

BUREAU DE RECHERCHES GÉOLOGIQUES ET MINIÈRES

SERVICE GÉOLOGIQUE NATIONAL

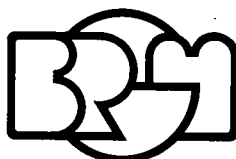
B.P. 6009 - 45060 Orléans Cédex - Tél. : (38) 63.80.01

**ÉVALUATION DU DEGRÉ DE LIBÉRATION MINÉRALE
PAR ANALYSE D'IMAGES :
MICROSCOPIE OPTIQUE ET MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE
A BALAYAGE**

par

J.-L. BOULMIER, P. JEANROT et C. GATEAU

ANNEXE 2



Département minéralogie, géochimie, analyses

B.P. 6009 - 45060 Orléans Cédex - Tél. : (38) 63.80.01

Compte-rendu de fin d'étude
d'une recherche financée
par la
Délégation Générale
à la Recherche Scientifique et Technique

*COMITÉ: Valorisation des ressources
du Sous-Sol*

Août 1979

79 SGN 438 MGA

Décision d'aide : 75.7.1552
77.7.1565

S O M M A I R E

	<u>PAGES</u>
- INTRODUCTION	4
- I - MESURE DU DEGRE DE LIBERATION MINERALE PAR ANALYSE AUTOMATIQUE D'IMAGES	5
I.1 - Adaptation de l'analyseur d'images à la quantification de composés multiphasés.	5
I.2.- Mesures pratiques du degré de libération minérale	14
I.2.1. <i>Etude du composé quartz-oxyde de fer</i>	14
I.2.2. <i>Caractérisation d'un grès à zircon rutilé</i>	22
I.3. - Amélioration du système.	23
- II - ANALYSE D'IMAGES A PARTIR DU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	31
II.1. - Rappels sur le microscope électronique à balayage	31
II.2. - Le spectromètre dispersif d'énergie	33
II.3. - Acquisition et numérisation des images de répartition élémentaire	36
II.4. - Exploitation quantitative des images numérisées	40
II.5. - Analyse monodimensionnelle - Application à la mesure du degré de libération minérale	44
II.6. - Limites physiques et géométriques du système	47
II.7. - Perspectives	51
- CONCLUSION	52

RESUME

L'évaluation du degré de libération des minéraux constitue une base importante pour juger de la qualité d'un broyage.

Cette opération, difficilement envisageable dans le cas général par les méthodes classiques (liqueurs denses) est maintenant réalisable grâce aux progrès de l'analyse d'images. Il s'agit dans ce dernier cas de décrire statistiquement la géométrie relative des minéraux constitutifs des grains broyés ; les observations s'effectuent dans le plan d'une section polie du produit préalablement enrobé dans une résine.

Une théorie ayant par ailleurs été élaborée pour reconstruire les distributions en volume (mixité, granulométrie) à partir de ces observations dans le plan, deux techniques ont été mises en place pour réaliser une prise d'information compatible avec le modèle proposé. Ces méthodes reposent sur :

- . d'une part, l'adaptation de la logique d'un analyseur quantitatif d'images ; la différenciation entre minéraux est alors effectuée à partir de leurs propriétés optiques spécifiques.
- . d'autre part, l'automatisation de l'exploitation du rayonnement X en microscopie électronique à balayage ; dans ce cas, l'analyse géométrique est réalisée par voie purement numérique.

INTRODUCTION

La valorisation des minerais nécessite un stade préliminaire de broyage dont le but est de fournir un produit dans lequel les divers minéraux constitutifs apparaîtront sous forme de grains isolés, cette présentation étant nécessaire aux processus de séparation et d'enrichissement.

Toutefois, la rupture de la roche ne s'effectue pas nécessairement le long des contacts entre minéraux et le broyage fournit alors des particules composites que l'on tente d'éliminer par un broyage de plus en plus fin.

Pour chaque étape du traitement, l'efficacité du broyage peut donc être évaluée à partir de la proportion de minéral d'intérêt contenu dans les grains composites.

En dehors du cas idéal où le minerai n'est constitué que de deux phases, les méthodes traditionnelles (liqueurs denses) sont impuissantes pour réaliser une telle estimation.

L'introduction des techniques modernes d'analyse d'images apporte une solution à ce problème ; cependant, la quantification géométrique ne concerne qu'un plan de coupe du matériau et non pas le volume réel de l'échantillon. Un modèle théorique a donc dû être élaboré pour permettre la projection en volume des informations recueillies dans le plan. Les développements théoriques et les simulations sur ordinateurs font l'objet d'un rapport séparé.

L'application pratique de ce modèle a entraîné la mise au point de nouvelles techniques d'analyse d'images qui seront exposées dans la suite :

La première voie a consisté en l'adaptation d'un analyseur d'images classique (prise d'information optique).

La deuxième approche consistant en l'exploitation d'images de répartition élémentaire formées par un microscope électronique à balayage a nécessité un développement méthodologique important, se concrétisant par la mise en place d'un nouvel outil très performant.

I. MESURE DU DEGRE DE LIBERATION MINERALE PAR ANALYSE AUTOMATIQUE D'IMAGES .

L'analyseur automatique d'images est un instrument conçu pour réaliser une caractérisation géométrique quantitative aussi bien des différents constituants d'un matériau que de leur position relative à l'intérieur de celui-ci. L'appareil est donc bien adapté à l'estimation du degré de mixité qui affecte un produit de broyage.

Toutefois, la prise d'informations s'effectue dans un plan (section polie observée par microscopie en réflexion) ; les résultats bruts sont donc biaisés par rapport à la réalité tridimensionnelle.

L'évaluation pratique du degré de libération des minéraux nécessite donc que, d'une part, soit élaborée une théorie permettant la caractérisation spatiale des grains à partir d'informations mono ou bidimensionnelles et que, d'autre part, ces grandeurs soient mesurables automatiquement par l'analyseur d'images.

Dans cette optique, la technique d'investigation bidimensionnelle préalablement mise au point sur l'appareil a été doublée par une approche linéaire, de mise en oeuvre plus complexe, mais mieux adaptée aux besoins de la théorie développée parallèlement.

Des essais d'application de cette méthode ont été réalisés sur des matériaux de caractéristiques bien définies.

Ces expériences pratiques ont permis d'une part, d'optimiser et d'automatiser certaines parties du processus de traitement et, d'autre part, de mieux préciser les limites actuelles de la méthode.

II.1. Adaptation de l'analyseur d'images à la quantification de composés multiphasés .

De par sa conception, l'analyseur d'images permet l'étude des caractéristiques géométriques des différents constituants d'un matériau en opérant phase par phase ; les limites de chaque région sont déterminées par ses propriétés optiques (pouvoir réflecteur, lorsqu'il s'agit comme ici de minéraux montés en sections polies).

L'extension du domaine d'application de l'appareil aux composés binaires a été réalisée en intervenant notamment au niveau du détecteur (utilisation simultanée de deux phases) et du schéma général de câblage (distribution à travers l'appareil de deux signaux vidéo et recombinaison permettant une classification).

Comme le montrent les deux diagrammes (figures 1 et 2) suivants, le principe de la modification repose sur le fait que l'appareil est capable, dans sa version normale, de mesurer simultanément deux fonctions relatives à une même phase ; les deux unités de calcul correspondantes ont été réutilisées ici pour traiter en parallèle les signaux parfaitement synchronisés correspondant aux deux phases sélectionnées. Comme nous le verrons dans la suite, ces deux phases représentent, l'une le minéral d'intérêt, l'autre le grain dans son ensemble.

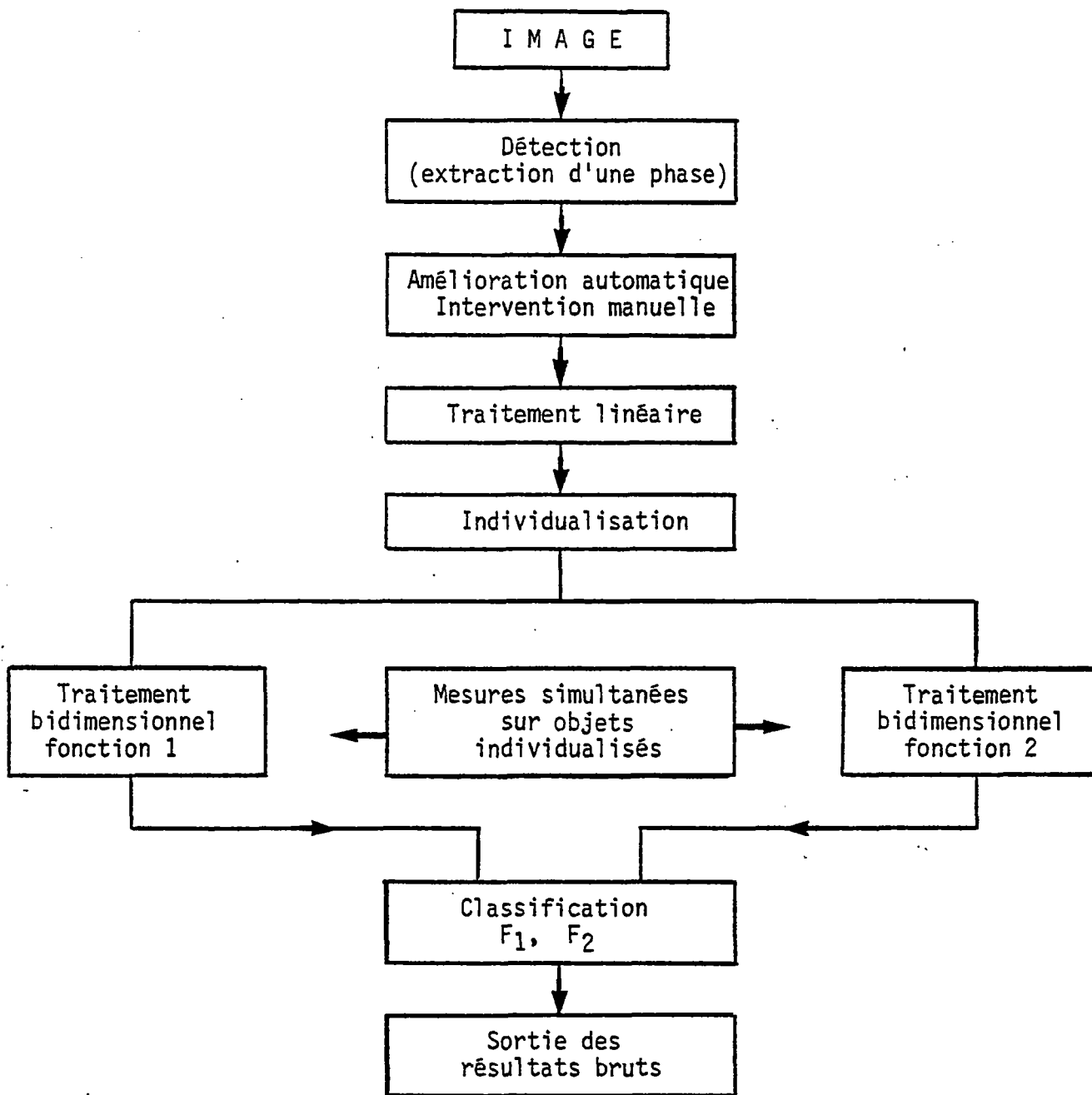


Figure 1 : Schéma de traitement dans la configuration normale.

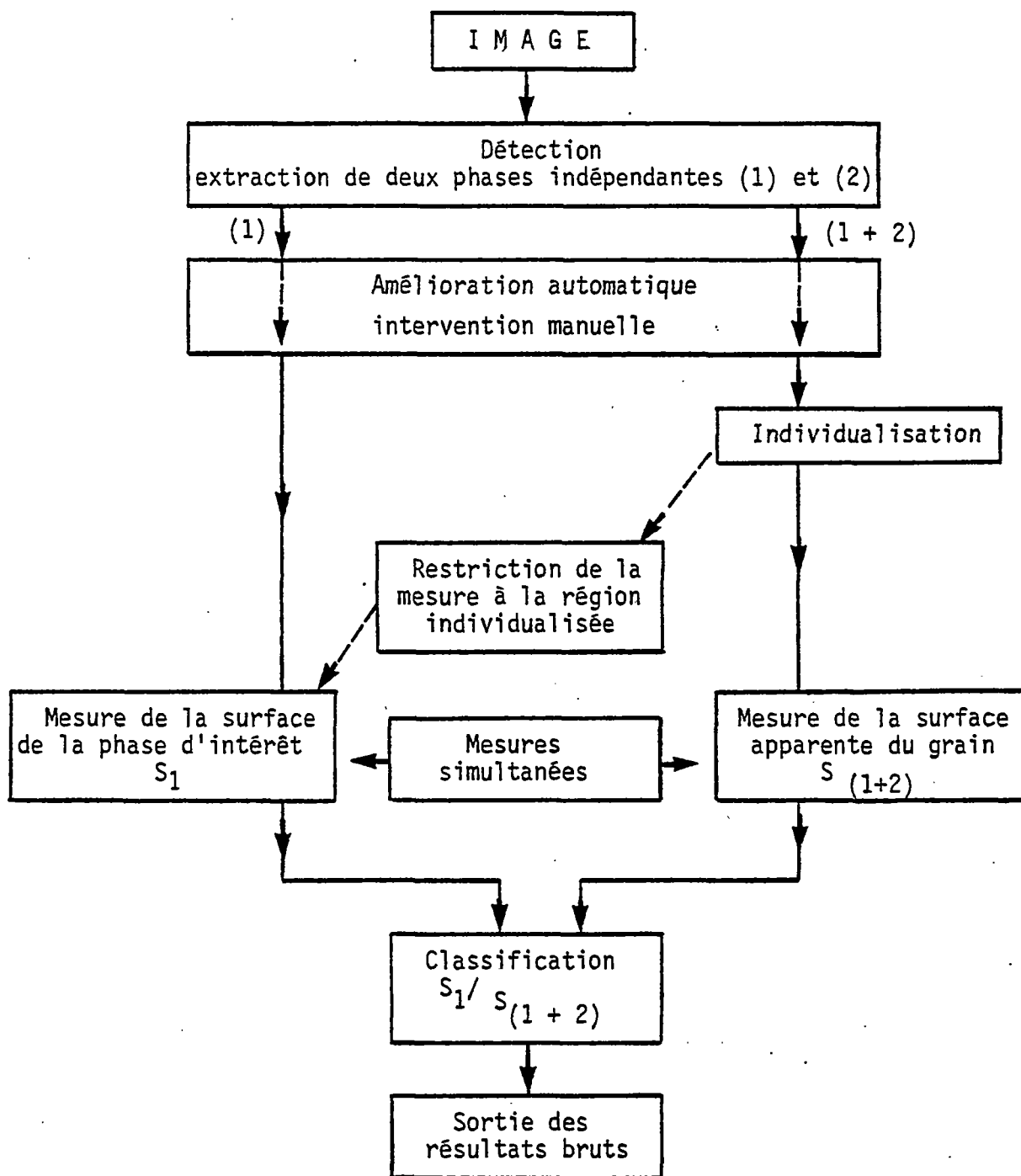


Figure 2 : Schéma de traitement pour l'évaluation bidimensionnelle du degré de mixité.

1.1.1. Approche bidimensionnelle .

Soit un grain composé de deux phases A et B réparties entre elles de façon quelconque ; considérons l'intersection de cet objet avec un plan (section polie par exemple) :

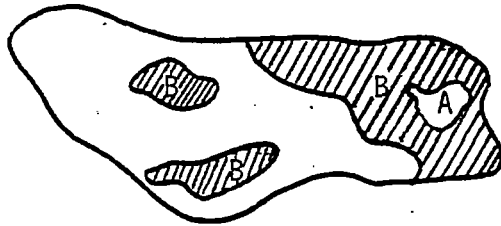


Figure 3

La grandeur la plus simple qui soit représentative de la composition de ce grain est fournie par les pourcentages de la surface occupée par chaque constituant :

$$M_A = \frac{\text{Aire (A)}}{\text{Aire (A) + Aire (B)}} = \frac{\text{Aire (A)}}{\text{Aire du grain}}$$

L'affectation à chaque grain d'une telle quantité est réalisée de façon automatique par l'appareil. En un seul balayage de l'image (1/10 de seconde), il est possible d'obtenir un résultat exprimé soit en nombre, soit en mesure sur toutes les particules caractérisées par un coefficient de mixité M_A compris dans une gamme de valeur donnée. Ce type de mesure peut être associé à une classification en fonction de la dimension (Aire) apparente des objets.

