

NÉMETH NORBERT, FÖLDESSY JÁNOS,

# NYERSANYAGKUTATÁSI MÓDSZEREK

11



A Műszaki Földtudományi Alapszak tananyagainak kifejlesztése a  
TÁMOP 4.1.2-08/1/A-2009-0033 pályázat keretében valósult meg.

---

## XI. MINTÁZÁS MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSA, LABORATÓRIUMI MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATOK

---

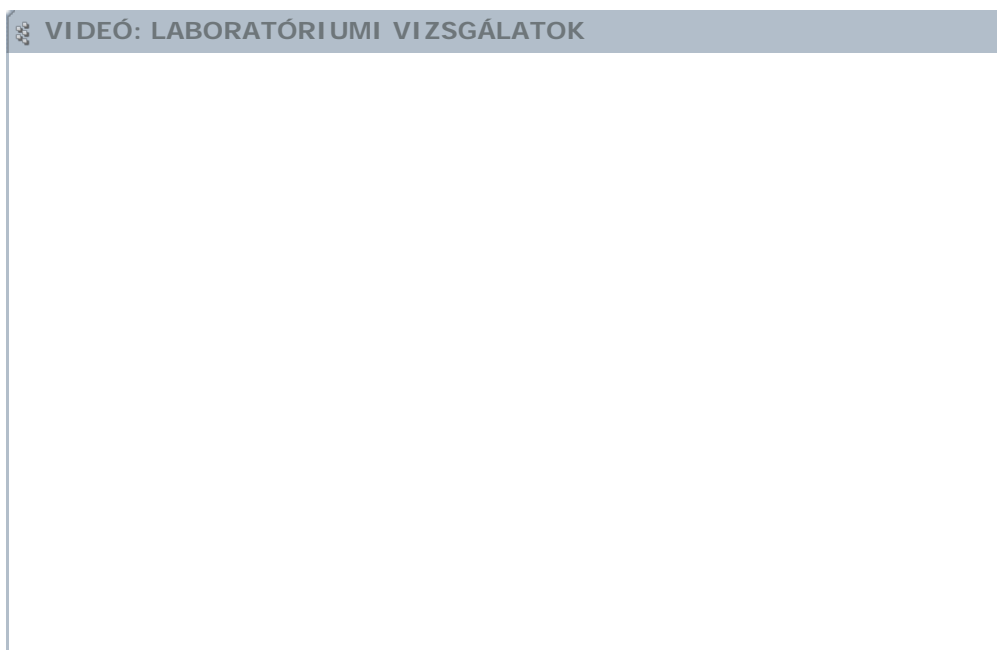
### 1. MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSI ESZKÖZÖK

Az előzőekből következik, hogy a mintavételnél szükségképpen hibát viszünk a minőségbecslési folyamatba. Ennek a mértékét azonban gondos előtervezéssel és ellenőrző mérésekkel csökkenthetjük, illetve a hibákat és azok mértékét felderíthetővé tehetjük.

A reprezentativitás megközelítése érdekében **minőségbiztosítási szabályok** és előírások alkalmazására van szükség. Ez bármilyen mintavétel esetén érvényes. Van néhány különös megoldás, ami a nyersanyagkutató programok mintázására jellemző.

Ezek közül a néhány fontosabb:

1. A mintázást hozzáértő szakembernek kell terveznie, felügyelnie és dokumentálnia, írásban mintavételi tervbe foglalnia.
2. A mintázási tervben tartalmazott minőségbiztosítási elveket a kutatás folyamán folyamatosan kell alkalmazni (minőségbiztosítási eljárásrend).
3. A dokumentálás alatt a terepi jelölést és az írott/elektronikus dokumentációt egyaránt érteni kell.
4. A nyersanyagkutató célú minták anyagát, azok minden részmintáját a kutatás teljes lezárásáig meg kell őrizni.
5. A mintázási programban a minőségbiztosítási célra készített almintákat kell a mintafolyamba illeszteni és elemeztetni.
6. A keresett paraméter kimutatására alkalmas vizsgálatokra akkreditált laboratóriumokban elemeztessünk.



