



Mesures “ in situ ” 2 des teneurs en nickel des profils d’altération latéritiques en Nouvelle-Calédonie. Manuel de procédures

Valérie Laperche, Cyrille Métayer, Thomas Quiniou, Philippe Wavrer,
Stéphane Brochot

► To cite this version:

Valérie Laperche, Cyrille Métayer, Thomas Quiniou, Philippe Wavrer, Stéphane Brochot. Mesures “ in situ ” 2 des teneurs en nickel des profils d’altération latéritiques en Nouvelle-Calédonie. Manuel de procédures. CNRT Nickel et son environnement. 48 p., 2017, Programme Mesures in situ 2 [tome 3]. Tome Nickel et Technologie. BRGM–D3E/BGE, 10.34928/t2r2-7g82 . ird-03417967

HAL Id: ird-03417967

<https://ird.hal.science/ird-03417967>

Submitted on 6 Nov 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L’archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d’enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0
International License

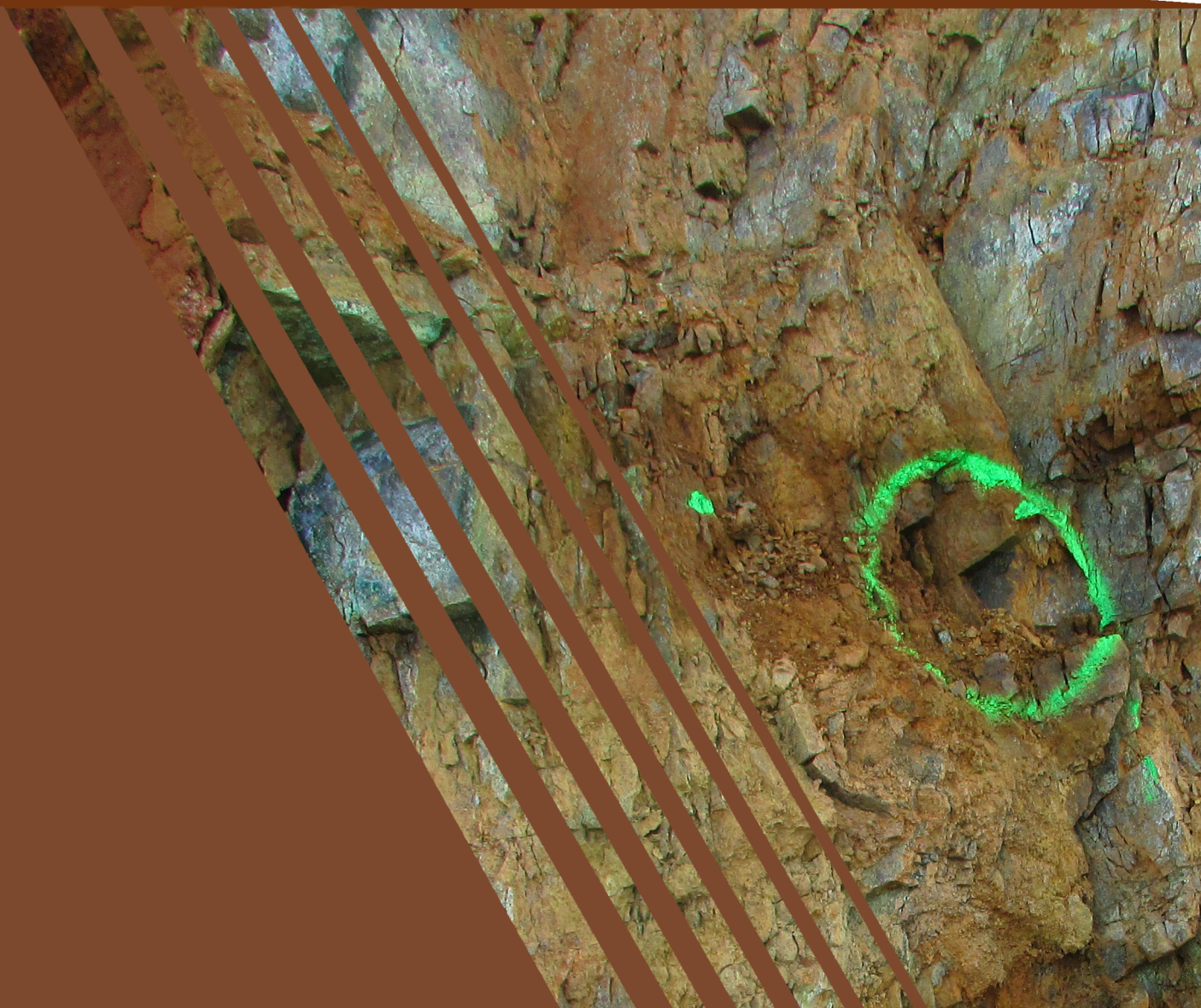
Manuel

de procédures

Edition 2017

MESURES IN *SITU* DES TENEURS 2

EN NOUVELLE-CALÉDONIE
[TOME 3]



Manuel de procédures 2017

MESURES *IN SITU* DES TENEURS EN NICKEL - 2



*Étude réalisée dans le cadre des programmes de recherche financés par
le CNRT « nickel & son environnement »*

Février 2017

CNRT
NICKEL
& son environnement

UNC
UNIVERSITÉ
de la
NOUVELLE-CALÉDONIE

Géosciences pour une Terre durable
brgm

DIMENC
Direction de l'Industrie,
des Mines et de l'Energie

Caspeo
DES SCIENCES
POUR VALORISER VOS RESSOURCES

« MESURES *IN SITU* 2 »

Manuel de procédures

Février 2017

Ouvrage collectif coordonné par Valérie Laperche (BRGM – D3E/BGE)



AUTEURS :

Cyrille METAYER, Thomas QUINIOU - UNC/PPME

Valérie LAPERCHE – BRGM Orléans

Philippe WAVRER, Stéphane BROCHOT - CASPEO

REVISION DU DOCUMENT

Réf.	CSF n° 11CNRT.BRGM/Mesure <i>in situ</i> 2 du 27/06/2014			
Version	Date	Rédacteur(s)	Qualité du rédacteur(s)	Révision pour CNRT
V1	16/02/2017	V. Laperche et coll.	BRGM, UNC/PPME, CASPEO	F. Bailly CNRT
V2	25/07/2017	V. Laperche et coll.	BRGM, UNC/PPME, CASPEO	F. Bailly CNRT

CITATION DU DOCUMENT

Mots clés : pXRF, *in situ*, latérite, saprolite, teneur en eau, échantillonnage

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

V. Laperche et coll. (2017) – *Manuel de procédures*. Programme « Mesures *in situ* 2 ». CNRT « Nickel & son environnement ». 36 pages.

SOMMAIRE

1. SYNTHÈSE NON TECHNIQUE DU PROJET	6
2. MANUEL DE PROCEDURES.....	8

LISTE DES FIGURES

Figure 71 : Kit XRF.....	36
Figure 72 : Configuration des méthodes de quantification et de calibration	36
Figure 73 : Résultats de la quantification du fer avec le mode FP standardless	37
Figure 74 : Résultats de la quantification du fer et du nickel avec l'algorithme Lucas-Tooth et Price.....	38
Figure 75 : Contenu du kit d'échantillonnage.....	39
Figure 76 : Présentation des différentes étapes de préparation de l'échantillon	40

REMERCIEMENTS

Nous remercions les Sociétés minières pour les accès aux sites, les Sociétés Intermed et Fondis (Niton, kit terrain), XPERTIS (X-MET) et CIPAC (S1-Titan) pour le prêt des matériels pXRF, la DIMENC pour la collaboration de Monsieur Brice Sevin et pour les analyses chimiques de laboratoire, Madame Monika Lemestre, technicienne de laboratoire au PPME pour les missions terrain 2015-2016, les mesures pXRF sur front, les mesures DRX, de densité..., Monsieur Julien Gaschaud (stagiaire M2 – 2015) pour les missions terrain 2015, les mesures au laboratoire (pXRF, teneur en eau), les mesures sur front, Monsieur Johanne Lhuillery (stagiaire DEUST2 – 2016) pour les mesures pXRF de granulochimie (éléments lourds) et Monsieur Pierre Lolos (stagiaire L3 physique – 2016) pour les mesures pXRF de granulochimie (éléments légers).

LISTE DES SIGLES & ABREVIATIONS

CNRT	Centre National de Recherche Technologique
DRX	Diffraction des Rayons X
EDS	Energy Dispersive Spectrometry (analyse spectroscopique dispersive en énergie)
EF	Erreur Fondamentale d'échantillonnage
FA	Fundamental Algorithm (algorithme fondamental)
FP	Fundamental Parameters (paramètres fondamentaux)
IR	Infra-Rouge
LAT	Latérite
MIS	Mesure <i>In situ</i>
pXRF	Portable X-Ray Fluorescence (analyse par fluorescence X portable)
SAP	Saprolite
WDS	Wavelength Dispersive Spectrometry (analyse spectroscopique dispersive en longueur d'onde)
XRF	X-Ray Fluorescence (analyse par fluorescence X)

1. SYNTHÈSE NON TECHNIQUE DU PROJET

L'utilisation d'appareil portable de fluorescence X en contexte minier a montré son intérêt même si les résultats sur site diffèrent par rapport aux résultats des analyses chimiques pratiquées en laboratoire, les dispersions pouvant parfois être importantes. Les biais sont principalement dus à la présence d'eau dans les échantillons mesurés ainsi qu'à la dispersion spatiale des teneurs en fer et nickel sur l'ensemble du front de taille.

L'obtention d'une valeur moyenne en accord avec la valeur de référence nécessite une correction de la mesure locale (teneur en eau) ainsi qu'une stratégie d'échantillonnage adéquate.

Il existe plusieurs méthodes d'analyse quantitatives par XRF, soit des méthodes de compensation, soit des méthodes de correction des effets de la matrice.

La mise en œuvre des méthodes de compensation sur site minier n'est pas envisageable puisqu'une préparation complexe en amont est nécessaire (séchage et broyage). Les méthodes utilisées en contexte minier sont les méthodes de correction de matrice.

Les chapitres 7 et 8 de ce rapport présentent ces différentes méthodes et les essais menés pour essayer d'améliorer la quantification des éléments, en particulier du nickel et du fer, en s'appuyant sur le paramètre de « balance » des appareils ou à partir des mesures faites à saturation.

Au terme de cette étude, la teneur en fonction de la balance mesurée à une humidité quelconque n'a pu être corrigée. Contrairement à ce que laissait envisager les premiers résultats issus du projet « Mesure In Situ », il n'existe pas de courbe maîtresse reliant la balance à la perte de teneur. Une valeur de la balance donnée correspond pour chaque échantillon à une perte de teneur différente. Une connaissance de la valeur de la balance mesurée pour l'échantillon sec permettrait de corriger efficacement les teneurs mesurées. En pratique, sa détermination s'avère délicate et souvent incompatible avec les exigences d'une mesure *in situ* sur terrain minier. S'il est *a priori* difficile de déterminer les teneurs dans l'échantillon sec à partir d'une mesure effectuée pour une humidité quelconque, il est possible de s'affranchir de cette difficulté en fixant l'humidité de l'échantillon. Il a été montré que la teneur de l'échantillon amené à l'humidité maximale (saturation) est une fonction quasiment linéaire de la teneur dans l'échantillon sec. Cette constatation est valable pour les trois appareils de pXRF utilisés. Ces résultats montrent que la méthode de mise à saturation est une méthode fiable ou en tout cas prometteuse. Elle souffre néanmoins d'un handicap, celui d'être dépendante de facteurs comme probablement la météorologie, la nature du minerai et très certainement l'opérateur. Seules des campagnes de calibration sur un plus grand nombre de panneaux permettront *in fine* de la valider et surtout, de déterminer avec davantage de confiance les erreurs de mesure.

Lors du projet « Mesures *in situ* 1 », deux droites de calibration pour le nickel ont donné des résultats plus satisfaisants qu'une seule droite pour les latérites et les saprolites. Au cours de ce projet, les résultats obtenus montrent qu'en réalité, ce n'est pas tant la distinction lithologique qui compte mais la quantité de fer. Lorsque qu'il est très majoritaire, les algorithmes FP ont probablement du mal à corriger un phénomène de fluorescence X secondaire. Cette hypothèse a été vérifiée en rajoutant un paramètre supplémentaire, en l'occurrence le fer, dans la loi de calibration du nickel. L'amélioration, entre une régression simple et une régression multiple, est nettement visible lorsque le fer est pris en compte dans la compensation. Cela est d'autant plus marqué sur les échantillons secs que sur les échantillons humides (la présence d'eau atténuant la teneur en fer).

