

**ERAMET RESEARCH**

**Minéralogie Quantitative  
Application au minerai de Manganèse**

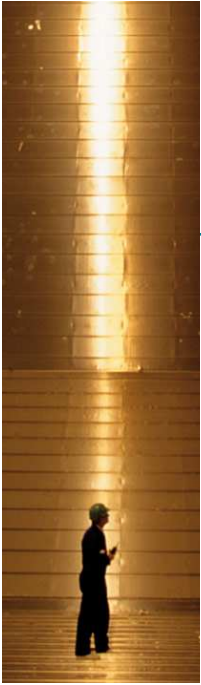
Emilie Baillet

Paris, Jussieu – 24 juin 2009



DES ALLIAGES,  
DES MINERAIS  
ET DES HOMMES.

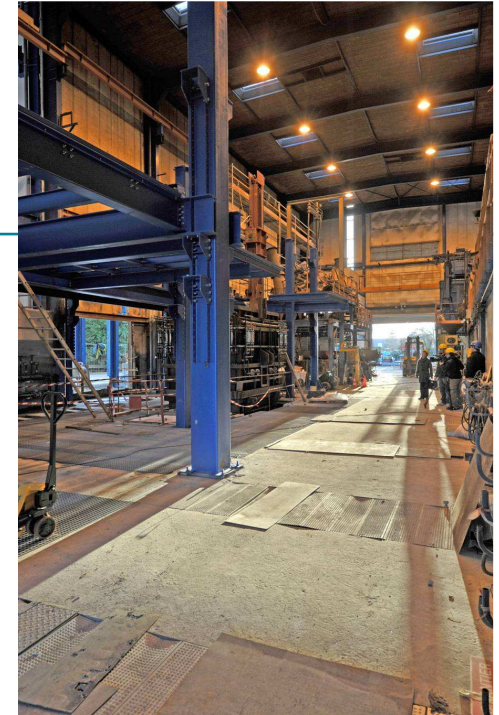




# Groupe Eramet

## Eramet Research

- ❑ **ERAMET** : société minière et métallurgique française
- ❑ 15000 salariés dans le monde
- ❑ 3 branches :
  - **Ni** (SLN, ETP, WB, Sandouville)
    - ⇒ FeNi, chlorure Ni, Ni de haute pureté
  - **Mn** (Comilog, Eramet Norway, Eramet Marietta, Erachem, Tinfos)
    - ⇒ Minerai Mn, Alliages Mn, dérivés chimiques de Mn, recyclage des catalyseurs pétroliers
  - **Alliages** (Erasteel et A&D)
    - ⇒ Acier rapide, pièces matricées, superalliages



**ERAMET**  
RESEARCH

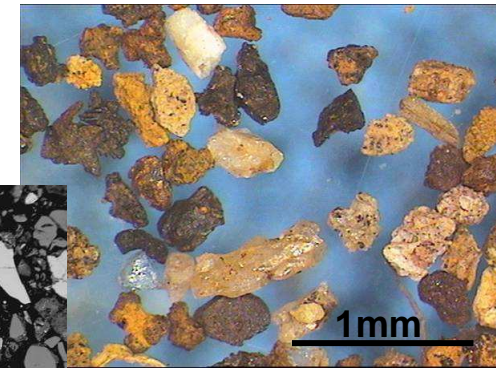
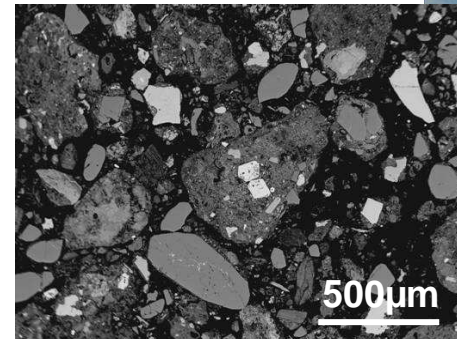
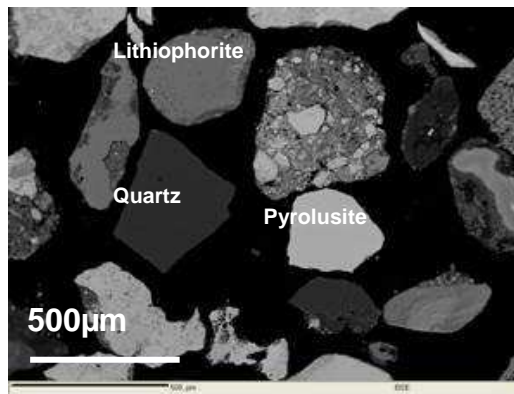
- ❑ **Eramet Research**
- ❑ 100 personnes, majoritairement ingénieurs et techniciens
- ❑ Départements procédés
  - Pyrométallurgie
  - Hydrométallurgie
  - Minéralurgie
  - Métallurgie Physique et Mécanique
  - Produits
- ❑ Département Pilote
- ❑ Département Caractérisation-Analyse



**ERAMET**

# Minéralogie et minéralurgie

❑ Objectif : connaître le minerai et son environnement



❑ Support pour :

- Amélioration de procédés existants et valorisation des ressources minières
- Choix et développement de nouveaux procédés
- Prospection géologique et minière
- Evaluation des ressources minières



# Nos équipements de caractérisation

## □ Nos besoins

- Identifier les phases présentes
- Connaître les proportions des phases présentes
- Connaître la distribution granulométrique des phases
- Connaître la maille de libération des phases porteuses des éléments valorisables (dans le cas des procédés minéralurgiques)
  - ⇒ Potentiel du minerai, évaluer l'impact des différentes voies d'enrichissement
  - ⇒ Affiner le broyage, comprendre les mécanismes qui limitent les séparations gravimétrique / magnétique...