Le temps de calcul, indépendant du nombre de particules ne varie qu'en fonction du nombre de classes (moins de cinq secondes pour 25 classes).

1.1.2. Approche linéaire .

Cette nouvelle orientation dans l'évaluation pratique du degré de mixité a été motivée par l'élaboration d'un modèle de reconstitution spatial basé sur une analyse linéaire.

Cette approche ne demande, comme donnée de base, que la connaissance des distributions en longueurs de traversées de chaque phase prise séparément, information fournie de façon classique par l'analyseur d'images.

La théorie est élaborée sur un modèle géométrique simple, où les deux phases apparaissent comme juxtaposées (figure 4).

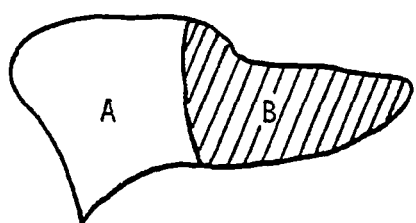


Figure 4

En fait, le cas réel d'un minerai est toujours plus proche de la figure 3 que de la figure 4. Considérons une traversée de grain où les deux phases apparaissent alternativement (figure 5.A).



Figure 5. A

Figure 5. B

Pour nous ramener à un cas simple, nous transformerons cette traversée en une "traversée équivalente" où les deux éléments A et B juxtaposés auront pour longueur respective la somme des longueurs des éléments A et B d'origine (figure 5.B).

Cette transformation, simple au niveau du raisonnement, est plus complexe pour l'analyseur d'images

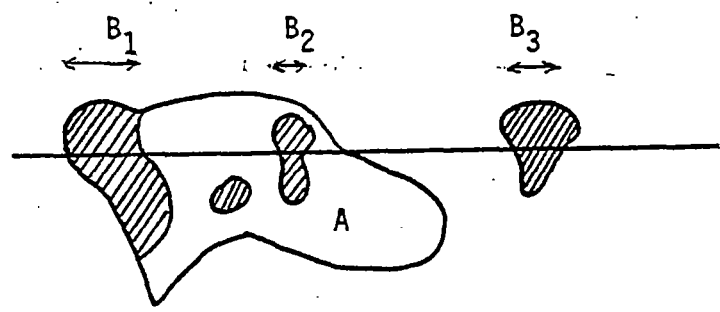


Figure 6

Dans l'exemple de la figure 6, une ligne d'analyse coupe 3 fois la phase B ; l'appareil devra reconnaître que les éléments B₁ et B₂ appartenant à un même grain doivent être additionnés alors que B₃ doit être comptabilisé séparément.

Pour parvenir à un tel résultat, nous avons dû utiliser un artifice électronique : un système spécial (smasher) découpe l'image en fines bandes horizontales (initialement 4 points d'épaisseur, soit 0,5 % de la dimension globale de l'image).

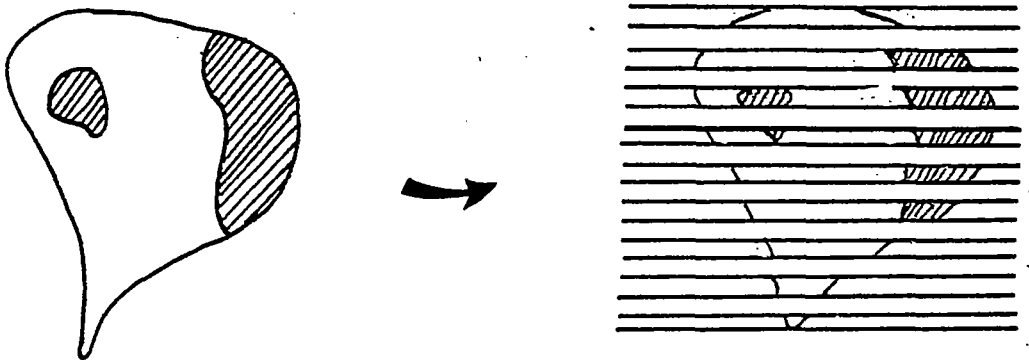


Figure 7

L'analyse porte alors non plus sur des particules, mais sur des éléments de particules rectangulaires et isolés. A partir des aires globales de chaque phase contenue dans l'élément rectangulaire, on calcule les traversées équivalentes :

$$L_A = \frac{1}{4} \sum_i l_{iA} \quad \text{et} \quad L_B = \frac{1}{4} \sum_i l_{iB}$$

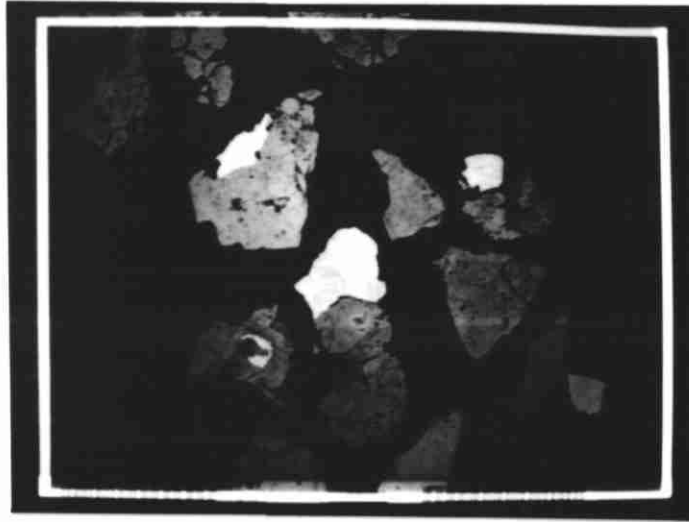
De même que pour l'analyse bidimensionnelle, on peut définir un indice de mixité par traversée :

$$MC_A = \frac{L_A}{L_A + L_B}$$

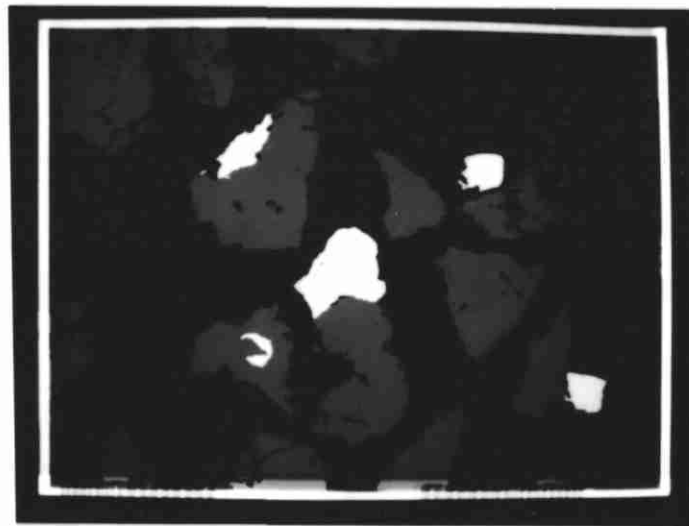
L'intégration des informations contenues dans quatre lignes consécutives, qui à l'origine était motivée par des impératifs électroniques, s'est avérée extrêmement utile du point de vue pratique. En effet, lorsque les phases en présence ont des propriétés optiques très voisines, leur séparation automatique est souvent délicate, d'où des instabilités de détection. Ces perturbations, négligeables pour l'évaluation d'une

surface, entraînent des discontinuités au niveau des traversées et donc des dimensions apparentes mal estimées. Une intégration sur plusieurs lignes nous ramène à une mesure de surface, et la présence d'instabilités devient sans conséquence pour la longueur des traversées.

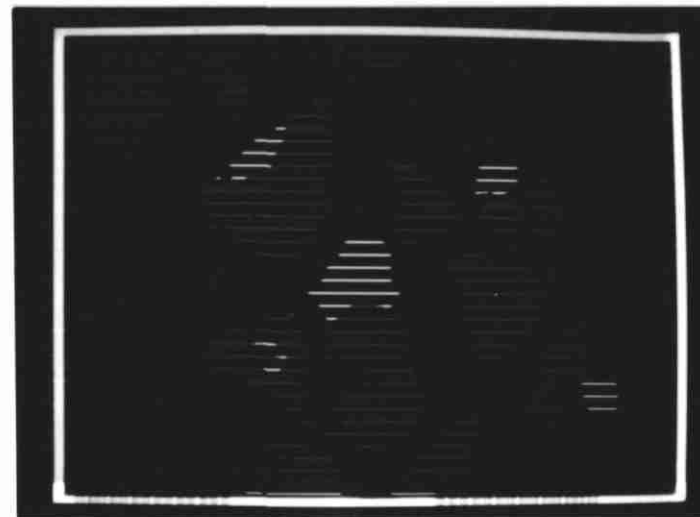
Les différents stades de l'analyse sont illustrés sur la planche (1).



1



2



3

Planche 1 : Illustration des différents stades de l'analyse

1. *Image de la plage à analyser*

2. *Détection simultanée de 2 phases et analyse bidimensionnelle*

3. *Analyse linéaire après segmentation.*

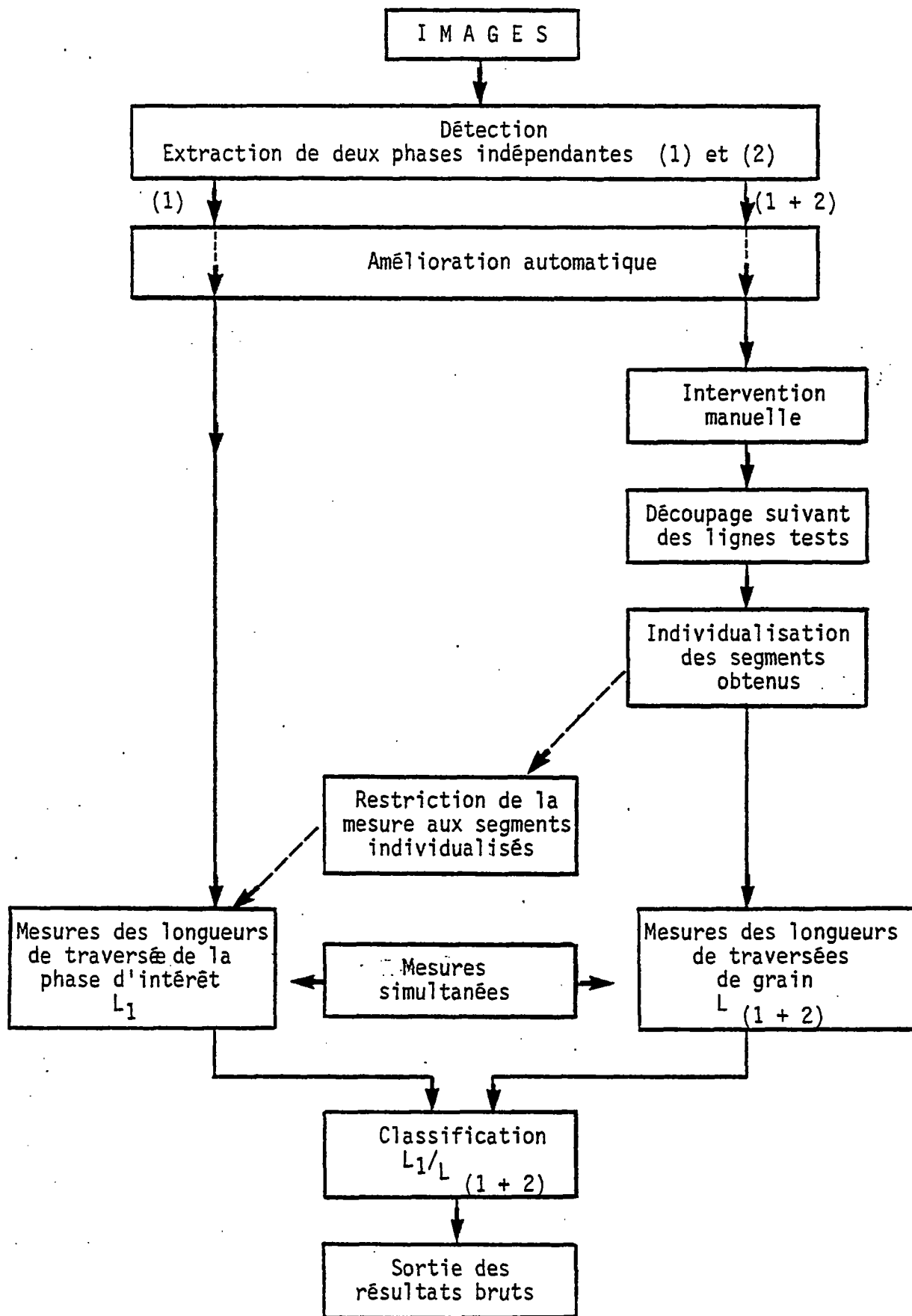


Figure 8 : Schéma de traitement pour la prise d'informations linéaires .

I.2. Mesures pratiques du degré de libération minérale .

Les montages décrits précédemment ont été testés de façon à vérifier l'applicabilité de la méthode et à mieux estimer ses limites.

Pour ces essais, deux types d'échantillons ont été utilisés :

- un composé quartz-oxyde de fer
- un grès à zircon-rutile.

I.2.1. Etude du composé quartz-oxyde de fer .

a) Préparation .

Il s'agit d'un échantillon préparé à l'Impérial College de Londres par PSB. STEWART spécialement pour une étude de libération minérale.

Cet échantillon (FB 3F) est composé d'une fraction granulométrique étroite (417-495 microns) de grains de degré de mixité connu (37 % d'oxyde de fer), orientés au hasard. La section polie finale est composée de 6 sous-ensembles prélevés dans un bloc suivant des directions différentes:

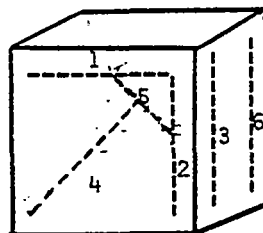


Figure 9 : Répartition des prélèvements dans l'échantillon enrobé.

Lors de l'enrobage et afin d'améliorer les qualités de la préparation (bonne dispersion et orientation au hasard des grains), la résine a été chargée avec de fines particules de carbonate de calcium et de graphite. Les propriétés optiques de ces composants étrangers rendent la différenciation automatique du quartz et de l'oxyde de fer quasi impossible ; une intervention manuelle rendant l'analyse particulièrement longue a donc été nécessaire.

b) Résultats .

Lors de la discrimination optique, les grains ont été considérés comme composés de deux phases ; la partie à pouvoir réflecteur élevé correspondant aux oxydes de fer, le reste du grain étant supposé être du quartz.

Analyse bidimensionnelle .

Pour cette première approche, la discrimination des grains par rapport au matériau d'enrobage a été réalisée par amélioration manuelle de photographies prises sous microscope.

Les six plages ont été analysées séparément. Les résultats de teneurs présentant une certaine disparité sont tous supérieurs à la valeur mesurée par STEWART.

Plage →	I	II	III	IV	V	VI	Moyenne	Valeur prévue par STEWART
Teneur oxyde de fer	53,8	46,6	47,2	53,5	54,3	49,1	50,7	37

Cette divergence par rapport aux résultats de STEWART est probablement en partie imputable à une définition différente de la phase "oxydes de fer". Le paramètre de classification retenu ici pour évaluer le degré de mixité apparent est :

$$M_{\text{ox. fer}} = \frac{\text{Aire (ox. de fer)}}{\text{Aire apparente des grains}}$$

Les résultats peuvent être exprimés, soit en mesure : détermination de la quantité en surface d'oxydes de fer pour chaque classe, soit en nombre de grains.