Dans le cadre de la seconde partie sur la stratégie d'échantillonnage (chap. 11), un bilan a été effectué à partir des données de la bibliographie et des réponses des mineurs sur les pratiques actuelles d'échantillonnage. Il ressort de l'étude de ces différents documents que, si la description des différents gisements en termes de faciès et de composition chimique moyenne y est bien documentée, on y trouve assez peu d'information sur les caractéristiques des minerais et notamment sur la variabilité de ces caractéristiques pour un gisement donné ou à l'échelle d'un front de taille. On notera en particulier, assez peu de données concernant la granulométrie des minerais récoltés, paramètre pourtant indispensable à prendre en compte dès lors qu'on vise à établir un protocole d'échantillonnage.

Dès la mise en œuvre de l'échantillonnage, il est nécessaire et fondamental d'assurer la représentativité de l'échantillon prélevé vis-à-vis de la totalité du gisement (ou du front de taille) investigué et au regard de la grandeur suivie. Pourtant, quel que soit le soin apporté à la préparation d'une campagne d'échantillonnage, au choix des options techniques et à la réalisation proprement dite, des erreurs d'échantillonnage sont irrémédiablement commises. Les plus irréductibles de ces erreurs sont liées aux différentes hétérogénéités de la matière échantillonnée et peuvent être subdivisées en plusieurs composantes principales : l'erreur fondamentale d'échantillonnage, l'erreur de ségrégation et les erreurs dites de préparation et de prélèvement.

La détermination de l'erreur fondamentale d'échantillonnage commise sur la mesure des teneurs en nickel et en fer pour les différents échantillons considérés montre que l'hétérogénéité de constitution (à l'échelle des particules) des minerais pris en compte est importante. Cette hétérogénéité de constitution dépend essentiellement de la granulométrie des minerais, mais également de la composition minéralogique des grains les constituant.

Le principe de fonctionnement des instruments de fluorescence X portables, tels que ceux qui ont été testés ici, impose une faible masse d'échantillon analysée à chaque mesure. Cette hétérogénéité de constitution génère donc une erreur fondamentale d'échantillonnage plutôt élevée lorsque la mesure est réalisée sur le minerai brut.

En considérant par ailleurs que l'erreur fondamentale d'échantillonnage est l'erreur minimale si l'échantillonnage est idéalement réalisé, il est assez facile d'admettre que les échantillons analysés par pXRF ne sont que très rarement représentatifs (faible quantité analysée et front hétérogène).

Afin de minimiser l'erreur liée à l'hétérogénéité de distribution (à l'échelle du front de taille), il serait nécessaire d'homogénéiser la matière sur laquelle les mesures sont réalisées. Sur un front de taille, l'homogénéisation physique par mélange n'est pas concevable. Pour s'affranchir de cette contrainte, il est alors nécessaire de multiplier les mesures en différents points répartis au sein de chacune des strates définies (zone homogène au sein du front de taille). La difficulté réside ici dans la reconstitution de la teneur globale du minerai et dans la détermination de la proportion entre les différentes strates constituées.

En vue d'intégrer l'hétérogénéité de distribution au sein de chaque zone (hétérogénéité résiduelle inévitable malgré la stratification), le nombre de points de mesure à réaliser ne doit pas être inférieur à 20. Cette multiplication a aussi l'avantage de réduire l'erreur fondamentale d'échantillonnage.

Ces recommandations ne concernent que l'aspect échantillonnage ; il est bien entendu nécessaire de veiller aussi à la bonne mise œuvre des appareils de pXRF utilisés, que ce soit dans leur calibrage ou dans la préparation des échantillons analysés.

2. MANUEL DE PROCEDURES

Fiche 1 : Configuration du X-MET 7500

Fiche 2 : Configuration du Niton XL3t

Fiche 3 : Configuration du S1 Titan

Fiche 4 : Régression simple et multiple

Fiche 5 : Procédure de calibration des appareils XRF portables sur front

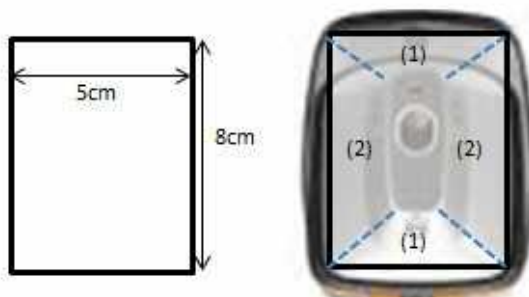
Fiche 6 : Mesures XRF portable sur front – échantillonnage



A. INSTALLATION DU FILM

Afin de protéger le tube et le détecteur lors de mesures sur front, il est recommandé d'installer un film protecteur. Différents films peuvent être utilisés dans cette optique. Dans le cas du scotch préconisé par la société XPERTIS, procéder de la manière suivante :

- ✓ Découper un échantillon rectangulaire de 5cm sur 8cm
- ✓ Centrer et coller le film sur la tête de l'appareil
- ✓ Découper partiellement le film selon les diagonales à partir des 4 coins
- ✓ Replier les parties haute et basse du film autocollant – (1) –
- ✓ Replier les parties droite et gauche du film – (2) – en recouvrant les parties précédentes



B. CONFIGURATION DE L'APPAREIL

Etape 1

Démarrage de l'appareil

- ✓ Appuyer sur le bouton de mise en route de l'appareil  , une quinzaine de secondes suffisent
- ✓ Appuyer sur le bouton « CONNEXION » (a) puis entrer le mot de passe (opérateur : 1111 ou superviseur : 0000) (b)



Etape 2

Configuration FP mode usine

L'appareil peut-être configuré de différentes manières selon les applications. Au niveau des algorithmes de quantification, deux approches peuvent être utilisées. La première est basée sur une méthode empirique et la seconde sur des paramètres fondamentaux (FP). C'est cette dernière solution qui est retenue ici.

- ✓ Appuyer sur le bouton « MENU » (c) pour accéder à la fenêtre (d)
- ✓ Si la durée de mesure doit être modifiée, appuyer sur le bouton « TIME » (d) puis sur le bouton « MEASUREMENT TIME » (e)
- ✓ Changer la valeur, 10 secondes par exemple, (f) puis appuyer sur « DONE » à deux reprises pour revenir au menu principal (g)



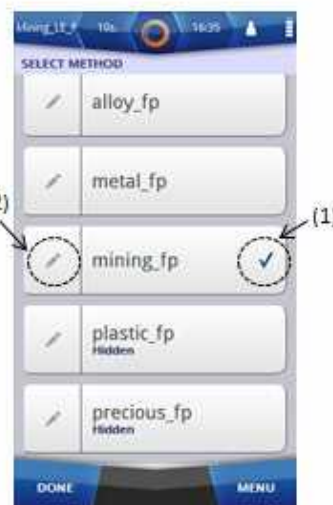
- ✓ Si la méthode doit être modifiée, appuyer sur le bouton « METHOD » (g) pour faire apparaître la fenêtre (h)
- ✓ Grâce à l'ascenseur situé sur la droite de l'écran tactile, rechercher la méthode « mining_fp » (i) et la sélectionner en cochant sur la droite du bouton (1)



(g)



(h)



(i)

- ✓ Appuyer sur l'icône (crayon) à gauche du bouton (2) pour faire afficher la fenêtre (j)
- ✓ Sélectionner « Type Standard Settings » (j) pour faire afficher la fenêtre (k)
- ✓ Si nécessaire, décocher toutes les cases (l) en balayant la liste des échantillons (s'ils existent) du haut jusqu'en bas de l'écran tactile (calibration usine ⇒ tous les standards doivent être décochés) et cliquer sur le bouton « DONE » pour valider les modifications



(j)



(k)



(l)

- ✓ Pour changer le nom de l'échantillon, revenir au menu principal (g) et appuyer sur le bouton « Sample name »
- ✓ Appuyer sur le bouton « Set Sample Name » (m) et changer le nom de l'échantillon (n)
- ✓ Pour permettre une incrémentation automatique du numéro d'échantillon, laisser un espace et taper 1 après le nom de l'échantillon, par exemple : MIS1 1. La seconde mesure prendra alors le nom MIS1 2.
- ✓ Appuyer sur « DONE » autant de fois que nécessaire pour revenir à la fenêtre (c)



(m)



(n)

L'appareil est désormais configuré en mode FP (Cu/Zn) usine. La fiche « Procédure de calibration des appareils-XRF portables sur Front » explique comment procéder pour acquérir les données servant à la calibration sur front à saturation. La fiche « Regression » explique ensuite la procédure à suivre pour déterminer les facteurs de calibration simple ou multiple.

L'étape à suivre, Etape 3, décrit la procédure permettant d'enregistrer les facteurs de calibration dans l'appareil afin d'afficher directement les teneurs corrigées.

A saturation, les corrections à appliquer sont les suivantes lorsque la tête du XMET est protégée par du scotch :

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = 2,202 \times \text{Fe}_b(\%) - 11,479$$

$$\text{Ni}(\%) = 0,7766 \times \text{Ni}_b(\%) + 0,0004 \times \text{Ni}_b(\%) \times \text{Fe}_b(\%) + 0,7581$$

Ces équations supposent que le fer et le nickel sont exprimés en %. Lorsque l'on rentre les facteurs de calibration dans l'appareil, les termes constants (-11,479% par exemple pour le fer) ne doivent pas être exprimés en % mais entre 0 et 1 :

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 2,202 \times \text{Fe}_b - 0,11479$$

$$\text{Ni} = 0,7766 \times \text{Ni}_b + 0,0004 \times \text{Ni}_b \times \text{Fe}_b + 0,007581$$

Afin d'afficher les teneurs corrigées à saturation, un nouveau « format » doit être créé. Ce format contiendra une liste de pseudo-éléments issus des régressions simples ou multiples et éventuellement, les teneurs non corrigées. On suppose par la suite que l'instrument est configuré de la même manière qu'à l'étape 1 (Film protecteur installé, méthode Mining FP, 10 secondes).

- ✓ Dans le menu principal (a), appuyer sur le bouton « Settings »
- ✓ Cliquer sur le bouton « Result view setting » (b)
- ✓ Descendre en bas du menu et cliquer sur le bouton « Pseudo-elements » (c)



(a)



(b)



(c)

- ✓ Appuyer sur le bouton « TOOLS » en bas de la fenêtre (d)
- ✓ Confirmer « Create New Element » (e)
- ✓ Cliquer sur le bouton « NAME » (f)



(d)



(e)



(f)

- ✓ Rentrer le nom du pseudo-élément (par exemple Fesat pour Fer à saturation) (g) puis cliquer sur « DONE »
- ✓ De retour au menu (f), cliquer sur le bouton « FORMULA »
- ✓ Rentrer la formule de correction de l'élément (ici le fer) (h) puis cliquer sur « DONE »
- ✓ Vérifier, menu (i), que le nom du pseudo-élément ainsi que la formule sont bien enregistrés



(g)



(h)



(i)

- ✓ Appuyer sur le bouton « DONE » du menu (i)
- ✓ Cliquer sur le bouton « OK » pour enregistrer le pseudo-élément (j)
- ✓ Vérifier que le nom du pseudo-élément et la formule sont bien enregistrés dans la liste des pseudo-éléments (k)

- ✓ Revenir au menu (e) et créer un nouveau pseudo-élément « Create New Element »
- ✓ Cliquer sur le bouton « NAME » (l) et créer l'élément Nisat (m)
- ✓ Cliquer sur le bouton « FORMULA » (l) et rentrer la formule associée à l'élément Nisat (n)
- ✓ Vérifier, menu (o), que le nom du pseudo-élément ainsi que la formule sont bien enregistrés



(j)



(k)



(l)



(m)



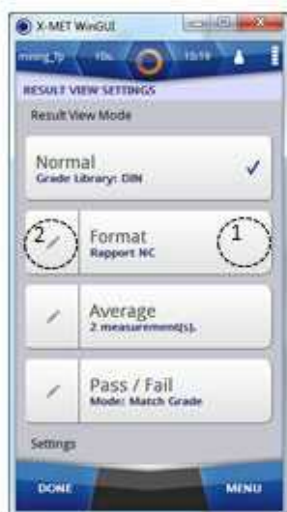
(n)



(o)

Les pseudo-éléments sont maintenant créés. Afin que les teneurs associées soient affichées lors de la mesure, il faut les rajouter soit dans un format déjà existant, soit dans un nouveau format. Les étapes suivantes décrivent la procédure de création d'un nouveau format.

