PolyPublie
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Caractérisation minéralogique quantitative automatisée en microscopie optique et applications à l'étude de minerais dans le cadre d'une approche géométallurgique
Auteur: Author:	Benjamin De Castro
Date:	2023
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	De Castro, B. (2023). Caractérisation minéralogique quantitative automatisée en microscopie optique et applications à l'étude de minerais dans le cadre d'une approche géométallurgique [Thèse de doctorat, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/53396/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/53396/
Directeurs de recherche: Advisors:	Benoît Plante
Programme: Program:	Génie minéral

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal

https://publications.polymtl.ca

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

Caractérisation minéralogique quantitative automatisée en microscopie optique et applications à l'étude de minerais dans le cadre d'une approche géométallurgique

DE CASTRO BENJAMIN

Département des génies civil, géologique et des mines

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

Génie Minéral

Avril 2023

© Benjamin De Castro, 2023.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

Cette thèse intitulée :

Caractérisation minéralogique quantitative automatisée en microscopie optique et applications à l'étude de minerais dans le cadre d'une approche géométallurgique

présentée par **Benjamin DE CASTRO**

en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

Félix GERVAIS, président
Benoît PLANTE, membre et directeur de recherche
Mostafa BENZAAZOUA, membre et codirecteur de recherche
Aurélie CHOPARD, membre et codirecteur de recherche
Yannick BERGERON, membre externe
Lucie MATHIEU, membre externe

DÉDICACE

À ma famille : ma mère, mon père, mon frère, mes nièces.

Shiro Nishi à Shizuku Tsukishima :

« J'ai beaucoup apprécié la pierre brute que tu as trouvée en toi. Tu as bien travaillé. Tu es magnifique. Ne sois pas pressée. Prends le temps de bien la polir. »

Si tu tends l'oreille (耳をすませば, Mimi o sumaseba), 宮崎 駿, Miyazaki Hayao.

REMERCIEMENTS

L'achèvement d'un projet de recherche ne vient jamais sans le soutien de personnes et cette thèse ne fera pas exception. Je tiens ainsi à remercier toute personne qui de près ou de loin a pu m'aider, motiver et soutenir tout le long de cette aventure.

Tout d'abord, un premier merci à toute ma famille, en particulier ma mère, mon père et mon frère qui m'ont toujours soutenu dans ma démarche et ma volonté de poursuivre mes études et cela même outre-Atlantique. Mes parents me répètent de temps en temps à quel point ils sont fiers de moi, mais moi je suis d'autant plus fier d'être leur fils. Ma famille n'a jamais eu la prétention d'être issue d'un milieu intellectuel et pourtant je m'aligne aujourd'hui auprès de mon frère et de mes cousin(e)s d'être l'incarnation de leur réussite familiale.

Un grand merci évident à mon directeur de recherche Benoît Plante, co-directeur Mostafa Benzaazoua et professeure associée Aurélie Chopard de m'avoir permis d'effectuer cette thèse de doctorat dans les meilleures conditions possibles. Un remerciement pour leurs implications, disponibilités et encouragements va de soi. Nos discussions ont toujours été enrichissantes et pertinentes et sans leurs précieuses aides, ce projet n'aurait jamais pu aboutir. Bien que Benoît soit devenu directeur vers la fin du doctorat, cette charge supplémentaire ne l'a pas empêché d'être très présent pour la relecture finale de mes articles et surtout ces derniers mois d'écriture de la thèse. Il a su me réconforter dans mon style de rédaction durant toute la fin de la thèse et je le remercie grandement pour cela. Mostafa, bien que parfois très pris par ses obligations, a toujours su être disponible pour moi, pour discuter de ma thèse et des tenants et aboutissants de celle-ci. Il a toujours pu prendre le temps de revoir les articles avec moi et m'inculquer ainsi toujours plus de petites stratégies de rédactions. Je le remercie encore pour sa grande confiance sur mes choix d'axes de recherche au cours du doctorat, il a su me soutenir tout le long du doctorat et me laisser énormément de liberté. C'est grâce à cela que j'ai su prendre énormément de confiance en moi et me débarrasser (du moins une bonne partie) de mon syndrome de l'imposteur que je trainais déjà depuis trop longtemps. Je suis très fier de faire partie de cette lignée de minéralogiste que Mostafa a formé tout le long de ses années de professeur. Je me considère aujourd'hui comme étant un minéralogiste convaincu de l'importance de cette discipline dans l'industrie minière et je m'aligne avec de nombreux autres minéralogistes (Raphaël, Hassan, Aurélie, Abdellatif, Yassine) qui sont passés par l'UQAT et Mostafa n'y est pas pour rien, au contraire. Je tacherai pour ma part à m'efforcer de

prouver la pertinence de la minéralogie appliquée et à enseigner cette discipline afin que les minéraux reviennent à leur juste place. Merci beaucoup à Aurélie pour son implication tout le long de la thèse, sa connexion directe avec l'industrie fut extrêmement utile pour le bien du doctorat. Nos discussions étaient toujours très bien amenées et furent très bénéfiques pour la thèse. Merci énormément pour ses relectures sur les différents articles qui ont énormément contribué à mes compétences rédactionnelles en anglais. Un dernier merci au professeur Denis Marcotte de Polytechnique de Montréal pour son importante contribution dans mes travaux, ses compétences sur la théorie de l'échantillonnage de P. Gy et ses nombreuses relectures sur mes articles.

Un second grand merci à toute l'équipe Clemex pour son accueil chaleureux et qui a été notre collaborateur tout le long de ce doctorat. En particulier, Yves Bassat, Matthieu Guilhard, Francis Quintal-Lauzon et Raymond Taza. Leurs collaborations m'a permis de rentrer dans leur univers passionnant et a été un énorme atout pour cette thèse. C'est toujours un véritable bonheur et un enrichissement intellectuel lorsque je pénètre dans leurs locaux. Je tiens à leur remercier chaleureusement pour leur confiance et leur financement. De plus, il est nécessaire aussi de mentionner l'organisme MITACS et MISA qui ont aussi contribué au financement d'une partie de mes travaux.

Un nouveau grand merci à tout le personnel de l'URSTM pour leur collaboration, en particulier Alain (mon maitre des sections polies); à Elvin pour ses compétences de minérallurgiste qui furent très utiles pour mes travaux; merci à Gwen, Joël, PA, Sylvette pour leurs aides si précieuses. Je tiens aussi à remercier le personnel du CSD d'Agnico Eagle Mines limitée pour leur collaboration et de m'avoir permis d'utiliser parfois leur précieux équipement. Ce lien avec l'industrie fut extrêmement enrichissant pour mes travaux, mon épanouissement personnel et ma découverte de l'industrie qui manquait encore dans mon parcours. Merci particulier à Raphaël qui a su être présent pour mes travaux. Bien que lui aussi parfois très occupé, il a su être présent pour discuter de l'avenir de la minéralogie dans le domaine. Sa vision de la minéralogie est en parfaite adéquation avec mes desseins, c'est parfois même très troublant, mais très logique aussi : nous avons été formés à la même école. Un autre grand merci à Geneviève pour ses compétences de qualités en tant que technicienne. La minéralogie a besoin de technicien comme Geneviève, elle est une ressource très précieuse! Merci pour ses lifts entre Rouyn et la mine et ses discussions dans la voiture à parler de choses et d'autres. Merci aussi à Alger, Brian et Robert pour leur soutien dans les travaux en lien avec le projet Dumont Nickel. Leur collaboration fut une énorme opportunité pour le bien de mes

travaux. Je leur remercie de leur confiance. Ces travaux en collaboration avec l'industrie m'ont permis de comprendre la pertinence de la minéralogie pour la géométallurgie. Mon grand amour de la géologie a retrouvé ainsi son chemin et mes nouvelles compétences me permettent aujourd'hui de faire le lien entre la géologie, la métallurgie et l'environnement minier. Ces liens sont permis grâce à quoi : la minéralogie pardi!

Évidemment un dernier grand merci à tous mes collègues, mais néanmoins amis de thèse, mais aussi d'autres pour leur présence pendant ces presque cinq années de doc! En cinq ans beaucoup sont partis et d'autres sont arrivés, mais ce sont toujours de belles amitiés qui se sont formées. Le doctorat est un travail parfois très solitaire et les fameuses années covid n'ont pas remédié à cela. Ainsi, je tenais à remercier toute la gang pour leurs présence, soutien et discussion. Merci à tous les collègues du F-208 : Élau, la meilleure coloc au monde et ma ravitailleuse attitrée (merci beaucoup pour les lunchs et diners, j'aurais dépéri sans toi), Chloé, Léo, Élé (notre rouquine aux cheveux cuivrés), Samsa (copain de rando), Xavierxa. La thèse, surtout la fin, n'aurait pas été la même sans eux. Merci à Alex, Audrey, Dan, Hector (le castor), Hiba (notre merveilleuse voisine), Julie (la meilleure pâtissière du St Ho.) Péné, Valentine, Léa aussi en extension de la gang. Je suis toujours très content de pouvoir faire des activités avec eux, cela a contribué à mon épanouissement personnel et à découvrir des activités purement québécoises. Cela m'a surtout permis de décompresser en buvant juste une bonne pinte de tête de pioche à l'abstracto tout en chillant et discutant. Merci fort à eux.

Pour finir, il faut que je remercie les cailloux. Très longtemps boudés par la science, ils resteront toujours sujets à mon émerveillement et à ma passion. Donc merci les cailloux pour leur présence.

Je vous souhaite une bonne lecture.

RÉSUMÉ

La caractérisation minéralogique est essentielle pour la caractérisation des différents produits d'un gisement (lithologie, minerai, stérile, résidu, etc.). Elle peut procurer énormément d'informations pertinentes pour les différents aspects de la mine (exploration, traitement minéral, gestion environnementale des rejets miniers). Cependant, la caractérisation minéralogique souffre aujourd'hui d'une réputation à la fois longue, fastidieuse et couteuse de la part de l'industrie minière. Cette industrie s'est ainsi vue progressivement abandonner l'approche minéralogique pour la caractérisation de leurs gisements. Avec les nouveaux défis technico-économiques apparaissant au sein des gisements (teneurs de plus en plus faibles, extraction de plus en plus profonde, gestion intégrée des rejets miniers et valorisation de nouveaux types de gisement), une nouvelle approche géométallurgique s'est alors développée dans l'industrie. Cette nouvelle vision de la mine consiste à intégrer les variabilités, notamment minéralogiques, des gisements afin de l'intégrer le plus en amont possible dans le développement du projet minier. Le but est de quitter l'approche en silo qu'effectue l'industrie pour permettre plus de communication entre les différents départements d'une mine (exploration, ingénierie, production, environnement) et ainsi permettre une optimisation technico-économique de l'exploitation tout en réduisant les risques techniques et opérationnels. Il s'avère que la caractérisation minéralogique est redevenue une caractérisation indispensable pour cette nouvelle vision géométallurgique de la mine, notamment parce qu'elle peut constituer un langage commun entre les différents départements de la mine. La caractérisation minéralogique permet effectivement de fournir des quantifications de paramètres, notamment de texture (comprenant la granulo-minéralogie, degré de libération/d'exposition et association), sur les différents produits de la mine qui constituent très souvent les variables critiques régissant la modélisation géométallurgique d'un gisement. La géométallurgie met ainsi en avant la pertinence des outils de caractérisations minéralogiques automatisées de type microscope électronique à balayage associé à la spectroscopie en énergie dispersive (MEB-EDS), comme le système QEMSCAN®. Cependant, ces outils, bien que récemment démocratisés, restent encore très dispendieux et contraignants pour l'industrie minière. De plus, ils nécessitent une expertise poussée pour leur utilisation au quotidien au sein de la mine. Par conséquent, la caractérisation minéralogique automatisée reste encore relativement anecdotique au sein des différentes opérations de développement d'une exploitation minière, alors qu'elle reste très souvent indispensable pour l'approche géométallurgique de la mine. Le microscope optique automatisée (MOA) représente

quant à lui un outil alternatif plus accessible financièrement que les systèmes types MEB-EDS et permet une caractérisation des minéraux opaques très souvent valorisables (sulfures, oxydes, éléments natifs, alliages) moins contraignante, nécessitant une expertise moins poussée que son homologue électronique. C'est dans ce contexte que les travaux de cette présente thèse se sont développés. L'objectif général a ainsi été de développer et d'améliorer des approches et techniques de caractérisation minéralogique abordables, fiables et précises via l'outil de MOA. Le but était de proposer une caractérisation minéralogique automatisée plus accessible pour l'industrie minière, selon une approche géométallurgique.

Cette présente thèse s'est ainsi construite autour de trois axes de recherche : le développement de protocoles de préparations de section polie représentatifs, l'amélioration de techniques d'imagerie optique sous MOA et l'étude comparative et cas d'applications en contexte géométallurgique de l'outil afin de prouver sa fiabilité et sa pertinence.

Une nouvelle méthode d'échantillonnage a ainsi été développée afin de décider du nombre approprié de sections polies qui doivent être préparées en fonction de la classe granulométrique considérée. Le but est d'obtenir une représentativité suffisante pour les analyses de minéralogie automatisée. Pour illustrer cette méthode, deux protocoles d'échantillonnage (sous forme de grain à des fins de caractérisation texturales et sous forme de poudre) d'un minerai sulfuré typique théorique, incluant une préparation granulométrique (*sizing*), sont présentés. Une nouvelle méthode de calcul de la variance de l'erreur fondamentale liée à l'échantillonnage a ainsi été proposée. Ces protocoles d'échantillonnage sont une adaptation de la ligne de sécurité dérivée de la théorie d'échantillonnage de Pierre Gy et sont à ajuster en fonction de la connaissance des propriétés intrinsèques du matériau considéré. La méthode peut être très utile pour mieux anticiper le manque de représentativité des données minéralogiques fournies par les outils de minéralogie automatisé liées à la préparation d'échantillonnage.

Au cours de ces travaux de doctorat, une nouvelle résine a été aussi découverte pour la préparation de section polie : la résine acrylique. Cette nouvelle résine a été comparée aux autres résines communément utilisées pour la préparation de section polie : la résine époxy et la résine dite *carbon black* (assimilé à la résine époxy mélangé avec du graphite). Cette comparaison a compris des mesures rhéologiques ainsi que des analyses par MOA. L'objectif a été de vérifier si une composition minéralogique fiable et sans biais est possible sous MOA avec cette nouvelle résine,

attestant que les particules minérales n'ont pas subi une ségrégation préférentielle au sein de la section polie. Pour ce faire, des mélanges de poudres minérales standard ont été préparées en utilisant différents minéraux opaques purs à une fraction granulométrique calibrée entre 25 et 75 µm. Les résultats indiquent que le comportement rhéologique de la résine acrylique à durcissement rapide permet d'obtenir une composition minérale précise tout en évitant toute sédimentation préférentielle des particules par rapport aux autres résines étudiées.

La caractérisation minéralogique automatisée nécessite d'obtenir des résultats de quantification non biaisés. Cependant, le MOA ne permet pas de détecter les minéraux transparents (ou de gangue) lors d'une analyse par microscopie optique en lumière réfléchie, car les réflectances de la résine et des minéraux de gangue sont très proches. De nouveaux travaux se sont alors concentrés à proposer une nouvelle méthode innovante pour détecter automatiquement toutes les particules minérales (y compris les particules transparentes) sur une section polie en résine acrylique par imagerie optique réfléchie en utilisant un algorithme d'apprentissage profond (*deep learning*). Pour ce faire, plusieurs poudres de minerai et de mélanges de standards de minéraux ont été montées en sections polies avec résine acrylique à deux tailles de particules différentes : < 1mm et P80~75 µm. Un maximum d'images optiques a été acquis avec un MOA sur ces sections polies pour entraîner et tester l'algorithme d'apprentissage profond à détecter les particules minérales. Les résultats montrent que l'algorithme d'apprentissage profond détecte facilement toutes les particules minérales dans le motif bullé caractéristique de la matrice de la résine acrylique, ce qui permet de bien différencier les minéraux de gangue sous microscopie optique réfléchie pour la détermination de la composition modale fiable des échantillons étudiés.

De plus, les travaux ont pu permettre le développement de l'imagerie hyperspectrale optique afin de permettre une identification minéralogique plus efficace en MOA comparé à ce que proposent les systèmes actuels utilisant l'analyse multispectrale. La synchronisation entre une caméra hyperspectrale et un système de MOA a pu permettre l'acquisition linéaire de cubes hyperspectraux sur différents minéraux opaques. À l'aide de ces mesures brutes hyperspectrales, une base de données de réflectances hyperspectrales a pu être établie. À partir de cette base de données, une procédure supervisée de classification a été exécutée sur différents cubes hyperspectraux issus de l'analyse sur différents échantillons de minerais et standards minéralogiques (mise en section polie) par le dispositif expérimental. La procédure consistait à extraire des images monochromatiques à des longueurs d'onde judicieusement choisies sur ces cubes hyperspectraux bruts afin d'y exécuter

des analyses d'images basiques associées à une méthode de classification booléenne pour obtenir des images classifiées minéralogiquement. Les résultats indiquent que cette procédure basique permet une classification minéralogique des images optiques propres et efficaces à partir de mesures hyperspectrales optiques.

Les travaux de ce présent doctorat se sont ensuite focalisés sur différentes études comparatives et études de cas d'applications en contexte géométallurgique de la MOA, des études encore manquantes dans le domaine. Le projet Dumont Nickel a ainsi été particulièrement étudié, notamment parce que le gisement nécessite une approche géométallurgique du fait de sa métallogénie particulière. Le défi de développement d'un projet tel que Dumont Nickel consiste à pouvoir quantifier le nickel dit métallurgiquement récupérable à l'aide d'une méthode de quantification minéralogique abordable. Ces travaux proposent de pouvoir quantifier la minéralogie des minerais du gisement pour les futures opérations minières en utilisant le MOA. L'objectif a été de caractériser quatre échantillons de minerais représentatifs des quatre domaines géométallurgiques du gisement par MOA. Ces résultats ont été comparés aux données de quantification minéralogique existantes pour les mêmes échantillons acquis par QEMSCAN®. Les résultats de quantifications minéralogiques obtenus avec les deux techniques ont été comparés en mettant l'accent sur la distribution minéralogique du nickel dans les minéraux opaques. Cette étude comparative prouve l'efficacité de la MOA à des fins de quantification minéralogique telle qu'appliquée aux échantillons étudiés du projet Dumont Nickel. Cette procédure de quantification minéralogique des minéraux opaques a été ensuite poursuivie sur 12 autres échantillons du gisement. Le but a été de vérifier si le MOA attribue les mêmes domaines géométallurgiques que les analyses QEMSCAN® sur ces mêmes échantillons, selon la quantification des minéraux opaques qu'il permet. Les résultats montrent que le MOA est une alternative fiable au QEMSCAN® et peut être utilisé pour l'attribution de domaine pour le projet Dumont Nickel. Néanmoins, ces études comparatives en contexte géométallurgique ont permis de mettre en exergue les limites du système de MOA utilisé au cours du doctorat. Ces limites sont l'impossibilité pour le système de pouvoir détecter les particules transparentes (limite qui a fait l'objet de travaux au cours du doctorat) et de pouvoir les identifier, mais aussi d'autres limites de l'analyse multispectrale optique que propose le système (aberration chromatique). Une troisième étude comparative sur les différents concentrés de flottations du concentrateur LaRonde a aussi pu prouver que le système de MOA utilisé donne des résultats de quantification minéralogique proche

du système QEMSCAN®. Cette dernière étude a aussi mis un avant une des limites de l'analyse multispectrale du système : le phénomène d'effet de bordure, expliquant les différences de quantification obtenue entre les deux techniques homologues.

Enfin, afin de répondre aux manques d'études de cas d'applications de la MOA, le doctorat a recommandé plusieurs méthodologies d'intégration de la MOA à des fins géométallurgiques dans un contexte général d'un gisement de sulfure polymétallique/aurifère. Les principales étapes des projets miniers (exploration/géologie, faisabilité/programme géométallurgique, exploitation/production et gestion des rejets miniers) ont été utilisées pour illustrer les différentes méthodes proposées. La MOA permet ainsi d'obtenir des données minéralogiques pertinentes dès les premières étapes d'un projet minier et d'intégrer la minéralogie opérationnelle dans les processus de développement d'un circuit de traitement. De nombreux exemples illustrant la quantification minéralogique par MOA ont ainsi été fournis pour chaque étape du cycle minier, ce qui permet d'étayer la définition de différents domaines géométallurgique et géoenvironnementale d'un gisement.

Mots clés : minéralogie automatisée, microscopie optique automatisée, échantillonnage, section polie, représentativité, imagerie multispectrale, apprentissage profond, imagerie hyperspectrale, géométallurgie, QEMSCAN®.

ABSTRACT

Mineralogical characterization is an important approach to characterize the different products of a deposit (lithology, ore, waste rock, tailings, etc.). It can provide a lot of relevant information for the different aspects of the mine (exploration, mineral processing, environmental management of mining wastes). However, mineralogical characterization now brings a reputation of being a time-consuming, tedious, and costly characterization by the mining industry. This industry has thus progressively abandoned the mineralogical approach for the characterization of its deposits. With the new technical and economic challenges appearing in the deposits (lower grades, deeper mining, integration of management of mining wastes and valorization of new types of deposits), a new geometallurgical approach has been developed in the industry. This new vision of the mine consists of integrating the variability of the deposits, particularly mineralogical variability, to integrate them as early as possible in the development of the mining project. The aim is to move away from the industry's silo approach to allow more communication between the various departments of a mine (exploration, engineering, production, environment) and thus allow a technical and economic optimization of the operation while reducing the technical and operational risks. The mineralogical characterization has become an indispensable characterization for this new geometallurgical vision of the mine because it can constitute a common language between its various departments. Indeed, mineralogical characterization provides quantification of parameters with textural information (including granulo-mineralogy, liberation/exposure degrees and association) on the different products of the mine which very often constitute the critical variables driving the geometallurgical modelling of a deposit. Geometallurgy thus highlights the relevance of automated mineralogical characterization tools such as scanning electron microscope associated with energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) like the QEMSCAN® system. However, these tools, although recently democratized, are still very expensive and restrictive for the mining industry. Moreover, it requires a high level of expertise for its daily use in the mine. Consequently, automated mineralogical characterization stills relatively anecdotal within the various development steps of a mining operation, whereas it is often indispensable for the geometallurgical approach of the mine. The automated optical microscope (AOM) represents an alternative tool that is more financially accessible than SEM-EDS-type systems and allows a less restrictive characterization of opaque minerals (sulfides, oxides, native elements, alloys) with less expertise requirements than its electronic counterpart. It is in this context that the work of this thesis

was developed. The general objective was to develop and improve affordable, reliable, and accurate mineralogical characterization approaches and techniques through the AOM tool. The goal was to propose a more accessible automated mineralogical characterization for the mining industry using a geometallurgical approach.

This thesis is built around three research axes: the development of representative polished section preparation protocols, the improvement of the optical image technique with AOM, and the comparative study and applications in geometallurgical context of the tool to prove its reliability and relevance.

A new sampling method was thus developed in order to determine the appropriate number of polished sections that should be prepared according to the particle size class considered to obtain sufficient representativeness for automated mineralogy analyses. To illustrate this method, two sampling protocols (in grain form for textural purposes and in powder form) of a typical theoretical sulfide ore including a particle size preparation (sizing protocol), are presented including the method of computing the variance of the fundamental sampling error. The sampling protocols are an adaptation of the safety line derived from the sampling theory of Pierre Gy and are to be adjusted according to the knowledge of the intrinsic properties of the material considered. The method can be very useful to better anticipate the lack of representativeness of mineralogical data provided by automated mineralogical devices related to sampling preparation.

In this thesis, a new resin was also discovered for the preparation of polished sections: acrylic resin. This new resin was compared to other resins commonly used for the preparation of polished sections: epoxy resin and carbon black resin (like epoxy resin mixed with graphite). This comparison included rheological measurements with AOM analyses. The goal was to verify if a reliable and unbiased mineralogical composition is possible according to AOM analysis with this new resin, certifying that the mineral particles did not segregate preferentially within the polished section. For this purpose, standard mineral powders were prepared using different pure opaque minerals at a calibrated particle size fraction between 25 and 75 μm. The results suggest that the rheological behaviour of the fast-curing acrylic resin provides an accurate mineral composition while avoiding preferential particle settling compared to the other resins studied.

Automated mineralogical characterization requires unbiased quantification results. However, AOM does not detect transparent (or gangue) minerals in reflected light optical microscopy

analysis because the reflectance of the resin and gangue minerals are very close. New work then focused on proposing an innovative method to automatically detect all mineral particles (including transparent particles) on a polished section made with the acrylic resin by reflected optical imaging using a deep learning algorithm. For this purpose, several ore powders and mineral standard mixes were mounted on acrylic resin polished sections at two different particle sizes: < 1 mm and P80~75 µm. As many optical images as possible were acquired with an AOM on these polished sections to train and test the deep learning algorithm to detect mineral particles. The results show that the deep learning algorithm easily detects all mineral particles in the characteristic bubbled pattern of the acrylic resin matrix. It thus allows a good differentiation of gangue minerals under reflected optical microscopy for reliable modal composition determination of the studied samples.

In addition, the work has enabled the development of optical hyperspectral imaging. This development allows a more efficient mineralogical identification with AOM compared to currently proposed by AOM systems using multispectral analysis. The synchronization between a hyperspectral camera and an AOM system allowed the linear acquisition of hyperspectral cubes on different opaque minerals. Using these raw hyperspectral measurements, a hyperspectral reflectance database could be established. From this database, a supervised classification procedure could be executed on different hyperspectral cubes resulting from the analysis of different mineral samples and mineralogical standards mounted in polished sections by the AOM experimental device. The procedure consisted in extracting monochromatic images at judiciously chosen wavelengths from these raw hyperspectral cubes. The procedure performs basic image analysis associated with a Boolean classification method to obtain mineralogical classified images. The results indicate that this basic procedure allows clean and efficient mineralogical classification of optical images from optical hyperspectral measurements.

The work of this thesis then focused on different comparative studies/case studies of applications in the geometallurgical context of AOM that are still missing in the AOM field. The Dumont Nickel project was studied because the deposit requires a geometallurgical approach due to its metallogeny. The development challenge for a project such as Dumont Nickel is to be able to quantify the metallurgically recoverable nickel using an affordable and cost-effective mineralogical quantification method. These studies suggest that it is possible to quantify the mineralogy for future mining operations using the AOM. The aim was therefore to characterize four ore samples representative of the four geometallurgical domains of the deposit by AOM. These

results were compared to existing mineralogical quantification data for the same samples acquired by QEMSCAN®. The results of mineralogical quantification obtained with the two devices were compared with emphasis on the mineralogical nickel deportment in opaque minerals. This comparative study proves the effectiveness of AOM for mineralogical quantification as applied to the Dumont Nickel project samples studied. This procedure of mineralogical quantification of opaque minerals was then performed on 12 other samples of the deposit. The goal was to verify if the AOM assigns the same geometallurgical domains as the QEMSCAN® analyses on these same samples, based on the quantification of opaque minerals that it allows. The results show that AOM is a reliable alternative to QEMSCAN® and can be used for the domain attribution of the Dumont Nickel project. Nevertheless, these comparative studies in a geometallurgical context allowed to highlight the limits of the AOM system used during the thesis. These limits are the impossibility for the system to be able to detect transparent particles (limit that was the subject of work during the thesis) and to be able to identify them but also other limits of the optical multispectral analysis that the system shows (chromatic aberration). A third comparative study on the different flotation concentrates from the LaRonde plant was also able to prove that the AOM system used gives mineralogical quantification results close to the QEMSCAN® system. This last study also highlighted one of the limitations of the multispectral analysis of the system: the border effect phenomenon explaining the differences in quantification obtained between the two devices.

Finally, to address the lack of case studies of AOM applications, the thesis recommended several methodologies for integrating an AOM device for geometallurgical purposes in the general context of a polymetallic/gold sulfide. The main stages of mining projects (exploration/geology, feasibility/geometallurgical program, operation/production, and mine waste management) were used to illustrate the different methods proposed. The AOM thus makes it possible to obtain relevant mineralogical data from the early stages of a mining project and to integrate operational mineralogy into the development process of a mineral processing plant. Numerous examples illustrating mineralogical quantification by AOM have thus been provided for each stage of the mining cycle, supporting the definition of different geometallurgical and geoenvironmental domains of a deposit.

Keywords: automated mineralogy, automated optical microscopy, sampling, polished section, representativeness, multispectral imaging, deep learning, hyperspectral imaging, geometallurgy, QEMSCAN®.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ VII

ABSTRACT XII

LISTE DES TABLEAUX XXIII

LISTE DES FIGURES XXV

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXXV

LISTE DES ANNEXES XXXVIII

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Contexte de l'étude 2

1.2 Problématique générale 3

1.3 Objectifs de la thèse 5

1.3.1 Objectif général 5

1.3.2 Objectifs spécifiques 5

1.4 Hypothèses de recherche 6

1.5 Structures de la thèse 6

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 8

2.1 Définition d'un minéral et de la minéralogie appliquée 9

2.1.1 Historique et définition 9

2.1.2 Minéralogie appliquée 12

2.2 Supports d'étude et représentativité pour l'analyse minéralogique microscopique 14

2.2.1 Principe de fabrication des supports d'étude 14

2.2.1.1 Lame mince polie ou lame mince 14

2.2.1.2 Section polie 16
2.2.2 Représentativité des sections polies 18
2.2.2.1 Théorie de l'échantillonnage de Pierre Gy 20
2.2.2.2 Agglomération et ségrégation des particules en section polie 24
2.2.2.3 Biais stéréologique et intervalles de confiance d'une quantification microscopique 28
2.3 Imagerie microscopique et méthodes micro-analytiques associées 31
2.3.1 Microscope optique polarisant 31
2.3.2 Microscopie électronique à balayage et spectroscopie associée 41
2.3.2.1 Principe de l'imagerie électronique à balayage 41
2.3.2.2 Spectroscopie en énergie et longueur d'onde dispersive (EDS et WDS) 43
2.3.3 Minéralogie automatisée type MEB-EDS 48
2.4 Quantification des paramètres minéralogique par systèmes automatisés d'analyse d'image 53
2.4.1 Composition modale et distribution minéralogique élémentaire 53
2.4.2 Granulo-minéralogie 58
2.4.3 Degré de libération et d'exposition 64
2.4.4 Association minéralogique 70
2.4.5 Texture minéralogique 72
2.5 Caractérisation minéralogique en contexte géométallurgique/géoenvironnemental 78
2.5.1 Cycle minier 78
2.5.2 Définition du concept de géométallurgie 81
2.5.3 Élaboration d'un programme géométallurgique/géoenvironnemental 82
2.5.4 Défis et enjeux de la minéralogie en contexte géométallurgique/géoenvironnemental 86

2.5.4.1 Étude minéralogique durant l'exploration....87

2.5.4.2 Minéralogie appliquée à la conception et l'optimisation du traitement de minerais 90

2.5.4.3 Apports de la caractérisation minéralogie sur la prédiction du comportement environnementale 95

2.6 Conclusions de la revue de littérature et rappel du contexte de l'étude....102

CHAPITRE 3 SYNTHÈSE DES ARTICLES....105

3.1 Approche générale des axes de recherche et contexte associé....105

3.1.1 Premier axe de recherche : représentativité des sections polies....107

3.1.2 Revue de littérature sur la caractérisation minéralogique par microscopie optique automatisée (article 1)....108

3.1.2.1 Évolution de la microscopie optique automatisée....108

3.1.2.2 Vers une l'amélioration de la technique d'imagerie microscopique optique automatisée : axe de recherche 2....110

3.1.2.3 Études comparatives et cas d'applications : axe de recherche 3....112

3.2 Matériel et méthode d'analyse microscopique optique....114

3.2.1 Préparation des échantillons et section polies....114

3.2.2 Microscope optique automatisée....115

3.2.2.1 Présentation du microscope et équipements associés....115

3.2.2.2 Routines d'analyse sous *Clemex Vision Professional Edition*®....117

3.3 Adaptation de l'échantillonnage pour la préparation de section polie (article 2)....122

3.4 Nouvelle technique de préparation et d'analyse de section polie par minéralogie automatisée en microscopie optique (articles 3 et 4)....123

3.4.1 Partie 1 : étude comparative de la représentativité des sections polies en résine acrylique (article 3)....125

3.4.1.1 Méthodologie générale....125

3.4.1.2 Résultats 127

3.4.2 Partie 2 : développement d'une approche de détection optique des particules transparentes sous résine acrylique avec utilisation d'une approche sous *deep learning* (article 4) 134

3.4.2.1 Méthodologie générale 134

3.4.2.2 Résultats de l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé 138

3.5 Études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique (articles 5 et 6) 141

3.5.1 Minéralogie automatisée utilisant la microscopie optique automatisée en contexte géométallurgique : étude comparative sur les minerais du projet Dumont Nickel, Amos, Québec (article 5) 141

3.5.1.1 Méthodologie générale 142

3.5.1.2 Résultats 144

3.5.2 Caractérisation minéralogique automatisée par microscopie optique : recommandations pour des applications en contexte géométallurgique (article 6) 149

3.5.2.1 Microscopie optique pendant l'exploration 150

3.5.2.2 Microscopie optique pour le traitement minéral 152

3.5.2.3 Microscopie optique pour la gestion environnementale 155

CHAPITRE 4 SYNTHÈSE DES AUTRES TRAVAUX 158

4.1 Analyse d'image hyperspectrale pour la minéralogie automatisée en microscopie optique 158

4.1.1 Contexte de l'étude 158

4.1.2 Méthodologie 162

4.1.2.1 Préparation des échantillons 163

4.1.2.2 Méthode de mesure de réflectance hyperspectrale optique 166

4.1.2.3 Développement de la méthode de classification minéralogique hyperspectrale optique 170

4.1.3 Résultats 172

4.1.3.1 Base de données de réflectance hyperspectrale optique.....172

4.1.3.2 Classification minéralogique basée sur l'analyse hyperspectrale optique 175

4.2 Autres études comparatives et cas d'application en contexte géométallurgique 177

4.2.1 Étude comparative de la microscopie optique automatisée sur concentrés de flottation du concentrateur LaRonde 177

4.2.2 Minéralogie automatisée en microscopie optique pour l'attribution de domaines géométallurgique du projet Dumont Nickel, Amos, Québec 178

4.2.2.1 Méthodologie générale 179

4.2.2.2 Résultats 183

CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE 188

5.1 Enjeux de la représentativité 188

5.1.1 Compromis de l'échantillonnage pour la fabrication et l'analyse des sections polies... 188

5.1.2 Avantages de la préparation de *sizing* et sédimentation préférentielle des particules.... 190

5.1.3 Réutilisation et représentativité des lames minces polies/lames minces pour la caractérisation minéralogique sous microscope optique automatisé.....192

5.1.4 Corrections stéréologiques 193

5.1.5 Procédures d'assurance contrôle et qualité (QA/QC) et réconciliation chimique/minéralogique.....195

5.2 Limites et enjeux de la microscopie optique automatisée.....198

5.2.1 Reconnaissance minéralogique manuelle par microscopie optique.....199

5.2.2 Limites de l'identification minéralogique par analyse d'image multispectrale optique et effet boite noire 199

5.2.3 Importance de l'approche de caractérisation minéralogique multitechnique 202

5.3 Limites des études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique 207

5.3.1 Limites entre les systèmes de minéralogie automatisée pour une étude comparative 207

5.3.2 Limites et recommandations de l'application de la microscopie optique automatisée dans le contexte géométallurgique du projet minier Dumont Nickel 211

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS 215

6.1 Conclusions des différents travaux 216

6.1.1 Axe de recherche 1 : représentativité des sections polies 216

6.1.2 Axe de recherche 2 : amélioration de la technique d'imagerie optique en minéralogie automatisée 218

6.1.3 Axe de recherche 3 : études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique 219

6.1.4 Échelle de niveau de maturité technologique (*Technology Readiness Level*) de la microscopie optique automatisée 222

6.1.4.1 État des lieux des systèmes de minéralogie automatisée en microcopie optique connus (article 1) 223

6.1.4.2 Contributions des travaux du doctorat sur le développement du système de *Clemex Technologies* 225

6.2 Recommandations 227

6.2.1 Amélioration de la représentativité des supports d'études pour l'analyse minéralogique automatisée 227

6.2.2 Vers une utilisation des techniques d'imagerie optique combinée et plus avancée destinée à la minéralogie automatisée 230

6.2.3 Études comparatives et cas d'applications 233

RÉFÉRENCES 235

ANNEXES 260

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Principales propriétés optiques pour l'identification minéralogique en MO polarisant en mode lumière transmise. 35

Tableau 2.2 Principales propriétés optiques pour l'identification minéralogique en MO polarisant en mode lumière réfléchie. 36

Tableau 2.3 Minéraux opaques communs (sulfures) identifiables facilement par leurs couleurs typiques au MO polarisant en lumière réfléchi; modifié de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 6, annexe G. 38

Tableau 2.4 Identification sommaire des systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS; modifié de Mermillod-Blondin, Raphaël (2005). 52

Tableau 2.5 Techniques d'analyse d'image communes pour mesurer la granulométrie des particules par systèmes de minéralogie automatisée (dP : diamètre de la particule à déterminer, SP : surface de la particule mesurée par le système). 60

Tableau 2.6 Résumé des différentes techniques de mesure des paramètres minéralogiques effectuées par les systèmes de minéralogie automatisés ainsi que les méthodes de correction stéréologique et IC associés. 76

Tableau 3.1 Exemple de valeur de SNG en fonction des longueurs d'onde (365 nm, 436 nm et 585 nm) pour effectuer l'identification/classification par analyse multispectrale d'images optiques avec des algorithmes booléens opérés avec le logiciel CVPE®; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 120

Tableau 3.2 Attribution du domaine géométallurgique des échantillons de l'étude selon le rapport minéralogique fourni par QEMSCAN® et le MOA; modifié de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 148

Tableau 4.1 Identification minéralogique selon les domaines hyperspectraux; issu de Specim (2022). 161

Tableau 4.2 Liste des minéraux étudiés et compositions des standards minéralogiques fabriqués. 165

Tableau 4.3 Liste des longueurs d'onde pour chaque échantillon étudié pour permettre une classification minéralogique efficace avec les cubes hyperspectraux bruts acquis. 175

Tableau 4.4 Attribution des domaines des échantillons étudiés selon les résultats du QEMSCAN® (Sp-Fe : serpentine riche en fer; Hz/Pn : rapport heazlewoodite sur pentlandite). 179

Tableau 4.5 Valeurs des facteurs d'échantillonnage utilisés pour élaborer une préparation d'échantillonnage en fonction des propriétés des échantillons étudiés (MI : minéraux d'intérêt). 181

Tableau 4.6 Valeurs de SNG de chaque minéral opaque détecté sur les échantillons étudiés en fonction des longueurs d'onde (405 nm, et 436 nm) pour effectuer l'identification/segmentation par analyse multispectrale d'image optique avec algorithmes booléens opérés avec le logiciel CVPE®. 183

Tableau 4.7 Abondance minérale des minéraux nickélifères détectables par le MOA (i.e. awaruite, pentlandite et heazlewoodite), résultats du calcul du rapport minéralogique Hz/Pn ; attribution du domaine géométallurgique et comparaison QEMSCAN® sur les échantillons étudiés. 187

Tableau 5.1 Comparaison en précision, temps et coûts des informations minéralogiques obtenues par la méthode de caractérisation minéralogique multitechnique et par les méthodes de caractérisation minéralogique automatisée. « + » : évaluation positive; « - » :évaluation négative, modifiée de Chopard (2016). 204

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 Gravure issue de l'ouvrage « De Re Metallica » de Georgius Agricola pour illustrer la technique du tri minéralogique; issu de Malcolm Farmer et Sentoff (2011). 10

Figure 2.2 Étapes de fabrication de lame mince polie; description des étapes donnée en section 2.2.1.1. 16

Figure 2.3 Étapes de fabrication de section polie (SP), description des étapes donnée en section 2.2.1.2. 18

Figure 2.4 Représentation graphique de la différence entre le biais et la précision. Les cibles de la rangée supérieure représentent une mesure précise où les résultats des mesures sont très proches. Les cibles de la rangée inférieure représentent une mesure imprécise où les résultats des mesures sont éloignés. La colonne de gauche, la mesure est non biaisée où les mesures tendent vers le centre de la cible. La colonne de droite, la mesure est biaisée, les mesures s'éloignent du centre de la cible. 19

Figure 2.5 Différents aspects de la représentativité des SP (IC : intervalle de confiance). 20

