása szakcsoport tagja lehet minden szakember, aki megbízható analitikai mérésekkel foglalkozik. A jelentkezési szándékot a MKE Titkárságán kérjük jelezni nevének, munkahelyének és értesítési címének megadásával.

Dr. Hlavay József – Dr. Fodor Péter

# Hiteles anyagminták használatának szükségessége

Beregi András\*

A mai korban egyre kevésbé vetődik fel annak a kérdése, hogy szükség van-e vagy sem egy ipari folyamatban a minőség előállítására és folyamatos ellenőrzésére. Sőt, egyre inkább elterjedt az a vélemény, hogy a minőséget meg kell tervezni, és folyamatosan biztosítani kell; vagyis egyre elfogadottabb, hogy a minőségbiztosítási rendszerekre szükség van.

Engedjék meg, hogy én egy igen szűk, speciális problémával foglalkozzam, de ami igencsak fontos, a hiteles anyagmintákkal, azok használatának szükségességével, sőt ezen belül is a kémiai, spektrokémiai etalonokkal.

A hiteles anyagminta használata vagy „házi” etalonok használata régi műszaki, tudományos, de főleg anyagi vonzatai miatt létező probléma [2, 3].

Az Európához való csatlakozás óhaja és kényszere mostanra eldőlt a kérdést: *hiteles anyagmintát (etalont) használni kell!*

A minőségbiztosítási rendszerekkel foglalkozó nemzetközi szabványok, ISO 9003, 9004 és az EN 45001; kimondják, hogy az ilyen rendszerrel rendelkező, illetve rendelkezni óhajító laboratóriumoknak pontos nyilvántartást kell vezetni a hiteles anyagminta-készletről, felhasználásukról, és azokat használni is kell.

A hiteles anyagminták használatának módjáról, legalábbis a spektrométeres etalonokérol, valamint egyes fogalmak meghatározásáról a magyar MSZ 33.0907/1-83 szabvány szól.

Minekutána eldőlt tehát, hogy a hiteles anyagmintákat használni kell, nemcsak vitrinbe tenni és mutogatni auditok és más ellenőrzési alkalmakkor, vizsgáljuk meg, hogy mi is a hiteles anyagminta.

Az 1991. évi XLV (45.) a mérésügyről szóló törvény és az azt kiegészítő 127/1991. sz. Korm. rendelet [1] az alábbiakat mondja:

- „A használati etalon és a vele egy tekintet alá eső hiteles anyagminta olyan mérőeszköz, amely alkalmas a mennyiség egységének és/vagy helyes értékeinek előállítására és más mérőeszközre való továbbábrázolásra.”, továbbá:
- „Joghatással járó mérés a mérési feladat elvégzésére alkalmas hiteles mérőeszközzel vagy használati etalonnal ellenőrzött mérőeszközzel kell végezni.”

E törvény értelmében már az sem elegendő, hogy a hiteles anyagmintákat kell használni, mert követelmény egy minőségbiztosítási rendszer kiépítéséhez és működtetéséhez, hanem egy, a szabványoknál magasabbrendű jogszabály – törvény – kimondja, hogy használatuk kötelező.

Gond leginkább abból adódik, hogy ezek a hiteles anyagminták drágák. Személyes tapasztalat alapján is tudom, hogy sokszor igencsak nehéz egy gazdasági vezetőnek (aki a pénzt adja) elmagyarázni, hogy miért kerül egy 15 dekás vasdarab többre, mint 1–2 tonna acél, vagy egy marék föld (talajetalon esetében) többre, mint egy háztelek.

Maradva a spektrométeres acél és nyersvas etalonoknál, ezek azért kerülnek olyan sokba, mert előállításuk elég komplikált.

Egyrészt kohászati szempontból speciális kényszer technológiákat kell alkalmazni a megfelelő anyagszerkezet és összetétel biztosítására, ideértve az összes szükséges segédműveletet is, mint felület tisztítás, kőszerűlés, darabolás, jelölés, metallográfiai vizsgálat stb.

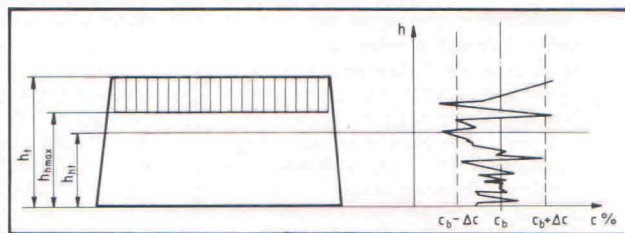
Miután idáig az előírás során eljutottunk, már minden eldőlt az anyag minőségével kapcsolatban, de még „semmit” nem tudunk róla.