- ✓ Revenir au menu principal (a) et appuyer sur le bouton « Settings »
- ✓ Cliquer sur le bouton « Result view setting » (b)
- ✓ Cliquer sur l'encoche (1) à droite du bouton « Format » (p) puis sur l'icône crayon (2)
- ✓ En bas de la fenêtre (q), cliquer sur le bouton « TOOLS » puis « Add News » (r)



(p)



(q)



(r)

- ✓ Descendre en bas de la fenêtre (s), cliquer à droite de « New Format » puis sur l'icône crayon
- ✓ Cliquer sur le bouton « Name » (t)
- ✓ Rentrer le nom du format, par exemple CNRT Sat (u), puis cliquer sur « DONE »



(s)



(t)



(u)

- ✓ Cliquer sur « Elements and Limits » (t)
- ✓ En bas de la fenêtre (v), cliquer sur « TOOLS » puis « Add Element » (w)
- ✓ Sélectionner les éléments d'intérêt (x), par exemple Fe et Ni



(v)



(w)



(x)

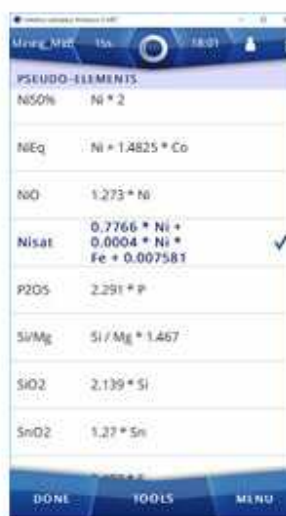
- ✓ Vérifier que les éléments d'intérêt ont bien été sélectionnés (v)
- ✓ De retour sur le menu (t), cliquer sur « Pseudo-element » puis « TOOLS » puis « Add Element »
- ✓ Cocher les pseudo-éléments créés précédemment, Fesat (w) et Nisat (x)



(v)



(w)



(x)

- ✓ Vérifier que les pseudo-éléments ont bien été sélectionnés (y)
- ✓ Cliquer sur « DONE » puis, si nécessaire, changer le format des unités, bouton « Units » (z)
- ✓ Vérifier que le « Format » actif correspond bien au nouveau format (aa)



(y)



(z)



(aa)

L'appareil est désormais configuré en mode Mining FP avec correction de la teneur en eau à saturation via les pseudo-éléments. Lors de la mesure, les teneurs non corrigées des éléments Fe et Ni et les pseudo-éléments Fesat (sous forme oxyde Fe_2O_3) et Nisat seront affichés :





Etape 1

Configuration en mode FP (Cu/Zn) usine

- ✓ Installer le film protecteur
- ✓ Démarrer l'appareil puis entrer le mot de passe utilisateur 1234
- ✓ Dans le menu principal (a), appuyer sur le bouton « Mode »
- ✓ Choisir le mode « Sols & Minerais » (b) puis « Minerais Cu/Zn » (c)



- ✓ Cliquer sur l'icône  de la fenêtre (d) puis deux fois sur l'icône « Retour » pour revenir au menu principal (a)
- ✓ Cliquer sur l'icône « Plus » en bas à gauche de l'écran principal (a)
- ✓ Cliquer sur le bouton « Reglage Filtres » (e)
- ✓ Cocher le « Filtre Principal » et si nécessaire décocher tous les autres (mesures des éléments lourds uniquement) (f)



(d)

(e)

(f)

- ✓ Cliquer sur la case à droite du « Filtre Principal » et, fenêtre (g), rentrer la durée de la mesure (10 secondes par exemple) – bouton « C » pour supprimer la valeur actuelle et « < » pour effacer le chiffre à gauche du curseur
- ✓ Appuyer sur la lettre « E » pour valider et revenir sur l'écran précédent (f) et cliquer sur le bouton « Sauver »
- ✓ Dans le menu de la fenêtre (e), cliquer sur le bouton « Reglage Parametre » en bas à droite afin d'afficher la fenêtre (h)
- ✓ Si le nombre à droite de « Temps Max. » est identique à la durée de mesure, cliquer sur « Sauver », sinon cliquer sur la case (ici 10.0). Fenêtre (i), appuyer sur « C » et rentrer la nouvelle valeur afin qu'elle corresponde à la durée de mesure. Cliquer sur « E » pour revenir sur la fenêtre (h) précédente et cliquer sur « Sauver »

Remarque : fixer un temps maximal permet de stopper la mesure même si l'opérateur continue à presser la gâchette

- ✓ Appuyer sur le bouton « Retour », fenêtre (e), pour revenir sur l'écran principal (a).
- ✓ Cliquer sur l'icône « Analyse » permet de nommer l'échantillon (Info Mesure) et de démarrer une mesure



(g)

(h)

(i)

L'appareil est désormais configuré en mode FP (Cu/Zn) usine. La fiche « Procédure de calibration des appareils-XRF portables sur Front » explique comment procéder pour acquérir les données servant à

la calibration sur front à saturation. La fiche « Regression » explique ensuite la procédure à suivre pour déterminer les facteurs de calibration simple ou multiple.

L'étape à suivre, Etape 2, décrit la procédure permettant de rentrer les facteurs de calibration dans l'appareil afin d'afficher directement les teneurs corrigées.

Etape 2

Application des facteurs de calibration

Deux procédures différentes doivent être suivies selon que la correction est issue d'une régression simple ou d'une régression multiple. Seuls les « Callfactors » seront modifiés et éventuellement des pseudo-éléments seront ajoutés. On suppose par la suite que l'instrument est configuré de la même manière qu'à l'étape 1 (Filtre protecteur installé, Mode Minerais Cu/Zn, filtre principal, 10 secondes).

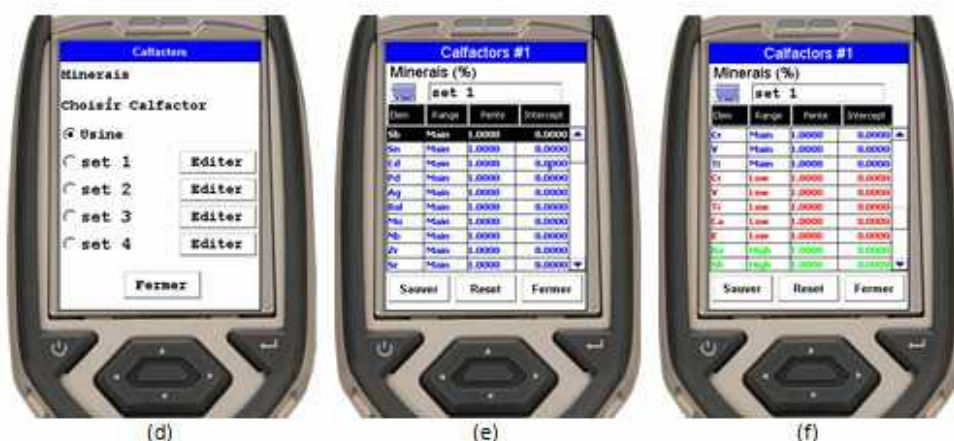
1. Facteurs issus d'une régression simple du type $y=ax+b$

Ici, la correction ne prend pas en compte l'influence d'un autre élément mais uniquement des atténuations liées, par exemple, au film de protection.

- ✓ Revenir sur la fenêtre principale, fenêtre (a) ci-dessous, et appuyer sur le bouton « Plus »
- ✓ Sélectionner le mode « Ajuster calibrage » en bas à gauche de la fenêtre (b)
- ✓ Cliquer sur « Minerais » (c)



- ✓ Appuyer sur le bouton « Editer » à droite du champ « set 1 » (ou un autre champ, 4 possibilités au total) (d)
- ✓ Dans la fenêtre qui s'affiche (e), localiser l'élément d'intérêt (Fe par exemple)
- ✓ Modifier les paramètres « Pente » et « Intercept » en fonction des résultats de la régression simple (paramètre a pour la pente, b pour l'ordonnée à l'origine)
- ✓ Il est possible d'appliquer des facteurs différents selon les filtres utilisés (f) – dans le cas présent, étant donné que les mesures ont été faites avec le filtre principal uniquement, seules les lignes en bleus devront être modifiées.



Désormais, les teneurs affichées prendront en compte les nouveaux facteurs de calibration.

1. Facteurs issus d'une régression multiple du type $y = ax_1 + bx_2 + c$

La fonction « pseudo-éléments » permet d'ajouter un nouvel élément calculé à partir d'une formule intégrant un ou plusieurs autres éléments de la liste de base. C'est aussi via les pseudo-éléments que l'on peut afficher les oxydes correspondant à l'élément d'intérêt (Fe_2O_3 par exemple). Contrairement aux Calfacteurs, l'élément d'intérêt n'est pas modifié ici. Le nouveau pseudo-élément est simplement rajouté à la liste des éléments que l'on peut afficher sur l'écran de l'appareil.

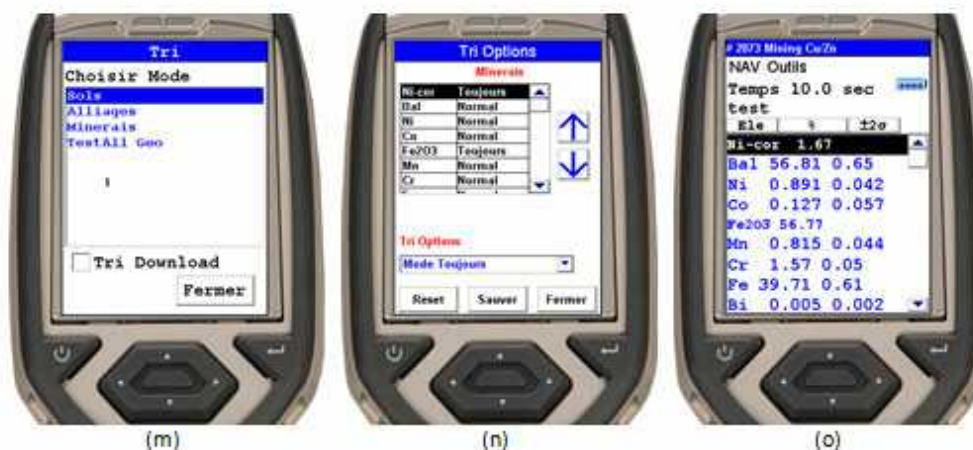
- ✓ Appuyer sur le bouton « Pseudo-Elements » en bas à droite de la fenêtre (b)
- ✓ Cliquer sur « Minerais » (g) puis sur « New » (h)
- ✓ Cliquer sur le symbole du clavier en haut à droite de la fenêtre (i)



- ✓ Rentrer le nom du pseudo-élément (j) puis cliquer sur « return »
- ✓ Grâce aux touches de la calculatrice (k), rentrer la formule de correction – pour insérer un élément, cliquer sur la flèche pointant vers le bas, sélectionner l'élément et valider en cliquant sur « Add »
- ✓ Cliquer sur « close », le nouvel élément s'affiche sur la fenêtre (l), cliquer sur « Fermer »



- ✓ Revenir à l'écran principal (a) et cliquer sur l'icône « Plus » puis sur l'icône « Tri des éléments »
- ✓ Choisir le mode « Minerais » (m)
- ✓ Vérifier que le nouveau pseudo-élément est actif (n), vous pouvez modifier son statut en sélectionnant l'option voulue sous Tri Options
- ✓ Lors de la mesure, le nouveau pseudo-élément s'affiche (o)



L'appareil est désormais configuré en mode FP Cu/Zn avec correction de la teneur en eau à saturation via les Callfactors ou pseudo-éléments.

Remarque : En utilisant à la fois les Callfactors et les Pseudo-Elements ou uniquement les pseudo-éléments, il est possible d'afficher simultanément deux teneurs corrigées Ni_s (s pour régression simple) et Ni_m (m pour régression multiple):

- $Ni_s = a \times Ni + b$ (régression simple $\Rightarrow$ Callfactors ou Pseudo-Elements)
- $Ni_m = a \times Ni + b \times Ni \times Fe + c$ (régression multiple $\Rightarrow$ Pseudo-Elements uniquement)



S1 TITAN

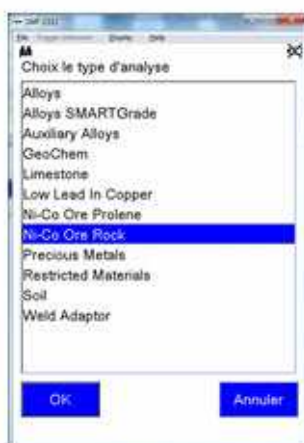
Etape 1

Configuration en mode Ni-Co Ore Rock

- ✓ Démarrer l'appareil puis entrer le mot de passe utilisateur 12345
- ✓ Dans le menu principal (a), appuyer sur le module « UTILISATION »
- ✓ Sélectionner le mode « Ni-Co Ore Rock » (b)
- ✓ Cliquer sur « OK » pour revenir au menu principal
- ✓ Cliquer sur le module « METHODE », sur « Ni Ore Rock » (c) puis sur le bouton « OK » pour revenir au menu principal



(a)



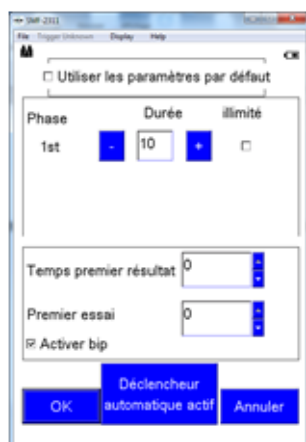
(b)



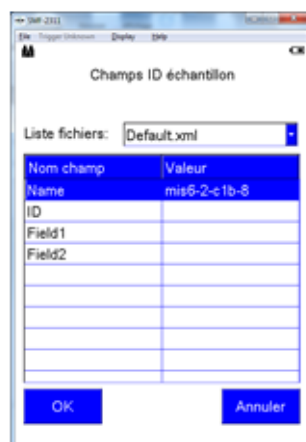
(c)

- ✓ Cliquer sur le module « PARAMETRES »
- ✓ Si nécessaire, modifier la durée de la mesure (par exemple 10 secondes) puis cliquer sur le bouton « OK » (d) pour revenir au menu principal
- ✓ Cliquer sur le bouton « Modifier les info. » du menu principal (a)
- ✓ Double cliquer sur le nom de l'échantillon à droite du champ Name (e)
- ✓ Modifier le nom de l'échantillon (f) et cliquer sur le bouton « OK » pour revenir au menu principal

- ✓ Pour prendre une mesure, presser la gâchette – noter qu'il n'est pas nécessaire de la maintenir jusqu'à la fin de la mesure
- ✓ Pour passer à la mesure suivante, cliquer à nouveau sur le bouton « Modifier les info. » du menu principal (a), changer le nom de l'échantillon et revenir au menu principal



(d)



(e)



(f)

L'appareil est désormais configuré en mode Ni-Co Ore Rock (variable alpha model). La fiche « Procédure de calibration des appareils-XRF portables sur Front » décrit la procédure permettant d'acquérir les données servant à la calibration sur front à saturation. La fiche « Regression » explique ensuite la procédure à suivre pour déterminer les facteurs de calibration simple ou multiple.

