



# Modélisation d'un procédé de traitement d'un gisement à l'aide d'un MEB couplé au logiciel Qemscan



**ERAMET**

DES ALLIAGES,  
DES MINERAIS ET DES HOMMES.

Simon BLANCHER, Florent CHAUVEAU, Isabelle DUHAMEL-ACHIN, Clémence JOUVEAU du BREUIL, Antoine MERLIN, Sébastien LAFON, Odile LAUGIER, Céline RODRIGUEZ, Anne SALAÜN, Thomas WALLMACH

Ref. 68.14.36-SB



- 1) Présentation d'ERAMET et du laboratoire de Minéralogie
- 2) Principe de fonctionnement du logiciel Qemscan
  - a) Options de lancement des mesures
  - b) Acquisition des spectres EDS
  - c) Construction de la base de données
- 3) Quelques exemples d'application
  - a) Pétrologie et reconnaissance de minéraux,
  - b) Analyses statistiques
  - c) Simulation de procédé

## Conclusions

# 1) Présentation du groupe Eramet

- ❑ Groupe français minier et métallurgique
- ❑ Extraction de différents métaux non ferreux par pyrométallurgie et hydrométallurgie, production de d'alliages et de métaux, fabrication de pièces forgées (aéronautique, automobile) et de produits semi-finis (industrie chimique, pigments, batteries), et recyclage de métaux.
- ❑ 15 000 employés dans le monde
- ❑ 3 branches :



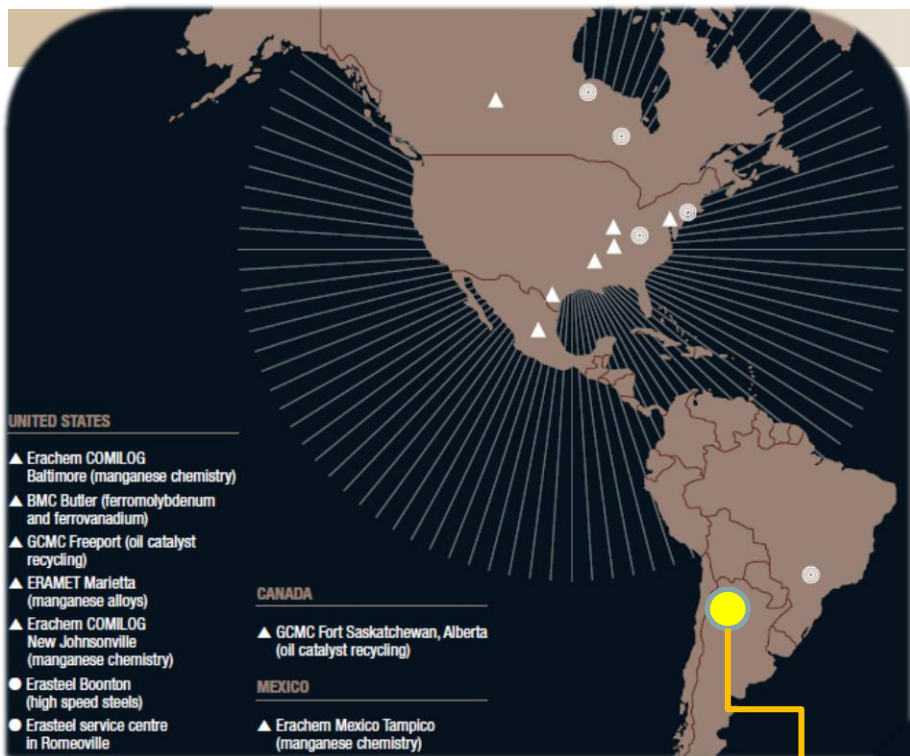
 Manganese site  
 Alloys site

 Nickel site  
 Eramet Group site

 Eramet international site

# 1) Activités Eramet

- 47 sites industriels dans 12 pays et sur 5 continents
- 2<sup>ème</sup> producteur de minerai de Mn à haute teneur et d'alliages de manganèse
- 6<sup>ème</sup> producteur de Ni, et 1<sup>er</sup> producteur de ferronickel à haute teneur
- De nombreux projets de diversification : Ti, Zr, Li, Nb, Ta, terres rares...



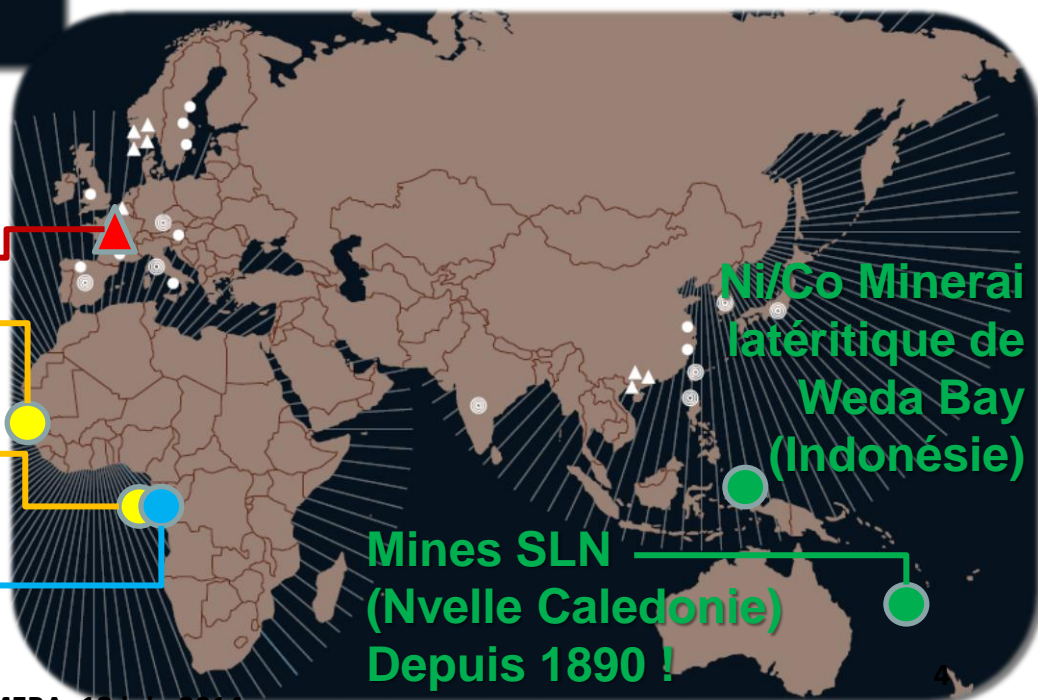
**Projet Lithium dans les salars d'Amérique du Sud**

**Siège social et pôle R&D**

**ZrSiO<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub>: Mine de sables lourds Grande Côte (Senegal)**

**Nb, Ta, REE: Projet Maboumine (Gabon)**

**Mines Comilog de Mn (Gabon)**



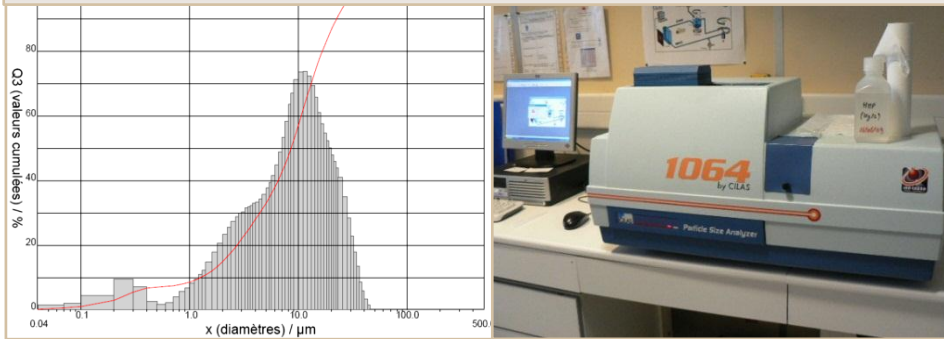
# 1) ERAMET Research

- ❑ Pôle R&D d'Eramet proche de Paris (Trappes)
  - ❑ 170 chercheurs répartis dans de nombreuses équipes :
    - ❑ un laboratoire d'analyse chimique
    - ❑ un laboratoire de minéralogie
    - ❑ une équipe de modélisation numérique
    - ❑ Un laboratoire et des équipement pilote de minéralurgie (cribles, broyeurs, séparation magnétique et densimétrique, flottation,...)
    - ❑ un laboratoire et des fours semis-industriels de pyrométallurgie
    - ❑ Un laboratoire et des pilote d'hydrométallurgie
- Travaille pour l'ensemble du groupe Eramet, mais aussi des clients extérieurs



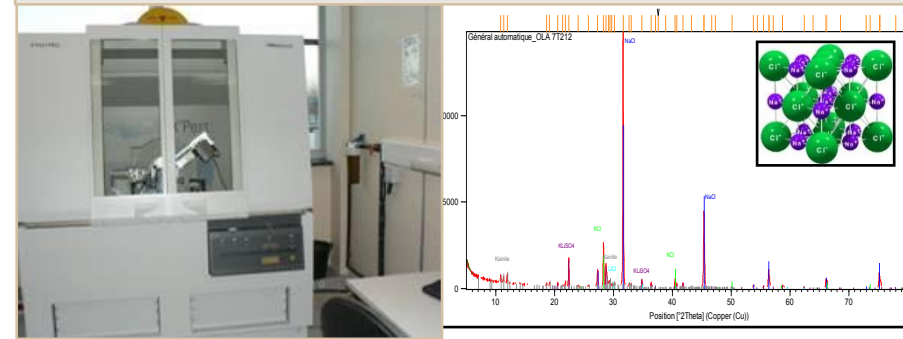
# 1) ERAMET Research : équipements du laboratoire de Minéralogie

## Granulomètre laser (2008)



- Distribution granulométrique en voie humide entre 0.04µm-500µm

## Diffractomètre RX PanAlytical X'Pert Pro (2008)

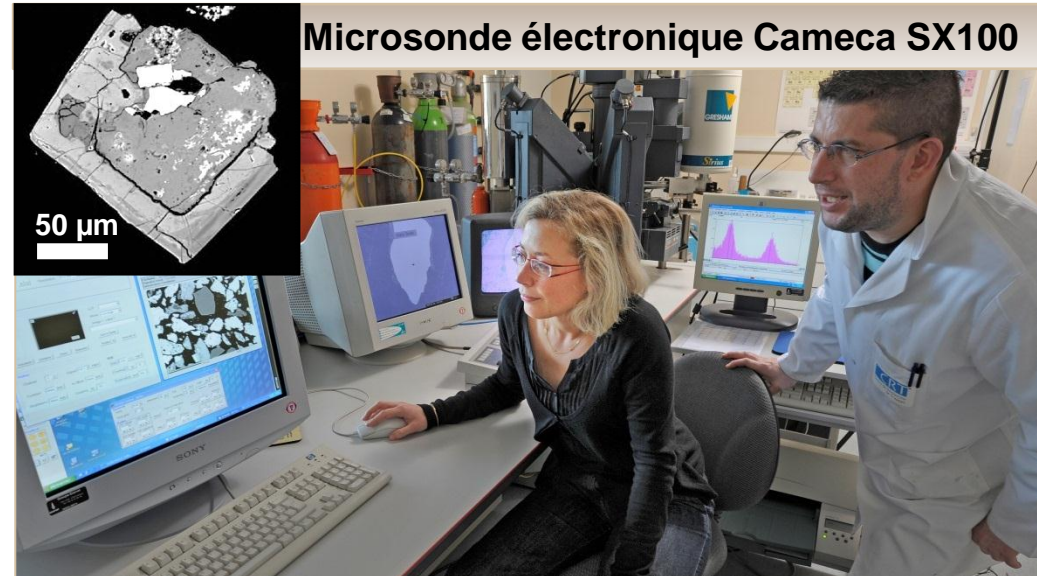


- Détermination du réseau cristallin sur poudre désorientée

## Microscope polarisant et métallographe, Micro-duromètres (Mesure de dureté)



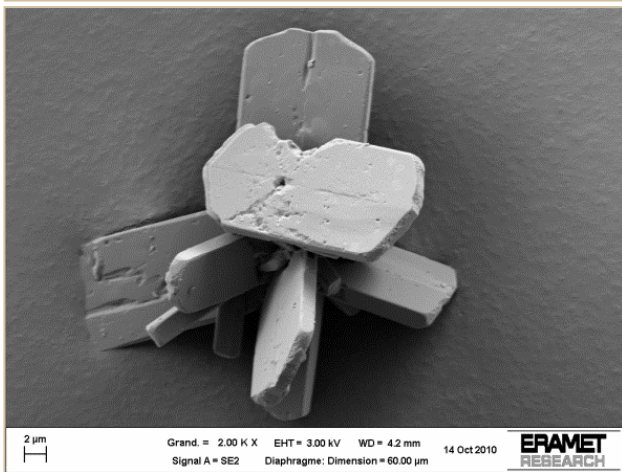
- Analyses texturales et minéralogiques



- Analyses quantitatives sur un volume  $\sim 1\mu\text{m}^3$
- Analyses de traces avec une limite de détection  $\sim 0,1\text{wt}\%$
- Grandissement  $\sim \times 2000$  possibilité de mosaïques