Les résultats en mesure sur les six plages montrent une répartition sensiblement identique. La quantité d'oxydes de fer apparemment complètement libérée est environ 4 % en surface. En fait, compte tenu de l'imprécision introduite par l'intervention manuelle, on peut porter cette quantité à 8 % en considérant comme libérés tous les grains pour lesquels $M_{\text{ox. fer}} > 0,95$.

La classification exprimée en nombre de particules montre, pour la partie centrale de la courbe ($0,2 < M < 0,8$), la symétrie de la répartition du quartz et de l'oxyde de fer.

La comparaison avec les résultats de STEWART est assez bonne :

	Analyseur d'images	STEWART
Oxydes de fer libérés $M > 0,95$	6,6 %	5,1 %
Quartz libéré $M < 0,05$	11,4 %	18,5 %
Nombre de grains analysés	1 715	1 017

Parallèlement à cette classification en fonction du degré de mixité, une granulométrie de surface a été effectuée. La restitution dans l'espace suivant un modèle sphérique présente un excès de particules de petite taille par rapport au tamisage ; ce phénomène traduit l'allongement des grains. Les graphes 10 et 11 traduisent l'ensemble de ces résultats d'analyse bidimensionnelle. On notera le bon accord entre les données recueillies sur les six échantillons (figure 10), ce qui montre l'isotropie de répartition des grains dans la préparation d'origine.

Analyse linéaire .

Une amélioration importante de l'appareillage permet grâce à un stylo électronique de situer l'intervention manuelle directement au niveau de l'écran de contrôle. Cette intervention sur l'image réelle a pour conséquence de ramener la teneur en oxydes de fer à 46,6 %, confirmant le fait que l'étape photographique intermédiaire "étaillait" les parties les plus brillantes.

Suivant cette technique, trois séries de résultats ont été obtenus : (figure 12)

- . calcul des moments définis comme suit :

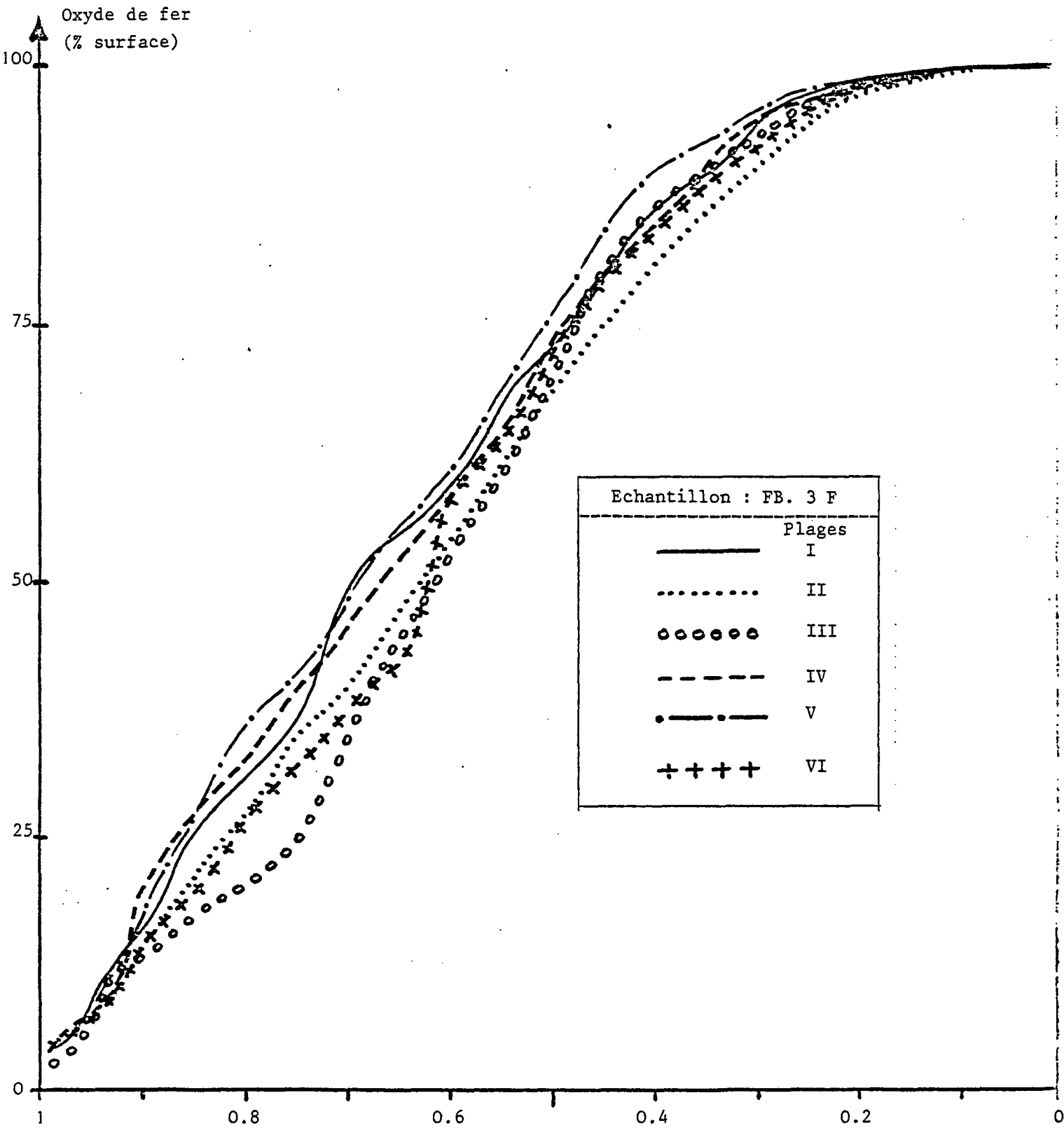
moment d'ordre X = somme des longueurs des traversées en microns élevées à la puissance X.

Ces grandeurs permettent de calculer théoriquement le degré de mixité du produit de départ. On obtient d'autre part, les longueurs de traversée moyenne suivantes : oxydes de fer 94 microns, quartz 108 microns, grain 202 microns.

- . L'acquisition des longueurs de traversées prises séparément permet de déterminer la distribution granulométrique linéaire correspondant à chaque phase.
- . Dans le dernier tableau, figure une classification des traversées en fonction d'un indice de mixité

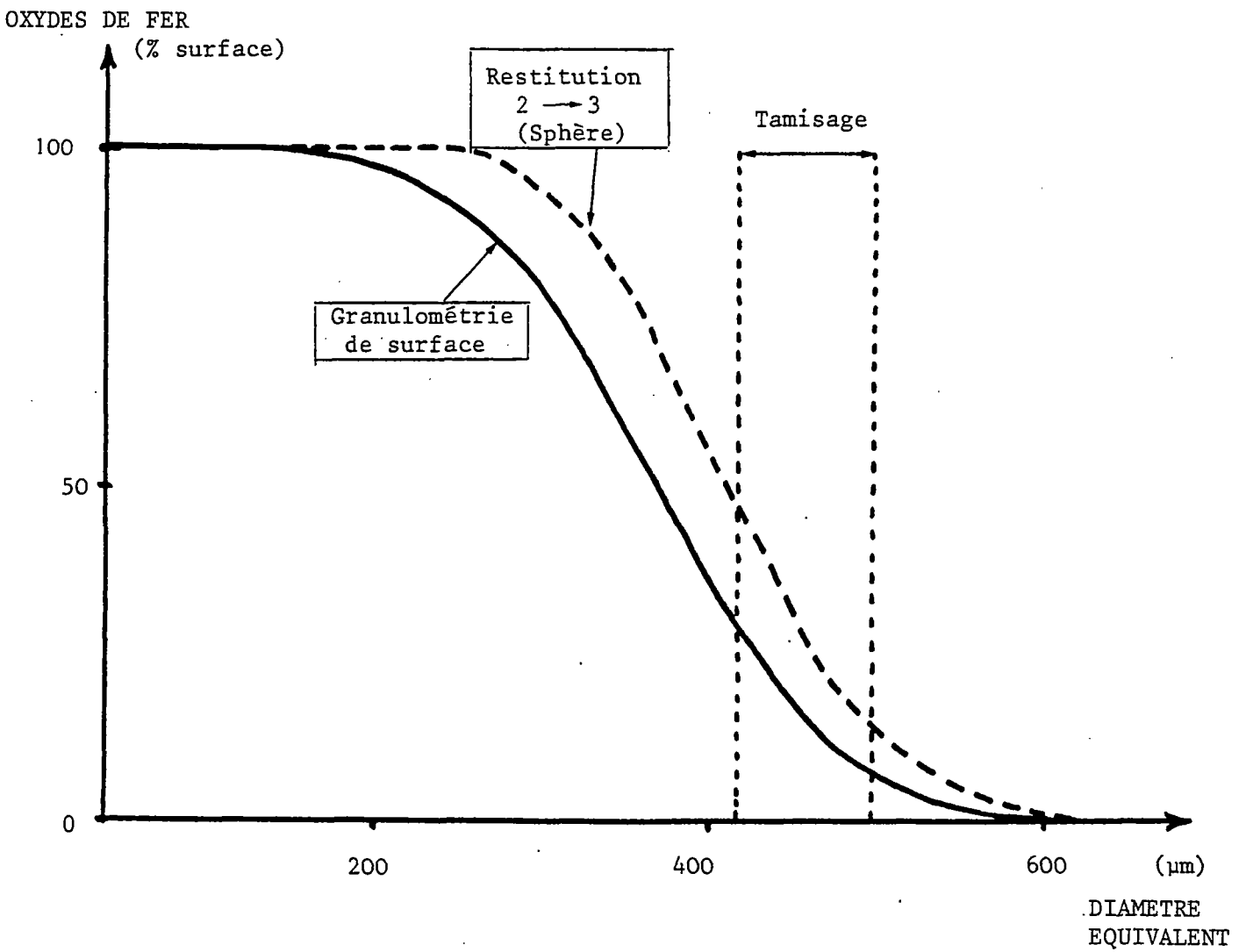
$$M_{\text{ox. fer}} = \frac{\text{Longueur correspondant aux oxydes de fer}}{\text{Longueur totale de la traversée}}$$

Fig. 10. Dispersion des résultats entre plages
 - Résultats en mesure (Surface)



$$M \text{ ox. Fer} = \frac{\text{Aire (ox. de fer)}}{\text{Aire apparente du grain}}$$

Fig. 11. Granulométrie de surface
Echantillon FB - 3F



933 PARTICULES ANALYSEES

NOMBRE TOTAL DE TRAVERSEES : 11596

Figure 12

MOMENTS :

ORDRE 1	1.091E+06	1.252E+06	2.343E+06
ORDRE 2	2.358E+08	2.600E+08	6.831E+08
ORDRE 3	6.262E+10	6.989E+10	2.392E+11
ORDRE 4	1.903E+13	2.265E+13	9.513E+13

GRANULOMETRIE EN NOMBRE DE TRAVERSEES :

MICRONS	OX. FER	QUARTZ	TOTAL
0	11596	11596	11596
25	6912	8440	10632
50	6031	7151	9931
75	5308	6142	9247
100	4585	5152	8589
125	3833	4251	7774
150	3210	3438	7034
175	2596	2758	6258
200	2039	2125	5419
250	1224	1179	3924
300	650	633	2703
350	321	308	1725
400	128	148	1003
450	43	81	529
500	7	39	271
600	0	12	66
700	0	1	12
800	0	0	1
900	0	0	0

MIXITE	NB.	OX. FER	TOTAL
0.00	11596	1091010	2343070
0.05	7267	1089710	1791410
0.10	7056	1085630	1737380
0.20	6600	1068610	1623350
0.30	6047	1031040	1475040
0.40	5409	969791	1300270
0.50	4737	884909	1111800
0.60	4055	784413	928204
0.70	3367	661142	738621
0.80	2719	531705	565666
0.90	2031	387152	395514
0.95	1680	317497	320232

Le résultat de cette sélection est exprimé en nombre de traversées dans la deuxième colonne, en longueurs (microns) de traversée d'oxydes de fer et de grains respectivement dans la troisième et la quatrième colonne.

Par rapport au nombre total de traversées, 37 % correspondent à du quartz totalement libéré et 14 % à des oxydes de fer - 29 % des oxydes de fer sont contenus dans des traversées "libérées".

L'histogramme de la figure 13 permet de comparer directement les résultats exprimés en nombre obtenu par analyse linéaire (courbe 1) et par analyse bidimensionnelle (courbe 2).

On remarquera l'excès d'objets apparemment libérés obtenus par analyse de traversées.

Sur la même figure a été reportée une approche de la répartition tridimensionnelle. Pour ce faire, nous avons pris comme hypothèse, que la composition théorique des grains étant de 37 % en oxydes de fer, la distribution réelle s'étale probablement sur les classes 30-40 et 40-50 % ; une fréquence de 50 % a été retenue arbitrairement pour ces deux classes.

L'intérêt de ce schéma est de souligner, sur un cas concret, l'évolution de l'appréciation du degré de libération suivant que la prise de données s'effectue dans un espace à 1, 2 ou 3 dimensions.

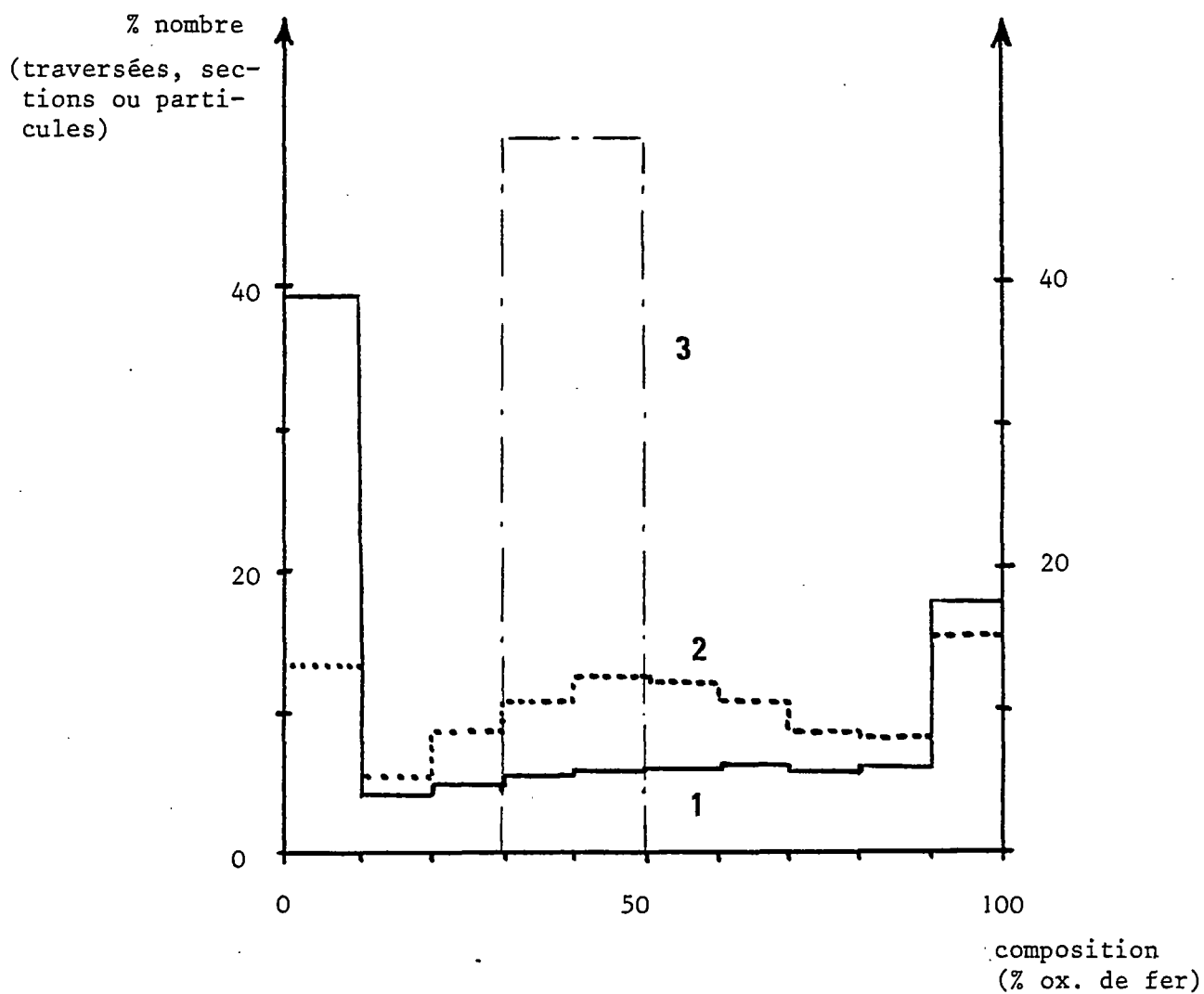


Fig. 14. Comparaison des résultats suivant l'approche retenue :

- 1 - Analyse linéaire
- 2 - Analyse bidimensionnelle
- 3 - Distribution tridimensionnelle supposée

1.2.2. Caractérisation d'un grès à zircon-rutile .

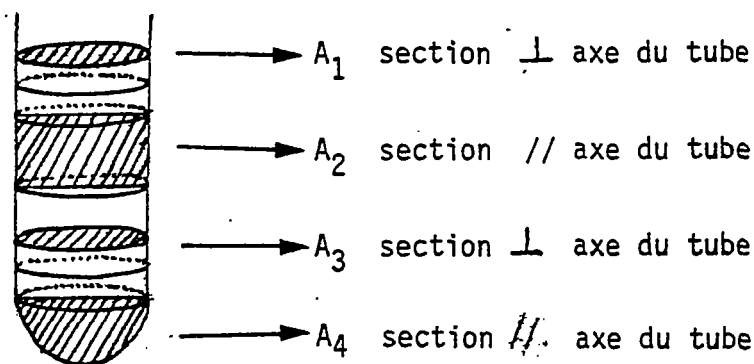
Le but de cette étude, sur un grès armoricain, était avant tout de tester la sensibilité des résultats à la méthode de confection de l'échantillon puisqu'ici l'orientation des particules au hasard prend une importance particulière.

a) Description des méthodes employées .

