

Minéralogie automatisée au MEB/ μ XRF :

apport du logiciel AMICS pour la caractérisation rapide des roches

Andreï Lecomte (SCMEM – GeoRessources, Nancy)
andrei.lecomte@univ-lorraine.fr

Qu'est-ce que la minéralogie automatisée ?

Système intégré qui permet d'obtenir de manière « automatisée »

- une identification des phases présentes dans un grand nombre d'échantillons
- une interprétation minéralogique/chimique/texturale...

1

Système d'acquisition (EDS et/ou BSE)

- Le plus automatisé possible
- Acquisition la plus rapide possible

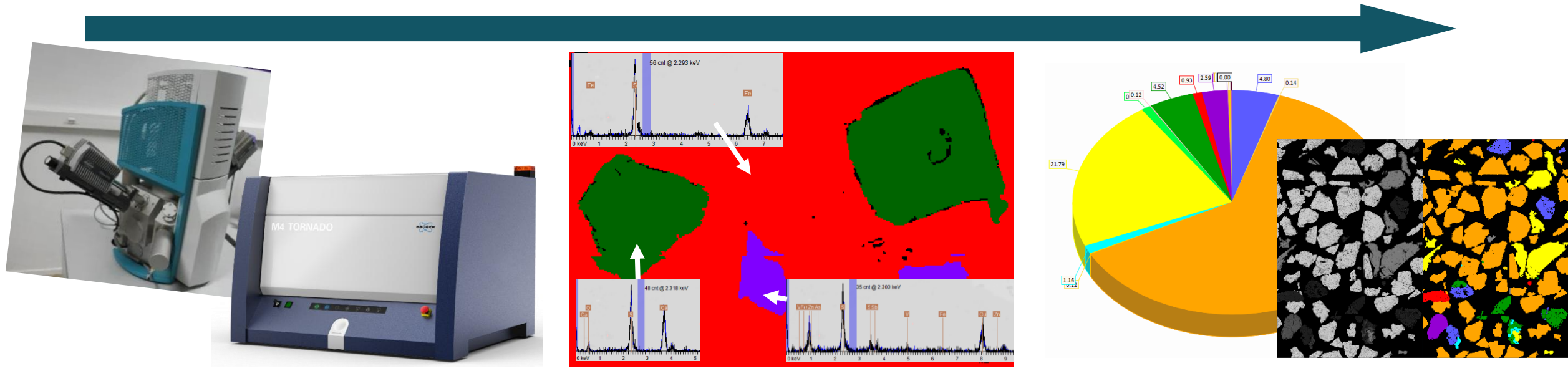
2

Algorithme pour identifier la nature minéralogique d'un spectre/pixel et l'appliquer à un jeu de données entier

3

Quantification et visualisation

- Répartition minéralogique/élémentaire
- Paramètres texturaux



Histoire de la minéralogie automatisée



QEM*SEM
<https://amics.info>

Concept du
détecteur SDD
(1983)

Premier SDD
commercialisé
(1997)



Système MLA 1^{ère}
génération (BHPB, 2009)
<https://amics.info>

1^{er}
QEM*SEM
au CSIRO
(années 70)

Années 70 à 90, phase de développement
supportée par les grandes compagnies
minières

csiropedia.csiro.au/qemsem-1982/

Commercialisation du
QEMSCAN (2003-2015)

Développement de la MLA
(1997-2015)

Création
d'AMICS



1970

1980

1990

2000

2010

2020

Utilisation des e⁻
rétrodiffusés en plus
des RX (1996)

Début 2000 Invention
du terme « minéralogie
automatisée »

Autres systèmes : Mineralog, AZtecMineral, TIMA,...

Comment classifier/identifier les données spectrales ?



QEMSCAN

- Mesure des hauteurs de pics
- Et/ou quantification du spectre pour obtenir des proportions élémentaires
- Bornes inférieures/supérieures pour chaque élément

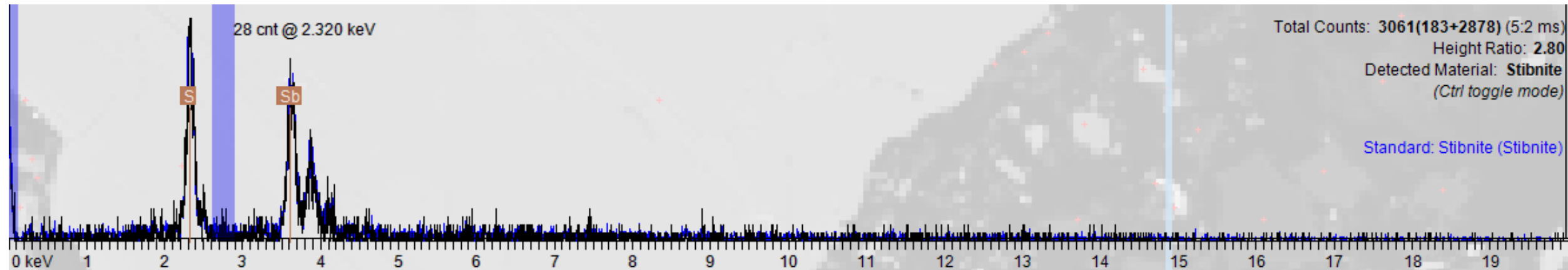
MLA

- Comparaison des spectres EDS/EDX entre l'échantillon inconnu et une base de données de spectres de référence
- Fitting du spectre inconnu = full spectrum matching

AMICS adopte l'approche MLA

Spectrum Matching (AMICS)

- Comparaison de chaque spectre à une base de données spectrales
- Meilleur fit évalué par la méthode des moindres carrés
- Classification basée sur un algorithme « random forest » = ensemble d'arbres de décisions sur un dataset aléatoire → choix majoritaire indépendamment de l'ordre des paramètres
- Qualité de la classification dépend de la « qualité » du spectre = rapport signal/bruit → nécessité d'avoir au moins 1000 cps dans le spectre



Systemes d'acquisition

μXRF Bruker M4 TORNADO Tube Rh

- 20mbar à Patm
- Optique polycapillaire → taille de spot 20μm
≠ **profondeur d'excitation (> 1cm pour les X lourds dans certaines matrices) !**
- 2 détecteurs EDS-SDD 30mm² (fenêtre Be)
→ Éléments > Na (M4 Plus > C)
- Mesure des éléments traces
- Échantillons : 15x20 cm ; 4kg
- ~ aucune préparation nécessaire



MEB Tescan VEGA3 LM canon W

- Vide poussé ou pression partielle N₂ possible
- Taille de spot ~500 à 800nm car canon W et courants élevés
≠ **volume d'émission des X !**
- 2 détecteurs EDS-SDD 30mm² Bruker
- Éléments majeurs + mineurs
- Échantillons : 6x8 cm ; 1kg
- Préparation plus poussée + métallisation (sauf si N₂ mais effet de skirting !)



Acquisition : type d'échantillons



AMICS XRF : pas d'acquisition spécifique, cartographie XRF classique

→ 1 pixel = 1 spectre

→ conversion du cube de données et génération d'une image pseudo-BSE

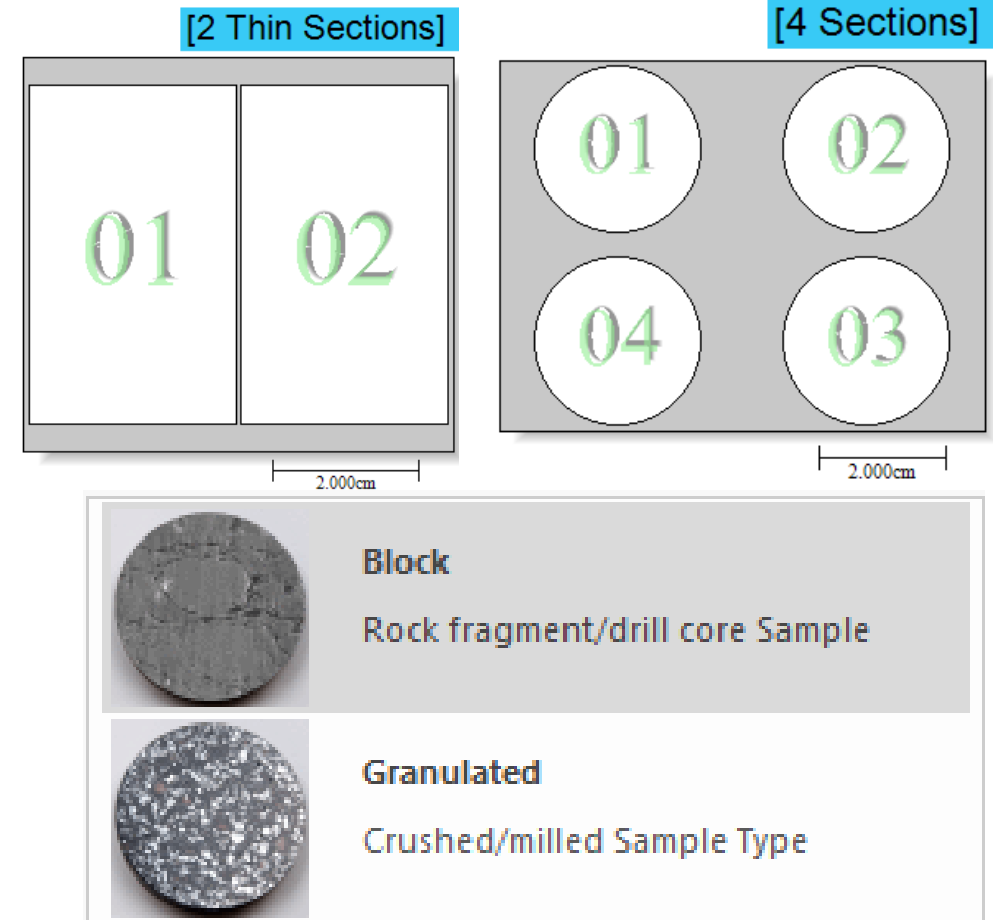
AMICS MEB = logiciel Investigator

■ Porte-échantillon :

- Design personnalisé (forme, nombre et taille)
- Plusieurs mesures possibles sur un même échantillon → batch

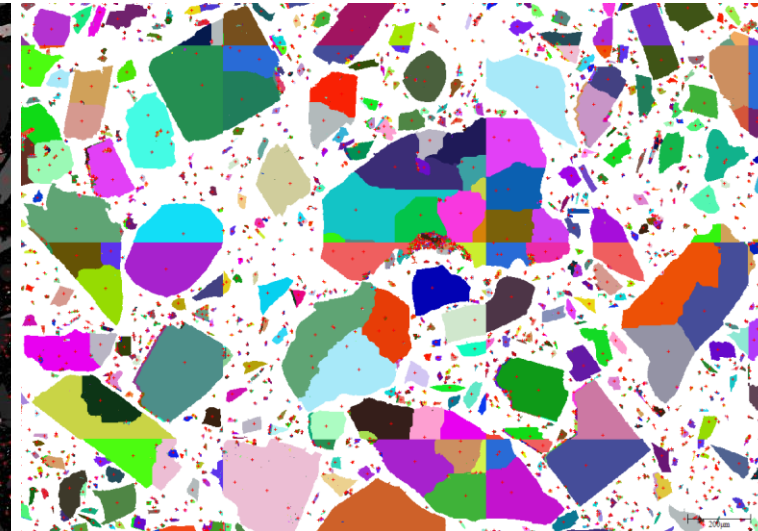
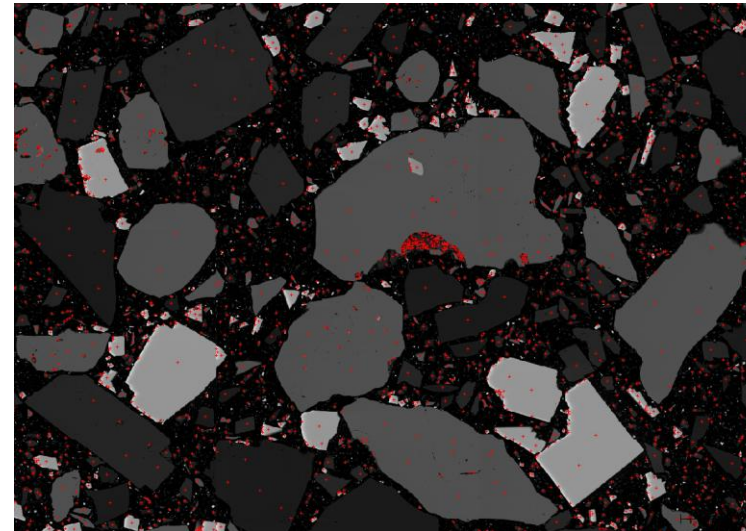
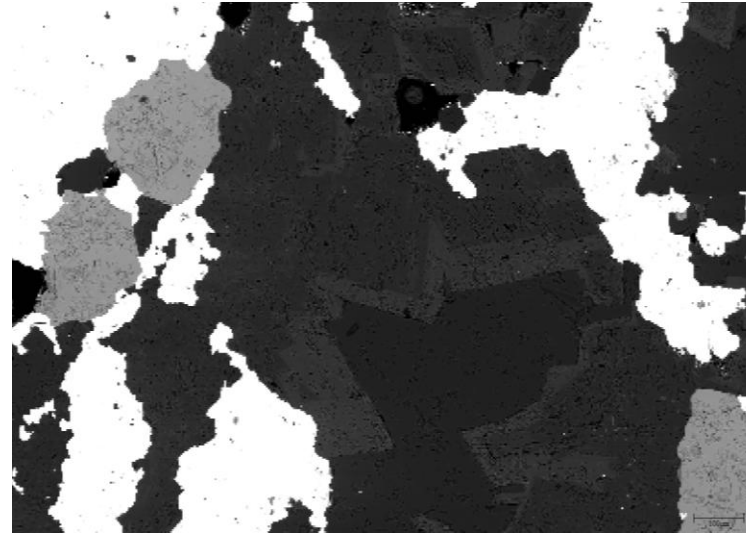
■ Choix du type d'échantillon :