# 1) ERAMET Research : équipements du laboratoire de Minéralogie

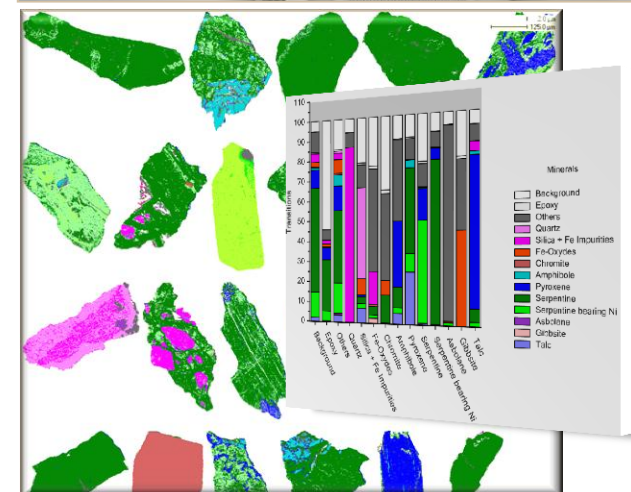
## SEM-FEG Zeiss Supra 55 (2006)



## 2 MEB FEG :

- Images de haute résolution
- 2 EDS sur chaque MEB, permettant des cartographies X rapides
- EBSD : microstructure et minéralogie quantitative dans les aciers
- MEB environnemental : suivi des procédés hydrométallurgiques et des produits hydratés
- QEMSCAN : comptage statistique de minéraux.

## SEM-FEG FEI Quanta 650F / QEMSCAN (2012)

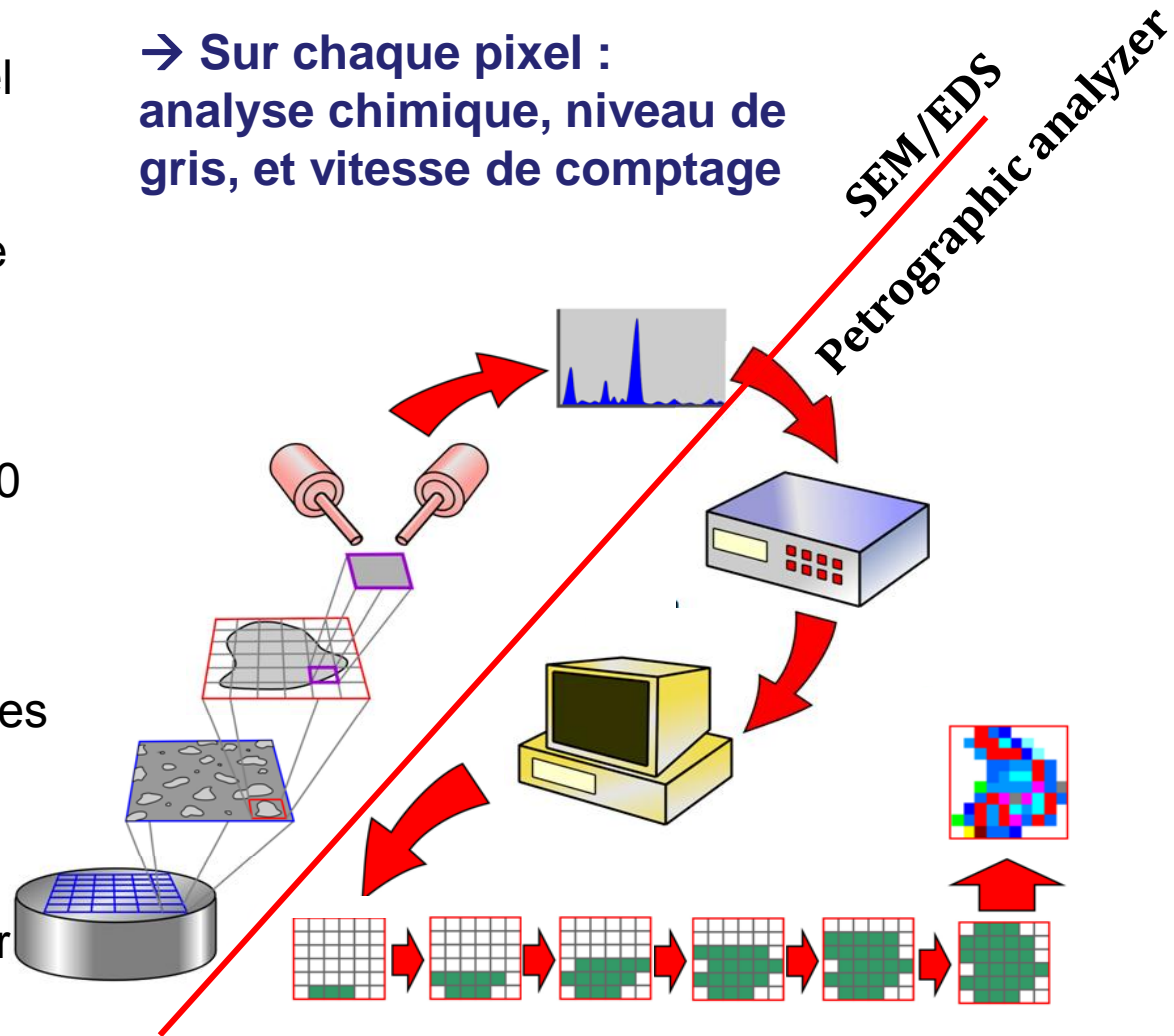


## 2) QEMSCAN : fonctionnement, balayage de l'échantillon

### QemScan : Quantitative Evaluation of Minerals by Scanning electron microscopy

- Balayage de l'échantillon pixel par pixel avec analyse EDS
- 2 détecteurs EDS en parallèle
- Courant fort (25keV) et intensité forte (10nA) pour accélérer l'analyse : 2 000 000 coups par secondes sur standard Or
- Réglage de l'intensité toutes les 2 heures dans une cage de faraday
- Calibration du niveau BSE sur Or, Quartz et cuivre

→ Sur chaque pixel :  
analyse chimique, niveau de gris, et vitesse de comptage



## 2) QEMSCAN : fonctionnement, lancement de la mesure

Measurement: sp6362\_1 PMA

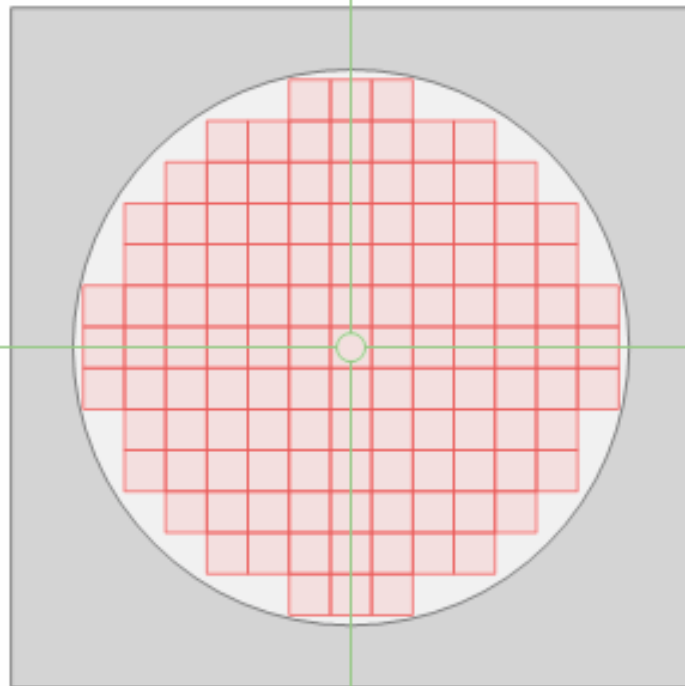
Switch to simple view

Scan Settings Field Settings Bright Phases BSE Ranges Properties



Zoom 12.2

10mm



SIP Mn ore 04-02-2013

Scan type PMA - Particle Mineral Analysis

Particle

- BMA - Bulk Mineral Analysis
- PMA - Particle Mineral Analysis**
- SMS - Specific Mineral Search
- TMS - Trace Mineral Search
- FieldImage - Capture an image of each field
- Custom - Non-standard mode

0µm

Smallest 25

Largest 240

Shape

Boundary Exclude

Scan termination

Fields

Particles 5000

Minutes

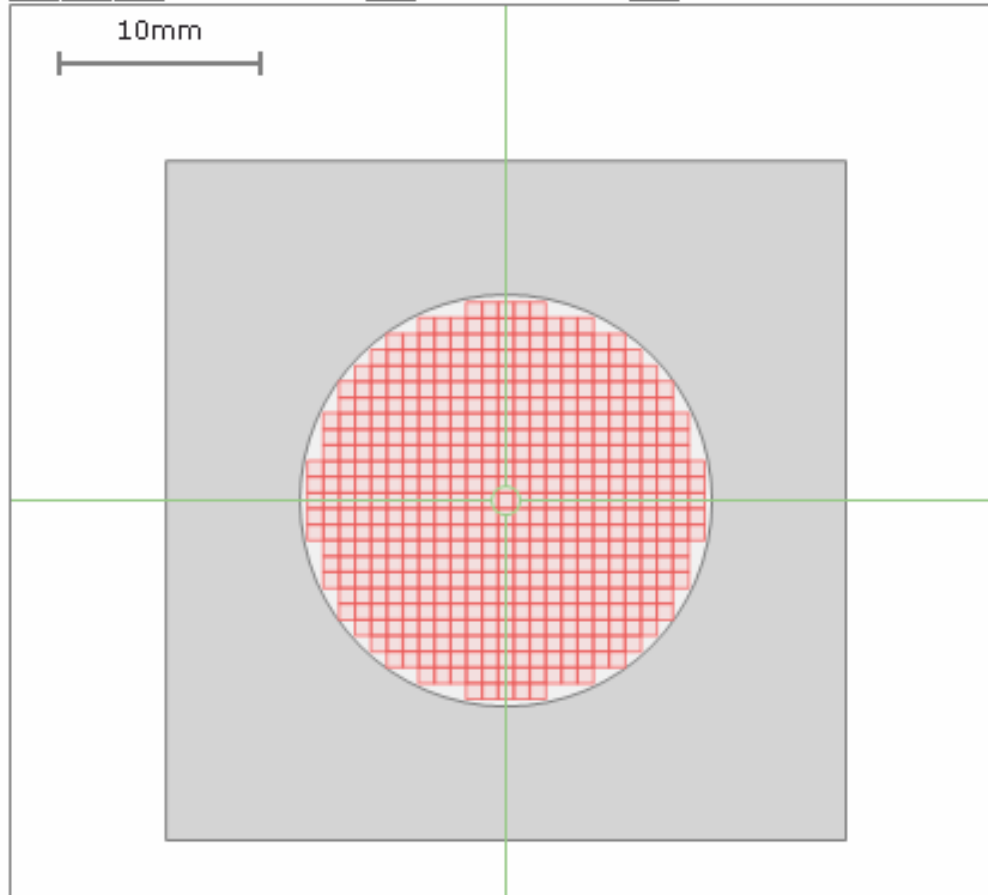
## 2) QEMSCAN : fonctionnement, lancement de la mesure