## □ Nos moyens

- Analyse chimique
- Caractérisation
  - ⇒ Diffraction des rayons-X ( $\theta-\theta$ )
  - ⇒ Microsonde
  - ⇒ Granulomètre à laser
  - ⇒ MEB-EDS-EBSD-MLA

## □ Minéralogie Quantitative

- Analyse normative
- Analyse d'images
- DRX
- Logiciel MLA



ERAMET  
RESEARCH



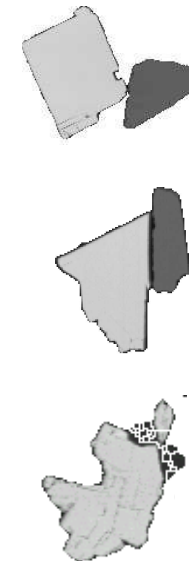
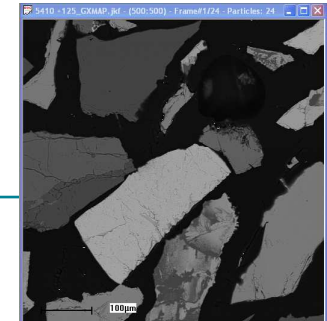
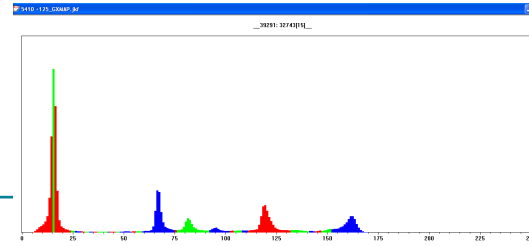
ERAMET



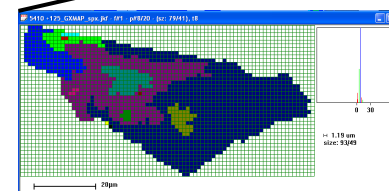
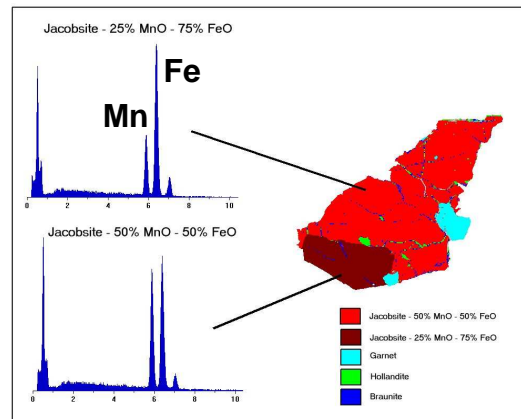
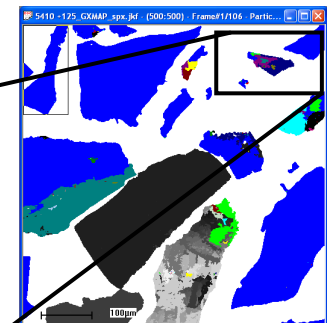
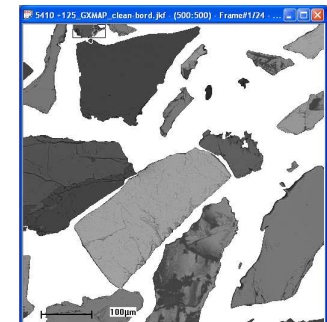
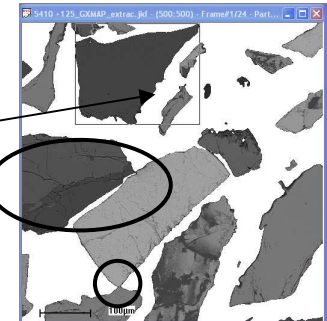
# Mineral Liberation Analyser

## MEB – EDS – MLA

- Automatisation du MEB et de l'EDS combiné à un logiciel d'analyse d'images et de traitement de données
  - ⇒ Préparation échantillons (fondamental)
    - Fractions granulométriques
    - Séparation des grains
  - ⇒ AI images BSE (3 étapes) + Micro-analyses EDS
  - ⇒ Identification phases (rôle clé de l'ingénieur)
    - Assigner 1 ou plusieurs spectres EDS à une phase + ses propriétés (composition, densité)
    - Base de données (composition, densité)
  - ⇒ Traitement des données
    - Proportion de phases
    - Associations et libération des minéraux
    - Taille de grains par phase...
  - ⇒ Simulations



Effet de bords  
Fissures  
Séparation des grains



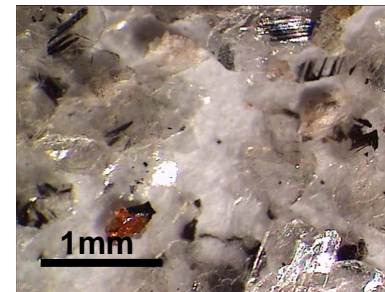
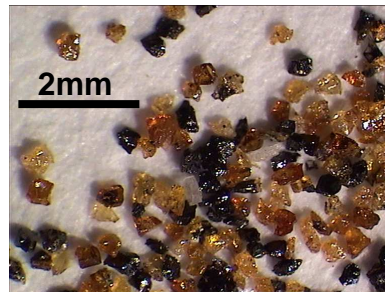
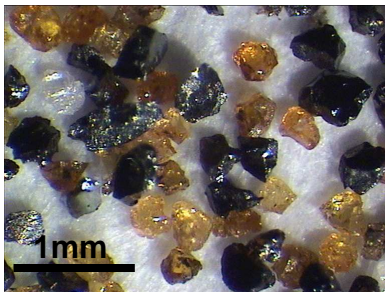
# Etude de cas

## Minerai de Manganèse

### □ Identification de différents faciès et caractérisation par faciès

- Faciès 1 (1a,1b) – Faciès 2 (2a,2b,2c)

	Mn	Fe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO
Faciès 1a	44	12	18	1	2
Faciès 1b	30	14	25	3	2
Faciès 2a	22	13	32	6	5
Faciès 2b	25	15	29	4	4
Faciès 2c	29	15	23	3	2



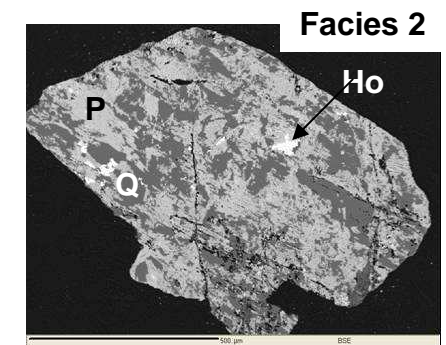
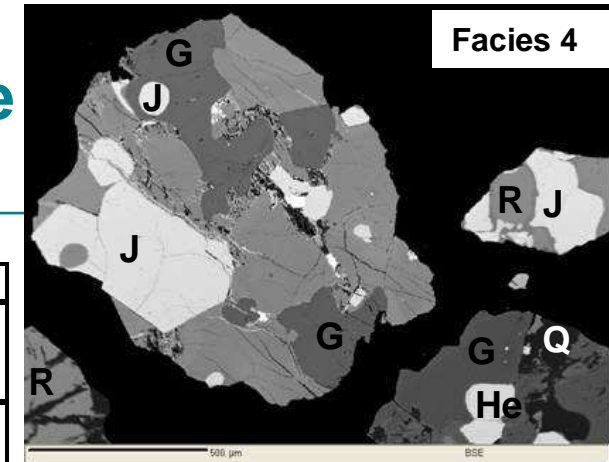
ERAMET  
RESEARCH