- « Block » = grains jointifs
- « Granulated » = grains séparés par une résine



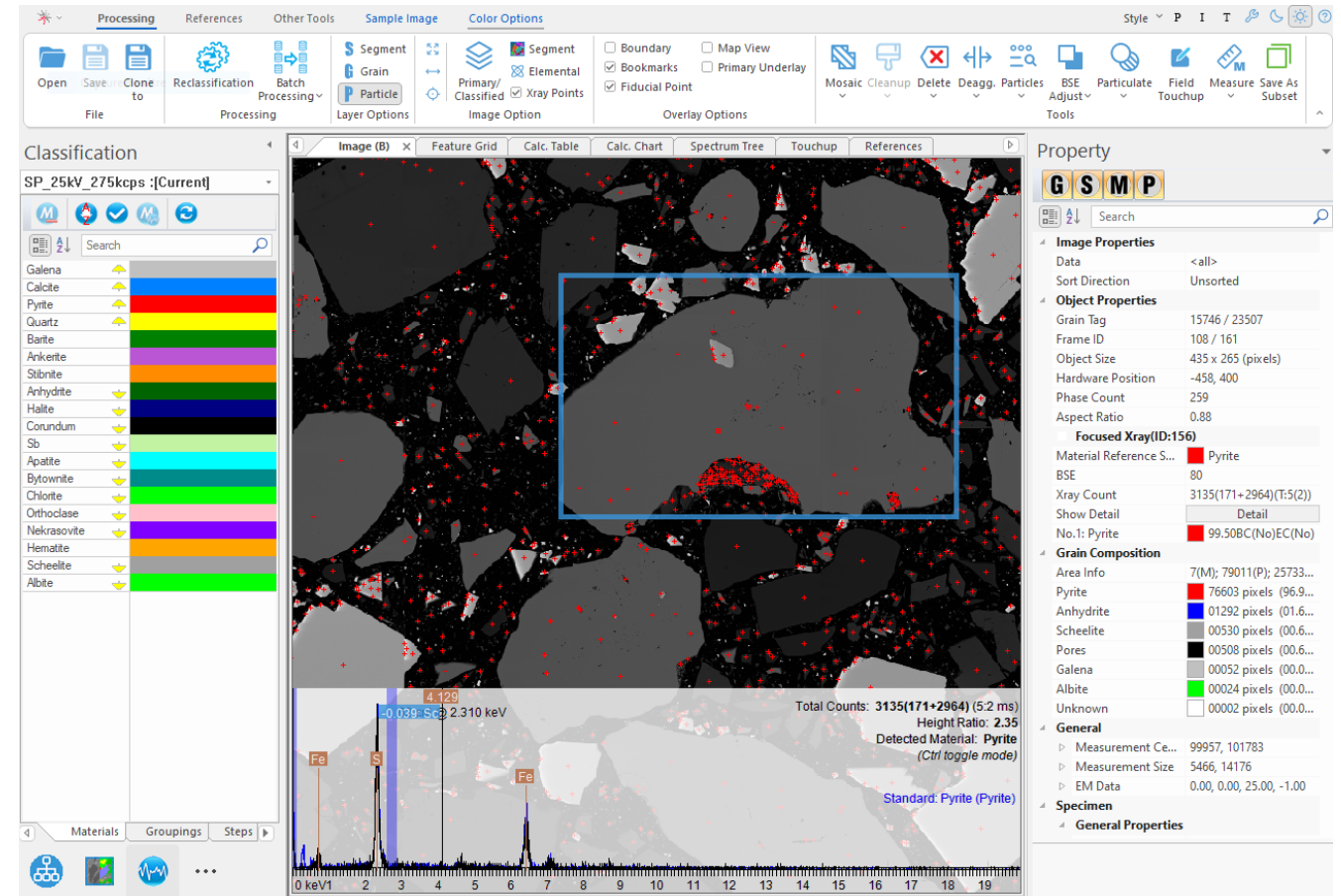
Acquisition : type d'analyse

- **Matrice/grille : 1 pixel = 1 spectre**
 - Pas défini par l'utilisateur
 - Image BSE pour supprimer la résine
- **Segmentation : 1 segment = 1 spectre**
 - Image BSE segmentée en fonction des différences de niveaux de gris
 - Segment = zone de BSE homogène
- **Bright phase search**
 - Filtre BSE bas pour résine ou matrice
 - Filtre BSE haut pour sélectionner les segments au-dessus du seuil



Traitement : identification des spectres

- Spectre comparé à une base de données pour trouver le « best match » → association à une définition minérale dans la BdD
- Paramètres du mineral ID (nom, densité, composition élémentaire, couleur...) attribués au segment/pixel
- Pourcentage de similarité vérifié par l'opérateur (ajustement de la tolérance de l'algorithme de classification)



La qualité de la classification dépend :

- des conditions analytiques (HV, constante de temps)
- de la précision de l'algorithme (logiciel et réglages utilisateur)
- des variations chimiques des minéraux (solutions solides, éléments mineurs, voire traces)

→ **Privilégier la création d'une base de données spécifique avec import de spectres réels mesurés dans les mêmes conditions**

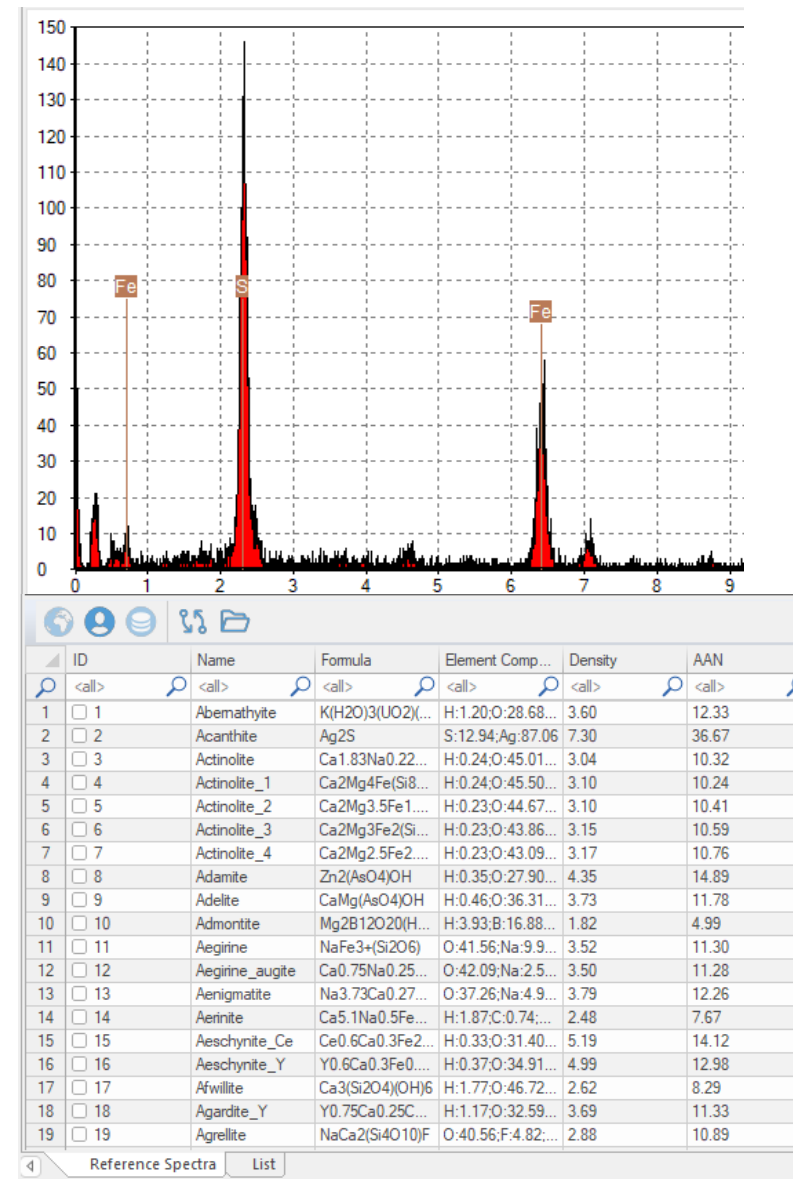
Traitement : bases de données spectrales

Deux bases de données :

- « globale » ~10 000 minéraux (spectre synthétique, nom, formule, composition chimique, densité...)
- « utilisateur » : nombre illimité d'entrées (spectres importés, compositions variables, mélanges...)

Chaque entrée est associée à un numéro d'identification unique et contient :

- Spectre de référence qui va servir à la classification
- Nom et formule du minéral
- Composition élémentaire : possible d'inclure des éléments non détectés en EDS et qui seront utilisés pour les calculs après classification !
- Densité
- Couleur sur la carte minéralogique
- BSE/Energy filtering = option supplémentaire pour affiner le matching (ex: Hématite/Magnétite)



Property

XYZ 100

Search

General Properties

ID 21765

Name Pyrite

Note

Source From SEM

State High Priority

Check ... ☐

Grey Le... 0

Check ... ☐

Energy ...