Measurement: PyrochloreMab4643A FieldImage (FieldImage)

Switch to simple view

Scan Settings **Field Settings** Bright Phases BSE Ranges Properties

Zoom 12.2



Field

Field size 800

Field spacing -25

Point spacing 5.0

Points across field 160

- Automatic field settings
- Allow fields to touch edge of block
- Separate touching particles
- Random field order
- Measure fields from centre of block
- Scan a single field only
- Save Raw Xrays

Scan Area

Custom

Round

Regular

Width 20000

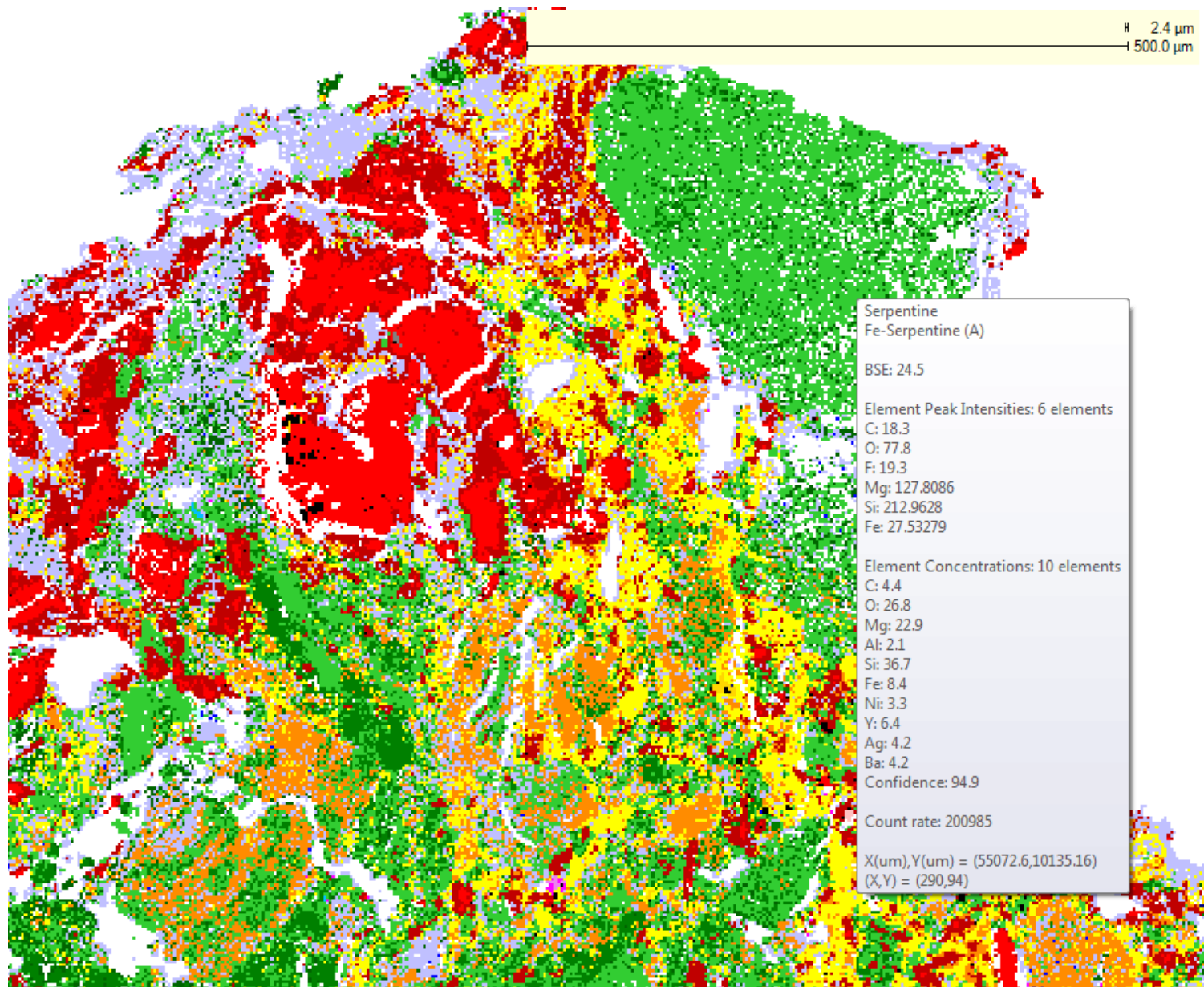
Height 20000

Horizontal offset 0

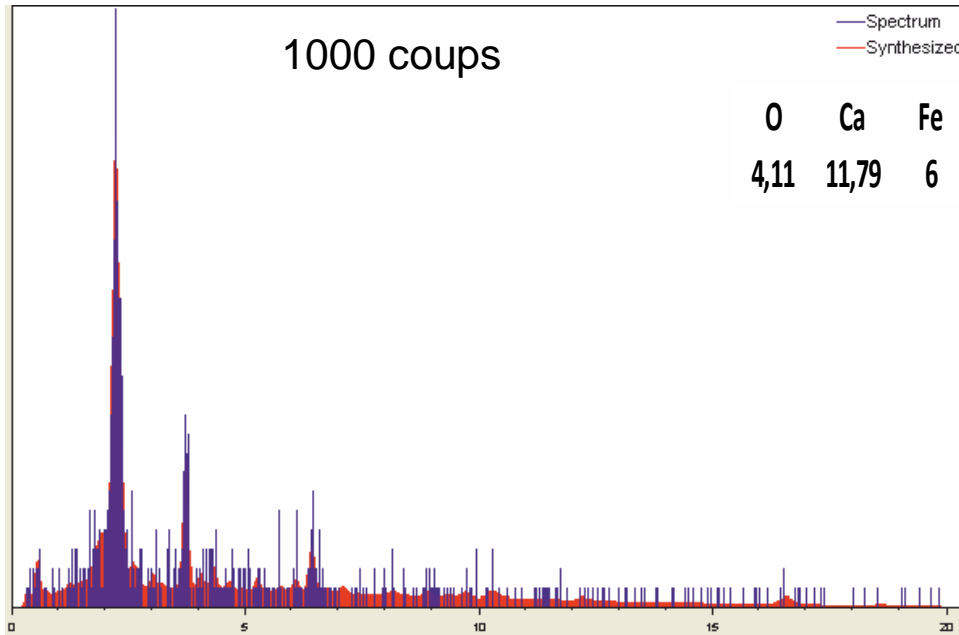
Vertical offset 0



## 2) QEMSCAN : fonctionnement, balayage de l'échantillon



## 2) QEMSCAN : fonctionnement, acquisition des spectres EDS



Composition chimique interprétée

1000 coups :

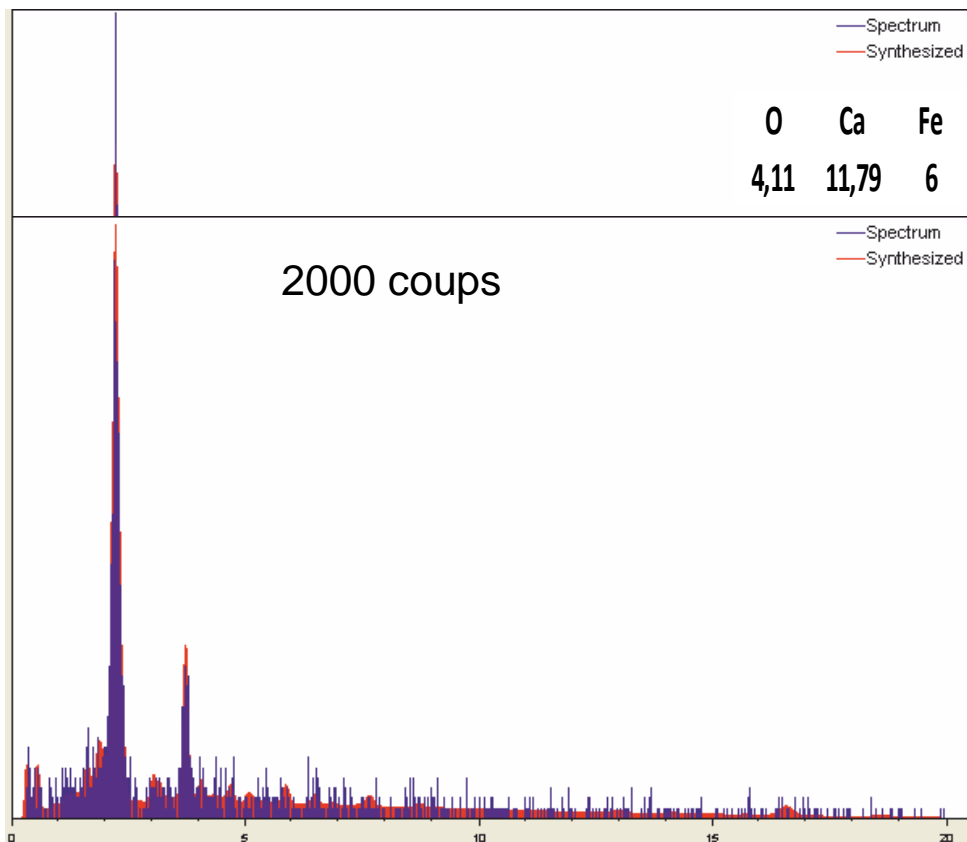
O	Ca	Fe	Sr	Nb	Ru	Ag	Cs	Nd	Gd	Ta	Os	Au	Tl
4,11	11,79	6	2,31	55,36	4,25	2,97	4,7	3,65	4,51	2,92	5,18	4,61	6,67

2000 coups :

10 000 coups :

1 000 000 coups :

## 2) QEMSCAN : fonctionnement, acquisition des spectres EDS



O	Ca	Fe	Sr	Nb	Ru	Ag	Cs	Nd	Gd	Ta	Os	Au	Tl
4,11	11,79	6	2,31	55,36	4,25	2,97	4,7	3,65	4,51	2,92	5,18	4,61	6,67

Composition chimique interprétée  
1000 coups :

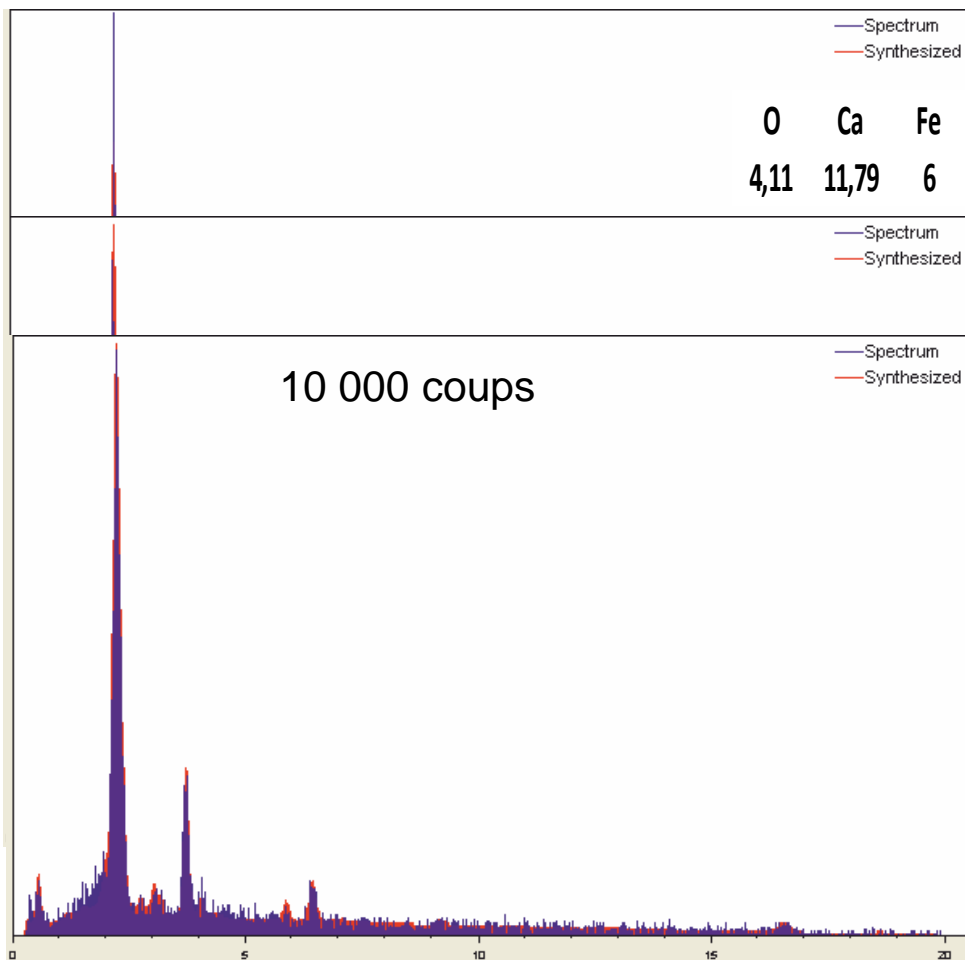
2000 coups :