Figure 2.6 Exemple de plan d'échantillonnage à partir d'un matériau de lot selon la droite de sécurité dérivée de la loi de d'échantillonnage de Pierre Gy. Le matériau initial à échantillonner est un minerai de sulfure commun avec les propriétés intrinsèques suivantes : $aL = 1\%, f = 0.5, l = 1, \delta a = 5\ \mathrm{g/cm3}, \delta g = 2.6\ \mathrm{g/cm3}$). 23

Figure 2.7 Exemple de particules adéquatement séparé sur une SP (a) et d'agglomération de particules interprétées comme une seule particule par un système de minéralogie automatisée (b). 24

Figure 2.8 Procédé d'une coupe verticale polie et observation de la dispersion des particules minérales ; (a) : le carré rouge de la coupe verticale polie est la zone d'observation représentée en (b) et (c) ; (b) : sédimentation préférentielle des particules. (c) : exemple où les particules possèdent une dispersion optimale; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023), article 3, annexe D. 27

Figure 2.9 a) Exemple de particules de même forme coupée par un plan représentant la surface analysée par un microscope sur une SP, b) représentation 2D des particules du plan analysé par un microscope présentant des formes différentes des mêmes particules. 29

Figure 2.10 Exemple de définition d'intervalles de confiances pour évaluer l'incertitude de la teneur d'un minéral d'intérêt (dont la valeur vraie est de 50%) en fonction du nombre de particules analysées (méthode de déterminations des intervalles de confiances présentée en section 2.4.1). 31

Figure 2.11 Chemin optique la lumière au sein d'un microscope optique polarisant proposant le mode lumière a) transmise et b) réfléchie; modifié de Vigier (2008). 32

Figure 2.12 Disposition des différents éléments optiques selon les deux modes de lumière disponible au sein d'un MO polarisant : a) mode de lumière transmise, b) mode de lumière réfléchie. 34

Figure 2.13 Schéma du MEB et détecteurs associés; modifié de Mohammed et Abdullah (2018). 42

Figure 2.14 Principe de la spectroscopie EDS. RX : rayon X, $h\nu_n$: énergie des photons X émis, e^- : électron; issu de Chopard (2016). 44

Figure 2.15 Exemple de cartographie élémentaire X sur un échantillon de silicates, pyrite et arsénopyrite; a) image e_r de la zone analysée, b) cartographie élémentaire X de l'élément S, c) cartographie élémentaire X de l'élément Si, d) cartographie élémentaire X de l'élément As. 45

Figure 2.16 Types de signaux générés suite à l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon : e_s électrons secondaires, e_r électrons rétrodiffusés, RX : rayons X; modifié de Mermillod-Blondin, Raphael et al. (2011). 46

Figure 2.17 Principe du détecteur WDS du MSE; issu de Batanova, Valentina G. et al. (2015). 47

Figure 2.18 Exemple de segmentation des particules (cartographie minéralogique) proposé par un système de minéralogie automatisée type MEB-EDS (QEMSCAN®) sur un échantillon (fraction +75 µm) de minerai de la mine Amaruq (mine Agnico Eagle Limitée) étudié..... 49

Figure 2.19 Différents modes d'analyse EDS généralement disponibles par les systèmes de minéralogie automatisée pour l'identification minéralogique des particules; a) scan linéaire, b) analyse EDS des centroïdes des particules, c) cartographie EDS plus ou moins poussée; modifié de Hrstka et al. (2018)..... 50

Figure 2.20 Illustrations des différentes techniques de mesure non biaisée de la teneur minéralogique par systèmes de minéralogie automatisée; a) image optique LPNA, b) technique mesure surfacique des phases (Delesse, 1866), c) technique de mesure intersection linéaire Rosiwal (1898), d) technique de comptage de points (Thomson, 1930); modifié de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 55

Figure 2.21 Exemple de distribution du Ni métallurgiquement récupérable parmi les minéraux quantifiables par analyse sous microscope optique automatisé (awaruite, pentlandite et heazlewoodite) sur quatre échantillons provenant du projet Dumont-Ni étudié; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 57

Figure 2.22 Exemple de représentation graphique des valeurs estimées de teneur minérale quantifiée pour différentes phases minérales hypothétiques où les IC sont représentées par les barres d'erreurs sur chaque histogramme (en exemple : le minéral-2 possède une valeur estimée de 45.19 vol. % avec des IC de bornes supérieure de 48.75 vol. % et inférieure de 38.01 vol. %). 58

Figure 2.23 Exemple de courbes granulométriques. 59

Figure 2.24 Exemple de représentation d'une analyse granulo-minéralogique par système QEMSCAN® où une préparation de sizing a été utilisée selon 5 fractions granulométriques. 61

Figure 2.25 Exemple de représentation graphique des valeurs estimées de teneur minérale quantifiée pour la chalcopyrite ($CuFeS_2$) pour chaque fraction granulométrique à la suite d'une représentation de *sizing*. Les IC sont représentées par les barres d'erreurs sur chaque boite à moustaches à la suite de la méthode *bootstrap resampling*; issu de Evans, C. L. et Napier-Munn (2013)..... 64

Figure 2.26 Degrés de libération du MI (noire) dans le reste d'un grain (blanc); issu de Petruk, W. (2000). 65

Figure 2.27 Exemples de textures complexes au sein de grains mixtes (de 1 à 6); issu de Lastra, R. (2002). 66

Figure 2.28 Différentes techniques de mesure de la libération; a) grain mixte avec MI en noir, b) technique surfacique (libération) avec 30 à 40% de libération du MI en gris, c) technique périmétrique (exposition) avec 10 à 20% d'exposition du MI en gris. 67

Figure 2.29 Représentations des degrés de libérations selon les deux méthodes (surfacique et périmétrique) rappelant la différence de résultats entre les deux techniques issues de la caractérisation d'une phase d'intérêt venant d'un échantillon hypothétique. 68

Figure 2.30 Biais stéréologique selon le degré de libération minéralogique (issu de Spencer et Sutherland (2011). 69

Figure 2.31 Comparaisons des IC pour la quantification du degré de libération de la chalcopyrite selon une fraction granulométrique issu d'un concentré (a) et d'un résidu (b) d'un procédé de flottation; issu de Lotter, N. O. et al. (2018). 70

Figure 2.32 Exemple de représentation graphique de la quantification d'association minéralogique possible (issues de la caractérisation d'une phase d'intérêt venant d'un échantillon hypothétique). 72

Figure 2.33 Différentes textures de particules allant d'une simple veine à des multiples (1 à 5) et allant d'une inclusion simple à multiple (6 à 10); issu de Pérez-Barnuevo, Laura et al. (2012). 74

Figure 2.34 Exemple de mesure PSSA selon la texture minérale d'un MI (rouge) au sein d'un grain mixte. 75

Figure 2.35 Les différentes étapes du cycle minier. 78

Figure 2.36 Description des étapes de transformation des ressources en réserves d'un projet minier; modifié de ICM (2000). 80

Figure 2.37 Approche traditionnelle en silos des compagnies minières. 82

Figure 2.38 : schéma d'élaboration d'un programme géométallurgique avec ses différentes étapes; modifié de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G.83

Figure 2.39 Pertinence de la minéralogie appliquée dans le cycle minier et les différents départements de la mine; issu de Benzaazoua et Bussière (2018). 87

Figure 2.40 Exemple de séquence paragénétique des minéraux opaques selon un processus hydrothermal de serpentinisation obtenue par étude minéralogique du projet Dumont Nickel; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F et modifié de Sciortino et al. (2015). 89

Figure 2.41 Exemple d'images classifiées/cartographie minéralogique de boite de carottes de forages obtenues par imagerie hyperspectrale; issu de Michaux et O'Connor (2020). 91

Figure 2.42 Schéma théorique de la courbe de récupération. 93

Figure 2.43 Différents aspects de la minéralogie appliquée pour le traitement minéral. 94

Figure 2.44 Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du RPN; issu de Bouzahzah et al. (2014). 99

Figure 2.45 Logigramme de la détermination du potentiel de génération de DMA selon les essais statiques de calculs PNN et/ou RPN et la caractérisation minéralogique nécessaire; les formules de calculs de PA et PA sont données par les références mentionnées et Bouzahzah et al. (2014). 100

Figure 2.46 Disponibilités de la réaction d'oxydation des sulfures selon la libération du minéral de sulfure ; modifié de Chopard (2016) et Mills (2013). 101

Figure 3.1 Approche générale des axes de recherche avec travaux/articles du doctorat présentés avec numéro de sections associées. 106

Figure 3.2 Image segmentée après une procédure de classification par une routine d'AI utilisant le SNG; (A) image en LPNA; (B) image segmentée finale issue d'une opération de classification booléenne; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A. 109

Figure 3.3 Biais de quantification pour le degré de libération minérale sous MOA. A : une particule mixte avec un degré de libération de 30 à 40 % pour le MI (remplissage noir) par rapport au reste de la particule (minéral de gangue transparent, remplissage gris); B : la même particule mixte sous MOA rapporte un degré de libération de 100 % pour le MI sans la détection du

minéral de gangue transparent (contour en pointillé); issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A. 111

Figure 3.4 Évolution de la technique de MOA depuis les années 2000 incluant les améliorations recommandées; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A. 113

Figure 3.5 Principe du chemin optique utilisée lors des travaux pour acquérir des images multispectrales à partir du dispositif de MOA Leica DMI8; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 116

Figure 3.6 Boîte de dialogue du logiciel Clemex Vision PE ® utilisé pour l'étude. Encadré Rouge : image et réglages associés, Orange : Routine développée et boîte à outils, Vert : Chemin d'acquisition d'images (*stage pattern*), Bleu : Catégorie de pixels (*bitplanes*). 117

Figure 3.7 Principe général de la routine « universelle » développée sous le logiciel CVPE® à modifier selon l'échantillon à analyser pour permettre une discrimination/identification optimale des phases minérales opaques; modifié de de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 119

Figure 3.8 Image optique en LPNA réfléchie d'une SP sous résine acrylique (VersoCit-2 Kit® du fournisseur Struers©); a) matrice typique bullée, et b) SP en résine acrylique avec des particules opaques (galène, flèches rouges) et des particules transparentes (quartz, flèches vertes); issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E. 124

Figure 3.9 Méthodologie générale des travaux sur l'étude comparative sur la résine acrylique; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023), article 3, annexe D. 126

Figure 3.10 Courbes de comportement rhéologique obtenues pour les résines étudiées : a) courbes d'écoulement et b) courbes de viscosité; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D. 129

Figure 3.11 Quantification de l'abondance minérale fournie par le MOA et comparaison avec l'abondance théorique. Le nombre à côté de chaque série de barres représente la différence en % entre la quantification et l'abondance théorique des standards étudiés; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D. 131

Figure 3.12 : images en mosaïque optique de la coupe verticale des SP étudiés : a) résine époxy, b) résine *carbon black*, et c) résine acrylique. La flèche rouge indique la direction de dispersion des particules minérales vers le fond du PS (Ycent) et les histogrammes montrent la dispersion des particules en fonction des espèces minéralogiques (l'axe de fréquence de l'histogramme de la résine époxy n'est pas sur la même échelle par rapport aux deux autres résines); issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D. 133

Figure 3.13 Méthodologie générale des travaux sur le développement de l'approche utilisant un algorithme de deep leaning pour la détection automatique sous MOA sur la résine acrylique; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E..... 135

Figure 3.14 Illustration des résultats sur l'ensemble d'images tests de l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E..... 139

Figure 3.15 : illustration graphique des résultats obtenus sur la quantification comparative obtenue sur les standards. Le nombre à côté de chaque série de barres représente la différence en % entre la quantification et l'abondance théorique des standards étudiés; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E..... 141

Figure 3.16 Méthodologie comparative générale utilisée dans l'étude sur les minerais du projet minier Dumont Nickel; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F..... 143

Figure 3.17 Illustrations sous forme d'histogrammes de l'abondance minérale et des résultats du *Ni-deportment* récupérable correspondant de l'étude comparative pour chaque échantillon étudié. Les histogrammes bleus représentent les résultats du QEMSCAN®, les histogrammes orange les résultats du MOA. Le nombre au-dessus de chaque série de barres représente la différence de quantification en % entre les deux appareils; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 145

Figure 3.18 Images mosaïques de l'échantillon de domaine serpentine riche en fer (Exp_440); a) image mosaïque en LPNA réalisée sous CVPE®, b) image mosaïque classifiée finale (cartographie minéralogique) réalisée par sous CVPE® et c) image mosaïque de la cartographie minéralogique obtenue par l'analyse QEMSCAN® (les cases rouges indiquent les zones non analysées par le QEMSCAN®); issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 146

Figure 3.19 Résumé graphique des applications recommandées de l'utilisation de la MOA en contexte géométallurgique; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G. 151

Figure 3.20 Exemples d'intégration de la MOA dans un circuit de traitement pour optimiser le traitement du minerai; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G. 154

Figure 3.21 Exemples de domaines géoenvironnementaux et de méthodes appropriées de gestion des rejets miniers déterminés à l'aide de la MOA; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G. 157

Figure 4.1 Domaines de longueur d'onde utilisés par les techniques d'imagerie multispectrale optique et hyperspectrale des outils de *logging* automatisée. 159

Figure 4.2 Différences des modes d'imageries multispectrale et hyperspectrale. 160

Figure 4.3 Principe du chemin optique utilisée lors des travaux pour acquérir des données hyperspectrales optiques sur les échantillons étudiés à partir du second dispositif de MOA Leica© DM6000 M. 163

Figure 4.4 Méthodologie générale pour la préparation et évaluation de la pureté des minéraux et échantillons de minéraux étudiés. 164

Figure 4.5 Méthodologie d'acquisition base de données de réflectance minérale hyperspectrale optique. 168

Figure 4.6 a) Spectre d'émission de la source de lumière halogène utilisés dans l'étude pour calibrer le MO hyperspectrale. 169

Figure 4.7 Exemple sur l'échantillon de standard de sulfure 1 pour le développement de la méthode de classification minéralogique basé sur les mesures hyperspectrales optiques. 171

Figure 4.8 Base de données de réflectance hyperspectrale optique obtenue sur les différents minéraux étudiés. 173

Figure 4.9 Comparaison entre les données de réflectances hyperspectrales optiques obtenues sur les minéraux de sulfures communs (gauche) et la base de données de réflectance des mêmes minéraux de López-Benito et al. (2020) (droite). 174

Figure 4.10 Classification finale obtenue selon la méthode d'imagerie hyperspectrale optique développée pour l'échantillon de pyrite grossier; (A) image RGB du cube hyperspectrale brute, (B) image classifiée finale..... 176

Figure 4.11 Étude comparative sur la composition modale (sulfures) entre analyses optiques (MO) et analyses QEMSCAN® sur les échantillons de flottation étudiés (Feed : alimentation; Conc Pb : concentré de Pb; Conc Zn : concentré de Zn; Conc Py : concentré de pyrite). 178

Figure 4.12 Nombre de SP qu'il est recommandé de préparer en fonction de la taille maximale du sommet d (tamis granulométrique disponible) selon les propriétés du matériau échantillonné (concentration de MI $aL = 0.27\%$, facteur de forme des particules $f = 0{,}5$, facteur de distribution granulométrique $g = 0{,}75$, masse spécifique du MI $\delta a = 6.02 g/cm3$, et masse spécifique de la gangue $\delta g = 2.6\ g/cm3$ donnent un facteur $K = 832.65\ g/cm3$) ; écart-type maximal de l'erreur fondamentale fixé $\sigma(EF) = 0{,}25$. 182

Figure 4.13 (1) Images en LPNA des échantillons étudiés en article 5, (2) images segmentées obtenues par le MOA selon la routine adaptée pour l'étude; a) échantillon de domaine serpentine riche en Fe (Exp_440), échantillon du domaine pentlandite dominant (Exp_390). 184

Figure 4.14 (suite) (1) Images en LPNA des échantillons étudiés en article 5, (2) images segmentées obtenues par le MOA selon la routine adaptée pour l'étude; c) échantillon du domaine sulfure mixte (Exp_498), d) échantillon de domaine heazlewoodite dominant (Exp_466)..... 185

Figure 4.15 Résultats de la composition modale par MOA sur les 12 échantillons étudiés. 186

Figure 5.1 Nombre de SP de 30 mm qu'il est recommandé de préparer en fonction de la taille maximale de la particule d du matériau considéré et selon les lignes de sécurité fixées à $\sigma EF = 8\%/p = 2$ pour plusieurs minerais typiques ayant les propriétés intrinsèques théoriques communes données par l'article 2 avec aL donnée par la figure; issu de De Castro, Benjamin, Marcotte, Denis, et al. (2022), article 2, annexe C. 190

Figure 5.2 Images rendues en 3D à l'aide de la reconstruction par tomographie à rayons X assistés par ordinateur d'une alimentation de flottation de cuivre (+150 μm); issu de Miller et Lin (2018). 194

Figure 5.3 Exemple de réconciliation chimique effectuée pour des analyses QEMSCAN sur un minerai de la mine Amaruq (mine Agnico Eagle Limitée) étudié. 197

Figure 5.4 Décalage des images spectrales dues à l'aberration chromatique dans l'échantillon du domaine sulfuré mixte (Exp_498); a) exemple d'intercumulus où des particules de pentlandite et d'heazlewoodite sont présentes, b) images multispectrales obtenues à 365 nm et 585 nm, et c) décalage de l'aberration chromatique se produisant pendant le *stacking* de valeurs de SNG des pixels de sulfure, ce qui donne une mauvaise discrimination des pixels de sulfure; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F. 209

Figure 5.5 Exemple d'image optique d'échantillons du projet Dumont Nickel où les particules transparentes sont détectables avec l'algorithme de *deep learning* développé en article 4, annexe E; a) image optique originale, b) image de masque où toutes les particules (opaque et transparent) sont détectées. 214

Figure 6.1 Échelle de niveau de maturité technologique (*Technology Readiness Level*, TRL); selon Mankins (2009). 223

Figure 6.2 Niveaux de maturités technologiques (TRL) des différents systèmes de MOA selon l'article 1, annexe A. 224

Figure 6.3 Niveaux de maturité technologique TRL des différents composants/techniques d'imagerie étudiées et développées au cours du doctorat et recommandations. 226

Figure 6.4 Recommandation de développement de nouveau support d'étude pour l'analyse minéralogique automatisée où toutes les particules d'un échantillon peuvent être analysées avec visualisation des particules à travers la SP a) format de SP standard (30 mm de diamètre); b) suggestion de format d'une plaque de résine de 10 cm de longueur et largeur. 229

Figure 6.5 Standard de minéraux arséniés (A : image LPNA) utilisé pour les travaux sur l'imagerie hyperspectrale optique (section 4.1) dont les courbes de réflectances sont trop proches (recouvrement de réflectance) qui n'ont pas permis une classification efficace avec la procédure développée. B : image en LPA permettant de percevoir la différence de comportement d'anisotropie entre les minéraux; issu de l'annexe I. 231

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

2D	Deux dimensions
3D	Trois dimensions
AI	Analyse d'image
AIM	Association Internationale de Minéralogie
AIMO	Analyse d'image multispectrale optique; Optical multispectral image analysis (OMIA)
Aw/Mt	Rapport awaruite sur magnétite
BWI	*Bond Work Indice*; Indice de broyabilité de Bond
CAPEX	*Capital expenditure*; Coût de capitalisation/d'investissement
CCD	*Charged coupled device*; capteur photographique
CNMMN	Commission sur les Nouveaux Minéraux et Noms de Minéraux
CSIRO	*Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation*; organisation scientifique et industrielle du Commonwealth;
CVPE®	Clemex vision professional edition®
DMA	Drainage minier acide
DNC	Drainage neutre contaminé
DIPS	Diamètre d'inclusion physique des sulfures
DPPSA	*Phase Specific Surface Area*
DRX	Diffractomètre à rayons X ou diffraction des rayons X
e.g.	Par exemple; exempli gratia
EDS	*Energy-dispersive X-ray spectroscopy*; spectroscopie en énergie dispersive;
EF	Erreur fondamentale
e_r	Électrons rétrodiffusés
e_s	Électrons secondaires

Hz/Pn	Rapport heazlewoodite sur pentlandite
i.e.	C’est-à-dire; id
IC	Intervalles de confiance
ICAM	*International Commission on Applied Mineralogy*; commission internationale sur la minéralogie appliquée;
ICP-AES	*Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy*; spectroscopie d'émission atomique à plasma à couplage inductif;
ICP-MS	*Inductively coupled plasma mass spectroscopy*; spectroscopie de masse à plasma à couplage inductif;
IR	Infrarouge; *infrared*
LA-ICP-MS	*Laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry*; spectrométrie de masse à plasma inductif par ablation laser;
LIBS	*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*; Spectrométrie d'émission atomique de plasma induit par laser
LM	Lixiviation des métaux
LPA	Lumière polarisée analysée; *crossed polarized light* (CPL)
LPNA	Lumière polarisée non analysée; *plane polarized light* (PPL)
LWIR	*Long wave infrared*; infrarouge à longue longueur d’onde
MEB	Microscope électronique à balayage ou microscopie électronique à balayage
MI	Minéral d’intérêt
MO	Microscope optique ou microscopie optique
MOA	Microscope optique automatisé ou microscopie optique automatisée
MEI’22	*Minerals Engineering International 2022*
MP-SEM-IPS	*Microprobe-scanning electron microscopy- image processing system*; microsonde - microscopie électronique à balayage - système de traitement d'images
MSE	Microsonde électronique

MWIR	*Mid wave infrared*; infrarouge à longueur d'onde moyenne
NIR	*Near infrared*; proche infrarouge
OPEX	*Operational expenditure*; Coût d'opération
PA	Potentiel d'acidité
PGE	*Platinum group elements*; Éléments du groupe du platine
PN	Potentiel de neutralité
PNN	Potentiel net de neutralisation
PSSA	*Phase Specific Surface Area*
QA/QC	*Quality assurance/quality control*; assurance qualité et contrôle qualité
RGB	*Red-green-blue*; Rouge-vert-bleu (caméra)
RPN	Rapport de potentiel de neutralité
S/C	Analyse soufre/carbone par four induction
SNG	Seuillage de niveaux de gris
SP	Section polie
Sp-Fe	Serpentine riche en Fe
SWIR	*Short wave infrared;* infrarouge à courte longueur d'onde
TRL	*Technology Readiness Level*; échelle de niveau de maturité technologique
WDS	*Wavelength dispersive spectroscopy;* Spectroscopie en énergie de longueur d'onde
XRF	*X-ray fluorescence;* Fluorescence X
Z	Numéro atomique (d'un élément chimique)

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A Article 1 : Automated Mineralogical Characterization using Optical Microscopy: Review and Recommendations 260

ANNEXE B Lignes de code de la routine universelle développées sous *Clemex Vision Professionnal Edition*® 308

ANNEXE C article 2 : Technical Note Adaptation of Pierre's Gy Theory of Sampling for Polished Section Preparation geared towards Automated Mineralogical Analysis 326

ANNEXE D article 3 : Novel Technique for the Preparation and Analysis of Powder based Polished Sections by Automated Optical Mineralogy: Part 1 – Representativity Comparative Study 339

ANNEXE E article 4 : Novel Technique for the Preparation and Analysis of Powder based Polished Sections by Automated Optical Mineralogy: Part 2 – Use of Deep Learning approach 379

ANNEXE F article 5 : Automated Mineralogy using Optical Microscopy in a Geomettalurgical Context: a Comparative Study on Dumont Nickel Project Ores, Amos, Quebec 423

ANNEXE G article 6 : Automated Mineralogical Characterization using Optical Microscopy: Recommendations for Applications in a Geometallurgical Context 476

ANNEXE H Liste des minéraux étudiés et résultats de l'évaluation de pureté pour les travaux de la section 4.1 (XRD: X-ray diffraction, PPL: plane-polarized light, CPL: crossed polarized light) 523

ANNEXE I Résultats des classifications minéralogiques hyperspectrales optiques obtenus issus des travaux de la section 4.1 532

Chapitre 1 Introduction

L'explorateur Jacques Cartier (1491-1557), lors de son troisième voyage en 1541 vers les terres de ce qu'il appelait déjà le Canada, entreprit d'implanter une colonie sous le drapeau à fleurs de lys du roi François 1er (Cartier & Maran, 1843). L'explorateur cherche cette fois-ci à trouver de nouvelles ressources minières. Il négocie alors avec les Iroquoiens du Saint-Laurent, peuple autochtone de la région, pour accumuler de l'or et des diamants ramassés par eux. La pauvre connaissance en identification minéralogique de Cartier l'amène à faire expertiser le minerai qu'à son retour en France (Melançon, 1979). Les diamants sont en réalité des cristaux de quartz (SiO_2) et l'or, de la pyrite (FeS_2), minéraux très communs et sans grande valeur. Ce pauvre succès de découverte de toute nouvelle ressource donna l'expression « faux comme les diamants du Canada » et confirma la réputation de la pyrite « d'or des fous » (Rickard, 2015). Déçu de cette conclusion, il décida de ne plus revenir au Canada tout le reste de sa vie. Un apprentissage à reconnaitre les minéraux de la part de l'explorateur, même rudimentaire, aurait pu éviter son retour vers le vieux continent trop hâtif et l'aurait encouragé à poursuivre son exploration de ressources en terres canadiennes.

Aujourd'hui, l'industrie minière repose sur une caractérisation poussée du minerai afin d'éviter toutes décisions trop prématurées comme ce qu'a pu faire l'explorateur Cartier en son temps. Les sociétés contemporaines ont maintenant besoin de substances minérales plus diversifiées : Cu, Pb, Zn, Ni, Ag, éléments des terres rares, Pt, etc. (Gregoir, 2022; Vidal, 2018). Une augmentation de la demande mondiale en métal apparait ainsi depuis plusieurs décennies (Backman, 2008; Månberger & Stenqvist, 2018; Watari et al., 2021). Par conséquent, l'industrie minière cherche continuellement à améliorer ses techniques et opérations pour exploiter les gisements de manière la plus rentable et la plus efficace que possible, tout en minimisant les impacts environnementaux. Le but est également de répondre à des défis de plus en plus exigeants : baisse des teneurs des gisements, extraction de plus en plus profonde, exploitation et traitement minéral plus complexe ou encore la prise en compte du cadre environnemental et social. Le cycle minier correspond à une succession d'étapes de différentes durées et capitalisations. Il commence généralement par les étapes d'exploration et finit avec la fermeture de la mine, la restauration et la surveillance du site en passant par les études de faisabilité, la construction et les phases de production. La

caractérisation du minerai est une étape essentielle à effectuer dès le début du cycle minier et le demeure tout le long du projet jusqu'à la fermeture de la mine.

1.1 Contexte de l'étude

La caractérisation minéralogique du minerai contribue à la compréhension de la métallogénie du dépôt et donne des informations pertinentes et essentielles pour la prise de décisions lors de l'exploration (Jébrak & Marcoux, 2008), de l'extraction, du traitement minéral (Bradshaw, D J, 2014; Lotter, Norman O., 2011; Petruk, W., 2000) et de la gestion des rejets miniers (Brough, C. P. et al., 2013; Chopard, 2016; Parbhakar-Fox et al., 2010). La caractérisation minéralogique effectuée dès les premières étapes d'un projet minier donné permet l'anticipation et l'optimisation de la faisabilité du projet (Chopard, 2016; Jébrak & Marcoux, 2008; Picot & Johan, 1977; Vermette, 2018). Dans les faits, la minéralogie est importante puisqu'elle permet : i) de guider les étapes d'exploration, ii) de fournir des données fiables pour évaluer la distribution de la minéralisation (ressources), iii) d'aider à la conception d'un plan de traitement minéral optimal et iv) d'aider à la gestion des rejets miniers.

La géométallurgie est un terme relativement récent permettant de regrouper tous ces derniers aspects de la mine dans un seul concept. Il permet ainsi d'intégrer toute information géoscientifique (géologique, minière, du traitement du minerai, économique et environnemental) afin de maximiser la valeur nette d'un gisement tout en minimisant les risques techniques et opérationnels (Dominy, S. C. & O'Connor, 2016; Lishchuk et al., 2020; McKay et al., 2016; Turner-Saad, 2010). Aujourd'hui, la géométallurgie est de plus en plus utilisée dans l'industrie minière pour la gestion des risques et l'optimisation des processus au cours des étapes minières, de la conception à la gestion intégrée des rejets miniers en passant par la production des usines de traitement minéral. Elle est aussi utilisée pour renforcer les connaissances des gisements complexes et variables. La géométallurgie regroupe ainsi beaucoup de disciplines et consiste à la combinaison de :

1. L'information géologique et des données géostatistiques connexes basées sur un échantillonnage systématique et de bonnes qualités du corps minéralisé,
2. Le traitement, ou la concentration (minéralurgie) et l'extraction (métallurgie) des métaux et des sous-produits dérivés du minerai qui reposent sur des essais en laboratoire et à l'échelle de l'usine pilote afin de déterminer les réactions du minerai face à différents procédés (comportement minéralogique),

3. La géomodélisation afin de créer un modèle prédictif spatial géologique pour le plan de traitement minéral,
4. La caractérisation des rejets miniers générés par une opération minière (stériles) et un traitement de minerai (résidus). Cela fournit une meilleure prévision et par conséquent une gestion optimale des rejets miniers.

La caractérisation minéralogique, fournissant des informations pertinentes, devient indispensable pour les étapes de géométallurgie (Hoal et al., 2013; Michaux & O'Connor, 2020; van den Boogaart & Tolosana-Delgado, 2018; Zhou, 2013).

1.2 Problématique générale

La caractérisation minéralogique précise est souvent complexe, longue et fastidieuse lorsqu'elle est effectuée manuellement. Par conséquent, la caractérisation minéralogique a été progressivement abandonnée par l'industrie minière, principalement dû à la démocratisation des analyses chimiques (i.e. une analyse et/ou technique de caractérisation devenue accessible financièrement et acceptée comme étant fiable et pertinente dans le domaine de l'industrie minière). Cependant, l'analyse chimique ne peut fournir aucune information sur la minéralogie et les textures (degré de libération, granulométrie par phase minéralogique, associations minéralogiques), alors que la détermination de ces paramètres minéralogiques peut être pertinente pour l'industrie minière et est devenue indispensable pour les programmes géométallurgiques (Hoal et al., 2013; Michaux & O'Connor, 2020; van den Boogaart & Tolosana-Delgado, 2018; Zhou, 2013). Entre-temps, les deux dernières décennies ont montré un important développement des techniques de minéralogie automatisée qui a pu être facilité par l'amélioration des performances des ordinateurs et de l'analyse d'image numérique (augmentation des capacités de mémoires pour le bon fonctionnement de programmes complexes et le stockage d'images). La majorité des méthodes de minéralogie automatisée utilise la microscopie électronique à balayage (MEB) couplée avec l'analyse rapide et efficace de la spectroscopie à rayons X en énergie dispersive (EDS) permettant d'obtenir les données texturales. Bien que ces techniques aient prouvé leurs performances pour obtenir des informations minéralogiques fiables, représentatives et significatives (Gottlieb, Paul, 2008; Gu, 2003; Gu et al., 2014; Lastra, R. & Paktunc, 2016; Sylvester, 2012), elles constituent néanmoins des investissements majeurs pour les compagnies minières et laboratoires d'analyses, limitant leur utilisation à plus grande échelle.

Actuellement, la caractérisation minéralogique automatisée n'est utilisée que dans deux principaux cas :

- Pendant les études de préfaisabilité et études de faisabilité afin de dimensionner une usine de traitement;
- Pour identifier un problème qui peut survenir au cours du cycle minier;
- Lors des tests de prédictions environnementales.

Pourtant, lors de l'étape de caractérisation des échantillons pour l'élaboration d'un programme géométallurgique, une caractérisation minéralogique par analyses d'images (AI) sous ces systèmes automatisés est devenue indispensable et est, par conséquent, systématiquement effectuée (Baumgartner et al., 2011; Lamberg, 2011; Lund et al., 2015; Zhou, 2013).

Pour inciter les compagnies minières à utiliser la caractérisation minéralogique automatisée, pertinente lors des principales étapes du cycle minier, il est donc nécessaire de développer un outil automatique abordable, performant et fiable. Le microscope optique (MO) ou la microscopie optique automatisée (MOA) peut ainsi répondre à ces attentes. Depuis le début du XX^{e} siècle, le MO représentait un outil de référence pour la caractérisation minéralogique au sein des compagnies minières, mais il a été progressivement abandonné, durant les trois dernières décennies, en faveur des analyses chimiques précédemment citées. Pourtant, les MO sont moins contraignants sur le plan de l'utilisation (équipements plus accessibles en ce qui concerne le coût et le fonctionnement) par rapport aux systèmes automatisés types MEB-EDS (tels que QEMSCAN®, MLA®, TIMA®). L'imagerie optique en lumière réfléchie, ayant l'avantage d'être moins chère que son homologue électronique, peut être utilisée pour identifier les minéraux opaques (sulfures et sulfosels, oxydes et hydroxydes, éléments natifs et alliages) et possède un potentiel pour l'application de procédures de caractérisations minéralogiques texturales de routine au sein d'un projet minier (Chopard et al., 2019; Donskoi, E. et al., 2021; Donskoi, E. et al., 2016; Lane et al., 2008; López-Benito et al., 2020).

1.3 Objectifs de la thèse

1.3.1 Objectif général

Le projet de thèse a pour but de répondre à ce besoin de contribuer à la valorisation de la MO pour la caractérisation minéralogique automatisée pour diverses applications minières. Cette étude suggère également de réintroduire la pertinence de la minéralogie appliquée pour la caractérisation de matériaux minéraux miniers (minerais, stériles, concentrés, résidus, etc.) et ainsi incorporer l'approche géométallurgique au sein des opérations minières. Il convient de mentionner que le but du projet n'est pas de remplacer les méthodes déjà utilisées au sein des compagnies minières (notamment les caractérisations chimiques). Le but est d'offrir des options supplémentaires et complémentaires de caractérisation minéralogique et de rendre ainsi l'information minéralogique plus accessible à l'industrie à toutes les étapes d'un projet minier.

Ainsi l'objectif général consiste à développer et à améliorer des approches et techniques de caractérisation minéralogique abordables, fiables et précises via MOA. Ces nouveaux développements et améliorations ont pour but d'être utiles à l'industrie minière afin de proposer l'utilisation de nouveaux paramètres minéralogiques de suivis lors de leurs opérations (composition modale, granulo-minéralogie, degré de libération, associations minéralogiques et texture minéralogique). Prouver, en somme, l'efficacité de la nouvelle technique développée afin d'inciter l'industrie minière à utiliser la minéralogie comme une étape de caractérisation indispensable pour l'optimisation et le bon fonctionnement d'un projet minier.

1.3.2 Objectifs spécifiques

Afin d'atteindre cet objectif général, plusieurs objectifs spécifiques ont été établis afin de prouver l'efficacité de la technique de caractérisation minéralogique sous MO :

1. Le développement de protocoles de préparations de supports d'études représentatifs;
2. L'amélioration de la technique d'imagerie sous MOA afin de proposer de nouvelles techniques de caractérisation minéralogique plus efficaces et précises;
3. L'étude comparative et d'application de la MOA dans un contexte géométallurgique afin de prouver la fiabilité de la technique.

1.4 Hypothèses de recherche

La MOA peut constituer un outil de caractérisation minéralogique abordable et fiable pour les compagnies minières. Elle peut constituer une technique permettant d'obtenir des informations minéralogiques précises et pertinentes pour l'optimisation des opérations minières. Par ailleurs, le domaine de la MOA est aujourd'hui encore très peu développé.

Ainsi, dans le cadre de ce doctorat, différentes hypothèses ont été avancées, appuyées notamment par des références bibliographiques et d'anciens travaux réalisés :

- Un échantillon de matériau minéral réduit à sa visualisation sous support d'étude peut être suffisamment représentatif de l'échantillon en question;
- La MOA peut être un outil utile et efficace pour la caractérisation minéralogique destinée aux compagnies minières; et
- La MOA constitut un outil alternatif et/ou complémentaire aux outils de caractérisation minéralogique notamment les outils de minéralogie automatisée type MEB-EDS notamment grâce à son accessibilité financière et ses contraintes opérationnelles faibles.

1.5 Structures de la thèse

Cette thèse est divisée en six chapitres dont cette présente introduction exposant le contexte et la problématique de la thèse. Le Chapitre 2 correspond à la revue de littérature et porte, dans un premier temps, sur le principe de la caractérisation minéralogique par la présentation de la définition de la discipline et des principales techniques de caractérisation minéralogique microscopique. Le principe de fabrication et de représentativité des supports d'étude utilisés par les techniques de minéralogie automatisée seront aussi abordés avant les techniques minéralogiques microscopiques. Le principe de quantification de chaque paramètre minéralogique obtenu par AI sera par la suite discuté. La partie suivante présentera les différentes étapes d'une approche géométallurgique et soulignera l'intérêt de la caractérisation minéralogique lors des principales étapes du cycle minier : exploration, traitement et gestion environnementale.

Il convient de mentionner que ce présent document de doctorat présente les articles rédigés et soumis dans un format où ces derniers sont en annexe de ce présent document de thèse. Le Chapitre 3 constitue le corps de la thèse présentant l'approche de recherche général avec le matériel utilisé

(comprenant la méthode générale d'analyse de MOA développée) et synthétisant les articles soumis dans le cadre de ce doctorat. De plus, le Chapitre 4 synthétise aussi les autres travaux effectués qui ont été uniquement présentés dans le cadre de conférences.

Le Chapitre 5 présente une discussion générale portant sur plusieurs aspects partiellement traités lors du doctorat. Enfin, le Chapitre 6 porte sur les conclusions des travaux effectués dans le cadre de ce doctorat ainsi que les recommandations. Dans ce dernier chapitre, il sera évoqué la contribution de chaque article et travaux dans le domaine ainsi que les perspectives d'améliorations de la technique de minéralogie automatisée par MO proposées.

Chapitre 2 Revue de littérature

Ce présent doctorat traitant exclusivement de la MOA et de son utilisation pour la caractérisation minéralogique en contexte géométallurgique (minéralogie appliquée) pour l'industrie minière, ce chapitre de revue de littérature se focalisera exclusivement sur les techniques d'imagerie microscopique. Ainsi, seule la microscopie comprenant le MO polarisant (incluant le MO en lumière transmise et réfléchie) et le MEB-EDS avec la spectroscopie d'analyse dispersive en longueur d'onde (WDS pour *wavelength dispersive spectrocopy*), aussi nommé microsonde électronique (MSE), seront particulièrement présentées.

Il est ainsi important de mentionner ici que le lecteur doit être conscient que l'industrie minière dispose en réalité d'un arsenal d'outils de caractérisation chimique et minéralogique qui leur sont plus ou moins communs et accessibles, e.g. :

- Le diffractomètre à rayons X (DRX);
- L'analyse par fluorescence de rayons X (XRF);
- Les analyses chimiques communes comme l'analyse soufre/carbone par four à induction (S/C) et les techniques d'ICP-AES/MS (pour *inductively coupled plasma* a*tomic emission spectroscopy/mass spectroscopy*);
- Les techniques par analyse laser sur échantillons comme la LA-ICP-MS (pour *laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry)*.

De plus, il peut être aussi mentionné plusieurs autres techniques pour l'analyse directement sur carottes de forages (dont l'analyse hyperspectrale, l'analyse XRF et LIBS *pour Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) qui se sont aussi récemment démocratisées. Par conséquent, toutes ces dernières techniques ne seront pas particulièrement présentées, mais mentionnées dans ce chapitre, mais aussi dans le reste du document de doctorat.

Ce chapitre compte six grandes parties. Une première partie présentera la discipline de la minéralogie et de la minéralogie appliquée. La seconde partie traitera des supports d'études utilisés pour l'étude d'échantillons minéraux sous MO et MEB-EDS, i.e. les lames minces polies (et/ou lames minces) et sections polies (SP) comprenant leurs techniques de fabrication et leurs représentativités. La troisième partie traitera des principes du MO polarisant, du MEB-EDS/WDS et des systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS/WDS puisqu'ils se sont largement

démocratisés pour l'industrie minière et qu'ils constituent une technique homologue à la MOA. La quatrième partie portera sur la quantification des différents paramètres minéralogiques par AI sous ces systèmes de minéralogie automatisée. La cinquième partie présentera les enjeux de la caractérisation minéralogique au sein d'une approche géométallurgique/géoenvironnementale. Enfin une sixième partie fera guise de conclusions générales et rappellera le contexte de la thèse.

2.1 Définition d'un minéral et de la minéralogie appliquée

2.1.1 Historique et définition

La minéralogie n'est connue en tant que science qu'à partir du XVIII^{e} siècle à la suite de l'accumulation de connaissances empiriques au cours des siècles qui a permis de définir la notion de minéral (Laudan, 1987). Néanmoins, les premières manifestations d'études sur les minéraux et pierres dites précieuses peuvent être amenées dès l'époque antique gréco-romaine, par les écrits d'Aristote (384-322 av. J-C) et Theopharatus (370-285 av. J-C) (Maćkowska, 2018). L'époque babylonienne et l'Ancien Monde islamique ont pu aussi contenir des études traitant de minéralogie notamment via les écrits du scientifique perse Kitab al Jawahir (973-1050) (Takahashi, 2002; Zonta, 2008).