Position 0,0:(-)

KV -1

Time 15(8)

Total C... 8991

Color ■ FF0000

Formula FeS₂

Averag... 19.33

Density 5.01

Quantification

Quantif... Use default

Element Compositions

Element S

% 53.45

Element Fe

% 46.55

Reference Spectra

☒ Pyr ■

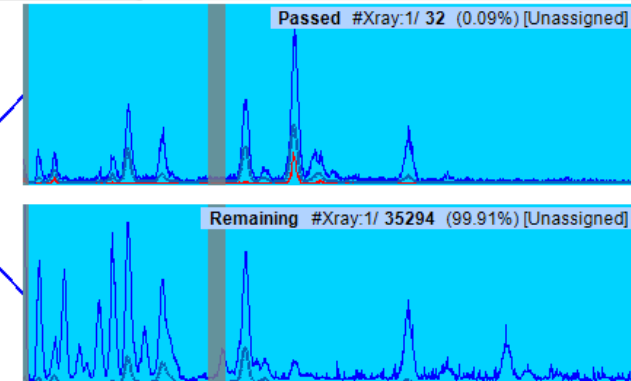
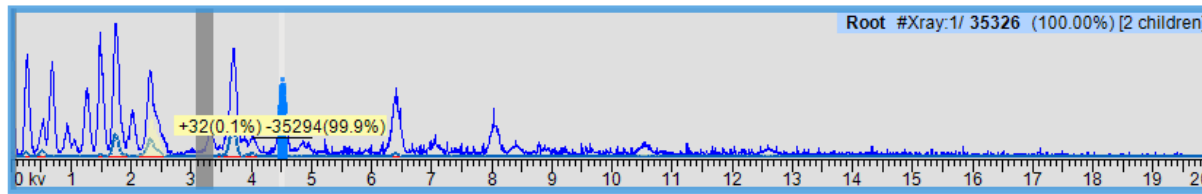
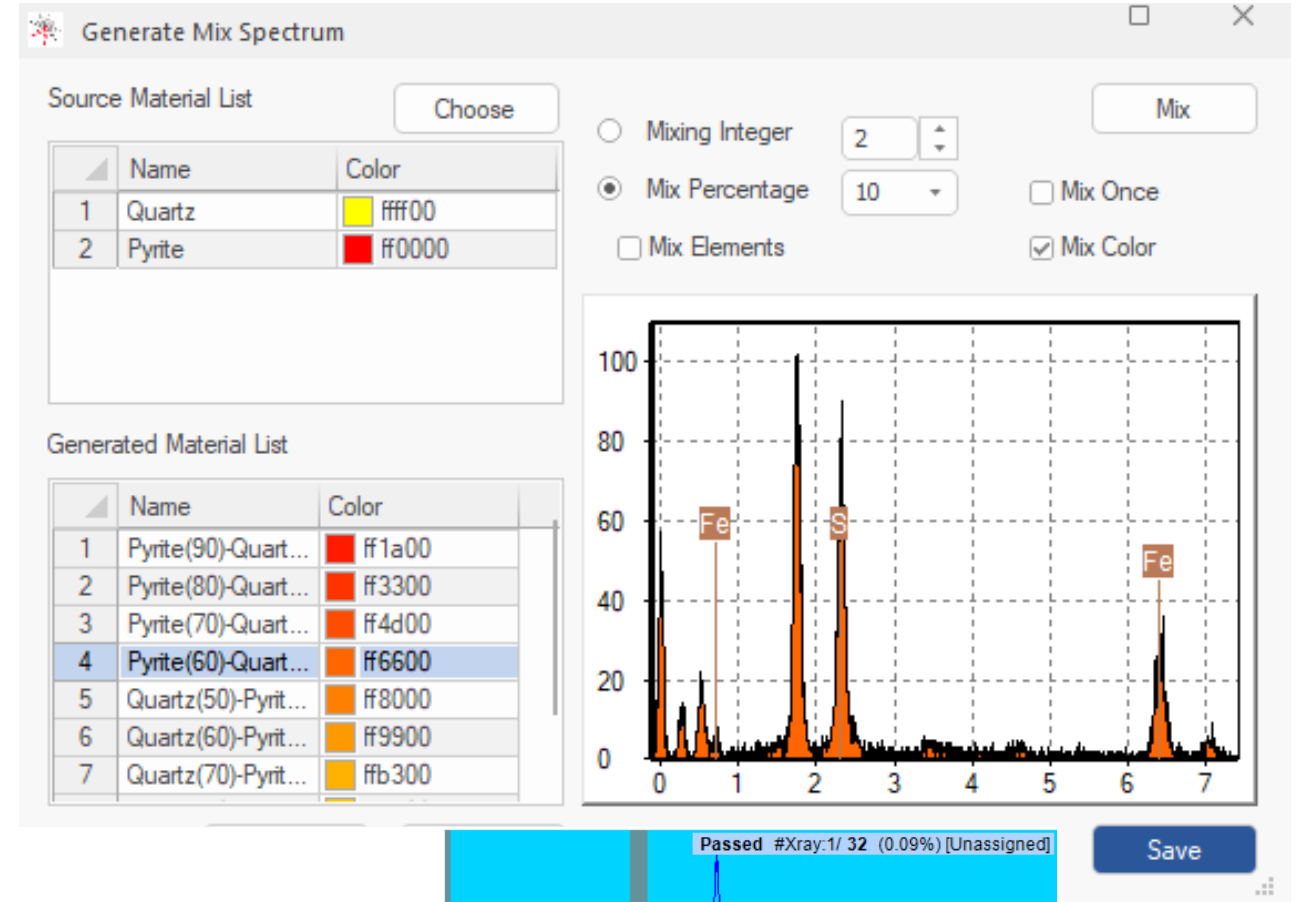
Traitement : options complémentaires

■ Mélanges de plusieurs end-members

- Mélange de composition = solution solide
- Mélange de pixels (utile notamment en μ XRF aux joints de grains)

■ Spectrum tree = arbre de décision

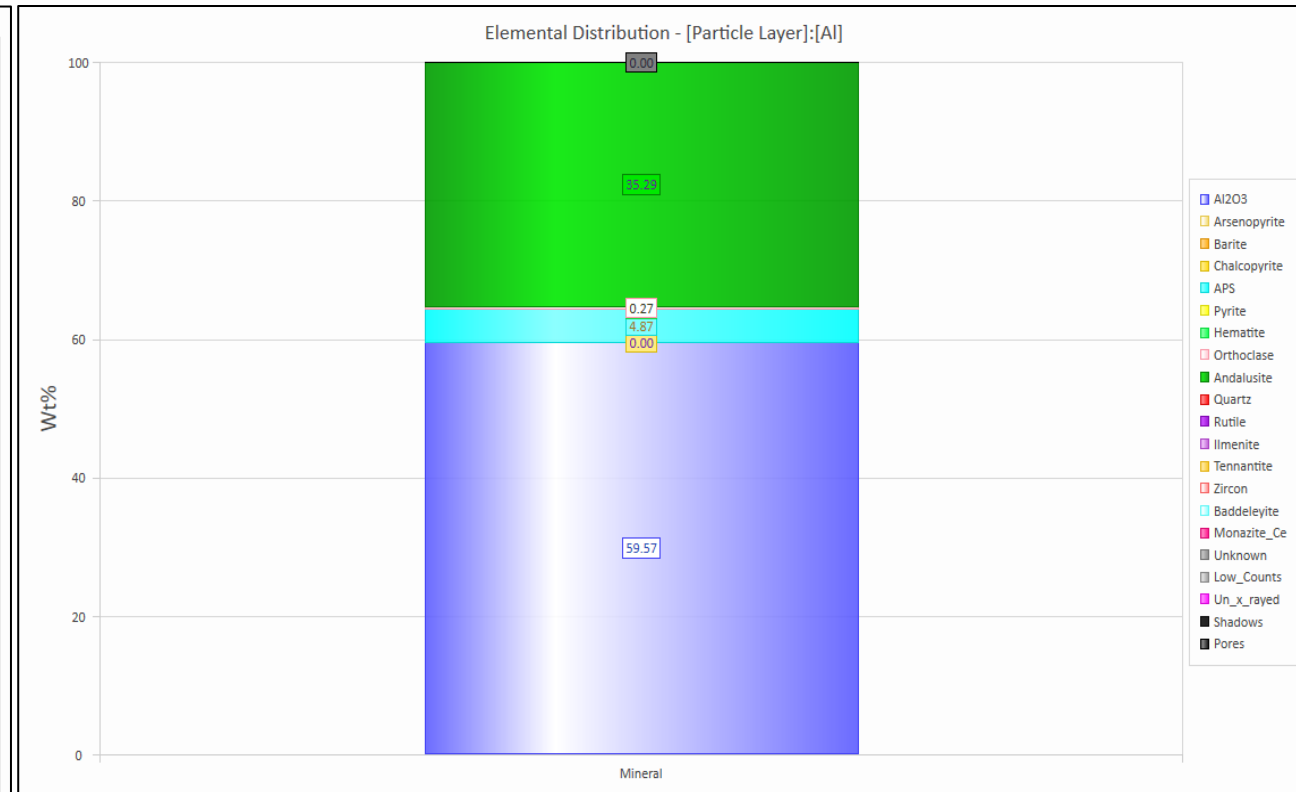
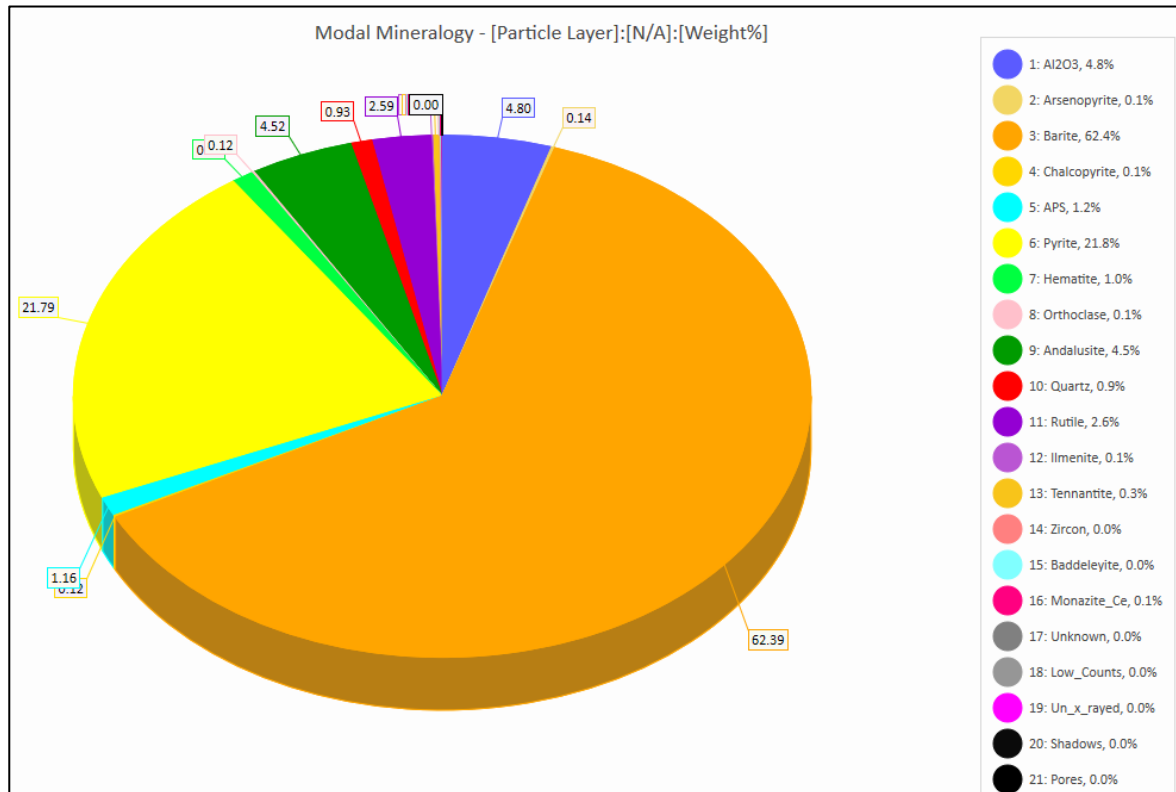
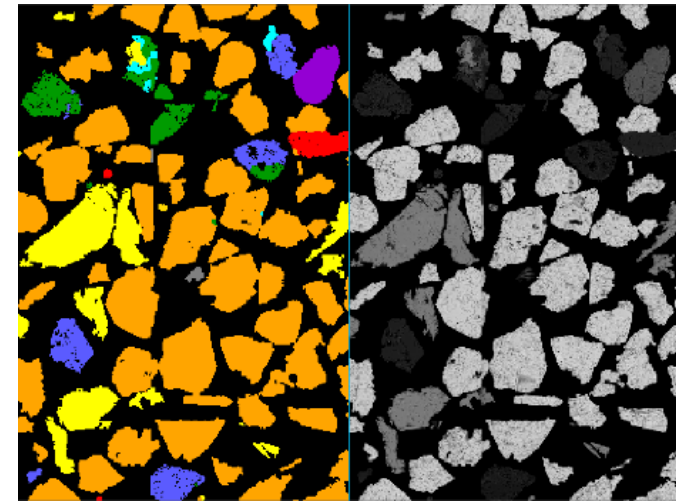
- Clustering et identification de spectres (pixels non indexés ou sélection spécifique par minéral ou zone)
- Clustering par BSE, gamme d'énergie, hauteur de pic, ratio, surface...