O	Ca	Sr	Nb	La	Eu	Lu	Th	Gd
4,02	11,59	3,59	63,5	3,8	4,85	4,92	5,85	4,51

10 000 coups :

1 000 000 coups :

## 2) QEMSCAN : fonctionnement, acquisition des spectres EDS



Composition chimique interprétée  
1000 coups :

O	Ca	Fe	Sr	Nb	Ru	Ag	Cs	Nd	Gd	Ta	Os	Au	Tl
4,11	11,79	6	2,31	55,36	4,25	2,97	4,7	3,65	4,51	2,92	5,18	4,61	6,67

2000 coups :

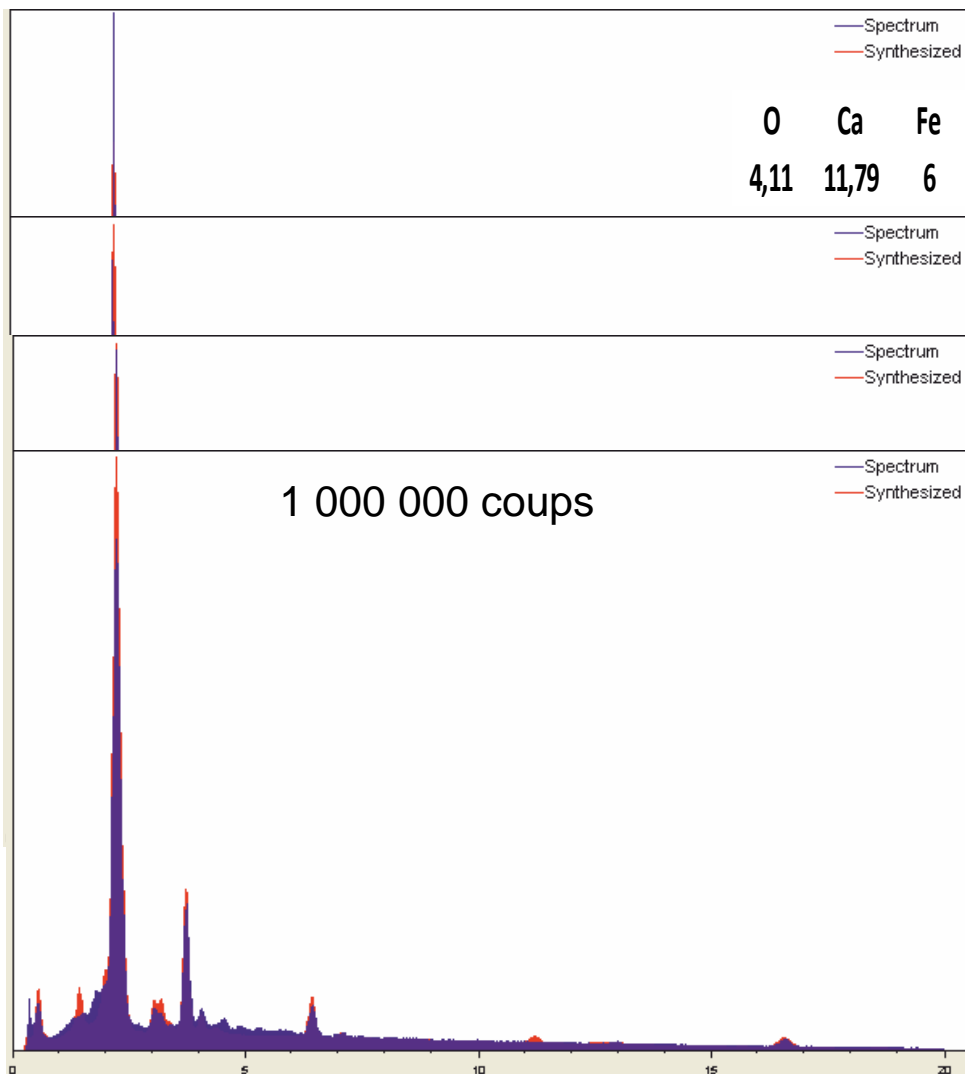
O	Ca	Sr	Nb	La	Eu	Lu	Th	Gd
4,02	11,59	3,59	63,5	3,8	4,85	4,92	5,85	4,51

10 000 coups :

O	Ca	Fe	Nb	Mo	Rh	Eu	Ir	Th
4,58	11,23	3,31	61,68	5,3	2,51	5,43	3,97	7,3

1 000 000 coups :

## 2) QEMSCAN : fonctionnement, acquisition des spectres EDS



Composition chimique interprétée  
1000 coups :

O	Ca	Fe	Sr	Nb	Ru	Ag	Cs	Nd	Gd	Ta	Os	Au	Tl
4,11	11,79	6	2,31	55,36	4,25	2,97	4,7	3,65	4,51	2,92	5,18	4,61	6,67

2000 coups :

O	Ca	Sr	Nb	La	Eu	Lu	Th	Gd
4,02	11,59	3,59	63,5	3,8	4,85	4,92	5,85	4,51

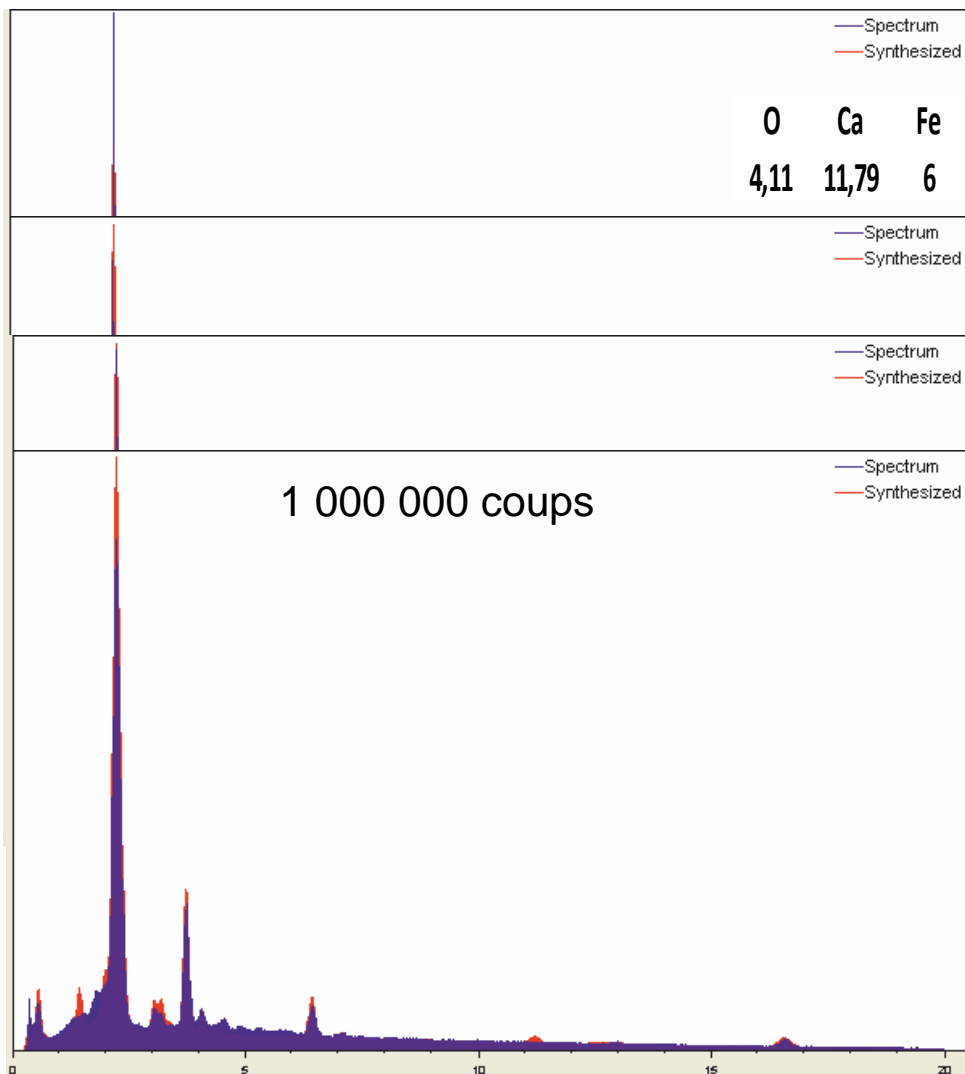
10 000 coups :

O	Ca	Fe	Nb	Mo	Rh	Eu	Ir	Th
4,58	11,23	3,31	61,68	5,3	2,51	5,43	3,97	7,3

1 000 000 coups :

O	Ca	Fe	Se	Y	Nb	Mo	Th	U
4,61	10,69	4,08	3,45	2,89	61,76	4,14	7,21	2,97

## 2) QEMSCAN : fonctionnement, acquisition des spectres EDS



Composition chimique interprétée  
1000 coups :

O	Ca	Fe	Sr	Nb	Ru	Ag	Cs	Nd	Gd	Ta	Os	Au	Tl
4,11	11,79	6	2,31	55,36	4,25	2,97	4,7	3,65	4,51	2,92	5,18	4,61	6,67

2000 coups :

O	Ca	Sr	Nb	La	Eu	Lu	Th	Gd
4,02	11,59	3,59	63,5	3,8	4,85	4,92	5,85	4,51

10 000 coups :

O	Ca	Fe	Nb	Mo	Rh	Eu	Ir	Th
4,58	11,23	3,31	61,68	5,3	2,51	5,43	3,97	7,3

1 000 000 coups :

O	Ca	Fe	Se	Y	Nb	Mo	Th	U
4,61	10,69	4,08	3,45	2,89	61,76	4,14	7,21	2,97

→ La composition donnée par le Qemscan n'est pas précise, quel que soit le nombre de coups.

