



Microscopie corrélative et traitement d'images pour la réalisation de cartographies minéralogiques automatisées

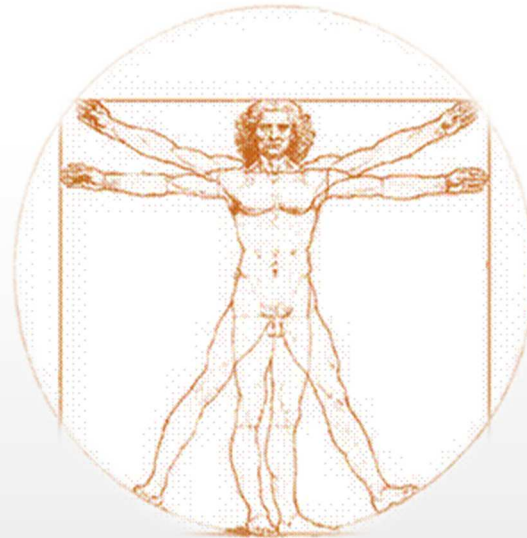
Eric PIRARD

Hassan BOUZAHZAH

Comprendre notre environnement

Comprendre notre environnement

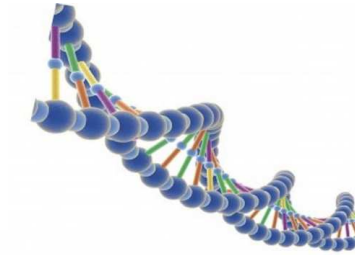
- Qu'est-ce ?
 - O 65 %
 - C 18 %
 - H 10 %
 - N 3 %
 - Ca 1,4 %
 - P 1,1 %



Comprendre notre environnement

- Les bases moléculaires (nucléotides) de notre ADN

- Adenine $C_5H_5N_5$
- Thymine $C_5H_6N_2O_2$
- Cytosine $C_4H_5N_3O$
- Guanine $C_5H_5N_5O$

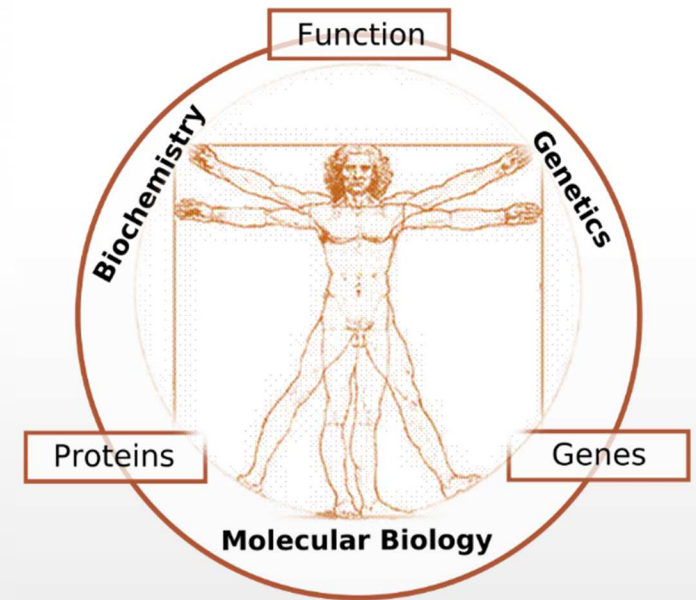


MOLECULAR BIOLOGY

...not so much a technique as an approach

... with the leading idea of searching below the large-scale manifestations of classical biology...

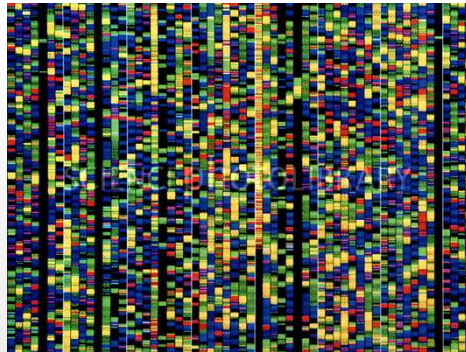
© Wikipedia



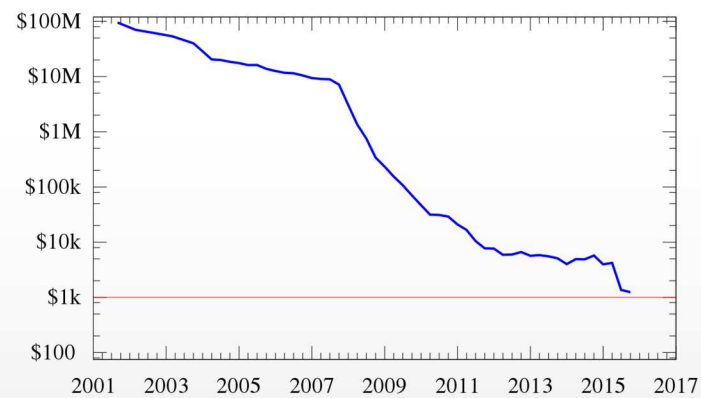
Comprendre notre environnement

- Séquençage du Génome Humain
 - 22 000 gènes
 - 3,4 milliards de paires de nucléotides

DNA sequencing is the process of determining the precise order of nucleotides within a DNA molecule.