ERAMET

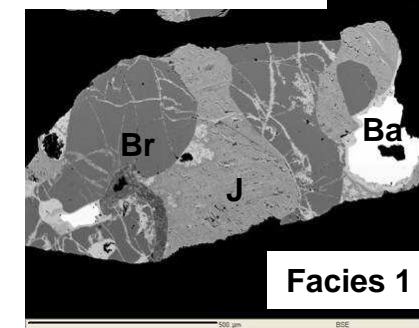
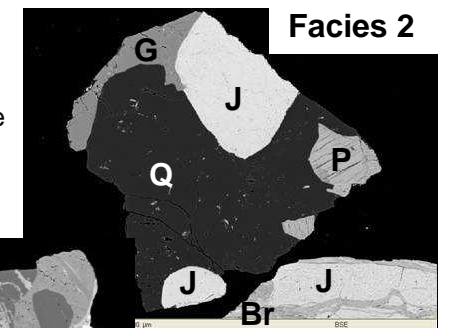
# Identification des phases - Microsonde

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	FeO	MnO <sub>2</sub>	Mn	Total	Phase
<b>Moyenne</b>	0,5	1,2	0,1	0,7	96,6	61	99,9	Pyrolusite MnO <sub>2</sub>
<i>Ecart type</i>	0,9	1,3	0,1	0,8	2,5		1,6	
<b>Moyenne</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	FeO	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	Total	Braunite Mn <sub>7</sub> SiO <sub>12</sub>
<i>Ecart type</i>	0,3	9,5	0,2	6,3	83,1	58	99,8	
	0,1	1,5	0,1	2,7	1,9		3,3	
<b>Moyenne</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Mn	Total	Jacobsite MnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
<i>Ecart type</i>	0,86	0,05	0,03	57,38	38,41	28	97,93	
<i>Max</i>	0,55	0,08	0,04	10,38	9,47		3,53	
<i>Min</i>	2,83	0,42	0,21	80,05	54,97	40	104,87	
	0,09	0,00	0,00	33,81	19,34	14	85,79	
<b>Moyenne</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Mn	Total	Grenats tous les facies
<i>Ecart type</i>	13,56	35,72	12,23	10,93	28,36	22	100,97	
<i>Min</i>	4,33	1,12	3,61	5,89	4,61		1,30	
<i>Max</i>	18,53	36,89	17,28	25,29	36,47	28	104,05	
	3,66	33,45	6,17	3,58	19,91	15	95,57	
<b>Moyenne</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	Total	Hematite Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
<i>Ecart type</i>	0,2	0,0	0,0	95,3	3,4	2	100,0	
	0,2	0,0	0,0	4,0	2,5		1,9	



Br : braunite  
P : pyrolusite  
G : grenat  
J : jacobsite  
Q : quartz  
R : rhodonite

Ho : Hollandite  
He : hematite  
Ba : barite



## □ A approfondir :

- Les oxydes de Mn-Fe car fort taux de substitution possible et frontière entre les différentes phases mal connue
- Les grenats



ERAMET  
RESEARCH



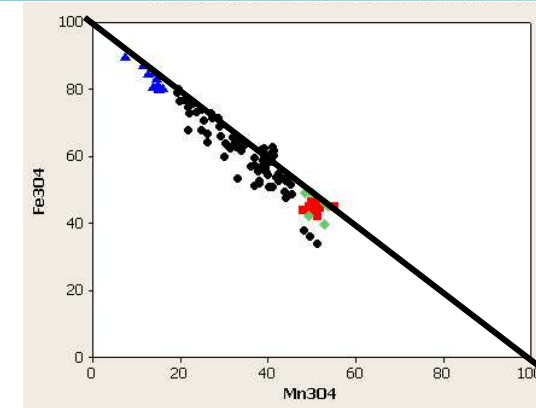
ERAMET



# Oxydes de Mn-Fe – Identification de phases

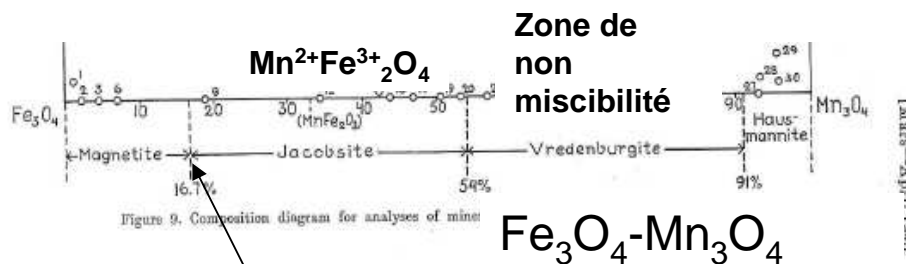
## Données expérimentales – microsonde

- Large gamme de compositions possible
  - ⇒ Limite entre phases et substitutions Fe-Mn?
  - 1 ou plusieurs phases ? Quelles propriétés ?