## 2) QEMSCAN : fonctionnement, base de données

1) SIP : niveau de base de donnée, où sont répertoriés tous les minéraux, et leurs variations chimiques

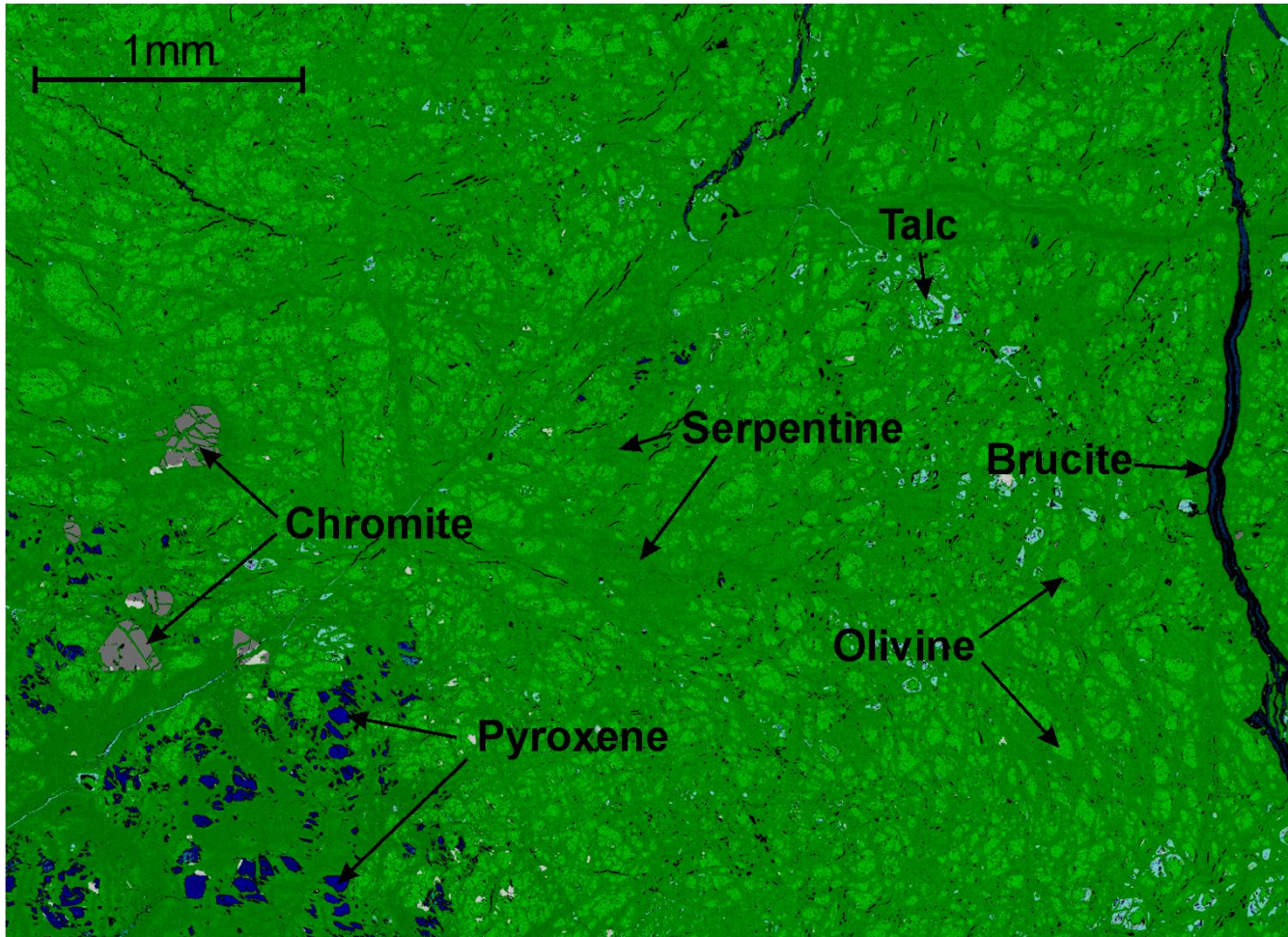
2) Primary list : niveau où sont regroupées toutes les lignes qui ont la même chimie. On y rentre la chimie réelle (microsonde, théorique) et la densité

3) Secondary list : niveau où sont regroupés les minéraux suivant ce que l'on veut faire ressortir comme information

General	
Name	Tremolite
Colour	Cyan
Description	
Id Code	293
Notes	
Mineral Database Code	66.1.3a.1
Composition	
Elements	Ca 9.87, H 0.25, Mg 14.96, O 47.27, Si 27.66
Properties	
Density	3.05
Colour	
The colour to be used in particle images, for minerals falling into this mineral grouping.	

- Background
- Quartz
- Other silicates
  - Orthoclase
  - Albite
  - Plagioclase
  - Alkali feldspar
  - Muscovite
  - Fe-Muscovite (A)
  - Serpentine Mg
  - Enstatite
    - Enstatite (S)
    - Enstatite (A)
    - Enstatite-Epoxy (R)
    - Enstatite-Serpentine (R)
- Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>
- Chlorite
  - Ca-Chlorite (A)
  - Clinocllore
- Forsterite
- Phlogopite
  - Fe-Phlogopite (A)
  - Fe-Al-Phlogopite (A)
  - Al-Phlogopite (A)
  - Mg-Biotite (A)
- Pyrochlore
- Apatite
- Crandalite
- Other phosphates
- Magnetite-Hematite
- Chromite
- Goethite
- Ilmenite
- Altered ilmenite
- Mn oxide
- Other oxides
- Zr-minerals
- Sulfides
- Sulfates
- Carbonates
- Kaolinite
- Others

### 3) Résultats QEMSCAN : pétrologie et différences entre minéraux de chimie proche



Minéraux de la  
péridotite :

- Olivine  $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$
- Pyroxene  
 $(\text{Mg,Fe})\text{SiO}_3$
- Chromite  $\text{MgCr}_2\text{O}_4$

Minéraux de l'altération  
de la péridotite :

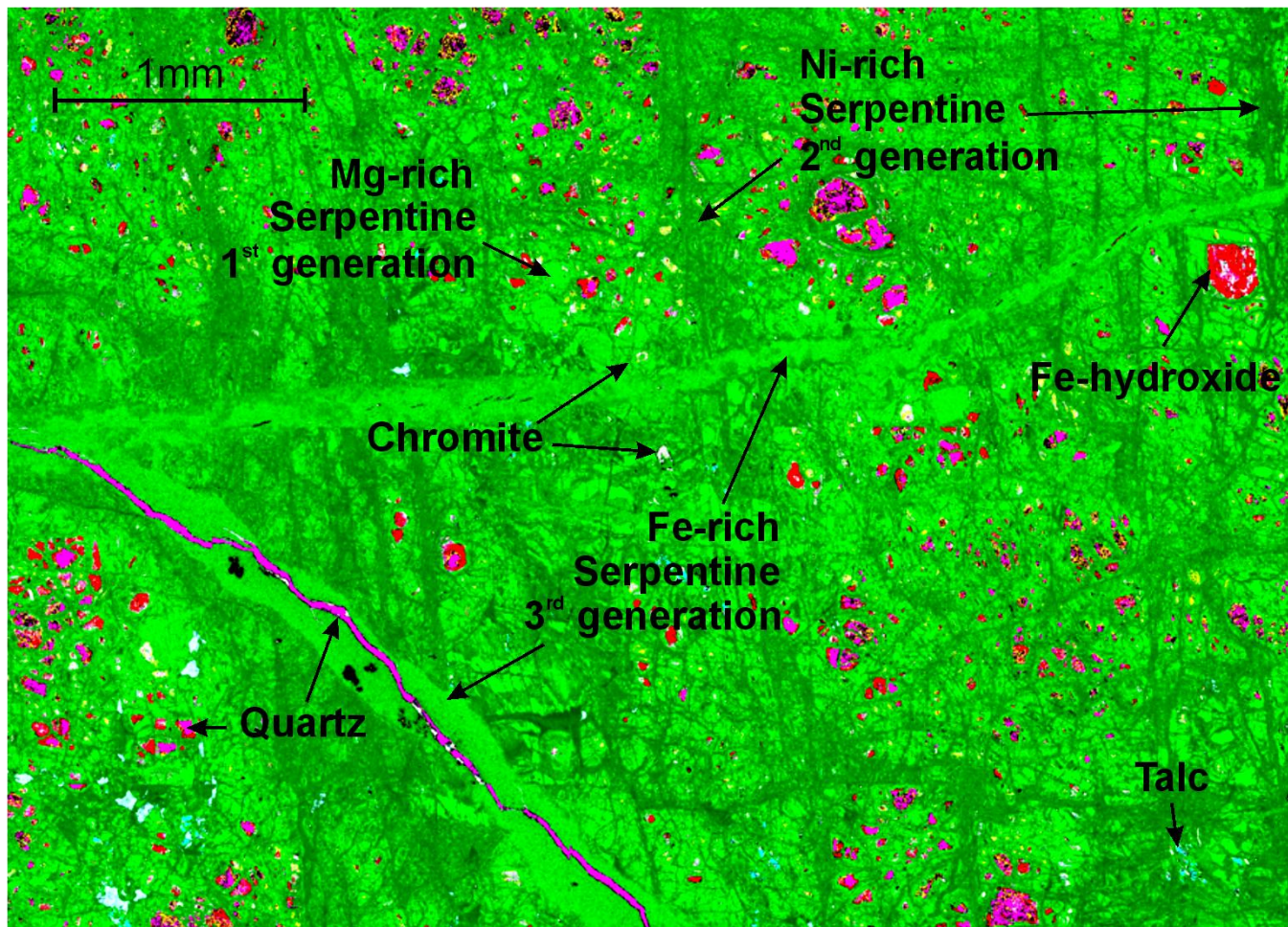
- Serpentine  
 $(\text{Mg,Fe})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
- Talc  $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Minéraux tardifs du aux  
circulations de fluides :

- Brucite  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

Latérites de Ni : roche mère

### 3) Résultats QEMSCAN : pétrologie et différences entre minéraux de chimie proche



Minéraux de la péridotite :

- Chromite  $MgCr_2O_4$

Minéraux de l'altération précoce:

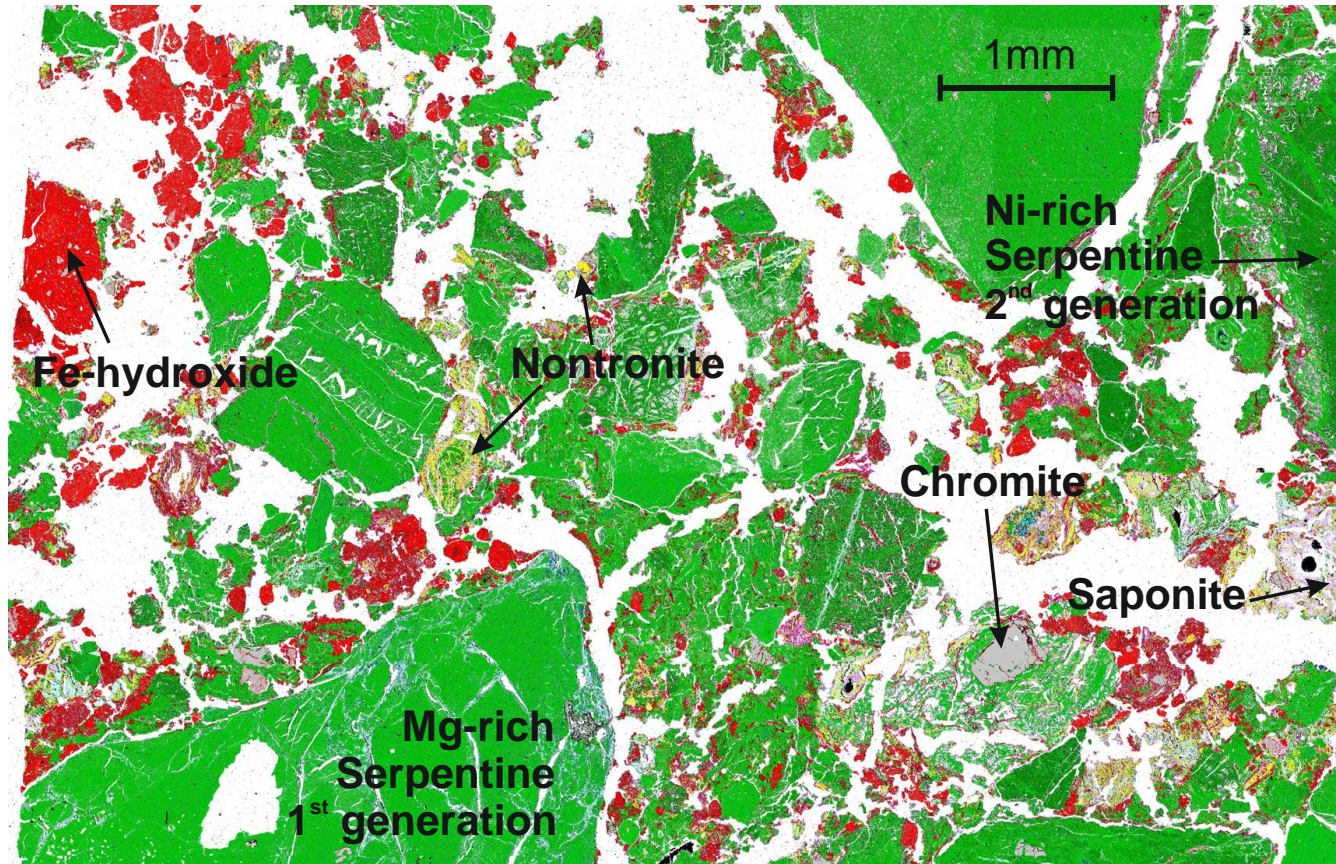
- Serpentine  $(Mg,Fe)_3Si_2O_5(OH)_4$
- Talc  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$