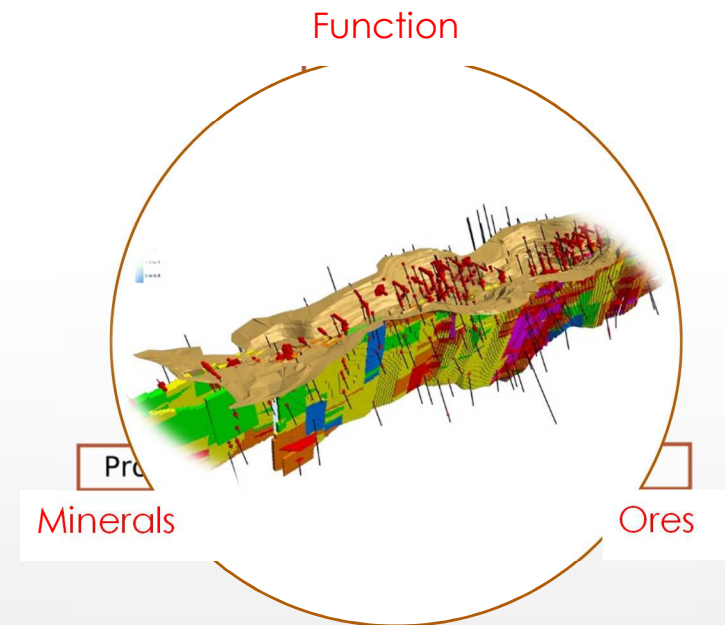
Cost to sequence a human genome (USD)



Total cost of sequencing a human genome over time as calculated by the NHGRI

Géologie Moléculaire

- Molecular Geology
 - Fast and Accurate Mineral Identification
 - Valuable Minerals
 - Gangue Minerals
 - Elemental Department
- Sequencing Ores
 - Fully Automated Quantitative Analysis
 - Modal Analysis (% mass)
 - Porosity and fractures
 - Grain/Crystal size
 - Grain shape
 - Microtextures
- Predicting functionality
 - Process Oriented Modelling - Indices
 - ✓ Breakability, Floatability,...
 - ✓ Leachability, Thermal expansion,...



Cartographies Minéralogiques

I have a dream...

Cartographies Minéralogiques

- La minéralogie comme outil prédictif en métallurgie extractive (géométallurgie)
 - 2Mt de scories ottomanes @ 0,38 % Co
 - Quelles perspectives de valorisation ?

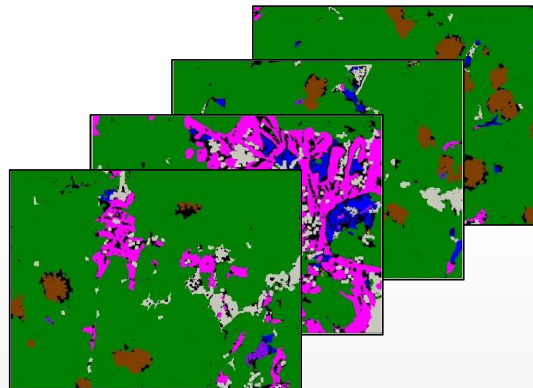
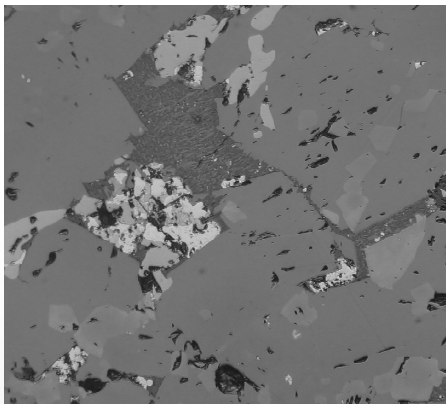


Analyse Chimique (% Poids)

FeO	59.7 %
SiO₂	23.5 %
Al₂O₃	11.6 %
S	1.8 %
Cu	0.76 %
Co	0.38 %

Cartographies Minéralogiques

- Analyse modale par microscopie en lumière réfléchie
 - Segmentation basée sur la réflectance moyenne (niveaux de gris)



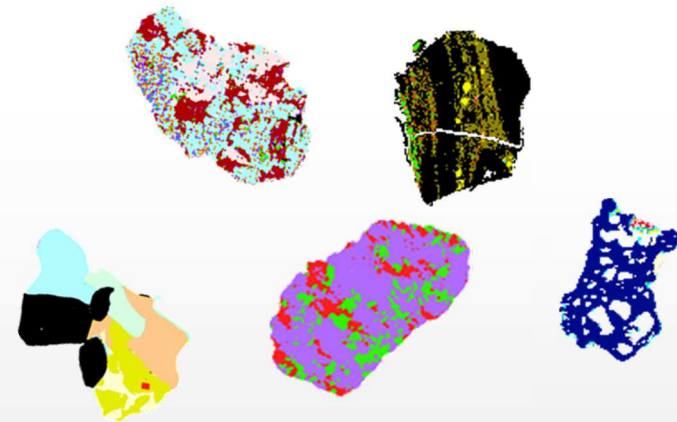
Mineral	% Wt	Co %	Co Dpt%
Fayalite	65.54	0.54	81.28
Wüstite	5.97	0.15	6.00
Hercynite	17.92	0.67	9.24
Leucite	5.43	0.01	0.07
Pyrrhotite	3.93	0.34	3.11
Cu Sulfides	1.20	0.10	0.30

HOPELESS...