### 2. MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSI MINTATÍPUSOK

A minőségbiztosítás céljára az alábbi minőségbiztosítási mintatípusokat kell egy-egy kutatási program során elkészíteni és alkalmazni:

**Terepi duplikátumminta:** a mintázási program során bizonyos véletlenszerűen kiválasztott mintázási helyekről a programban szereplővel teljesen megegyező módon nem egy, hanem két mintát veszünk, és küldünk előkészítésre, elemzésre.

**Standard minta:** Célja az analitikai pontosság ellenőrzése. Olyan nagy tömegű minta, amely a vizsgált előfordulás

kőzettani-földtani felépítéséhez hasonló, és hasonló értéktartományban tartalmazza a vizsgálandó minőségi paramétereket, mint a kutatás során várható mintaanyag. A standard minta 1-1 almintáját a nagyminta gondos homogenizálása után a mintázási tervben megszabott gyakorisággal a laboratóriumba küldött mintafolyamba illesztjük.

First issued: November 2000  
**Table 1 - CCU-1c Certified Values**

Element	Unit	Mean	Within-Lab Standard Deviation	Between-Lab Standard Deviation	95% confidence limit
Arsenic	µg/g	34	4	9	6
Cadmium	µg/g	136	5	12	6
Calcium Oxide	%	0.15	0.02	0.02	0.01
Carbon	%	0.09	0.01	0.02	0.01
Copper	%	25.62	0.07	0.12	0.05
Gold	µg/g	4.94	0.29	0.22	0.13
Iron	%	29.34	0.48	.68	0.28
Magnesium Oxide	%	1.02	0.04	0.06	0.04
Manganese	%	0.012	0.002	0.002	0.001
Molybdenum	µg/g	20	2	5	4
Selenium	µg/g	107	16	23	15
Silicon Dioxide	%	2.52	0.07	0.16	0.10
Silver	µg/g	129	2	5	2
Sulphur	%	33.3	0.2	0.5	0.3
Zinc	%	3.99	0.06	0.19	0.07

**11.1 ábra: Egy elemzési standard minta vizsgálati bizonylata**

*A mintát a vízszintes sorokban szereplő kémiai elegyrészekre vonatkozóan elemezték. A második oszlopban az értékek mértékegységei szerepelnek. A harmadik oszlop mutatja a számtani középértéket. A negyedik oszlop tünteti fel a laboratóriumok saját belső kontrolljának szórás értékét, az ötödik oszlop az egyes laboratóriumok közötti eltérések szórásértékét, a hatodik oszlop pedig a 95 % konfidenciaszinten elfogadható intervallumot (kétszeres szórásnyi eltérés a középértéktől).*

**Blank minta:** Célja a mintaelőkészítés során elkövetett hiba ellenőrzése. Olyan nagy tömegű minta, amely a vizsgált előfordulás közettani-földtani felépítéséhez hasonló, de a vizsgálandó minőségi paraméterek értékei benne a mérési értéktartományon kívülre esnek.



**11.2 ábra: Ércelőfordulások kutatása esetében megfelelő blank minta**

*Egy, az előfordulás érchordozó kőzetéhez hasonló litológiájú, de ércmentes minta. Ez az egyedüli olyan eszköz, amellyel a minták laborbeli előkészítés során bekövetkező átszennyeződése felderíthető.*

**Előkészítési duplikátum-vakminta:** Célja a mintaelőkészítési és elemzési hiba együttes ellenőrzése. A mintafolyamból a mintázási tervben megszabott gyakorisággal véletlenszerűen kiválasztott minta előkészített másolati mintája az eredetitől eltérő mintaszámmal.