L'attribution des premiers travaux notables sur la minéralogie moderne est généralement associée à l'érudit et médecin allemand Georg Bauer, connu sous le nom de Georgius Agricola (1494-1555). C'est dans son ouvrage « De Re Metallica » datant de 1546 qu'il rassemble les connaissances des mineurs européens de l'époque (Hover & Hover, 1912) (Figure 2.1). Agricola définit alors les fondements de la métallogénie et de la géologie minière. Il regroupe les caractéristiques descriptives des minéraux et minerais en utilisant leurs propriétés macroscopiques telles que la couleur, l'éclat, le goût, la dureté et la densité. Dans son autre livre « De natura fossilium », considéré maintenant comme le premier manuel de référence en minéralogie, il propose pour la première fois une classification minéralogique selon ces dernières propriétés physiques (Mendiburu, 2016).

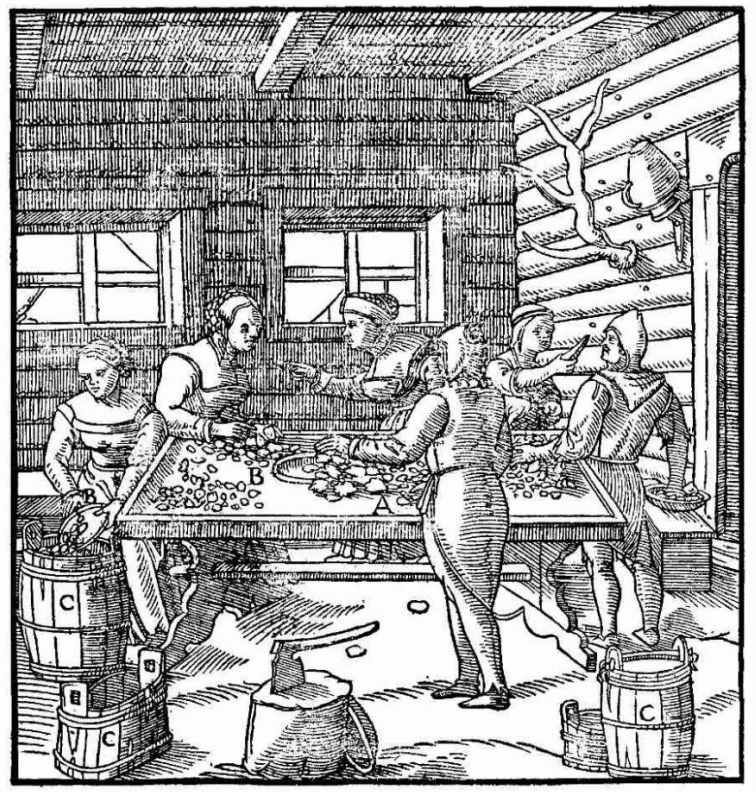


Figure 2.1 Gravure issue de l'ouvrage « De Re Metallica » de Georgius Agricola pour illustrer la technique du tri minéralogique; issu de Malcolm Farmer et Sentoff (2011).

Un minéral est un groupement d'atomes ou de groupes d'atomes qui se présentent selon une certaine structure ordonnée et périodique constituant un solide naturel homogène avec une composition définie. La définition d'un minéral peut être ainsi décrite comme une matière cristallisée où la composition chimique et l'agencement de ses atomes constituent ses caractères. L'agencement atomique est caractérisé par la périodicité et la symétrie qui se représentent dans le système cristallin et le groupe d'espace du minéral. Néanmoins, historiquement, quelques solides amorphes (e.g. opale, ambre) sont considérés comme des minéraux. De plus, certaines solutions solides possèdent des variations de composition chimique, par substitutions géochimiques, plus ou moins importantes comme les sulfosels et les feldspaths plagioclases (Guillemin, 1992).

L'arrangement spatial des atomes du solide minéralogique renvoie aux propriétés physico-chimiques du cristal. Cette étude à l'échelle atomique permet de caractériser les plans, les axes et les centres de symétrie des substances cristallines et constitue la science de la cristallographie. Les minéraux se regroupent pour former les roches et la formation minérale se fait à partir des éléments

chimiques présents dans la nature et selon des conditions de pression, de température, de pH et d'oxydoréduction. Le minéral est en effet un objet naturel, observable dans la nature. Par définition, les minéraux possèdent une composition chimique définie et c'est une manière d'identifier un minéral. Cependant, la plupart des minéraux sont des solutions solides et ainsi, comme dit précédemment, leurs compositions peuvent présenter des variations importantes. L'observation minéralogique consiste à observer le produit d'un processus naturel complexe pouvant aboutir à des minéraux aux propriétés spécifiques.

Pour donner suite à cette définition, différentes disciplines de la minéralogie existent :

- La cristallographie,
- La cristallochimie,
- La physico-chimie du solide naturel,
- La minéralogie descriptive et déterminative,
- La minéralogie appliquée dans l'industrie minière ou la minéralogie de procédés (*process mineralogy*).

C'est depuis le début du XIX^{e} siècle, que les minéralogistes cherchent à créer une classification minéralogique. La première classification notable est celle du chimiste suédois Berzelius (1819) qui prend en compte uniquement la composition chimique des minéraux pour les classer. Par le développement de la cristallographie et de la cristallochimie, la classification de Dana a été ensuite développée en 1837 (Dana, 1837). Dans cette dernière classification, chaque phase minérale est identifiée selon quatre nombres représentant la classe du minéral, son type (selon différents critères), le groupe minéralogique selon la structure cristalline et le groupe d'espace et un nombre unique associé à chaque espèce minérale du groupe en question. La sixième édition de cette dernière classification a été longtemps considérée comme une référence dans le milieu de la minéralogie moderne jusqu'au milieu du XX^{e} siècle (Kraus, 1938). Cependant, la classification de Nickel-Strunz est aujourd'hui la plus utilisée et est retenue par l'Association Internationale de Minéralogie (AIM) et la Commission sur les Nouveaux Minéraux et Noms de Minéraux (CNMMN) (De Fourestier, 2002; Pring, 2003); la version la plus récente date de 2001 (Pring, 2003) et regroupe les phases minérales selon 10 classes communes à celle de Dana, mais selon une numérotation différente. Ces 10 groupes sont les suivants :

- Éléments natifs dont carbures, nitrures, phosphures, siliciures;
- Sulfures et sulfosels dont selenides, tellurides; arsenides, antimonides, bismuthides; sulfarséniures, sulfantimonites, sulfobismuthites, etc.;
- Halogénures;
- Oxydes dont hydroxydes, vanadates, arsénites, antimonites, bismutites, sulfites, sélénites, tellurites, iodates;
- Carbonates et nitrates;
- Borates;
- Sulfates;
- Phosphates;
- Silicates regroupant 6 sous-classes;
- Minéraux organiques.

2.1.2 Minéralogie appliquée

Bien que les travaux de Georgius Agricola mettent en association la nature minéralogique d'un minerai et le traitement le plus adéquate qu'il devrait subir, le lien entre l'étude d'un échantillon minéral et le traitement minéral peut être attribué historiquement aux travaux de Bond (1952) selon Lotter, Norman O. (2011). Les indices de Bond ou BWI (pour *Bond Work Indice*) portant sur la broyabilité d'un matériau permettaient déjà de définir les performances d'un concentrateur après mise en service. À partir du développement de ces premiers outils de caractérisations et à la suite des nouvelles inventions et méthodes, le traitement du minerai a atteint un tournant décisif au début des années 1980. À la suite des travaux connectant connaissances minéralogiques et performance métallurgique pour la conception d'usines, en particulier ceux de Petruk durant les années 1970 et 1980 (Petruk & Hughson, 1977; Petruk & Schnaar, 1981; Petruk, W., 1976), la minéralogie appliquée ou de procédés est alors développée. Petruk, dans son livre « *Applied mineralogy in the mining industry* » (Petruk, W., 2000), a défini la minéralogie appliquée comme l'utilisation de l'information minéralogique pour la compréhension et la résolution de problèmes associés au traitement du minerai. Les termes comme minéralogie appliquée,

minéralogie de traitement du minerai ou minéralogie de procédé se réfèrent tous à cette même approche : l'étude et la pratique du comportement du minerai/minéralogique durant le traitement (Schouwstra & Smit, 2011), i.e. l'étude de la variation minéralogique d'un matériau minéral que fait un procédé de traitement. Aujourd'hui, la minéralogie de procédés est considérée comme une branche de la minéralogie appliquée, mais ce dernier garde les mêmes objectifs (Bradshaw, D J, 2014; Henley, 1983). Leur but est effectivement de développer et optimiser les différentes étapes de traitement minérales nécessaires pour l'exploitation minière. De plus, la minéralogie de procédés est maintenant considérée comme une approche dite hybride qui rassemble différentes spécialités : géologie, minéralogie, traitement du minerai, environnement (Bradshaw, D J, 2014; Lotter, Norman O., 2011). Ainsi la minéralogie appliquée est un domaine consistant à utiliser les informations minéralogiques afin de comprendre et résoudre des problèmes survenant lors les principales étapes du cycle minier comme ce qu'a défini Petruk, W. (2000). L'ouvrage de Petruk, W. (2000) correspond encore aujourd'hui comme une référence dans l'industrie minière. Il répertorie les techniques d'analyse minéralogique existante permettant d'effectuer une caractérisation minéralogique sur produits miniers : carottes de forages, minerais, concentrés, rejets, etc.

La minéralogie appliquée dans l'industrie minière peut être définie comme suit : l'étude pratique des minéraux en lien avec le traitement du minerai, comprenant des produits de concentrations et de fonderie, pour le développement et l'optimisation des circuits de traitement minéral (ou diagramme d'écoulement métallurgique pour *metallurgical flowsheets*) incluant la gestion environnementale et celle des rejets miniers (Bradshaw, D J, 2014; Henley, 1983; Jones, 1987; Petruk, W., 2000). Henley, K. (1983) affirmait déjà que la minéralogie appliquée ne consistait pas qu'en l'acquisition et à la compréhension de données minéralogiques, mais aussi à la connaissance de ce que ces données signifient dans le traitement minéral. La commission internationale sur la minéralogie appliquée dite ICAM (*International Commission on Applied Mineralogy)* définit aujourd'hui la minéralogie appliquée comme couvrant le spectre complet des activités minéralogiques dans l'exploration, l'exploitation de tous produits issus de ressources minérales (métaux de bases, précieux, industriels, matériaux de construction, etc.) dans l'industrie minière, la métallurgie extractive et la géologie économique incluant aussi l'étude et la protection de l'environnement (ICAM, 2002).

La minéralogie appliquée est ainsi un domaine consistant à utiliser les informations minéralogiques afin de comprendre et résoudre des problèmes survenant lors les principales étapes du cycle minier. Ainsi, dès les phases d'exploration, la caractérisation minéralogique de matériau et l'interprétation des données obtenues peuvent ainsi servir à déterminer :

- Des cibles potentielles de gisements;
- Le potentiel de récupération de certains minéraux, métaux ou éléments;
- Le comportement du minerai lors du traitement minéral envisagé;
- Le comportement environnemental du minerai.

Aujourd'hui, tous les aspects mentionnés peuvent s'inscrire dans le concept de géométallurgie qui sera plus profondément défini en section 2.5.2.

2.2 Supports d'étude et représentativité pour l'analyse minéralogique microscopique

L'analyse minéralogique microscopique permet l'observation, l'identification et la détermination des textures minérales d'un échantillon. Ce type d'analyse, qui constitue la principale analyse minéralogique étudiée dans ce doctorat, nécessite une préparation spécifique des échantillons minéraux, i.e. les lames minces polies ou lames minces et la section polie (SP) dont les principes de fabrication seront présentés dans cette partie. De plus, plusieurs aspects impactant la représentativité de la SP seront aussi particulièrement traités puisque ce dernier support d'étude constitue un axe de recherche de ce doctorat présenté en section 3.1.1.

2.2.1 Principe de fabrication des supports d'étude

2.2.1.1 Lame mince polie ou lame mince

La lame mince polie se réfère à une préparation spécifique d'un échantillon de roche dont le but est d'amincir suffisamment l'échantillon en question pour permettre à la lumière d'un MO de traverser les minéraux qui composent l'échantillon. Ce support d'étude est principalement utilisé pour les études pétrographiques/métallographiques (disciplines portant sur la description des minéraux principalement par MO polarisé) très commun lors des phases d'exploration d'un projet minier afin de déterminer la paragenèse d'un gisement. Le développement de la fabrication de lame mince polie est connu depuis au moins le XVIII^{e} et est intimement lié au développement des

premiers MO polarisants et de l'émergence de la pétrographie (Touret, 2006). La technique de préparation semble se perdre de plus en plus avec l'expertise associée. L'étude pétrographique sous lame mince polie reste cependant encore une approche très commune en particulier dans le domaine académique.

La fabrication de lame mince polie est généralement effectuée pour visualiser une partie choisie venant d'un échantillon de roche plus au moins massif. Ainsi, la texture originelle de la partie choisie est préservée pour les études pétrographiques/métallographiques. La technique de préparation des lames minces polies nécessite un processus en plusieurs étapes demandant un équipement pour chaque étape (Figure 2.2) :

1. Sciage de l'échantillon à l'aide d'une scie circulaire pour en extraire un morceau appelé communément un « sucre » selon un gabarit respectant la forme d'un parallélépipède rectangle de taille d'environ 30x40x8 mm;
2. Rodage du « sucre » avec un lapidaire qui peut être fait de façon manuelle ou mécanique. Le but est ici d'obtenir une planéité parfaite du « sucre »;
3. Après dépôt sur une plaque chauffante pour sécher et dégazer le « sucre » pendant deux heures, un support de verre est collé sur l'échantillon avec une colle époxy. Cette opération prend généralement 12 à 24h pour que la polymérisation de la colle puisse s'effectuer;
4. Un sciage est généralement réalisé sur la préparation sucre-support de verre afin de réduire l'épaisseur du sucre à environ 1 mm afin de réduire le temps de rodage de l'étape suivante;
5. Une mise en épaisseur de la lame mince est ensuite effectuée sur la préparation sucre-support de verre par rodage. Cette étape a pour but de réduire la lame mince à environ 30 µm à l'aide d'un rodage automatique ou manuel avec un lapidaire comme pour l'étape 2 pendant une heure; le contrôle de l'épaisseur peut être effectué à l'aide d'un micromètre;
6. La disposition d'une lamelle de verre dite « couvre-objet » peut être ajoutée sur l'échantillon à l'aide d'une colle époxy afin de protéger la surface de la lame mince polie notamment contre l'oxydation. La lame mince polie devient alors une lame mince et son étude sous MO ne peut plus s'effectuer sous lumière réfléchie. De plus, les analyses sous MEB-EDS deviennent alors impossibles.

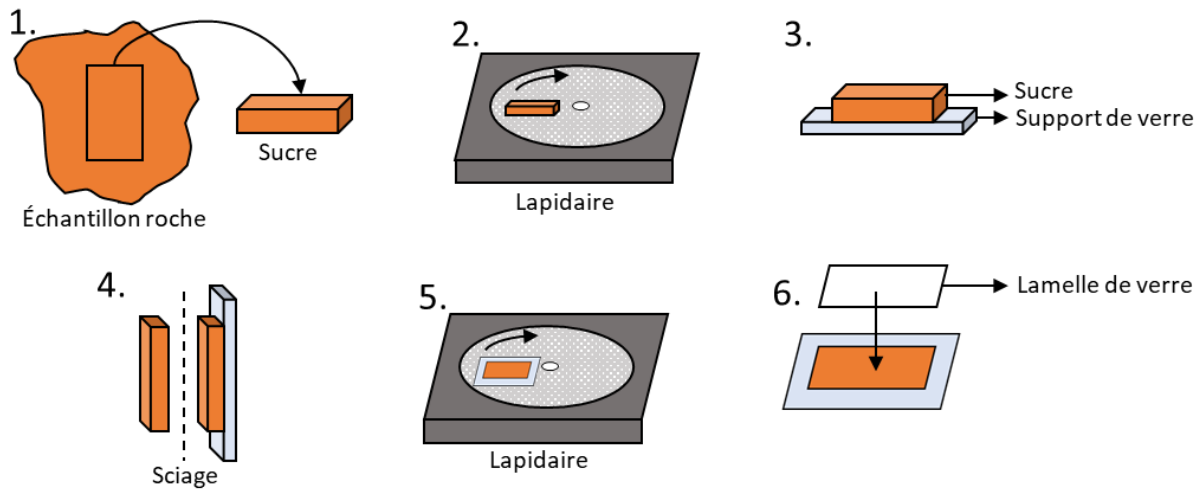


Figure 2.2 Étapes de fabrication de lame mince polie; description des étapes donnée en section 2.2.1.1.

2.2.1.2 Section polie

La SP se réfère à la fabrication de support d'étude consistant à monter un échantillon généralement sous forme de poudre avec une résine dans un moule de forme cylindrique de diamètre standard de 30 mm et quelques centimètres de hauteur. La technique a été codifiée pour la première fois par Jackson et al. (1984) en réponse à l'utilisation de plus en plus important des appareils de minéralogie automatisée utilisant ce support d'étude pour l'analyse d'échantillon sous forme de poudre. Le protocole standard est le suivant (Figure 2.3) :

1. Mélange d'une résine époxy avec le durcisseur associé avec une charge inerte, très souvent du graphite minéral;
2. Le mélange résine-durcisseur est ensuite ajouté à l'échantillon dans un moule en plastique;
3. Le tout est mélangé de manière homogène pour permettre une dispersion optimale des particules minérales à travers le moule puis laisser reposer pendant huit heures pour le durcissement de la résine;
4. L'échantillon de SP est ensuite démoulé puis poli (manuellement ou avec une polisseuse automatique) selon plusieurs étapes successives. Le but est d'obtenir les grains composant l'échantillon en poudre réfléchissants.

Cette technique de préparation a l'avantage de nécessiter peu d'étapes de préparation comparé à la préparation de lame mince polie précédente. La SP a été principalement développée pour les analyses MEB-EDS automatisées, mais il peut aussi convenir à la MOA, mais uniquement en lumière réfléchie.

L'utilisation d'une charge inerte (comme le graphite minéral) à mélanger préalablement avec la résine époxy lors de l'étape 1 a plusieurs fonctions pour la SP :

- Rendre l'échantillon de SP finale conducteur permettant d'éviter l'effet de charge lors des analyses MEB-EDS et/ou de minéralogie automatisée;
- Permettre de prévenir l'agglomération des particules sur la SP qui implique des biais de quantification minéralogique (évoqué en section 2.2.2.2);
- Densifier la résine afin d'éviter l'effet de ségrégation des particules à travers les SP impliquant aussi des biais de quantification minéralogique (évoqué en section 2.2.2.2).

La technique de préparation de SP est une technique qui a évolué et qui évolue encore aujourd'hui du fait qu'une « recette » n'est pas officiellement établie; bien que les étapes de préparation présentées précédemment soient les plus utilisées selon la littérature (Lastra, R. & Paktunc, 2016; Roisi & Aasly, 2018). Ce support d'étude a été particulièrement étudié puisqu'il a constitué le principal support utilisé dans cette thèse. La représentativité des SP a été particulièrement questionnée au cours du doctorat aboutissant à l'écriture d'un papier (présenté en section 3.4).

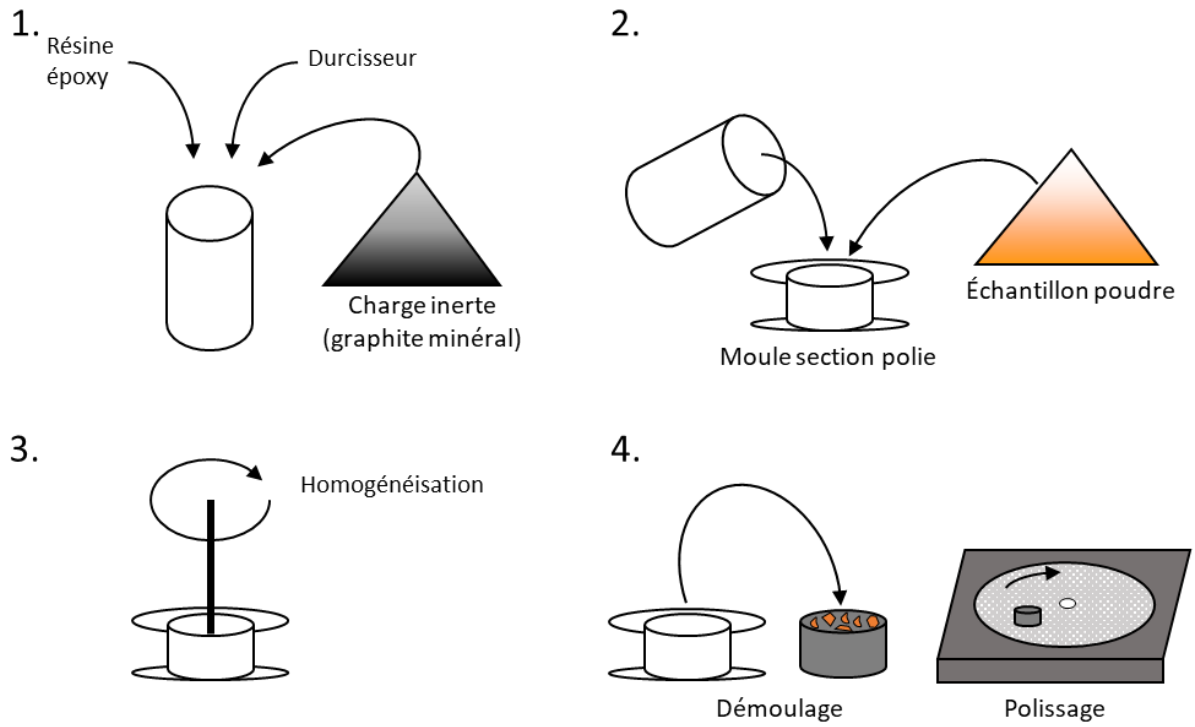


Figure 2.3 Étapes de fabrication de section polie (SP), description des étapes donnée en section 2.2.1.2.

2.2.2 Représentativité des sections polies

La représentativité des SP renvoie à la qualité de ce support d'étude de constituer l'échantillon dont il est composé de façon à correspondre à la population dont il est extrait. Ainsi la représentativité peut être caractérisée selon deux principales notions : le biais et la précision (ou la variance) (Figure 2.4). Ainsi, la mesure effectuée sur la SP se doit d'être en effet à la fois non-biaisée et le plus précise possible. Le biais renvoie à une erreur systématique effectuée lors de la mesure tandis que la précision renvoie à la description des erreurs de mesure et de la dispersion statistique de cette mesure.

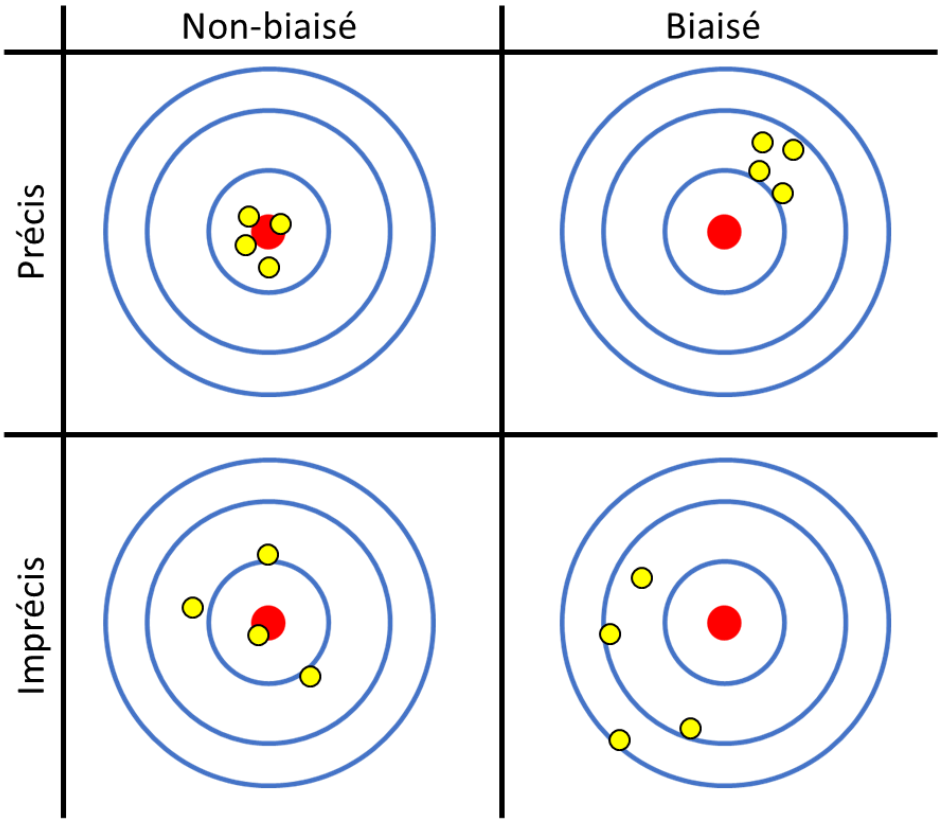


Figure 2.4 Représentation graphique de la différence entre le biais et la précision. Les cibles de la rangée supérieure représentent une mesure précise où les résultats des mesures sont très proches. Les cibles de la rangée inférieure représentent une mesure imprécise où les résultats des mesures sont éloignés. La colonne de gauche, la mesure est non biaisée où les mesures tendent vers le centre de la cible. La colonne de droite, la mesure est biaisée, les mesures s'éloignent du centre de la cible.

Dans le cadre de la fabrication de SP et de mesures microscopiques (faites par les appareils de minéralogie automatisée), il est nécessaire d'être à la fois non biaisé et précis (cas de la rangée supérieur et colonne de gauche de la Figure 2.4). Pour cela, il faut à la fois utiliser un plan d'échantillonnage et des méthodes à la fois de préparation de SP et de mesures microscopiques correctes. Ainsi, la représentativité des SP comprend plusieurs aspects (Figure 2.5) :

1. L'échantillon de poudre mise en SP doit être lui-même représentatif d'un lot. Une masse n'excédant pas généralement un gramme d'échantillon est généralement mise en SP. Une question légitime peut alors survenir : une si faible quantité d'échantillons est-elle représentative du lot dont il provient? La théorie de l'échantillonnage de Pierre Gy (Gy, 2004) donne alors des réponses et est présentée en section 2.2.2.1;

2. La technique de préparation de SP doit elle aussi ne pas être biaisée. Les deux principaux effets qui surviennent lors de la préparation de SP et qui impliquent des biais à la SP sont le phénomène d'agglomération et de ségrégation (ou sédimentation préférentielle) des particules. Ces deux effets sont présentés dans la section 2.2.2.2;
3. La quantification microscopique (quantification des paramètres minéralogiques) faite sur SP (ou lame mince polie/lame mince) est sujet à un biais systématique nommé le biais stéréologique. De plus, afin d'évaluer la précision d'une quantification microscopique effectuée, il est aussi préférable d'utiliser des méthodes de calcul basées sur l'analyse statistique des particules analysées permettant la définition des intervalles de confiance (IC). Ces deux aspects des analyses microscopiques sont présentés en section 2.2.2.3.

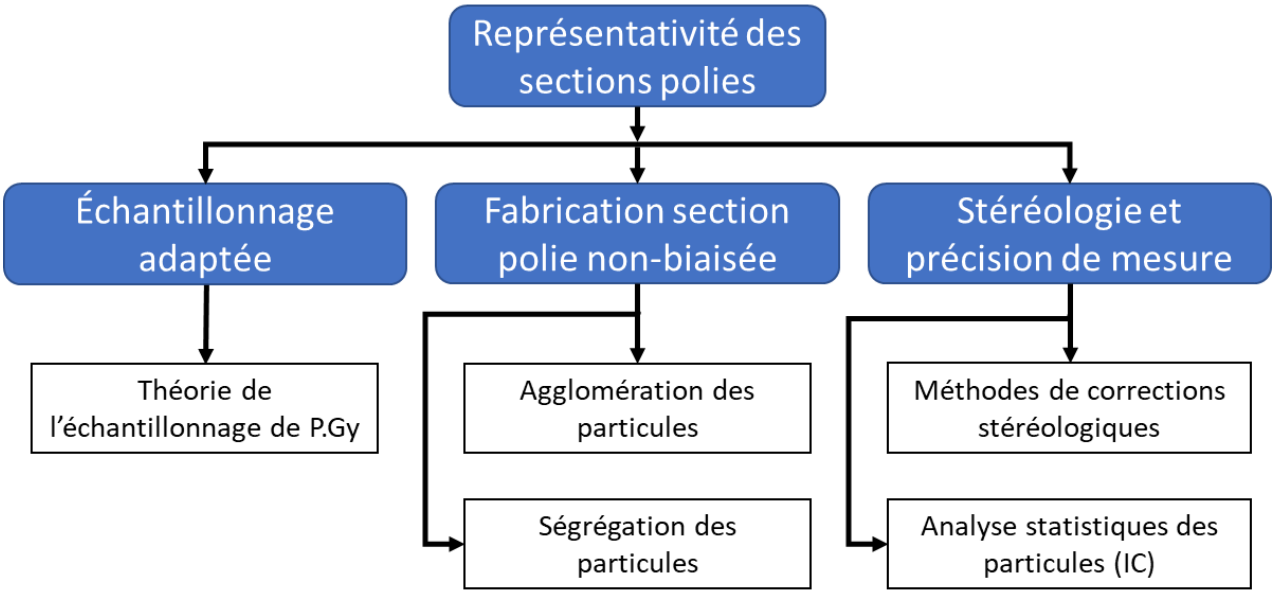


Figure 2.5 Différents aspects de la représentativité des SP (IC : intervalle de confiance).

2.2.2.1 Théorie de l'échantillonnage de Pierre Gy

La théorie de l'échantillonnage a été développée par Pierre Gy dans les années 1960 (Gy, 2004). Cette théorie est largement utilisée pour estimer la précision de l'échantillonnage des matériaux (Holmes & Robinson, 2004; Minkkinen, 2004; Petersen et al., 2005) notamment dans le domaine minier (Abzalov, 2011; Carrasco et al., 2004; Lotter, N. O. et al., 2018). La théorie est basée sur le principe fondamental de l'hétérogénéité d'un matériau. Le principe est le suivant : l'échantillonnage est réalisé sur un lot auquel on attribue une erreur liée à l'hétérogénéité de

constitution du lot, qui ne peut être modifiée (Borgman et al., 1996; Gy, 2012). Cette erreur est définie comme l'erreur fondamentale (EF) liée à l'échantillonnage. L'intérêt de la théorie de Gy est de quantifier cette EF. De plus, la théorie de Gy n'est valable que si l'échantillon est considéré comme probabiliste et non biaisé. Cela signifie que chaque particule du lot a une probabilité non nulle d'être incluse dans l'échantillon, et que cette probabilité est égale pour chaque particule. Pour répondre à ces exigences, l'utilisation d'un dispositif tel qu'un diviseur rotatif d'échantillon (rifler de laboratoire, micro-diviseur/rifler) doit être incluse dans le protocole d'échantillonnage (Allen, 2003).

La variance de l'EF, noté $\sigma^2(EF)$ est définie selon l'équation 2.1 :

$$\sigma^2(EF) = Kd^3\left(\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L}\right) \tag{2.1}$$

- M_s : la masse de l'échantillon (« s » pour *sample*) (g);
- M_L : masse du lot (g);
- $d = d_{95}$: ouverture du tamis à mailles carrées qui retient 5% de l'échantillon ou taille de la particule la plus grossière d (cm);
- K : constante d'échantillonnage décrivant le matériau échantillonné, défini selon l'équation 2.2 :

$$K = f \times g \times c \times l \tag{2.2}$$

Et :

- f : facteur de forme des particules (dans la plupart des cas : $f = 0.5$);
- g : facteur de distribution granulométrique ($g = 0.25$ pour matériau standard et $g = 0.75$ pour un matériau tamisé donné par Gy (2012);
- c : facteur de composition minéralogique déterminé selon l'équation 2.3;
- l : le facteur de libération; sa détermination est donnée par Gy (2012) ou Francois-Bongarcon et Gy (2002).

La variance de l'EF dépend donc de la constante d'échantillonnage K, dépendante elle-même du facteur de composition minéralogique défini par l'équation 2.3 :

$$c = \left(\frac{1 - a_L}{a_L}\right) \times \left((1 - a_L) \times \delta_a + a_L \times \delta_g\right) \quad (2.3)$$

- a_L : concentration du minéral d'intérêt (MI) (%);
- δ_a : masse spécifique du MI (g/cm^3);
- δ_g : masse spécifique de la gangue (g/cm^3).

Si la masse de l'échantillon (ou du sous-échantillon) est faible par rapport à celle du lot (≤ 10%), alors l'équation 2.1 devient :

$$\sigma^2(EF) = Kd^3 \times \left(\frac{1}{M_s}\right) \quad (2.4)$$

En inversant, il est obtenu l'équation suivante :

$$M_s = \frac{Kd^3}{\sigma^2(EF)} \quad (2.5)$$

Dans le cadre d'un protocole d'échantillonnage d'un lot initial, la droite de sécurité dérivée de la théorie d'échantillonnage de Pierre Gy peut être utilisée. L'équation 2.5 relie en effet linéairement M_s à $d^3/\sigma^2(EF)$. Fixant une incertitude $\sigma(EF)$ à un niveau acceptable, il est couramment utilisé $\sigma(EF) = 8\%$, mais cette valeur peut être modifiée à volonté (Lotter, N. O. et al., 2018; Stanley et al., 1987), cela donne $\log(M_s) = \log(K) - 2\log\big(\sigma(EF)\big) + 3\log(d)$ qui constitue l'équation de la droite de sécurité. Cette ligne constitue alors une garantie de sécurité : garder un protocole d'échantillonnage au-dessus de cette ligne de sécurité à chaque étape « p » d'échantillonnage (broyage-division), garantira de garder une variance globale du plan d'échantillonnage $\sigma^2_{global}(EF) < p \times \sigma^2(EF)$.

À partir d'un matériau lot que l'on cherche à mettre en SP, cette droite de sécurité permet de proposer un protocole d'échantillonnage à partir du lot pour atteindre la masse n'excédant pas un gramme à mettre en SP tout en donnant une EF d'échantillonnage le plus bas possible. La Figure 2.6 donne un exemple de plan d'échantillonnage à partir d'un matériau de lot issu d'un minerai à sulfures commun.

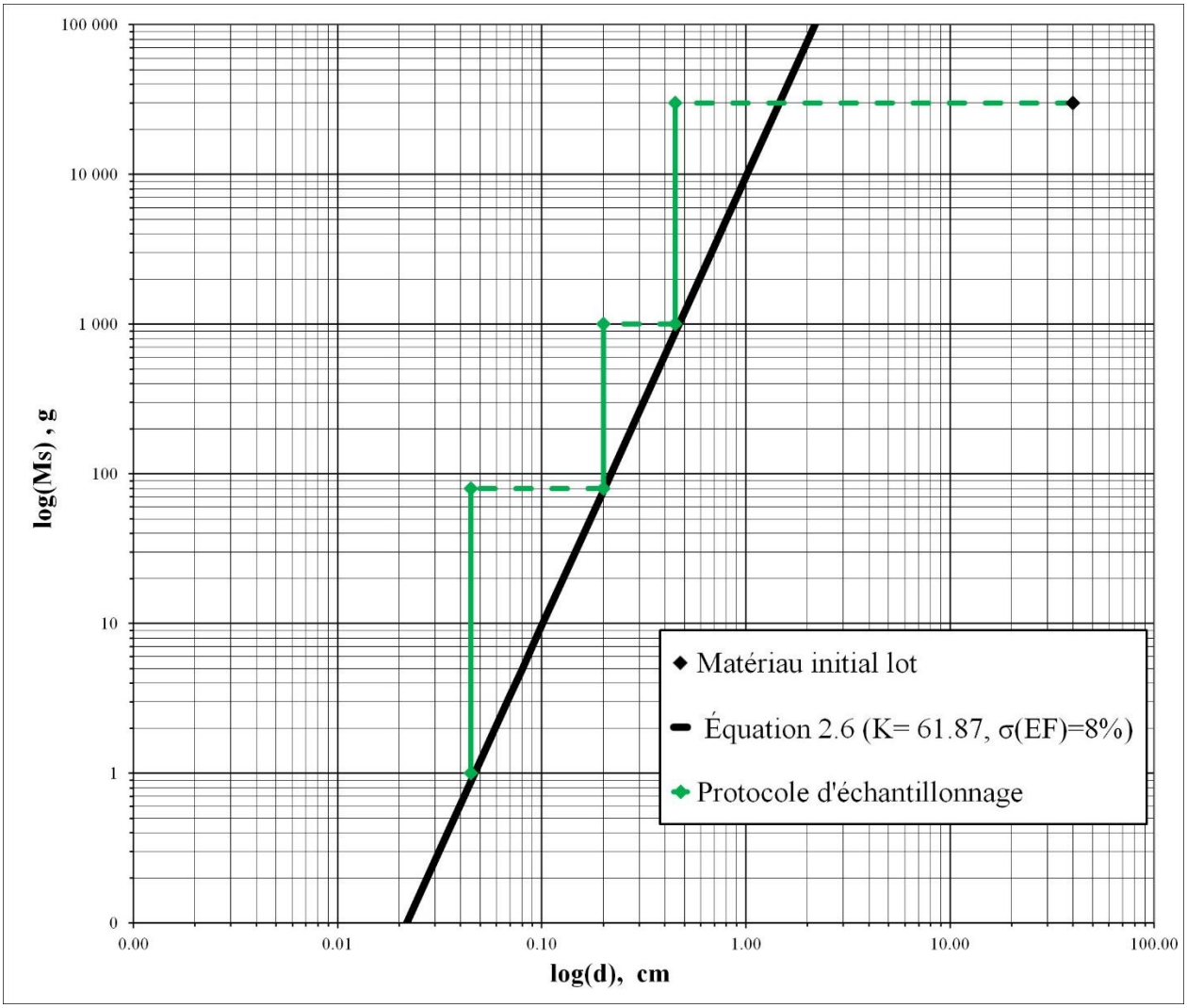


Figure 2.6 Exemple de plan d'échantillonnage à partir d'un matériau de lot selon la droite de sécurité dérivée de la loi de d'échantillonnage de Pierre Gy. Le matériau initial à échantillonner est un minerai de sulfure commun avec les propriétés intrinsèques suivantes : $a_L = 1\%$, $f = 0.5$, $l = 1$, $\delta_a = 5\ \mathrm{g/cm^3}$, $\delta_g = 2.6\ \mathrm{g/cm^3}$).

Cette approche d'échantillonnage avec l'utilisation de la droite de sécurité dérivée de la loi d'échantillonnage de Pierre Gy n'a jamais été proposée pour les objectifs de préparation de SP. La section 3.4 présente une adaptation d'utilisation de la droite de sécurité pour la préparation représentative de SP destinée à l'analyse minéralogique automatisée.

2.2.2.2 Agglomération et ségrégation des particules en section polie

Les deux principales sources d'erreur liées à la préparation des SP sont l'agglomération des particules et l'effet de sédimentation préférentielle des particules au sein des SP (Jackson et al., 1984; Roisi & Aasly, 2018).

L'agglomération des particules (le terme « *touching particles* » est aussi couramment utilisé) renvoie au phénomène où deux ou plusieurs particules se retrouvent trop proches sur la SP et sont alors interprétées à tort comme une seule particule par un système de minéralogie automatisée (Figure 2.7).

Cette mauvaise interprétation implique une quantification de certains paramètres minéralogiques biaisés par les systèmes de minéralogie automatisée comme le degré de libération minéralogique (section 2.3.3). Afin de réduire le nombre de particules agglomérées interprétées comme une seule et même particule, la plupart des systèmes de minéralogie automatisée proposent de « désagglomérer » numériquement les particules par traitement d'images incluant des opérations d'érosion et/ou de dilatation des pixels des particules (Fandrich et al., 2007; Poliakov & Donskoi, 2019). Ces traitements d'images impliquent cependant l'ajout et/ou la suppression de pixels des particules modifiant ainsi la morphologie et la taille originelle des particules. L'utilisation excessive de ces opérations pour corriger cet effet d'agglomération des particules peut introduire de nouvelles erreurs de quantification minéralogique (Roisi & Aasly, 2018).