Pirard, E. (1991). *Quantitative mineralogical analysis of Cobalt and Copper distribution in historical slags from Küre (Turkey)*. *Canadian Mining and Metallurgical Bulletin*, 84(946), 87-91

Cartographies Minéralogiques

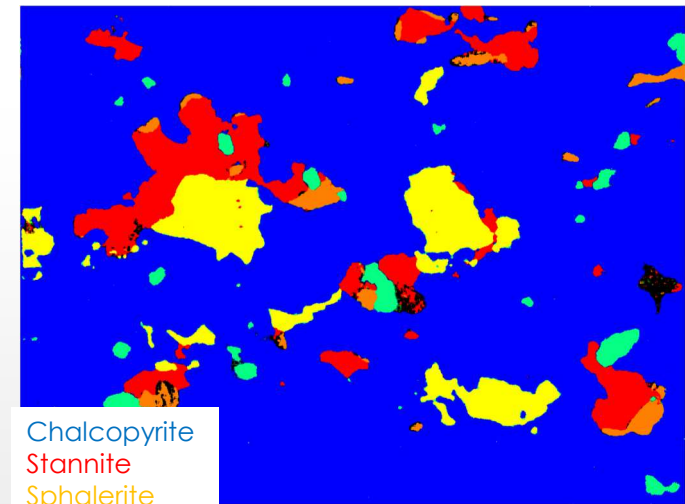
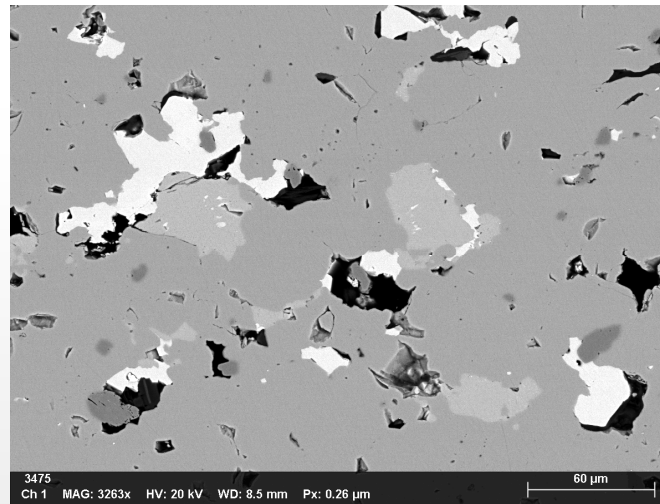
- 35 ans de développements ... et de stagnations
 - « Automated Mineralogy »
 - QEM SCAN; MLA;...



Result of EDX mapping © QEM SCAN

Cartographies Minéralogiques

- En 2019
 - ZEISS MINERALOGIC
 - Sigma300 FEG SEM + Micro-analyse EDX à haute cadence (2 x 30mm² Brüker)
 - ✓ 3000 cts / pixel => step 5 µm => 30' à 1h / image



Chalcopyrite
Stannite
Sphalerite
Pyrite
Quartz
Al-Si

Cartographies Minéralogiques

- On peut mieux faire...
 - En quelques secondes tout est là!

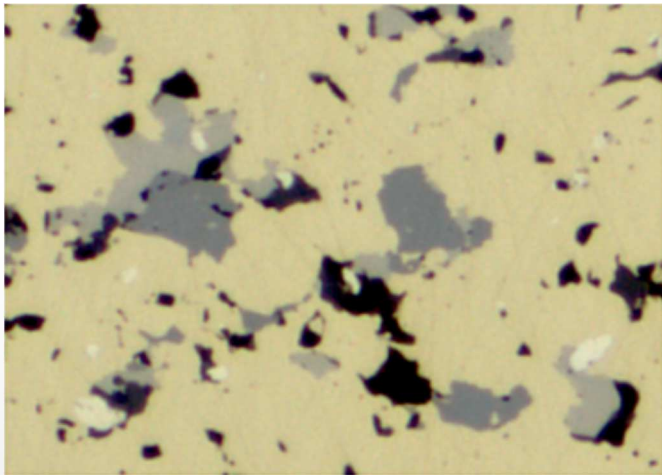


Image RGB en lumière réfléchie

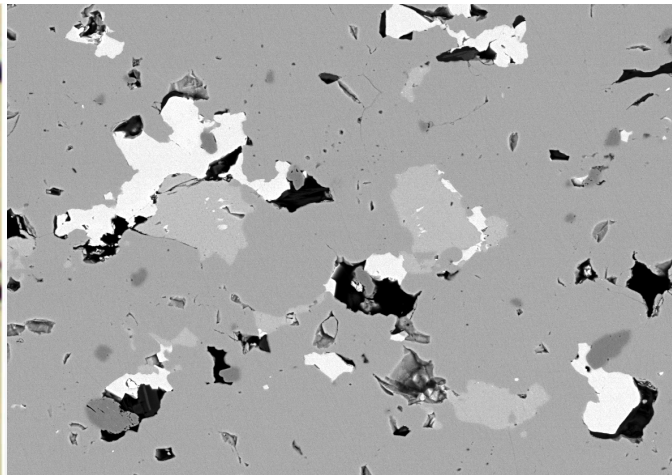
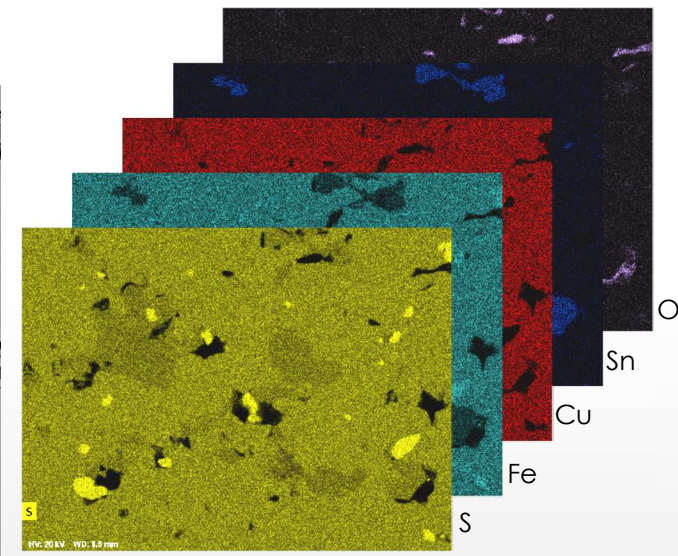