Minéraux tardifs dus aux circulations de fluides:

- Ni-rich Serpentine  $(Mg,Ni,Fe)_3Si_2O_5(OH)_4$
- Quartz  $SiO_2$
- Fe-hydroxyde principalement goethite  $FeO(OH)$

Saprolite terreuse : enrichissement en Ni

### 3) Résultats QEMSCAN : pétrologie et différences entre minéraux de chimie proche



Minéraux de la péridotite :

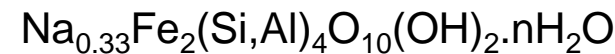
- Chromite  $MgCr_2O_4$

Minéraux de l'altération précoce :

- Serpentine  
 $(Mg,Fe)_3Si_2O_5(OH)_4$
- Talc  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$

Minéraux tardifs dus aux circulations de fluides :

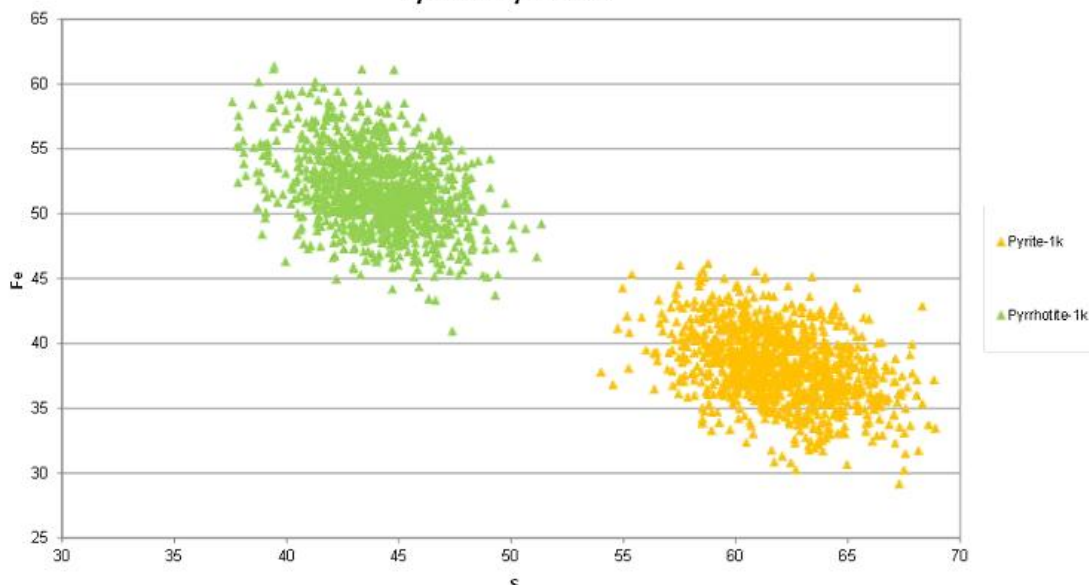
- Ni-rich Serpentine  
 $(Mg,Ni,Fe)_3Si_2O_5(OH)_4$
- Quartz  $SiO_2$
- Fe-hydroxyde  $FeO(OH)$
- Saponite  
 $Ca_{0.25}(Mg,Fe)_3(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$
- Nontronite



Saprolite terreuse : désagrégation de la roche, et apparition des argiles gonflantes

### 3) Résultats QEMSCAN : pétrologie et différences entre minéraux de chimie proche

Pyrite vs Pyrrhotite



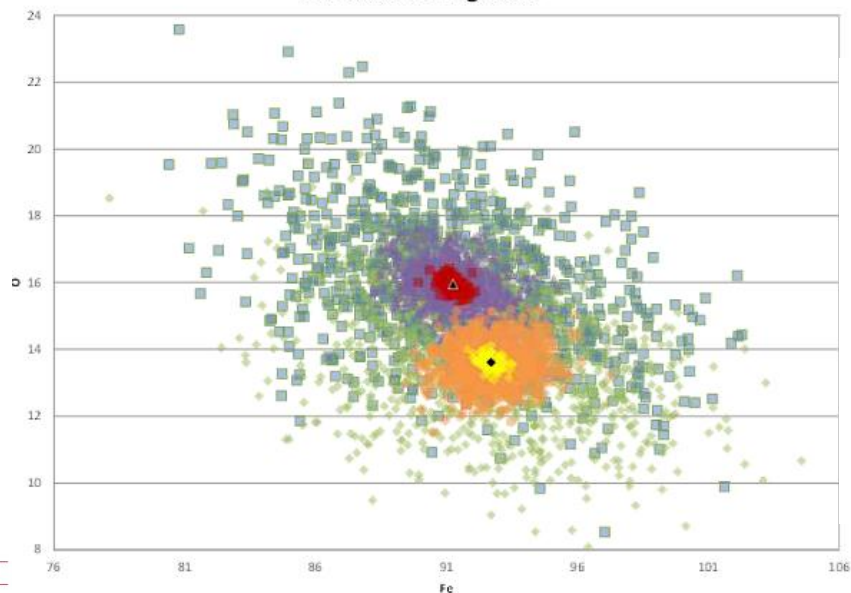
Export des information de chaque pixel pour optimiser les limites entre les différents minéraux.

Le but n'est pas la chimie des phases à l'EDS, mais de trouver un critère pour distinguer deux phases différentes.

Pyrite ( $\text{FeS}_2$ ) et pyrrhotite ( $\text{Fe}_{1-x}\text{S}$ )  
Magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) et Hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

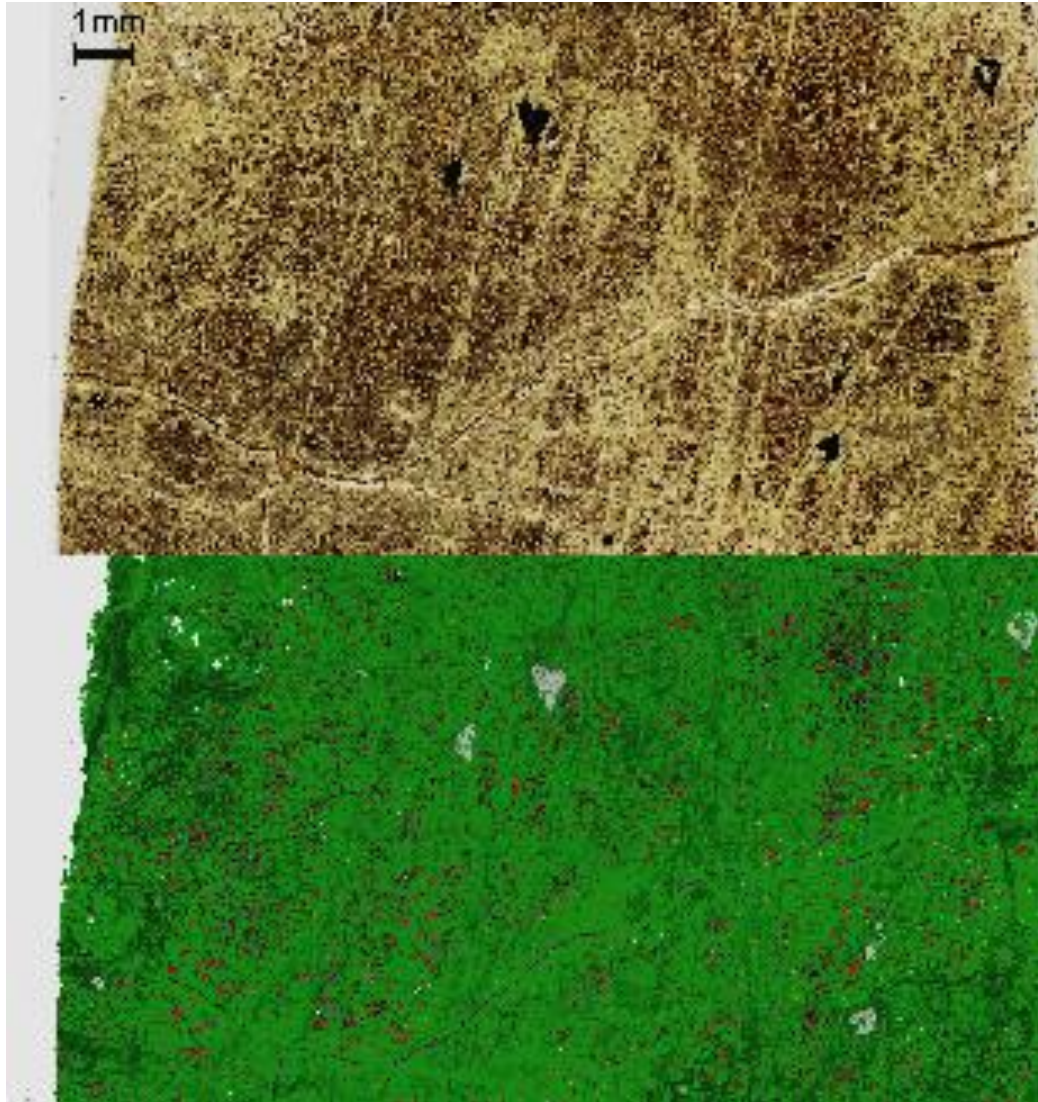
Images FEI

Hématite vs Magnétite



- Hematite (1k)
- Magnetite (1k)
- Hematite (10k)
- Magnetite (10k)
- Hematite (100k)
- Magnetite (100k)
- ▲ Hematite
- ◆ Magnetite

### 3) Pourquoi utiliser le QEMSCAN en pétrologie ?



Les microscopes optiques ne permettent pas d'observer les textures quand la granulométrie est trop fine.