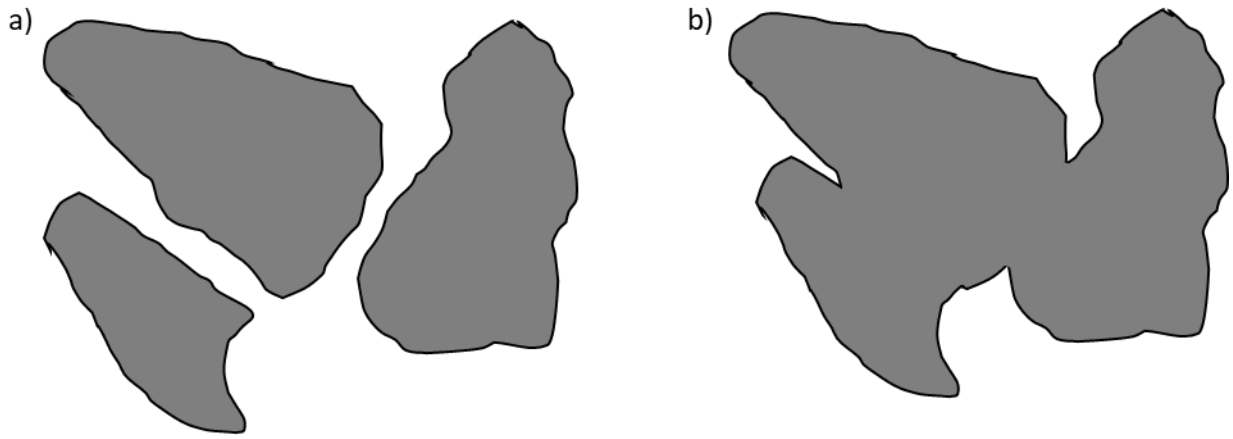


Figure 2.7 Exemple de particules adéquatement séparé sur une SP (a) et d'agglomération de particules interprétées comme une seule particule par un système de minéralogie automatisée (b).

Il est ainsi plus préférable de prévenir cet effet d'agglomération des particules lors de la préparation de l'échantillon en poudre en SP. L'utilisation d'une charge inerte (section 2.2.1.2) comme le graphite minéral communément utilisé pour la préparation de SP (Lastra, R. & Paktunc, 2016; Roisi & Aasly, 2018) ou de nanotube de carbone (Bouzahzah, H et al., 2015) permet cette « désagglomération » des particules de l'échantillon lors de la préparation des SP. L'utilisation du graphite n'impacte pas l'analyse sous MEB-EDS effectuée par les systèmes communs de minéralogie automatisée : l'imagerie rétrodiffusée des particules de graphite (luminosité) se confond avec la résine des SP. Ainsi, les particules de graphite ne sont jamais quantifiées lors des analyses MEB-EDS n'impliquant pas des biais de quantification minéralogiques. Cependant, l'utilisation du graphite ou même de nanotube de carbone noir comme charge inerte peuvent impliquer des biais de quantifications minéralogiques (contaminations) si des phases de graphite sont présentes originalement dans l'échantillon à analyser (Kwitko-Ribeiro, 2012). Pour ce qui concerne la MOA qui permet l'identification des phases par analyse de réflectance (principe d'analyse présenté en chapitre 3), l'utilisation du graphite comme charge inerte peut rendre complexe la discrimination de ces particules artificiellement mises dans l'échantillon initial avec des phases de graphite originalement présent ou à réflectance similaire (comme la sphalérite (ZnS) ou la molybdénite (MoS_2)). Ainsi, il peut être recommandé que l'échantillon en poudre à mettre en SP subisse une « désagglomération » manuelle à sec des particules par l'utilisation de tamis. Cette « désagglomération » manuelle peut être aussi possible lors de l'étape 3 d'homogénéisation lors de la préparation des SP (section 2.2.1.2). De même, il peut être préférable de conserver les échantillons en poudre dans un lieu sec (e.g. étuve, dessiccateur) afin de prévenir l'humidité au sein de l'échantillon en poudre, particulièrement si celui-ci contient des sulfures puisque ces phases minérales ont tendance à s'agglomérer plus facilement avec l'humidité.

La ségrégation ou la sédimentation préférentielle des particules renvoie au phénomène où les particules minérales les plus grossières et/ou les plus denses se retrouvent au fond du moule de la SP lors de sa préparation. Avant que le mélange résine-échantillon n'ait totalement durci, les particules les plus lourdes vont couler au fond de la SP plus rapidement que les particules les plus légères. Les particules les plus lourdes vont alors dominer la surface de la SP et seront donc surestimées lors des analyses microscopiques (Figure 2.8-a) (Bouzahzah, H et al., 2015; Jackson et al., 1984; Mermillod-Blondin, Raphael et al., 2011; Pooler & Dold, 2017; Roisi & Aasly, 2018). Afin d'éviter ce phénomène impliquant des biais de quantification lors des analyses

microscopiques, il est ainsi préférable d'obtenir une dispersion homogène le long de la SP (Figure 2.8-d).

La ségrégation des particules peut être modélisée par la loi de Stokes (Mermillod-Blondin, Raphael et al., 2011) (équation 2.6). Le système résine-durcisseur-échantillon peut être considéré comme un écoulement non turbulent (particules minérales plus grossières que les molécules constituant la résine).

$$v_s = \frac{d^2}{18\eta}(\rho_p - \rho_r)g \tag{2.6}$$

- v_s : vitesse de sédimentation des particules (cm/s);
- d : granulométrie des particules (cm);
- η : viscosité dynamique de la résine (Pa.s);
- ρ_p : densité des particules (g/cm^3);
- ρ_r : densité de la résine (g/cm^3);
- g : constante d'accélération gravitationnelle (cm/s^2).

En excluant l'influence de la densité des particules, les études de Heinig et al. (2015) affirment qu'une augmentation du ratio époxy-échantillon amplifie l'effet de ségrégation néfaste. Par conséquent, une augmentation de la quantité de résine époxy lors de la préparation biaise la SP. De plus, un échantillon non tamisé (où la distribution granulométrique de l'échantillon peut être large) contribue également à un effet de sédimentation plus important (Kwitko-Ribeiro, 2012; Lastra, R. & Paktunc, 2016). En effet, selon l'équation 2.6, la taille des particules influence la sédimentation des particules dans la SP par un facteur carré : plus la taille des particules est grande, plus la PS est biaisée.

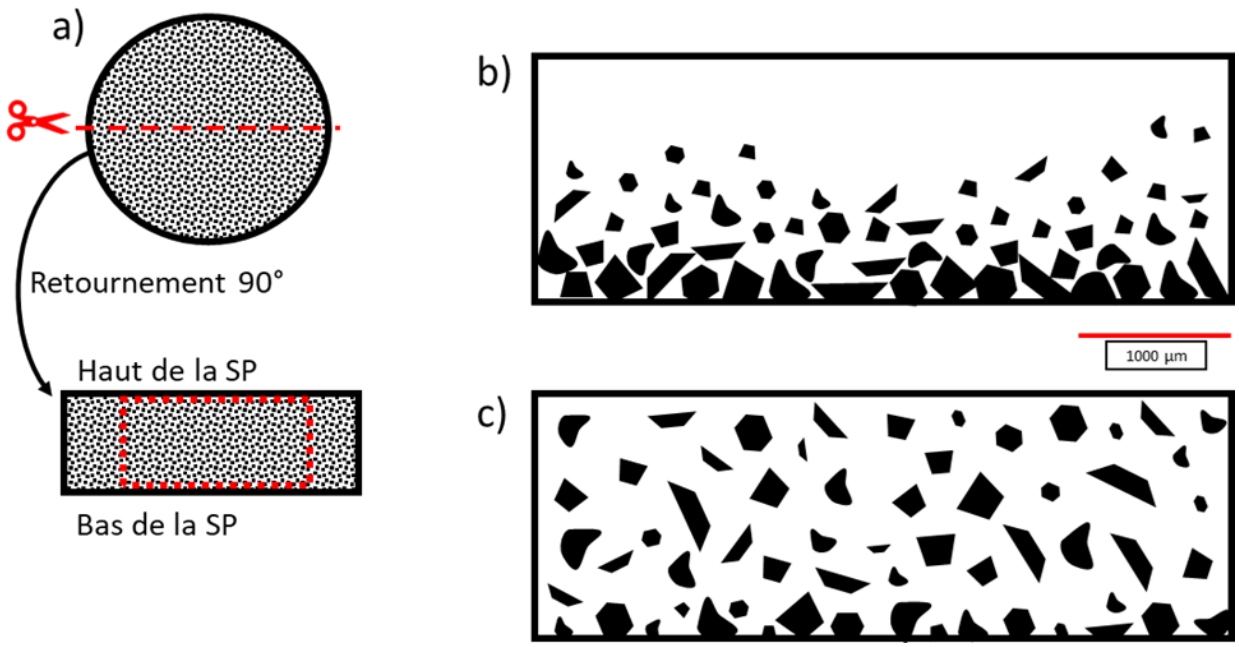


Figure 2.8 Procédé d'une coupe verticale polie et observation de la dispersion des particules minérales ; (a) : le carré rouge de la coupe verticale polie est la zone d'observation représentée en (b) et (c) ; (b) : sédimentation préférentielle des particules. (c) : exemple où les particules possèdent une dispersion optimale; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023), article 3, annexe D.

Une préparation granulométrique (dit préparation de *sizing*) consiste à fractionner un échantillon en plusieurs fractions granulométriques contrôlées par opération de tamisage. Chaque fraction granulométrique est alors mise en SP et analysée ensemble impliquant des coûts et du temps d'analyse plus important. Cette préparation de *sizing* effectuée sur un échantillon, réduisant la disparité de taille des particules pour chaque SP, peut ainsi réduire la sédimentation préférentielle au sein des SP. Cette pratique est communément effectuée lors des analyses de minéralogie automatisée pour réduire des complications de représentativité liées à la ségrégation des particules (Lastra, Rolando & Petruk, 2014).

Afin d'évaluer cet effet de sédimentation préférentielle, une technique courante consiste à préparer une coupe verticale polie (Figure 2.8-a). Le principe de ce procédé consiste à mouler d'abord une SP régulière, puis de la couper perpendiculairement à la surface du fond, à le retourner de 90° et à la mouler à nouveau (Butcher, Alan, 2010; Donskoi, E. et al., 2018; Pooler & Dold, 2017; Roisi & Aasly, 2018).

Des auteurs tels que Roisi et Aasly (2018) ont proposé diverses pratiques qui utilisent du graphite minéral en poudre comme charge inerte à mélanger à la résine époxy, ce qui a été suggéré pour la première fois par Jackson et al. (1984). Ces auteurs affirment que l'utilisation de graphite minéral, si elle n'empêche pas nécessairement la ségrégation des particules, empêche leur agglomération. Quoi qu'il en soit et comme évoqué en section 2.2.1.2, l'utilisation de graphite à des tailles de particules plus petites que l'échantillon est une pratique courante pour la préparation de SP (Lastra, R. & Paktunc, 2016; Pirrie & Rollinson, 2011). Les travaux de Bouzahzah, H et al. (2015) ont permis la mise en place d'un nouveau protocole de fabrication de SP avec l'utilisation de nanotube de carbone noir. Ce protocole permet d'augmenter la densité de la résine lors du durcissement et permet à la fois la désagglomération des particules et l'élimination du phénomène de sédimentation préférentielle des particules au sein des SP.

2.2.2.3 Biais stéréologique et intervalles de confiance d'une quantification microscopique

Le biais stéréologique renvoie au biais systématique inhérent à l'analyse microscopique du fait que la visualisation d'un objet (particule) sous un microscope est une représentation en deux dimensions (2D) du même objet en trois dimensions (3D). En effet, les particules minérales observées sur une SP par un microscope sont des représentations d'une coupe transversale des particules. Ce plan transversal représente alors la surface de la SP analysée par un microscope (Figure 2.9). Le biais vient ainsi du fait que si des particules de forme similaire se retrouvent avec une orientation aléatoire au fond de la SP, elles subissent cette coupe et donnent alors des représentations en 2D de formes différentes (Figure 2.9).

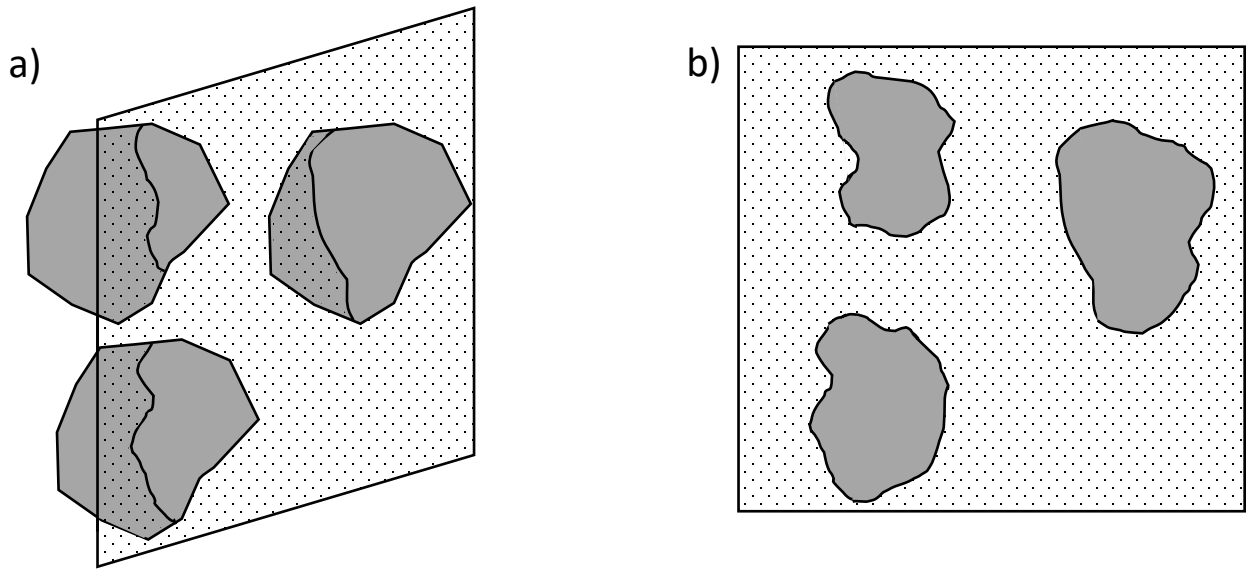


Figure 2.9 a) Exemple de particules de même forme coupée par un plan représentant la surface analysée par un microscope sur une SP, b) représentation 2D des particules du plan analysé par un microscope présentant des formes différentes des mêmes particules.

La stéréologie est ainsi la science s'intéressant aux méthodes permettant l'analyse non biaisée des objets en 3D lorsque la représentation de ces objets n'est analysable qu'en 2D (Howarth, 1998; Lindqvist & Åkesson, 2001). L'objectif de la stéréologie est ainsi d'établir des relations analytiques à partir de cette projection des particules sur le plan d'observation 2D afin de retrouver les paramètres minéralogiques usuels (composition modale, granulo-minéralogie, degré de libération, etc.). Ces méthodes de quantifications non biaisées sont alors basées sur des « sondes » géométriques projetées sur le plan d'observation (surface d'analyse de la SP par le microscope). Ces « sondes » sont des ensembles de lignes ou de points homogènes et isotropes qui traversent alors la représentation 2D des particules sur la surface analysée par le microscope. Il existe des relations entre ces projections de ces « sondes » sur les particules et les quantifications minéralogiques voulues. Ces relations mathématiques permettent alors d'obtenir des quantifications non biaisées basées sur des analyses et traitements d'images faites sur les images microscopiques des particules. Ces méthodes de corrections stéréologiques sont présentées pour chaque paramètre minéralogique quantifié par les systèmes de minéralogie automatisée en section 2.4.

Les IC correspondent à des intervalles de valeurs permettant de définir la précision (incertitude) de l'estimation d'un paramètre minéralogique obtenue par un système de minéralogie automatisée

(valeur estimée). Cette méthode permet de déterminer l'erreur sur un paramètre minéralogique quantifié. Les IC permettent de s'assurer si la valeur estimée de quantification est statistiquement significative et permet ainsi d'avoir un recul de précision sur cette valeur. Un niveau de 95% est généralement utilisé pour définir les IC. Un IC à 95% se traduit par un intervalle de valeurs ayant 95% de chance de contenir la valeur estimée du paramètre minéralogique quantifié : ensemble des valeurs compatibles avec l'estimation faite. Un IC se définit selon deux valeurs : une borne supérieure et une borne inférieure qui sont alors statistiquement et significativement proches de la valeur du paramètre minéralogique estimée. Ainsi, le but est d'obtenir des IC dont les bornes sont les plus proches possibles de cette valeur estimée indiquant une faible incertitude de mesure sur le paramètre minéralogique quantifié. Pour cela, les IC étant fonction du nombre de particules quantifiées pour un paramètre minéralogique donné, il devient nécessaire de quantifier le plus de particules possibles pour un paramètre minéralogique à quantifier donné afin d'avoir une incertitude la plus faible possible (Figure 2.10).

La Figure 2.10 donne un exemple où une phase minérale d'intérêt (MI) possède une valeur vraie de 50%. Les IC sont calculés selon le nombre de particules qui ont été analysées pour obtenir les bornes supérieures et inférieures de l'estimation de ce paramètre minéralogique (la méthode de détermination de ces IC est donnée en section 2.4.1). Plus le nombre de particules analysées est important, plus les IC se rapprochent de la valeur vraie de teneur du MI donnant une incertitude de plus en plus faible. Ainsi, il est considéré qu'à partir d'un nombre de particules analysées de 2500 (Brough, C. et al., 2019), une incertitude de quantification du MI raisonnable de 50% ±1,7% est obtenue.

Il existe plusieurs méthodes différentes afin de définir les IC pour chaque paramètre minéralogique quantifiable par les systèmes de minéralogies automatisés. Comme pour les méthodes de corrections stéréologiques, les principales méthodes connues dans la littérature pour définir les IC sont présentées pour chaque paramètre minéralogique quantifiable par les systèmes de minéralogie automatisée en section 2.4.

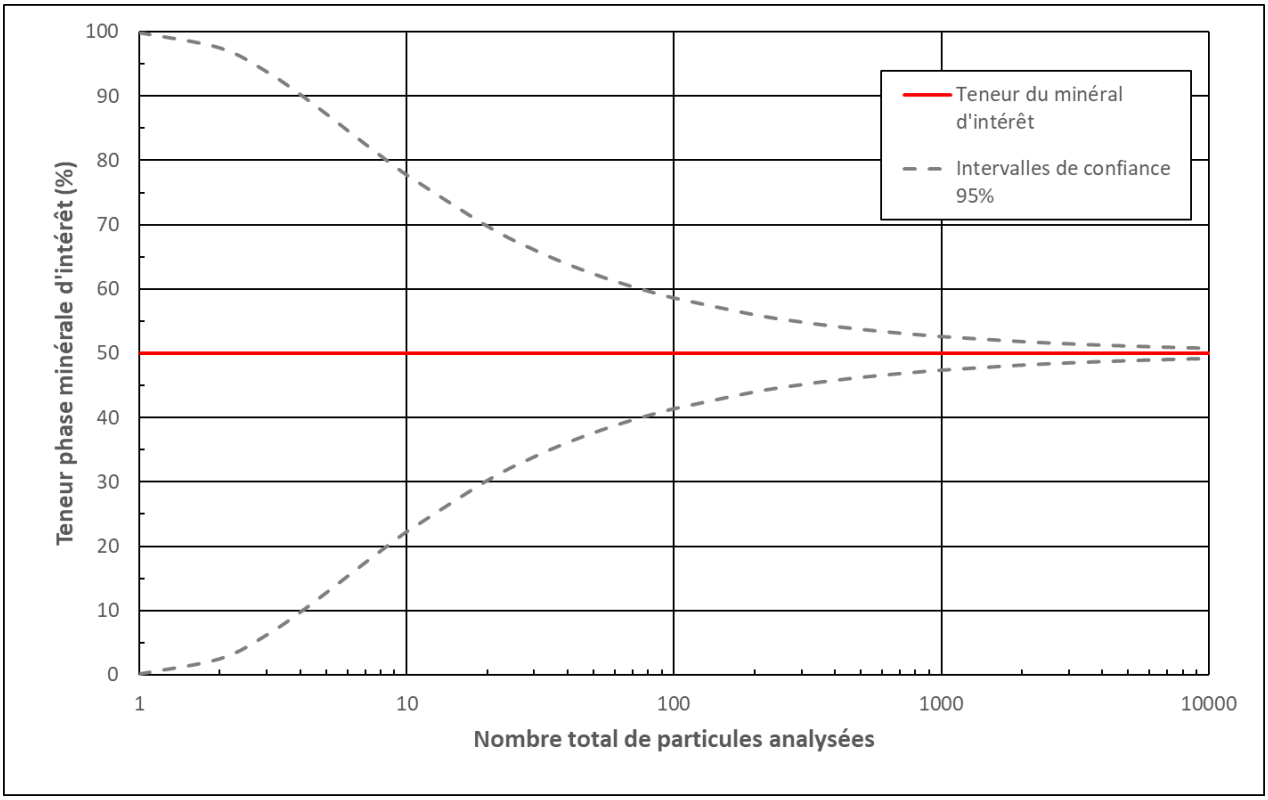


Figure 2.10 Exemple de définition d'intervalles de confiances pour évaluer l'incertitude de la teneur d'un minéral d'intérêt (dont la valeur vraie est de 50%) en fonction du nombre de particules analysées (méthode de déterminations des intervalles de confiances présentée en section 2.4.1).

2.3 Imagerie microscopique et méthodes micro-analytiques associées

2.3.1 Microscope optique polarisant

Le MO polarisant est un outil qui fait encore référence dans le domaine des géosciences; son utilisation est encore enseignée dans le milieu académique, car elle constitue une technique simple et accessible pour l'observation microscopique d'échantillon minéral.

Le principe consiste à l'utilisation d'un faisceau de lumière issu d'une source de lumière (illuminateur) dont la vibration ondulatoire est contrôlée selon un seul plan par un filtre polarisateur. On distingue alors deux modes d'observation :

- Le mode transmis où la lumière polarisée traverse un échantillon sous lame mince (préparation présentée en section 2.2.1.1) permettant surtout l'étude des minéraux transparents; on parle généralement de microscope pétrographique (Figure 2.11-a);

- Le mode réfléchi pour l'étude des minéraux métalliques dits opaques où la lumière est réfléchie par ces mêmes minéraux (sulfures, sulfosels, oxydes, hydroxydes, éléments natifs et alliages) mis en lame mince polie ou SP (préparations présentées en section 2.2.1.1 et 2.2.1.2); on parle alors de microscope métallogénique ou étude métallographique (Figure 2.11-b).

Aujourd'hui, les MO polarisants proposent les deux modes de lumières proposant une étude conjointe des deux types de minéraux sur lame mince polie. La Figure 2.11 représente le chemin optique parcourue par la lumière polarisée par différents jeux de miroirs par les deux modes de lumières.

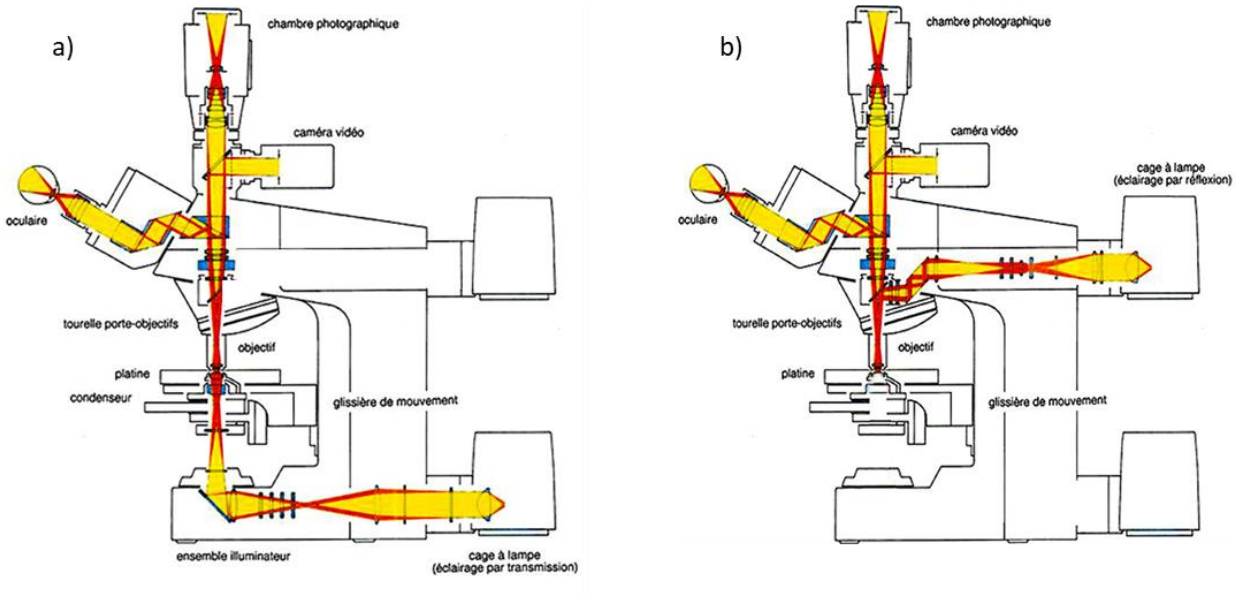


Figure 2.11 Chemin optique la lumière au sein d'un microscope optique polarisant proposant le mode lumière a) transmise et b) réfléchie; modifié de Vigier (2008).

Comme dit en section 2.2.1.1, le développement de la MO polarisant en lumière transmise est associé à l'émergence de la pétrographie. Les premiers MO polarisants permettant l'étude pétrographique existent depuis au moins le XVIII^{e} siècle grâce aux minéralogistes britanniques William Nicol (1768-1851) et Henri Clifton Sorby (1826-1908). L'outil fut perfectionné au cours des deux siècles suivants par plusieurs minéralogistes allemands (Ferdinand Zirkel (1838-1912), Hermann Vogelsang (1838-1874) et Harry Rosenbusch (1836-1914)) puis français (Ferdinand Fouqué (1828-1904) et Alfred des Cloizeaux (1817-1897)) pour arriver à l'outil que l'on connait aujourd'hui (Touret, 2006). L'utilisation du premier MO polarisant en lumière réfléchie pour

l'étude des minéraux opaques remonte seulement depuis le début XXe siècle par l'utilisation pour la première fois de W. Campbell en 1906 : l'étude portait sur des échantillons de minerais de la mine de Sudbury, Canada. Cette première étude se contentait d'étendre la méthode microscopique qui existait déjà pour les alliages métalliques connus sous le nom de métallographie et qui a été développée par Osmond (1893) (Picot & Johan, 1977).

Le MO polarisant, que cela soit en mode transmis ou réfléchi, permet de déterminer les propriétés optiques des minéraux pour les identifier. La détermination des propriétés optiques est permise par l'utilisation de deux éléments optiques (filtres polarisateurs) au sein du MO : le polariseur et l'analyseur; les minéraux peuvent être ainsi observés sous deux types de lumière :

- Sous lumière polarisée non analysée (LPNA) : le polariseur situé entre l'illuminateur et l'échantillon (Figure 2.12) permet de rendre la lumière de l'illuminateur polarisée et d'exciter l'échantillon observé avec un rayon lumineux dans une seule direction de vibration; les minéraux sont alors observés avec leurs teintes naturelles;
- Sous lumière polarisée analysée (LPA) : l'analyseur perpendiculaire au polariseur est situé entre l'échantillon et l'observateur (oculaire ou caméra) (Figure 2.12). Une fois polarisée par le polariseur, la lumière qui vibre selon un plan perpendiculaire à l'analyseur ne le traverse pas : aucune lumière n'arrive à l'observateur. Les minéraux d'un échantillon, placé entre le polariseur et l'analyseur, sont alors traversés par la lumière polarisée (mode transmis) ou cette dernière est réfléchie par les minéraux (mode réfléchi). Un minéral va alors dévier la lumière polarisée selon des caractéristiques qui lui sont propres, polarisant la lumière selon un nouveau plan qui peut être compatible avec l'orientation de l'analyseur. Le minéral peut être alors observable avec des teintes de polarisations qui lui sont caractéristiques. Si le minéral ne dévie pas la lumière qu'il reçoit, il apparaitra alors noir ou « éteint ».

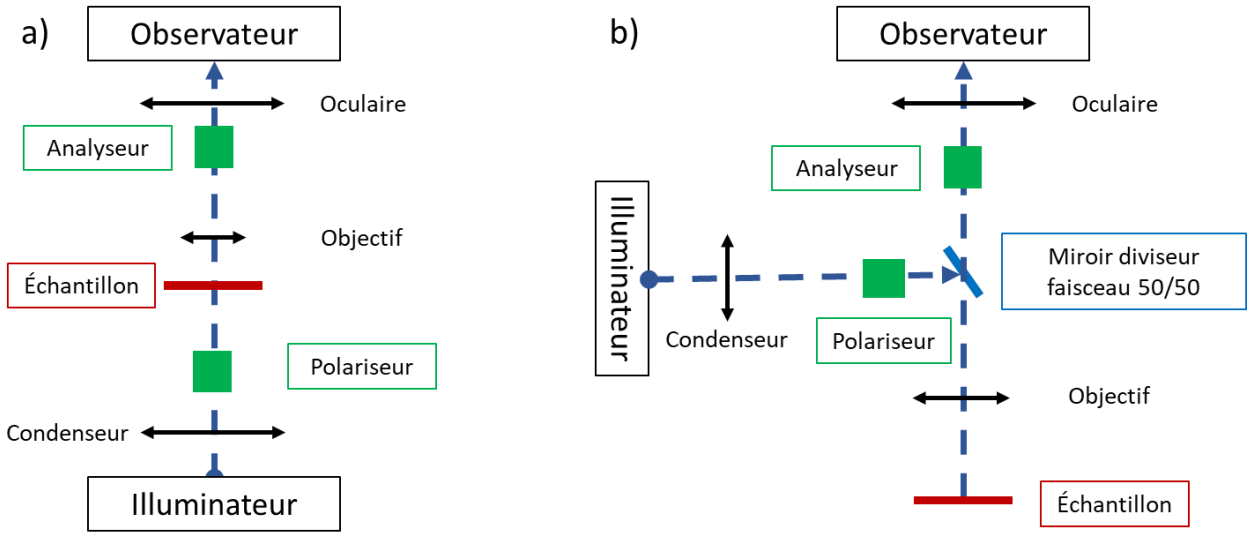


Figure 2.12 Disposition des différents éléments optiques selon les deux modes de lumière disponible au sein d'un MO polarisant : a) mode de lumière transmise, b) mode de lumière réfléchie.

Selon ces deux types de lumières, les différentes propriétés optiques des minéraux peuvent être déterminées pour permettre l'identification minéralogique des particules présentes dans un échantillon. Le Tableau 2.1 et le Tableau 2.2 donnent les différentes propriétés optiques permettant l'identification minéralogique des phases présentes dans un échantillon selon le mode transmis et réfléchi du MO polarisant respectivement et le type de lumière utilisé (LPNA et LPA).

Le MO polarisant permet l'observation des phases minérales jusqu'à un grossissement habituel de 1000 (objectif 1000x), mais cette approche permet uniquement une caractérisation qualitative nécessitant une certaine expérience dans l'identification minéralogique sous MO polarisant de la part d'un utilisateur (pétrographe, minéralogiste). En effet, la détermination de chacune des propriétés optiques pour chaque phase minérale permet l'identification de ces mêmes phases présentes dans un échantillon (Tableau 2.1 et Tableau 2.2). La caractérisation minéralogique sous MO polarisant reste ainsi très manuelle malgré des méthodes développées comme la méthode de comptage de points permettant une quantification minéralogique plus ou moins poussée de la composition modale (Gundersen, 1981; Howarth, 1998; Mathieu, O. et al., 1981).

Tableau 2.1 Principales propriétés optiques pour l'identification minéralogique en MO polarisant en mode lumière transmise.

Lumière polarisée non analysée (LPNA)		**Lumière polarisée analysée (LPA)**	
Propriété optique	**Description de la propriété**	**Propriété optique**	**Description de la propriété**
Couleur	Capacité d'une phase à renvoyer une partie du spectre d'émission lumineuse de l'illuminateur, les phases peuvent être incolores (renvoyant toute la lumière), colorées ou opaques (absorbant toute la lumière).	Macle	La LPA permet de faire apparaitre les macles de certaines phases minérales qui sont des plans préférentiels où deux individus de même espèce minérale sont reliés. Certaines formes de macle sont typiques de certaines phases (e.g. macle polysynthétique des plagioclases).
Forme	Certaines phases minérales se cristallisent habituellement de façon automorphe donnant des formes qui leur sont typiques.	Angle d'extinction ou anisotropie	Phénomène où un minéral devient noir selon son orientation. Un angle d'extinction peut être mesuré entre la direction d'allongement de la phase et la position d'extinction. Si l'angle d'extinction est nul, l'extinction est droite (exemple biotite), sinon elle est oblique. Si cet angle est inégalé et progressif, l'extinction est roulante (e.g. quartz).
Clivage	Linéations visibles sur des phases correspondant à des plans cristallographiques correspondant à des directions de liaisons faibles entre les atomes présentant des orientations ou des angles typiques de certaines phases minérales (e.g. pyroxènes présentant des angles de clivages à 90°).		
Relief ou réfringence	Apparition de liseré plus ou moins prononcée autour des phases liées aux différences d'indice de réfraction entre les minéraux présents (e.g. relief très fort : grenat).	Biréfringence	La lumière polarisée se dédouble en deux rayons de polarisation avec des vitesses de propagation différente lorsqu'elle traverse une phase. L'analyseur sélectionne ces rayons lumineux selon leur polarisation donnant des teintes de polarisations typiques de certaines phases minérales classées par ordre de biréfringence (teintes de Newton-Lévy)
Pléochroïsme	Changement de couleur selon l'orientation d'une phase lié à une variation d'absorption de la lumière reçu suivant les axes cristallographiques d'une phase (e.g. biotite ($K(Mg, Fe)_3(OH, F)_2$))		

Tableau 2.2 Principales propriétés optiques pour l'identification minéralogique en MO polarisant en mode lumière réfléchie.

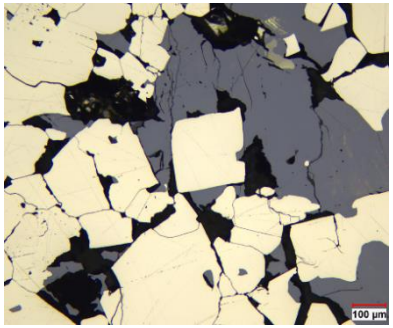
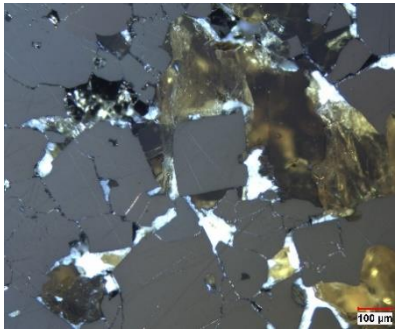
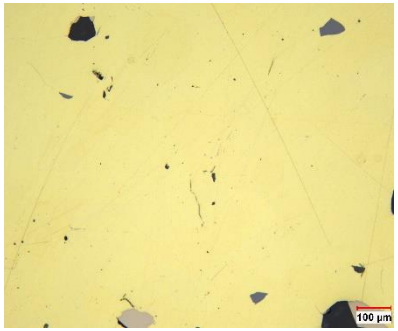
Lumière polarisée non analysée (LPNA)		**Lumière polarisée analysée (LPA)**	
Propriété optique	**Description de la propriété**	**Propriété optique**	**Description de la propriété**
Couleur	Capacité d'une phase à renvoyer une partie du spectre d'émission lumineuse de l'illuminateur.	Isotropie/ anisotropie	Sous LPA, certaines phases présentes des teintes de polarisations qui leur sont typiques. L'apparition de ces teintes et l'intensité lumineuse caractérisent l'anisotropie des phases et permettent de les identifier. Certaines phases du fait de leurs caractères cristallographiques ne présentent pas de teintes de polarisations, ils sont isotropes (e.g. pyrite)
Réflectivité/ pouvoir réflecteur ou réflectance	Impression de brillance d'une phase minérale qui peut varier selon l'orientation de la phase (biréflectivité).		
Forme, association préférentielle	Certaines phases minérales se cristallisent habituellement de façon automorphe donnant des formes qui leur sont typiques. Certaines phases minérales se présentent préférentiellement en contact avec d'autres phases minérales en lien avec des paragenèses connues. L'identification d'une phase peut permettre de faciliter d'autres phases par leur présence conjointe typique.	Macle	La LPA permet de faire apparaitre les macles de certaines phases minérales qui sont des plans préférentiels où deux individus de même espèce minérale sont reliés. Certaines formes de macle sont typiques de certaines phases (e.g. macle polysynthétique de la chalcopyrite ($CuFeS_2$)).
Dureté relative	Apparition de liseré lié au relief optique de certaines phases par rapport à d'autres permettant de déterminer une dureté relative.	Réflexions internes	Certains minéraux opaques laissent pénétrer une partie de la lumière polarisée au sein de leurs structures cristallographiques. Cette lumière se réfléchit alors sur des plans de clivage ou macles donnant des phénomènes colorés typiques de certaines phases.
Pléochroïsme de réflexion	Changement de couleur selon l'orientation d'une phase lié à une variation d'absorption de la lumière reçue suivant les axes cristallographiques d'une phase (e.g. covellite (CuS))		

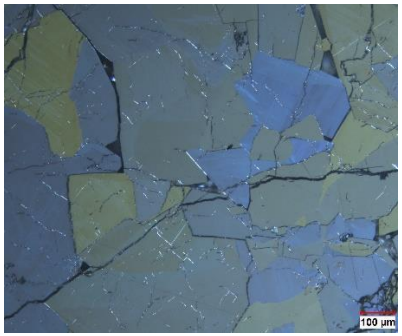
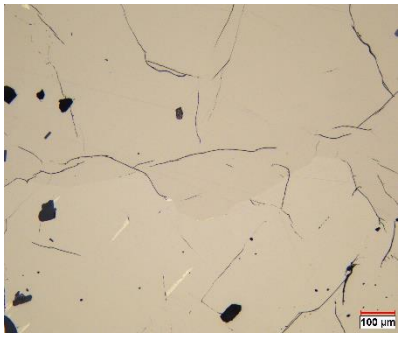
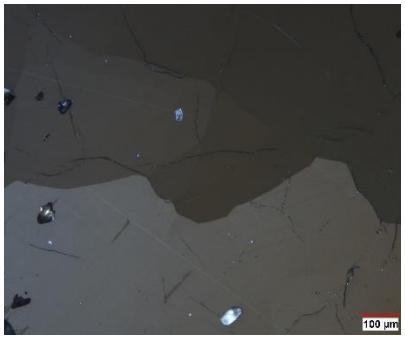
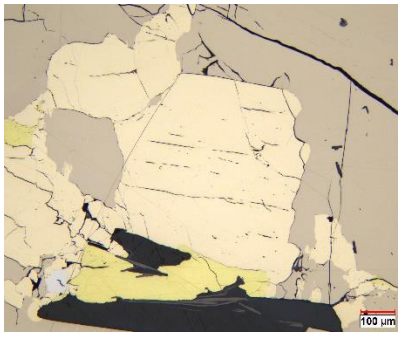
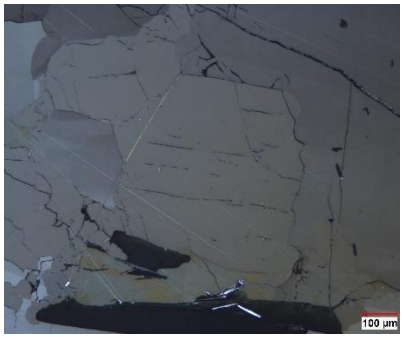
La technique de quantification minéralogique sous MO polarisant semble néanmoins avoir disparu dans le milieu industriel puisqu'elle constitue une approche encore longue et fastidieuse. Cependant, l'avantage du MO polarisant (comme les autres outils de microscopie tel que le MEB) réside dans la possibilité d'obtenir des informations texturales que présentent les échantillons : forme des phases, granulométrie, inclusions, grains mixtes, degrés de libérations des particules, etc. Comme déjà évoqué la performance des ordinateurs permet aujourd'hui de pouvoir quantifier ces paramètres par AI numérique à l'aide des outils de microscopie.