Image BSE (électrons rétrodiffusés)



Hit maps EDX (50 secs)

Microscopie Corrélative

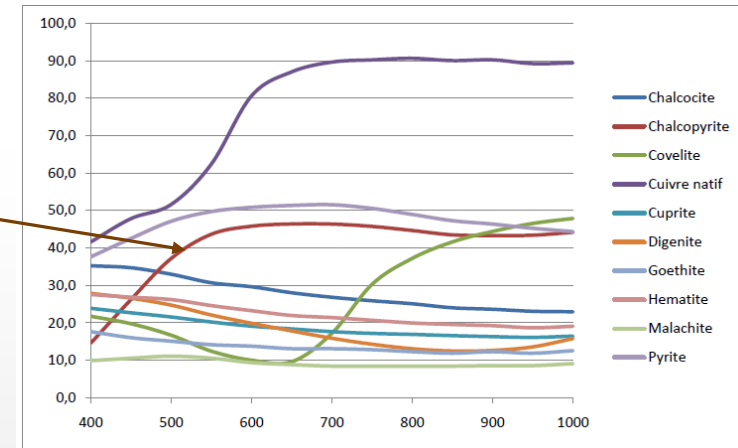
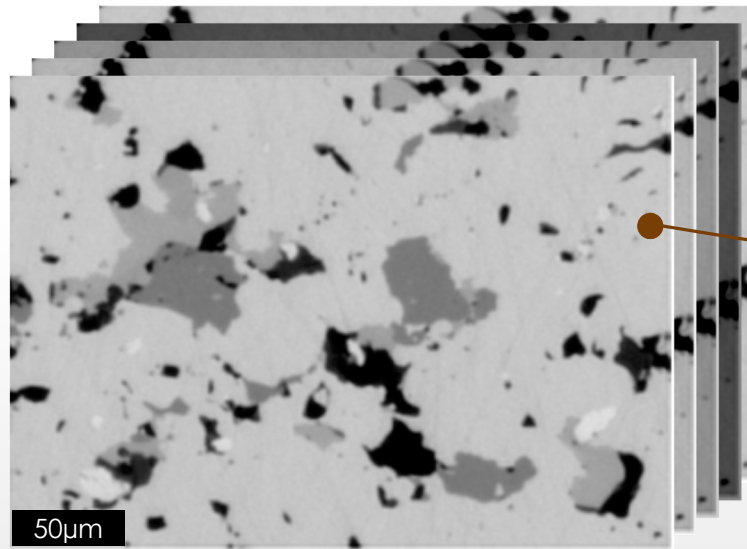
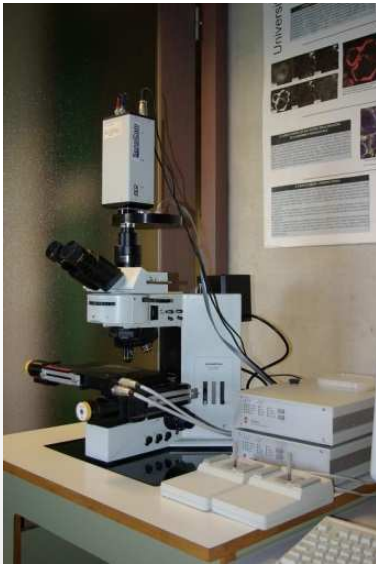
I have a plan...

Microscopie Photonique



UPM Politecnica de Madrid
Université de Liège
TSL Labs
First Quantum (CLC)
KGHM

- Acquisition Multispectrale en Lumière Réfléchiée
 - **AMCO** - Automated Mineral Characterization of Ores



Base de données de la réflectance spéculaire des principaux minéraux opaques (400nm-1000nm)

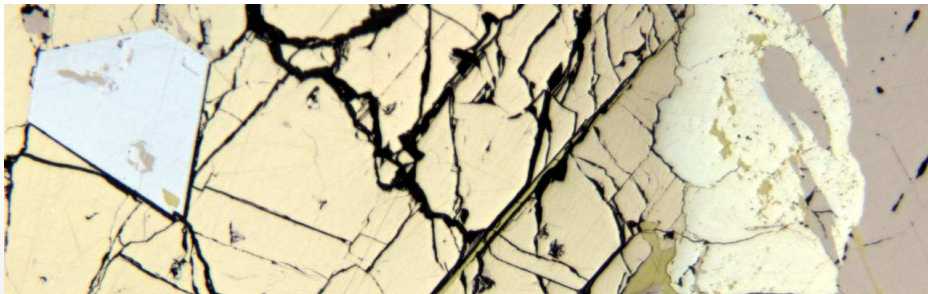
Imagerie calibrée utilisant une gamme de filtres interférentiels
400 nm – 1000 nm)