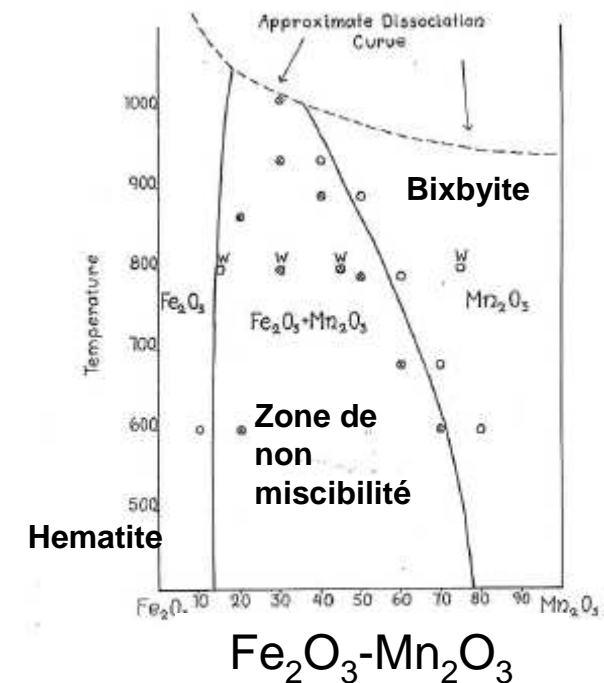


## Bibliographie – B. Mason, 1943

- 2 systèmes à étudier :  
 $Fe_3O_4$ - $Mn_3O_4$  et  $Fe_2O_3$ - $Mn_2O_3$



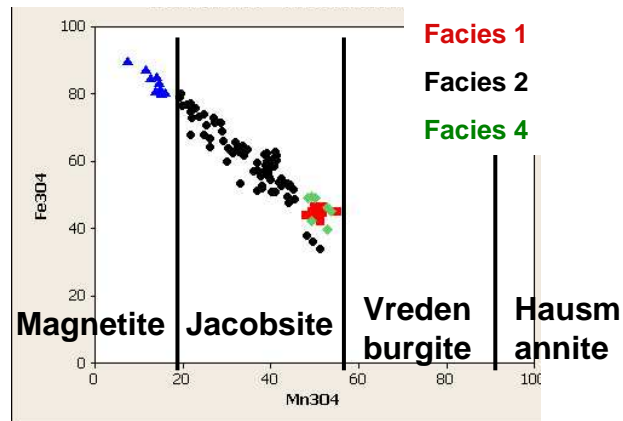
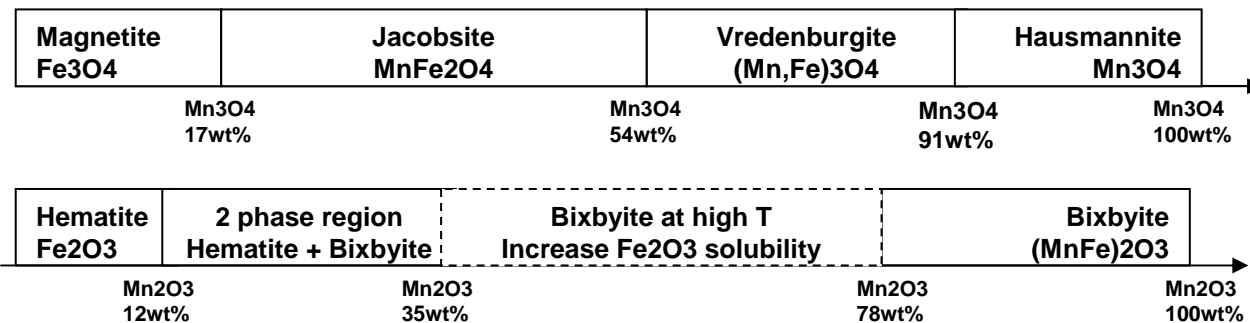
Limite floue à définir



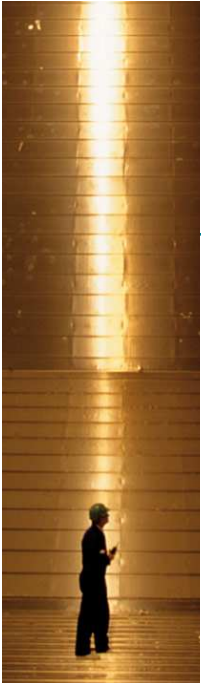
# Oxydes de Mn-Fe – Identification de phases

## □ Rappel des 2 problématiques :

- Identification des phases – limite en différentes phases et les substitutions
- Compositions : superposition des 2 systèmes ( $X_2O_3$  et  $X_3O_4$ )



# Proportion relative des phases DRX sur poudre

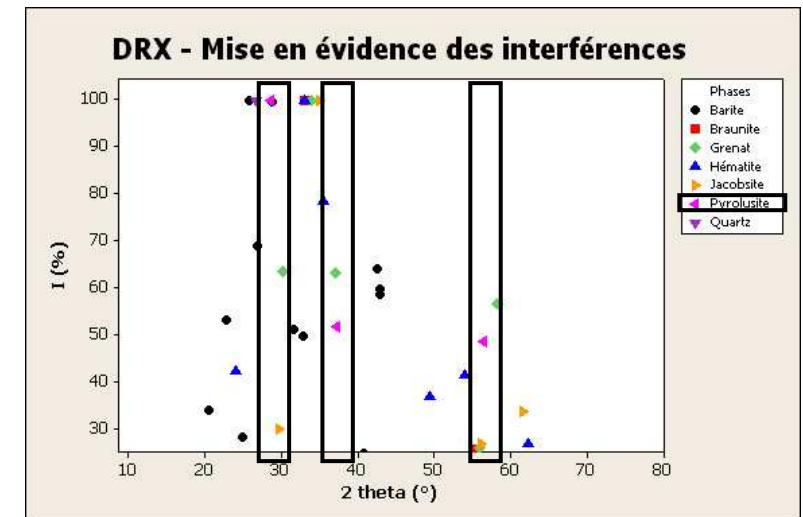
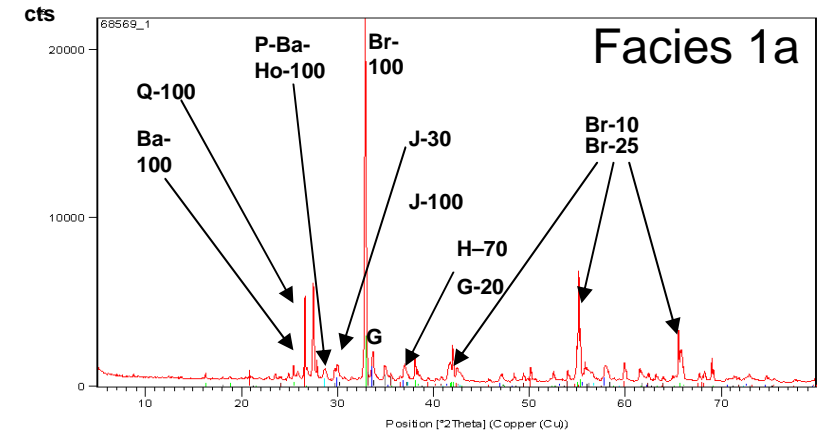


ERAMET  
RESEARCH



ERAMET

- ❑ Identification des phases cristallisées
  - Rapide
  - Représentatif (poudre broyée < 100µm)
  - Reproductible
  
- ❑ Proportion des phases
  - Différentes méthodes disponibles (ajouts dosés, RIR, Rietveld...)
  