Traitement : calculs et exports

1^{er} niveau d'interprétation à partir de la classification AMICS

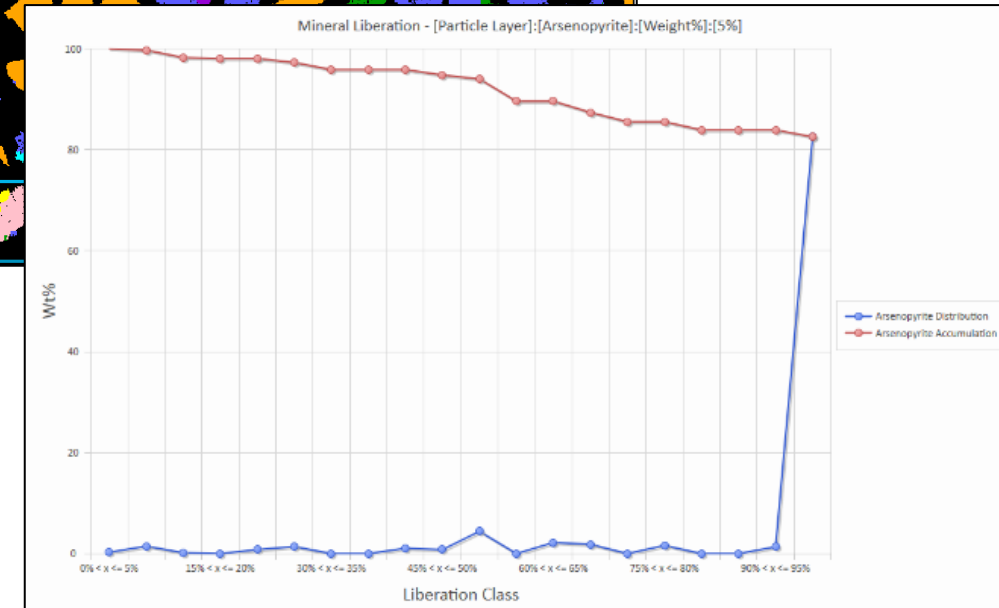
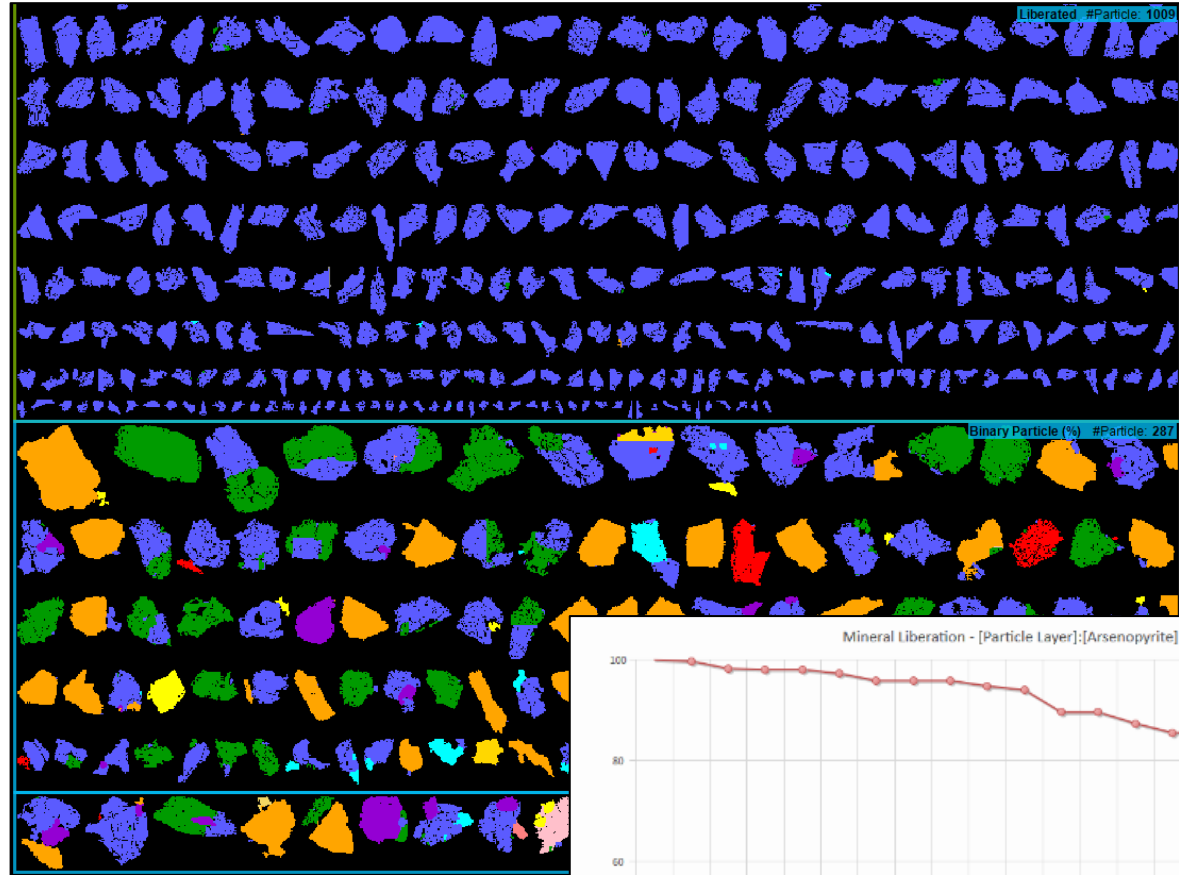
- Répartition minéralogique
- Distribution élémentaire



Traitement : calculs et exports

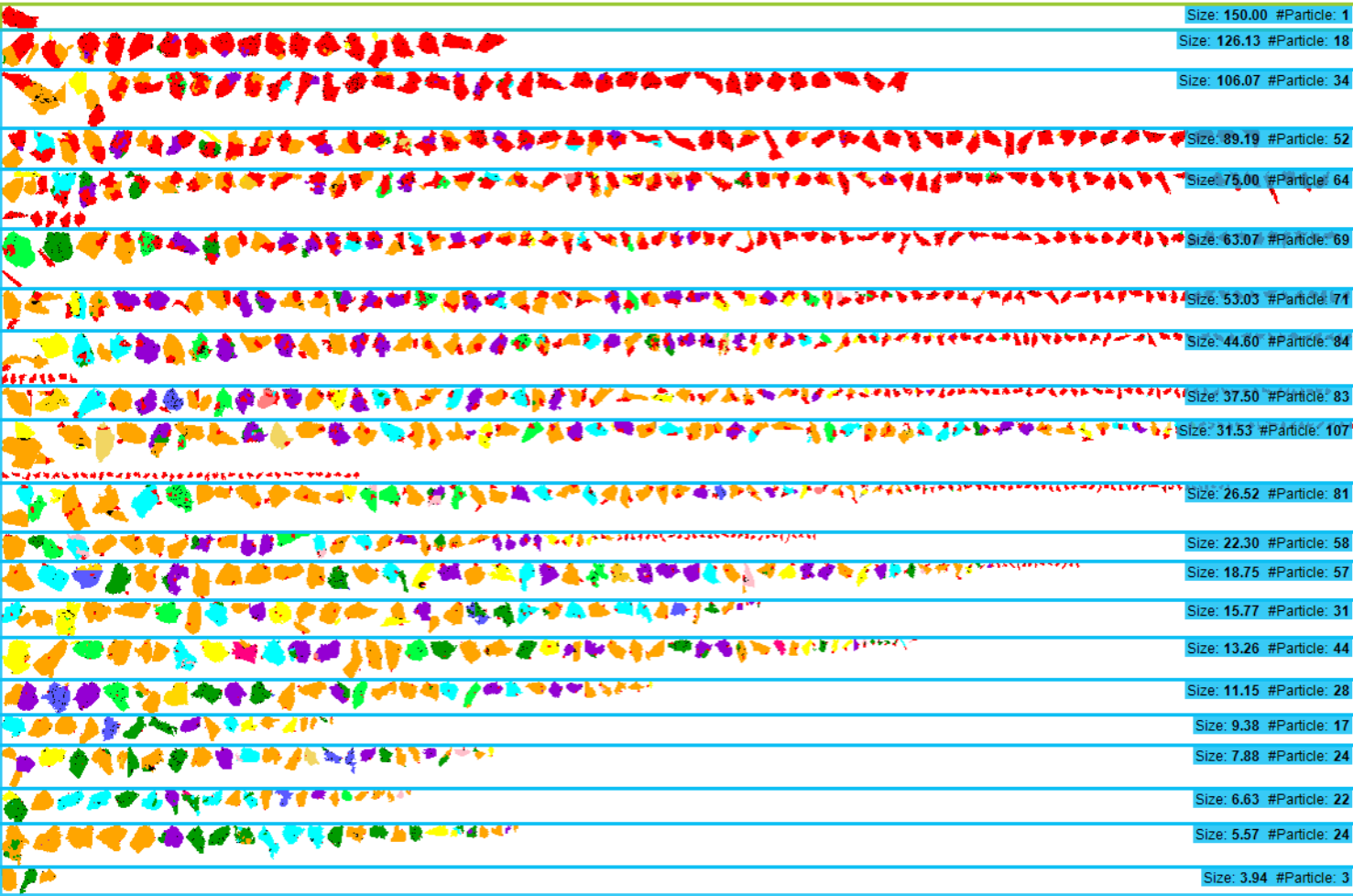
Analyse des fractions pour accéder aux options de caractérisation avancées :

- Particules/grains : taille, forme, distribution de taille
- Mineral locking / mineral liberation
- Répartition par densité
- Mineral assay / Grade-recovery curve



Traitement : calculs et exports

Distribution en taille des particules de Quartz



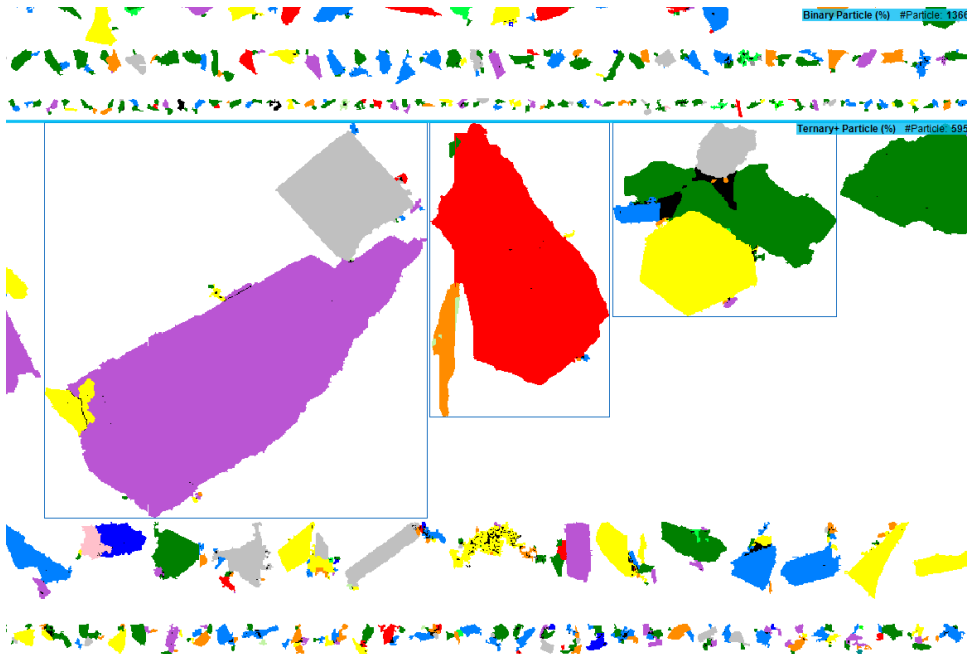
Répartition minéralogique (% massique et % surface)