L'étape à suivre, Etape 2, décrit la procédure permettant de rentrer les facteurs de calibration dans l'appareil afin d'afficher directement les teneurs corrigées.

Etape 2

Application des facteurs de calibration

Deux procédures différentes doivent être suivies selon que la correction est issue d'une régression linéaire simple ou d'une régression linéaire multiple. Le modèle de correction de matrice Ni-Co Ore Rock ayant montré lors des analyses en laboratoire qu'une compensation linéaire simple du type $y=ax+b$ était suffisante, seule cette voie est ici abordée. À noter qu'il est possible de prendre en compte des corrections plus complexes du type $y=ax_1+bx_2+c$ mais cela nécessite une intégration en amont lors de la création de la méthode (nommée ici Ni-Co Ore Rock).

On suppose par la suite que l'instrument est configuré de la même manière qu'à l'étape 1 (Méthode Ni-Co Ore Rock, 10 secondes).

Facteurs issus d'une régression simple du type $y=ax+b$

Ici, la correction ne prend pas en compte l'influence d'un autre élément mais uniquement des atténuations liées, par exemple, au film de protection.

- ✓ Dans le menu principal (a), cliquer sur le bouton « METHODE »
- ✓ Cliquer sur le bouton « Coefficients » en bas de la fenêtre (g)

- ✓ Sélectionner la ligne « Ajustement 22/04/2015 » (h) puis cliquer sur le bouton « Maint. Coef »
- ✓ Cliquer sur le bouton « Modifier » (i)



(g)

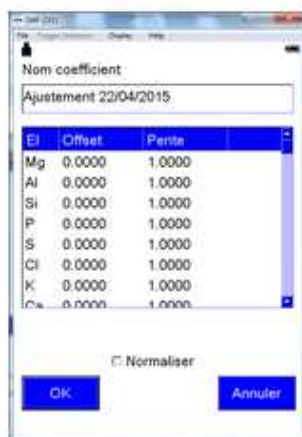


(h)



(i)

- ✓ Sélectionner l'élément d'intérêt (j)
- ✓ Cliquer sur la valeur de l'Offset de l'élément sélectionné (k), changer la valeur puis revenir au menu précédent en cliquant sur « OK »
- ✓ Procéder de la même manière avec la pente



(j)



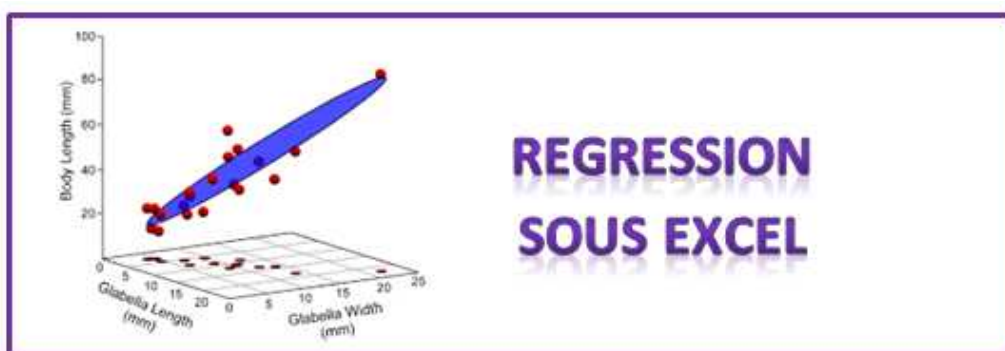
(k)



(l)

Désormais, les teneurs affichées prendront en compte les nouveaux facteurs de calibration.

Remarque : la procédure présentée ici permet uniquement de prendre en compte une régression linéaire simple. Il est néanmoins possible de prendre en compte une régression linéaire multiple mais cela se fait en amont lors de la création de la méthode de calibration (méthode Ni Ore Rock par exemple). Les différentes mesures effectuées lors du projet « Mesures in situ 2 » ont cependant démontré qu'une régression simple était suffisante avec la méthode Ni Ore Rock.



La régression est un outil statistique qui permet d'analyser la relation d'une variable entre une (régression simple) ou plusieurs autres (régression multiple). Lorsque la relation est linéaire, ce qui est généralement le cas avec les appareils pXRF, on parle de régression linéaire simple ou multiple.

L'ajustement entre les données explicatives et les données observées est basée sur la méthode des moindres carrés. Les tableurs comme Excel™ ou les outils de calcul statistiques comme R permettent de déterminer les paramètres de la régression (pente et intersection) et les paramètres statistiques associés (coefficient de détermination R^2 , statistique F etc.).

A. RÉGRESSION SIMPLE

Modèle

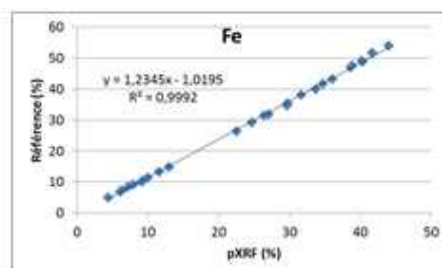
$$y = a \cdot x + b$$

a = pente

b = intersection

x = données pXRF

y = données de référence



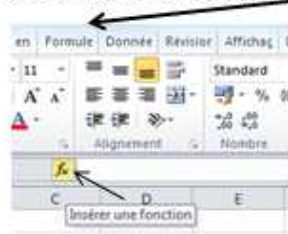
Étapes

- ✓ (a) - Créer 2 colonnes (contiguës ou non) et remplir l'une des deux avec les données pXRF (valeurs x) et l'autre avec les données de référence (valeurs y)
- ✓ (b) - Sélectionner 2 cases contiguës
- ✓ (c) - Cliquer sur le bouton « Insérer une fonction » (autre possibilité via l'onglet « Formules »)

x	y
pXRF	Référence
22,557	26,38
29,779	35,32
4,282	7,08
...	...
34,716	41,65
36,105	43,17
41,710	51,65

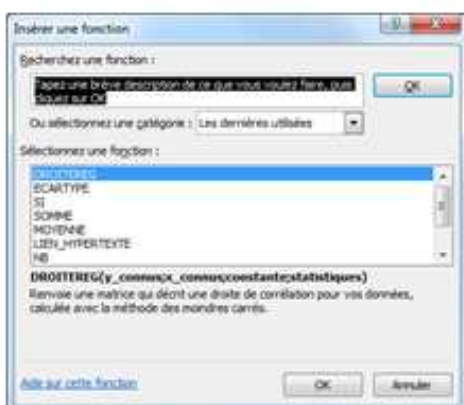
(a)

(b)

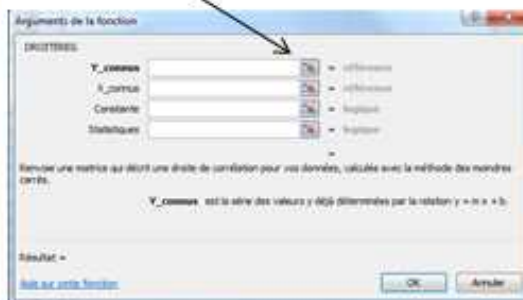


(c)

- ✓ (d) - Sélectionner (ou rechercher) le module « DROITEREG » puis cliquer sur « OK »
- ✓ (e) - cliquer sur le bouton de sélection  de la ligne « Y_connues »



(d)



(e)

- ✓ à l'aide de la souris, sélectionner toutes les cases des données de référence, cf. (a), et taper sur la touche « Entrée » du clavier ou sur le bouton  pour revenir à la fenêtre (e)
- ✓ Procéder de la même façon pour la seconde ligne « X_connues »
- ✓ Dans le champ « Constante », écrire 1 (si $b \neq 0$) ou 0 (si $b = 0$)
- ✓ Dans le champ « Statistiques », écrire 0
- ✓ Ne pas cliquer sur « OK » mais appuyer sur les touches « shift » et « Ctrl » du clavier et tout en maintenant, taper sur la touche « Entrée »

⇒ Les 2 cases prennent les valeurs de la pente a (case de gauche) et de l'intersection b (case de droite)

a	b
1,23454607	-1,01949292

Remarque : pour accéder aux paramètres statistiques (R^2 par exemple), il faut au départ sélectionner un groupe de 10 cases (5 lignes et 2 colonnes). Dans le champ « Statistiques » en (e), indiquer 1 et procéder de la même manière que précédemment.

	a	b	
Ecart type sur a	0,00685475	0,18534678	Ecart type sur b
R2	0,99922985	0,48223876	S(y/x)
Stat F	32436,273	25	nb degrés de liberté
	7543,19224	5,81385556	Somme carré résidus

B. RÉGRESSION MULTIPLE

Modèle

$$y = a \cdot x_1 + b \cdot x_2 + c$$

Dans ce modèle, on cherche à expliquer la variable y (Ni référence par exemple) à partir de 2 autres variables (Ni mesuré et Fe mesuré par exemple). x_1 et x_2 peuvent être des éléments ou des combinaisons d'éléments (Ni×Fe par exemple).

Etapas

- ✓ (a) - Créer
 - une première colonne contenant les données de référence (Ni référence)
 - une seconde colonne adjacente à la première avec les données mesurées du fer (Fe pXRF)
 - une troisième colonne avec les données mesurées du nickel (Ni pXRF)
 - une quatrième colonne contenant le résultat d'un calcul entre la deuxième et troisième colonne (par exemple Ni×Fe)
- ✓ (b) - Sélectionner une plage de 3 cases

y		x1	x2				
Ref	pXRF	pXRF	pXRF	b	a	c	
Ni	Fe	Ni	Ni×Fe				
2,15	22,557	1,329	29,978				
1,00	29,779	0,624	18,572				
1,46	6,282	1,090	6,850				
...	...	...	...				
1,26	34,716	0,725	25,181				
0,76	36,105	0,409	14,755				
0,36	41,710	0,184	7,689				

(a)

(b)

- ✓ Cliquer successivement sur « Insérer une fonction », « DROITEREG » puis OK
- ✓ Cliquer sur le bouton de sélection  de la ligne « Y_connues »
- ✓ Sélectionner la première colonne (Ref)
- ✓ Cliquer sur le bouton de sélection  de la ligne « X_connus »
- ✓ Sélectionner les deux dernières colonnes (Ni pXRF et Ni×Fe pXRF)
- ✓ Dans le champ « Constante », écrire 1 (si $b \neq 0$) ou 0 (si $b=0$)
- ✓ Dans le champ « Statistiques », écrire 0
- ✓ Ne pas cliquer sur « OK » mais appuyer sur les touches « shift » et « Ctrl » du clavier et tout en maintenant, taper sur la touche « Entrée »

⇒ Les 3 cases prennent les valeurs des 3 coefficients, attention l'ordre des 2 premiers est inversé (b,a,c)

b	a	c
0,01642017	1,21655508	0,00681538

PROCÉDURE DE CALIBRATION DES APPAREILS XRF PORTABLES SUR FRONT

MATERIAUX TERREUX

(SATURATION)



Etape 1

Préparation des instruments

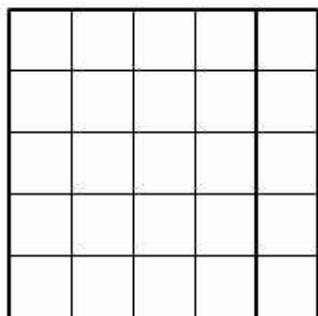
1. Se reporter aux fiches suivantes selon l'appareil :
 - a. Niton XL3t : Etape 1
 - b. XMET 7500 : A et B (Etape 1 et 2)
 - c. S1 Titan : Etape 1

Etape 2

Préparation de la zone de mesure

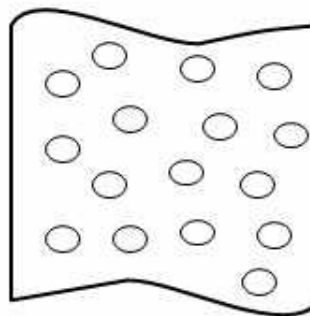
2. Repérer sur le panneau une zone la plus homogène et la plus réduite possible
3. A) zone cohésive $\Rightarrow$ rafraîchir la zone à l'aide d'une spatule et dessiner une grille de 10 cases au minimum.
 B) zone non cohésive $\Rightarrow$ repérer, à l'aide d'une bombe de peinture par exemple, une dizaine de points – rafraîchir chaque zone de mesure à l'aide d'une spatule.