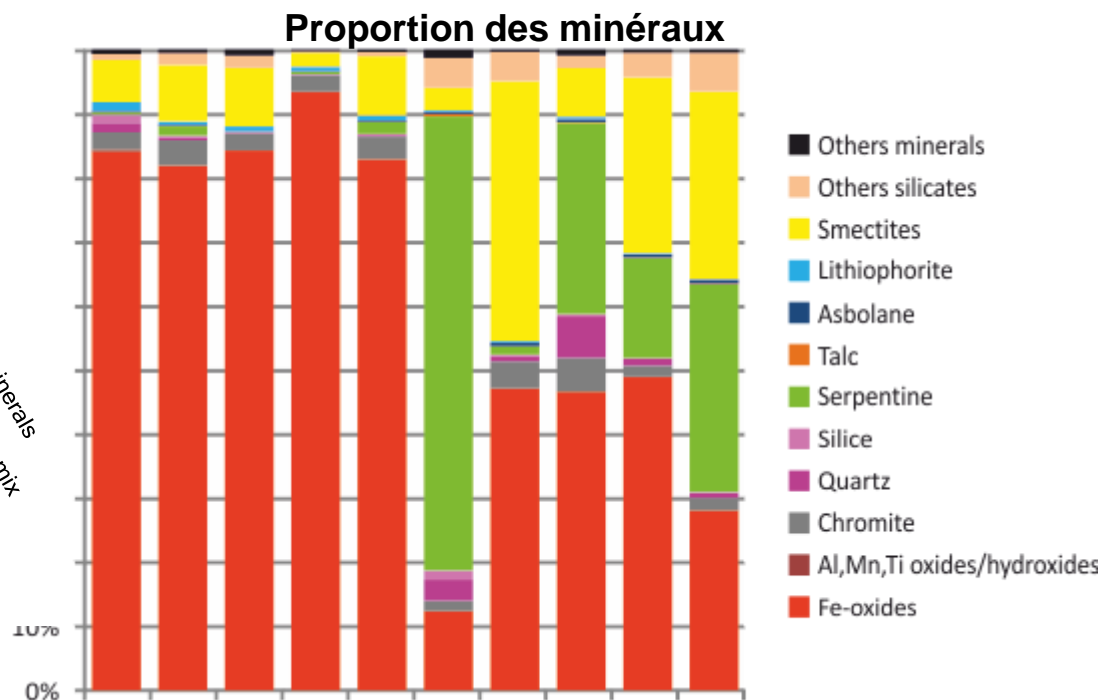
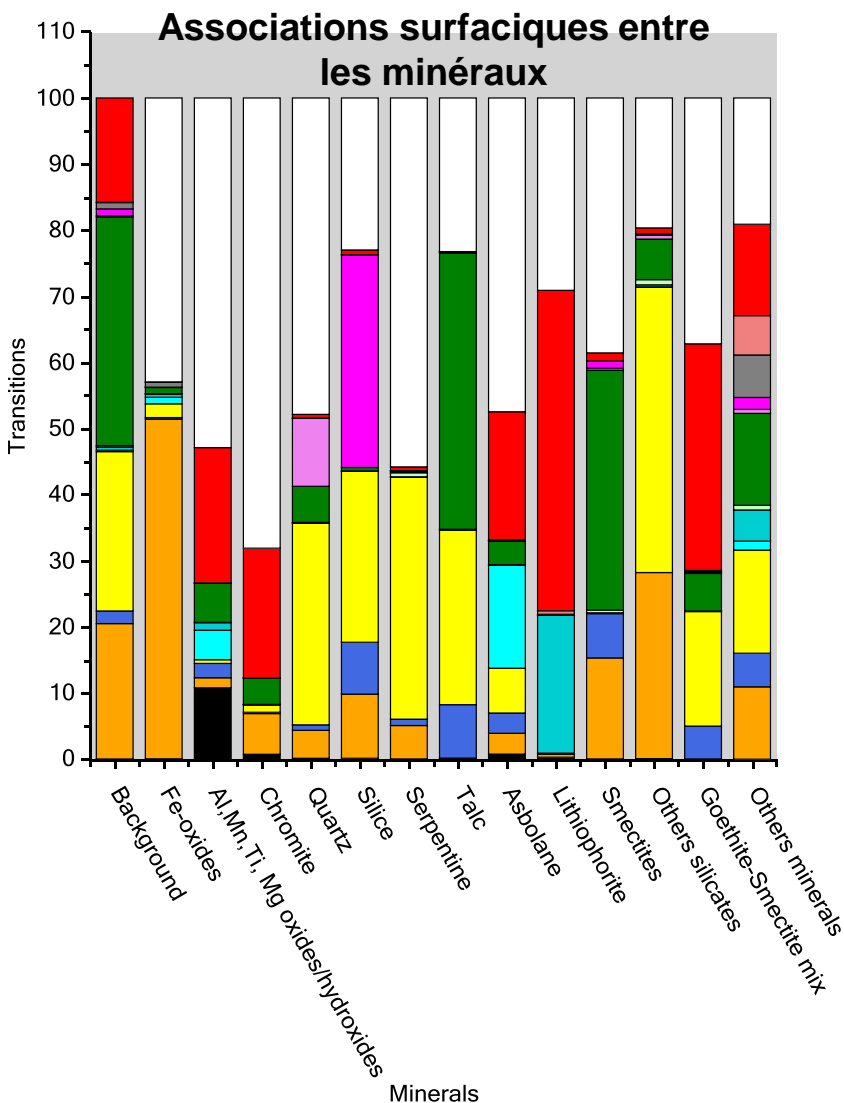
Les circulations fluides sont souvent associées à des changements de chimie qui sont visibles au QEMSCAN. De même, les zonations chimiques peuvent souvent être mises en évidence.

Une classification basée sur des critères objectifs permet d'aller rapidement aux résultats, alors qu'une étude sur images BSE et analyses ponctuelles EDS est longue.

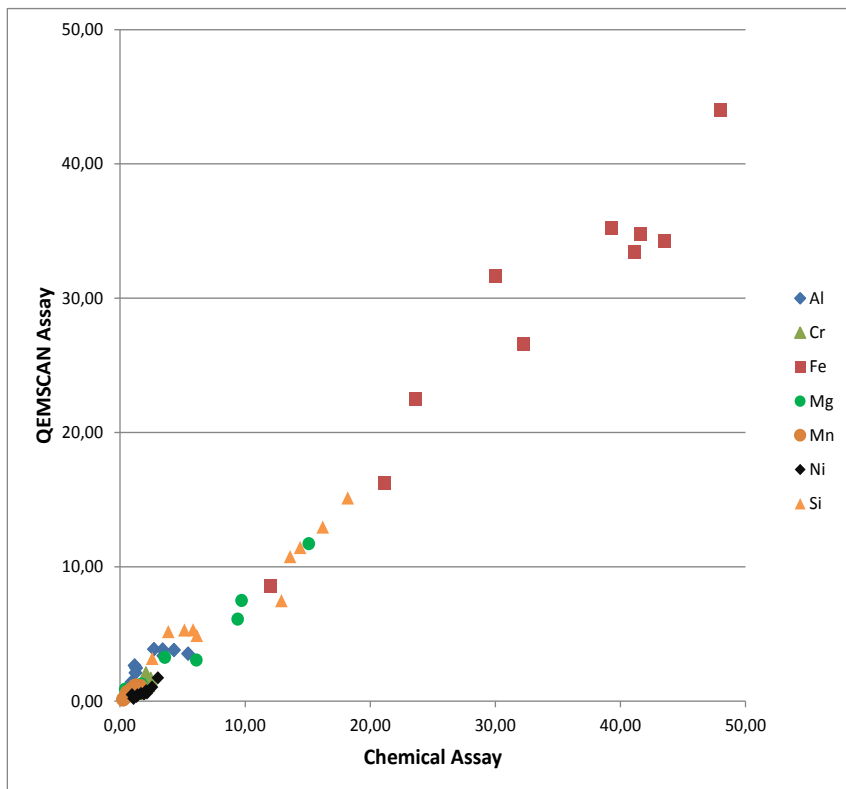
### 3) Résultats QEMSCAN : Analyse statistique

Avec sa méthode de comptage de pixel, le Qemscan donne une mesure directe en % surfacique de la proportion de minéraux. Avec la densité et un facteur de forme, on accède au % massique.

Le Qemscan donne aussi des informations texturales statistiques : les associations entre les minéraux

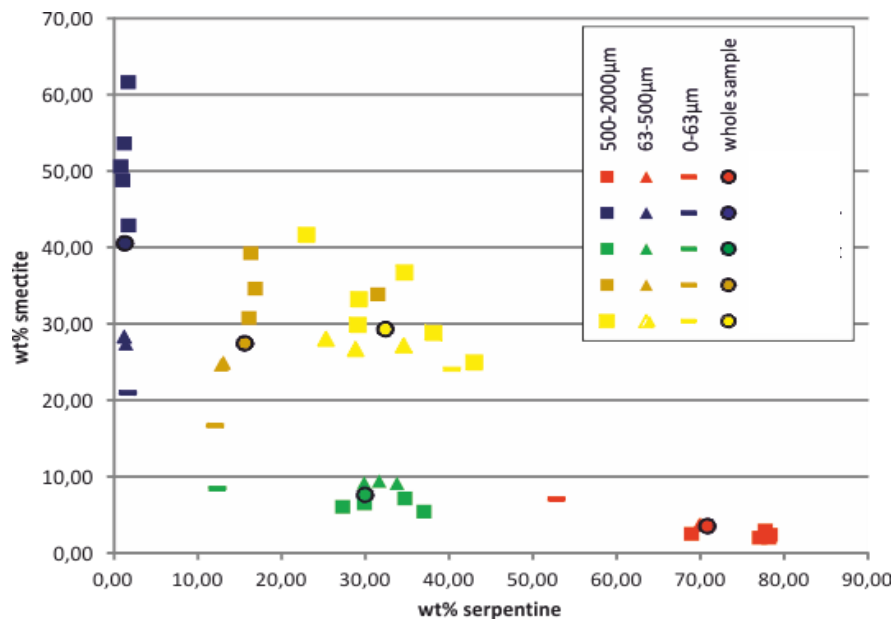
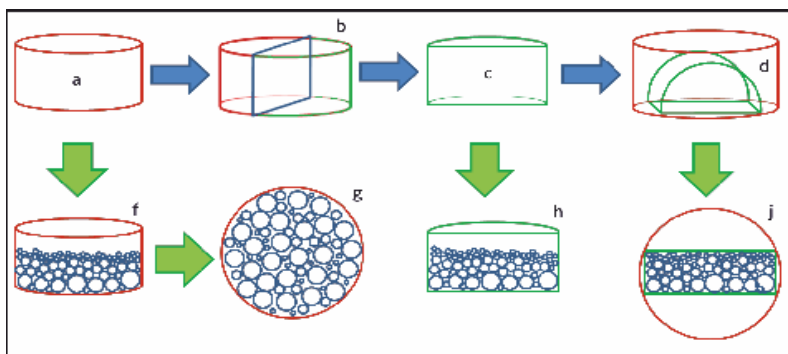


### 3) Résultats QEMSCAN : Analyse statistique

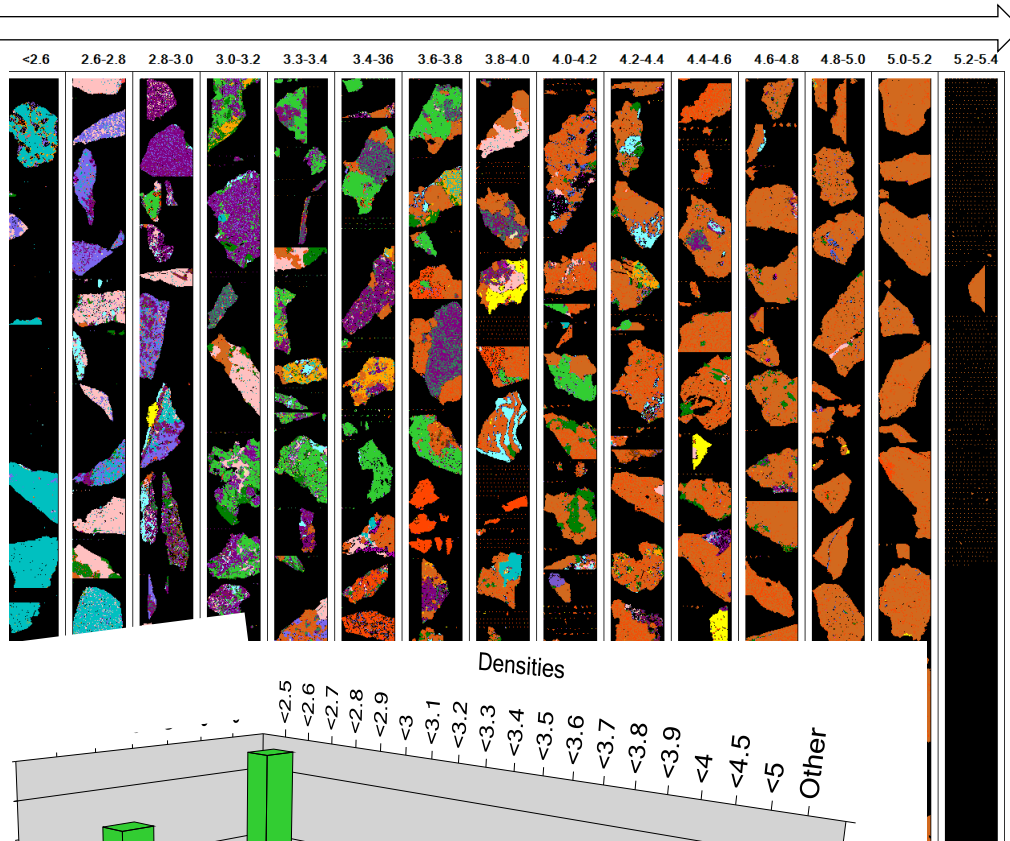


La reproductibilité semble bonne d'une section polie à l'autre, mais attention à la valeur d'une seule section pour représenter un gisement.