- ❑ Limites de la technique appliquée aux minerais
  - Interférences
  - Substitutions
  - Phases mal ou pas cristallisées
    - ⇒ Limites de détection
    - ⇒ Précision
  
- ❑ Nouvelle approche : logiciel MLA





# MLA

## Méthodologie

### ❑ Travail par fraction granulométrique

- ⇒ Préparation des échantillons
- ⇒ Acquisition
- ⇒ Exploitation de résultats

### ❑ Conditions expérimentales

- HT, courant
- Grandissement
- Niveau de gris (pour Al)

### ❑ Différents modes d'acquisition

- Pas, seuils, facteurs limitants

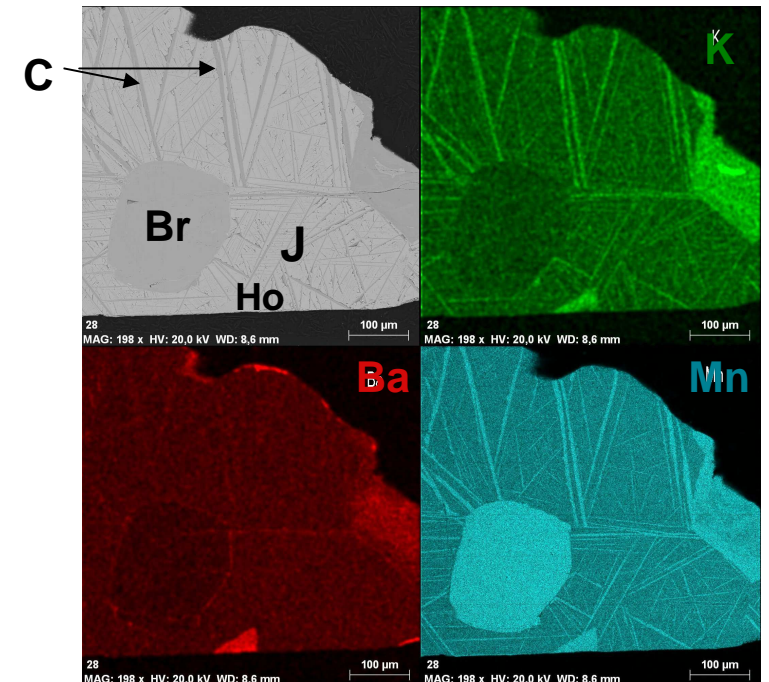
### ❑ Paramètres de l'analyse d'images

### ❑ Base de données

- Spectres EDS et propriétés des phases

### ❑ Limite de détection : celle des images BSE (10-50nm)

### ❑ Précision de mesure : $< 1\% \ll$ Erreur échantillonnage

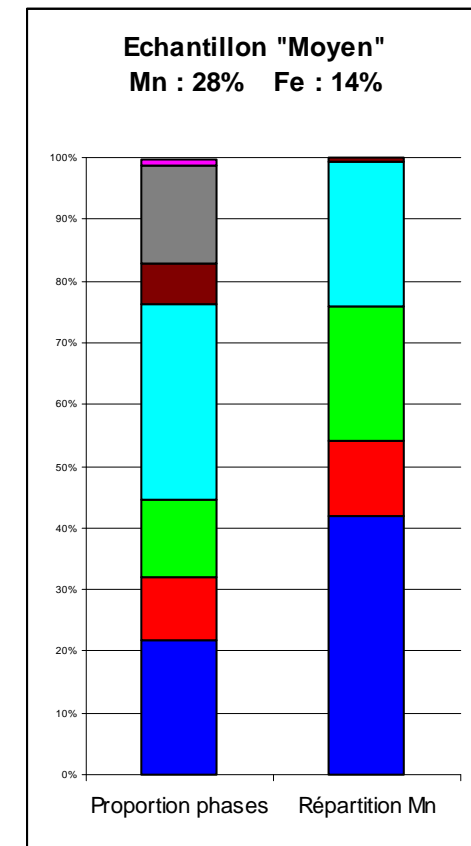
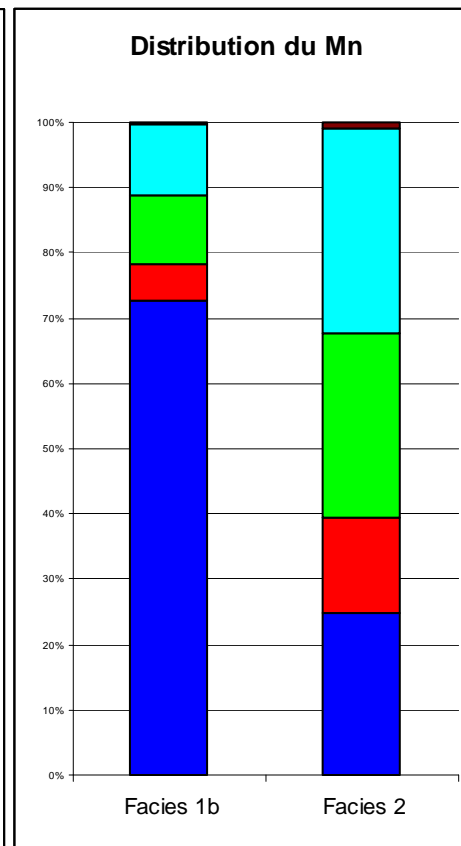
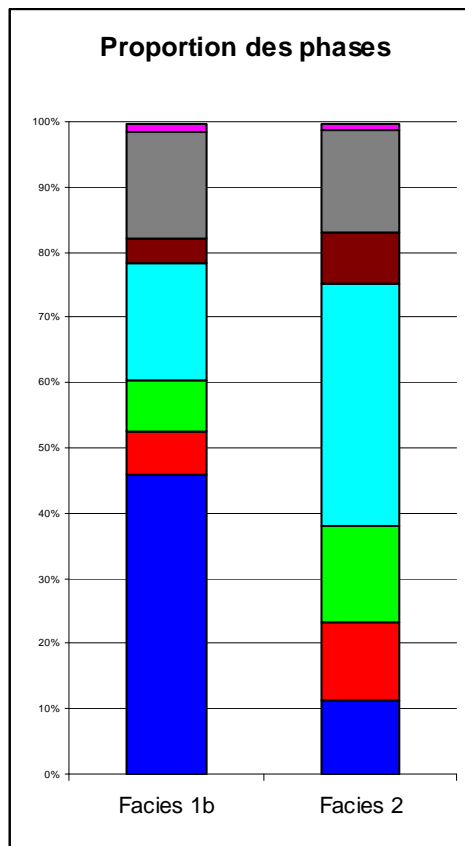