A)



Dessin d'une grille

B)



Localisation de plusieurs points aléatoires

Etape 3

Saturation et mesures pXRF

4. Saturer à l'aide d'un pulvérisateur le premier point de mesure
5. Renouveler l'opération 3 à 4 fois tant que le matériau s'imprègne - Si de l'eau suinte, attendre qu'elle soit entièrement assimilée
6. Mesurer le point au pXRF
7. Renouveler les opérations de 4 à 6 pour l'ensemble des points de mesure - Nettoyer le film régulièrement, idéalement entre chaque mesure

Etape 4

Prélèvement de l'échantillon

8. Prélever, dans un sac d'échantillonnage, un échantillon composite (échantillonnage au niveau de chaque point de mesure), quelques dizaines de grammes suffisent – Ne pas prélever en profondeur mais le plus superficiellement possible.
9. Envoyer l'échantillon au laboratoire pour analyse de référence

Etape 5

Mise en forme des données

L'étape de mise en forme des données sous-tend qu'au minimum 15 à 20 panneaux représentatifs du site minier aient été mesurés.

10. Télécharger les données pXRF
11. Dans un fichier Excel, calculer la moyenne (et éventuellement l'écart type) de chaque panneau
12. Se reporter à la fiche « Regression » pour déterminer les facteurs de calibration simple (Fe par exemple) ou multiple (Ni par exemple)

Etape 6

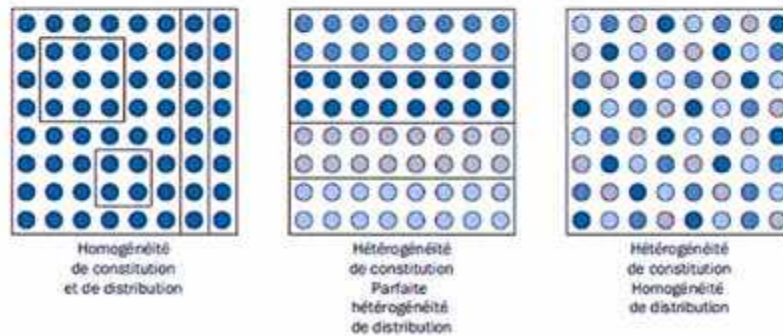
Calibration de l'appareil

13. Se reporter aux fiches suivantes selon l'appareil :
 - a. Niton XL3t : Etape 2
 - b. XMET 7500 : B (Etape 3)
 - c. S1 Titan : Etape 2

MESURES XRF PORTABLE SUR FRONT ECHANTILLONNAGE

A. HÉTÉROGÉNÉITÉS ET MATIÈRE

Toute matière est hétérogène. Deux types d'hétérogénéité peuvent être définies.



Hétérogénéité de constitution

A l'échelle des particules

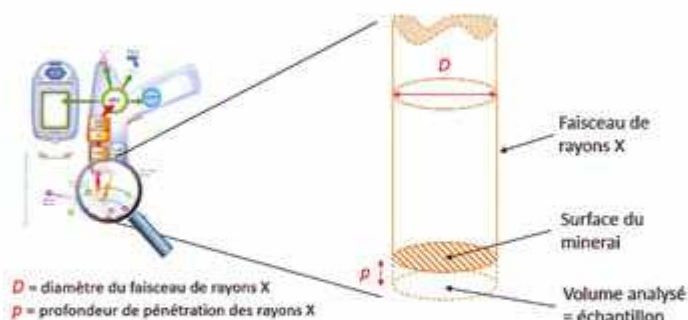
1. Dépend principalement de la granulométrie du minerai et de la composition minéralogique des particules (grains).
2. Génère une erreur fondamentale d'échantillonnage **INDEPENDANTE** de l'appareil utilisé.
3. L'erreur fondamentale d'échantillonnage correspond à l'erreur **MINIMALE** commise quand l'échantillonnage est idéalement réalisé.

Hétérogénéité de distribution

A l'échelle du front d'exploitation

1. Liée à la répartition spatiale de la granulométrie et des teneurs.
2. Génère une erreur d'échantillonnage qui **S'AJOUTE** à l'erreur fondamentale d'échantillonnage.

B. ANALYSE pXRF : ÉCHANTILLON



Selon le type d'appareil utilisé le volume analysé est compris entre $0,010 \text{ cm}^3$ et $0,016 \text{ cm}^3$, soit une masse d'échantillon de l'ordre de quelques dizaines de milligrammes.

Faible représentativité de l'échantillon par rapport au front d'exploitation.

C. AMÉLIORER LA PRÉCISION DES MESURES

1. Augmenter la masse de l'échantillon analysé.
2. Prélever (faire la mesure) dans un matériau le plus homogène possible.

Etape 1

Augmenter la masse de l'échantillon

- A. **Impossible** physiquement : fixée par la taille du faisceau de rayons X
- B. **Multiplier** le nombre de mesures unitaires
Erreur sur la moyenne de n points = erreur d'une mesure/ $\sqrt{n}$

Etape 2

Homogénéiser le matériau

- A. **Broyer** finement (quelques centaines de μm) le minéral avant de réaliser la mesure sur une pastille : réduction de l'hétérogénéité de constitution et donc de l'erreur fondamentale d'échantillonnage. Peut s'avérer difficile à mettre en œuvre *in situ*.

- B. Stratifier le front d'exploitation en **zones/ensembles homogènes** selon des critères de granulométrie, de couleur, d'altération ou autres. **Evaluer** visuellement la **proportion** relative de chacun des ensembles définis.
- C. Chaque zone/ensemble est analysé de façon indépendante. **Multiplier** le nombre de mesures sur chacun des ensembles. Le nombre de points de mesure est d'autant plus grand que l'hétérogénéité est importante. Un minimum de **20 points** est réalisé par ensemble défini.

D. QUELQUES STRATÉGIES POSSIBLES

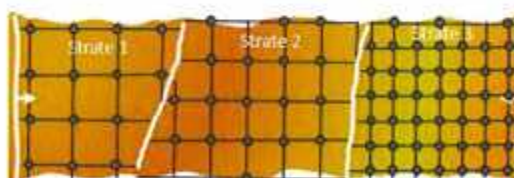
Les exemples présentés ici ne sont pas exhaustifs et dans tous les cas, le nombre minimal de 20 points de mesure par zone définie sera respecté.

Echantillonnage aléatoire



- Bien adapté à la caractérisation de zones présumées **homogènes**.
- Peut être mise en œuvre facilement sur des zones de grande taille, bien que la couverture puisse ne pas être optimale.
- Risque de biais important.

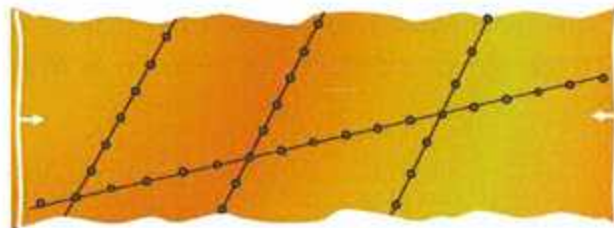
Echantillonnage systématique



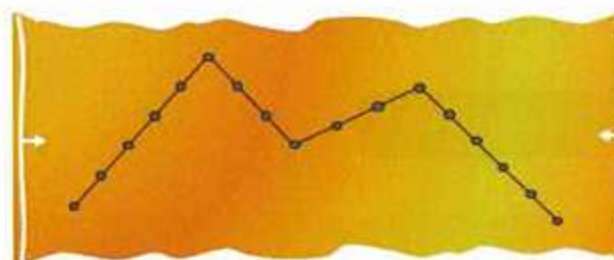
- Position des points parfaitement statistique : facilite l'exploitation des résultats.
- Couverture optimisée des zones de grande taille, mais mise en œuvre contraignante.
- Plus facile à mettre en œuvre sur des zones de petite taille.

Echantillonnage non systématique

Par profils



En M (ou en X, etc.)



- Aléas d'expertise non négligeable.
- Outil statistique non utilisable.
- Peut être utilisé en 1^{ère} approche pour orienter une investigation plus fine.

Annexe B : Kit XRF

Le kit XRF est un appareillage conçu pour faire des analyses élémentaires rapides au laboratoire. Il est plus ouvert que les appareils pXRF dans le sens où l'utilisateur peut accéder aux différents étages du traitement de la donnée, que ce soit au niveau du traitement du spectre (filtrage, ligne de base etc.) ou des algorithmes de quantification. Il est constitué d'un tube à rayons-X, d'un détecteur SDD, d'un support et d'une suite de logiciels permettant de traiter les spectres et de quantifier les éléments. La Figure 1 montre, à gauche, une photographie du kit et, à droite, un exemple de spectre XRF.

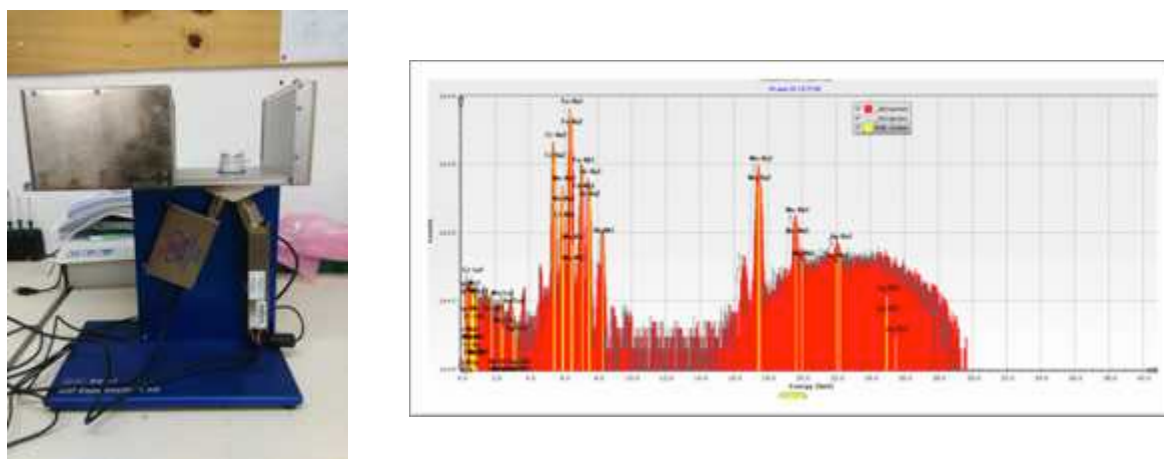


Figure 1 : Kit XRF

Après une phase de prise en main du matériel, différents essais ont été conduits sur les échantillons secs et pulvérisés de la base de données (LAT et SAP).

Dans un premier temps, l'ensemble des procédures de traitement et de quantification du kit ont été testées avec plus ou moins de succès. Cependant, l'objectif in fine étant de proposer des algorithmes adaptés aux minerais de nickel de la Nouvelle-Calédonie, un premier algorithme, celui de Lucas-Tooth et Price, a ensuite été implémenté.

A. Quantification à l'aide du logiciel XRS-FP d'Amptek

Le logiciel XRS-FP d'Amptek permet de configurer le tube à rayons-X, d'acquérir les données brutes, de traiter les spectres XRF et de quantifier les éléments. Plusieurs méthodes de correction (FP, SIR-FP et SLQ) et de calibration (standardless, single standard, multiple standards) peuvent être sélectionnées comme le montre la Figure 2.

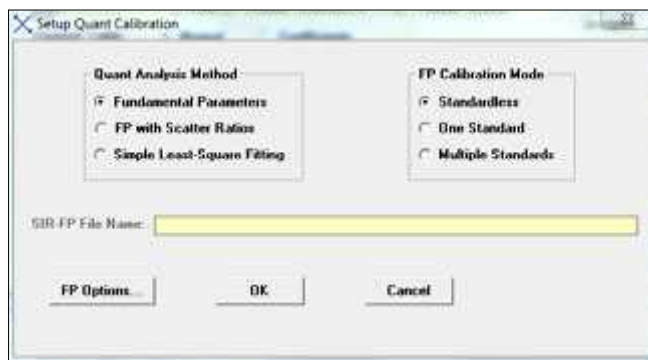


Figure 2 : Configuration des méthodes de quantification et de calibration

La Figure 3 montre, à titre d'exemple, le résultat d'une quantification sur le fer à partir du modèle FP standardless.