**Külső kontrollminta:** Célja a laboratórium elemzési pontosságának ellenőrzése. A mintafolyamból a mintázási tervben megszabott gyakorisággal véletlenszerűen kiválasztott minta előkészített másolati mintája az eredetitől eltérő mintaszámmal.



11.3 ábra: A mintaelőkészítési duplikátummintákat a minta kisebbítés során, ugyanabból az örlésből veszik és küldik elemzésre

A minőségbiztosítási célú minták 1-1 almintáját a nagyminta gondos homogenizálása után a mintázási tervben megszabott gyakorisággal – pl. minden 40 minta esetén 1 standard minta elemzése, 1 blank, 2 duplikátum, 1 külső kontroll – a laboratóriumba küldött mintafolyamba illesztjük.

### 3. MINTÁK MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

Az ásványvagyonbecsléshez a minták fizikai és összetételei paramétereinek mérésére van szükség. A legfontosabb fizikai paraméter a térfogatsúly, de bizonyos nyersanyagoknál hasonlóan fontos lehet a porozitás, keménység, nedvesség tartalom stb. Az összetételei paraméter vonatkozhat az anyagszemcsék méreteloszlására, anyagminőségére, égéshőjére, az ásványi nyersanyagok jelentős részében a kémiai összetételére.

Az anyag előzetes minősítése már elemzés előtt, a terepen megtörténik, hiszen ennek alapján jelöljük ki a mintavételi helyeket. Az ebben a szakaszban elkövetett hibák azután a kutatás teljes további menetére befolyással vannak, hiszen a laborok csak jól feltett kérdésre tudnak jól felelni. A kutatási terv egyik sarokpontja ezért a minősítő vizsgálatok fajtáinak és laboratóriumainak jó kiválasztása.

A minták vizsgálata laboratóriumokban történik. A laboratóriumokat az egyes vizsgálatfajtákra nemzeti és nemzetközi hatóságok hitelesítik, akkreditálják. Csak akkreditált laboratóriumokból származó eredmények tekinthetők a későbbi ásványvagyonbecslés szempontjából hitelesnek.

A laboratóriumba érkező előkészített mintákon minősítő vizsgálatokat végeznek, melyek fajtáit, típusát mindig a kutatást irányító mérnök írja elő. Azaz, csak arra fogunk eredményt kapni, amilyen vizsgálatot kértünk.

A vizsgálati, elemzési módszerek legnagyobb részét – az összehasonlíthatóság érdekében – szabványok, vizsgálati protokollok írják le. Ezek lehetnek vállalati, nemzeti vagy nemzetközi érvényűek. Előfordulhat, hogy ugyanarra a minősítendő paraméterre párhuzamosan több, eltérő módszereket követő eljárás létezik.

A minősítési követelmények igen változóak. A szabványosított minősítő vizsgálatokat a zúzottkő minőségi vizsgálatainak példáján mutatjuk be:

A **zúzottkő** az egyik legnagyobb mennyiségben felhasznált ásványi nyersanyagunk. Útépítéshez, vasútépítéshez, gátak építéséhez egyaránt használjuk. Az alábbi két vizsgálatfajta a zúzottkő termékek alapvető minősítési eljárásához

tartozik.

## Forgódobos zúzottkővizsgálatok

Az útpályába beépített kőanyagoknál a járműforgalom által létrehozott dinamikus igénybevételek hatására bekövetkező változások meghatározására szolgálnak. A laboratóriumi kőzetfizikai vizsgálatok során a kőanyagot forgódobba helyezünk, ahol a szemek forgó mozgás közbeni súrlódása és egymáshoz, illetve a dobok falához ütdése következtében aprózódnak. A vizsgálatok során ezen kívül még koptatótöltet-acélgolyók is fokozzák a kőzetminta kopását.