# MLA

## Minéralogie quantitative

### □ Répartition des phases par faciès (MLA)

Ech	Facies	Mn	Fe	SiO2	Al2O3	CaO
7	Facies 1b	33	15	21	2	3
8	Facies 2	25	16	28	4	4



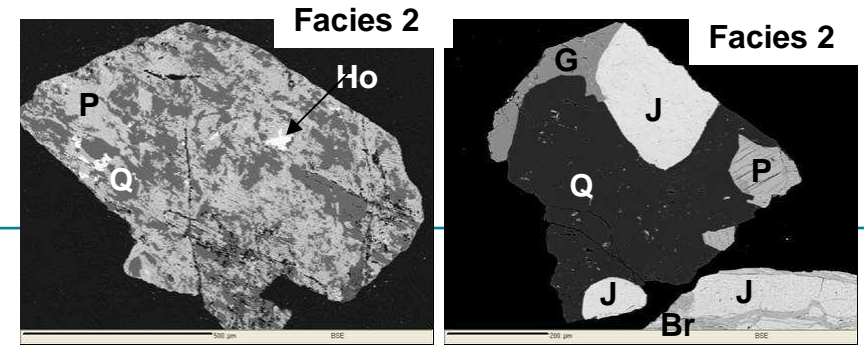
Barite  
Quartz et silicates  
Oxydes de fer  
Grenats  
Mn Phases (P-H-C-T-R)  
Jacobsite  
Braunité





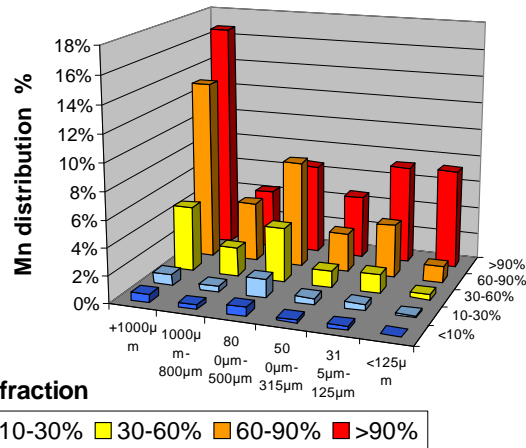
# MLA

## Maille de libération

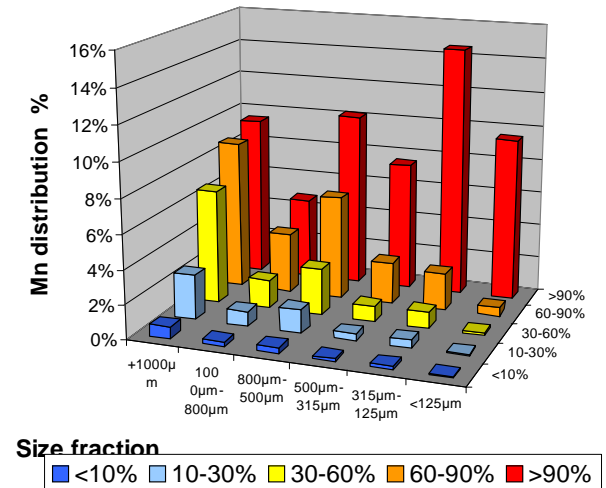


- ❑ Information essentielle pour la minéralurgie
  - Broyage – Optimisation du procédé (rendement poids/teneur)

### Phases Mn



### Grenats



- ❑ Maille de libération des phases porteuses de Mn : 300-500µm
  - ➔ Broyage : d80 < 1mm

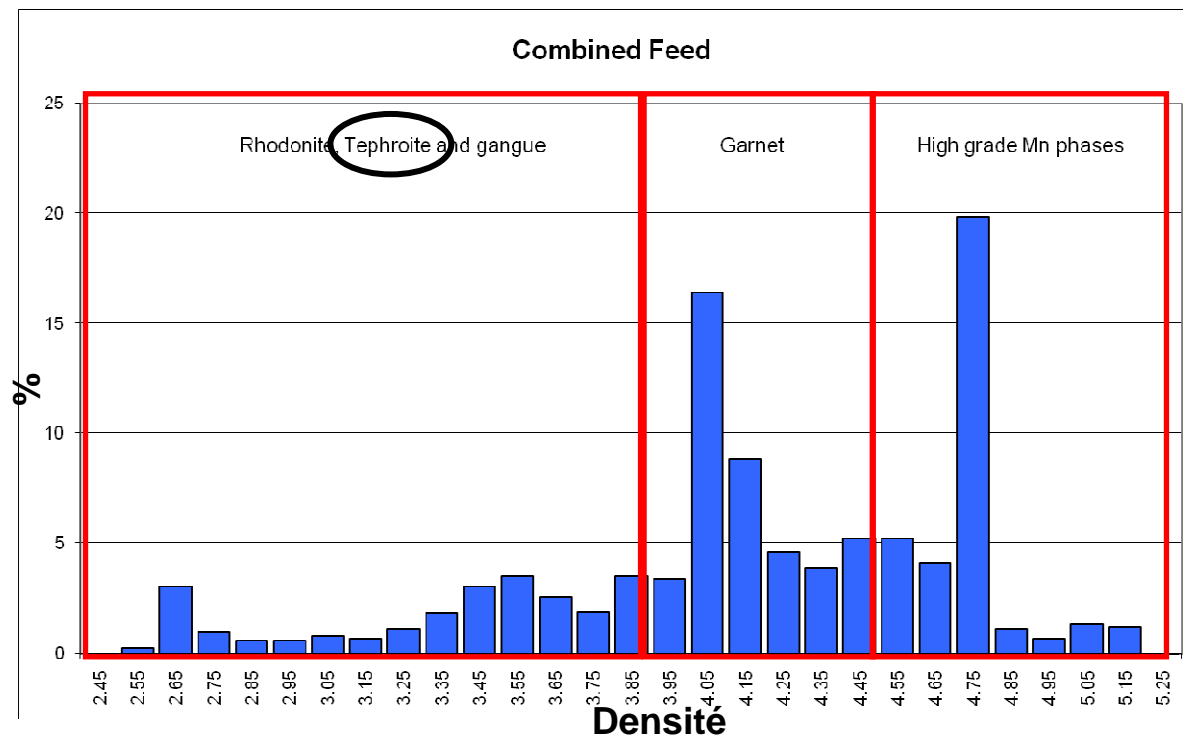


# Minéralogie → procédé minéralurgique

## ❑ Séparation gravimétrique - Simulation

- ⇒ Avantage : association des minéraux prises en compte
- ⇒ Limite : coupures parfaites