Quatre méthodes de préparation ont été utilisées.

Echantillon A

L'ensemble poudre + araldite placé dans un tube est homogénéisé par un mélangeur. Quatre sections polies sont confectionnées suivant différents plans du bloc enrobé :



Echantillon B

Même technique que pour A, mais un seul plan d'analyse de plus grande surface.

Echantillon C

L'ensemble araldite + poudre est mélangé à la main.

Echantillon D

La poudre est imbibée par du méthacrylate à l'aide d'une mèche.

b) Résultats.

Les échantillons B et C apparaissent comme pratiquement identiques, aussi bien pour l'homogénéisation du mélange que pour la teneur (49,5 %) et la classification suivant un indice de mixité.

Pour l'échantillon D préparé au méthacrylate, l'homogénéisation est nettement moins bonne ; on enregistre, par ailleurs, 10 % d'écart relatif sur la teneur par rapport aux autres préparations.

Les échantillons A₁, A₂, A₃ et A₄ ont des teneurs légèrement dispersées (± 4 % relatif) autour de la moyenne. Ce sont les sections taillées perpendiculairement à l'axe du tube qui sont les plus pauvres en oxyde de titane.

Sur cet exemple, il ne semble pas que le fait de réaliser des prélèvements suivant plusieurs directions ait permis une amélioration notable de la qualité des résultats par rapport à des méthodes plus classiques de préparation (B et C).

1.3. Amélioration du système .

Le principe de l'acquisition des données ayant été testé, il restait à améliorer les conditions pratiques d'utilisation du système ; les travaux, en ce sens, ont porté sur trois directions principales : optimisation et automatisation des processus de traitement, analyse simultanée sur plusieurs minéraux et recherche de nouvelles méthodes de préparation.

a) Optimisation et automatisation du traitement .

Depuis la mise en oeuvre de la méthode sur l'analyseur d'images, la structure de l'appareil a pu être notablement modifiée. En particulier, la calculatrice qui, initialement jouait uniquement le rôle de périphérique de sortie, peut désormais commander automatiquement et orienter l'enchaînement des séquences de mesures. Ces nouvelles possibilités ont permis de concevoir une nouvelle configuration (figure 14).

Le fait d'associer dans un même programme les instructions destinées à l'analyseur d'images et le prétraitement des résultats, a permis de réduire le temps d'acquisition environ d'un facteur 9.

Par ailleurs, sans pratiquement augmenter la durée d'exécution, on obtient, en un seul passage, l'estimation du degré apparent de libération selon les trois méthodes qui ont été présentées précédemment (mesures linéaires, bidimensionnelles, et prise en compte des moments nécessaires à la reconstruction tridimensionnelle).

b) Analyse simultanée sur plusieurs minéraux .

Grâce à l'acquisition d'un nouveau module (constituant en fait une extension du détecteur), la technique de prise d'information a été généralisée à l'analyse simultanée de plusieurs minéraux (au maximum 6) considérés séparément comme phase d'intérêt.

Les limites de niveaux de détection correspondant à chacune de ces phases sont totalement indépendantes.

En fait, les différents essais réalisés (grès à zircon-rutile, minerais sulfurés complexes) montrent que les pouvoirs réflecteurs de ces minéraux doivent être notablement différents, de façon à ce que les seuils de détection puissent être supposés stables sur une même préparation et que les mesures puissent ainsi être réalisées automatiquement.

Ces conditions limitent pratiquement à trois le nombre de minéraux d'intérêt pour lesquels le degré de libération peut être mesuré en un seul passage.

Comme on pourra le constater sur la figure 15 donnant les variations de pouvoirs réflecteurs avec la longueur d'onde, dans le cas d'un minerai sulfuré, il est généralement possible d'obtenir des conditions optiques telles que pyrite, chalcopryrite et blende puissent être différenciées et

quantifiées au cours du même traitement. Par contre, l'adjonction de galène aux sulfures précédents va entraîner des conditions optiques défavorables (emploi de filtres monochromatiques très sélectifs) et ainsi, multiplier le nombre de passages.

c) Recherche de nouvelles méthodes de préparation .

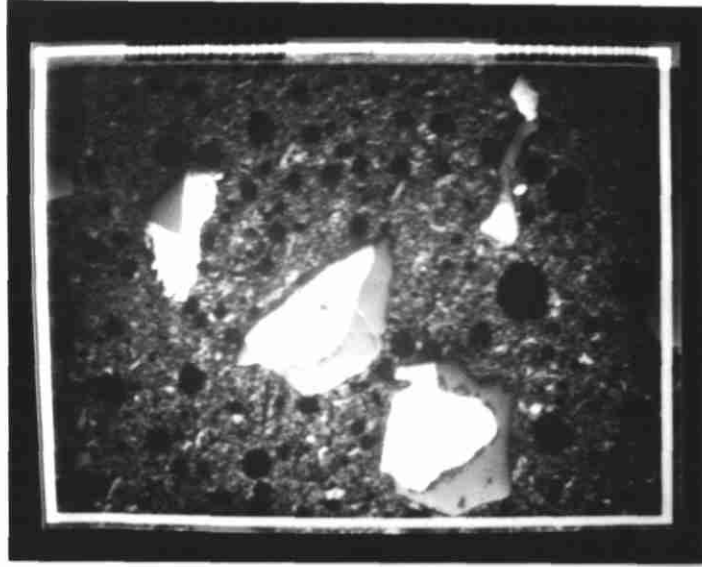
La prise en compte des contours exacts des particules est nécessaire pour définir un degré de mixité ; actuellement cette partie du traitement ralentit considérablement la cadence de travail, puisqu'elle entraîne généralement une intervention manuelle.

Les difficultés se situent au niveau de la séparation optique entre le matériau d'enrobage d'une part, et les minéraux d'autre part, qu'ils constituent la gangue ou qu'ils soient pris comme phase d'intérêt.

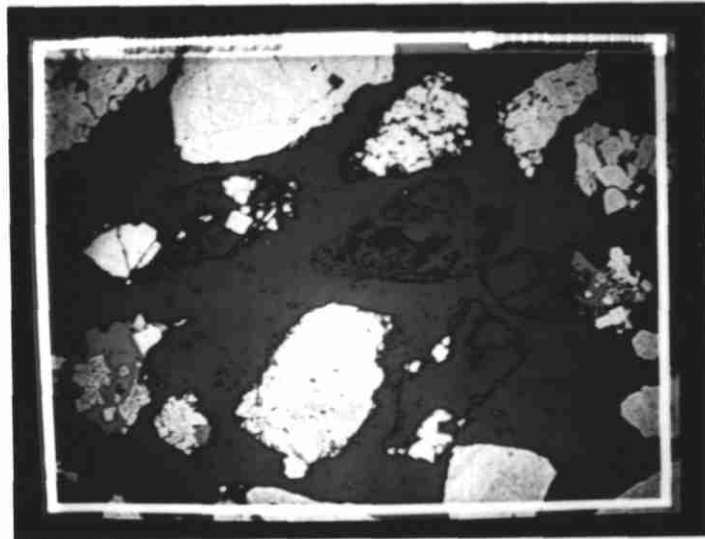
Dans le but de résoudre ce problème, nous avons testé différents produits dont la base comportait des résines types araldite, stratyl, méthacrylate de méthyl, mécaprex, ainsi que des bakélites et des ciments à grains très fins. Ces supports ont été réalisés dans des conditions de préparation variable (température, pression, introduction de charges de natures diverses).

A partir de ces essais (une centaine de préparations ont ainsi été testées), il ressort, que doivent d'abord être éliminés les matériaux dont le comportement mécanique au polissage est mauvais ou néfaste pour l'analyse ultérieure. L'alliage de Wood et le téflon entrent dans cette catégorie (différence trop grande de dureté par rapport aux minéraux) ainsi que les ciments qui favorisent les déchaussements des petites particules.

Les charges introduites dans les résines sont également à écarter, puisqu'elles sont généralement perçues comme phase supplémentaire (planche 2) ce qui ajoute à la complexité du problème.



1



2

Planche 2 : Deux cas défavorables pour la séparation optique
du matériau d'enrobage.

1. Résine chargée (carbonate de calcium + graphite)
2. Araldite : les grains de quartz ne sont discernables
que grâce à leurs couleurs.

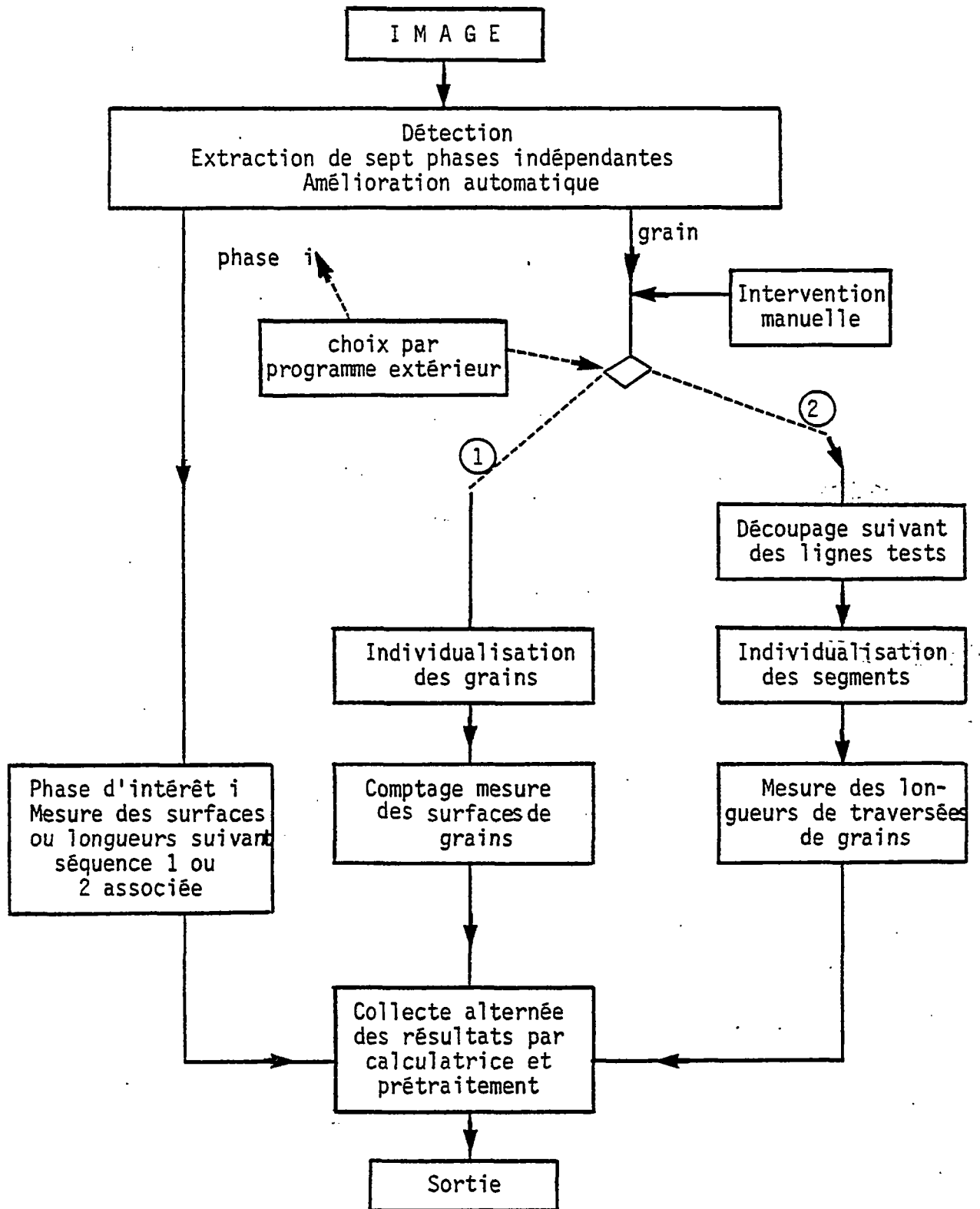
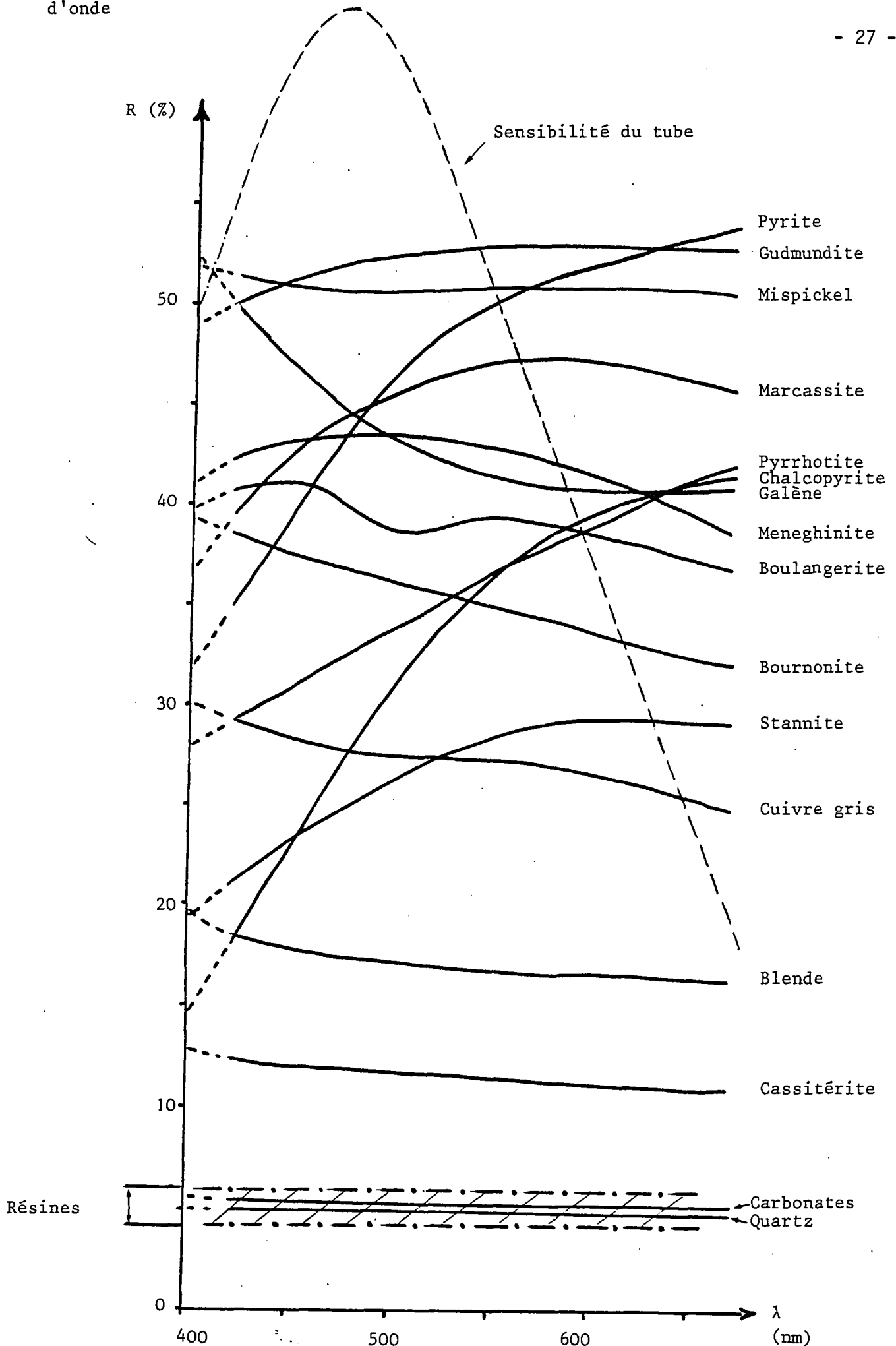


Figure 14 : Généralisation du schéma de traitement .