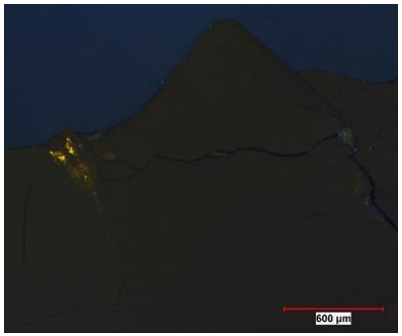
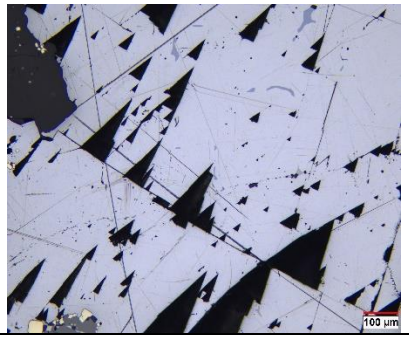
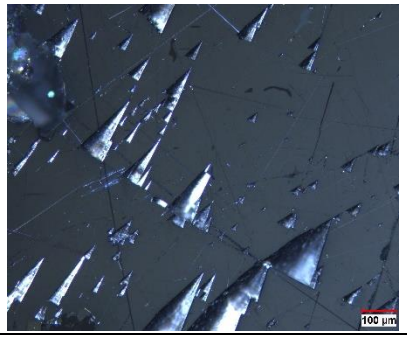
Cependant, il peut être noté que la détermination des phases minérales opaques sous MO polarisant en lumière réfléchie reste plus simple que l'identification des phases minérales transparentes sous MO polarisant en lumière transmise. Un pétrographe expérimenté peut facilement identifier les phases minérales opaques communes par leurs variations subtiles de couleurs (Tableau 2.3).

Le MOA en lumière réfléchie constitue la principale technique étudiée dans ce doctorat et l'évolution de cette technique automatisée ainsi que les études utilisant cet outil ont fait l'objet d'un article de revue de littérature et est traité dans le Chapitre 3.

Tableau 2.3 Minéraux opaques communs (sulfures) identifiables facilement par leurs couleurs typiques au MO polarisant en lumière réfléchi; modifié de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 6, annexe G.

Minéral (formule)	**Propriétés optiques pertinentes pour identification**	**Image optique LPNA**	**Image optique LPA**
Pyrite (FeS_2)	LPNA : jaune très clair, forme cubique typique et dureté relative élevée. LPA : isotrope.		
Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	LPNA : couleur jaune typique. LPA : macle polysynthétique typique.		

Minéral (formule)	Propriétés optiques pertinentes pour identification	Image optique LPNA	Image optique LPA
Arsénopyrite (FeAsS)	LPNA : couleur blanche typique avec pointe légère de jaunâtre avec forme de losange. LPA : anisotropie avec teinte bleue à brun-vert et brun foncé typique et macle sous forme de sablier.		
Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, $0<x<0,17$)	LPNA : marron typique avec pléochroïsme léger. LPA : anisotropie avec teintes bleutées		
Pentlandite ($(Ni, Fe)_9S_8$)	LPNA : couleur blanc crème typique. LPA : isotrope.		

Minéral (formule)	Propriétés optiques pertinentes pour identification	Image optique LPNA	Image optique LPA
Sphalerite ((Zn,Fe)S)	LPNA : couleur grise typique avec faible réflectance. LPA : isotrope avec réflexion interne rouge et jaune typique		
Galène (PbS)	LPNA : couleur grise avec reflets bleus et réflectance élevée et arrachements triangulaires typiques. LPA : isotrope.		

2.3.2 Microscopie électronique à balayage et spectroscopie associée

2.3.2.1 Principe de l'imagerie électronique à balayage

Le MEB est une technique d'imagerie microscopique, tout comme le MO, qui est généralement couplé par une technique d'analyse par EDS. La microsonde électronique (MSE) reste semblable au MEB mais il est parfois équipé de plusieurs spectromètres monochromateurs à cristaux type WDS. La différence de spectroscopie sera évoquée ultérieurement dans cette section.

Contrairement au MO, le MEB utilise comme rayonnement primaire un faisceau d'électrons, permettant d'obtenir un grandissement jusqu'à 100 000 fois. Ce faisceau électronique, d'un diamètre de 20 µm est focalisé sur l'échantillon grâce à une série de lentilles électromagnétiques. Changer le courant de ces lentilles revient alors à changer la force magnétique et donc le caractère plus ou moins focalisant de la lentille. Les lois de l'optique géométrique peuvent alors s'appliquer à la microscopie électronique. Les électrons sont émis par un canon à électrons qui permet d'extraire les électrons d'une source (filament de tungstène par énergie thermique, pointe de LaB_6, canon à émission de champs) (Figure 2.13). Les électrons arrachés sont par la suite accélérés par champs électriques et focalisés par les lentilles précédemment citées (Figure 2.13).

Le balayage électronique qu'effectue l'appareil se fait grâce à des bobines diélectriques situées entre les deux lentilles électromagnétiques. Selon l'axe de déviation, les bobines sont alimentées par un courant en dent de scie (déviation selon l'axe X) et par un courant en escalier (déviation selon l'axe Y). Une synchronisation est établie alors entre l'écran de visualisation et ces bobines (même source de courant entre l'oscilloscope et les bobines).

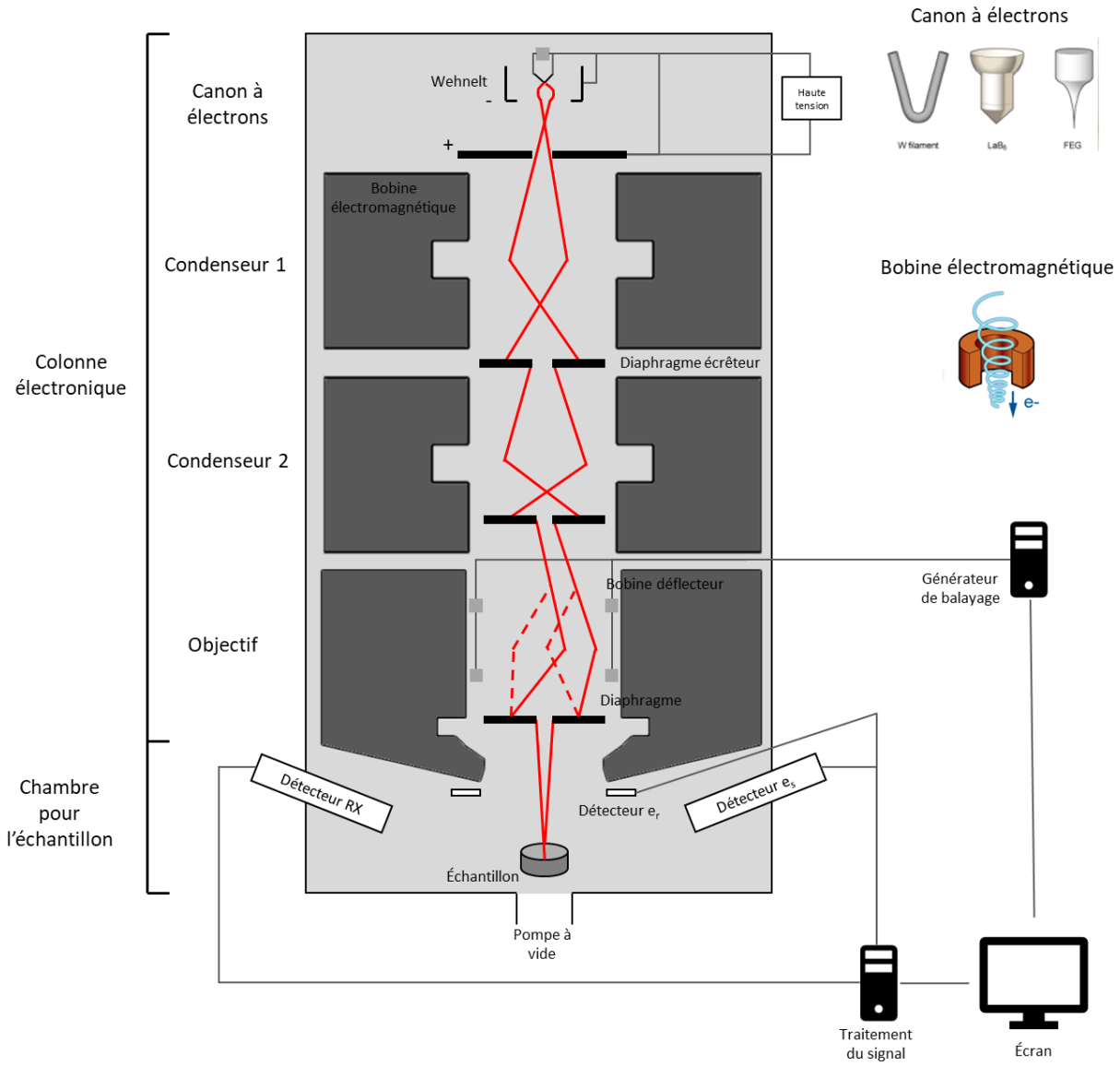


Figure 2.13 Schéma du MEB et détecteurs associés; modifié de Mohammed et Abdullah (2018).

Plusieurs types de rayonnements secondaires sont générés à la suite du rayonnement primaire faisceau d'électrons-échantillon. Seuls 2 types de signaux sont communément détectés par le MEB pour le balayage permettant une imagerie de l'échantillon :

- Les électrons secondaires (e_s) (donnant l'imagerie électronique secondaire) de quelques eV captés par un détecteur (Figure 2.13). Les électrons du rayonnement primaire rencontrant un atome de l'échantillon peuvent lui transmettre son énergie produisant l'émission par l'atome d'un électron à faible énergie. La trajectoire de l'électron incident est ainsi déviée. Les électrons émis étant à faible énergie, à très faible profondeur et que le rendement

d'émission change selon les variations de la surface, l'image obtenue nous informe sur la topographie de surface de l'échantillon;

- Les électrons rétrodiffusés (e_r) (donnant l'imagerie électronique rétrodiffusée) captés par un second détecteur (Figure 2.13). Cette interaction provient du fait que les électrons incidents du faisceau électronique changent de trajectoire lorsqu'ils se rapprochent d'un noyau d'atome sans perte notable d'énergie. Le rendement de la rétrodiffusion dépend du numéro atomique (Z) de l'atome cible, celui-ci augmente avec Z. L'image obtenue sera ainsi plus claire si la zone contient des éléments plus lourds, communiquant des informations qualitatives sur les variations de composition chimique à la surface de l'échantillon. Cette interaction est donc moins sensible aux différences d'inclinaison de l'échantillon.

Pour l'étude de minéraux soit par SP ou lame mince polie, l'imagerie électronique rétrodiffusée est généralement préconisée. Une dernière interaction électron-matière est possible et elle permet au MEB d'effectuer des micro-analyses chimiques sur l'échantillon.

2.3.2.2 Spectroscopie en énergie et longueur d'onde dispersive (EDS et WDS)

Le faisceau électronique incident peut laisser une partie de son énergie aux atomes composant l'échantillon. L'énergie du rayonnement incident est suffisamment élevée pour attaquer la couche la plus énergétique des atomes et la plus proche du noyau, la couche K. Un électron de la couche K est arraché, ionisant l'atome en question. L'atome étant dans un état instable avec une énergie supérieure à son état fondamental. Le retour à l'état stable se fait par la transition d'un électron venant d'une couche moins profonde (L, M, N, etc.). La différence d'énergie est libérée et s'exprime par l'émission d'un photon X. Cette réaction se reproduit en cascade puisque la lacune de cette couche électronique extérieure doit être comblée par le saut d'un électron venant d'un niveau plus externe et ainsi de suite. Ces transitions électroniques successives produisent ces photons X donnant un spectre d'émission X qui sera caractéristique pour chaque élément atomique (Kα, Kβ, Lα, Lβ etc.; Figure 2.14).

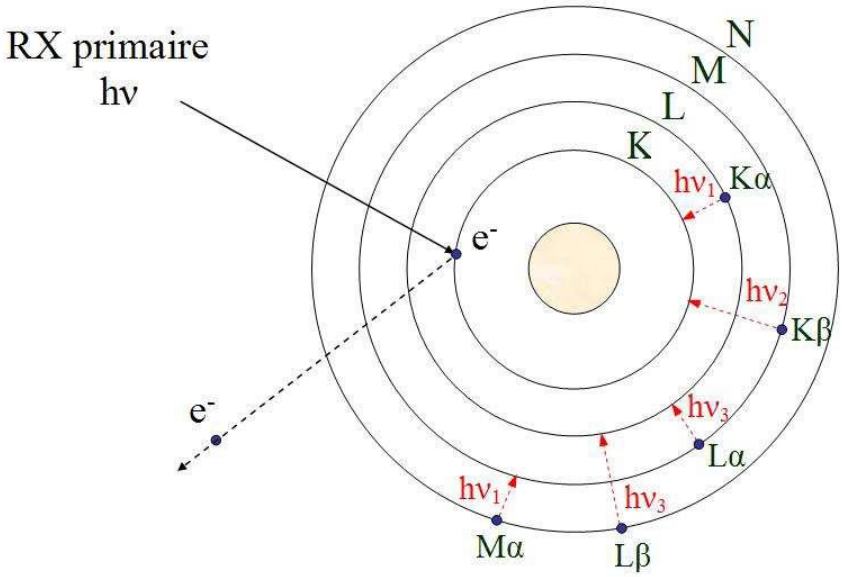


Figure 2.14 Principe de la spectroscopie EDS. RX : rayon X, $h\nu_n$: énergie des photons X émis, e^- : électron; issu de Chopard (2016).

Cette émission de rayonnements X peut être mesurée grâce au détecteur EDS. Un logiciel permet généralement l'interprétation du spectre d'énergie émis. Il est alors obtenu une stœchiométrie de chaque élément qui a pu être interprétée par l'analyse du spectre par un logiciel. Cette analyse chimique peut être effectuée sur toute la surface balayée par le faisceau (analyse globale et cartographie élémentaire de rayons X, Figure 2.15) ou de manière ponctuelle par micro-analyse selon une résolution spatiale allant jusqu'à quelques µm. L'interprétation minéralogique se fait ainsi sur la base de l'identification et la quantification des spectres EDS obtenus sur les micro-analyses avec une visualisation des particules analysées par imagerie électronique.

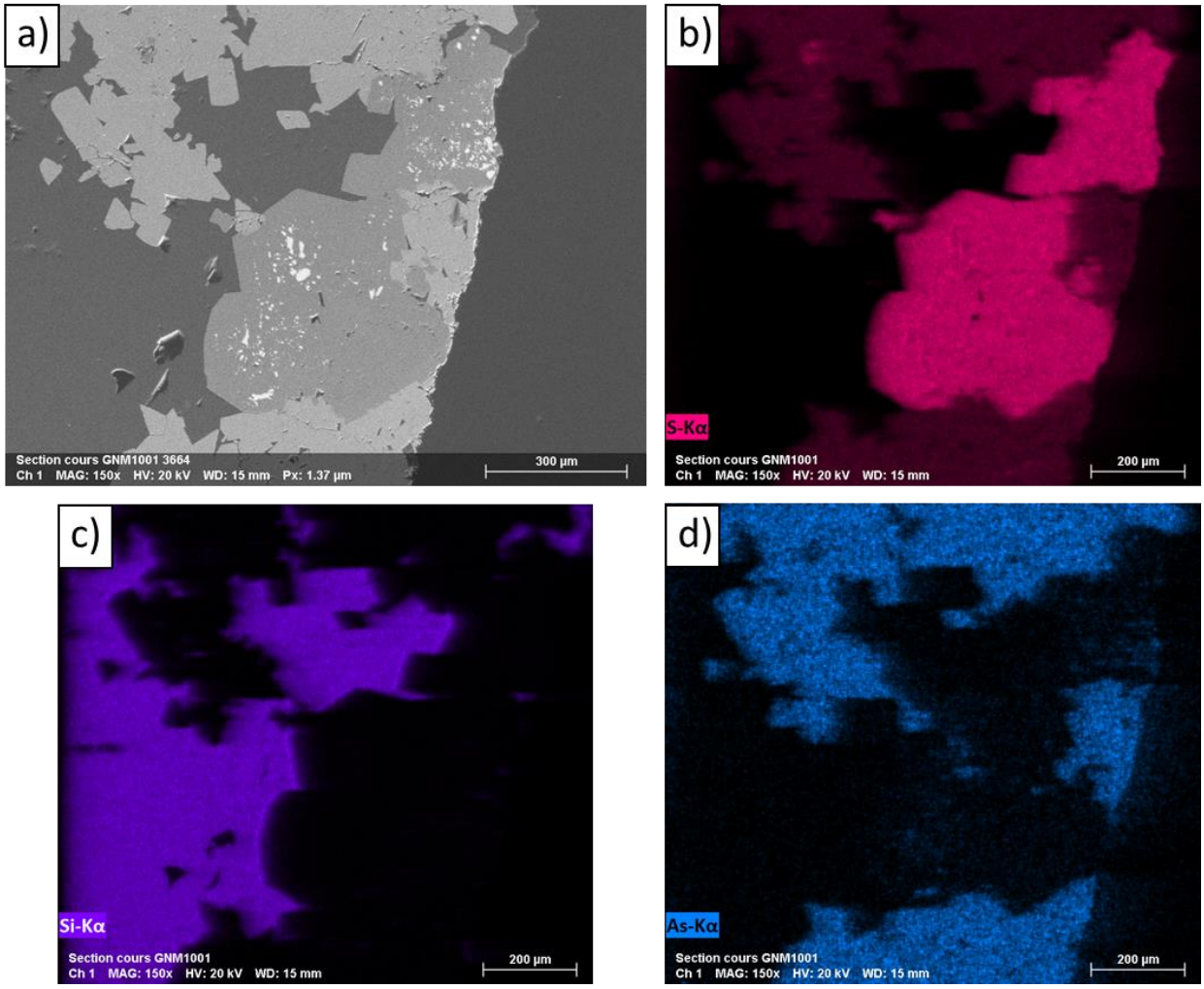


Figure 2.15 Exemple de cartographie élémentaire X sur un échantillon de silicates, pyrite et arsénopyrite; a) image e_r de la zone analysée, b) cartographie élémentaire X de l'élément S, c) cartographie élémentaire X de l'élément Si, d) cartographie élémentaire X de l'élément As.

Ces différentes interactions citées se manifestent au sein de l'échantillon analysé à une profondeur et une résolution latérale variable selon une poire d'interaction (Figure 2.16). Il faut ainsi prendre en compte ces variations puisque plusieurs phases minérales peuvent être analysées sur un même point d'analyse conduisant à des résultats de micro-analyses erronés. La limite de détection des micro-analyses par EDS est de l'ordre de 1000 ppm et permet l'analyse de tous les éléments chimiques à partir du B (Z>5).

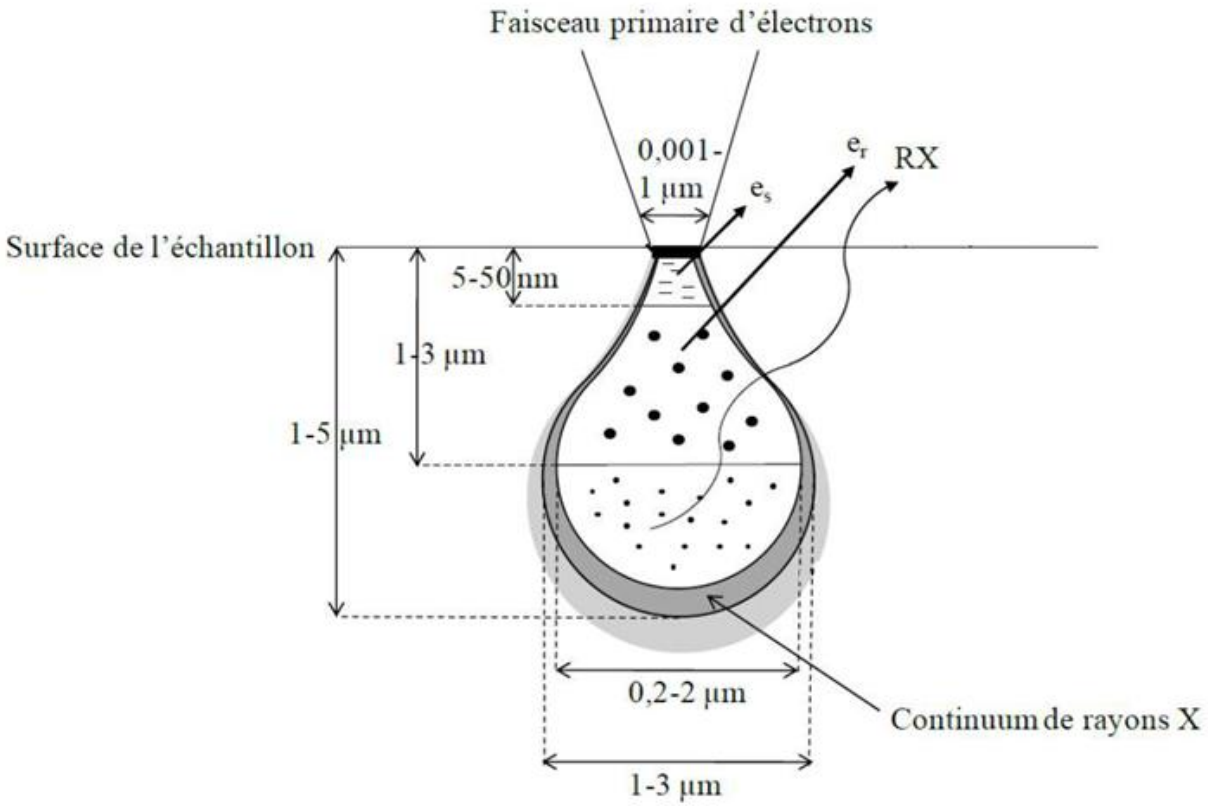


Figure 2.16 Types de signaux générés suite à l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon : e_s électrons secondaires, e_r électrons rétrodiffusés, RX : rayons X; modifié de Mermillod-Blondin, Raphael et al. (2011).

La MSE permet aussi une analyse chimique quantitative sur matériau minéral non destructive. L'appareil en question permet aussi d'obtenir une imagerie électronique comme pour le MEB (imagerie sous e_r ou e_s) ainsi que des cartes de distribution spatiale des éléments par spectromètres.

Les analyses géochimiques précises sont généralement permises grâce à 5 spectromètres dispersifs en longueur d'onde (WDS). Ces détecteurs WDS peuvent ainsi analyser les éléments allant du B à l'U et les analyses en question sont standardisées. Suite à l'interaction électron-échantillon, les RX qui en ressortent sont ensuite sélectionnés selon leurs longueurs d'onde par diffraction de Bragg sur un monocristal puis détectés par le WDS. L'angle entre la trajectoire du rayonnement de l'interaction et la surface du cristal permet ainsi d'obtenir la longueur d'onde réfléchie. L'énergie déterminée pour chaque longueur d'onde permet ainsi de déterminer l'élément analysé. Le grand avantage du WDS est cette sélection très précise des longueurs d'onde analysées (Figure 2.17). La MSE peut utiliser généralement jusqu'à 5 spectromètres WDS chacun étant réglé aux positions

d'intérêt pour l'analyse d'un élément considéré permettant ainsi d'analyser tous les éléments du B (Z=4) à l'U (Z=92). La précision d'analyse des spectromètres permet de descendre jusqu'à une limite de détection de l'ordre d'une dizaine de ppm selon le temps d'analyse alloué pendant l'analyse (Batanova, Valentina G. et al., 2015; Batanova, V. G. et al., 2018). Ainsi, la MSE devient utile pour quantifier les éléments traces présents au sein des phases minérales, mais celui-ci reste limité aux éléments choisis (positions des spectromètres WDS) lors de l'analyse. En contexte minier, cette détermination peut permettre de comprendre la distribution de certains éléments utiles dans un échantillon (e.g. Au réfractaire au sein des minéraux sulfurés) et adopter une stratégie de récupération métallurgique adéquate.

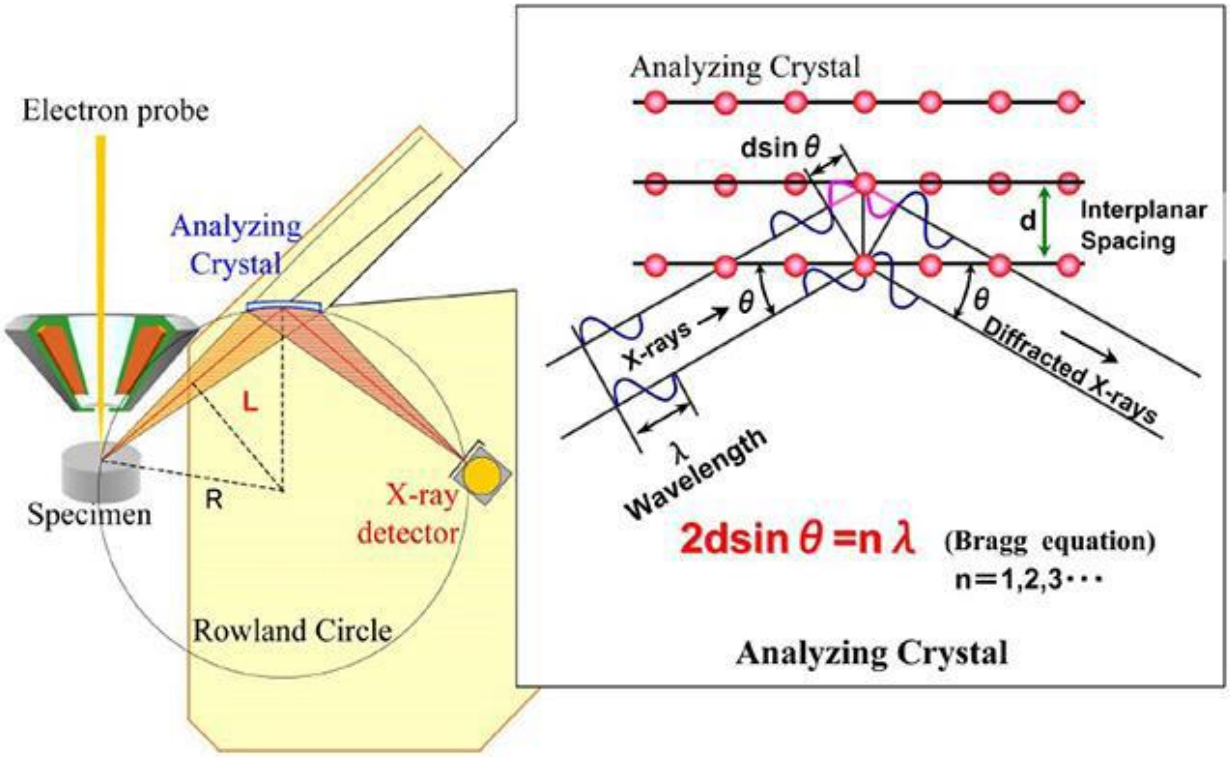


Figure 2.17 Principe du détecteur WDS du MSE; issu de Batanova, Valentina G. et al. (2015).

Il est ainsi à rappeler que la microscopie électronique permet, comme pour la MO, une visualisation des différentes phases sur lame mince polie ou SP. L'AI devient alors possible via le MEB-EDS. Combiné à l'identification des phases par la spectroscopie utilisée, la microscopie électronique a été la principale technique microscopique qui a pu profiter de ces avancées technologiques donnant les systèmes de minéralogie automatisée connus aujourd'hui (traité en section 2.3.3).

2.3.3 Minéralogie automatisée type MEB-EDS

L'analyse minéralogique automatisée renvoie à l'analyse et la quantification microscopique d'échantillon quasi systématiquement sous forme de poudre/fragmenté. Il s'agit aujourd'hui de la technique de caractérisation minéralogique microscopique automatisée la plus utilisée dans l'industrie minière. L'échantillon est mis généralement en SP pour permettre une analyse microscopique des particules et des grains constituant l'échantillon analysé. Le terme de particule renvoie tout le long de ce document de thèse à l'identification d'une phase minéralogique qui peut constituer complètement ou en partie un grain; ainsi un grain dit mixte est constitué de plusieurs particules minérales.

Les systèmes de minéralogie automatisée se sont donc principalement développés autour de l'appareillage MEB-EDS/WDS (présenté en section 2.3.2). Ce présent doctorat traite particulièrement de la MOA; un article de revue de littérature sur l'évolution des systèmes de minéralogie automatisée en MO est présenté en section 3.1.2. Cette présente section synthétise ainsi le principe général des principaux systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS.

L'AI a fait l'objet d'un certain nombre de développements durant les années 1970 et 1980 pour des applications minéralogiques (Jones, 1987; Petruk, W., 1978, 1979). Le laboratoire CANMET fut à l'origine de nombreux algorithmes mathématiques permettant de quantifier la libération minéralogique (Lastra & Petruk, 1994) et d'appliquer des corrections stéréologiques (Lastra, R., 2002; Petruk, W., 2000) sur la base de l'approche d'AI développé par Petruk, W. (1989) et Lastra, R et al. (1998). Ce développement a pu aboutir à la technologie MP-SEM-IPS (*microprobe-scanning electron microscopy-image processing system*). Par la suite, durant les années 2000, le laboratoire CSIRO (Australie) développe la technologie initiale QEM*SEM en collaborant avec l'industrie minière d'exploitation de charbon (Cropp, A. F. et al., 2003) qui donnera par la suite le système automatisé aujourd'hui le plus connu : le QEMSCAN®. Dans la même période, le laboratoire JKMRC (Australie) a développé, mais aussi commercialisé un autre système d'analyse de la libération minérale : MLA® qui se base sur la technologie développée par CANMET (Gu, 2003). Ces deux derniers systèmes sont les plus utilisés au sein de l'industrie minière pour des applications de caractérisation minéralogique. Depuis les 10 dernières années, de nouveaux systèmes apparaissent dans le milieu de l'industrie minière faisant concurrence aux premières

technologies à savoir : MINERALOGICAL MINING® du constructeur Zeiss (Graham et al., 2015) et TIMA® de Tescan (Hrstka et al., 2018).

Le but général de l'analyse minéralogique automatisée est d'obtenir des images classifiées, où chaque pixel est renvoyé à une phase minéralogique donnant une cartographie minéralogique des particules composant l'échantillon (Figure 2.18).

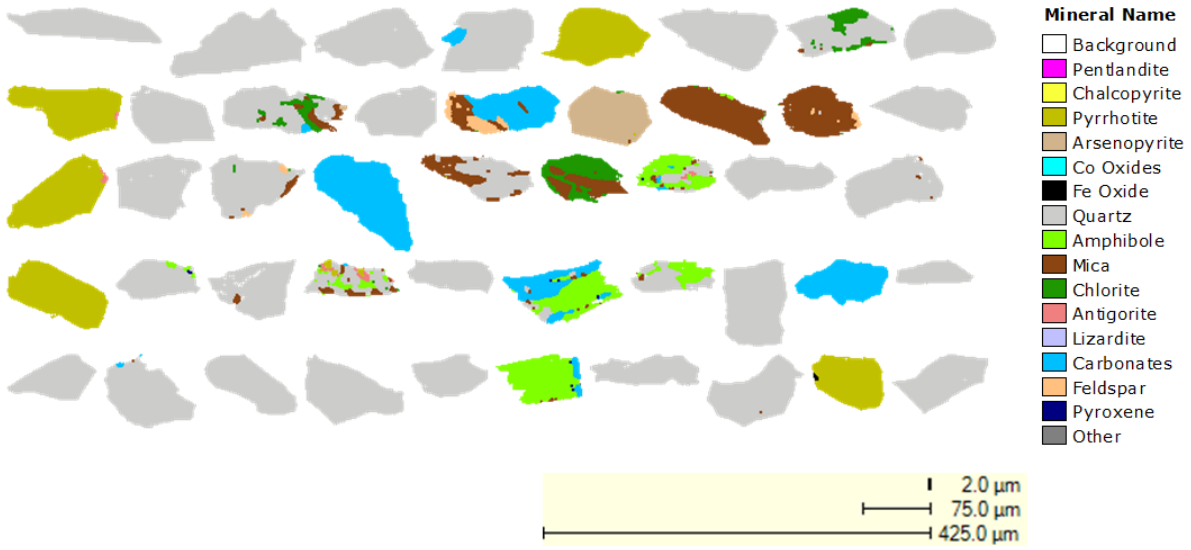


Figure 2.18 Exemple de segmentation des particules (cartographie minéralogique) proposé par un système de minéralogie automatisée type MEB-EDS (QEMSCAN®) sur un échantillon (fraction +75 µm) de minerai de la mine Amaruq (mine Agnico Eagle Limitée) étudié.

Le principe général des différents systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS mentionnée reste sensiblement le même : l'imagerie en e_r est généralement collectée pour la localisation des différentes particules constituant l'échantillon. Selon les différents modes d'analyse proposés par les différents systèmes mentionnés, la segmentation des particules (définition des frontières minéralogiques au sein des grains) se fait généralement par seuillage de niveaux de gris (SNG) des images en e_r collectées (la valeur de seuillage permettant de discriminer les phases minérales à des Z moyens différents) avec parfois des algorithmes de traitement d'image permettant la « désagglomération » des grains (Tableau 2.5). Par la suite et selon différents modes d'analyse EDS, l'attribution des particules aux phases minérales est effectuée (classification) par comparaison des bases de données EDS (Figure 2.19; Tableau 2.5). Les méthodes de classifications c'est-à-dire les algorithmes permettant la bonne attribution des phases minérales selon l'analyse EDS ne sont que très peu documentées dans la littérature.

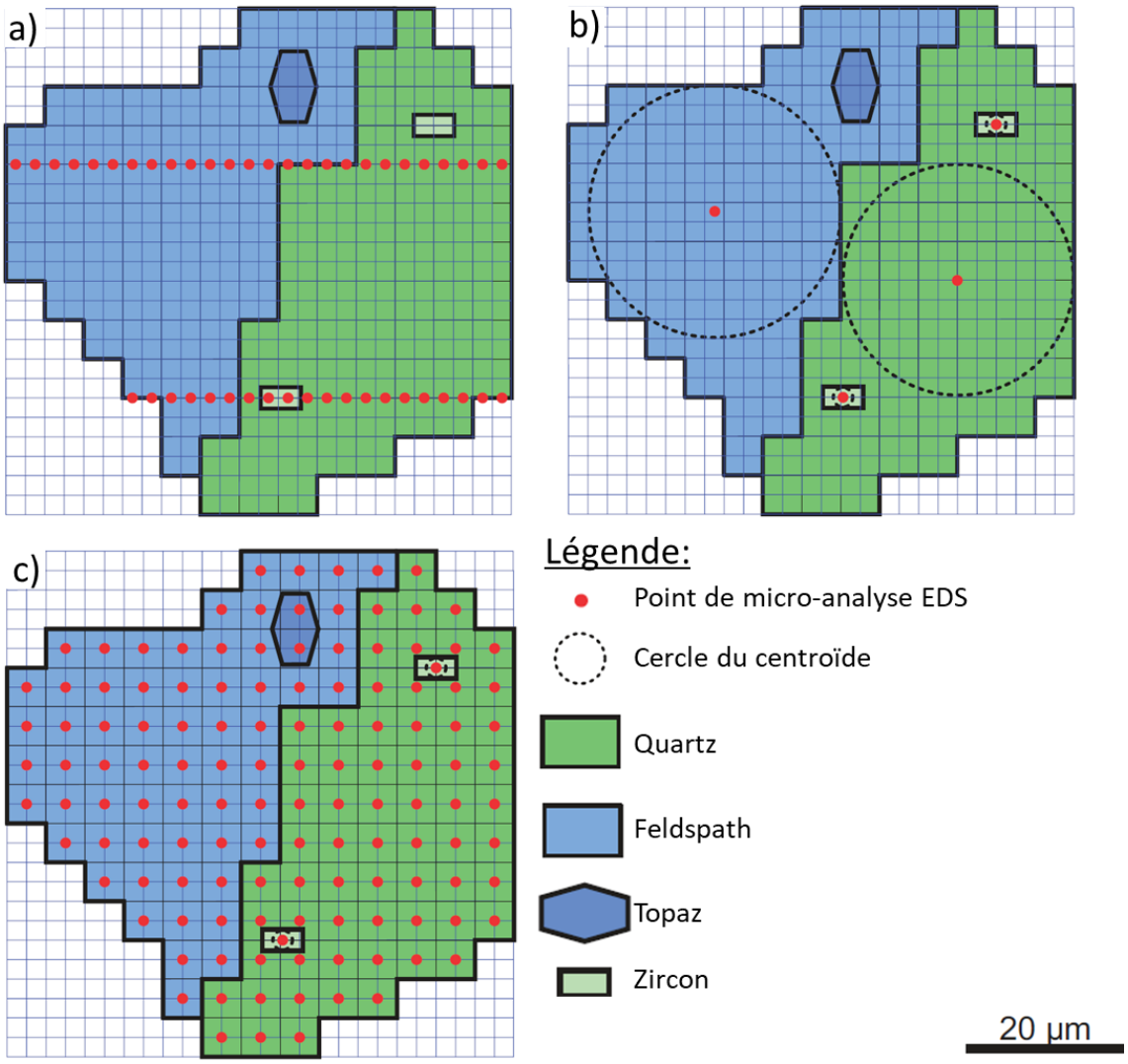


Figure 2.19 Différents modes d'analyse EDS généralement disponibles par les systèmes de minéralogie automatisée pour l'identification minéralogique des particules; a) scan linéaire, b) analyse EDS des centroïdes des particules, c) cartographie EDS plus ou moins poussée; modifié de Hrstka et al. (2018).

Cette classification est différente selon les modes d'analyses proposées donnant des résolutions de classification aussi différentes, mais généralement, les systèmes proposent trois modes d'analyses EDS (Figure 2.19) :

- Scan linéaire des analyses EDS équidistantes et espacement de micro-analyse fixé sur les grains localisés permettant une segmentation des grains mixtes efficace si la chimie des particules composant les grains mixtes est différente, mais ce mode empêche une

quantification de libération et d'association minéralogique poussée (e.g. mode *scan feature* de *Mineralogical Mining*®; mode TLM du TIMA®; Figure 2.19-a);

- Une analyse EDS ponctuelle sur les centroïdes des particules segmentées permettant une analyse rapide des grains, mais ne permettant pas d'identifier deux phases adjacentes ayant des numéros atomiques moyens similaires, la segmentation des grains mixtes peut être de moins bonne résolution (e.g. mode TPS de TIMA® et XMOD du MLA®;Figure 2.19-b);
- Une cartographie de micro-analyses EDS plus ou moins resserrée sur les différentes particules pour obtenir une résolution d'image (espacement d'un pixel correspondant à une micro-analyse) plus ou moins poussée permettant de différencier les phases présentant un SNG en imagerie e_r proche (e.g modes PMA du QEMSCAN®, modes BSE du MLA® et *Mineralogical Mining*®, modes TDS et HRM du TIMA®; Figure 2.19-c).

Des modes supplémentaires sont aussi proposés pour une quantification rapide (scan linéaire) et l'identification spécifique de phases minérales selon les systèmes (Tableau 2.5).

À la suite de cette classification, des algorithmes d'AI permettent de quantifier les différents paramètres minéralogiques à présenter en section 2.4 (composition modale, granulo-minéralogique, libération minéralogique et association minéralogique). Le grand intérêt de ce type de système est de justement proposer ces analyses microscopiques indispensables pour quantifier les paramètres minéralogiques évoqués.

Tableau 2.4 Identification sommaire des systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS; modifié de Mermillod-Blondin, Raphaël (2005).

Système	**QEMSCAN®**	**MLA®**	**Mineralogical Mining®**	**TIMA®**
Analyse d'image	Analyse EDS point par point des grains localisés	Imagerie e_r de haute qualité	Imagerie e_r de haute qualité	Imagerie e_r de haute qualité.
Traitement d'image	Segmentation imagerie e_r	« Désagglomération » et segmentation, imagerie e_r et identification des limites des phases poussées disponible.	Segmentation imagerie e_r.	« Désagglomération » et segmentation imagerie e_r et identification des limites des phases poussées disponible.
Identification minéralogique	À partir d'une base de données EDS de 250 minéraux	Un seul spectre par chaque phase identifiée à partir d'une base de données EDS.	Un seul spectre par chaque phase identifiée à partir d'une base de données EDS.	À partir d'une base de données EDS de 4700 minéraux.
Analyse particules	Seuillage imagerie e_r plus ou moins poussée avec cartographie EDS (mode PMA)	Analyse centroïde particules (mode XMOD), Seuillage imagerie e_r plus ou moins poussée avec cartographie EDS (mode BSE, XBSE, GXMAP).	Scan linéaire particule (mode *feature scan*), Analyse centroïde particules (mode *spot centroïde*), Seuillage imagerie e_r (mode BSE), Cartographie EDS des particules.	Scan linéaire grain (mode TLM), Analyse centroïde particules (mode TPS), Seuillage imagerie e_r poussée et cartographie EDS plus ou moins poussée des grains (modes TDS, HRM).
Mode d'analyses supplémentaire	Scan linéaire (mode BMA), Minéraux spécifiques (modes SMS, TMS).	Minéraux spécifiques (modes RPS, Latti, Shouwstra).	Scan linéaire (*line scan mode*)	Scan linéaire (mode TLM) Minéraux spécifiques (mode TBPS)
Références	Ayling et al. (2012); Butcher, AR et al. (2000); Gottlieb, P. et al. (2000)	Fandrich et al. (2007); Gu (2003)	Graham et al. (2015)	Hrstka et al. (2018)

2.4 Quantification des paramètres minéralogique par systèmes automatisés d'analyse d'image

La microscopie automatisée que cela soit sous MO ou MEB-EDS permet par AI de déterminer les paramètres suivants (Petruk, W., 2000) :

- La composition minéralogique ou modale et la distribution élémentaire minéralogique associée;
- La distribution granulométrique de chaque phase minérale composant un échantillon minéral, appelée distribution granulo-minéralogique;
- Les degrés de libérations/expositions des phases minérales identifiées;
- Les associations minéralogiques préférentielles que présentent les grains mixtes de l'échantillon minéral;
- La texture minérale des grains mixtes.