A minősítéshez használt eljárások:

- Los Angeles vizsgálat
- Mikro-Deval vizsgálat

### LOS ANGELES VIZSGÁLAT (MSZ EN 1097-2: 2000)

A Los Angeles vizsgálatot nagy átmérőjű (711 mm) forgódobban kell végezni, ahol az igénybevételt a forgódobban a terelőlemezeiről a kőanyagra leeső nagyátmérőjű (45-49 mm), adott tömegű (400-445 g) acélgolyók valamint a dob belső felületén való súrlódás biztosítja. A vizsgálat így úgynevezett koptató. A dob forgási sebessége percenként 31-33 fordulat.

A vizsgálati szabvány (MSZ EN 1097-2:2000) a 10/14 mm szemnagyság határú halmaz vizsgálatára adja meg a vizsgálattechnikai paramétereket. A 10/14 mm-es, 5000±5g tömegű szemcsehalmazhoz 11 db acélgolyót kell adni. A 11 darabos golyókészlet össztömege 4690-4860 g kell legyen. A vizsgálati adag szemmegoszlása feleljen meg a következő követelményeknek:

- a) 60-70% között essen át a 12,5 mm-es vizsgáló szitán, vagy
- b) 30-40% között essen át a 11,2 mm-es vizsgáló szitán.

A tiszta vizsgálódobba először a golyókat kell a berendezésbe helyezni, majd a vizsgálati mintát. A dobot lezárjuk és a vizsgáló berendezésben 500-szor megforgatjuk. A vizsgálat után a dobban lévő anyagot maradéktalanul kivesszük és a golyókat különválasztjuk, a kőanyaghalmozatot az 1,6 mm-es vizsgáló szitán átszitáljuk és tiszta vízszűrővel átmoszuk. A fennmaradt anyagot szárítószekrényben tömegállandóságig szárítjuk, majd kihűlés után meghatározzuk a tömegét.

A Los Angeles aprózódás mértékét minden egyedi vizsgálati mintára vonatkozóan a következő képlettel számítjuk ki:

$$LA = \frac{5000 - m}{50},$$

ahol LA a Los Angeles-együttható (m%) és m pedig az 1,6 mm-es szitán fennmaradt anyag tömege (g).



11.4 ábra: Los Angeles vizsgálatra alkalmas forgódobos koptatóberendezés

### ***MIKRO-DEVAL VIZSGÁLAT (MSZ EN 1097-1: 1998)***

A szabvány valamely kőanyaghalmoz-minta kopási ellenállásának vizsgálati módját írja le. A mikro-Deval vizsgálatot egy  $154 \pm 1$  mm átmérőjű  $200 \pm 1$  mm hosszú, vízszintes tengelyű forgódobban  $10 \pm 0,5$  mm átmérőjű acélgolyókból álló koptatótöltettel készül. A kőanyaghalmoz, a koptatótöltet és a dob belső felülete között fellépő súrlódás aprózza a mintát. A dob forgási sebessége percenként  $100 \pm 5$  fordulat. A mikro-Deval vizsgálat készülhet száraz és vizes eljárással. A vizes eljárásnál a mintához adott mennyiségű ( $2,5 \pm 0,05$  l) vizet kell tölteni. Így az aprózódás közet szövetét a víz hatásával fokozottabban veszi igénybe. A vizsgálattechnikai előírások a vizsgált minta szemnagyságához adják meg a mintamennyiséget, a koptatótöltet tömegét és az összfordulatszámot. Az európai vizsgálati szabvány (MSZ EN 1097-1:1998) a 10/14 mm szemnagysághatárú halmoz vizsgálatára adja meg a vizsgálattechnikai paramétereit.

A mikro-Deval aprózódást minden egyedi vizsgálati mintára egy tizedesre kerekítve a következő képlettel számítjuk:

$$M_{DE} = \frac{500 - m}{5} ,$$

ahol  $M_{DE}$  a mikro-Deval aprózódás vizes állapotban (m%),  $m$  pedig az 1,6 mm-es szitán fennmaradt méreten felüli anyag tömege (g).