## ❑ Détermination des coupures les plus appropriées basée sur les acquisitions et résultats MLA



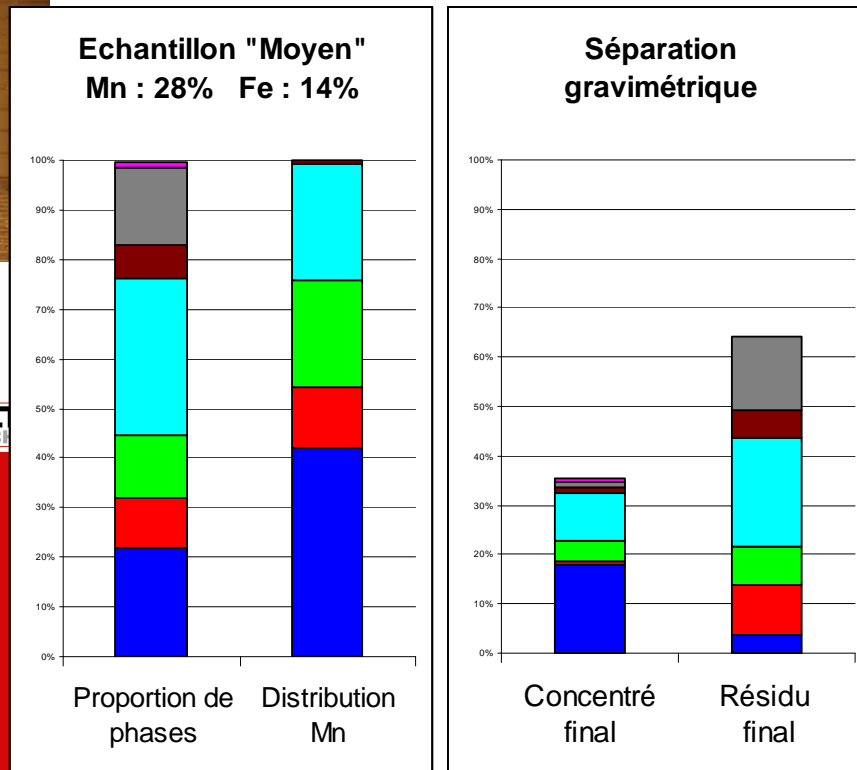
Phase minérale	Densité
Hematite/ magnetite	5,2
Jacobsite	5,1
Hollandite	4,84
Braunite	4,76
Pyrolusite	4,75
Cryptomélane	4,36
Tephroïte	4,25
Grenat	4,1-4,2
Rhodonite	3,5
Rodochrosite	3,0
Quartz	2,6



# Minéralogie → procédé minéralurgique

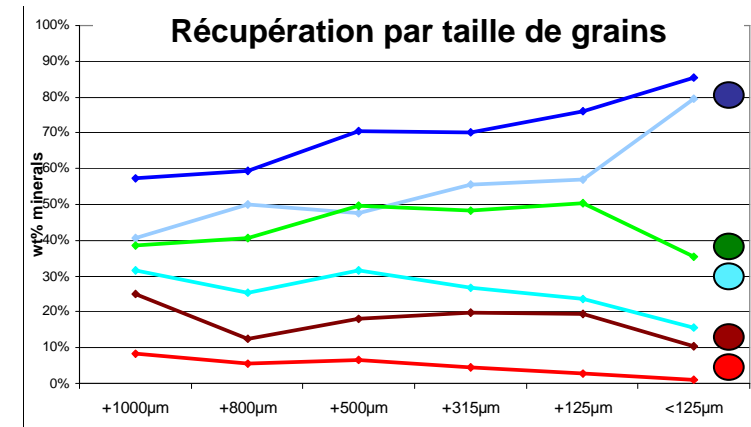
## ☐ Séparation gravimétrique

- Simulation MLA



	Ech "Moyen"	Concentré	Résidu
Masse	100%	36%	64%
Teneur Mn	28	40	21
Teneur Fe	14	11	16

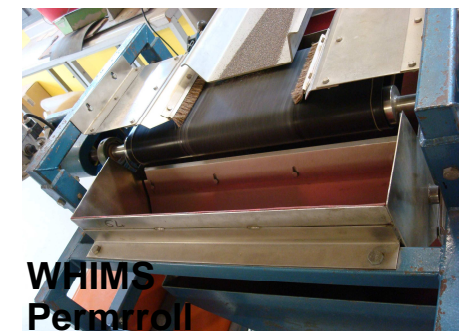
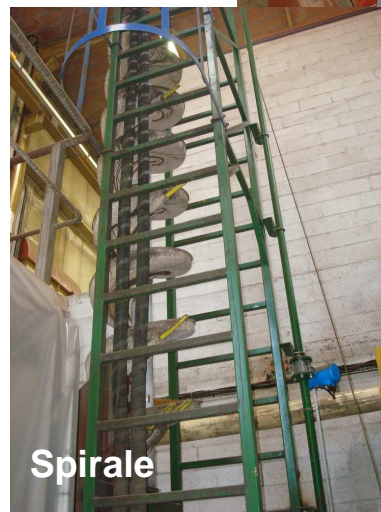
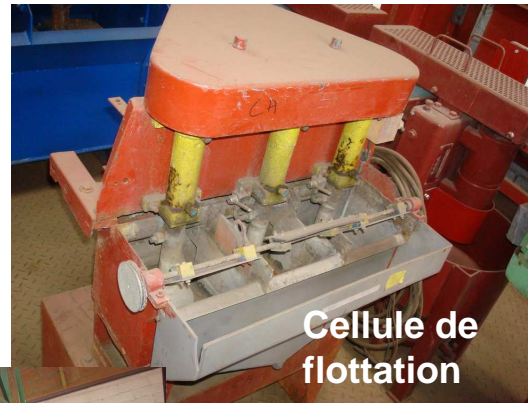
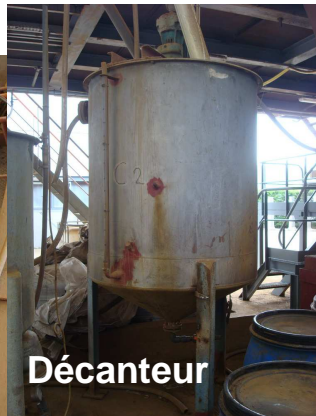
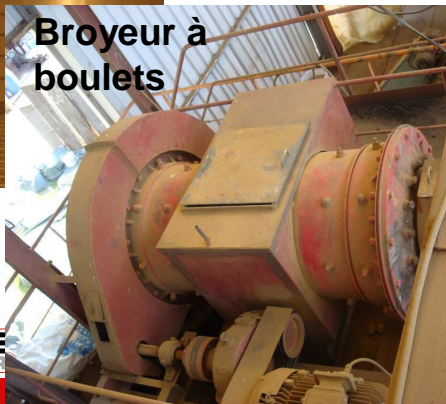
Barite  
Quartz et silicates  
Oxydes de fer  
Grenats  
Mn Phases (P-H-C-T-R)  
Jacobsite  
Braunite