Cette section se concentrera sur la présentation de ces différents paramètres où leurs différentes techniques de mesures seront évoquées comprenant les méthodes de corrections du biais stéréologique et la détermination des IC associées.

2.4.1 Composition modale et distribution minéralogique élémentaire

La détermination de la composition modale d'un échantillon minéral consiste à l'identification et à la quantification des différentes phases minérales. Il définit alors les minéraux majeurs, mineurs et traces. Elle s'exprime quantitativement par le pourcentage massique (wt. %) des différents minéraux qui composent l'échantillon en question.

La composition modale peut être déterminée selon différentes méthodes, soit par une technique minéralogique directe et/ou par des techniques d'analyse chimiques. Le calcul normatif par exemple est une des méthodes de calcul pour déterminer la composition modale d'un échantillon minéral. Il s'agit d'estimer la minéralogie idéale selon des analyses chimiques. Le calcul normatif par norme CIPW (Cross et al., 1906) où le principe de base est de répartir les éléments chimiques dans les différents minéraux hypothétiques qui composent l'échantillon, est la norme la plus utilisée pour les roches silicatées ignées sans passer par des analyses minéralogiques directes.

Sous systèmes de minéralogie automatisée, la quantification de la teneur d'un minéral (x_i) peut être déterminée par la mesure de la surface occupée du minéral (S_i) identifiée. La proportion massique de chaque minéral peut être ainsi retrouvée en multipliant la proportion surfacique (et/ou volumique) obtenue par la densité du minéral (ρ_i) en question (soit $x_i = V_i \times \rho_i$). Cette méthode se base sur le principe de Delesse (1866) affirmant que la proportion surfacique (S_i) d'un minéral est égale à la proportion volumique (vol. %) du minéral (V_i) dans l'échantillon donnant ainsi une quantification non biaisée de la proportion massique (wt. %) de chaque phase minérale identifiée dans l'échantillon (équation 2.7).

$$V_i = S_i \tag{2.7}$$

Une autre méthode de scan linéaire dite de Rosiwal (Rosiwal, 1898) repose sur la mesurer les longueurs d'intersections entre une série de droites uniforme et aléatoire et les phases minérales (L_i). Le principe consiste à diviser ce nombre par la longueur totale de la série de droites (L_{ref}) afin d'obtenir la proportion volumique du MI (équation 2.8). Cette méthode a été aussi considérée comme un estimateur sans biais pour la détermination de la composition modale (Howard & Reed, 2004; Larsen & Miller, 1935).

$$V_i = \frac{L_i}{L_{ref}} \tag{2.8}$$

Une dernière méthode de comptage par point a été aussi développée par Thomson (1930) : le principe est de positionner une grille de point de façon uniforme; le nombre de points atteignant les particules du MI considéré (P_i) divisée par le nombre de points total utilisé sur tout l'échantillon (P_{ref}) est considérée comme un estimateur non biaisé de la fraction volumique du MI considéré (équation 2.9).

$$V_i = \frac{P_i}{P_{ref}} \tag{2.9}$$

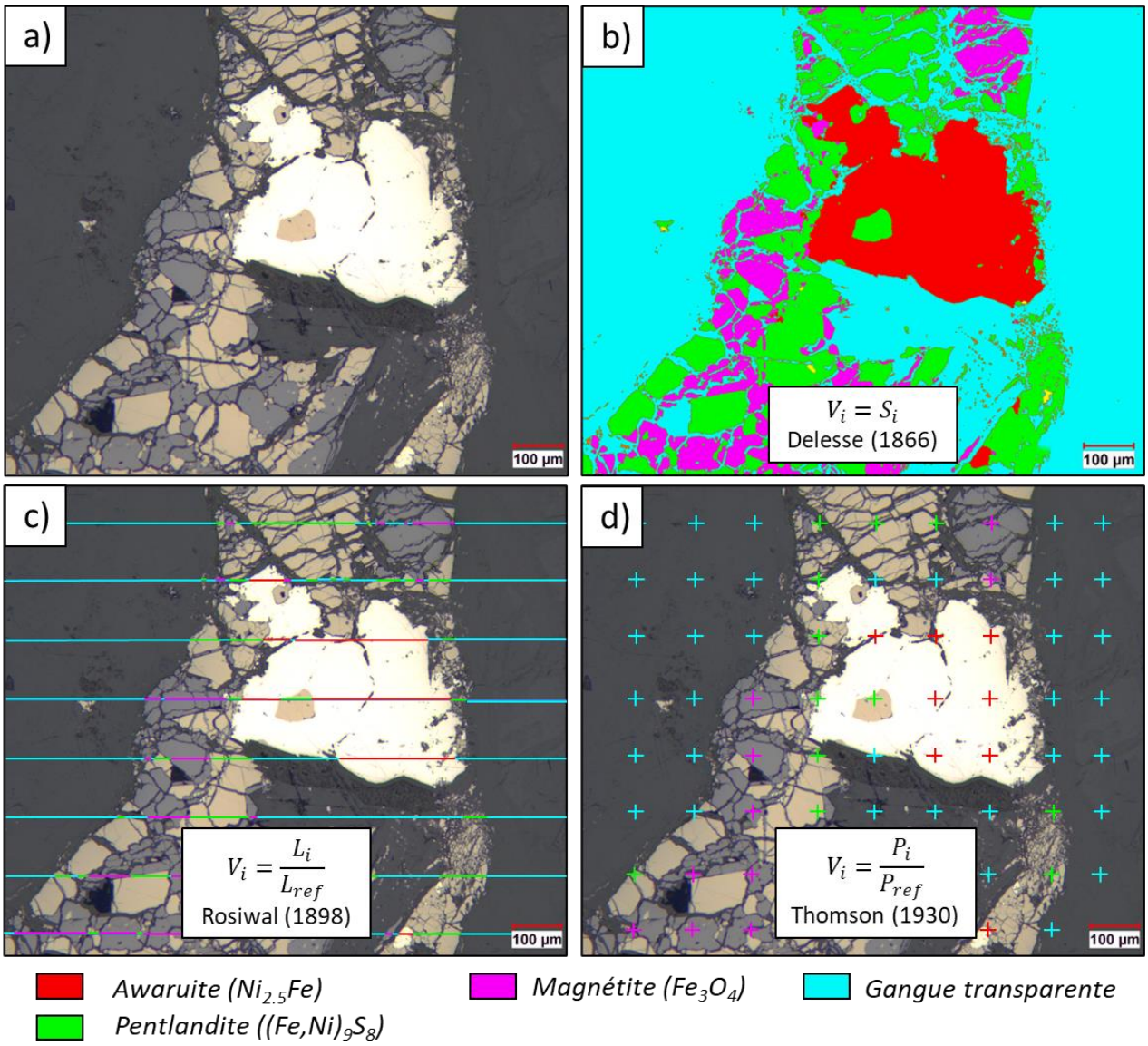


Figure 2.20 Illustrations des différentes techniques de mesure non biaisée de la teneur minéralogique par systèmes de minéralogie automatisée; a) image optique LPNA, b) technique mesure surfacique des phases (Delesse, 1866), c) technique de mesure intersection linéaire Rosiwal (1898), d) technique de comptage de points (Thomson, 1930); modifié de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Les différentes méthodes de scan linéaire et de comptage de points ont été développées originalement pour permettre une quantification manuelle rapide de la composition modale par MO (Chayes, Felix, 1949; Henley, 1983; Howard & Reed, 2004; Rosiwal, 1898). Plusieurs systèmes de minéralogie automatisée proposent aussi ces méthodes de quantification de composition modale pour permettre une détermination rapide de ce paramètre minéralogique (section 2.3.3).

Au sein même d'un échantillon, plusieurs phases minérales différentes peuvent porter l'élément chimique considéré. La distribution élémentaire renvoie la quantification de la relation entre cet élément chimique donné et les phases minérales porteuses de cet élément considéré. Ce paramètre de quantification minéralogique permet de déterminer des méthodes de traitement minéralurgique adéquates : un seul ou plusieurs minéraux porteurs peuvent être ciblés pour leur potentiel commun de flottation par exemple. La MOA ne proposant pas d'analyse chimique quantitative directe sur les phases identifiées, la concentration moyenne de chaque élément chimique contenu dans chaque phase minérale peut être calculée selon la composition chimique théorique que possèdent ces phases en utilisant des bases de données comme *webmineral* (Barthelmy, 2007). Pour les systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS, la composition chimique moyenne de chaque phase minérale identifiée est quantifiée par plusieurs analyses EDS ou WDS sur plusieurs particules minérales. La distribution élémentaire d'un élément chimique E considéré avec la concentration moyenne ($mass\ E$) exprimée en % dans l'échantillon étudié constitué de M minéraux porteurs (i) de l'élément chimique considéré à une teneur (x_i) est décrit par l'ensemble des pourcentages selon l'équation 2.10 :

$$\left\{\frac{E_i \times x_i}{mass\ E}\right\}_{i=1,\dots,M} \tag{2.10}$$

Un exemple de graphique donnant la distribution du Ni métallurgiquement récupérable sur différents échantillons du projet minier Dumont-Ni est donné par la Figure 2.21.

Que cela soit pour la détermination de la composition modale d'un échantillon ou la distribution élémentaire, la précision de ces mesures minéralogiques est régie par le nombre de particules comptabilisé lors des analyses minéralogiques par système automatisé. Obtenir une précision raisonnable sur la teneur d'un MI a été longtemps posé (Chayes, F., 1954). Des auteurs comme Brough, C. et al. (2019) ont récemment proposé d'utiliser la méthode de Blyth (1986); Howarth (1998) pour estimer l'erreur sur la teneur du MI considéré selon la détermination des IC. Le calcul de ces IC se base sur le nombre de particules total analysé (N) et le nombre particulier du MI comptabilisé (n) pour déterminer la borne supérieure (p_u) et la borne inférieure (p_l) des IC (équations 2.11).

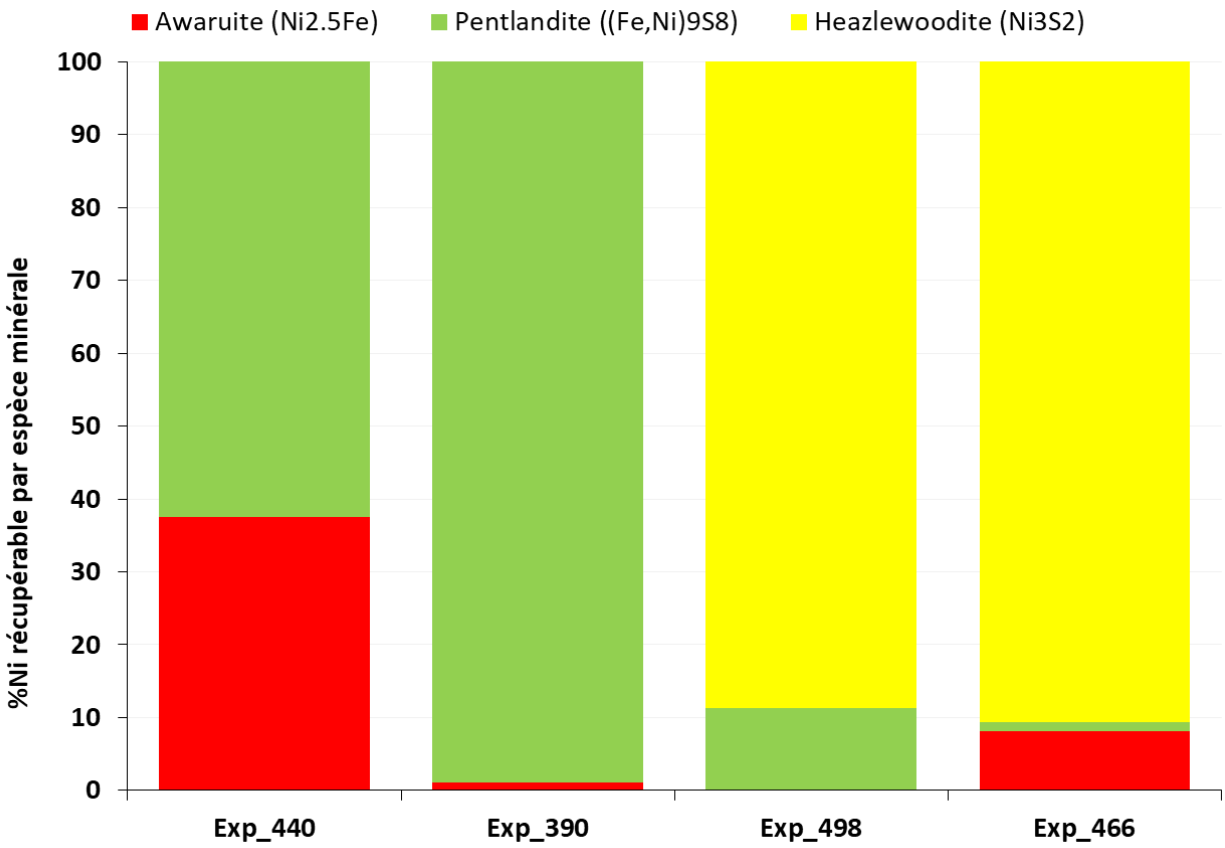


Figure 2.21 Exemple de distribution du Ni métallurgiquement récupérable parmi les minéraux quantifiables par analyse sous microscope optique automatisé (awaruite, pentlandite et heazlewoodite) sur quatre échantillons provenant du projet Dumont-Ni étudié; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

$$p_u = 100[BETA(1 - \alpha, n + 1, N - n)] \quad (2.11)$$

$$p_l = 100[1 - BETA(1 - \alpha, N - n + 1, n)]$$

- α : valeur pour fixer un niveau de confiance généralement de 95% ($\alpha = 5\%$),
- $BETA$: fonction statistique.

Ainsi, si les IC déterminées pour la quantification de la teneur d'un MI sont considérées comme trop importantes : incertitudes trop éloignées de la valeur estimée, il est alors suggéré d'augmenter le nombre de particules à analyser sur l'échantillon en question.

La Figure 2.22 donne un exemple de représentation graphique de la quantification de la composition modale avec les IC associés selon le nombre de particules analysées (barre d'erreurs).

À mentionner que pour la détermination de la distribution élémentaire minéralogique, il faut utiliser un nombre total de particules analysées N correspondant à la somme des particules des phases minérales (i) porteuses de l'élément E (soit $N = \sum_{i=1}^{M} n_i$).

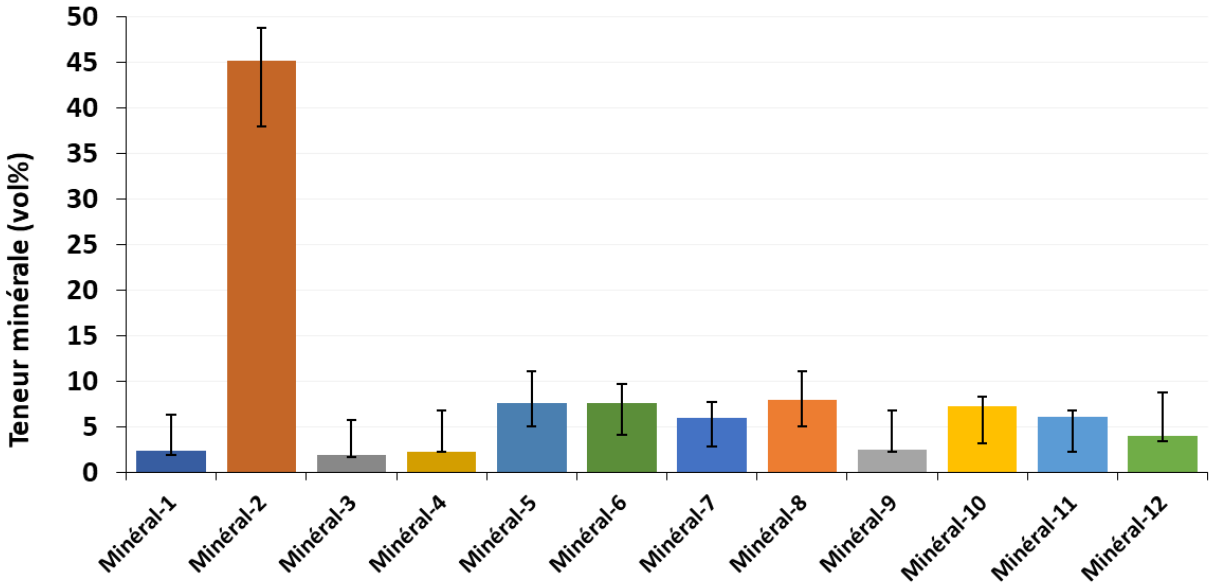


Figure 2.22 Exemple de représentation graphique des valeurs estimées de teneur minérale quantifiée pour différentes phases minérales hypothétiques où les IC sont représentées par les barres d'erreurs sur chaque histogramme (en exemple : le minéral-2 possède une valeur estimée de 45.19 vol. % avec des IC de bornes supérieure de 48.75 vol. % et inférieure de 38.01 vol. %).

2.4.2 Granulo-minéralogie

La granulo-minéralogie renvoie à la distribution granulométrique d'un échantillon minéral par phase minérale. La distribution granulométrique est un paramètre fondamental pour la caractérisation de particules minérales. Elle est généralement déterminée par la mesure de proportion de l'échantillon, exprimé en vol. % ou wt. %, pour chaque fraction granulométrique donnée.

Généralement, la distribution granulométrique est représentée sous forme de graphique semi-log avec les tailles exprimées en µm en échelle logarithmique de base 10 sur l'axe des abscisses et une échelle arithmétique pour le vol. % ou wt. % de 0 à 100% pour l'axe des ordonnées. Par lecture graphique, la granulométrie est souvent mentionnée par son D_{80} ou P_{80}, renvoyant à la taille

granulométrique maximale que représentent 80% du volume (ou masse) cumulé de l'échantillon caractérisé (Figure 2.23).

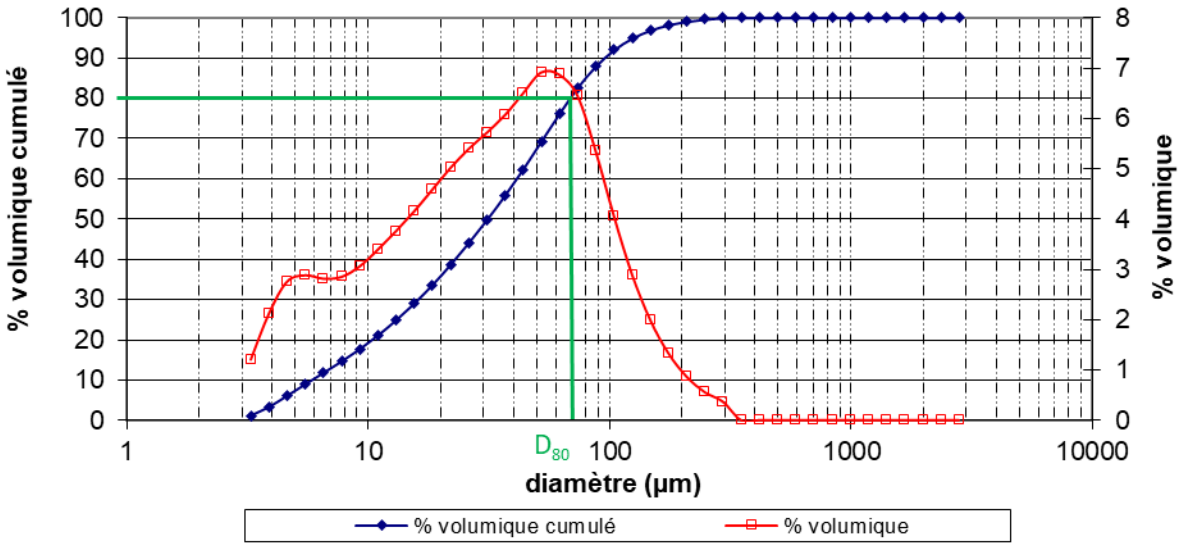
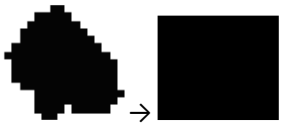
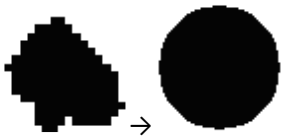
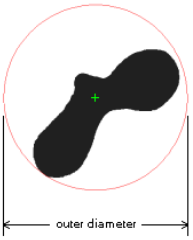
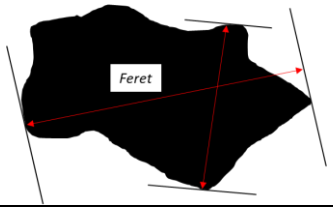


Figure 2.23 Exemple de courbes granulométriques.

L'AI par systèmes de minéralogie automatisée permettant de discriminer les particules d'un échantillon par leurs natures minéralogiques puis de mesurer leurs distributions granulométriques. La mesure des tailles des particules visualisables sur images classifiées se base sur des paramètres morphologiques. Le diamètre d'une particule sous 2 dimensions est déterminable selon différentes techniques d'AI dont les principales sont données par le Tableau 2.5.

Ces techniques de mesures granulométriques présentent cependant un biais stéréologique et ne donnent ainsi pas des mesures granulométriques discrètes fiables. Cependant, il reste possible de comparer qualitativement les courbes granulométriques obtenues pour chaque phase minérale identifiée dans un échantillon. Le biais stéréologique provient du fait que le support d'étude (SP ou lame mince polie) va couper les particules selon des surfaces de diamètres apparents plus petits que les diamètres réels que présentent les particules (Figure 2.9). Dans la littérature, les corrections de cet effet stéréologique proposent de modéliser la distribution statistique de ces diamètres apparents par une loi de probabilité uniforme (King, R., 1993; Lin, D et al., 1999; Mermillod-Blondin, Raphael et al., 2011; Wehr & Shaw, 2013). Ces facteurs de corrections ne seront pas plus discutés dans ce document, mais il est à noter que ces corrections sont très dépendantes de la forme des particules.

Tableau 2.5 Techniques d'analyse d'image communes pour mesurer la granulométrie des particules par systèmes de minéralogie automatisée (d_P : diamètre de la particule à déterminer, S_P : surface de la particule mesurée par le système).

Technique d'analyse d'image	**Principe de mesure**	**Équation**	**Illustration**
Square diameter	Détermination du côté d'un carré de même surface que la surface mesurée de la particule (technique se rapprochant d'un tamis granulométrique)	$d_P = \sqrt{S_P}$	
Circular diameter	Détermination du diamètre d'un cercle de même surface que la particule (technique se rapprochant d'une analyse granulométrique laser)	$d_P = \sqrt{\frac{4S_p}{\pi}}$	
Outer diameter	Diamètre d'un cercle centré sur le centroïde d'une particule, dont l'étendue s'étend jusqu'au bord de la particule le plus éloigné du centroïde.	-	
Feret average	Longueur moyenne de 8, 16, 32 ou 64 *ferets*. Un *feret* est la distance entre deux tangentes parallèles de chaque côté d'une particule.	-	

La technique de *sizing* (Lastra, Rolando & Petruk, 2014) consistant à effectuer un tamisage granulométrique sur l'échantillon à analyser est couramment utilisée pour les analyses minéralogiques sous systèmes automatisés. Chaque fraction est montée en SP pour être analysée indépendamment et permet d'obtenir la distribution granulométrique de chaque phase minérale identifiée selon les fractions granulométriques utilisées lors de la préparation de *sizing* (Figure 2.24).

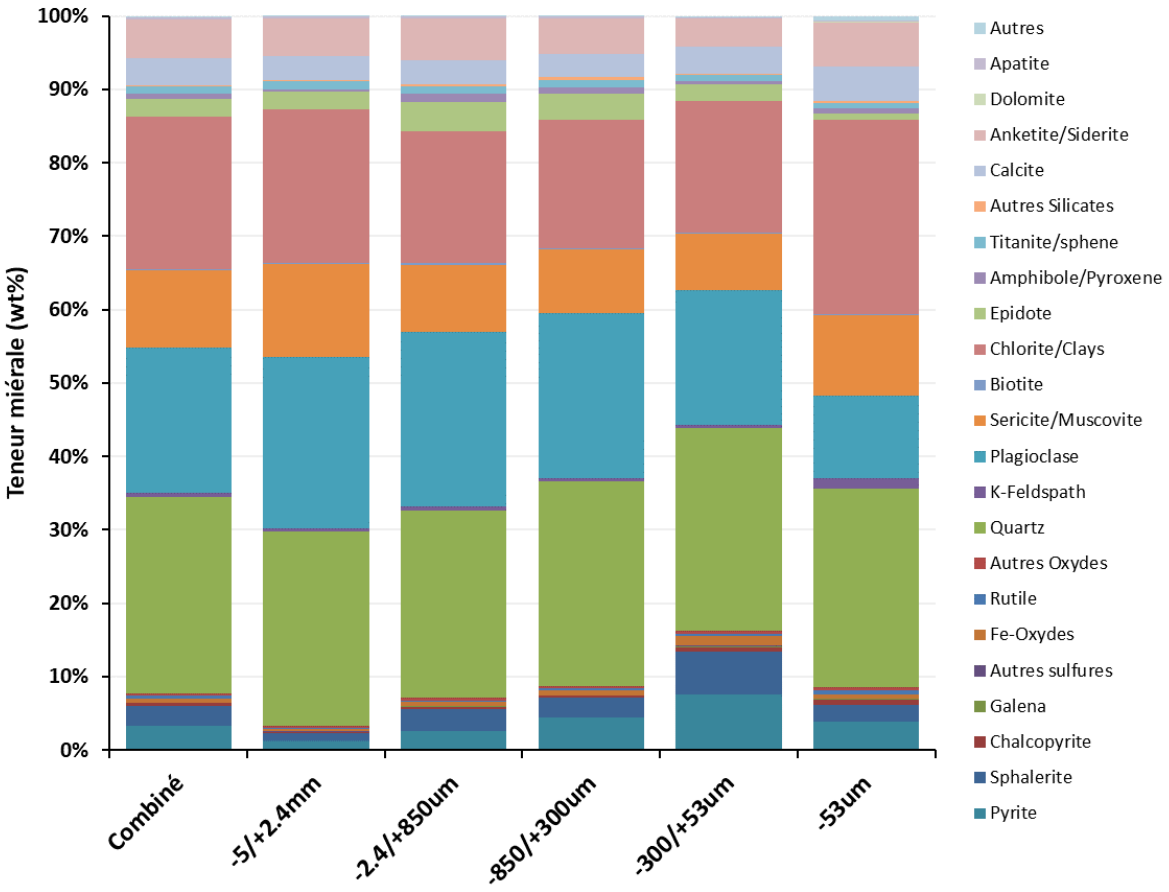


Figure 2.24 Exemple de représentation d'une analyse granulo-minéralogique par système QEMSCAN® où une préparation de sizing a été utilisée selon 5 fractions granulométriques.

Cette méthode permet de déterminer simplement comment les différentes phases minérales identifiées se concentrent préférentiellement selon les fractions granulométriques utilisées. Cette technique de *sizing* est ainsi une méthode simple pour quantifier la granulo-minéralogie d'un échantillon. Néanmoins, il est à noter que cette méthode, largement utilisée pour la caractérisation minéralogique automatisée, implique d'analyser plusieurs SP pour un seul échantillon à analyser. Un échantillon est généralement fractionné selon 4 à 6 fractions augmentant de surcroit le coût d'analyse minéralogique automatisée pour un seul échantillon. De plus, cette méthode ne permet pas de fournir une quantification granulométrique discrète des particules au sein d'un échantillon à analyser.

Néanmoins, une méthode simple de correction stéréologique pour effectuer une mesure granulo-minéralogique sans biais connu est la méthode dite du DPSSA (*Phase Specific Surface Area*). La

méthode de DPSSA consiste à utiliser comme la méthode de Rosiwal (Figure 2.20-c), i.e. un scan linéaire : mesurer la longueur moyenne d'interception $\bar{L}$ entre les droites du scan linéaire et les particules du MI. La relation entre la granulométrie de la particule et cette moyenne $\bar{L}$ est la suivante selon Sutherland, D. (2007) (équation 2.12) :

$$Dpssa = \frac{6}{4/\bar{L}} \tag{2.12}$$

Selon Sutherland, D. (2007), il s'agit d'une méthode sans biais pour des particules à forme simple et ne permet de déterminer que la granulométrie moyenne du MI considéré. Ses travaux documentent les effets de la morphologie des particules mesurées sur cette méthode. Ses résultats expérimentaux prouvent qu'il est nécessaire d'obtenir au moins 200 intersections par MI pour une mesure non biaisée de la granulométrie fiable.

Pour l'estimation de l'erreur sur la mesure granulo-minéralogique, les méthodes connues sont applicables seulement pour des analyses minéralogiques comprenant une préparation de *sizing*. La méthode de détermination des IC présentée pour la composition modale peut être appliquée pour chaque phase minérale identifiée selon les fractions granulométriques utilisées. Cependant, cette méthode n'a jamais été appliquée dans la littérature. Seuls les travaux notables de Evans, C. L. et Napier-Munn (2013) ont proposé une méthode d'estimation de l'erreur sur la quantification granulo-minéralogique appelée rééchantillonnage (dit *bootstrap resampling*). Le principe de la méthode est d'échantillonner plusieurs sous-ensembles P aléatoires constitués de N_p particules fixées à partir de la population de particules N analysées sur l'échantillon pour chaque fraction granulométrique utilisée (soit un nombre total de particules échantillonnées $M = P \times N_P$). À partir de ses sous-ensembles de populations de particules échantillonnées, la moyenne μ et l'écart-type σ de la teneur du MI considéré sont calculés (mesure de la surface occupée par le MI parmi les M particules échantillonnées). À partir de ces données statistiques obtenues à travers les différents sous-ensembles P échantillonnés, les IC à 95% correspondant peuvent être obtenus selon les bornes suivantes (équations 2.13) :

$$p_u = \mu + t_{(M-1),0.025}\sigma \tag{2.13}$$

$$p_l = \mu - t_{(M-1),0.975}\sigma$$

- $t_{(M-1),0.025}$: le quantile 2.5% de la distribution t avec $M - 1$ degrés de liberté;

- $t_{(M-1),0.975}$: le quantile 97.5% de la distribution t avec $M-1$ degré de liberté.

La distribution t renvoie à la table dite de *Student* donnant la valeur du quantile de la loi de *Student* pour un degré de liberté donné. Pour chaque valeur de $1-\alpha$ (α étant la valeur pour fixer un niveau de confiance généralement de 95%; soit $\alpha = 5\%$), le quantile donné est tel que la probabilité pour que la teneur du MI dans les M particules échantillonnées suive une loi de *Student* à $M-1$ degré de liberté lui soit inférieur est de $1-\alpha$. Ainsi pour les IC à 95% de confiance, il est utilisé dans les quantiles 2,5% pour la borne supérieure et le quantile 97,5% pour la borne inférieure.

Ainsi, si les IC déterminées sont considérées comme trop éloignées de la valeur estimée de teneur du MI dans la fraction granulométrique considérée, il est alors suggéré d'augmenter le nombre de particules à analyser pour cette fraction : augmenter le nombre de SP à analyser à cette fraction; un exemple est donné en Figure 2.25 issue du papier de Evans, C. L. et Napier-Munn (2013). En exemple sur la Figure 2.25, la chalcopyrite possède une teneur estimée d'environ 21,5% pour la fraction +600µm; l'analyse *bootstrap resampling* donne la plus grande distribution statistique donnant des IC de 95% de 8% et 38% pour la borne supérieure et celle inférieure respectivement. Il est ainsi suggéré d'analyser plus de SP à cette fraction granulométrique pour améliorer l'incertitude de cette mesure granulo-minéralogique.

Evans, C. L. et Napier-Munn (2013) affirment que la méthode de *bootstrap resampling* décrite peut aussi être appliquée pour estimer l'incertitude de mesures sur les autres paramètres minéralogiques quantifiables par systèmes de minéralogie automatisée : association minéralogique, composition modale (comme présenté en exemple dans le papier en question), libération minéralogique, etc.

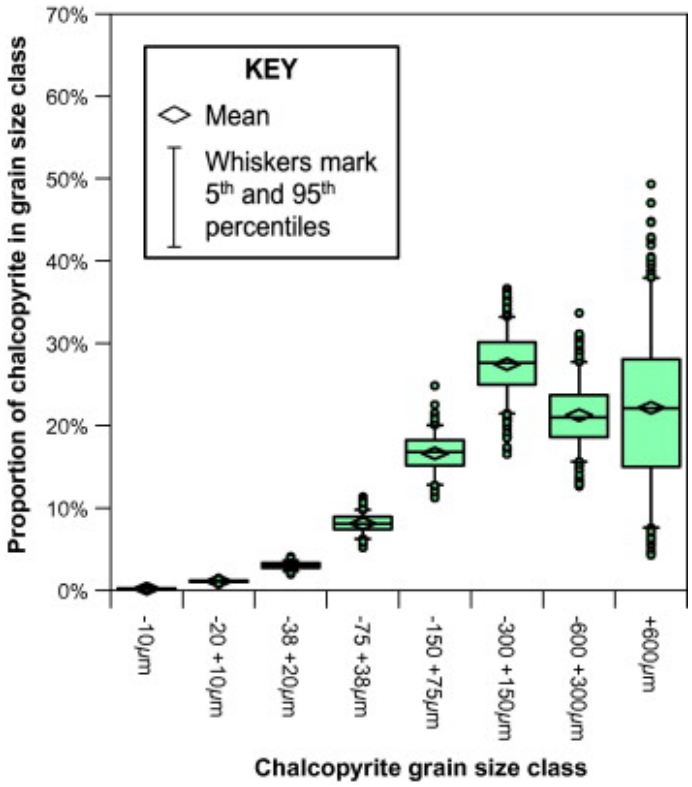


Figure 2.25 Exemple de représentation graphique des valeurs estimées de teneur minérale quantifiée pour la chalcopyrite ($CuFeS_2$) pour chaque fraction granulométrique à la suite d'une représentation de *sizing*. Les IC sont représentées par les barres d'erreurs sur chaque boite à moustaches à la suite de la méthode *bootstrap resampling*; issu de Evans, C. L. et Napier-Munn (2013).

2.4.3 Degré de libération et d'exposition

La libération minéralogique permet de déterminer pour chaque phase MI, sa proportion d'expositions au milieu externe au sein des grains qui composent un échantillon minéral. Un minéral est ainsi considéré comme libre s'il n'est en contact avec aucun autre minéral; lorsqu'il est complètement entouré par d'autres minéraux, il est alors considéré comme inclus ou non libre.

Deux méthodes de mesures du degré de libération ont été principalement développées sous AI : la technique de l'interception linéaire et celle du pourcentage surfacique. La première a été rapidement abandonnée au profit de la seconde essentiellement parce qu'elle présente plus de biais stéréologiques (King, R. P. & Schneider, 1998b; Leigh et al., 1996). Aujourd'hui, la méthode du pourcentage surfacique est considérée comme largement utilisée (Lastra, R., 2002). Cette technique de mesure d'image consiste ainsi à mesurer le pourcentage surfacique du MI dans chaque grain et la distribution de cette phase au sein des grains composant un échantillon (Figure 2.26). Le

pourcentage surfacique est généralement exprimé selon des catégories de degrés de libération de 0% à 100% avec des incréments de 5 ou 10% : si le MI constitue 100% du grain, le minéral est considéré comme libre.

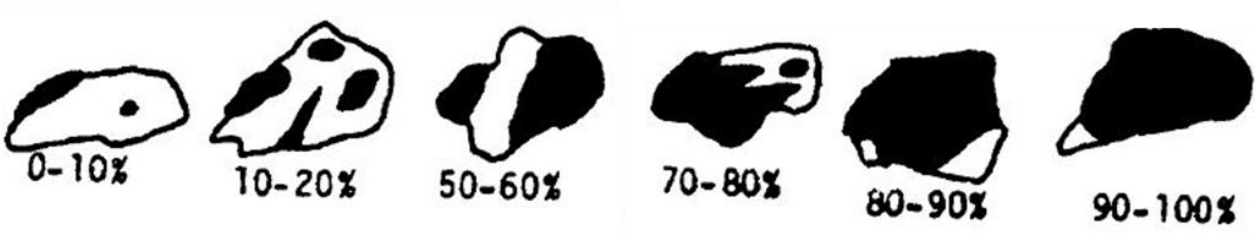


Figure 2.26 Degrés de libération du MI (noire) dans le reste d'un grain (blanc); issu de Petruk, W. (2000).

La libération du minéral en question est alors exprimée par la proportion du MI au sein de l'échantillon étudié (pourcentage volumique ou massique) pour chacune de ces catégories de degrés de libération. Généralement, les systèmes de minéralogie automatisée représentent la quantification de degré de libération minéralogique selon 5 catégories de classe de libération selon la proportion de surface occupée par le MI au sein des grains de l'échantillon :

- Libre : un minéral occupant au moins 95% de la surface du grain;
- Libéré : un minéral occupant au moins 80%, mais moins de 95% de la surface du grain;
- Modérément libérée (*Midd*) : un minéral occupant au moins 50%, mais moins de 80% de la surface du grain;
- Sub-modérément libéré (*Sub-midds*) : un minéral occupant entre 20 et 50% de la surface du grain;
- Encapsulé ou inclus ou non libre : un minéral occupant moins de 20% de la surface du grain.

Lastra, R. (2002) met cependant en lumière la difficulté d'obtenir une mesure réelle de la surface exposée d'une phase avec la technique de proportion surfacique lorsque le MI est contenu dans un grain à texture plus ou moins complexe (Figure 2.27).

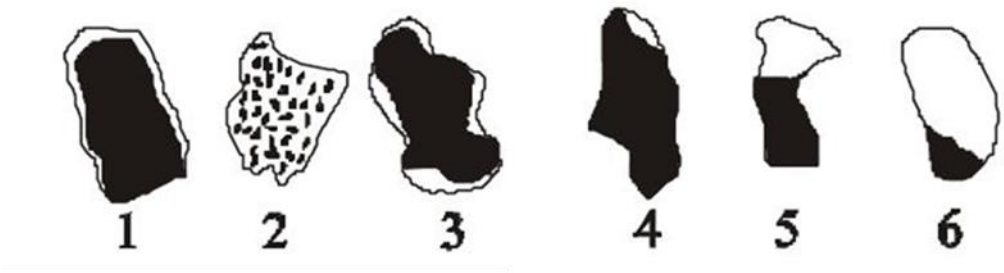


Figure 2.27 Exemples de textures complexes au sein de grains mixtes (de 1 à 6); issu de Lastra, R. (2002).

L'exemple de texture auréolé donné par la Figure 2.27-1 donne un degré de libération entre 95 et 100% (soit considéré comme libre) pour la technique de proportion surfacique alors que finalement peu de surface du MI (noir) n'est exposée et il est alors majoritairement considéré comme inclus dans le reste du grain (par rapport au blanc). Afin de remédier à ces problématiques de textures, il est proposé d'utiliser la technique de mesure de la proportion périmétrique. Aujourd'hui, cette dernière technique de quantification est communément appelée degré d'exposition minéralogique. Ce principe de mesure d'exposition consiste à déterminer le pourcentage de correspondance entre le contour d'un MI par rapport au contour du grain contenant le MI en question. Comme pour le pourcentage surfacique, chaque particule peut-être ensuite classée selon des catégories de libération et la libération du MI est ensuite exprimée par le pourcentage volumique du MI au sein de l'échantillon étudié pour chacune de ces catégories de degrés d'exposition. L'étude, qui traite de la comparaison de mesure entre les deux techniques évoquées, affirme que les résultats du degré de libération minéral déterminé par proportion surfacique restent très similaires aux résultats obtenus par proportion périmétrique ou d'exposition (Lastra, R., 2002). Cependant, il est préférable d'utiliser la technique de mesure périmétrique que celle de mesure surfacique pour le cas où la texture de l'échantillon fragmenté reste complexe. La différence entre les deux techniques de mesures par AI est illustrée sur la Figure 2.28.