11.5 ábra: Mikro-Deval vizsgálatra alkalmas forgódobos koptatóberendezés

## Érces anyagok minősítő anyagvizsgálata

Az általánosan elfogadott eljárás az AAS, ICP-AES, ICP-OES, ICP-MS, INAA spektrometriai elemzési eljárásokkal történő minősítés. Ezeknek különböző előkészítési, elődúsítási módszerekkel történt kombinációjával fejlesztettek ki különböző speciális vizsgálati eljárásokat.

Az alábbi példa egy nemzetközi akkreditált anyagvizsgáló laboratóriumhálózat (ALS Chemex) által kínált aranyelemzési módszereket sorolja fel. Az eltérő módszerek különböző szemcseméret- és koncentráció-tartományba tartozó, részben szulfidhoz kötött arany-, részben természetes arany-dúsulást tartalmazó minták optimális koncentráció-meghatározására alkalmasak. A 12-féle eljárás mindegyike a minta Au-tartalmának vizsgálatára alkalmas, de különböző ásványtani összetétel, várható értéktartomány, kioldási technológia esetén eltérő az eljárás pontossága és a módszer bonyolultsága.

Az alábbi vizsgálatfajták mindegyike a kőzetekben lévő aranytartalom kimutatására alkalmas. A vizsgálatokhoz az érces anyagot háromféle feltárással készíthetik elő:

**Tűzi olvasztás (fire assay):** a minta aranytartalmát nagy hőmérsékleten megolvasztják, majd ólommal szilárd oldatba viszik, amely a salakban maradó, meg nem olvadt szilikáttól, karbonáttól elkülöníthető. A keletkezett ólom-arany regulusból az ólmot újabb alacsony hőmérsékletű olvasztással kiűzik, majd a szilárd állapotban maradt aranyat királyvízben feloldják, és az oldat arany tartalmát AAS, INAA spektrometriával mérik. Az elemzéssel a minta teljes aranytartalma kimutatható.





11.6 ábra: Tűzi eljárással történő feltárára előkészített ércminták nemesfémvizsgálásra  
Az űzőkében lévő mintákat ólommal együtt kemencében olvasztják meg.

**Cianidálásos kioldás:** a mintát NaCN oldattal reagáltatva a cianidban oldható (nem szulfidhoz kötött) aranytartalmat kioldják, és az oldat arany tartalmát AAS, INAA spektrometriával mérik. Az elemzéssel a minta szabad (nem szulfidhoz kötött) aranytartalma mutatható ki (Cyanidation, BLEG elemzések).

**Királyvizes kioldás:** A mintát HCl és HNO<sub>3</sub> megfelelő arányú keverékében oldják. Ekkor az arany feloldódik más elemekkel együtt, amelyek szintén kimutathatóak lesznek a mintából.

### Gold and Silver Analyses

Code	Method	Sample Weight	Imperial Range	Metric Range	Price
1A1	Au Fire Assay-INAA (geochem)	30 g		1-20,000 ppb	\$10.00
1A2	Au Fire Assay-AA (geochem)	30 g		5-10,000 ppb	\$ 9.25
1A3	Au Fire Assay-Gravimetric (Assay)	29.16 g	0.002-30 oz/t	0.07-1,000 g/T	\$11.00
1A3-Ag	Au, Ag Fire Assay-Gravimetric(Assay)	29.16 g	0.002-30 oz/t	0.07-1,000 g/T	\$16.00
**1A4	Au Fire Assay-Metallic Screen (Assay)	500 g	0.002-30 oz/t	0.07-1,000 g/T	\$50.00
**1A4-1000	Au Fire Assay-Metallic Screen (Assay)	1,000 g	0.002-30 oz/t	0.07-1,000 g/T	\$75.00
1A5	Au Cyanidation-AA (geochem)	30 g	0.001-2 oz/t	0.03-50 g/T	\$ 7.50
1A6	Au BLEG-ICP/MS (geochem)	1,000 g		0.1-10,000 ppb	\$32.00
1A7	Au Aqua Regia-MIBK-AA (geochem)	30 g		2-10,000 ppb	\$ 7.00
1A8	Au Aqua Regia-GFAA (geochem)	30 g		0.2-2,000 ppb	\$ 8.50
1E	Ag Aqua Regia-ICP (geochem)	5 g		0.2-100 ppm	\$ 3.25
8-Ag	Ag Fire Assay-Gravimetric (assay)	29.16 g	0.1-30 oz/t	3-1,000 g/T	\$ 9.00