	Name	Wt%	Area%	Area (μ2)	Density
	<all>	<all>	<all>	<all>	<all>
1	Al2O3	4.80	5.19	7738000.00	4.05
2	Arsenopyrite	0.14	0.10	150611.11	6.07
3	Barite	62.39	60.91	90863784.00	4.48
4	Chalcopyrite	0.12	0.12	180782.72	4.20
5	APS	1.16	1.60	2382479.00	3.19
6	Pyrite	21.79	19.02	28378390.00	5.01
7	Hematite	0.96	0.79	1176069.12	5.30
8	Orthoclase	0.12	0.20	304849.03	2.56
9	Andalusite	4.52	6.28	9369555.00	3.15
10	Quartz	0.93	1.55	2315480.00	2.62
11	Rutile	2.59	2.66	3969797.25	4.25
12	Ilmenite	0.06	0.06	86381.05	4.72
13	Tennantite	0.26	0.24	364438.31	4.65
14	Zircon	0.04	0.04	57821.35	4.65
15	Baddeleyite	0.04	0.03	43483.01	5.75
16	Monazite_Ce	0.06	0.05	73316.64	5.15

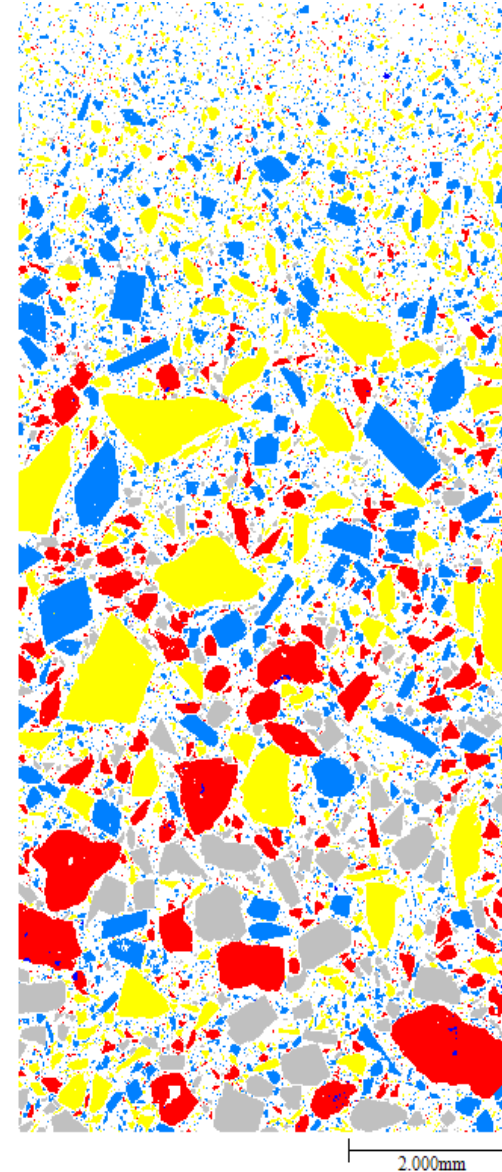
Préparation des échantillons

- Bon polissage pour le MEB
- Eviter les particules qui se touchent → dilution alumine/graphite/carbon black
- Ségrégation des grains dans la résine (taille et densité) + bulles

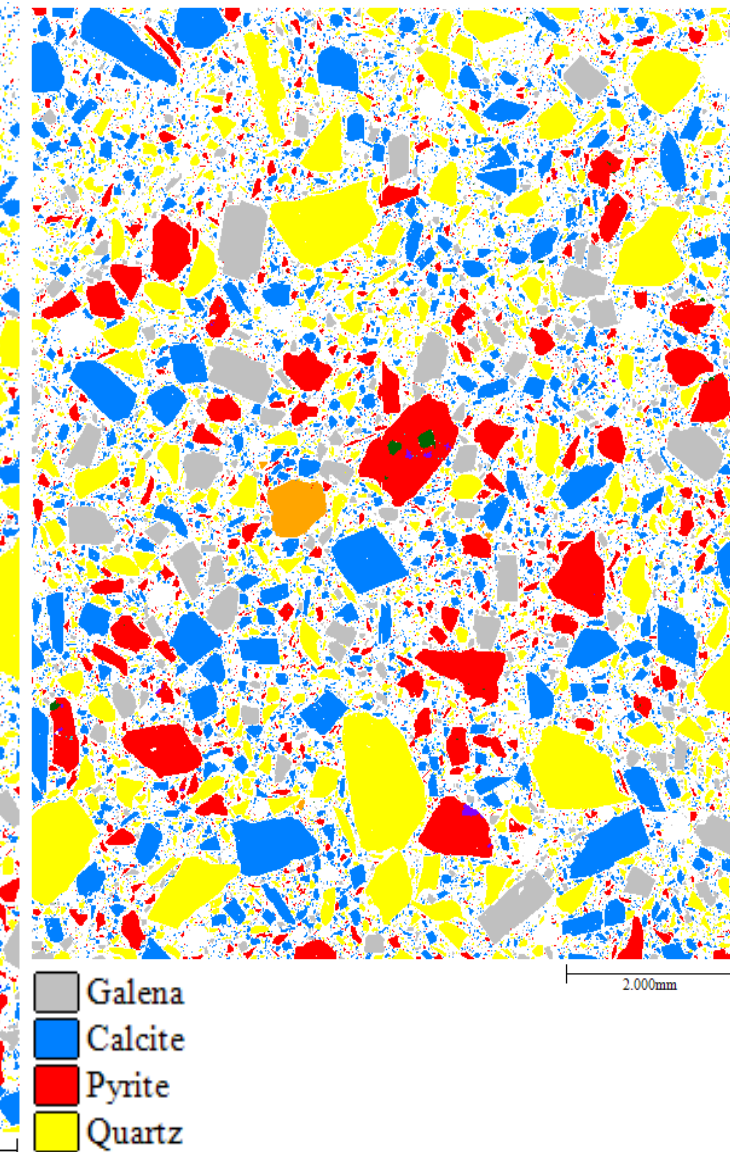
→ Mélange Epofix+Carbon Black sous pression 2,5 bars
protocole e.g. Røisi & Aasly, 2018 ; Lenoir, 2023 (ULiège)



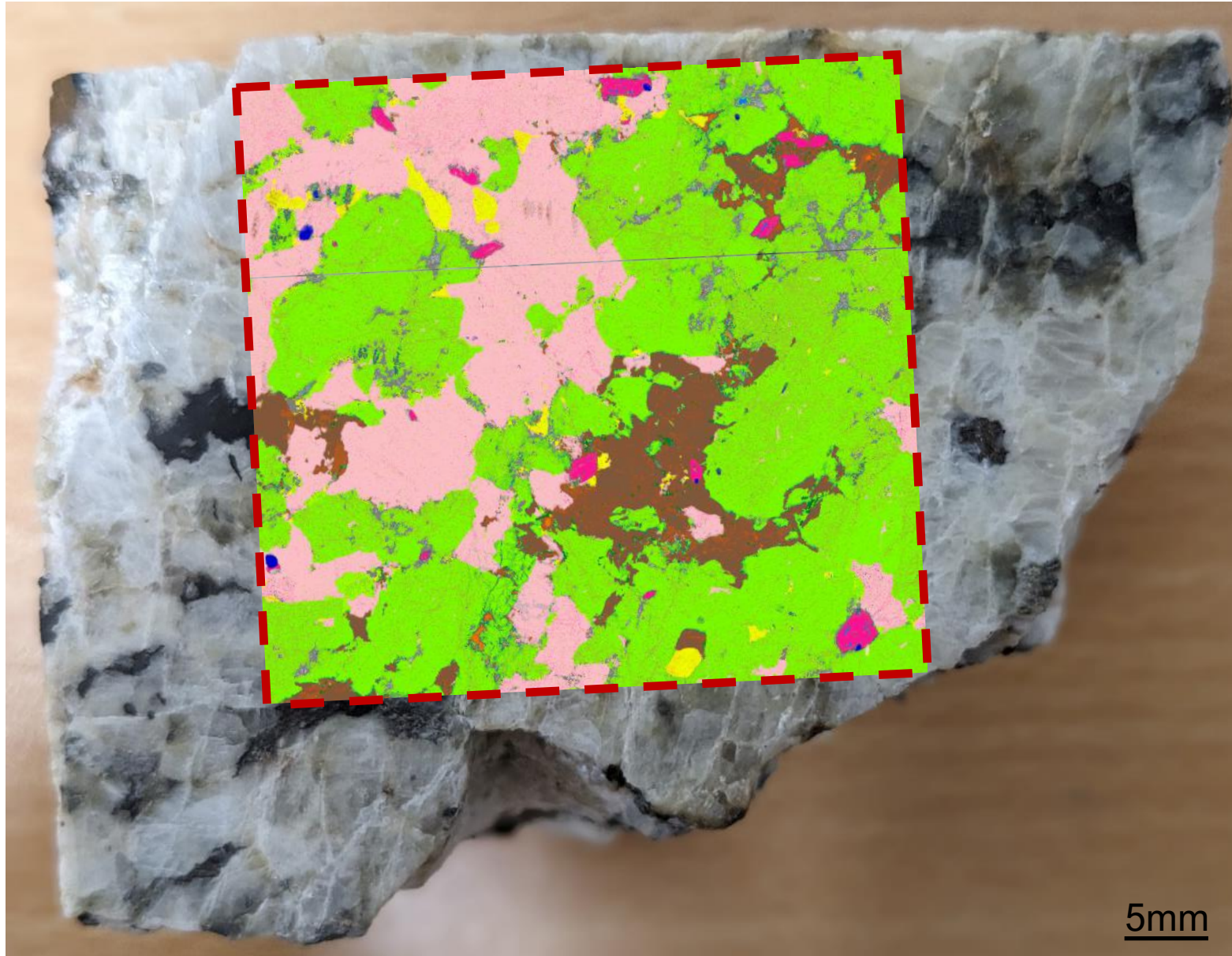
Araldite



Epofix + Carbon Black

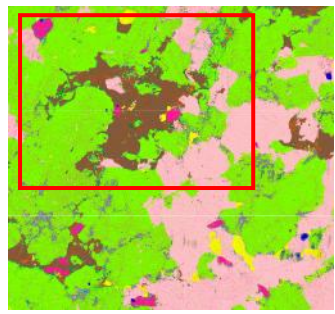


Pegmatite (Grenville, Québec)

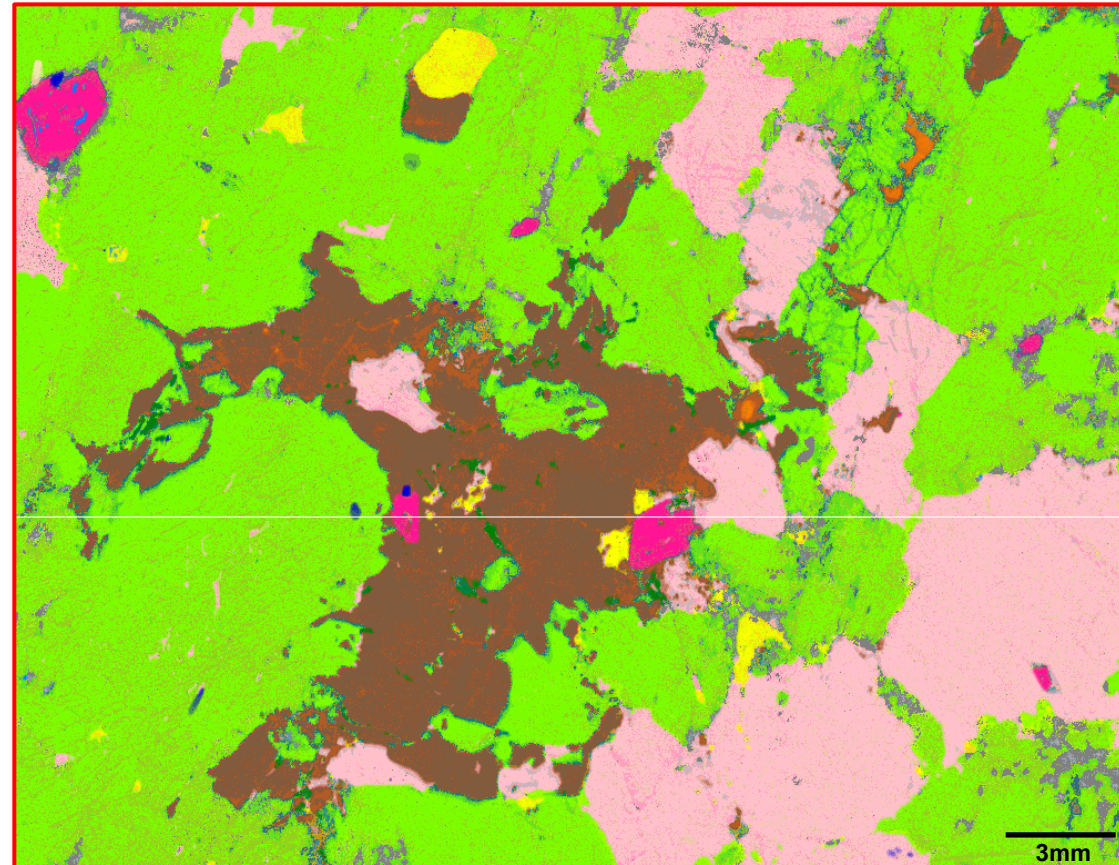


- Minéralisations REE + Nb-Ta
- Bloc de roche scié
- Polissage grossier
- Pas de métallisation
- μ XRF + MEB pression partielle