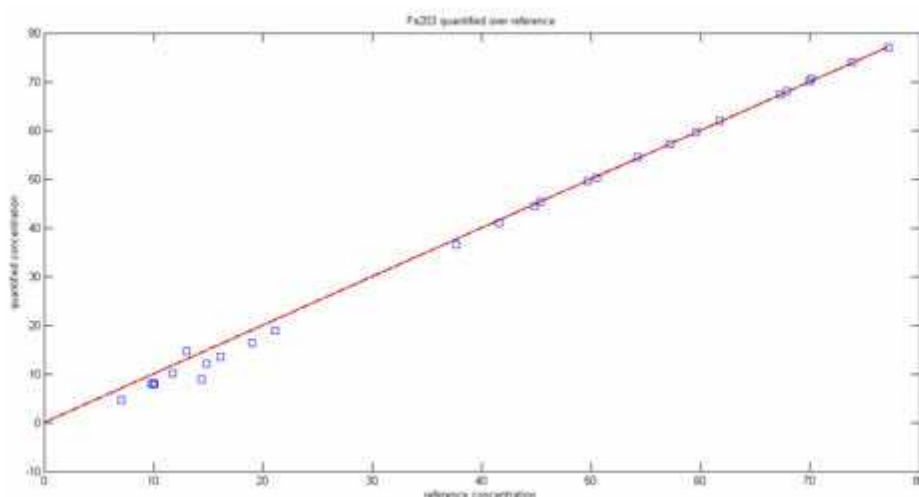


Figure 3 : Résultats de la quantification du fer avec le mode FP standardless

B. Quantification à l'aide de l'algorithme de Lucas-Tooth et Price

L'objectif ici n'est pas d'améliorer les étapes de traitement du spectre, à savoir la soustraction du background, le lissage, la détection des pics et la mesure des intensités mais de proposer ou de modifier des algorithmes de quantification. Le logiciel d'Amptek est donc utilisé uniquement pour générer les intensités nettes I . L'algorithme de quantification prend en entrée ces intensités qu'il manipule pour fournir les concentrations.

Pour sa rapidité d'exécution et son faible besoin en ressources informatiques, il a été décidé d'utiliser l'algorithme de Lucas-Tooth et Price (1961) :

$$C_i = I_i \left[k_0 + \sum_{j \neq i}^n k_{ij} I_j \right]$$

où k_{ij} et k_0 sont les coefficients de correction. Ces coefficients peuvent être obtenus par ajustement à partir d'une base d'échantillons de référence. Le nombre de coefficients à déterminer étant de $n+1$, cette étape requiert à minima l'utilisation $n+1$ standards. La correction des effets matriciels se fait via l'intensité des éléments qui interfèrent et non pas à partir des concentrations comme classiquement. Pour cette raison, la gamme de concentration pour laquelle cet algorithme donne des résultats satisfaisants est plus faible. La calibration a été réalisée à partir des échantillons de référence (LAT 101 à 114, SAP 201 à 207 et SAP 209 à 213). Les intensités prises en compte dans l'ajustement sont celles des éléments suivants : Ni, Co, Fe, Cr, Mn. Avec la configuration de mesure choisie, ces éléments sont les seuls pour lesquels les intensités sont significatives. La Figure 4 compare la teneur de référence à celle résultant de cette analyse pour le fer, figure de gauche, et le nickel, figure de droite. Sur échantillon sec, la grande majorité des résultats sont inclus dans les limites fixées pour la quantification. L'écart maximal est de 1.33 % pour le fer (au lieu de 1%) et de 0.11 % pour le nickel (au lieu de 0.1%).

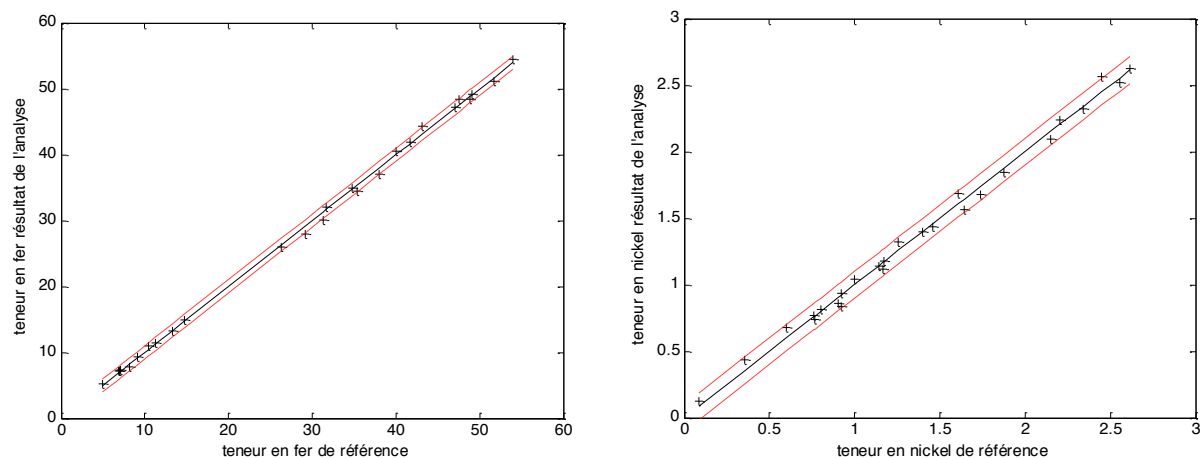


Figure 4 : Résultats de la quantification du fer et du nickel avec l'algorithme Lucas-Tooth et Price

La quantification sur échantillons secs donnant des résultats probants, la prochaine étape consistera à inclure l'effet de la teneur en eau.

Annexe C : Kit d'échantillonnage

Le kit d'échantillonnage, développé par la société Thermo Fisher Scientific et mis à disposition à titre gracieux par la société Fondis-Bioritech, est composé d'un moulin broyeur et d'outils permettant la réalisation de pastilles. Le broyeur permet de réduire des pierres et blocs de roches en une poudre homogène et de granulométrie adaptée à la mesure pXRF. Les différents éléments sont présentés sur la Figure 5.



Figure 5 : Contenu du kit d'échantillonnage

Il a été testé sur plusieurs échantillons bruts et secs dans le cadre d'un stage M2 au laboratoire PPME (Gaschaud, 2015). La Figure 6 présente les différentes étapes, de la réduction granulométrique à l'opération de pastillage.



a) Échantillon brut



b) Réduction de la granulométrie



c) Tamisage



d) Alimentation du broyeur



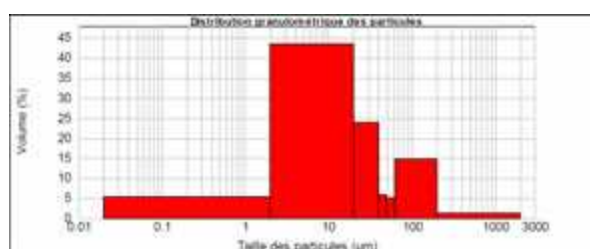
e) Récupération du matériel broyé



f) Opération de pastillage



g) Pastille sur socle



$$d(0,1) = 3,77\mu\text{m}$$

$$d(0,5) = 20,51\mu\text{m}$$

$$d(0,9) = 89,04\mu\text{m}$$

h) Distribution granulométrique

Figure 6 : Présentation des différentes étapes de préparation de l'échantillon

Le broyage est très efficace puisqu'il permet d'atteindre une granulométrie inférieure à 100μm mais le kit paraît difficilement envisageable dans le cadre d'une opération de pilotage de front. En effet, le broyeur étant alimenté sur batterie, il nécessite la présence d'un véhicule à proximité. Il est par ailleurs trop imposant et lourd et ne peut être utilisé sur des matériaux contenant jusqu'à 40 voire 50% d'eau.

Néanmoins, si un véhicule peut être positionné à proximité du chantier, la mise en œuvre du kit permettrait de résoudre les problèmes rencontrés avec les mesures pXRF sur les panneaux composés de roches, cf. chapitre 9.

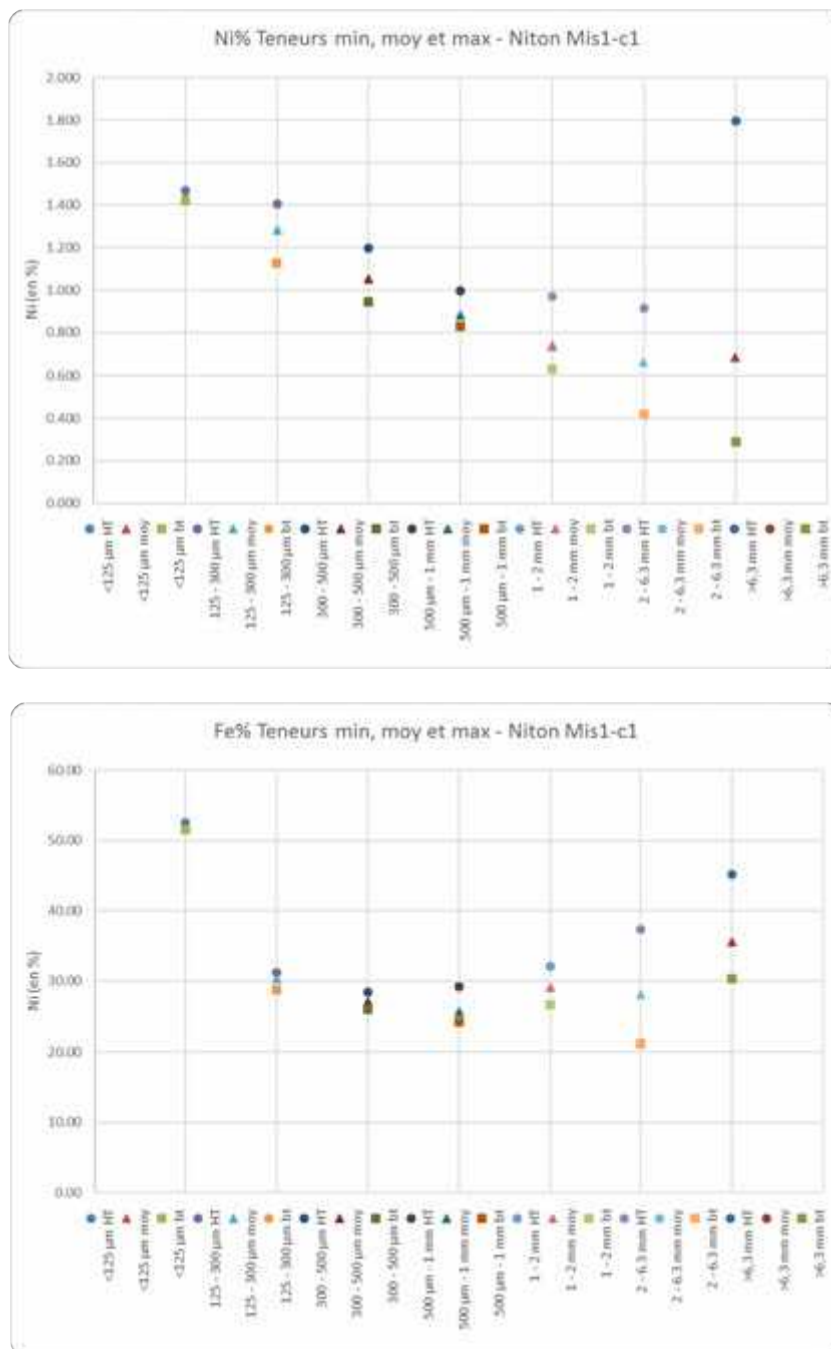
Annexe D : Table de conversion élément vers oxyde (Glascock, 1991)