11.7 ábra: Az ALS Chemex nemzetközi laboratórium hálózat aranyelemzési módszereinek katalógustáblázata

A módszer fajtája melletti oszlopban a vizsgálathoz szükséges mintasúly, a következő két oszlopban a módszerrel elérhető kimutatási tartomány szerepel angolszász és metrikus mértékegységben. Az utolsó oszlop a vizsgálat árát mutatja (USD, 2010)



**11.8 ábra: Atomadszorpciós spektrofotométer berendezés**

A nemesfémek Fire assay-AAS elemzése esetében a tűzi eljárással feltárt mintából dúsított, majd feloldott arany minta elemzése ezzel a műszerrel történik.

A vizsgálati eredmények elemzési bizonylat, jegyzőkönyv formájában érkeznek vissza a laboratóriumból. Ezek a bizonylatok a földtani kutatás alapp bizonylatok, és tartalmazzák az összes olyan lényeges információt, amely a vizsgált paraméter értékekre vonatkozik (elemzési hely, módszer, kimutatási határértékek stb). Az eredmények értékelésével a következő fejezetben foglalkozunk.



#### TOVÁBBI INFORMÁCIÓK

Zúzalékok, homok, kavics vizsgálati eljárásai:

[http://training.ce.washington.edu/wsdot/Modules/03\\_materials/03-2\\_body.htm](http://training.ce.washington.edu/wsdot/Modules/03_materials/03-2_body.htm)

## 4. FORRÁSGYŰJTEMÉNY

### A TÉMÁVAL FOGLALKOZÓ SZAKFOLYÓIRATOK

Építőanyag: <http://www.szte.org.hu/index.php?nyelv=hu&fomenu=folyoirat>

## 5. FELADATOK

### FELADATOK - 11. LECKE



Többször megoldható feladat, **elvégzése kötelező**.

A feladat végső eredményének a mindenkor **legutolsó megoldás** számít.

**Adja meg a helyes választ!**

**1. Válassza ki, mit ellenőrizhetünk a terepi duplikátum mintával!**

- a mintavétel megfelelőségét                      az elemzés szórását  
az elemzés pontosságát                      a mintaelőkészítés folyamatát

**2. Válassza ki, mit ellenőrizhetünk a standard mintával!**

- az elemzés szórását                      a mintaelőkészítés folyamatát  
a mintavétel megfelelőségét                      az elemzés pontosságát

**3. Válassza ki, mit ellenőrizhetünk a blank mintával!**

- az elemzés pontosságát                      a mintaelőkészítés folyamatát  
a mintavétel megfelelőségét                      az elemzés szórását

**4. Válassza ki, mit ellenőrizhetünk a külső kontroll mintával!**

- a mintaelőkészítés folyamatát                      az elemzés pontosságát  
az elemzés szórását                      a mintavétel megfelelőségét

**Olvassa el a Los Angeles és Micro-Deval leírásokat és válaszoljon igen-hamis-sal az alábbi kérdésekre!**

5. Agyagos kőzetekre alkalmazhatóak-e ezek a módszerek?

I	H
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

6. Homogén kvarcit esetében nagyobb-e a koptatási hatás, mint andezit esetében?

I	H
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

7. Alkalmaznak-e vizet a Los Angeles teszt őrlési folyamatánál?

I	H
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>