Pegmatite (Grenville, Québec)



AMICS μ XRF (zoom environ 3H)



AMICS MEB

24H en mode matrice (12H segmentation)



Temps d'acquisition plus rapide en μ XRF mais taux de phases non reconnues 2% μ XRF vs 0,001% MEB

Pegmatite (Grenville, Québec)

← μ XRF →

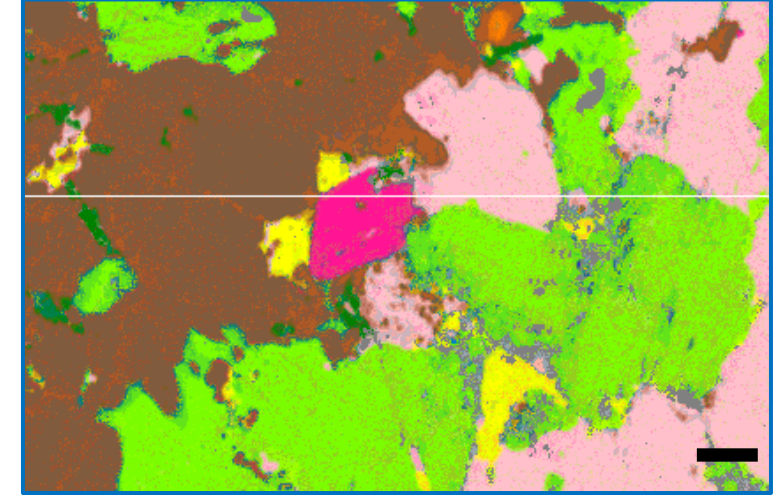
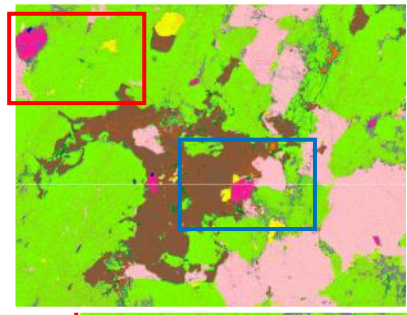
Phase visible au μ XRF

+ Pixels non indexés

+ Mélanges joints de grains

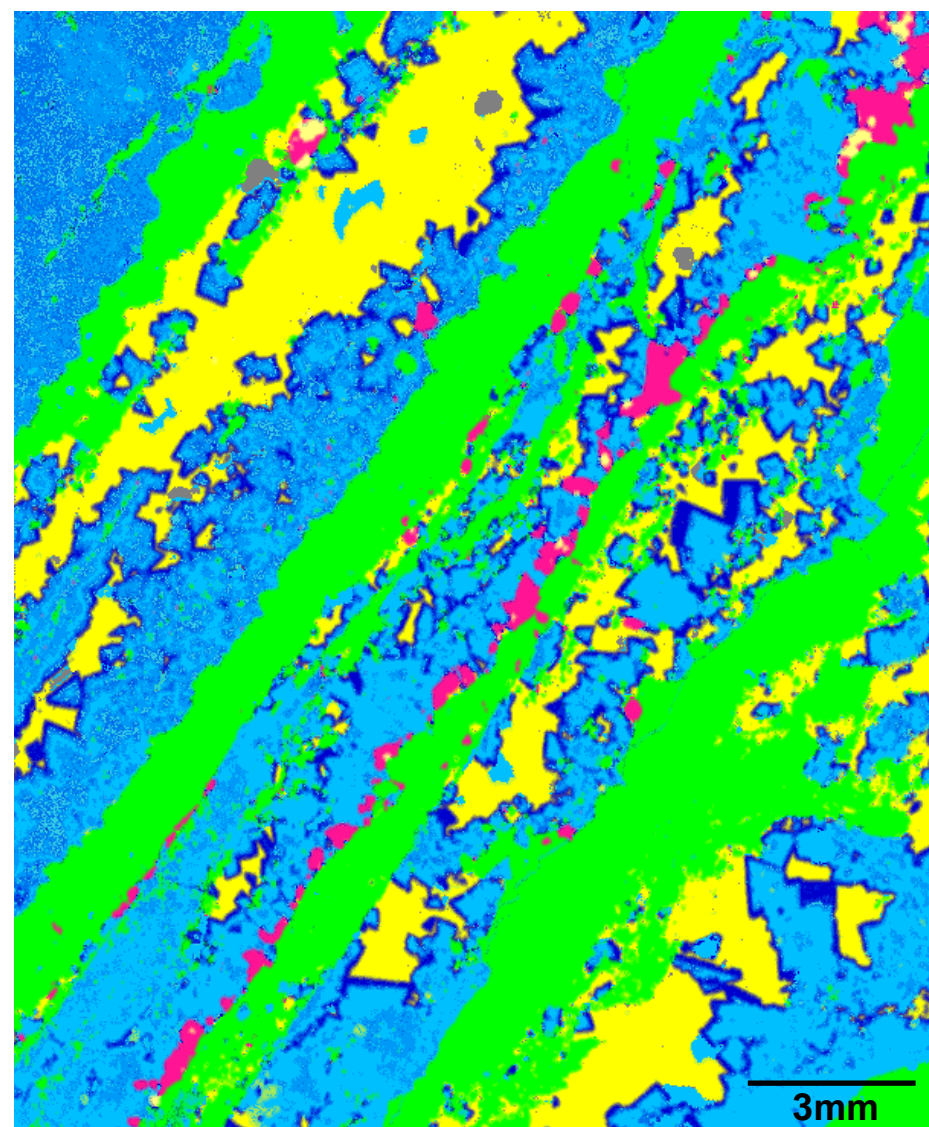
→ profondeur d'émission des X
et taille de spot plus grandes

← MEB →



Lame mince de roche (Tighza, Maroc)

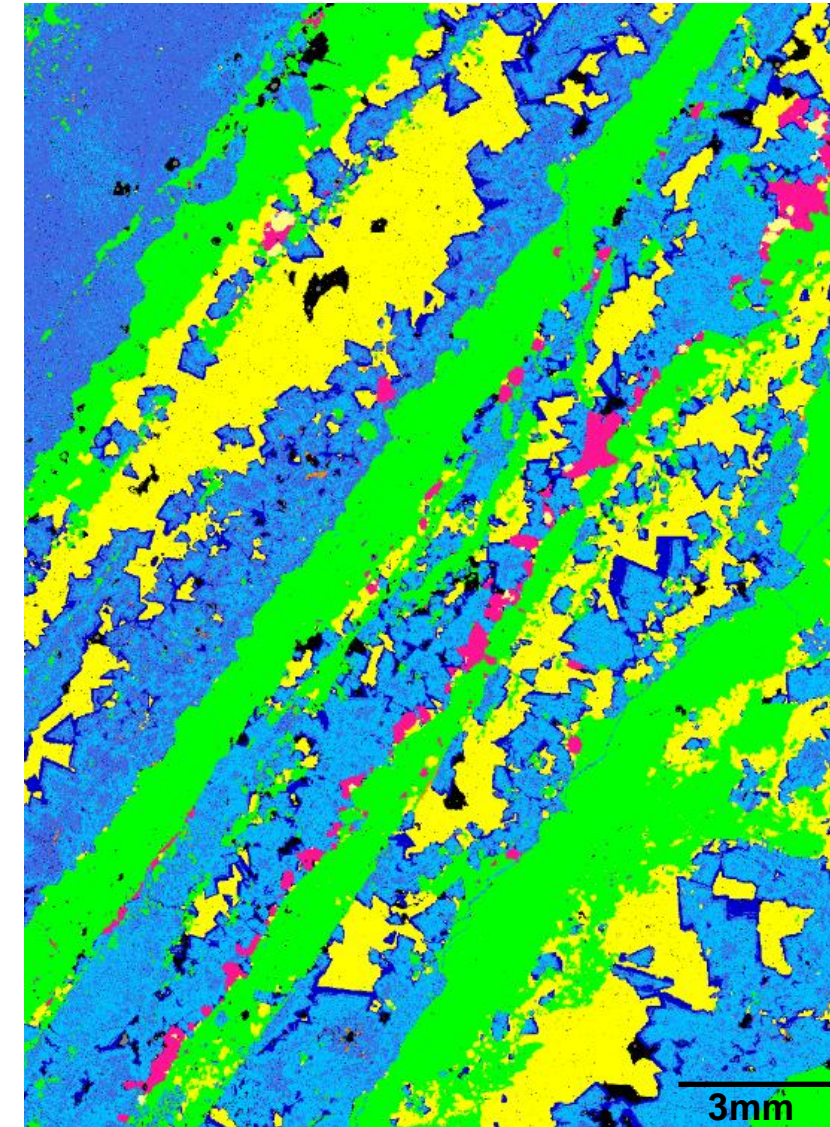
AMICS μ XRF 5h



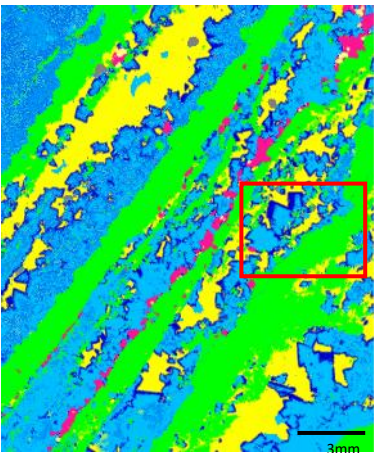
- Résultats similaires à cette échelle
- Temps d'analyse plus réduit en μ XRF