Fig. 15. Variations du pouvoir réflecteur de quelques minéraux en fonction de la longueur d'onde



Si l'on tente de résoudre le problème de façon générale, il est nécessaire de connaître les propriétés optiques des matériaux utilisés. Sur les résines qui ont été testées, on obtient des pouvoirs réflecteurs compris entre 4 et 6 % variant très peu avec la longueur d'onde dans la gamme de sensibilité de la caméra ; ces composés ne peuvent donc pas être discernés des quartz et des carbonates (figure 15).

Pour déterminer les propriétés optiques souhaitables, différents points doivent être pris en considération :

- a) variation des pouvoirs réflecteurs des minéraux avec la longueur d'onde,
- b) sensibilité de la caméra en fonction de la longueur d'onde,
- c) variation de la courbe de réponse de la caméra en fonction de l'intensité lumineuse globale perçue (figure 16).

Au vu de l'entrelacement des courbes de pouvoir réflecteur (figure 15), seules deux solutions se dégagent :

Le pouvoir réflecteur du matériau d'enrobage doit être soit supérieur à tous les autres, soit être voisin de zéro.

En fait, s'il est suffisamment élevé, la figure 16 montre que les régions moyennement ou faiblement réfléchissantes vont voir le signal qui les caractérise "écrasé" après la mise en forme par la caméra ; on se heurtera alors à de nouvelles difficultés de séparation optique.

Reste donc à rechercher de très faibles pouvoirs réflecteurs. De telles conditions ont pu être réalisées avec des particules de plusieurs centaines de microns par dissolution superficielle de la résine d'enrobage ; il est clair que cette méthode ne peut être appliquée à des produits plus fins sans risque de déchaussement.

En conclusion, une solution standard paraît difficile à atteindre. Chaque matériau doit faire l'objet d'une recherche particulière qui s'avère le plus souvent délicate.

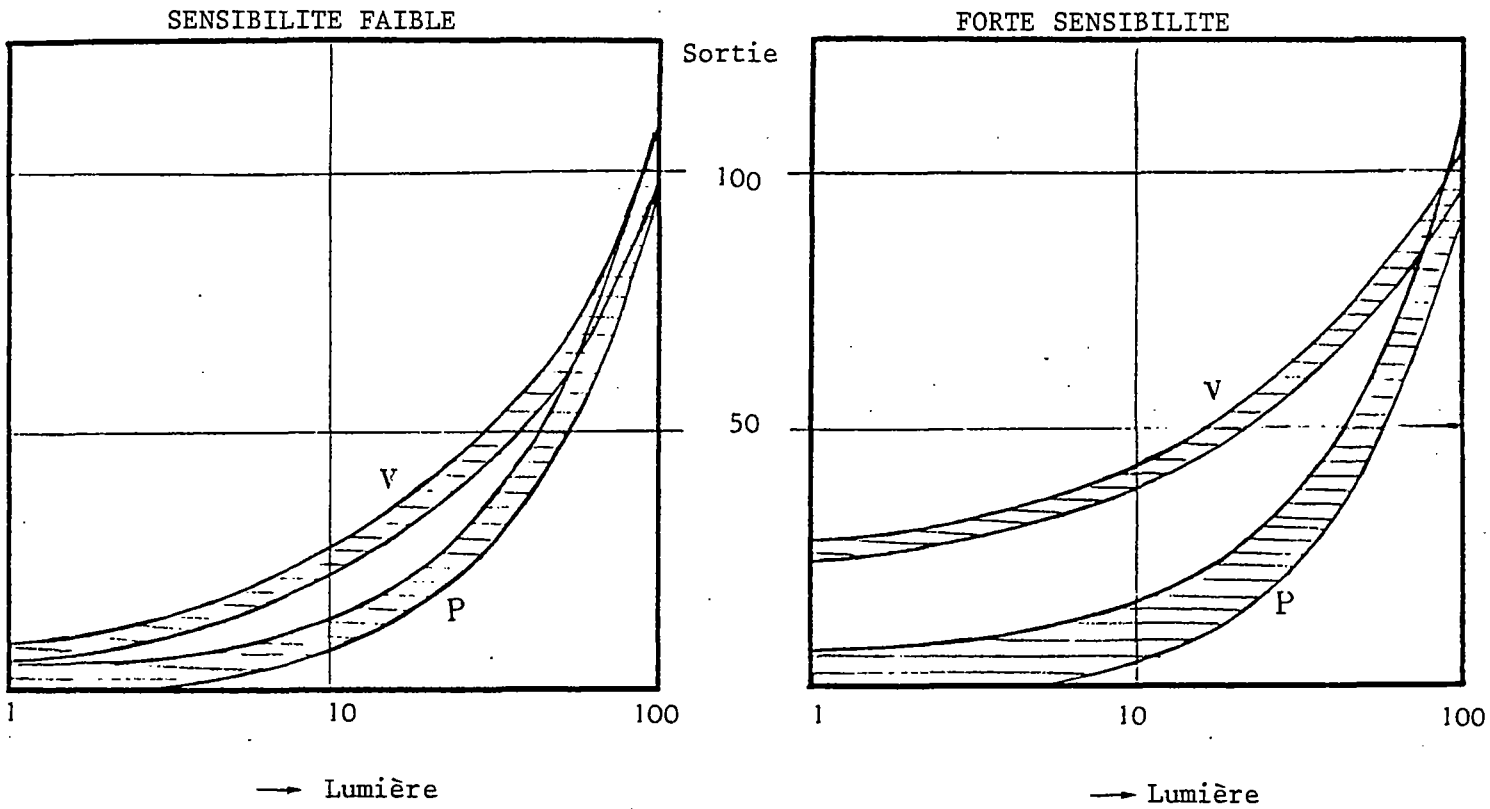
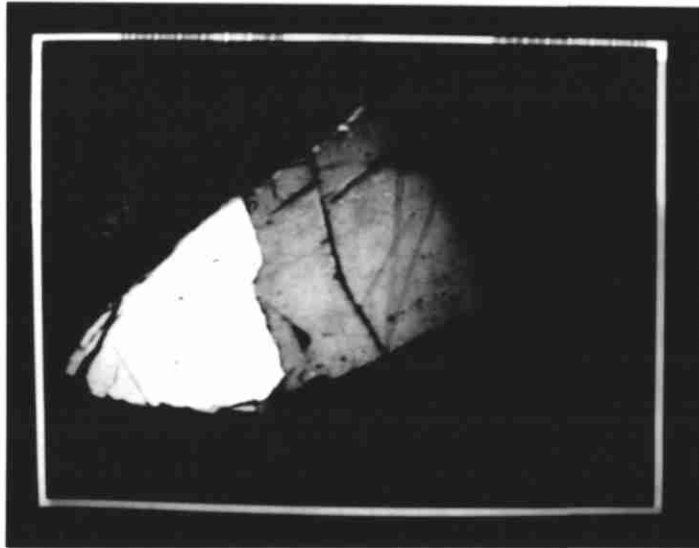


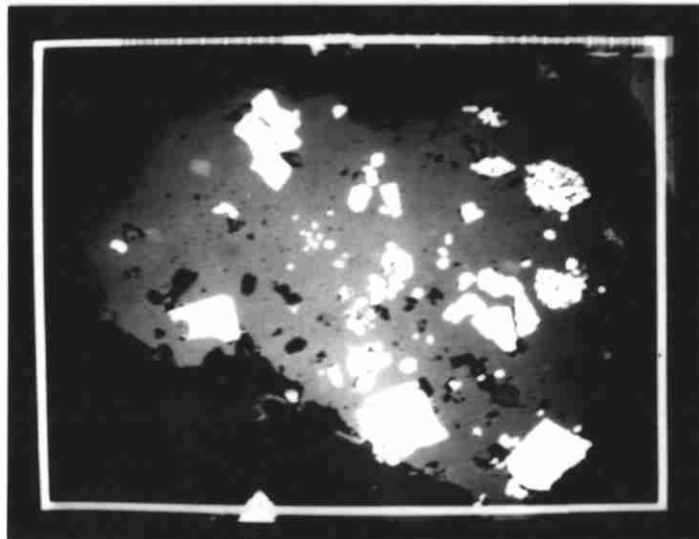
Fig. 16. Courbes de réponse des caméras (en ordonnées) en fonction de l'intensité lumineuse perçue (abscisses)

- a. Intensité globale élevée (sensibilité faible)
- b. Faible intensité globale (forte sensibilité)

Les symboles (V) et (P) désignent respectivement les caméras types Vidicon et Plumbicon qui ont été utilisées au cours de cette étude.



1



2

Planche 3 : Différents types de grains mixtes

(gris : blende)

(brillant : chalcopryrite)

II. ANALYSE D'IMAGES A PARTIR DU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

De par sa conception, le microscope électronique à balayage est un instrument qui paraît particulièrement bien adapté pour l'analyse géométrique des images de fines particules ; toutefois, la discrimination des constituants par des différences de contraste sur les images d'électrons secondaires ou d'électrons rétrodiffusés pose des problèmes comparables à ceux évoqués au paragraphe précédent au sujet des prises d'information par voie optique.

L'adjonction d'un spectromètre de rayons X dispersif en énergie donne véritablement accès à des images de répartition spécifiques d'un élément chimique sélectionné. Il s'agit cependant d'une information qualitative destinée à l'appréciation visuelle. L'exploitation des données correspondantes en vue d'une analyse géométrique quantitative n'a été rendue effective qu'après des adaptations importantes de l'appareillage.

II.1. Rappels sur le microscope électronique à balayage

Ce type d'instrument a été conçu au départ pour la description morphologique d'échantillons bruts ; celle-ci étant rendue possible grâce à une grande profondeur de champ compatible avec une bonne résolution (200Å sur le présent équipement).

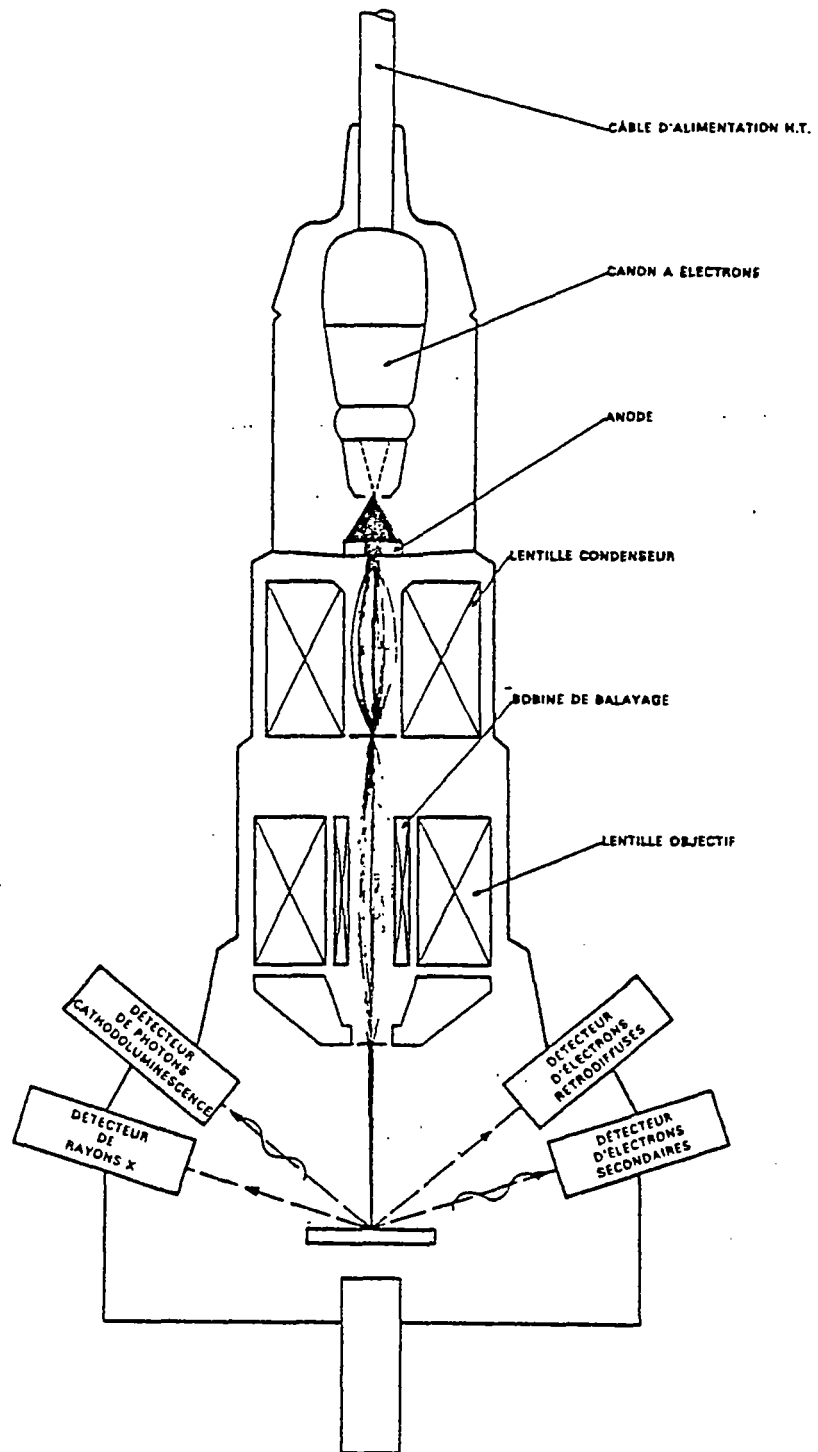
Le principe de l'appareil repose sur l'exploitation des diverses émissions émises ponctuellement sous-bombardement électronique. Différents détecteurs (figure 17) placés dans le voisinage de l'échantillon permettant ainsi de rendre compte des effets de l'interaction électrons-matière.

Grâce à des bobines de déflexion, le faisceau d'électrons balaye progressivement et de façon systématique une partie de l'échantillon ; la réponse synchrone perçue par chaque détecteur fournit donc une image associée à chaque phénomène : l'image d'électrons secondaires permet par exemple une bonne représentation de la morphologie locale de l'échantillon.