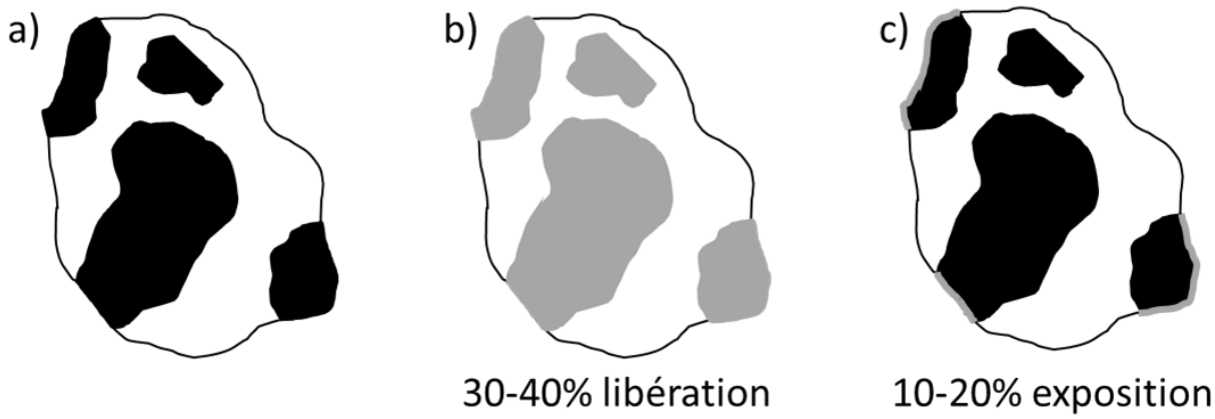


Figure 2.28 Différentes techniques de mesure de la libération; a) grain mixte avec MI en noir, b) technique surfacique (libération) avec 30 à 40% de libération du MI en gris, c) technique périmétrique (exposition) avec 10 à 20% d'exposition du MI en gris.

Aujourd'hui, les deux types de mesures peuvent être proposées lors des analyses sous un système minéralogique automatisé. Le terme d'exposition minéralogique correspond à la technique périmétrique et est surtout utilisé pour caractériser le comportement environnemental d'un échantillon et pour mieux comprendre certains procédés de traitement comme la flottation. Tandis que la technique surfacique est surtout prise en compte pour mieux comprendre les processus de traitement minéralurgique comme la gravimétrie utilisé sous le terme de libération minéralogique.

Que cela soit pour les deux techniques de mesure, une représentation graphique est généralement utilisée sous la forme d'une courbe de rendement de libération cumulée avec en abscisse les degrés de libération du minéral et en ordonnée le pourcentage cumulé (volumique ou massique) du MI dans l'échantillon étudié. La courbe commence par le pourcentage du minéral composant l'échantillon étudié qui est considéré comme libre (selon un degré de libération de 100%) et la quantité du minéral situé dans les degrés inférieurs sont ajoutés séquentiellement (Figure 2.29).

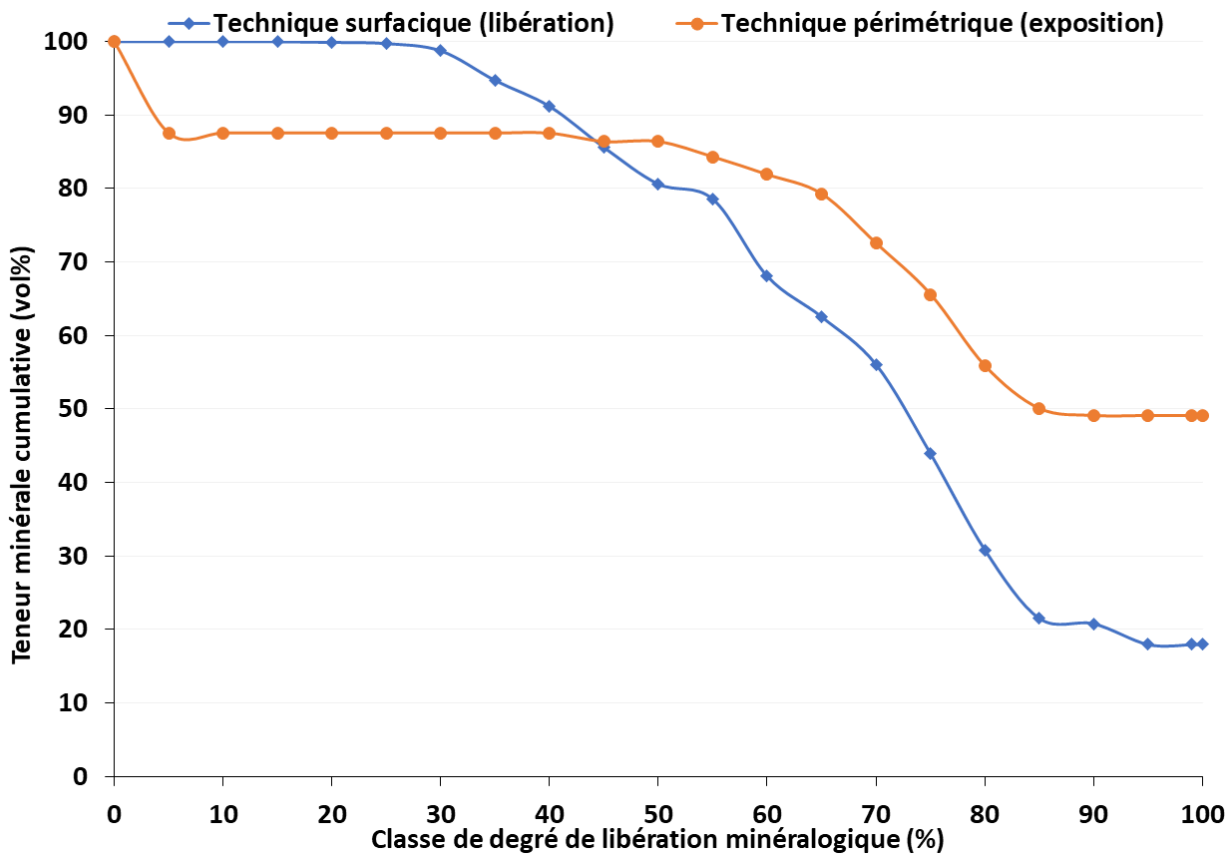


Figure 2.29 Représentations des degrés de libérations selon les deux méthodes (surfacique et périmétrique) rappelant la différence de résultats entre les deux techniques issues de la caractérisation d'une phase d'intérêt venant d'un échantillon hypothétique.

L'effet stéréologique affecte la quantification du degré de libération des phases minérales (King, R. P. & Schneider, 1998a; Leigh et al., 1996; Lin, D et al., 1999; Spencer & Sutherland, 2011). Le biais stéréologique dépend de la texture que présentent les grains du matériau étudié. La Figure 2.30 illustre la variété de texture que peuvent présenter des particules avec les biais stéréologiques associés. Les équations issues de ces corrections ne sont que très peu souvent appliquées par les systèmes de minéralogie automatisée et ne seront pas discutées, cependant les travaux de Spencer et Sutherland (2011) documentent ces équations.

Associées aux courbes de libération minéralogiques cumulatives, les IC peuvent être obtenues à partir des données statistiques de particules pour chaque classe minéralogique considérée (Leigh et al., 1993; Lotter, N. O. et al., 2018). Le principe est de calculer les IC à 95% de confiance selon la valeur de teneur cumulative du MI pour chaque classe de libération minéralogique (équation 2.14) :

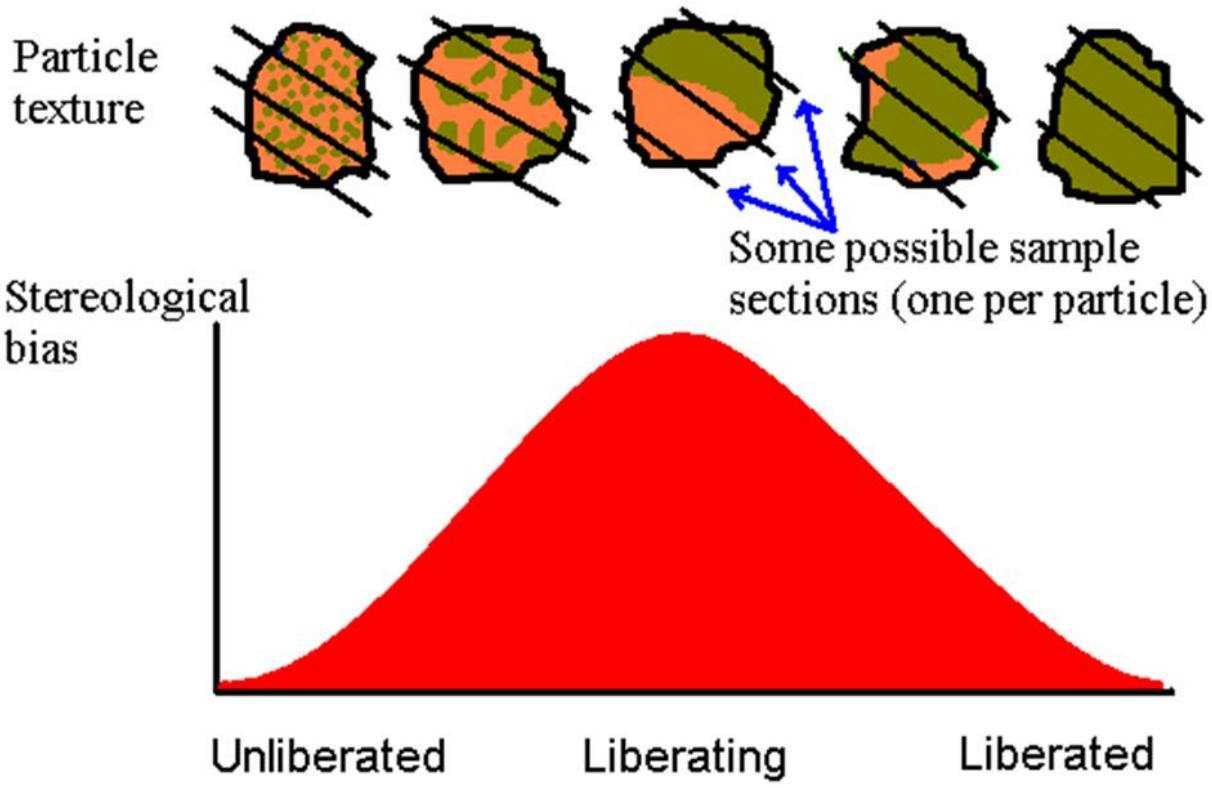


Figure 2.30 Biais stéréologique selon le degré de libération minéralogique (issu de Spencer et Sutherland (2011).

$$IC_C \approx 1.96 \times \left(1.25 \times Y_C^2 (1 - Y_C)^2 \left(\frac{1}{N_0} + \frac{1}{N_1}\right)\right)^{0.5} \quad (2.14)$$

- IC_C : IC à la classe de libération C;
- Y_c : valeur de la distribution cumulative des libérations à la composition des particules C (en proportion);
- N_0 : nombre de particules dans la classe de libération dont la composition est inférieure de la classe C;
- N_1 : nombre de particules dans la classe de libération dont la composition est supérieure ou égale de la classe C.

Cette dernière méthode permet donc lors de la projection de la courbe de libération minérale cumulative de faire apparaitre les IC associées (Figure 2.31). Les courbes des IC proches de la courbe cumulative de degré de libération impliquent que l'incertitude sur la libération

minéralogique est fiable; à contrario, des courbes d'IC éloignées de la courbe cumulative indiquent une grande incertitude sur la mesure et nécessitent l'analyse de plus de particules pour obtenir une estimation plus fiable (Figure 2.31-b).

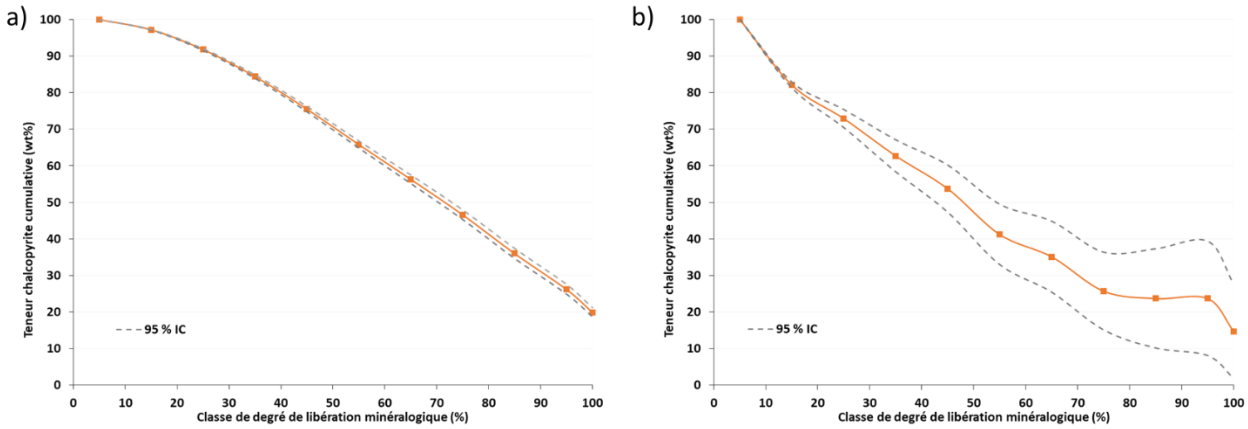


Figure 2.31 Comparaisons des IC pour la quantification du degré de libération de la chalcopyrite selon une fraction granulométrique issu d'un concentré (a) et d'un résidu (b) d'un procédé de flottation; issu de Lotter, N. O. et al. (2018).

2.4.4 Association minéralogique

L'association minéralogique consiste à quantifier pour chaque phase minérale identifiée d'un échantillon les contacts (frontières communes) qu'il présente avec d'autres phases dans les grains mixtes. Lastra et Petruk (1994) ont proposé différentes techniques de mesures d'AI pour quantifier ce paramètre minéralogique :

- La technique binaire (grain mixte constitué deux phases minérales dont le MI);
- La technique de composition moyenne.

La technique binaire consiste à comptabiliser un minéral représentant une certaine proportion surfacique qui peut être fixée par l'utilisateur dominant les grains binaires par rapport au MI considéré représentant le reste du grain binaire. Les résultats se présentent en donnant la proportion du MI dans l'échantillon associé avec les grains binaires constitués par l'autre phase minérale considérée (exemple : 1,7 wt% de chalcopyrite possède une association binaire avec la pyrite selon une proportion surfacique fixée à >50%). Cette technique binaire est la plus largement utilisée par les appareillages automatisés (Lastra, R. & Paktunc, 2016; Petruk, W. & Lastra, 1993). Cependant, elle ne prend en compte que les grains binaires, les grains mixtes plus complexes (tertiaires et autre)

au MI sont catégorisés comme complexe sans informations sur les phases associées. De plus, cette technique se limite à une proportion surfacique des phases minérales fixée par l'utilisation par rapport au MI, les grains mixtes avec les autres proportions surfaciques restent pourtant tout aussi importants.

La technique de la composition moyenne renvoie à la technique surfacique de libération minéralogique où toutes les classes de proportion surfacique du MI sont considérées avec la proportion de la phase associée au sein des grains considérée pour chaque classe donnée. Une représentation par histogramme de la proportion des phases minérales associées dans l'échantillon en fonction des classes de proportion surfacique au sein des grains du MI peut être utilisée avec une courbe cumulative de la proportion des phases minérales associées (Figure 2.32).

Cette dernière technique n'est pour le moment que très peu utilisée dans la littérature, mais est recommandée par Lastra, R. et Paktunc (2016) puisqu'elle permet une caractérisation de tous les grains mixtes sans condition de sélections de mesures. De la même façon que la technique de composition moyenne réutilise la technique surfacique pour la quantification de la libération minéralogique, la technique périmétrique d'exposition (section 2.4.3) peut être aussi utilisée pour quantifier l'association minéralogique : quantifier la proportion de contact du MI (frontière minéralogique) au sein des grains avec les phases minérales associées comme classe d'association.

Les biais stéréologiques ainsi que la détermination des IC associés sur la quantification d'association minéralogique pour la technique binaire sont très peu documentés dans la littérature. Néanmoins et étant donné que la technique de composition moyenne et la technique périmétrique proposée reprennent le principe de mesure de libération minéralogique et d'exposition, les mêmes corrections stéréologiques et les méthodes de détermination des IC peuvent être adaptées.

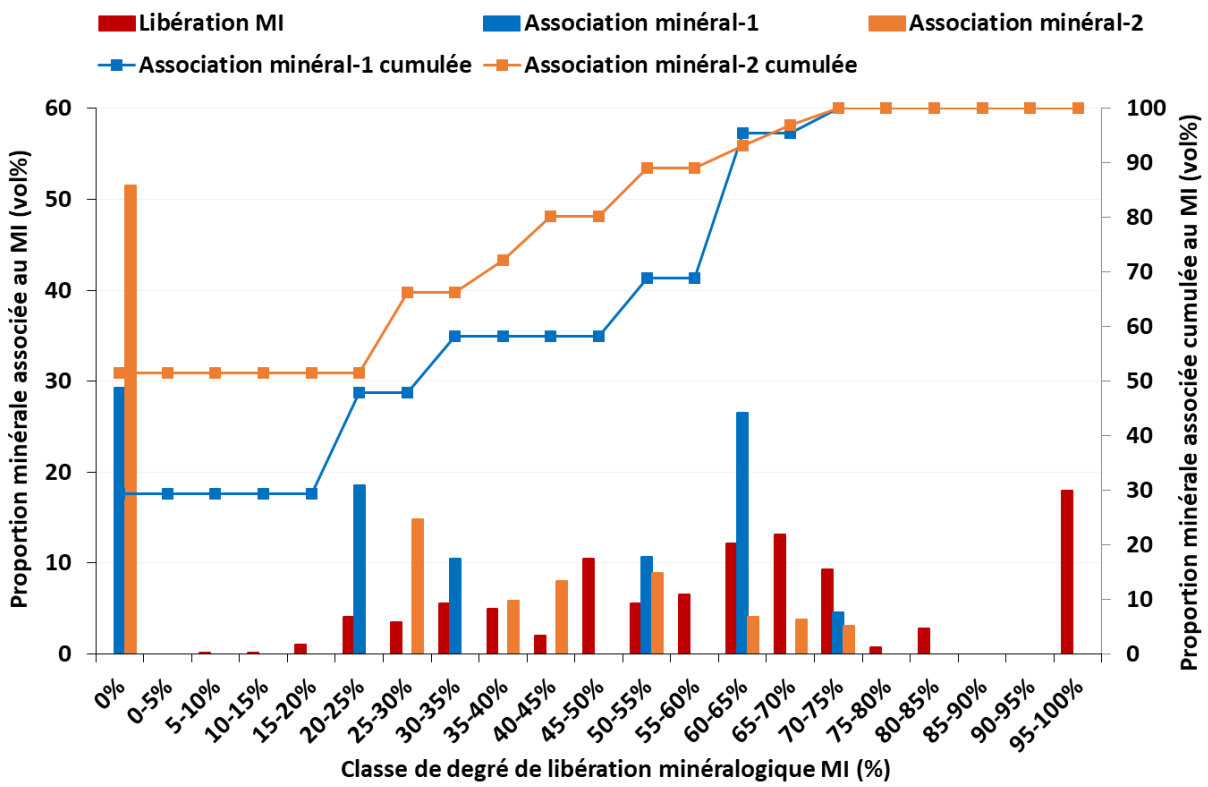


Figure 2.32 Exemple de représentation graphique de la quantification d'association minéralogique possible (issues de la caractérisation d'une phase d'intérêt venant d'un échantillon hypothétique).

2.4.5 Texture minéralogique

La texture minéralogique renvoie à la relation spatiale que possèdent les minéraux présents dans des grains mixtes ainsi que leurs formes. Selon les auteurs, la texture minérale peut renvoyer à la classification qualitative basée sur l'abondance des phases minérales par grain (Donskoi, E. et al., 2021; Donskoi, E. et al., 2007), la forme des minéraux (Bonnici et al., 2008), la distribution élémentaire des phases (Zhou, 2013), le mode d'occurrence des minéraux au sein des grains mixtes (en veine, en inclusions, disséminé, etc.) (Pérez-Barnuevo, Laura et al., 2018; Pérez-Barnuevo, Laura et al., 2012; Pérez-Barnuevo, L. et al., 2013). Très souvent, la distribution granulométrique, le degré de libération minérale et les associations minéralogiques sont résumés dans la description de texture (Bradshaw, Dee J. et al., 2012; Evans, C., 2010; Sutherland, D., 2007; Tungpalan et al., 2015; Wills, B. A. & Finch, J., 2016), mais parfois, ces paramètres ne font pas spécifiquement référence à la texture minérale.

La définition de quantification de texture minérale en elle-même pour les outils de minéralogie automatisée n'est ainsi pas explicitement définie par la littérature; aucune technique de mesure n'est clairement privilégiée plus qu'une autre. Les résultats classiques obtenus par les analyses de minéralogie automatisée ne comprennent généralement pas ce type de quantification de paramètre minéralogique et peuvent être renvoyés à la quantification conjointe de la granulo-minéralogie, le degré de libération et l'association minéralogique.

Néanmoins, les travaux de Pérez-Barnuevo, Laura et al. (2012); Pérez-Barnuevo, L. et al. (2013) proposent la quantification d'indices de textures pertinentes :

- Indice de libération linéaire;
- Indice de texture complexe;
- Indice de contingence; et
- Indice de coordination.

Les équations de ces indices sont présentées dans l'étude de Pérez-Barnuevo, Laura et al. (2012). Cette dernière étude a permis de classifier des grains mixtes synthétiques et naturels présentant des veines ou des inclusions plus ou moins multiples (Figure 2.33). L'utilisation de ces indices ont permis d'attribuer à chaque particule selon MI considéré une classe de texture : texture de grain mixte simple, matrice de *stockwerk, stockwerk*, émulsion, matrice d'émulsion, inclusion simple et jante (Figure 2.33) avec une méthode classification par distance de Mahalanobis. Cette approche reste très pertinente afin de mieux quantifier la texture des particules et leur attribuer des classes particulières évoquant les relations spatiales qu'ont les phases minérales entre eux.

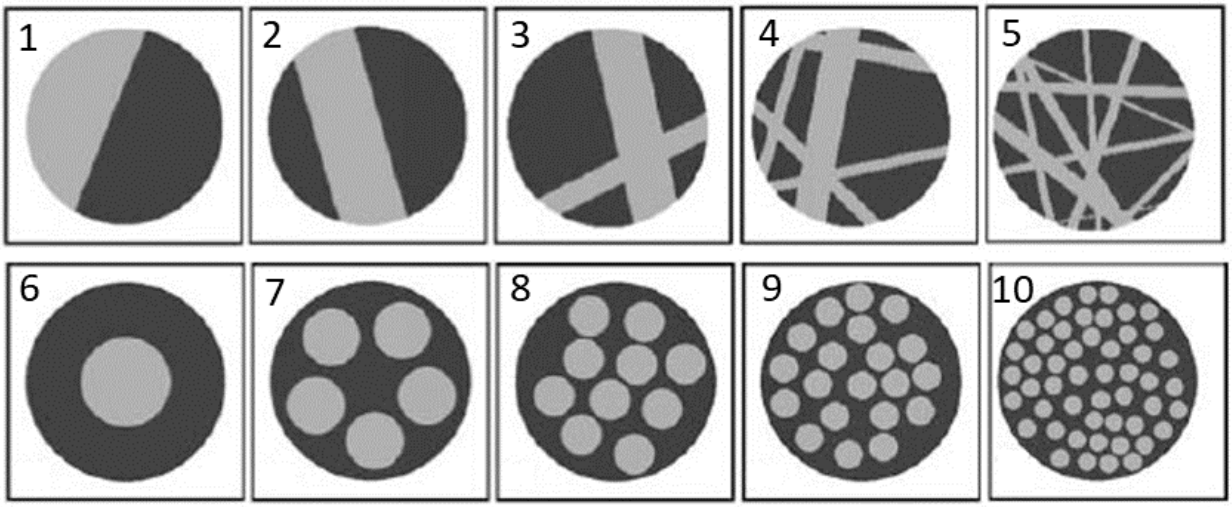


Figure 2.33 Différentes textures de particules allant d'une simple veine à des multiples (1 à 5) et allant d'une inclusion simple à multiple (6 à 10); issu de Pérez-Barnuevo, Laura et al. (2012).

D'autres approches ont été mises en avant par les travaux de Donskoi, E. et al. (2021); Donskoi, E. et al. (2007) qui proposent une classification de texture selon des classes basées sur la composition des particules par analyses optiques. Cette méthode ne prend pas spécifiquement en compte les relations spatiales et leurs formes des phases minérales et reste donc moins pertinente pour quantifier la texture minérale se rapprochant plus d'une quantification de l'association minéralogique.

Une dernière approche relatant de la complexité de texture que peut avoir un MI au sein d'un grain mixte est le PSSA (pour *Phase Specific Surface Area*). La technique de mesure consiste en la quantification du rapport du périmètre du MI dans le grain mixte considéré divisé par la surface occupée par ce même MI dans le même grain mixte. Une valeur élevée de PSSA indiquera des grains mixtes fins et une texture minérale complexe (Figure 2.34). Un tel paramètre peut être corrélé à des performances de traitement.



Figure 2.34 Exemple de mesure PSSA selon la texture minérale d'un MI (rouge) au sein d'un grain mixte.

Les corrections stéréologiques et les IC associés ne sont pas non plus documentés par la littérature.

Le Tableau 2.6 résume les différents principes d'analyses des paramètres minéralogiques quantifiables par les systèmes de minéralogie automatisée (que cela soit type MEB-EDS ou MO) ainsi que les méthodes de corrections stéréologiques et la définition des IC connus dans la littérature.

Par l'AI, ces paramètres minéralogiques présentés peuvent être obtenus, et cela dès la découverte des premiers prospects qui peuvent aboutir à des exploitations d'un gisement. Ces informations recueillies dès le début du cycle minier peuvent permettre d'optimiser un projet minier que cela soit pour l'exploration, le traitement et la gestion environnementale et sont plus évoquées dans la section suivante.

Tableau 2.6 Résumé des différentes techniques de mesure des paramètres minéralogiques effectuées par les systèmes de minéralogie automatisés ainsi que les méthodes de correction stéréologique et IC associés.

Paramètre minéralogique	**Principe d'analyse d'image**	**Méthode de correction stéréologique**	**Méthode de définition des IC**	**Remarques notables**
Composition modale	Quantifier la proportion massique (wt%) ou volumique (vol%) de chaque phase dans un échantillon	Proportion surfacique (Delesse, 1866) Scan linéaire (Rosiwal, 1898) Comptage de point (Thomson, 1930)	Calculs statistiques de particules (Blyth, 1986; Brough, C. et al., 2019; Howarth, 1998).	-
Granulo-minéralogique	Mesure de la granulométrie par phase minérale : *square diameter, circular diameter outer diameter, feret average*	Méthode DPSSA (Sutherland, D., 2007).	Méthode *bootstrap resampling* (Evans, C. L. & Napier-Munn, 2013). Méthodes d'IC de composition modale possible.	La méthode DPSSA ne donne que la mesure granulométrique moyenne. Une préparation de *sizing* est nécessaire pour appliquer les méthodes d'IC évoquées.
Degré de libération, d'exposition	Mesure de chaque phase de la proportion d'exposition au milieu externe au sein des grains qui composent un échantillon minéral : technique surfacique (libération) et périmétrique (exposition) (Lastra, R., 2002).	Le biais stéréologique dépend de la texture que présentent les grains; les équations de corrections sont données par Spencer et Sutherland (2011).	Calculs statistiques de particules selon les courbes de libération minéralogique cumulatives (Leigh et al., 1993; Lotter, N. O. et al., 2018). Méthode *bootstrap resampling* (Evans, C. L. & Napier-Munn, 2013)	Les corrections stéréologiques sont très peu appliquées par les systèmes de minéralogie automatisée.

Paramètre minéralogique	Principe d'analyse d'image	Méthode de correction stéréologique	Méthode de définition des IC	Remarques notables
Association minéralogique	Quantifier les contacts des phases minérales au sein des grains mixtes : technique binaire. La technique de composition moyenne renvoie aux techniques de mesures de libération minéralogique réadaptées à l'association (surfacique et périmétrique) (Lastra, R. & Paktunc, 2016)	Le biais stéréologique dépend de la texture que présentent les grains; les équations de corrections de Spencer et Sutherland (2011) peuvent être utilisées.	Calculs statistiques de particules pour la libération minéralogique peuvent être utilisés (Leigh et al., 1993; Lotter, N. O. et al., 2018). Méthode *bootstrap resampling* (Evans, C. L. & Napier-Munn, 2013).	Aucun consensus sur les méthodes de mesure de l'association minéralogique; la technique binaire est la plus utilisée par les systèmes de minéralogie automatisée. La technique binaire ne prend pas en compte les grains mixtes plus complexes. La technique de composition moyenne est recommandée par Lastra, R. et Paktunc (2016). Les corrections stéréologiques sont très peu appliquées par les systèmes de minéralogie automatisée.
Texture minéralogique	Quantifier la relation spatiale que possèdent les minéraux présents dans des grains mixtes ainsi que leurs formes : Abondance des phases minérales par grain (Donskoi, E. et al., 2021; Donskoi, E. et al., 2007). Forme des minéraux (Bonnici et al., 2008). Distribution élémentaire des phases (Zhou, 2013). Mode d'occurrence des minéraux au sein des grains mixtes (en veine, en inclusions, disséminés, etc.) (Pérez-Barnuevo, Laura et al., 2012) Méthode PSSA.	Le biais stéréologique dépend de la texture que présentent les grains; aucune méthode n'est clairement définie dans la littérature pour corriger la texture minéralogique.	Aucune méthode n'est clairement définie.	Aucun consensus notable sur l'approche de quantification.

2.5 Caractérisation minéralogique en contexte géométallurgique/géoenvironnemental

Le cycle minier sera d'abord introduit dans cette partie avec la présentation du concept général et des différentes étapes d'un programme géométallurgique/géoenvironnemental. Pour éviter la répétition, le terme géométallurgie inclura les aspects environnementaux de la mine (géoenvironmental). L'intérêt de la caractérisation minéralogique sera ensuite évoqué pour les étapes principales d'un programme géométallurgique.

2.5.1 Cycle minier

Le cycle minier correspond aux différentes étapes de valorisation d'un projet minier allant de la phase de prospection jusqu'à l'épuisement de la réserve minérale du gisement amenant à sa fermeture en passant par différentes phases d'exploration, d'extraction et de traitement du minerai au sein d'une usine de traitement développé et mis en place (Figure 2.35).

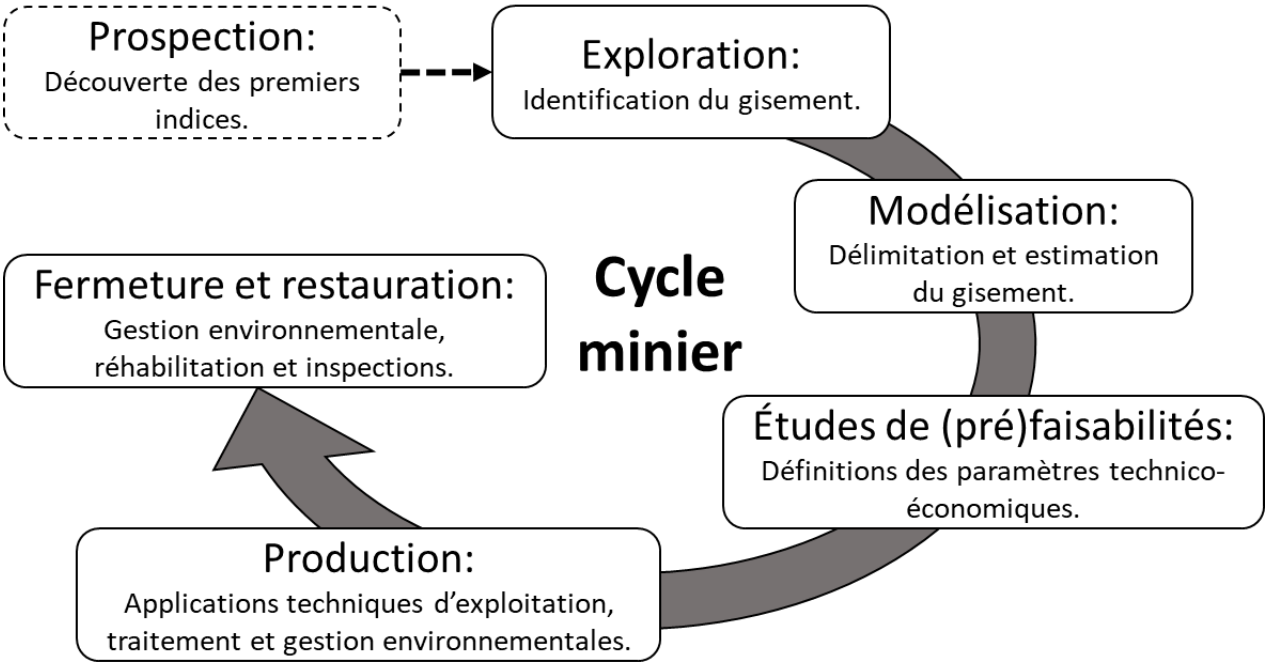


Figure 2.35 Les différentes étapes du cycle minier.

Ainsi, la toute première étape consiste à chercher des indices minéralisés par des campagnes de cartographie et mesures géophysiques souvent aéroportées et correspond à l'étape de prospection. L'étape d'exploration plus avancée apparait lorsque le niveau de confiance des connaissances

géologiques venant des étapes de prospection est devenue importante et que des campagnes de forages (stratégiques puis tactiques) sont mises en place. Le gisement commence ainsi à être identifié par description des carottes de forages (*logging*) avec définition des différentes lithologies et premiers gîtes à des teneurs en éléments dits valorisables (Au, Ag, Cu, Pb, Zn, etc.) sont à des teneurs suffisamment intéressantes. L'objectif suivant est de modéliser le gisement par connaissance de la géométrie du corps minéralisé et d'en estimer la ressource à partir des campagnes de forages et des diverses caractérisations (notamment minéralogiques) sur les carottes de forages effectuées lors de l'exploration. Suite aux différentes données récoltées concernant le gisement lors de la phase d'exploration, les études de faisabilité consistent à développer les procédés d'extraction et de traitement minéral les plus adéquats au gisement afin d'en déduire l'économie du projet à partir d'études diverses. Ces caractérisations comprennent en particulier des analyses minéralogiques (mailles de libération du/des minéraux cibles d'intérêt, comportement minéralogique face aux traitements). Ces phases de faisabilité nécessitent la construction d'usines pilotes où ces caractérisations minéralogiques deviennent utiles pour optimiser au mieux la future usine de traitement. Du point de vue environnemental, c'est lors de ces études que des rejets sont alors disponibles (stériles, résidus) afin d'effectuer des essais environnementaux. À la suite de quoi, les techniques de gestion de ces différents types de rejets sont alors développées. Le but de l'estimation de la ressource est de transformer la ressource en réserve qui prend en compte l'aspect économique et technique de l'exploitation potentielle du gisement. Cette transformation nécessite au moins une étude préliminaire de faisabilité définissant les méthodes d'exploitation les plus adéquates d'après des paramètres technico-économiques (teneurs de coupures) (Figure 2.36).

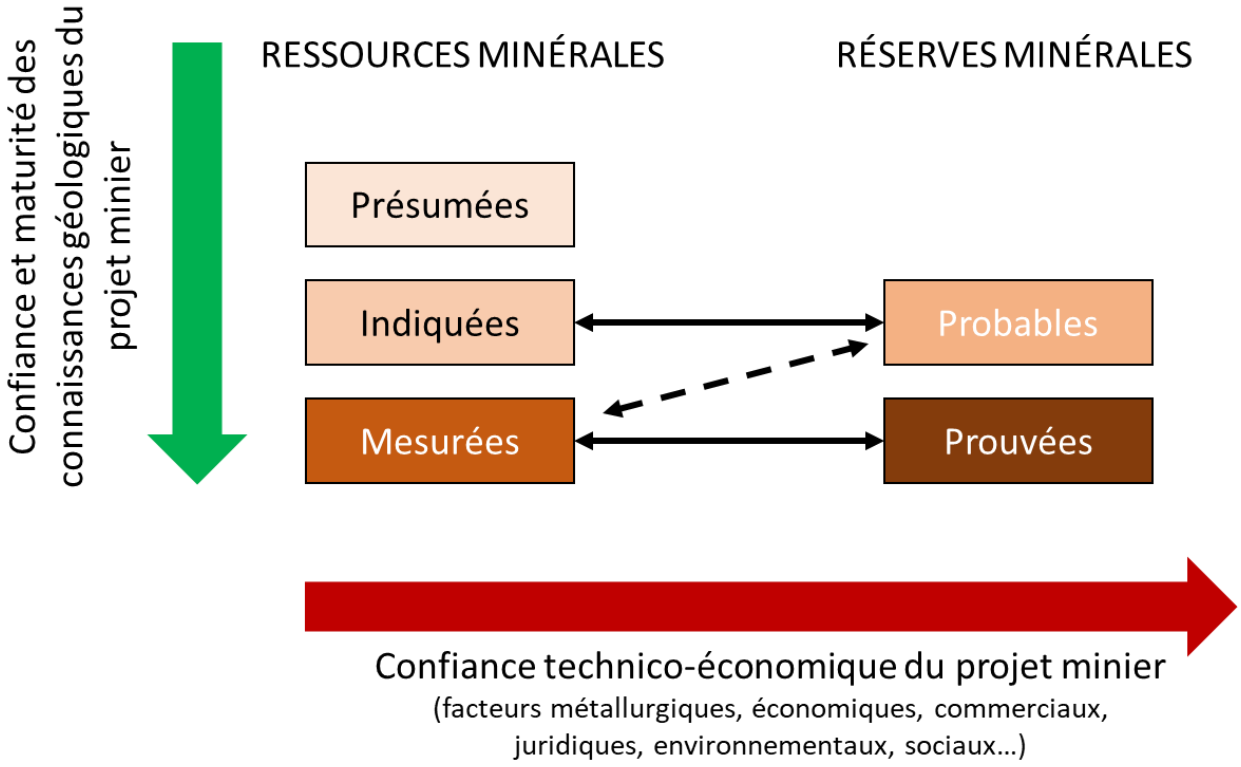


Figure 2.36 Description des étapes de transformation des ressources en réserves d'un projet minier; modifié de ICM (2000).

La phase de production consiste en somme à l'application des différentes techniques d'exploitation, traitement et gestion environnementale les plus économiquement optimales proposées par l'étude de faisabilité et cela à l'échelle du gisement. Enfin le plan de fermeture proposé lors de l'étude de faisabilité est mis en place après que les réserves ont été exploitées.

La caractérisation minéralogique des matériaux miniers au sein du cycle minier se veut être nécessaire afin de mieux comprendre la mise en place du gisement. Lors des étapes de préfaisabilité d'un projet minier, la caractérisation minéralogique sert principalement à évaluer et prédire la performance du traitement minéral. Le but est, ici, de guider à la conception des futurs procédés de traitement à mettre en place afin d'obtenir un taux de récupération d'un élément d'intérêt satisfaisant pour la future usine. Chacune de ces informations sert à optimiser au mieux le projet d'exploitation d'un gisement. Néanmoins, ces procédés de traitement sont généralement évalués par des analyses chimiques du matériau minéral traité. Du point de vue environnemental, l'exploitation des gisements polymétalliques à sulfures pour les métaux de bases et précieux

génèrent des rejets, stériles ou résidus, contenant des minéraux sulfurés à l'origine de pollutions et contaminations. Ainsi une caractérisation minéralogique de ces minéraux générateurs permet l'anticipation et une optimisation de la gestion de ces types de rejets.

Le concept de géométallurgie qui est présenté dans la section suivante reprend les différentes étapes du cycle minier présentées, mais selon des conceptions d'optimisation de la valorisation d'un gisement plus poussées.