AMICS MEB

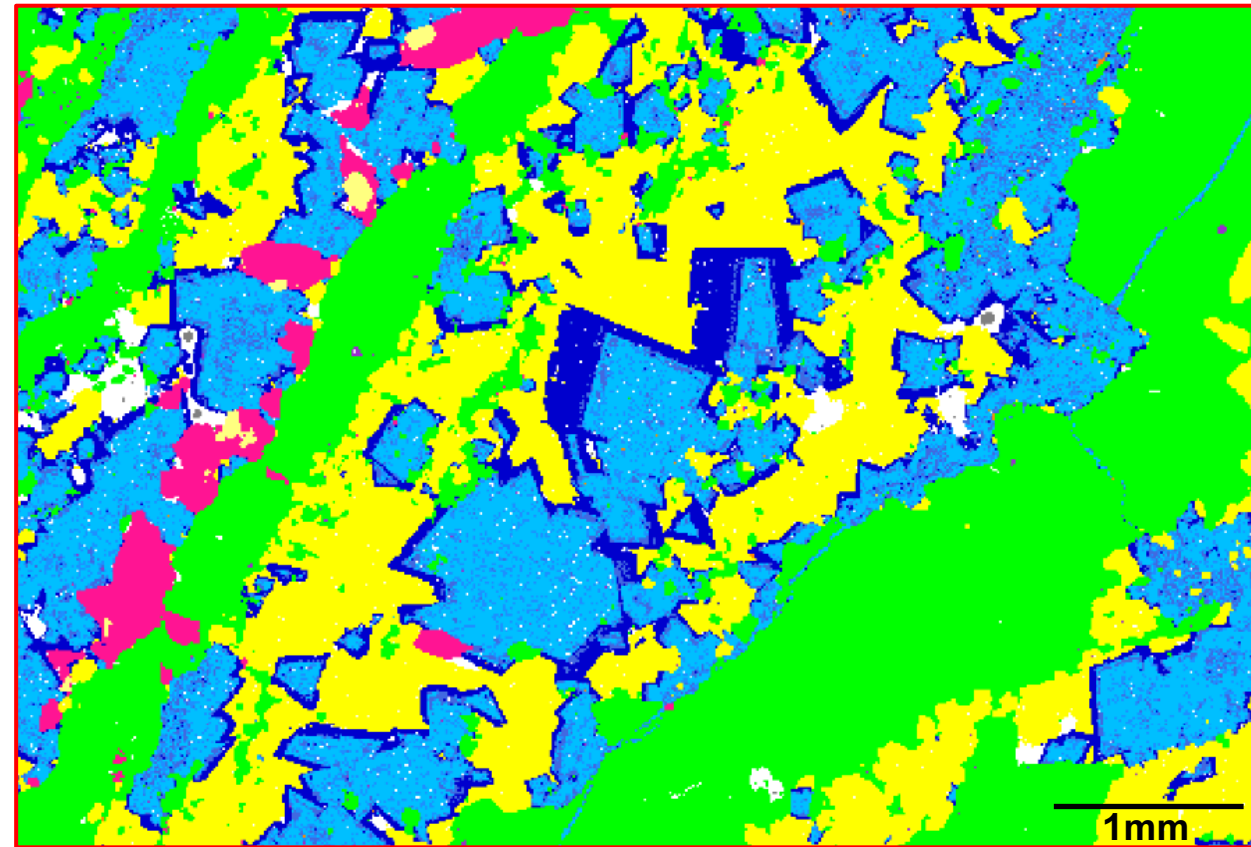
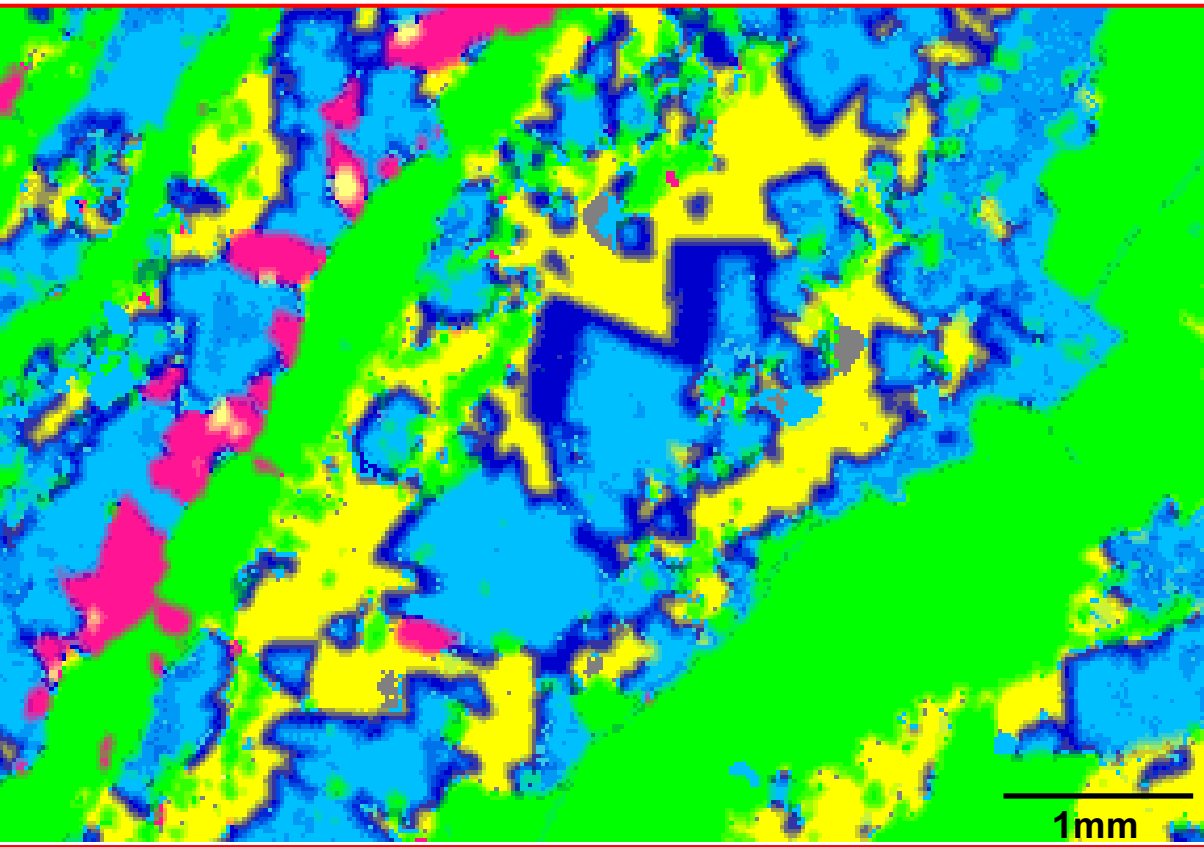
8H matrice (2H30 segmentation)



Lame mince de roche (Tighza, Maroc)



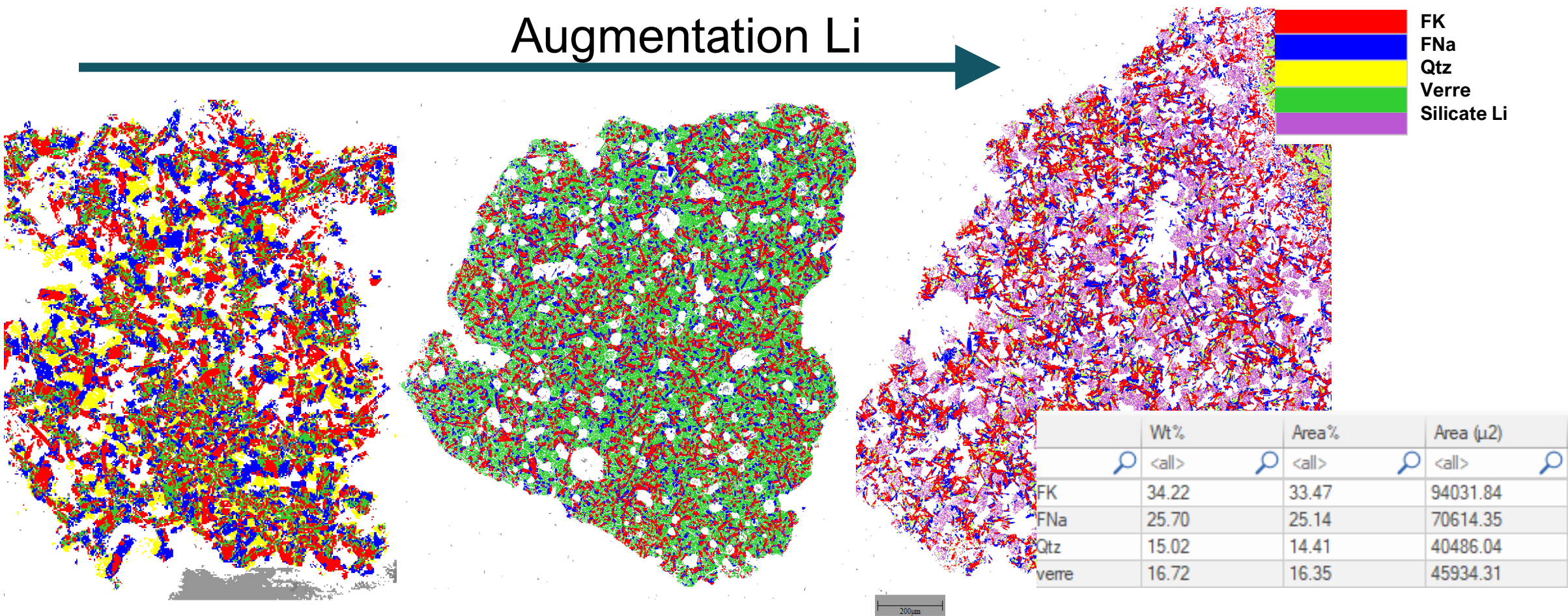
- Résultat OK malgré la différence de taille de spot : taille des minéraux adaptée pour les 2 techniques
- Quelques détails non observés en μ XRF (spot plus large, résolution latérale moindre)
- Attention aux petites phases et aux zonations en segmentation = effet « patchy »



Cristallisation de silicates en présence de Li (K. Devineau – CRPG)

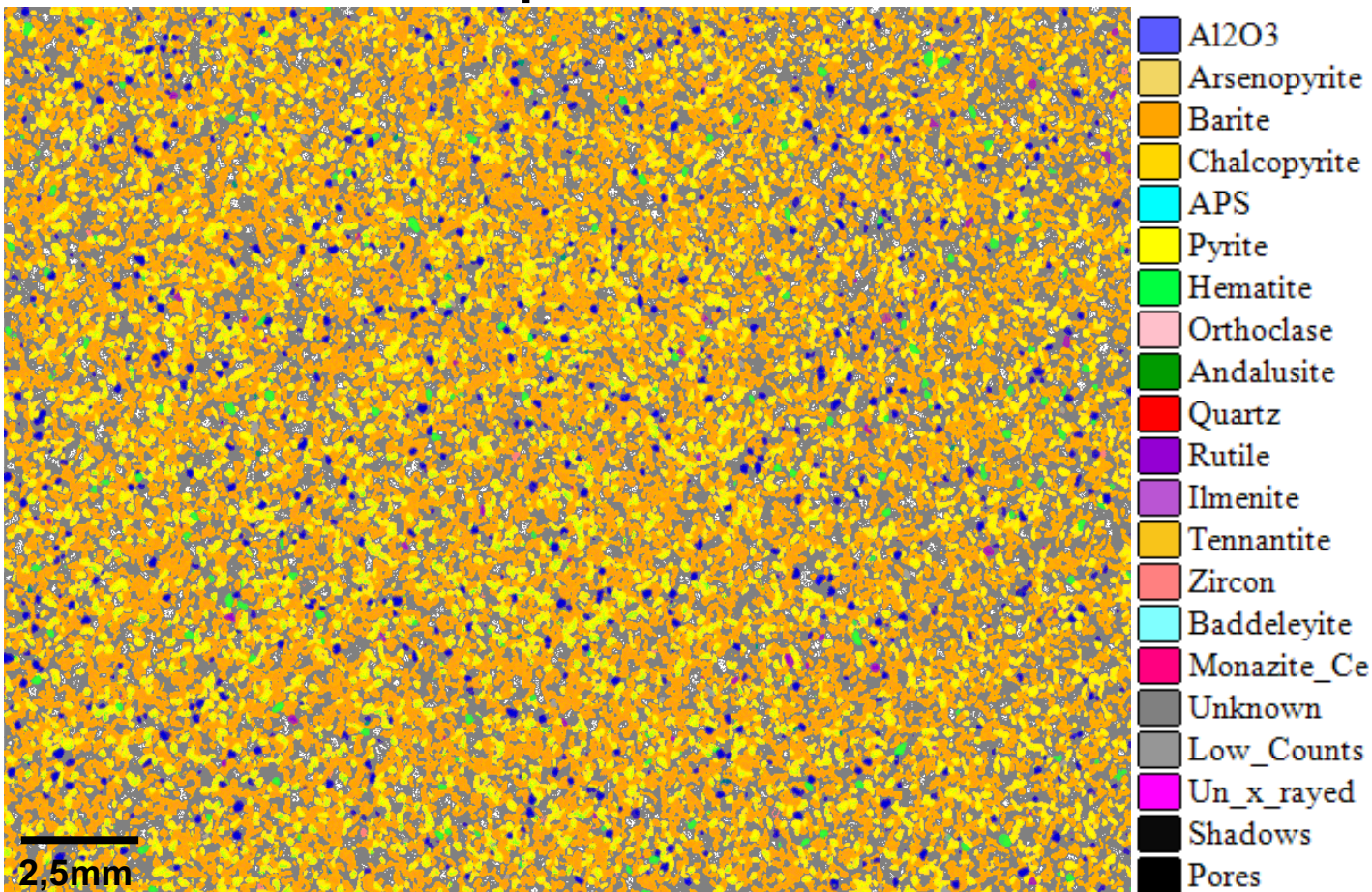
- Expériences de cristallisation en capsules d'or : temps, température et pression variable
- Evaluer le pourcentage de phases cristallisées (quartz, feldspaths, silicates Li, verre)
- Problème : contrastes BSE très proches