Parmi les informations accessibles, celles apportées par le rayonnement X jouent un rôle particulier : les photons X émis au point d'impact ont la propriété de posséder une énergie caractéristique de l'élément chimique qui leur a donné naissance, d'où l'idée d'obtenir de véritables cartes de répartition chimique.

- Fig. 17 -

SCHEMA DE PRINCIPE (M.E.B.)



II.2. Le spectromètre dispersif d'énergie

Il s'agit d'un détecteur à semi-conducteur type Si(Li) dont le rôle est de mesurer l'énergie associée à chaque photon X ; un analyseur effectue ensuite une discrimination des événements perçus en fonction du résultat de cette mesure.

Le détecteur est constitué d'un monocristal de silicium de type P compensé par des atomes de lithium. La mobilité de ces atomes étant très élevée, le détecteur est placé sous vide dans une enceinte refroidie à l'azote liquide.

Une fenêtre de béryllium assure l'étanchéité du vide.

Un photon d'énergie $h\nu$ pénétrant dans le détecteur cède son énergie d'une part en contribuant à l'élévation de température du milieu, d'autre part par effet photoélectrique. Le déséquilibre énergétique du cristal qui s'en suit s'accompagne de transitions radiatives (émission de photons $\text{Si } K\alpha$) ou non radiatives (éjection d'électrons Auger) qui sont à leur tour absorbées par le cristal. Sous l'action d'un champ électrique appliqué aux bornes du détecteur, les électrons libérés engendrent un courant qui est intégré dans un pré-amplificateur de charge.

La charge électrique accumulée entre le moment où le photon entre dans le détecteur et celui où il est complètement absorbé est proportionnelle à l'énergie totale déposée dans le Si(Li), donc à l'énergie du photon X incident. A un photon incident est associée une impulsion électrique d'amplitude proportionnelle à l'énergie libérée dans le détecteur donc proportionnelle à l'énergie des photons incidents. Le système de mesure permet d'isoler chacune des informations obtenues et après diverses transformations associe une donnée numérique à chaque événement physique analysé.

Les informations ainsi accumulées dans la mémoire du calculateur associé au système peuvent être visualisées directement sur écran cathodique ; la distribution du nombre de photons en fonction de l'énergie, présentée sous forme d'histogramme est l'image du spectre de l'émission X caractéristique de la cible étudiée (fig. 18).

Inversement, il est possible de focaliser l'analyse sur une gamme d'énergie prédéterminée correspondant par exemple à un élément chimique particulier.

La représentation synchrone au balayage de la densité de photons caractéristique de cet élément chimique fournit de véritables "images de répartitions chimiques" (planche 4).

L'émission X possédant un caractère aléatoire, les images obtenues sont souvent bruitées. Leur exploitation directe selon les techniques d'analyse d'images classique est donc très délicate.

L'information contenue dans ces documents est toutefois suffisamment riche pour mériter une certaine attention : il est possible, d'une part de réaliser sans augmentation de temps autant d'images qu'il y a d'éléments chimiques (acquisition simultanée de tout le spectre pour les éléments de numéro atomique supérieur à 11), d'autre part de différencier deux minéraux sur la base de la présence ou de l'absence d'un élément, dès l'instant où la concentration de celui-ci atteint quelques pour cent.

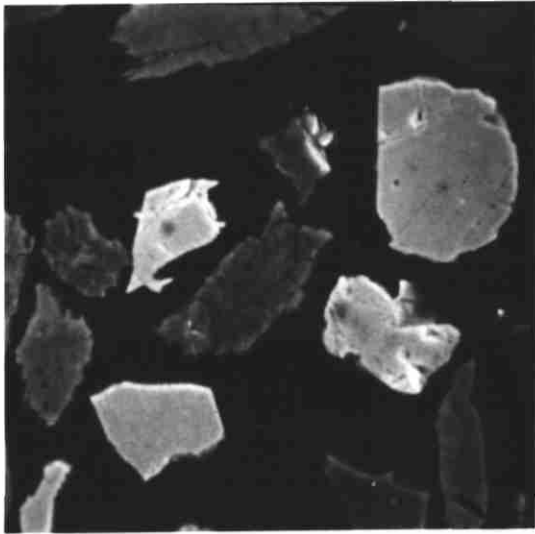
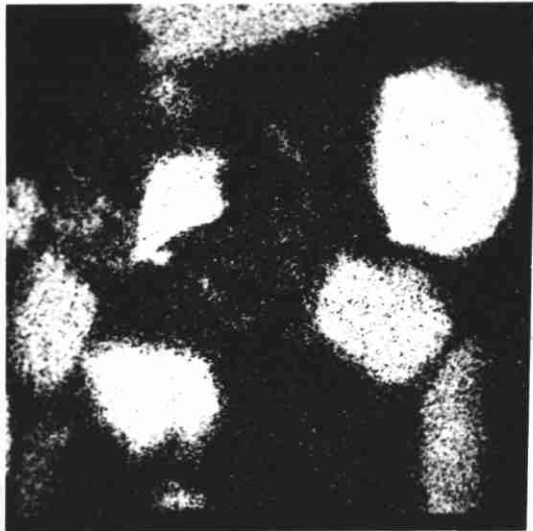


Image électrons secondaires

x 600



Cu



Images de répartition élémentaire classiques (mode analogique)



Fe



II.3. Acquisition et numérisation des images de répartition élémentaires

Comme on vient de le voir, les "scannings" X ne sont pas directement exploitables pour une analyse d'images par des moyens classiques, aussi, avons nous tenté de procéder à cette analyse selon un processus entièrement numérique grâce au calculateur associé au système d'analyse.

Le premier stade de toute quantification géométrique repose sur une localisation de l'information de façon à ce que l'amplitude du signal perçu soit affectée à un endroit précis du plan image ; on obtient ainsi une grille régulière de "points-images " ou "pixels".

Dans un premier montage, à partir d'un balayage continu classique, le signal était simplement intégré sur des intervalles de temps réguliers représentant des fractions de ligne de balayage. Cette méthode d'intégration s'étant finalement avérée incompatible avec la résolution attendue, un système plus performant a été élaboré :

Dans celui-ci, le déplacement ponctuel du faisceau d'électrons finement focalisé est piloté par ordinateur suivant des directions programmables. Pour ce faire, un convertisseur digital analogique agit d'une part, d'une manière numérique, sur la tension d'alimentation des bobines de balayage défectrices du faisceau incident, et d'autre part de façon synchrone, sur le déplacement des balayages électroniques des oscilloscopes de contrôle. Le convertisseur "digital analogique" permet de diviser les déplacements X et Y du faisceau en 1600 points au maximum si bien qu'en fonction du grandissement (c'est-à-dire des dimensions maximales du déplacement du faisceau) le pas de déplacement est réduit à des intervalles inférieurs au micron. Electroniquement l'image pourrait être divisée en 2 560 000 points d'analyse. Il va sans dire que ces limites ne sont jamais atteintes.

Des monocanaux, placés en aval du spectromètre dispersif d'énergies sélectionnent les informations caractéristiques de gammes d'énergies privilégiées. Le positionnement de ces fenêtres d'énergie est programmable.

Des échelles de comptage aveugles, associées à chaque monocanal, totalisent en sortie toutes les informations caractéristiques des émissions X sélectionnées, ceci pour chaque point d'analyse. Chaque information comptabilisée par ces échelles de comptage est mémorisée en ordinateur dans des tableaux matriciels ; la dimension de chaque matrice est un multiple du nombre de points d'analyse sélectionnés.

Ainsi, dans les conditions actuelles, pour chaque pas de déplacement du faisceau, une analyse chimique est réalisée et les informations caractéristiques de quatre éléments sélectionnés sont simultanément mémorisées en ordinateur.

Tout le "logiciel" de traitement, que ce soit celui qui régit l'asservissement du M.E.B., ou l'acquisition des informations, ou le traitement de ces dernières est écrit en langage FLEXTRAN. Ce mode de langage est de type "interprété" d'assez haut niveau permettant de créer des programmes spéciaux adaptés aux besoins particuliers d'analyse.

Les tableaux matriciels retenus en mémoire ordinateur sont traités par des programmes d'analyse, de manière à fournir tous les paramètres indispensables à une interprétation géométrique. Le principe général du traitement est basé sur les considérations suivantes :

Chaque colonne de ces tableaux matriciels représente la variation de l'intensité du rayonnement X caractéristique d'un élément le long d'une traversée numérisée.

La figure 19 donne un exemple des variations d'amplitude enregistrée le long d'une traversée pour deux éléments différents (Cu et Zn). Le 3ème enregistrement donne les valeurs observées lorsque l'on prend en compte l'ensemble de la gamme d'énergie compatible avec le spectromètre ; cette dernière courbe traduit ponctuellement la présence de tout élément chimique de numéro atomique supérieur à 11 (les résines sont ainsi facilement dissociées des phases minéralisées).

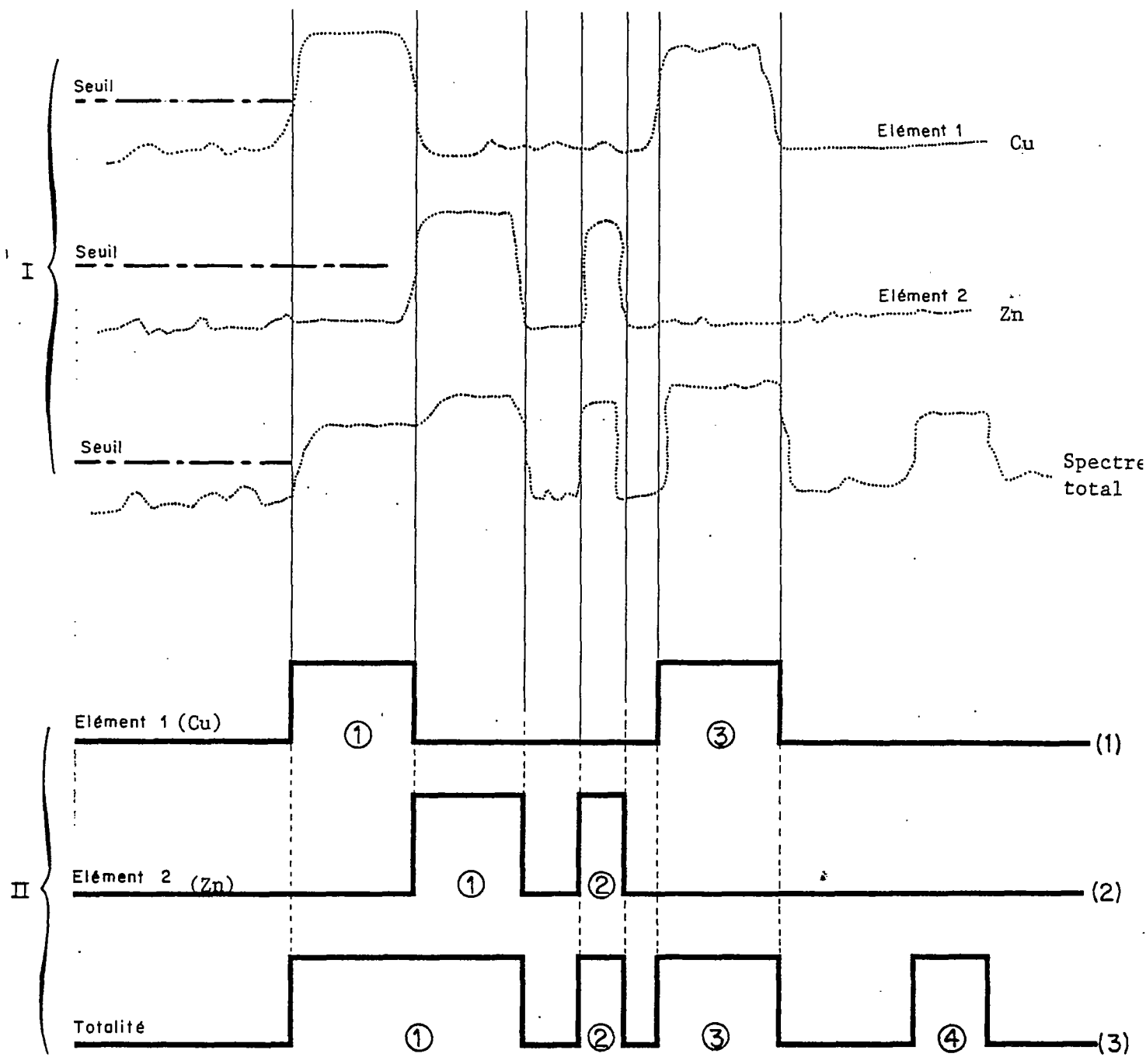
A l'intérieur d'une même phase, le nombre d'impulsions perçues n'est pas rigoureusement équivalent entre tous les points, d'où une nécessité de procéder à une normalisation des amplitudes observées (courbes inférieures).

Cette normalisation, réalisée par seuillage permet de conclure à la présence ou l'absence de l'élément chimique recherché (figure 19, courbes inférieures). En mode automatique, la valeur du seuil est déterminée directement à partir de la valeur maximale observée pour chaque traversée.

La représentation de l'information ainsi modifiée conduit donc à une image en tout ou rien (planche 5) qui peut se substituer aux "scannings" classiques.

Un simple dénombrement des points permet alors d'accéder au pourcentage de surface occupée par chaque élément.

- Fig. 19 -



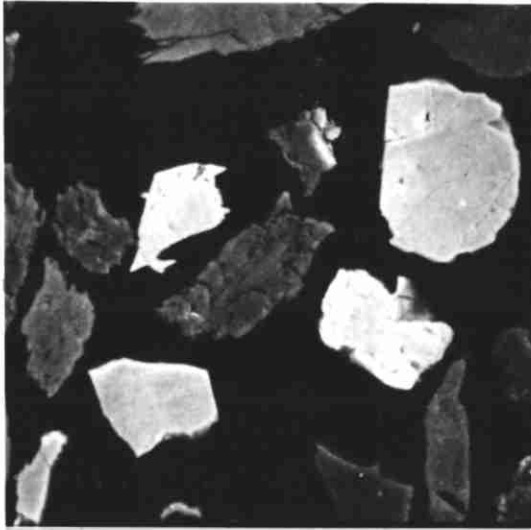


Image électrons secondaires

x 600



Cu

Analyse de surface occupée par chaque élément

Cu : 30 %

Fe : 20 %



Fe

II.4. Exploitation quantitative des images numérisées

Techniquement, le système de programmation du positionnement du faisceau est compatible avec la formation d'une image transposable en une matrice carrée de 1600 x 1600 pts.

Il est évident qu'un tel système est prohibitif, aussi bien du point de vue temps d'acquisition qu'au niveau durée de l'exploitation numérique.

En pratique, cette matrice n'est pas explorée systématiquement. Trois méthodes de traitement ont été élaborées ; elles correspondent à des prises d'informations suivant un nombre limité de points implantés suivant des configurations spécifiques (choisies à partir de la matrice 1600 x 1600).

Ces techniques sont les suivantes :

a) Dans le premier cas, les points d'analyse sont reportés suivant une grille d'analyse à maille carrée (généralement 70 x 70 pts) ; il s'agit d'une configuration classique (planche 5) dans laquelle le calculateur supporte la totalité de l'analyse géométrique.