Table 39. Multipliers for Element-to-Oxide and Oxide-to-Element Conversions

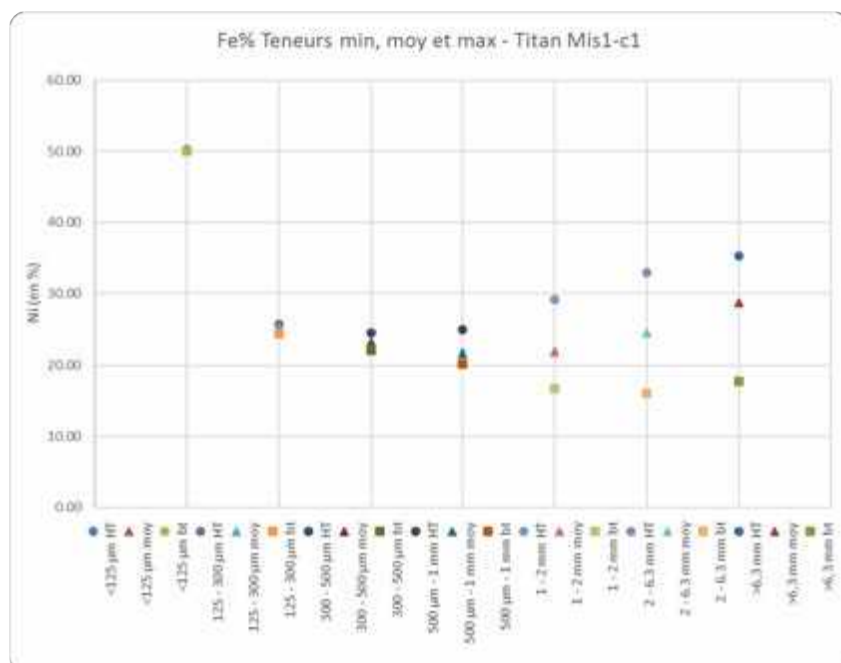
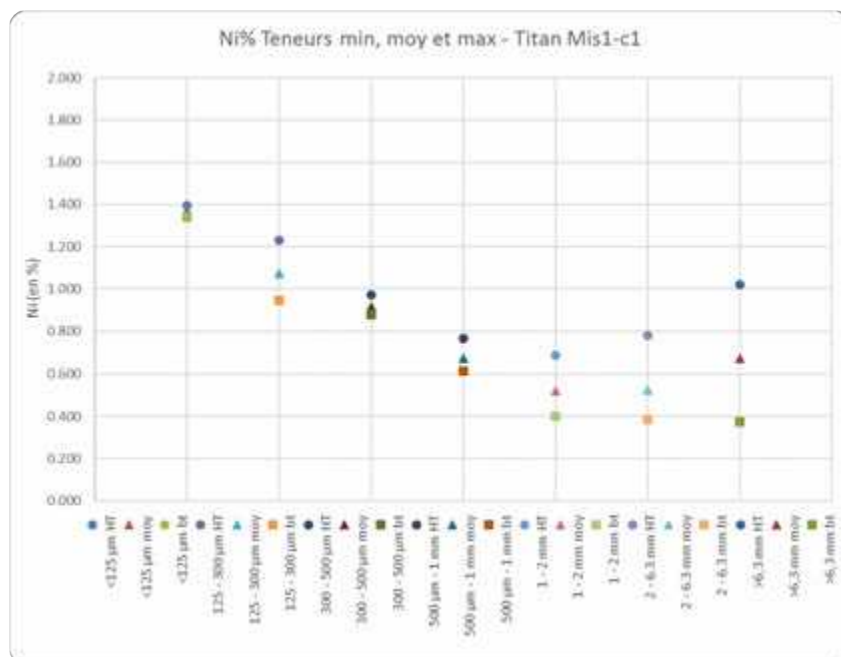
Element-to-Oxide	Multiplier	Oxide-to-Element	Multiplier
Al ----> Al ₂ O ₃	1.890	Al ₂ O ₃ ----> Al	0.5291
B ----> B ₂ O ₃	3.215	B ₂ O ₃ ----> B	0.3110
Ba ----> BaO	1.116	BaO ----> Ba	0.8961
Be ----> BeO	2.778	BeO ----> Be	0.3600
C ----> CO ₂	3.663	CO ₂ ----> C	0.2730
Ca ----> CaO	1.399	CaO ----> Ca	0.7148
Cd ----> CdO	1.143	CdO ----> Cd	0.8749
Co ----> CoO	1.272	CoO ----> Co	0.7862
Cr ----> Cr ₂ O ₃	1.462	Cr ₂ O ₃ ----> Cr	0.6840
Cs ----> Cs ₂ O	1.060	Cs ₂ O ----> Cs	0.9434
Cu ----> CuO	1.252	CuO ----> Cu	0.7987
Fe ----> FeO	1.287	FeO ----> Fe	0.7770
Fe ----> Fe ₂ O ₃	1.431	Fe ₂ O ₃ ----> Fe	0.6988
FeO ----> Fe ₂ O ₃	1.112	Fe ₂ O ₃ ----> FeO	0.8993
Ga ----> Ga ₂ O ₃	1.689	Ga ₂ O ₃ ----> Ga	0.5921
K ----> K ₂ O	1.205	K ₂ O ----> K	0.8299
La ----> La ₂ O ₃	1.172	La ₂ O ₃ ----> La	0.8532
Li ----> Li ₂ O	2.150	Li ₂ O ----> Li	0.4651
Mg ----> MgO	1.658	MgO ----> Mg	0.6031
Mn ----> MnO	1.292	MnO ----> Mn	0.7740
Mn ----> Mn ₂ O ₃	1.437	Mn ₂ O ₃ ----> Mn	0.6959
Mn ----> Mn ₃ O ₄	1.389	Mn ₃ O ₄ ----> Mn	0.7199
Mo ----> MoO ₃	1.499	MoO ₃ ----> Mo	0.6671
Na ----> Na ₂ O	1.348	Na ₂ O ----> Na	0.7418
Nd ----> Nd ₂ O ₃	1.167	Nd ₂ O ₃ ----> Nd	0.8569
Ni ----> NiO	1.272	NiO ----> Ni	0.7862
P ----> P ₂ O ₅	2.294	P ₂ O ₅ ----> P	0.4359
Pb ----> PbO	1.078	PbO ----> Pb	0.9276
Rb ----> Rb ₂ O	1.094	Rb ₂ O ----> Rb	0.9141
Si ----> SiO ₂	2.141	SiO ₂ ----> Si	0.4671
S ----> SO ₃	2.500	SO ₃ ----> S	0.4000
Sc ----> Sc ₂ O ₃	1.534	Sc ₂ O ₃ ----> Sc	0.6519
Sr ----> SrO	1.182	SrO ----> Sr	0.8460
Ti ----> TiO ₂	1.669	TiO ₂ ----> Ti	0.5992
U ----> U ₃ O ₈	1.179	U ₃ O ₈ ----> U	0.8482
V ----> V ₂ O ₅	1.786	V ₂ O ₅ ----> V	0.5599
Y ----> Y ₂ O ₃	1.271	Y ₂ O ₃ ----> Y	0.7868
Zn ----> ZnO	1.245	ZnO ----> Zn	0.8032
Zr ----> ZrO ₂	1.351	ZrO ₂ ----> Zr	0.7402

Annexe E : Modèles de matière

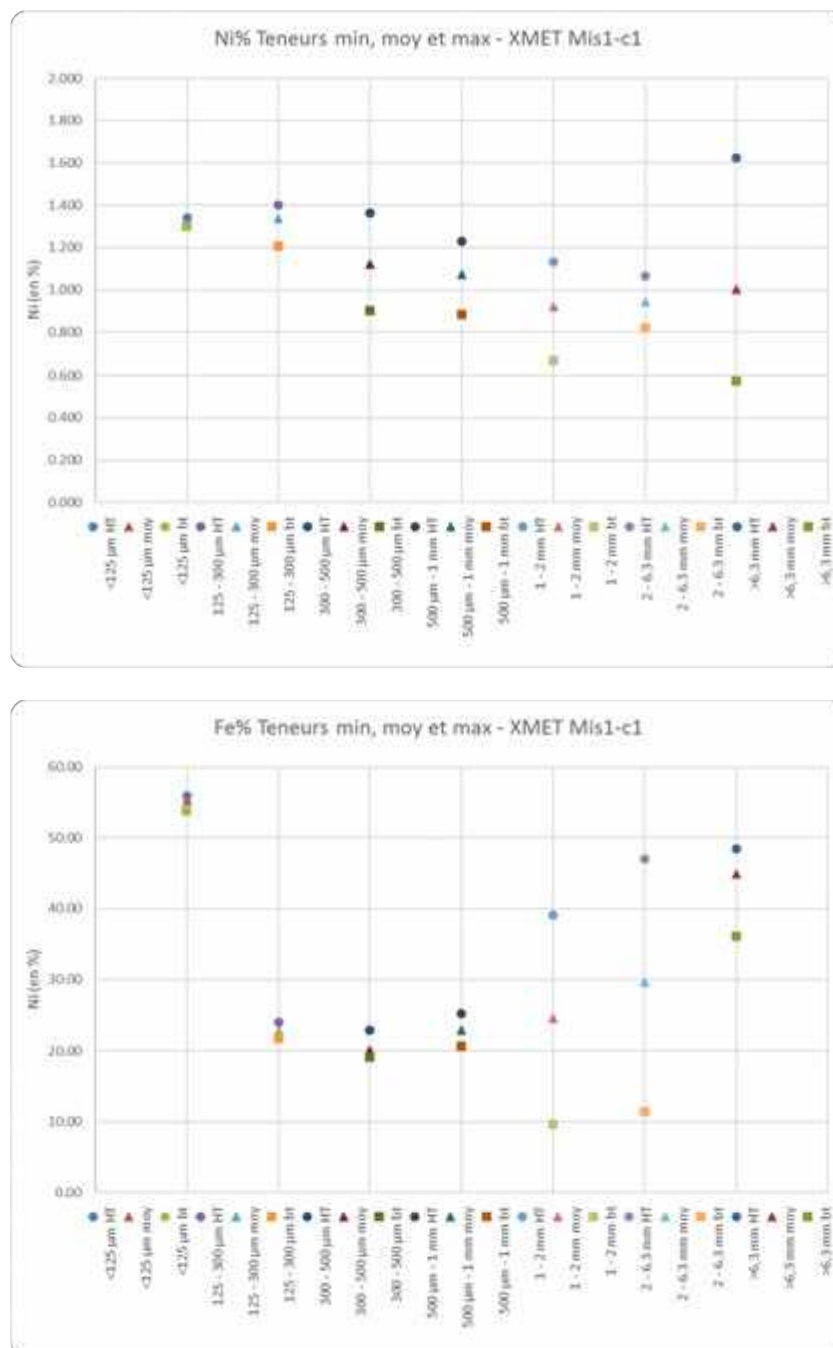
Teneurs minimales, moyennes et maximales retenues dans les modèles de matière pour le calcul de l'erreur fondamentale d'échantillonnage par échantillon et par appareil utilisé.



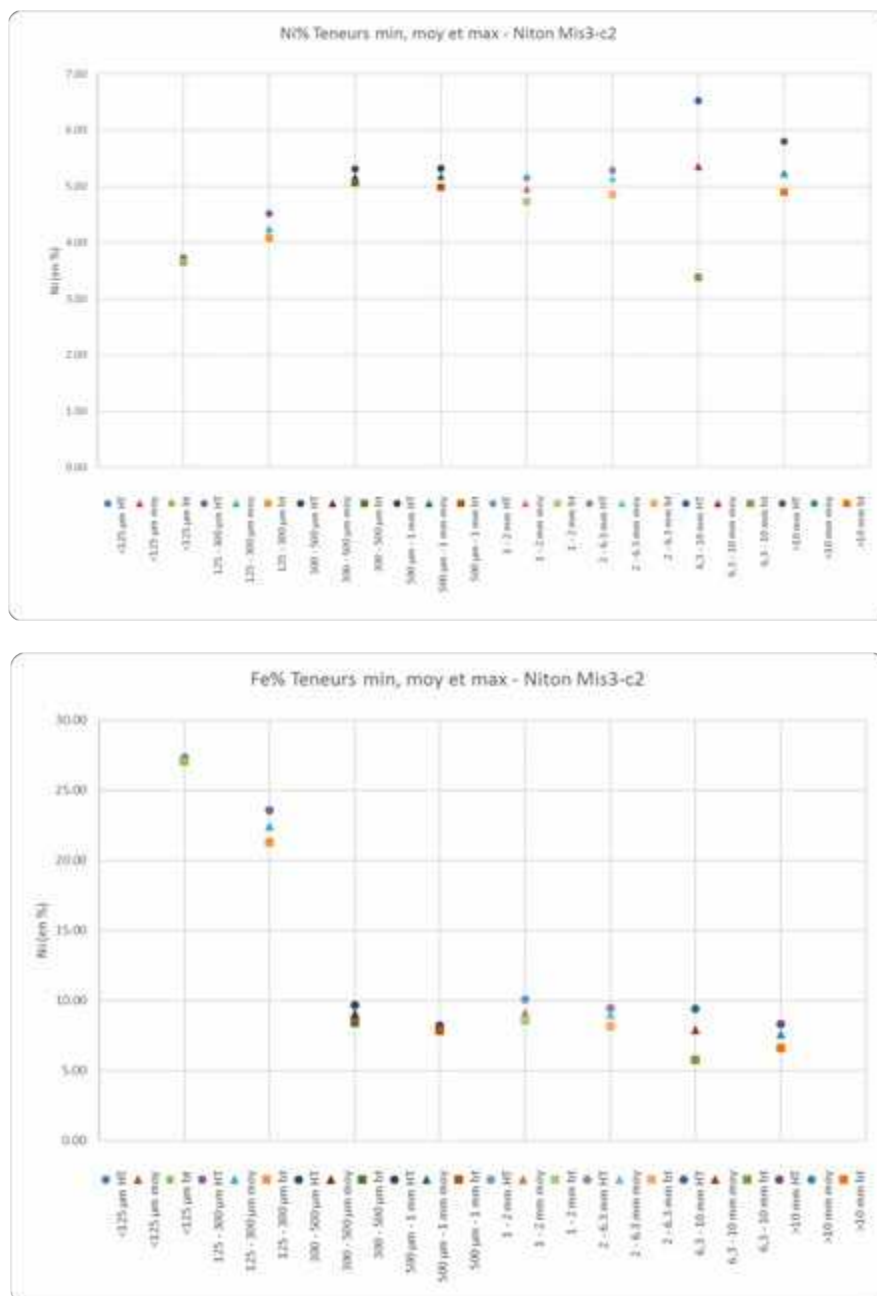
Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis1-C1
(Mesures au Niton)