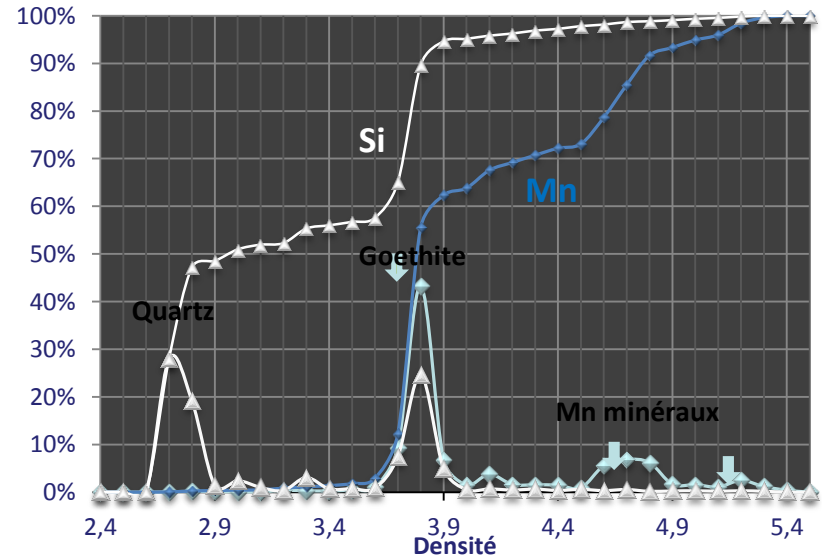
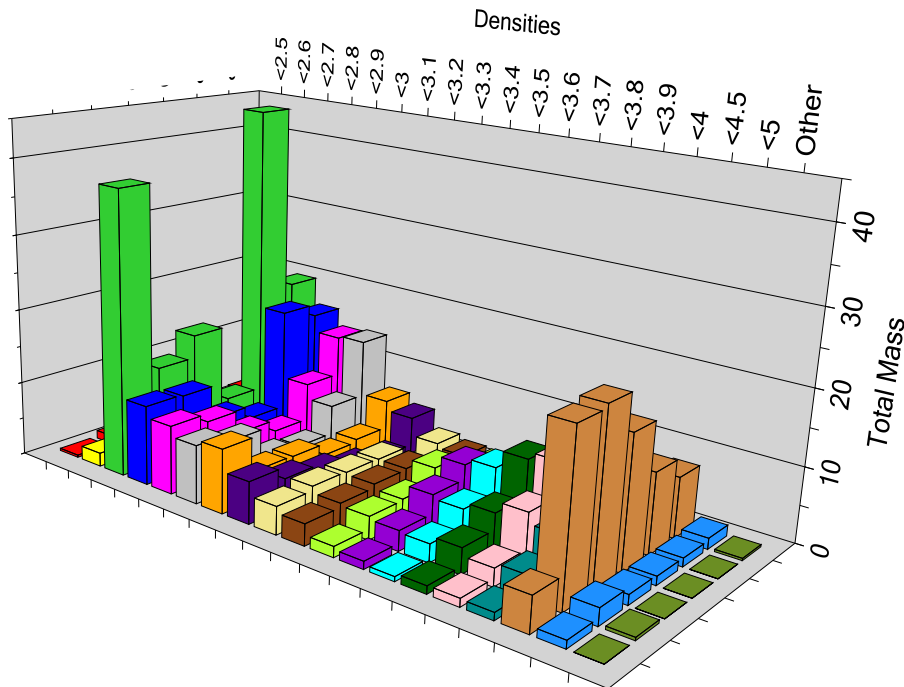
La chimie de l'échantillon (fluorescence X) peut être directement comparée à la chimie recalculée par le Qemscan. Sur une bonne analyse, les deux chimies doivent être comparables !



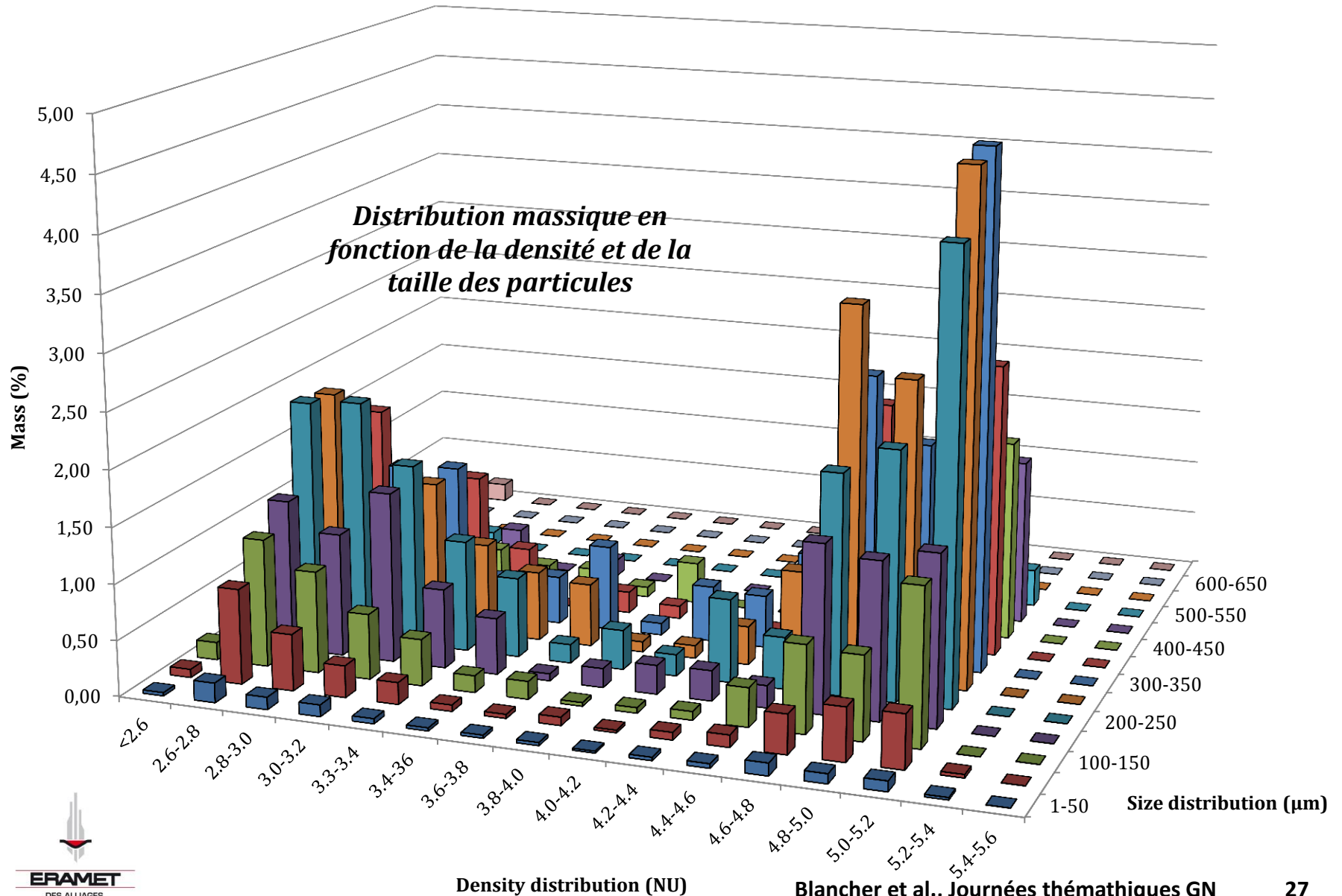
### 3) Résultats QEMSCAN : simulation de procédé de séparation physique



Avec les informations données par le Qemscan, il est possible de simuler une séparation densimétrique, ou une séparation granulométrique, dans le but de récupérer un minéral ou un élément particulier.



### 3) Résultats QEMSCAN : simulation de procédé de séparation physique

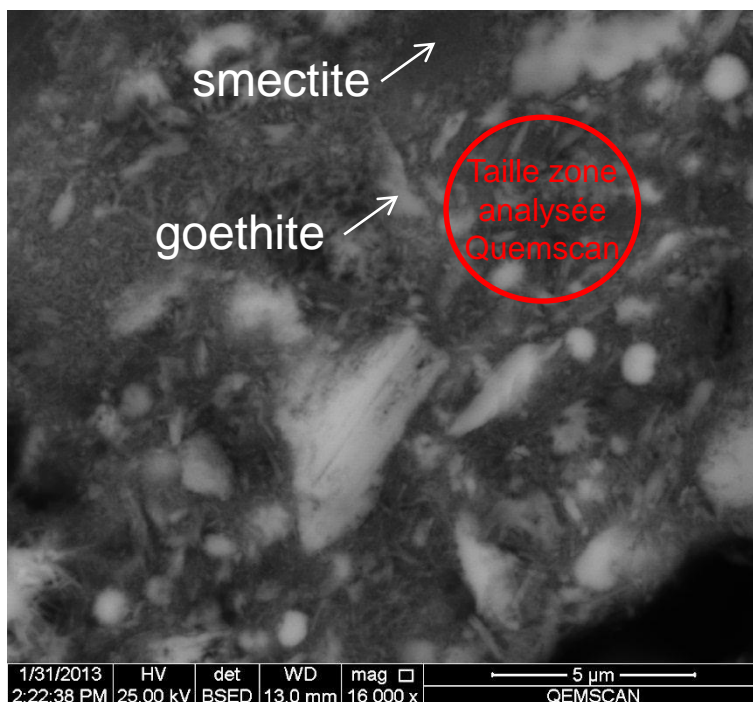


- ❑ MLA, historiquement le deuxième logiciel à faire ce type d'analyses, racheté lui aussi par FEI. Le logiciel est plus doué pour reconnaître des plages homogènes et réduire le nombre d'analyses par ce biais. Il fonctionne par comparaison de spectre complet avec une base de donnée et associe chaque analyse EDS au spectre le plus proche.
- ❑ TIMA, le logiciel de Tescan, couplé à un MEB et 4 détecteurs EDS. L'ensemble des outils et du logiciel est fabriqué par Tescan, ce qui donne une grande cohérence. Le principe de fonctionnement ressemble beaucoup à celui du Qemscan.
- ❑ Mineralogic, le logiciel de Zeiss. Beaucoup plus précis sur l'interprétation des analyses chimiques des EDS Bruker, ce qui permet d'estimer finement la chimie de l'échantillon en se passant d'autres outils (microsonde). Par contre on ne peut plus modéliser les éléments en trace, sauf à compter longtemps. On peut changer de voltage facilement sans avoir à reconstruire une base de données.

## Les autres logiciels du même type

Un test en aveugle très rapide a été fait sur un échantillon complexe (latérite de Ni, granulométrie fine <63µm) dans le laboratoire Zeiss de Cambridge (données Benjamin Tordoff et Shaun Graham).

Les proportions sont bonnes, l'interprétation est différente, ce qui prouve l'intérêt d'une étude approfondie avant la mesure. L'opérateur est la clé pour construire la base de donnée.



Qemscan		Mineralogic	
Goethite	26,98	Goethite	7,98
		Hematite	1,84
		Magnetite	1,23
Fe-oxides	2,97	Fe -oxides	3,07
Serpentine	40,00	Serpentine	43,11
Chromite	0,95	Chromite	0,31
Asbolane	0,54	Asbolane	0,19
smectite	27,36	Iddingsite	42,87
Quartz	0,28	Quartz	0,17
Lithiophorite	0,06		
Mn-oxides	0,02		
Silice	0,03		
Chlorite	0,04		
Talc	0,34		
Mg-silicates	0,25		
Other silicates	0,01		
Sulfide	0,01		
Others	0,16		
total others	0,92	Other	1,88

# Conclusions

- ❑ Le logiciel Qemscan est un outil statistique puissant permettant de donner les paramètres importants pour l'exploitation des gisement : proportion et maille de libération des minéraux, les associations entre eux.
- ❑ Il est possible de modéliser des séparation granulométriques et densimétriques. D'autres types de séparations sont aussi étudiables (magnétique, flottation) en observant d'autres propriétés physiques.
- ❑ Ce type de logiciel ne doit pas fonctionner en boîte noire pour des échantillons inconnus, il faut un contrôle strict des données de sortie. Chaque échantillon est différent, les compositions chimiques des phases le constituant aussi.

Métal (violet), laitier (vert) et carbures (bleu)

**MERCI POUR VOTRE ATTENTION**

500µm



**ERAMET**  
RESEARCH