Augmentation Li

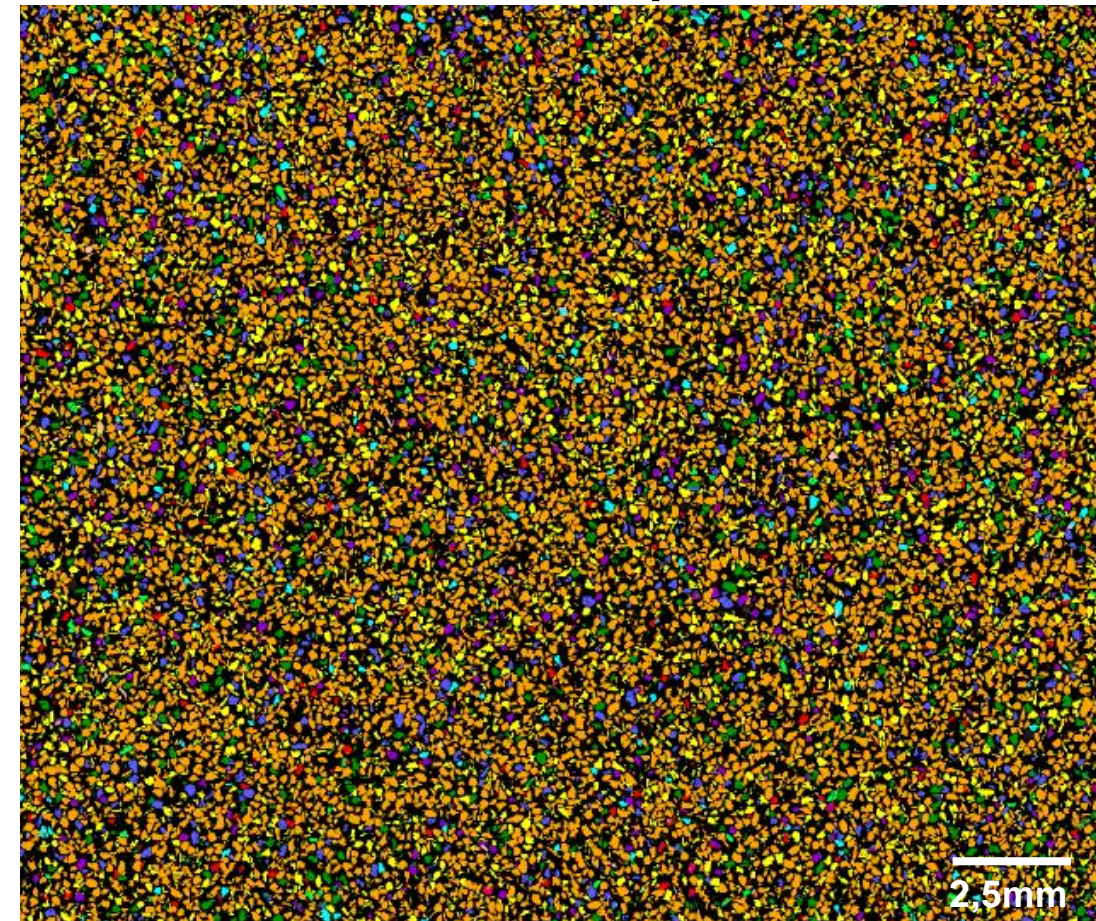


Concentré de minerai (Chizeuil, France)

AMICS μ XRF 3h



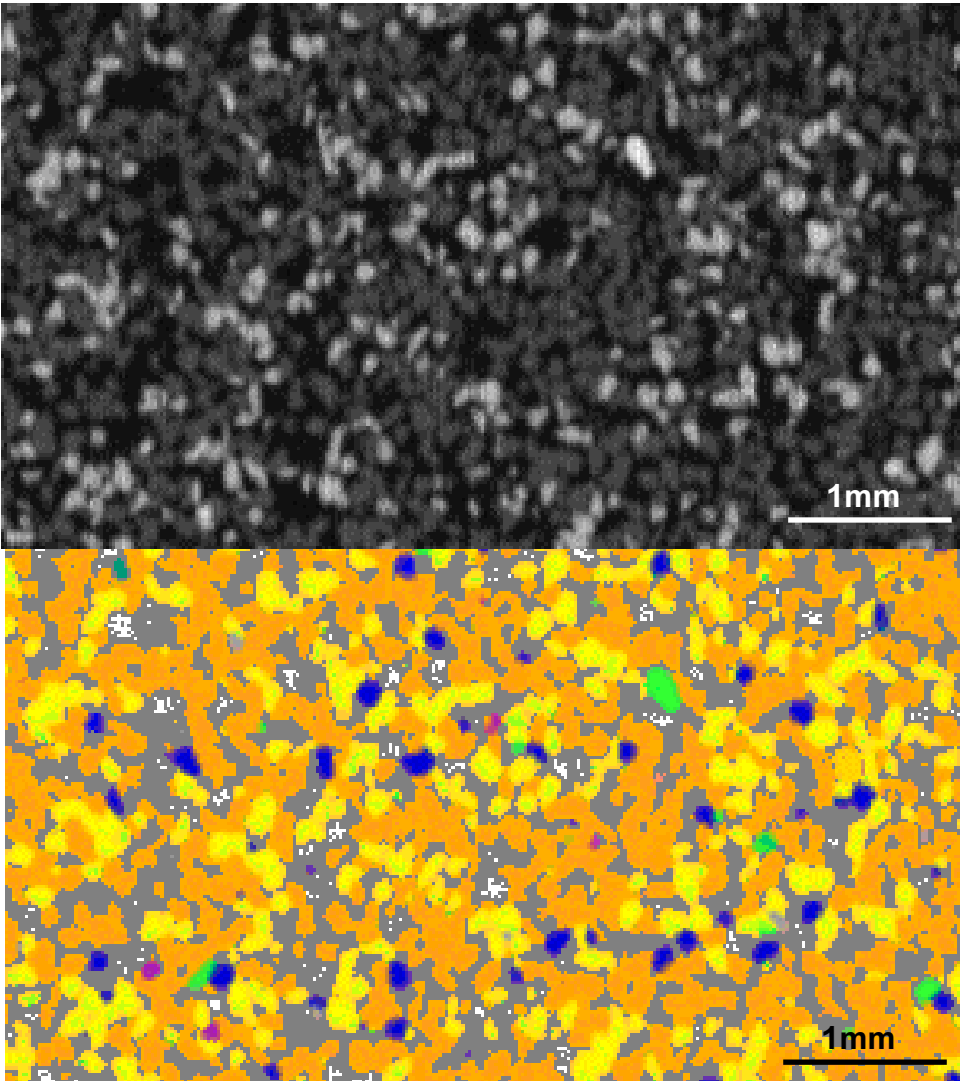
AMICS MEB mode particule 3h



**Différences majeures d'indexation des phases =
phases non indexées + grains jointifs en μ XRF**

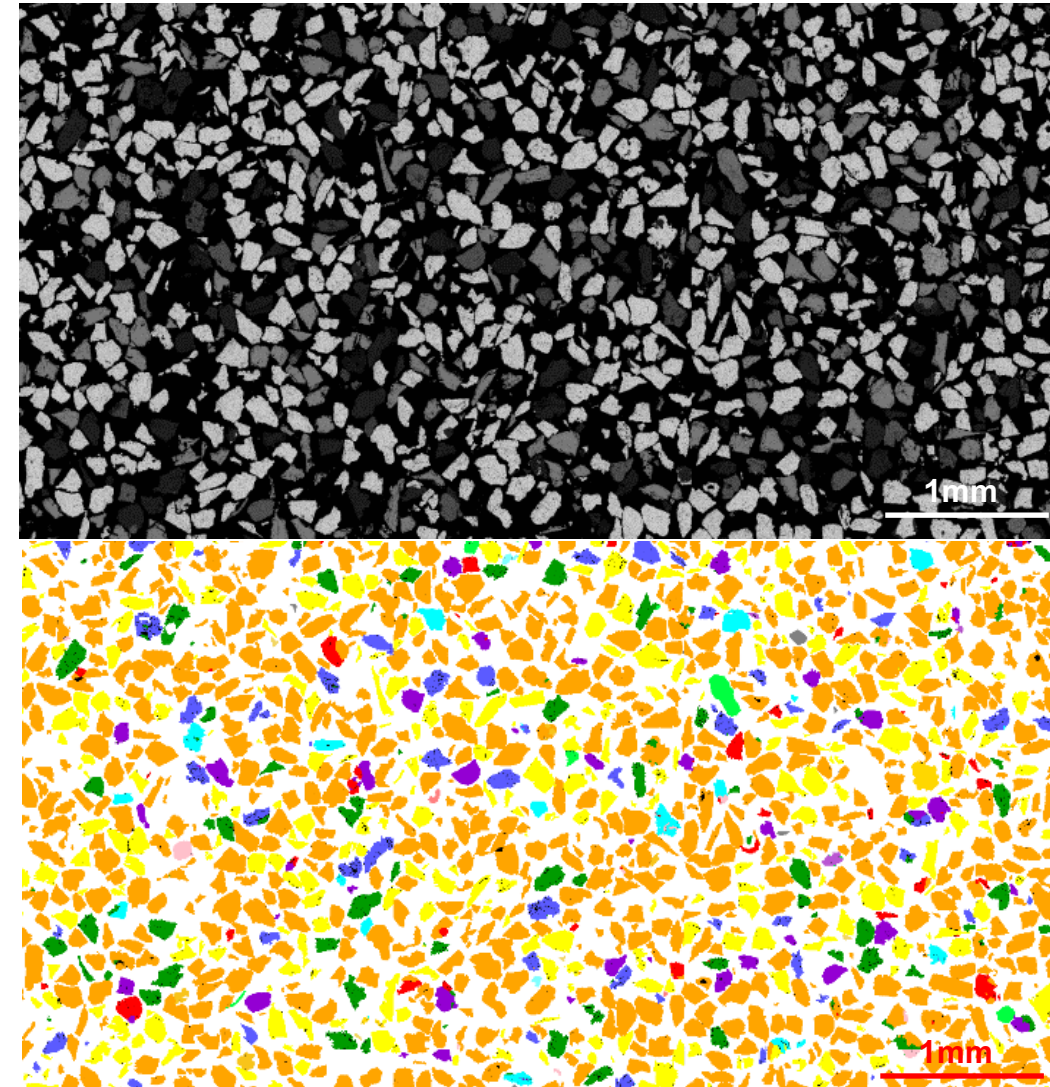
Concentré de minerai (Chizeuil, France)

AMICS μ XRF 3h



- Image pseudo-BSE en μ XRF → mauvaise séparation des niveaux de gris
- Taille de spot trop large pour cette granulométrie → grains jointifs, pas d'individualisation des particules en post-processing
- Mauvaise indexation des phases

AMICS MEB mode particule 3h



Conclusion

AMICS = seule solution de minéralogie automatisée disponible sur XRF et MEB

AMICS-XRF

- Acquisition rapide, 20µm
- Gros échantillons, préparation minimale (carottes, blocs)
- Attention à la profondeur de pénétration des X

AMICS-MEB

- Acquisition « haute-résolution »
- Accès aux éléments légers
- Plus sensible à la préparation des échantillons