Microscopie Photonique

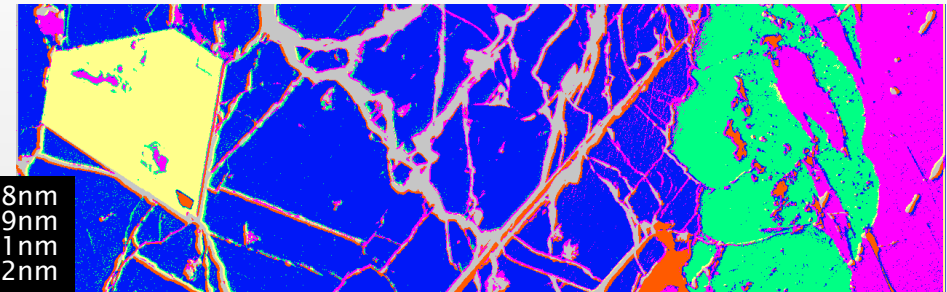
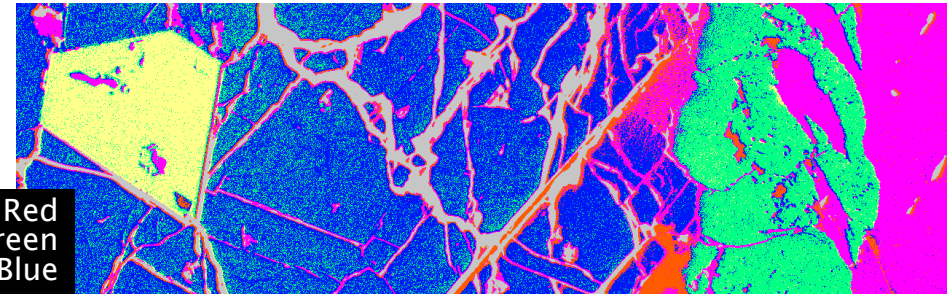


UPM Politecnica de Madrid
Université de Liège
TSL Labs
First Quantum (CLC)
KGHM

- Acquisition Multispectrale en Lumière Réfléchiée
 - **AMCO** - Automated Mineral Characterization of Ores
 - Classification supervisée (Maximum Likelihood)

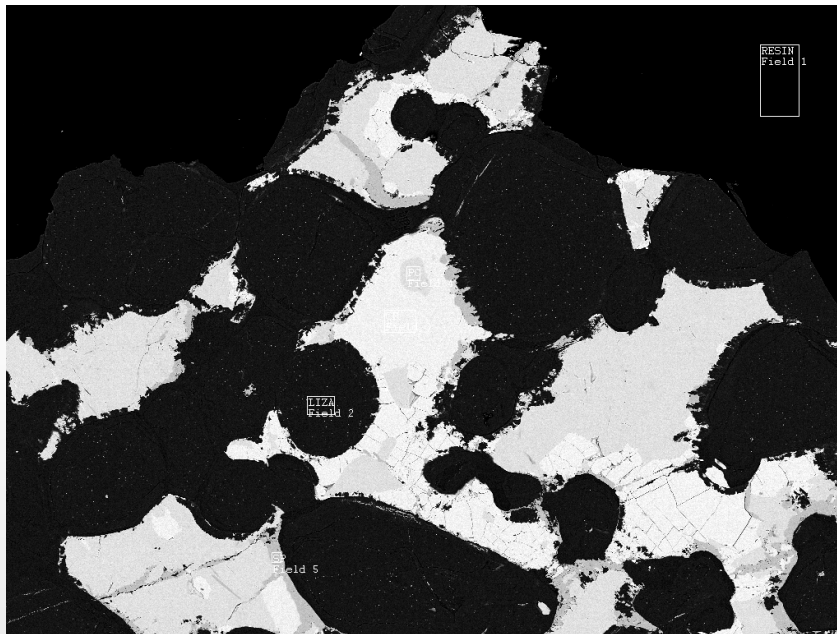


Imagerie couleur (RGB) vs. multispectrale



Microscopie Electronique

- Imagerie en Electrons Rétrodiffusés (BSE)
 - Préparation d'échantillons (carbon black)
 - Filtrage médian et classificateur spectro-spatial

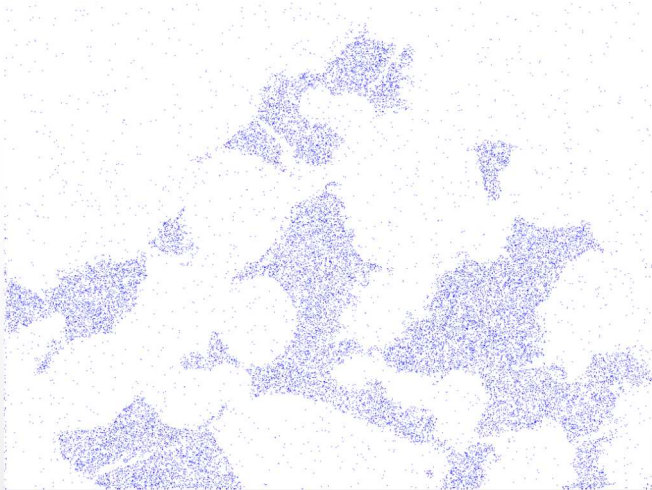


Classes
background
RESIN
LIZA
CP
PO
SP

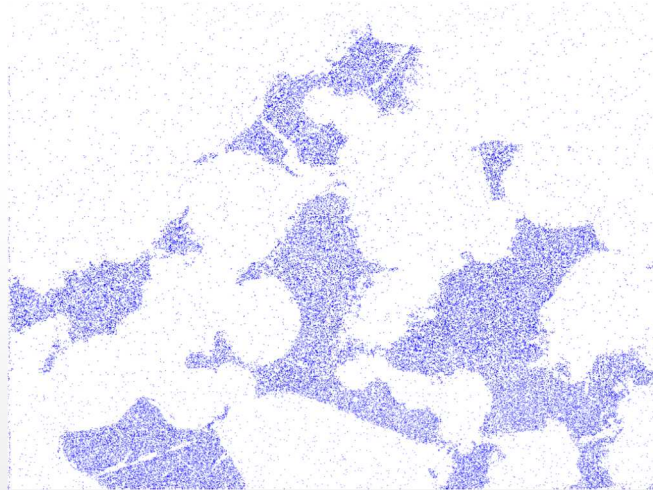


Microscopie Electronique

- Cartographie EDX rapide (Heat Maps)
 - *Cycle de balayage de 10 à 50 sec*



Soufre (10 secs)