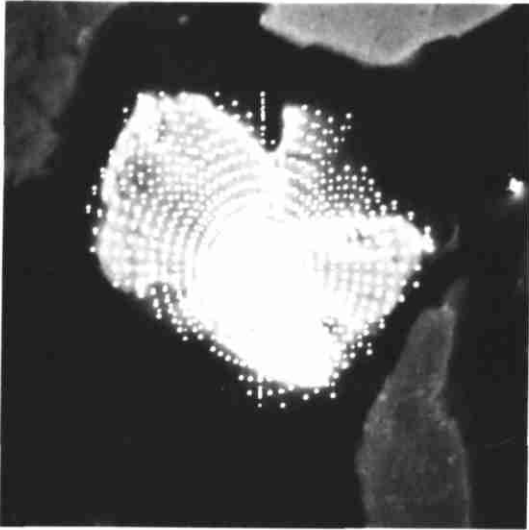
La longueur du temps de calcul fait que ce système n'est généralement utilisé que lorsque l'analyse est limitée à une seule plage ; à noter que le transfert direct de ce type de document vers un analyseur d'images, opération maintenant techniquement réalisable, permettrait de diminuer considérablement le temps nécessaire à l'analyse géométrique.

b) L'analyse bidimensionnelle par localisation automatique des frontières de grains a nécessité la mise en place d'un algorithme original. L'exploration s'effectue par déplacement du faisceau à partir d'un point intérieur au grain de façon à constituer une étoile régulière (planche 6) ; pour des particules relativement convexes, on obtient ainsi une bonne approximation des principaux paramètres géométriques : surface, périmètre,

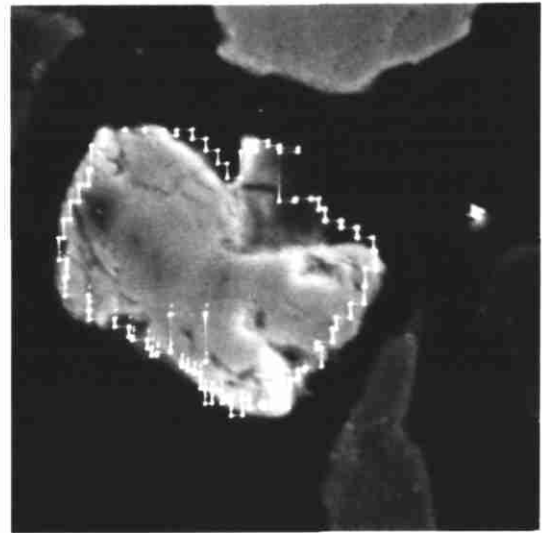
c) L'analyse linéaire constitue un cas limite des méthodes précédentes : le déplacement pas à pas du faisceau est localisé sur une ligne supposée choisie au hasard par rapport à la préparation. Un tel procédé n'est utilisable que pour une analyse statistique d'échantillons supposés isotropes

Il est à remarquer que l'analyse monodimensionnelle, de par sa simplicité de mise en oeuvre et l'abondance des modèles stéréologiques qu'elle a permis d'échafauder, constitue un outil particulièrement adapté pour l'analyse texturale quantitative.

- L'ensemble des possibilités offertes actuellement par le système est schématisé sur la figure 20.

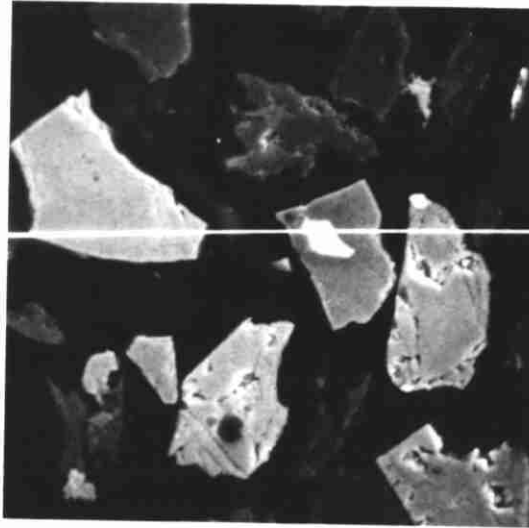


DEPLACEMENT DU FAISCEAU



VISUALISATION DU PERIMETRE

SURFACE (μm^2)	PERIMETRE	DIMENSIONS EXTREMES	
		MINIMUM	MAXIMUM
1348	212	4	30



*ELECTRONS SECONDAIRES
EMPLACEMENT DE LA TRAVERSEE*

GRANULOMETRIE DE TRAVERSEES

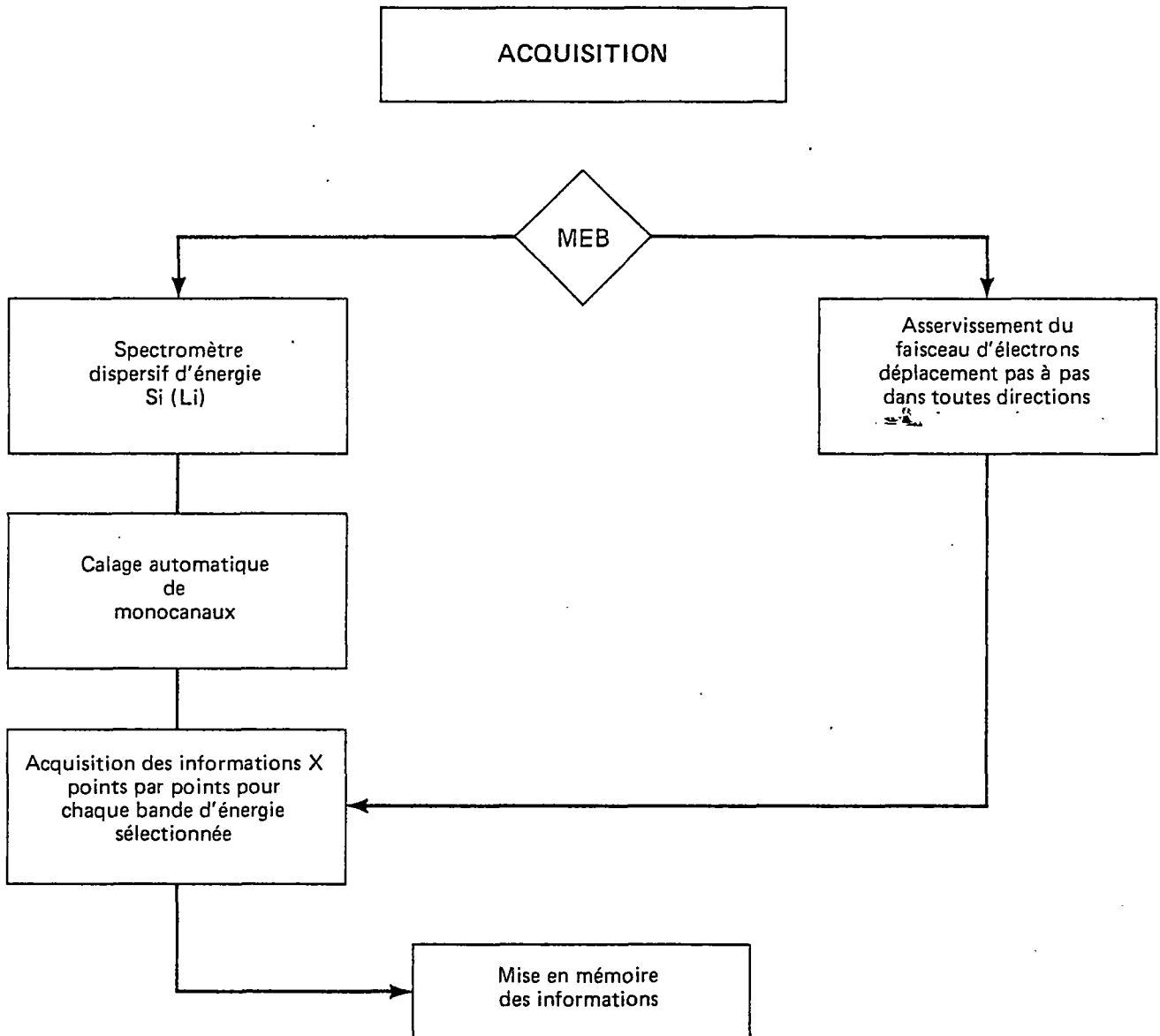
<i>TOTALITE</i>	<i>ELEMENT 1</i>		<i>ELEMENT 2</i>		<i>ELEMENT 3</i>		<i>ELEMENT 4</i>	
1 64	64	1	18	3	10	2	7	4
2 31	5	2	0	0	0	0	0	0
3 18	16	2	0	0	0	0	0	0
4 7	0	0	0	0	0	0	0	0

*Pour chaque élément : 1ère colonne : longueur de traversée (µm)
2ème colonne : numéro du grain*

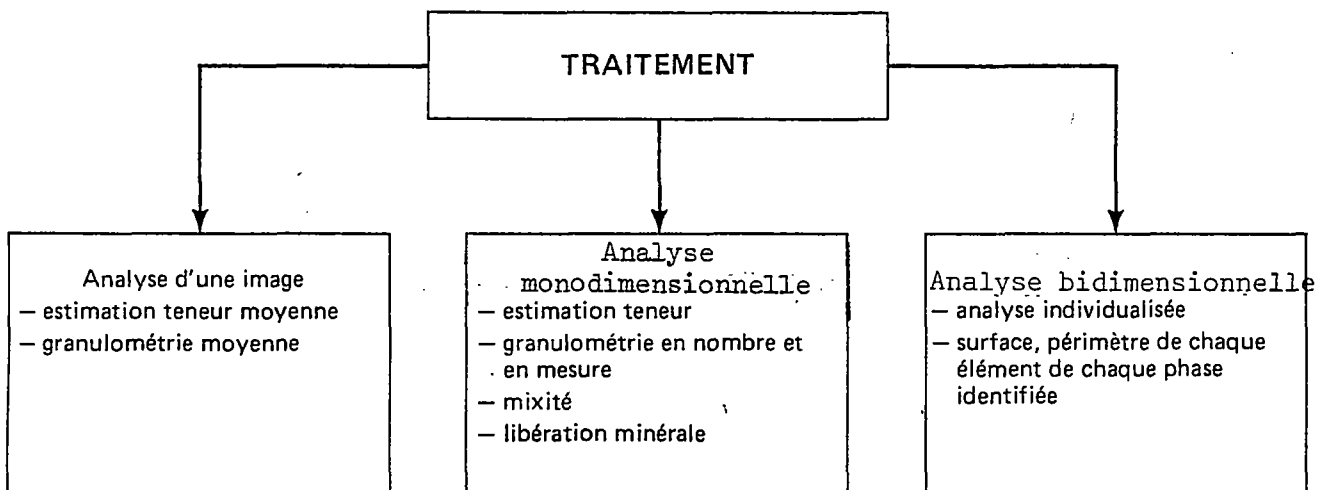
Planche 7 : Analyse monodimensionnelle

Localisation de la traversée et résultats bruts correspondants.

I



II



II.5. Analyse monodimensionnelle - Application à la mesure du degré de libération minérale.

Le principe de l'acquisition est schématisé sur la figure 20 ; les informations conservées en mémoire ordinateur sont :

- les coordonnées de chaque début de traversée non vide.
- le nombre de points contenus dans cette traversée, ceci pour chaque phase considérée comme indépendante.

Ces seules données suffisent donc pour l'obtention directe des granulométries linéaires en mesure ou en nombre.

Comme on l'a vu précédemment, la théorie élaborée pour réaliser une estimation du degré de libération minérale suppose la convexité de toutes les phases contenues dans les grains ; en pratique, pour respecter cette condition, on a été amené au niveau de chaque traversée de l'un de ces grains à regrouper les éléments d'une même phase en une traversée équivalente (voir paragraphe analyseur d'images).

Le principe de ce regroupement, effectué de façon numérique apparaît sur la figure 21 ; il repose sur la possibilité de localiser automatiquement les limites de grains :

Les grains à analyser sont noyés dans une résine et montés en section polie ; cette résine ne contenant pas d'élément chimique de numéro atomique supérieur à 11 est ignorée par le spectromètre, d'où possibilité d'identifier ceux des points d'analyse qui correspondent aux phases minéralisées quelle que soit leur composition. Un analyseur monocanal prenant en compte la totalité du spectre permet ainsi de localiser les débuts et fins de traversées de grain. Cette individualisation étant réalisée, chaque traversée est numérotée ; les coordonnées de début de traversée de chaque phase sont ensuite comparées à celles des traversées de grain, d'où affectation d'un numéro de grain à chaque élément de traversées, ceci pour chaque phase. A ce stade de l'analyse, les données peuvent être représentées comme l'indique le tableau supérieur de la figure 21.

Pour chaque phase, le regroupement des éléments de traversée s'effectue simplement en additionnant les longueurs affectées du même numéro de grain (figure 21 - tableau inférieur).

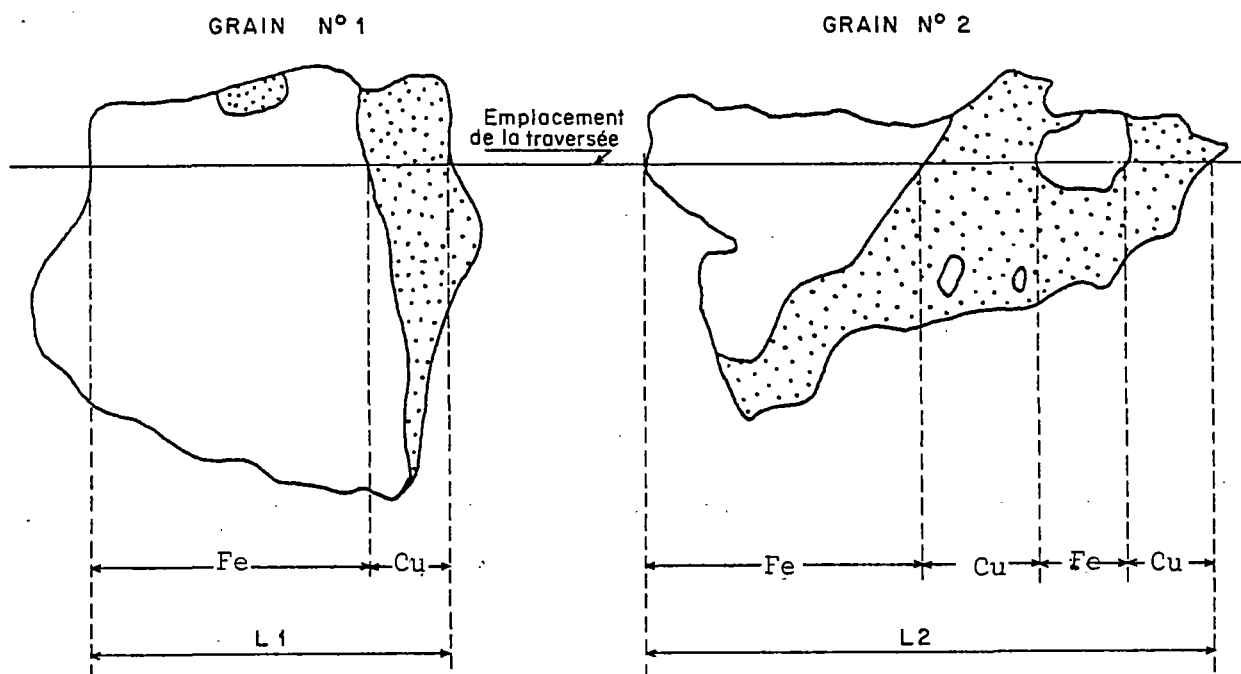
Toutes les informations sont alors disponibles pour appliquer le programme de calcul du degré de libération de chaque minéral (identifié par un élément chimique).

La figure 22 donne un exemple de sortie de résultats (produit de broyage du minerai de Bodennec - tranche 50 - 63 μm). La présentation des données est sensiblement équivalente à celle mise en place sur l'analyseur d'images. Les volumes moyens exprimés en (μm^3) sont calculées en supposant la convexité de chaque phase.