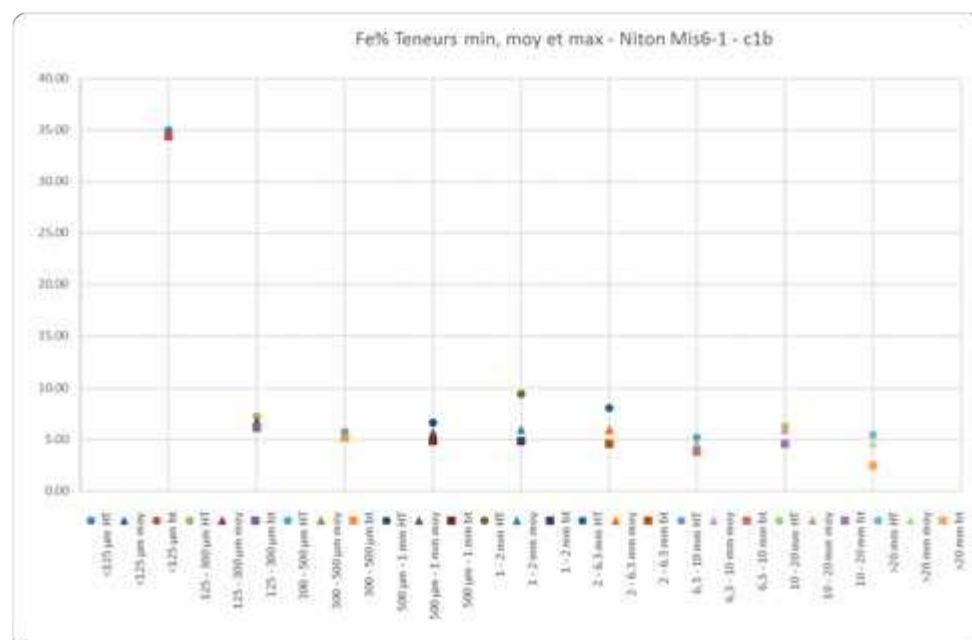
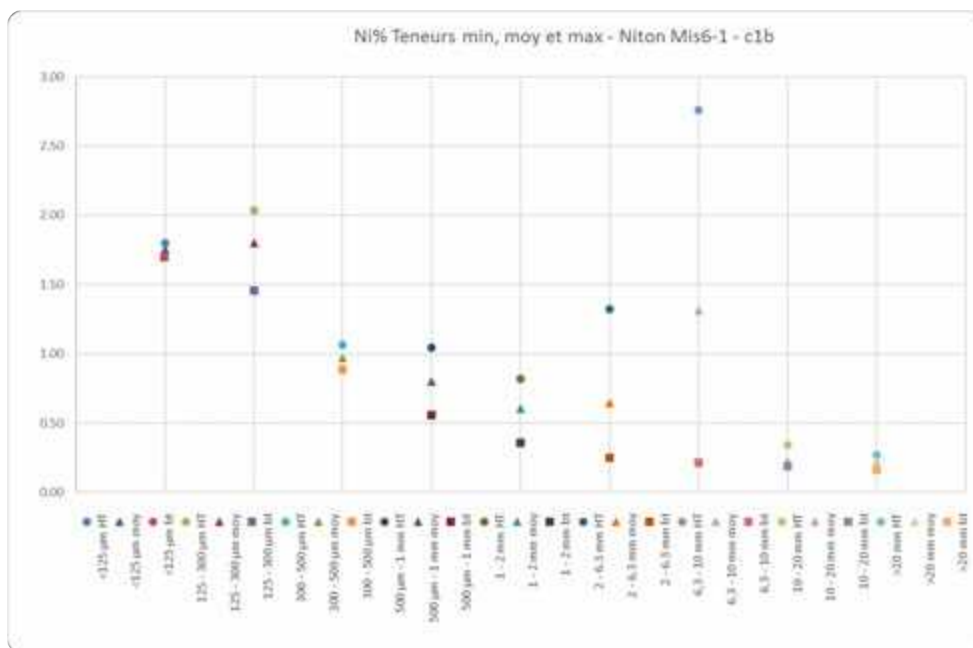
Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis1-C1
(Mesures au Titan)



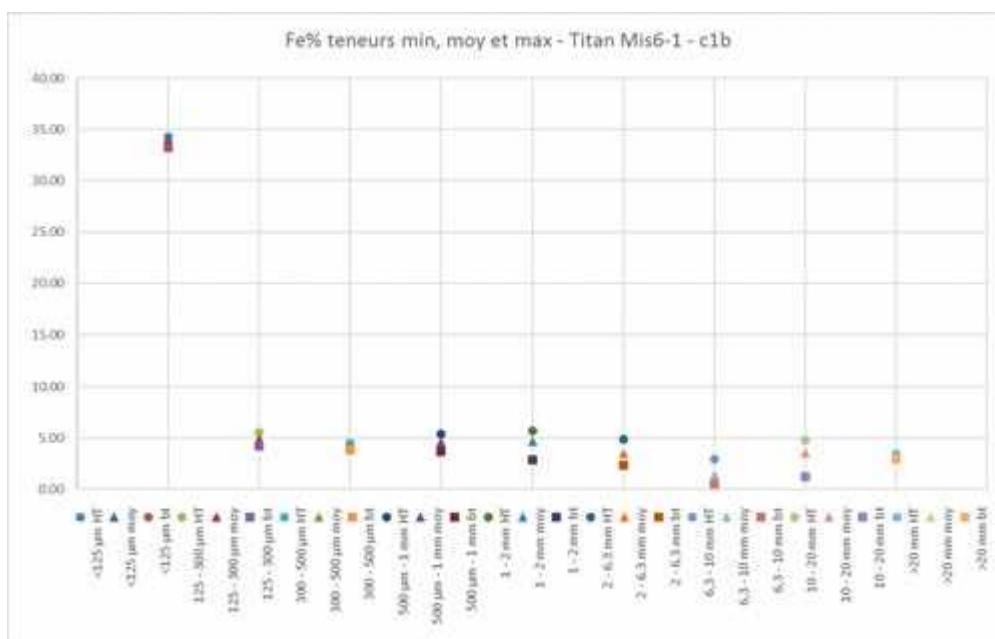
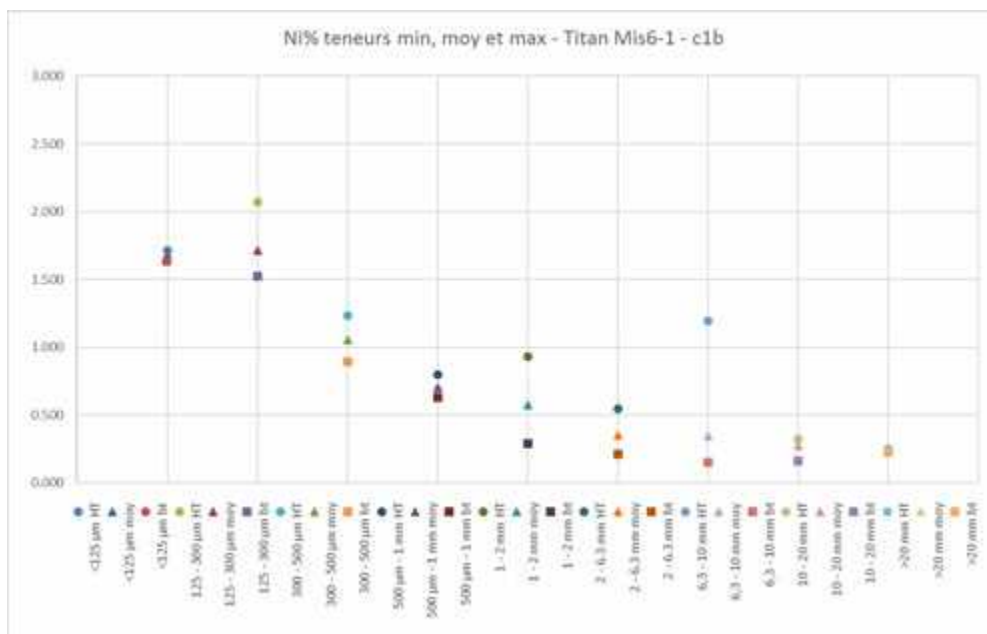
Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis1-C1
(Mesures au XMET)



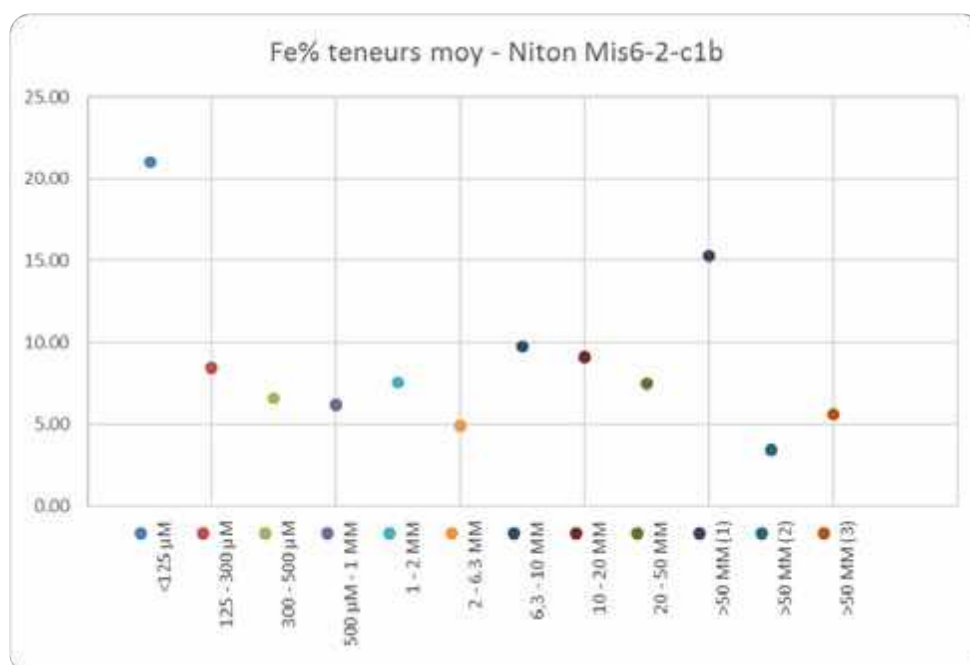
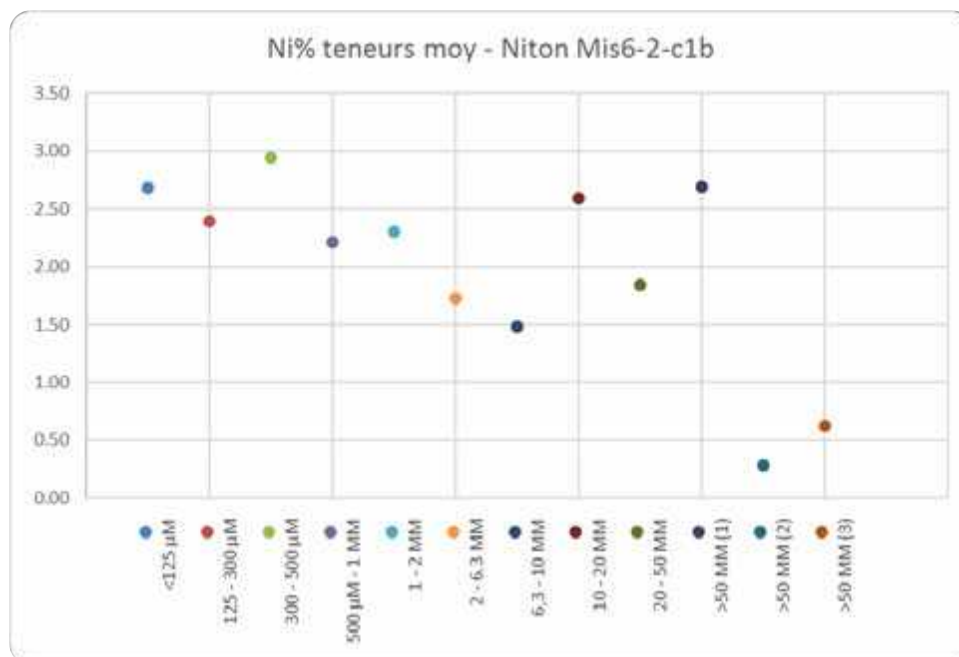
Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis3-C2
(Mesures au Niton)



Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis6-C1b
(Mesures au Niton)



Teneurs moyennes et teneurs Min/Max en Nickel et en Fer – Echantillon Mis6-C1b
(Mesures au Titan)



Teneurs moyennes en Nickel et en Fer – Echantillon Mis6-2-C1b
(Mesures au Niton)