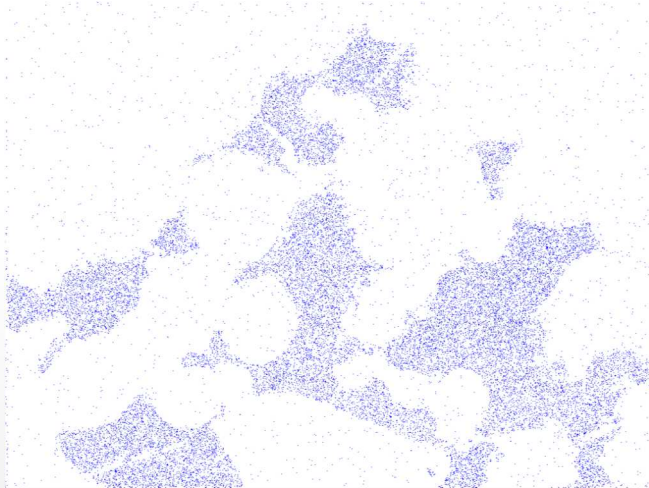
Soufre (30 secs)



Soufre (50 secs)

Microscopie Electronique

- Masque élémentaire @ 20 μ sec / pixel
 - Ouverture/Hole-Fill/Fermeture



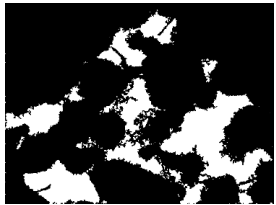
Cartographie du Soufre à 20 μ sec/pixel
(20 secs / image)



Masque des phases sulfurées en 20 sec

Microscopie Electronique

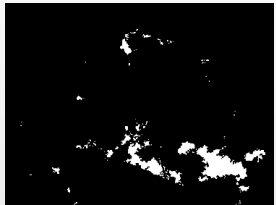
- Masque des phases majeures @ 20 μ sec / pixel
 - Fe-Ni-S; Fe-Cu-S et Fe-S



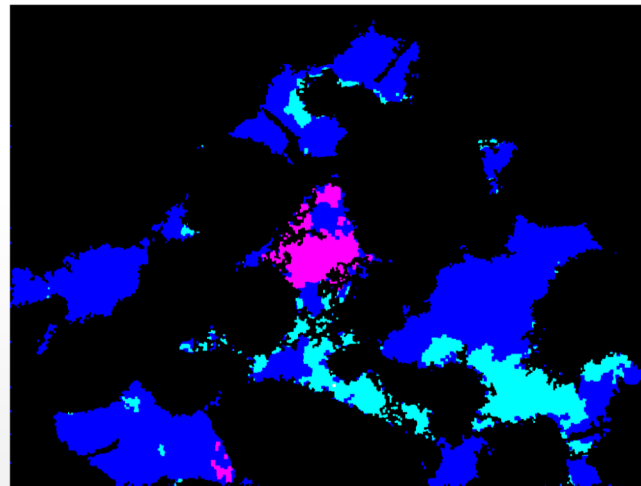
S



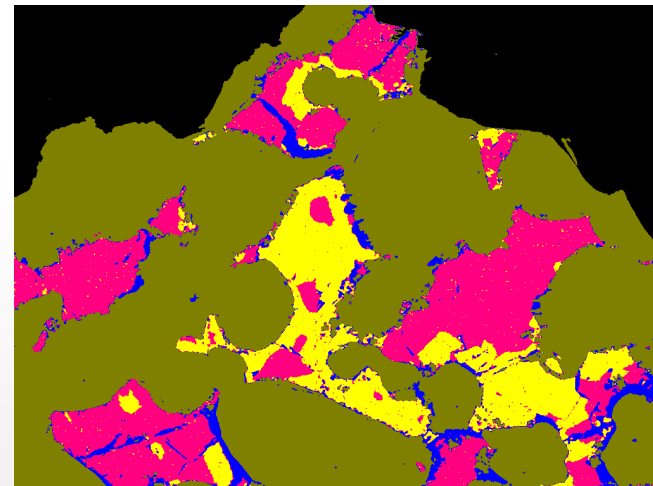
Cu



Fe



« germes » des phases FeNiS(bleu);
FeCuS(rose); FeS(cyan)



Classification issue de la seule BSE

Microscopie Electronique

- Identification minéralogique
 - Qualité de la signature en fonction du nb coups