Az elkészített minták egy részét (10–15%-át) kivesszük a mennyiségből és spektrométerrel mellemezzük. A kapott eredmények matematikai statisztikai kiértékelése, illetve a kiértékelés eredménye mondja ki a mindent eldöntő szót az anyag minőségéről.

Ha a kiértékelés eredménye jó, akkor az azt jelenti, hogy az egyedi darabok egymáshoz való összetételbeli egyezése megfelelő, és ezt nevezzük makrohomonitásnak. Amennyiben ez a feltétel nem teljesül, úgy az egész adag selejtnak minősül, el kell dobni.

A következő vizsgálat az ún. mikrohomogenitász vizsgálata, vagyis az egy mintadarab térfogatán belüli összetételi egyezés. Ez különösen a közvetlenül öntéssel készített típusok esetében fontos, ugyanis megadja a

minta használható, vagyis hasznos magasságát, amelyre a bizonylaton feltüntetett koncentrációérték érvényes, (1. ábra).



1. ábra: A minta jellemző méretei:  $h_t$  – a minta teljes magassága;  $h_{h \max}$  – a minta maximálisan lehetséges hasznos magassága;  $h_{h t}$  – a minta tényleges hasznos magassága;  $c_b$  – a bizonylaton szereplő koncentráció;  $\pm \Delta c$  – a megbízhatósági tartomány határai

A makro- és mikrohomogenitász megállapítása után következnek a tényleges, pontos, a bizonylatban feltüntetendő koncentrációérték meghatározása. Ezt nemzetközileg elfogadottan kizárólag kémiai körvizsgálat dönti el, lehetőség szerint nemzetközi körvizsgálat.

Ez feltételezi, hogy minden egyes bizonylatolt elemet legalább hét, egymástól független kémiai laboratórium vizsgálja meg, minél több módszerrel (vakuumspektrométeresen kívül) és ezen belül is lehetőleg valamilyen abszolút, hagyományos, nedveskémiai módszerrel. Ezeket a vizsgálati eredményeket is a matematikai statisztika módszereivel feldolgozzuk, kiértékeljük, és ennek eredményeként meghatározzuk a bizonylatra kerülő koncentrációértékeket és a megbízhatósági tartományokat elemenként.

Ebben az állapotban mintáink összehasonlítható mintáknak nevezhetők (angolul: reference material, RM.) bizonylatot a gyártó kiadhat róla, melynek értékeit ő maga garantálja.

Ezek után, ha hiteles anyagminta rangjára akarjuk emelni, akkor a teljes dokumentáció melléklésével a mérésügyi törvényben meghatározott szervhez kell fordulni – ez Magyarországon az Országos Mérésügyi Hivatal –, amely erre a hitelesítésre jogosult. Az OMH megvizsgálja az eredményeket, az alkalmazott vizsgálati és matematikai statisztikai kiértékelési módszereket, ezeket ha jónak elfogadja, és azt okiratban elismeri, mintáink hiteles anyagmintákká válnak.

Az előbb elmondottak szemléltetni igyekeztek egyrészt, hogy nem egész egyszerű dolog hiteles anyagmintát előállítani, és hogy ez miért drága; másik oldalról pedig azt kell mondanom, hogy a hiteles anyagminták, beállítók és összehasonlítható minták igen olcsók, ha figyelembe veszem – annak ellenére, hogy fogynak, tehát pótlásukra periódikusan csak rá kell szánni valamennyi pénzt –, hogy az egy év alatt elhasznált etalonok és beállítók ára egyetlen selejtté minősített nyersvas- vagy acéladagénak töredéke csupán.

**Összefoglalva** tehát azt mondhatom, hogy hiteles anyagmintákat használni:

- kell, mert a minőségbiztosítás terén csak így lehet Európába jutni;
- kötelező, mert a mérésügyi törvény előírja;

**A hiteles anyagminta:**

- Drága, mert előállítása komplikált, igényes kísérleti jellegű minden adag esetében;
- Olcsó, mert a beszerzésére fordított költségek töredékei csupán egyetlen elrontott vas- vagy acéladagénak.

932 065 113

## Irodalom

- [1] Mérésügyi Közlemények 1. 1992. Mérésügyi törvény és a végrehajtásáról szóló Kormányrendelet
- [2] Gegus E., XXIV. MSZV, Miskolc, 1981., 23. oldal
- [3] dr. Répás P., dr. Gegus E., Bányászati és Kohászati Lapok – Kohászat, 121. évf. 1988. 2. sz. 58. oldal

\* Ferroetalon Kft., Dunaújváros