- Fig.21 -

GRANULOMETRIE DE TRAVERSEES (données brutes)
(longueur en μ)

<u>TOTALITE</u>		<u>ELEMENT 1 (Fe)</u>		<u>ELEMENT 2 (Cu)</u>	
N° grain	Longueur	Longueur	N° grain	Longueur	N° grain
1	268	224	1	44	1
2	274	124	2	70	2
0	0	32	2	48	2



TRAVERSEES EQUIVALENTES

<u>TOTALITE</u>		<u>ELEMENT 1 (Fe)</u>	<u>ELEMENT 2 (Cu)</u>
N° grain	Longueur	Longueur	Longueur
1	268	224	44
2	274	156	118

Figure 22 : Exemple de résultats obtenus en analyse directe des images X - 46 -

##31 .4. ##

.NOMBRE DE PARTICULES ANALYSEES 580
 .TENEUR EN PYRITE 12.44 %

MEB

MOMENTS :

	PYRITE	COMPLEMENT	GRAIN
ORDRE 1	2.414E+03	1.707E+04	1.940E+04
ORDRE 2	7.837E+04	7.400E+05	8.630E+05
ORDRE 3	3.145E+06	3.952E+07	4.679E+07
ORDRE 4	1.460E+08	2.448E+09	2.931E+09
VOLUME MOYEN	6.333E+04	1.497E+05	1.582E+05

GRANULOMETRIE EN NOMBRE DE TRAVERSEES . (%)

MICRONS	PYRITE	COMPLEMENT	GRAIN
0	100.00	100.00	100.00
2	17.59	96.72	100.00
4	17.59	93.62	99.83
6	17.59	90.17	98.79
8	16.55	87.41	97.76
10	14.66	84.14	95.17
12	13.79	82.07	93.10
15	11.21	72.76	82.93
20	9.14	63.10	71.72
25	7.41	52.76	60.52
30	5.86	45.00	52.41
35	3.45	35.69	42.24
40	2.76	27.76	33.10
50	1.21	16.90	20.00
60	0.34	9.31	11.03
70	0.17	3.79	4.48
80	0.00	2.07	2.59
100	0.00	0.17	0.34
150	0.00	0.00	0.00

LIBERATION %	NB. %	% MESURE	
		PYRITE	GRAIN
0.00	100.00	100.00	100.00
0.05	17.59	100.00	19.08
0.10	17.07	99.09	17.72
0.20	16.38	97.76	16.56
0.30	16.03	96.77	16.04
0.40	15.17	92.79	14.64
0.50	14.31	88.73	13.47
0.60	12.93	81.77	11.90
0.70	10.86	72.91	10.15
0.80	8.97	62.39	8.40
0.90	4.83	38.03	4.86
0.95	3.45	25.27	3.15
1.00	3.28	23.61	2.94

II.6. Limites physiques et géométriques du système

Compte tenu d'une part de la puissance du calculateur actuel et du nombre de phases analysées simultanément (4 minéraux), le nombre de points par image se trouve limité à une valeur voisine de 5 000 ; comme on l'a vu, ces points peuvent être distribués soit suivant une matrice carrée, soit répartis suivant une traversée, ce dernier cas correspondant à la configuration adoptée pour les mesures du degré de libération minérale.

Le débattement maximal du faisceau sur l'échantillon étant de 2 mm, on voit que même dans ces conditions, il serait théoriquement possible de placer un point d'analyse tous les 0,4 μm .

Le déplacement du faisceau est digitalisé suivant 1600 pas successifs ; l'amplitude de ceux-ci dépend du grandissement employé. Dans les plus mauvaises conditions ($\times 50$), l'unité de déplacement correspondrait à environ 0,5 μm .

En fait, les limites géométriques ne seront imposées ni par l'informatique, ni par le pas de déplacement du faisceau, mais par les phénomènes associés à l'excitabilité de la matière sous bombardement électronique ; ces limites sont imposées notamment par :

- les dimensions du volume émetteur (phénomène de diffusion multiple des électrons dans la cible).
- la durée minimum d'irradiation qui soit compatible avec une identification automatique des éléments.

Ces grandeurs étant liées à la nature des éléments analysés, on se contentera ici de considérations moyennes valables dans le cas des sulfures.

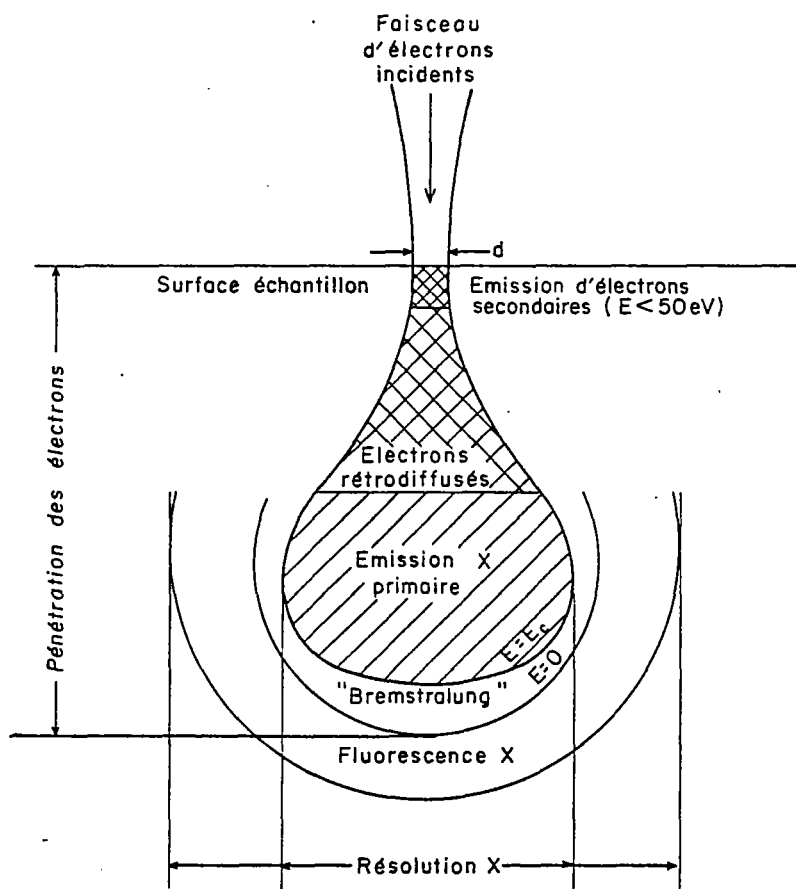
La figure 23 rappelle l'importance relative des zones affectées par les divers types d'émissions induites par le bombardement électronique ; si le diamètre du faisceau incident est de l'ordre de 1 micron, le diamètre de la zone excitée pour le rayonnement X atteint environ 2 μm ; il serait donc peu efficace de resserer les points d'analyses à des intervalles plus faibles.

Dans les conditions standard, une distance entre points de 2 μm a donc été retenue ; la résolution géométrique du système est en fait légèrement moins bonne, puisqu'il faut tenir compte à la fois des incertitudes liées au seuillage et de celles provenant de l'épaisseur de la zone excitée.

Dans ce dernier cas, le problème réside dans le fait que l'on n'analyse pas rigoureusement une surface, mais un volume ; les transitions entre minéraux peuvent donc éventuellement donner lieu à des variations continues de l'amplitude du signal (contacts en biseau entre minéraux) qui nuisent à une bonne localisation des extrémités de traversées.

- Fig.23 -

INTERACTION DU FAISCEAU D'ÉLECTRONS AVEC LA CIBLE



Pour ce qui est du seuillage, dans la configuration actuelle, l'identification s'effectue en tout ou rien (présence ou absence d'un élément), ce qui permet une certaine tolérance vis-à-vis des fluctuations de l'amplitude observée.

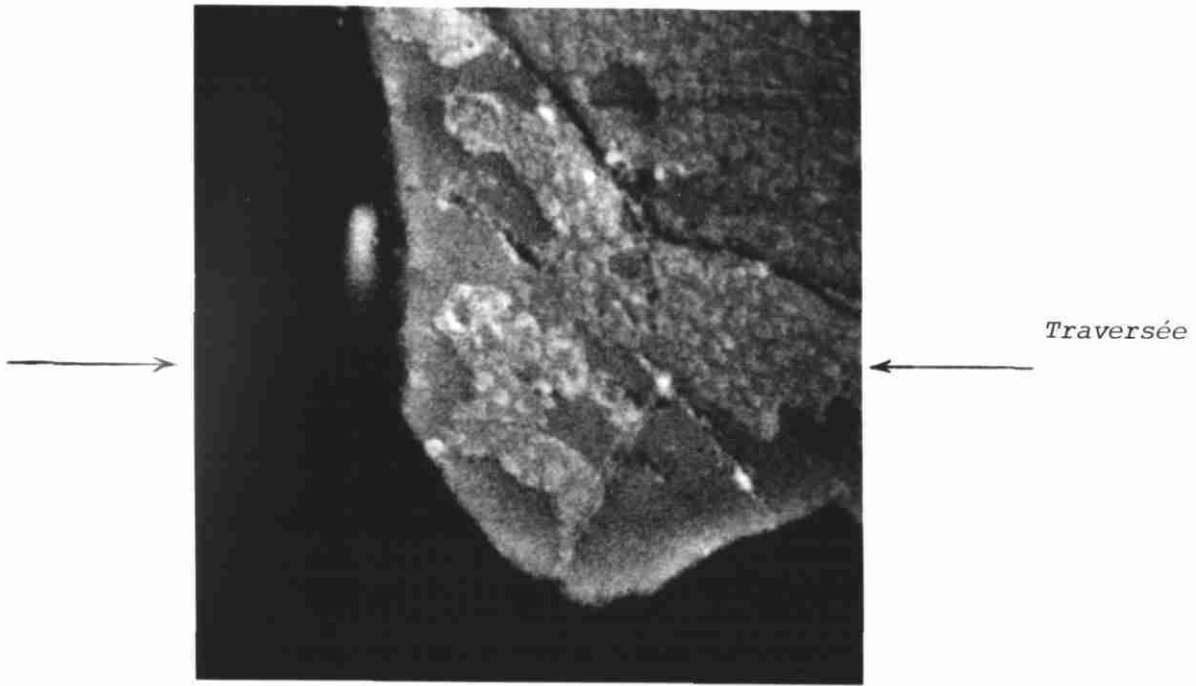
Compte tenu de ces remarques, la précision peut être évaluée à environ $3 \mu\text{m}$, ce qui sous-entend qu'il serait illusoire de vouloir quantifier des particules de dimensions inférieures à $10 \mu\text{m}$.

L'émission X revêtant un caractère aléatoire, le temps d'acquisition en chaque point doit être tel que l'identification du signal par rapport au bruit de fond soit réalisable sans ambiguïté.

La planche 8 correspond à une transition résine-pyrite. Sur la photographie inférieure sont reportées les variations du signal x (Fe) le long de la même traversée et pour différents temps d'acquisition. Cette illustration montre que pour des durées d'exposition supérieure à 0,5 seconde, les fluctuations sont suffisamment faibles pour être compatibles avec un seuillage automatique. Sur cet exemple précis destiné à évaluer l'amplitude des fluctuations du signal, la distance entre points est de $0,1 \mu\text{m}$. A noter que ces fluctuations dépendent entre autres du flux de photons X intercepté par le détecteur, donc de la distance diode-échantillons.

Pour les conditions habituelles de fonctionnement, il a été retenu un temps d'acquisition de 0,5 seconde par point ; sur certains cas particuliers, en plaçant le détecteur le plus près possible de l'échantillon, cette durée peut être ramenée à 0,2 s.

Ces limites sont liées au temps de comptage maximum admissible par le spectromètre pour conserver la proportionnalité entre le nombre de photons X émis et l'intensité du signal observé ; il s'agit là d'une limite instrumentale susceptible d'évoluer selon les appareillages.



*Temps d'acquisition
pour chaque point :*

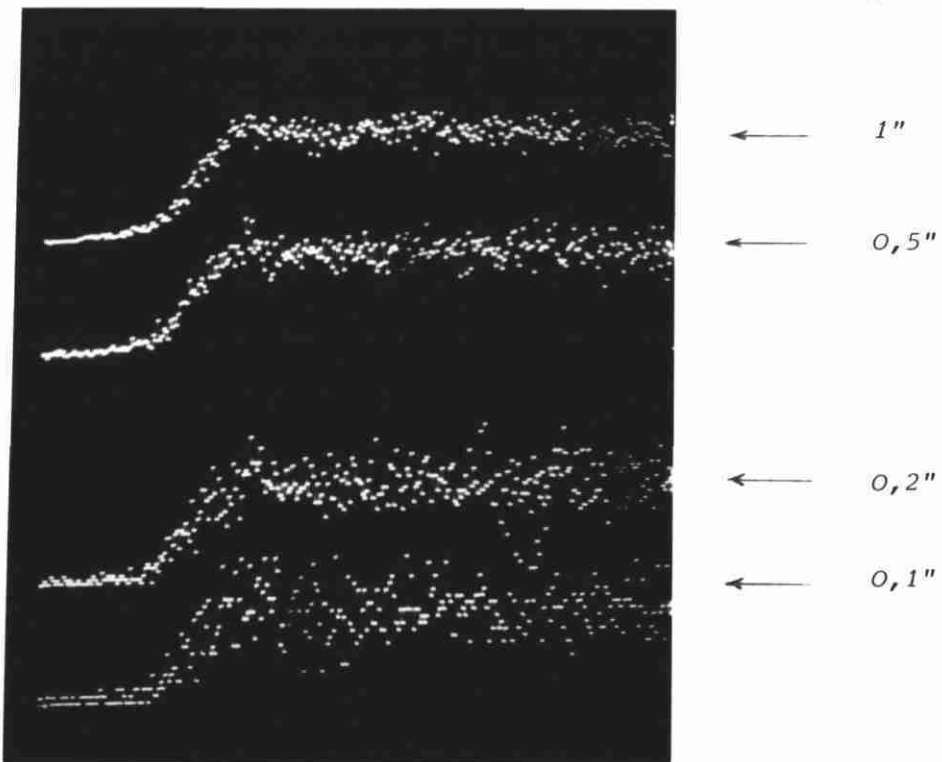


Planche 8 : Variations de l'intensité du signal observé le long d'une traversée pour différents temps d'acquisition.
(*transition résine - pyrite*)

II.7. PERSPECTIVES

Les limites énoncées sont liées pour une grande part à la configuration actuelle de l'appareillage ; il s'agissait avant tout de montrer la possibilité d'accès aux paramètres nécessaires aux calculs théoriques débouchant sur l'évaluation d'un degré de libération minérale.

A cet objectif, s'est superposé le souci de développer un ensemble immédiatement utilisable, ce qui s'est traduit par un nécessaire compromis entre la précision de la mesure et le temps, donc le coût de l'analyse.

Il faut souligner que la rapidité des développements technologiques est telle que les nouvelles versions de spectromètres actuellement sur le marché autorisent dans les mêmes conditions une analyse dix fois plus rapide ; moyennant un complément d'équipement, la méthode peut donc être facilement amenée à un prix de revient très modéré (par exemple analyse de 1000 grains de 50 μm par rapport à 4 éléments d'intérêt en moins de 2 heures).

Par ailleurs, la qualité du traitement peut être sensiblement améliorée par une phase intermédiaire de traitement du signal.

CONCLUSIONS

L'adaptation de l'analyseur quantitatif d'images et du microscope électronique à balayage à la mesure de grandeurs liées au degré de libération minérale constituait une part essentielle de l'objectif visé dans la présente action concertée ; pour chaque appareil, les aménagements technologiques envisagés ont été effectivement réalisés et sont opérationnels.

Les deux systèmes mis en oeuvre constituent actuellement les seules voies qui puissent résoudre totalement le problème d'évaluation de la libération des minéraux, notamment de par leur faculté de localiser les limites des grains quelle que soit leur composition (contrairement par exemple aux méthodes d'analyse par spectrométrie dispersive en longueur d'onde pour lesquelles seul un petit nombre d'éléments chimiques prédéterminé est analysé).

Quelles que soient les limites de la méthode (choix du modèle théorique), les adaptations réalisées permettent l'acquisition d'informations linéaires (granulométrie, mixité) non biaisées qui sont souvent suffisantes pour suivre l'évolution d'un phénomène par simple comparaison entre les observations effectuées à diverses étapes du traitement minéralurgique.

Il faut rappeler que les adaptations technologiques ont été réalisées à partir du matériel existant ; il ne s'agit donc pas des meilleures configurations possibles, ce qui apparaît notamment au niveau de la durée des opérations.

Toutefois, la faisabilité étant démontrée, il peut être envisagé un stade de modernisation des différents sous-ensembles, se concrétisant par la mise en place d'outils parfaitement efficaces et adaptés aux besoins d'informations prévisionnelles et de contrôle spécifiques à la valorisation des minerais.