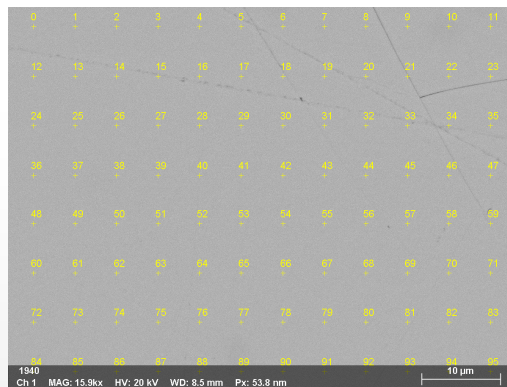
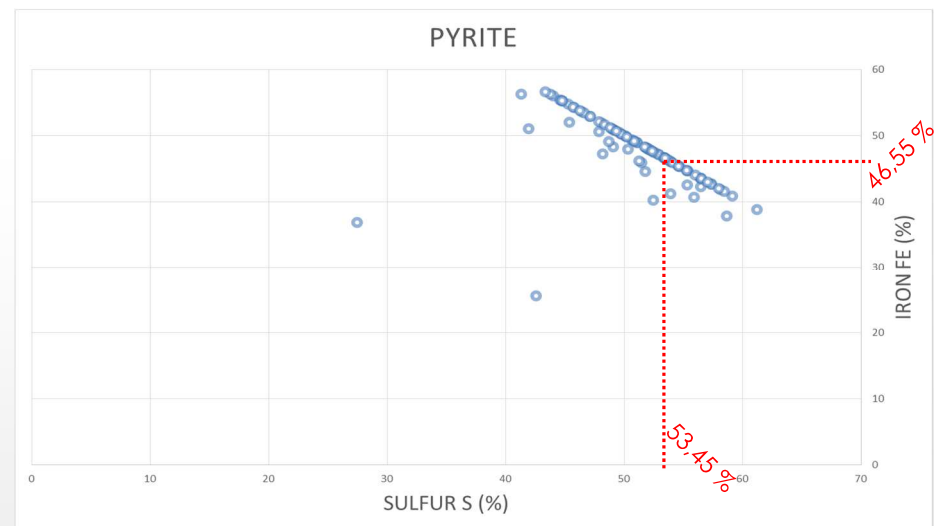


Image d'un cristal de pyrite avec une grille de 96 points d'analyses



Signature des 96 analyses EDX du cristal de pyrite à **1000cts**
Zeiss FEG Sigma 500 + Bruker 30 mm² + Esprit

Microscopie Electronique

- Identification minéralogique
 - Qualité de la signature en fonction du nb coups

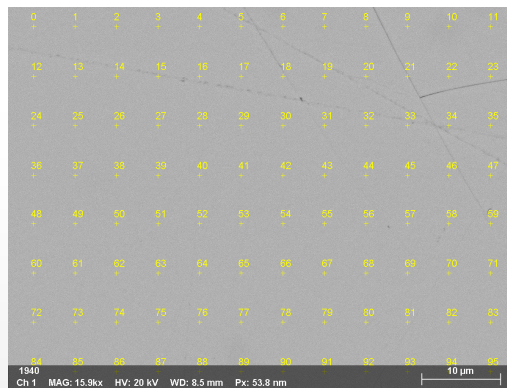
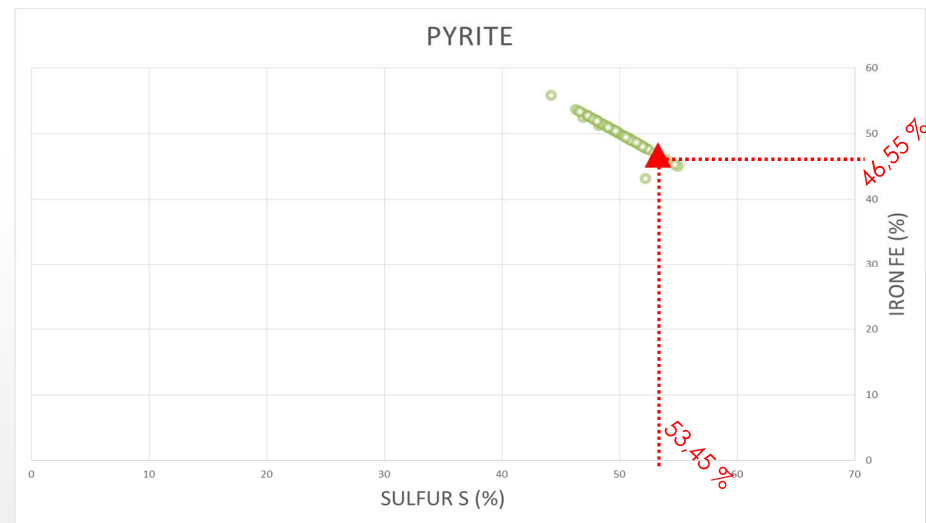


Image d'un cristal de pyrite avec une grille de 96 points d'analyses



Signature des 96 analyses EDX du cristal de pyrite à **6000cts**
Zeiss FEG Sigma 500 + Bruker 30 mm² + Esprit

Microscopie Electronique

- Identification minéralogique
 - Qualité de la signature en fonction du nb coups

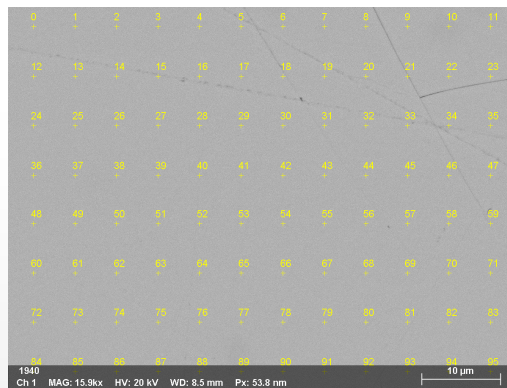
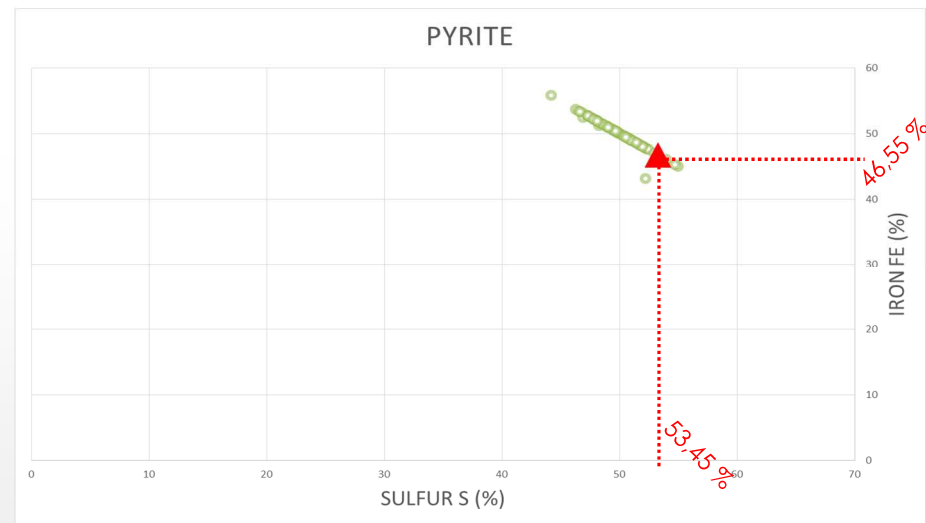