## ☐ Mise en évidence de potentiel d'enrichissement de ce minerai

# Minéralogie → procédé minéralurgique

- ❑ Validation des simulations MLA avec des résultats expérimentaux
  - ⇒ Proposition des procédés les plus appropriés



# Conclusions

- ❑ Minéralogie : support pour les études géologiques des gisements, et le développement et l'amélioration des procédés, notamment minéralurgiques
  - Mise en évidence de l'apport des nouvelles technologies

	Identification de phase	Proportion de phases	Libération	Simulation de procédés d'enrichissement
Microsonde	xxx	-	x	-
DRX	xx	x	-	-
Logiciel MLA	x	xxx	xxx	xxx



- ❑ Etude de cas : Minerai de Manganèse

- Echantillonnage et représentativité
- Approche multi-échelle
- Apport des nouvelles technologies

- ❑ Travail à venir

- Minerai de Mn : caractérisation plus systématique
- Etude d'autres minerais
- Autres applications : les aciers
  - ⇒ Quotation d'inclusions
  - ⇒ Caractérisation des précipités (carbures, ...)

- ❑ Eramet Research est équipé pour travailler de manière autonome sur des projets complexes de recherche et de développement

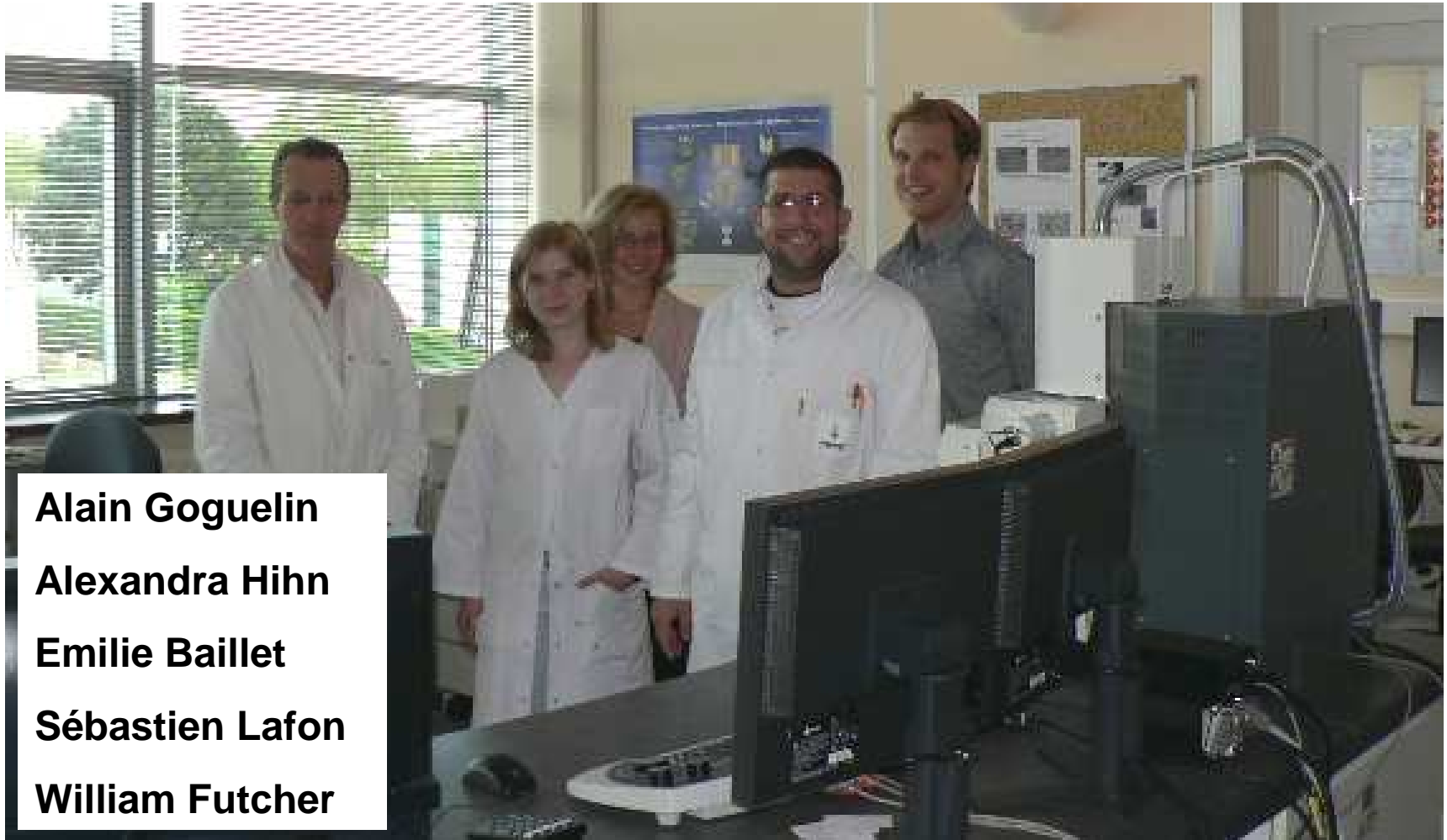


ERAMET  
RESEARCH



ERAMET

# Eramet Research Service Caractérisation



**Alain Goguelin**  
**Alexandra Hihn**  
**Emilie Baillet**  
**Sébastien Lafon**  
**William Futcher**

**Merci de votre attention**