Image d'un cristal de pyrite avec une grille de 96 points d'analyses



Signature des 96 analyses EDX du cristal de pyrite à **6000cts**
Zeiss FEG Sigma 500 + Bruker 30 mm² + Esprit

Microscopie Electronique

- Identification minéralogique
 - Discrimination entre deux sulfures de Fer (FeS et FeS_2) en fonction du nb coups

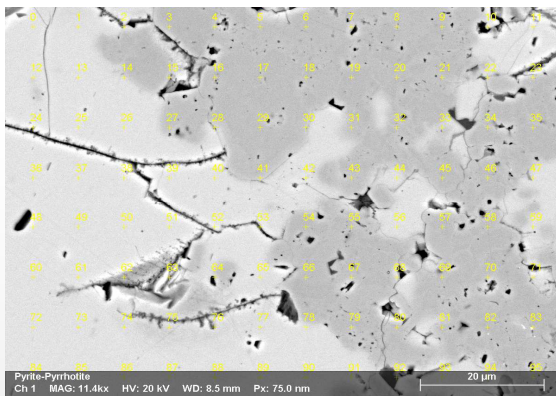
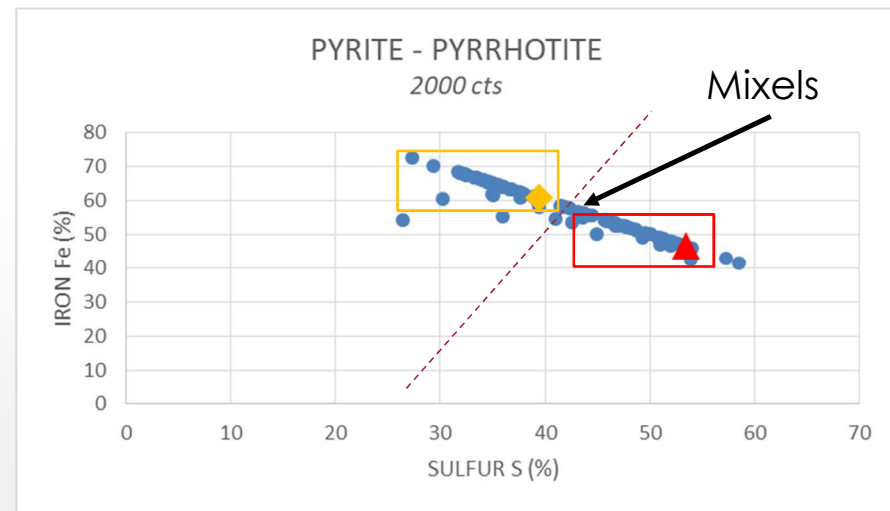


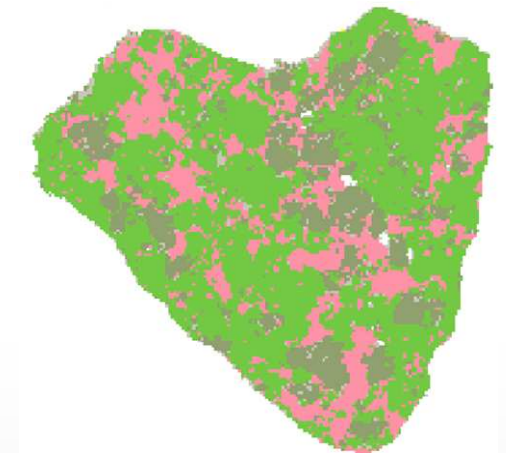
Image of a pyrite-pyrrhotite intergrowth with a grid of 96 EDX probes



Signature des 96 analyses EDX du mélange Pyrite-Pyrrhotite à **2000cts**
Zeiss FEG Sigma 500 + Bruker 30 mm² + Esprit

Conclusions

- La cartographie minéralogique
 - Est une réalité
 - Requiert une vraie expertise minéralogique (supervision)
 - Reste chronophage et par conséquent peu représentative
- Les pistes d'amélioration passent par
 - L'utilisation du potentiel d'une vraie microscopie corrélative
 - Le développement de stratégies intelligentes (multi-échelles)
 - L'utilisation d'algorithmes de classification multivariés
 - La mise au point d'une vraie intelligence minéralogique artificielle (deep learning)



100µm	Andalusite	Calcite	Ilmenite	Pyrite	Rutile
	Ankerite	Chalcocite	Kaolinite	Pyrope / Almandine	Sphalerite
	Biotite	Chalcopyrite	Muscovite	Pyroxene	Tetrahedrite
	Bornite	galena	Paragonite	Quartz	Unclassified