2.5.2 Définition du concept de géométallurgie

La géométallurgie est un concept relativement nouveau et a été définie pour la première fois par Dobby et al. (2004). Le principe originel consiste à regrouper les informations géologiques et métallurgiques pour pouvoir créer un modèle spatial afin d'optimiser la planification et la gestion de la production avec aujourd'hui l'aspect environnemental qui est aussi introduit (Bridge et al., 2014; Dominy, O'Connor & Parbhakar-Fox, 2018; Dominy, S. C. & O'Connor, 2016; Kittler et al., 2011; Lamberg, 2011; Parbhakar-Fox, 2017, 2019; Vann et al., 2011). Ainsi la géométallurgie se présente comme une approche multidisciplinaire. Le but de la géométallurgie est d'augmenter le rendement des opérations d'extraction de ressources et des procédés de développement d'un projet minier (valeur nette présente) tout en réduisant les risques opérationnels et techniques en intégrant la variabilité des gisements exploités (Dominy, S. C. & O'Connor, 2016; Lishchuk et al., 2020; McKay et al., 2016; Turner-Saad, 2010).

Le concept propose ainsi de quitter progressivement l'approche en silos qu'utilisent pour le moment les compagnies minières. Chaque département d'une mine (géologie d'exploration, ingénieur minier, métallurgiste et ingénieur environnement) a chacun des objectifs précis et acquis de nombreuses informations chacun de leur côté pour atteindre chacun leurs objectifs (Figure 2.37).

Le but de la géométallurgie est ainsi de décloisonner ces différents départements afin qu'ils puissent faire circuler les différentes informations acquises et permettre d'atteindre un objectif commun qui est l'optimisation économique de l'exploitation d'un gisement et cela dès le début des phases d'exploration.

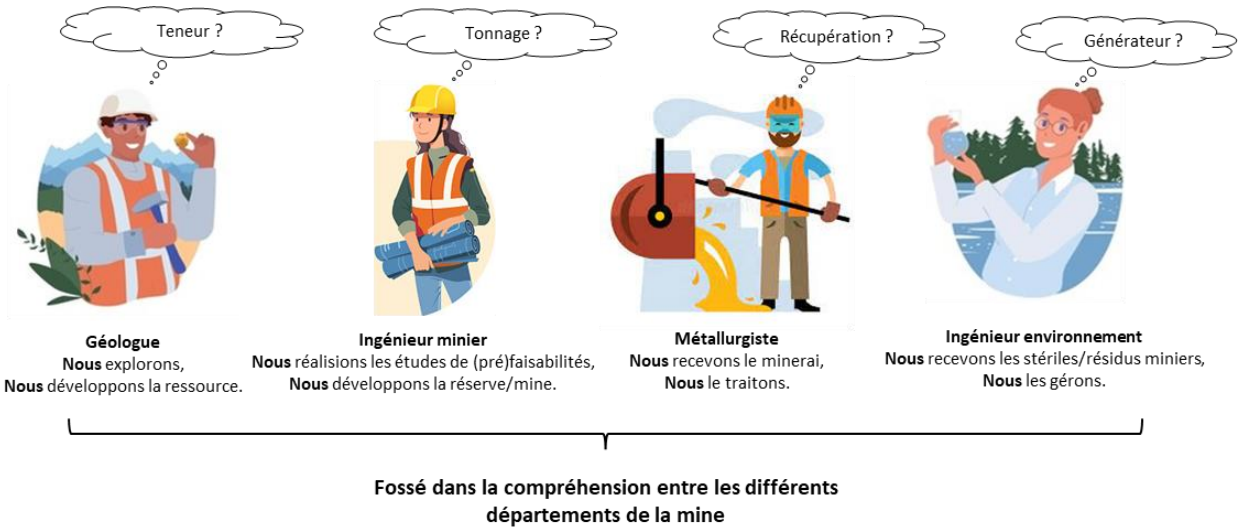


Figure 2.37 Approche traditionnelle en silos des compagnies minières.

2.5.3 Élaboration d'un programme géométallurgique/géoenvironnemental

L'élaboration d'un programme géométallurgique a pour but de construire un modèle spatial permettant d'optimiser une exploitation minière. Ainsi, la part la plus importante de la mise en place d'un programme géométallurgique est la caractérisation des futurs matériaux issus de l'exploitation (lithologies, gîtes, minerais, stériles, concentrés, rejets, etc.) via des tests géométallurgiques (comprenant des tests de traitement minéral et des tests environnementaux) pouvant inclure des caractérisations minéralogiques. Cette caractérisation générale consiste à quantifier des données (d'ordre minéralogique, chimique, tests de rendements de traitements minéraux et environnementaux) sur des échantillons (principalement des carottes de forages) qui sont censés représenter le gisement. Ces caractérisations fournissent ainsi des critères pour la conception et le développement d'une planification d'exploitation, de prévision de la production ainsi que d'un circuit de traitement optimal (comprenant le traitement minéral et la gestion des rejets miniers produits).

Ainsi, un programme géométallurgique comprend plusieurs étapes : l'investigation géologique et l'établissement d'une matrice géométallurgique préliminaire, l'échantillonnage, la caractérisation de ces échantillons (tests géométallurgiques) et le développement d'un modèle géométallurgique final (Bueno et al., 2015; Lamberg, 2011; Zhou, 2013) (Figure 2.38).

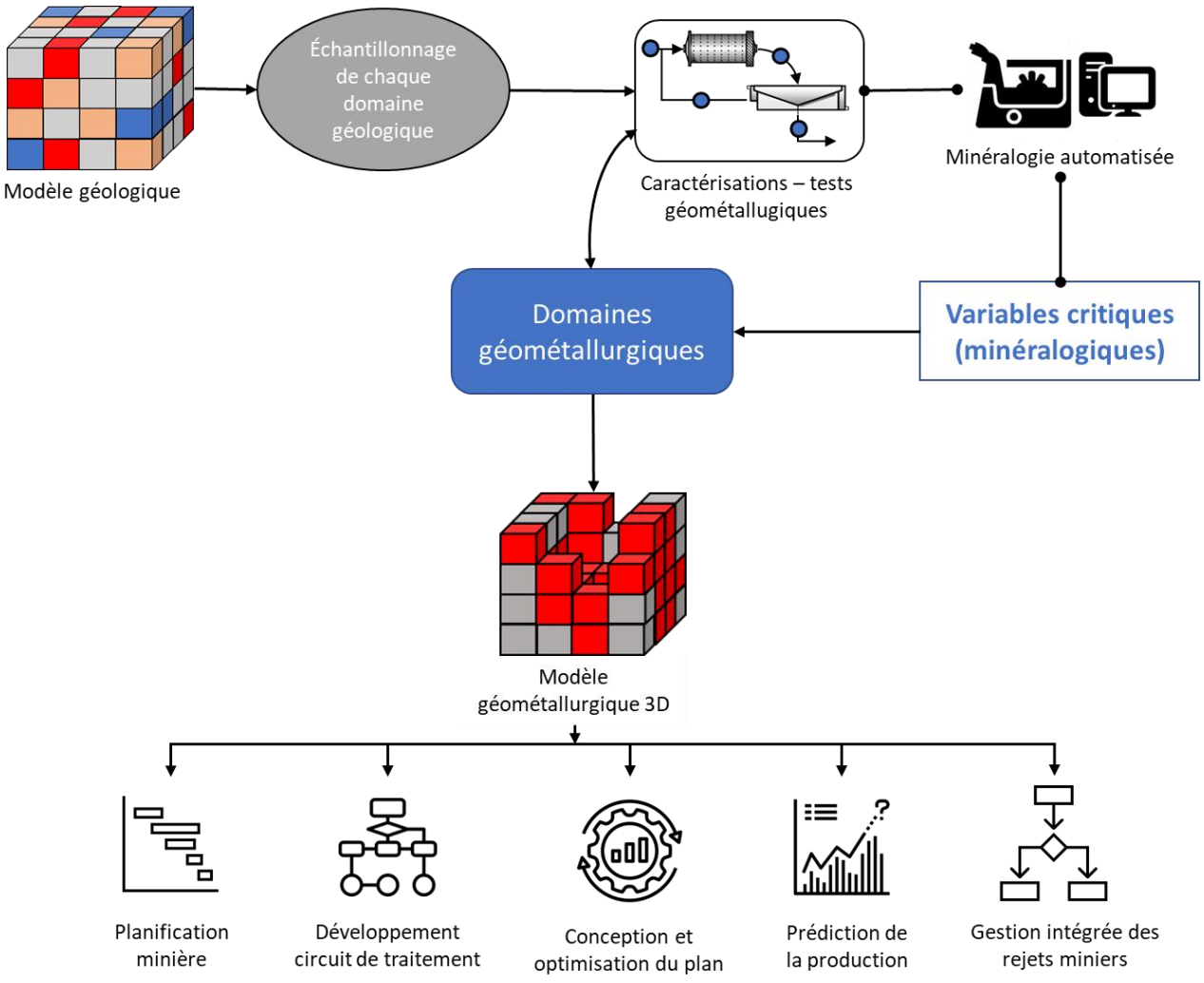


Figure 2.38 : schéma d'élaboration d'un programme géométallurgique avec ses différentes étapes; modifié de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G.

La première étape consiste donc à la collecte des données géologiques et la définition préliminaire des matrices géométallurgiques sur la base des domaines géologiques établis par l'équipe de géologie d'exploration. Cette collecte regroupe les informations acquises par les géologues tout le long de leurs travaux d'exploration, notamment toutes les informations liées au *logging* des carottes de forages : lithologie, altération, minéralogie, minéralisations, informations géotechniques, etc. Ainsi, dès ces premières phases, une masse d'information d'ordre minéralogique est déjà acquise. Systématiquement, les géologues effectuent des analyses chimiques surtout pour les éléments valorisables (Au, Cu, Zn, Pb…) sur les sections de carottes jugées pertinentes (métalotectes, minéraux traceurs et occurrences de minéralisations économiques). Le point de départ est

généralement les différentes unités géologiques définies sur le projet minier. D'autres paramètres peuvent être aussi pris en compte comme la gangue, les différents types de minéralisation connus (gîtes), les altérations et les teneurs en éléments valorisables.

La seconde étape est l'échantillonnage représentatif de cette matrice préliminaire. L'objectif est d'obtenir un ou plusieurs échantillons dits représentatifs des différents sous-ensembles du gisement. Les différents échantillons retenus sont généralement des échantillons composites (mélanges de plusieurs échantillons issus du même domaine). L'échantillonnage est une étape clé, un échantillon se doit de représenter un domaine donné et de permettre de quantifier la variabilité de ce domaine (Dominy, O'Connor & Xie, 2018; Lotter, N. O. et al., 2018). La caractérisation de ces échantillons constitue l'étape suivante pour ensuite déterminer des variables critiques. Systématiquement, la caractérisation minéralogique est proposée sur les différentes études traitant de géométallurgie (Bueno et al., 2015; Hoal et al., 2013; Leichliter, 2013; Lund & Lamberg, 2014; Turner-Saad, 2010). De plus, ces caractéristiques comprennent aussi différents tests de traitement (broyabilité, lixiviation, flottation, consommation des réactifs, etc.) mais aussi environnementaux (test statiques et cinétiques). Cette étape peut se rapprocher des objectifs des études de préfaisabilité, faisabilité d'un projet minier (section 2.5.1). L'identification des variables critiques correspond à déterminer les variables qui influencent les résultats issus de ces tests de traitement et ainsi permettre de caractériser de façon métallurgique et environnementale les minerais identifiés. Cela permet de mieux orienter la création des domaines géométallurgiques pour la modélisation finale. Le but est de sélectionner les variables qui ont un véritable impact sur le traitement minéral du minerai (et/ou comportement environnemental) parmi toutes les variables issues des caractérisations précédentes. Ces variables sont très souvent des paramètres minéralogiques (teneur en minéraux, granulométrie, texture, etc.) et sont souvent multiples (Bueno et al., 2015; Leichliter, 2013; Lund & Lamberg, 2014). Les exemples suivants sont donnés pour deux sites miniers aurifères :

- La Colosa (Colombie) : granulométrie des grains d'or, minéral hôte de l'or : pyrite, pyrrhotite, chalcopyrite, feldspath, quartz. (Leichliter, 2013);
- Morro do Ouro (Brésil) : teneur en arsénopyrite, texture grossière des arsénopyrites, teneur en pyrrhotite, présence de galène et sphalérite dans la minéralisation et dureté de la roche (Lund & Lamberg, 2014).

Finalement, la création du modèle géométallurgique est permise. Le but est d'identifier et de regrouper les ensembles géologiques dans un même domaine géométallurgique/géo-environnemental selon leurs propriétés communes données par les variables critiques.

Les différents types de minerais issus de ces domaines devront ainsi posséder les mêmes variables critiques traduisant leurs comportements communs face au traitement. De la même façon et du point de vue environnemental, les paramètres contrôlant le comportement environnemental des rejets miniers peuvent être déjà définis par la caractérisation, notamment minéralogique, lors de l'étape de caractérisation géométallurgique pendant le processus de développement du programme géométallurgique. Ainsi, la gestion de cet aspect environnemental peut être prédite, planifiée et coordonnée lors de la phase de production de la mine. La démarche reste la même, mais les paramètres critiques peuvent être modifiés pour être le mieux adaptés aux problématiques de gestion des rejets : des attributs aux blocs de stériles comme le potentiel de génération d'acidité, le potentiel neutralisant et l'absence de génération d'acidité. Il peut être noté que cette approche peut être aussi adoptée pour les différents blocs 3D des minerais qui, suite au traitement adapté aux considérations géométallurgiques, peuvent générer des résidus qui auront des comportements environnementaux différents.

Le modèle peut se créer selon différentes approches (Lamberg, 2011; Lund & Lamberg, 2014) et notamment par le développement de relations mathématiques comprenant les régressions multiples selon les variables issues des caractérisations. Le modèle géométallurgique 3D en bloc du gisement peut être ainsi développé afin d'être le plus prédictif possible selon différents aspects de la mine (traitement et environnement par exemple). Chaque département pourra ainsi utiliser les variables issues du modèle 3D afin d'optimiser leurs opérations :

- Optimisation du séquençage de minage;
- Optimisation de l'usine de traitement;
- Simulations de traitement et évaluation de différents scénarios de traitement;
- Gestion de la qualité des contaminants des produits marchants;
- Réduction du risque technique;
- Gestion optimisée des rejets miniers (stériles et résidus);

- Intégrations de procédés de traitements environnementaux adaptés (e.g. désulfuration environnementale).

2.5.4 Défis et enjeux de la minéralogie en contexte géométallurgique/géoenvironnemental

La caractérisation minéralogique est devenue une étape importante de l'approche géométallurgique (Bueno et al., 2015; Hoal et al., 2013; Leichliter, 2013; Lund & Lamberg, 2014; Turner-Saad, 2010). Effectivement, lors de l'étape de caractérisation des échantillons pour l'élaboration d'un programme géométallurgique, une caractérisation minéralogique sous-système automatisée type MEB-EDS est très souvent effectué (Michaux & O'Connor, 2020; van den Boogaart & Tolosana-Delgado, 2018; Zhou, 2013) (Figure 2.38). Ces systèmes ont l'avantage de pouvoir fournir tous les paramètres minéralogiques constituant les variables critiques pour la définition des domaines géométallurgiques. La texture notamment permet de définir un archétype à un minerai et peut constituer une ou plusieurs variables critiques minéralogiques pour établir les domaines géométallurgiques (Lund et al., 2015).

En effet, la caractérisation minéralogique (notamment automatisée) contribue à la connaissance de nombreux aspects du cycle minier (exploration/faisabilité, production et environnement) (e.g. Bradshaw, D J, 2014; Chopard, A. et al., 2019; Hoal et al., 2013; ICAM, 2002; Lotter, Norman O., 2011; Parbhakar-Fox et al., 2010; Pérez-Barnuevo, Laura et al., 2018). La minéralogie peut alors constituer un langage commun entre tous les départements d'une mine (géologie, extraction, traitement minéral, gestion environnementale) répondant à la volonté du concept géométallurgique de quitter l'approche en silo des compagnies minières (Figure 2.39).

Cette partie présentera donc les principaux intérêts de l'analyse minéralogique au sein des phases d'un projet minier. Cette partie se limitera aux trois grandes phases suivantes : l'exploration minérale, le traitement minéral comprenant les études de (pré)faisabilité et la gestion environnementale des rejets miniers. Pour chacune de ces phases, il sera évoqué en quoi l'approche minéralogique automatisée (notamment la quantification des différents paramètres minéralogiques) peut être bénéfique à la fois pour les étapes citées, mais aussi en quoi il permet d'anticiper de futurs enjeux de traitement et de gestion environnementale pour la bonne élaboration d'un projet minier. Il est important, ici, de mentionner que l'influence de chaque paramètre minéralogique au sein de ces étapes ne sera pas développée en détail.

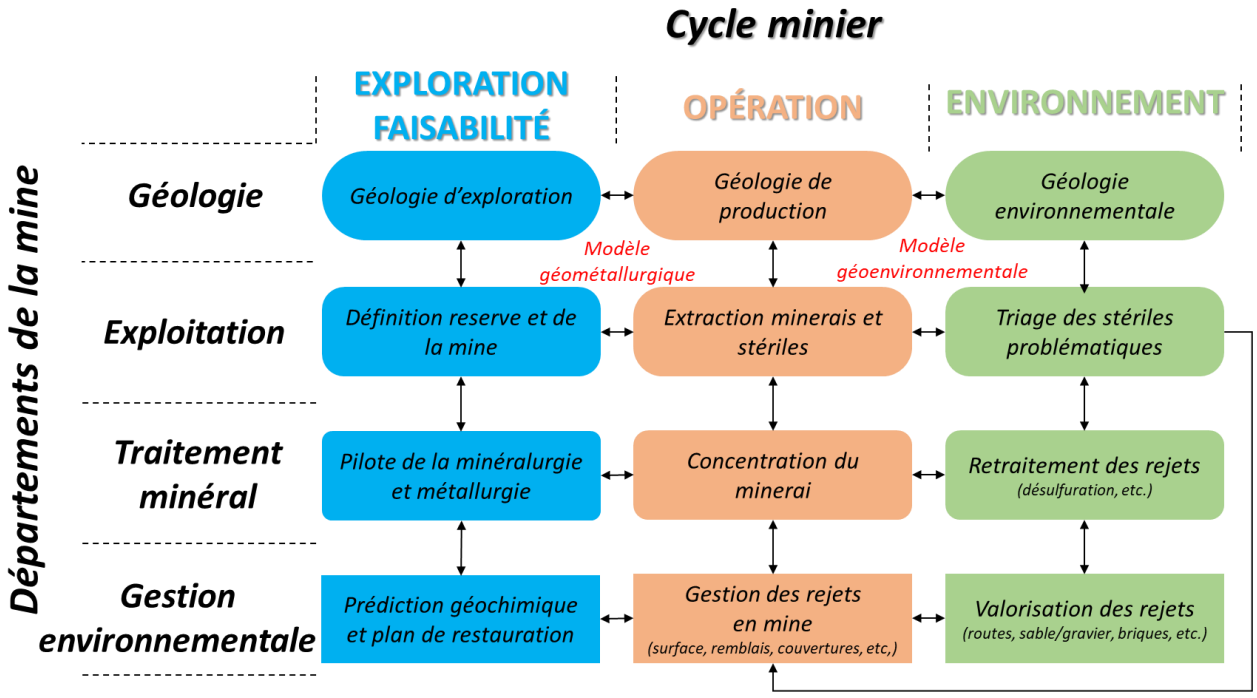


Figure 2.39 Pertinence de la minéralogie appliquée dans le cycle minier et les différents départements de la mine; issu de Benzaazoua et Bussière (2018).

2.5.4.1 Étude minéralogique durant l'exploration

Dans l'exploration minérale, la recherche d'indicateurs géochimiques, géophysiques, mais aussi minéralogiques est primordiale afin de détecter des présences de minéralisations. La caractérisation minéralogique est une des premières étapes que les géologues font pendant les phases de prospection. La cartographie géologique nécessite une étude minéralogique par une visualisation macroscopique et parfois microscopique (étude pétrographique et métallographique). La description des affleurements effectuée lors de cette phase prend en compte cette caractérisation minéralogique. De même, lors de la phase plus avancée d'exploration, les carottes de forages sont systématiquement étudiées par les géologues (*logging*) afin d'identifier les gîtes minéralisés, les textures des lithologies et les altérations. Toutes ces informations sont souvent d'ordre métallogénique et communiquent des informations très pertinentes pour les activités d'exploration.

La caractérisation minéralogique par AI peut permettre d'analyser la texture minérale que peut présenter un potentiel minerai notamment sur les lames minces polies fabriquées pour les études pétrographiques et métallographiques. Ces informations renseignent sur le contexte de formation et les origines des fluides minéralisateurs. Il est défini alors la paragenèse qui désigne les différentes

associations minérales illustrées par la texture et résultant d'un processus géologique donné. La formation d'une minéralisation peut être polyphasée et peut comprendre ainsi plusieurs étapes de paragenèses. Cette succession paragénétique permet de mieux visualiser la chronologie de dépôt de ces différents minéraux (Figure 2.40). Dans cette perceptive des analyses quantitatives des paramètres de composition modale, granulo-minéralogie et associations minéralogiques préférentielles par AI sur les échantillons des gîtes non fragmentés peuvent être pertinente pour aider à la détermination des séquences paragénétiques.

Cette étude minéralogique quantitative peut aussi permettre de définir des objets attestant des concentrations minérales appelés métallotectes. La quantification des associations des MI donne ainsi les minéraux traceurs : phase minérale qui ne possède pas forcément une certaine valorisation, mais qui, par leurs associations avec d'autres phases valorisables (dues à la texture de la lithologie en lien avec la séquence paragénétique de la minéralisation), devient un guide pouvant être utilisé dans la recherche de gîtes. Certains métallotectes sont typiques des modèles métallogéniques, car ils sont basés sur l'interprétation du mode de formation du type de gisement. Mais comme chaque gîte est unique, il est préférable de devoir effectuer ces caractérisations minéralogiques quantitatives de façon systématique pour bien établir les minéraux traceurs et constituer des outils empiriques pour la stratégie d'exploration. Comprendre la mise en place des minéralisations permettraient ainsi de mieux les explorer. Définir la géologie du gisement, obtenir la variabilité lithologique, celle de potentiels minerais par ces études minéralogiques paragénétiques peuvent ainsi servir à mieux déterminer les limites du corps minéralisé lors de la modélisation du gisement en définissant le modèle de gisement et les différents critères clés pour l'exploration.

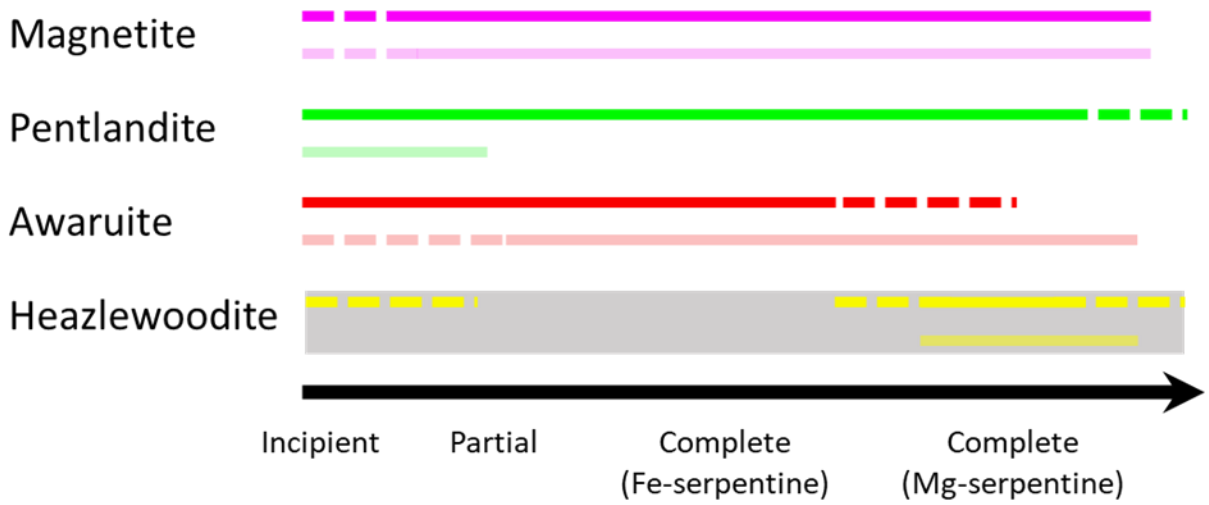


Figure 2.40 Exemple de séquence paragénétique des minéraux opaques selon un processus hydrothermal de serpentinisation obtenue par étude minéralogique du projet Dumont Nickel; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F et modifié de Sciortino et al. (2015).

Dans ce contexte de *logging*, la description des carottes de forages indispensables à la détermination de la ressource du gisement découvert se veut cependant encore très descriptive et/ou semi-quantitative et prend du temps, du personnel qualifié et reste très couteuse. L'homogénéisation de ces bases de données représente un défi permanent pour les compagnies minières rendant difficile la transmission de ces données encore très qualitatives pour le développement d'un projet d'exploitation minière. De plus, dépendamment des minéraux prospectés, les informations chimiques et l'identification minéralogique sont essentielles lors de cette étape de *logging* et ne peuvent ne pas être évidentes pour les géologues si les phases minérales ne sont pas visibles à l'œil nu. Une caractérisation précise peut être une étape utile pour l'optimisation d'une campagne de forage. Toujours dans un contexte d'étude minéralogique, la distribution élémentaire spatiale à travers une carotte de forage au sein des minéraux porteurs communique aussi des informations clés pour la détermination de la ressource, mais aussi pour les études portant sur le traitement minéral (Jébrak & Marcoux, 2008; Picot & Johan, 1977) et/ou et l'environnement minier (Chopard, 2016; MELCC, 2020; Parbhakar-Fox et al., 2018; Vermette, 2018). Dans le contexte actuel où l'industrie minière s'intéresse à des gisements de plus en plus complexes (à la fois pour l'exploration, le traitement et l'environnement minier), l'obtention de bases de données de référence précises en moins de temps possible et à moindre coût est devenue nécessaire; en particulier en contexte de caractérisation géométallurgique où l'obtention de

nombreuses données dès les phases d'exploration est nécessaire pour la modélisation géométallurgique future. Le but étant de développer de nouvelles stratégies et méthodes de caractérisation directement sur carotte de forage. Ainsi, de plus en plus d'outils proposant des analyses automatisées directement sur carotte de forage (*logging* automatisé) se sont développés durant ces 10 dernières années. Trois principales techniques se sont ainsi démocratisées dans ces outils de *logging* automatisé et ne seront pas plus discutées dans ce chapitre :

- L'imagerie hyperspectrale (e.g. Fox et al., 2017; Kruse et al., 2012; Lypaczewski, Philip & Rivard, 2018; Lypaczewski, P. et al., 2019; Mathieu, M. et al., 2017; Tappert et al., 2015) (Figure 2.41). Le principe de cette technique d'imagerie possède un potentiel plus efficace que la technique d'imagerie communément utilisée en MOA étudiée dans ce présent doctorat (multispectrale). Une étude dans ce document de thèse s'est employée à cela et est présentée en section 4.1;
- L'analyse XRF (e.g. Bourke & Ross, 2015; Durance et al., 2014; Ross et al., 2014);
- L'analyse LIBS (e.g. Haavisto et al., 2013; Kuhn et al., 2016; Paradis et al., 2021; Rifai et al., 2018; Trichard et al., 2017).

2.5.4.2 Minéralogie appliquée à la conception et l'optimisation du traitement de minerais

Comme déjà évoqué, la minéralogie appliquée s'intéresse historiquement à l'utilisation de la caractérisation minéralogique comme outil pour l'aide à la compréhension et la résolution de problèmes associés au traitement du minerai. Le traitement du minerai regroupe l'ensemble des étapes permettant d'obtenir, à partir d'un minerai, un concentré de valeur. L'efficacité de tels procédés s'exprime par son rendement ou taux de récupération qui vise à se rapprocher de 100 %. Ce taux de récupération pour évaluer les procédés est généralement obtenu de manière empirique sur la base d'analyses chimiques. Cela permet de déterminer un compromis entre la production d'un concentré de haute qualité et le maintien d'un taux de récupération raisonnable.

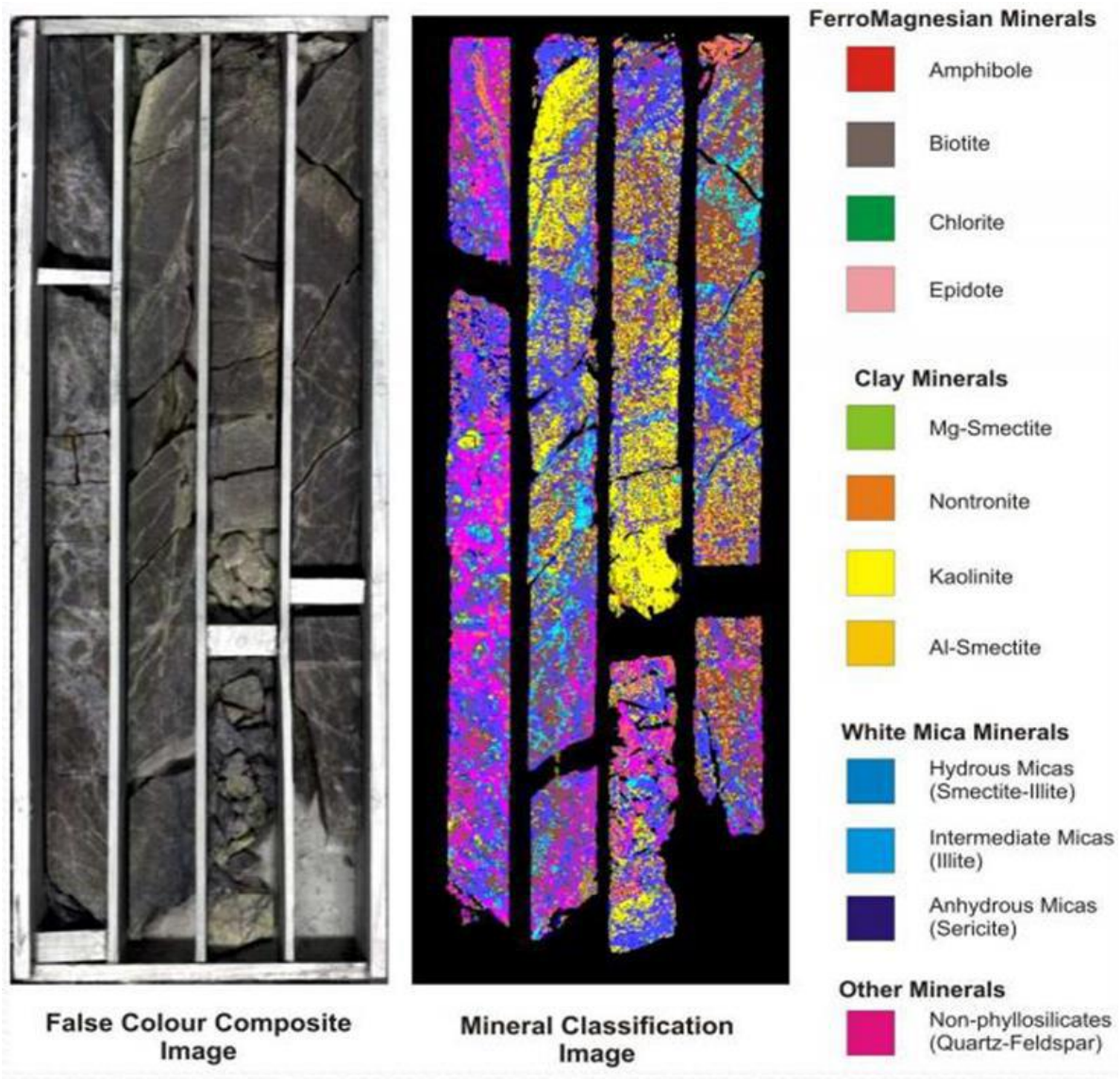


Figure 2.41 Exemple d'images classifiées/cartographie minéralogique de boite de carottes de forages obtenues par imagerie hyperspectrale; issu de Michaux et O'Connor (2020).

La minéralogie automatisée a vocation de proposer des applications pratiques pour la valorisation des minerais. La quantification de la composition modale d'un minerai donne une indication sur la valeur du minerai en question et quelles principales phases minérales porteuses de la substance utile (phases minérales cibles). De même que pour les minéraux de gangue qui peuvent aussi affecter les procédés de récupération. La quantification des différentes fractions minérales aide à la décision sur quels minéraux pourraient être économiquement récupérables et quels procédés seraient les plus adéquats; e.g. :

- Séparations physiques par gravimétrie pour les phases les plus denses ou magnétiques pour les phases avec une susceptibilité magnétique (Bronkala, 2000; Wills, B. A. & Finch, J., 2016);
- Une stratégie de flottation dite normale si la fraction de gangue est plus importante par rapport à la fraction des minéraux cibles ou inverse le cas contraire, ou une flottation sélective ou collective avec l'utilisation de réactifs adéquats (Bulatovic, 2003; Malysiak et al., 2002; Steiner, 1973; Sutherland, D. N., 1989; Wiese et al., 2005; Wills, B. A. & Finch, J., 2016);
- Un procédé de cyanuration adapté pour les minéraux aurifères (Deschênes, 2016; Deschênes et al., 2002; Healey, 2000; Spry et al., 2004).

La quantification de la granulo-minéralogie d'un minerai face à une fragmentation donnée peut permettre de sélectionner le ou les procédés de traitement les plus efficaces. Si les phases minérales cibles sont considérées comme suffisamment grossières pour un procédé de gravimétrie (Wills, B. A. & Finch, J. A., 2016) ou un procédé de flottation; moins sensible à la variabilité granulométrique du minerai, qui serait ainsi plus adéquat (Albijanic et al., 2015; Petruk & Schnaar, 1981; Petruk, W., 2000; Petruk, W. & Lastra, 1993; Trahar, 1981; Trahar & Warren, 1976). De la même façon, cette dernière caractérisation peut permettre de déterminer la maille de libération des minéraux cibles à atteindre (Henley, K., 1983; Iglesias-Martínez et al., 2018; Petruk, 1995; Petruk, W., 1976). La description de la texture minéralogique (renvoyant à la granulo-minéralogie et aux associations minéralogiques) permet de prédire et de comprendre leur impact sur la performance des procédés de traitement, notamment pour la fragmentation (Bradshaw, D J, 2014; Pérez-Barnuevo, Laura et al., 2018; Petruk, 1995) ou pour la flottation (Albijanic et al., 2015; Cropp, A. et al., 2013; Petruk & Schnaar, 1981; Petruk, W., 2000; Petruk, W. & Lastra, 1993; Runge et al., 2003) (Figure 2.42).

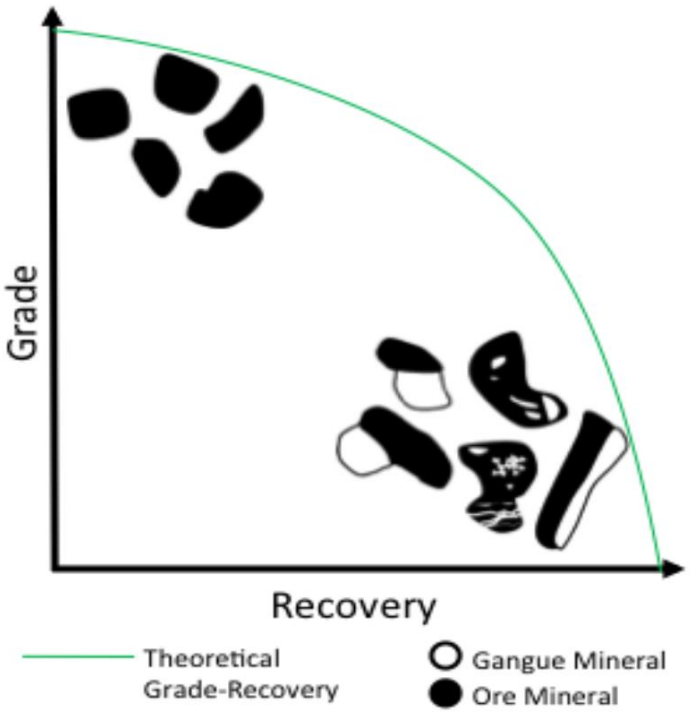


Figure 2.42 Schéma théorique de la courbe de récupération.

Les analyses types *elemental deportment* permettent de fournir des indications sur les éléments traces se trouvant en solution solide à travers les phases minérales. En exemple, les métaux de base et précieux dans les minéraux sulfurés comme les éléments du groupe du platine et l'or qui peuvent représenter une valeur significative à une exploitation si des procédés sont adoptés pour optimiser la récupération et anticiper les défauts de récupération (Deschênes et al., 2002; Healey, 2000). Généralement, la minéralogie automatisée permet de déterminer si les problèmes liés aux procédés (mauvaises récupérations, basse teneur de concentrés, etc.) proviennent des minéraux ou du traitement en lui-même (Pease et al., 2006; Underle et al., 1997). Il existe ainsi plusieurs aspects sur les bienfaits de la quantification des différents paramètres minéralogiques, mais ils ne seront pas plus développés dans la suite de cette partie.

De façon générale, toutes les caractérisations minéralogiques peuvent intervenir sur le choix, la modification ou les opérations d'un procédé particulier de valorisation. Ces différentes approches que propose la minéralogie appliquée pour le traitement minéral peuvent être résumées selon la Figure 2.43 avec trois grands aspects : le coût de la caractérisation minéralogique, sa rapidité d'analyse et sa qualité. Ainsi, chaque approche présentée va favoriser un aspect plutôt qu'un autre.

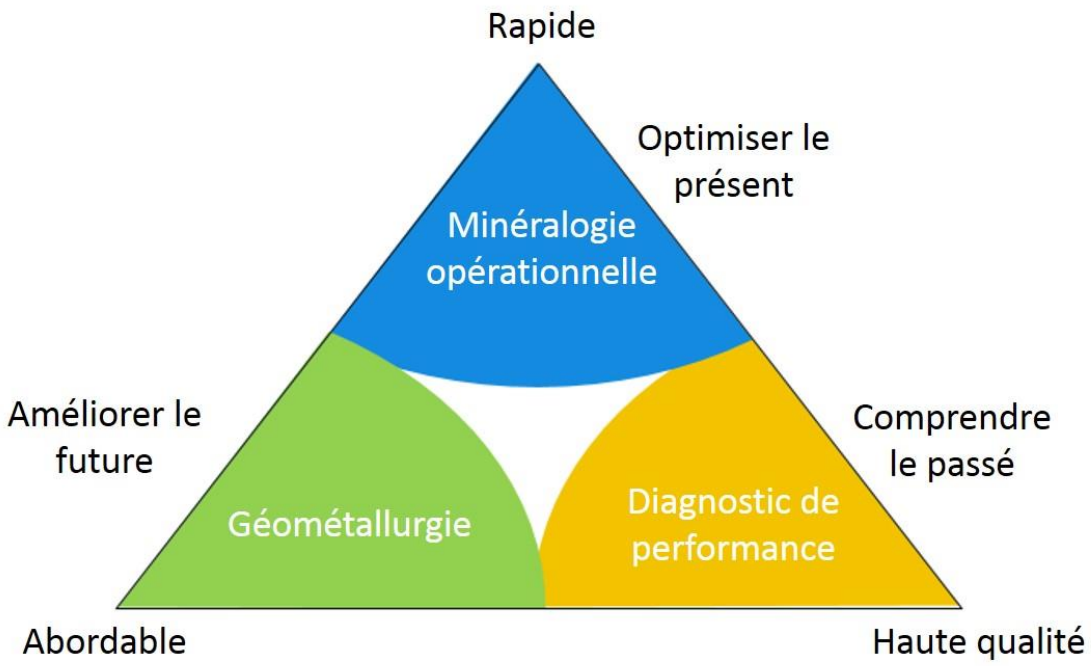


Figure 2.43 Différents aspects de la minéralogie appliquée pour le traitement minéral.

Tout d'abord, une meilleure conception du schéma de traitement par connaissance du comportement minéralogique du minerai au cours des différentes étapes du traitement peut être permise lors des tests géométallurgiques qui incluent des caractérisations minéralogiques automatisées. Cette approche, qui est la plus abordable, permet une anticipation des enjeux de traitement suite à la possible variation du minerai au cours de l'exploitation de la mine (séquençage de la mine) et le développement d'un circuit de traitement minéral adapté et optimisé en conséquence. Cette approche géométallurgique la plus abordable financièrement permet alors d'améliorer le futur de l'usine de traitement.

Suite à ces anticipations des enjeux de traitement liés à la possible variation du minerai, le taux de récupération d'un schéma de traitement est généralement défini sur la base d'une qualité d'alimentation en minerai connue. Une caractérisation minéralogique rapide et plus ou moins en continu sur les flux clés du circuit de traitement (concentré, résidus, etc.) appelée minéralogie opérationnelle peut permettre de vérifier si ces paramètres sont maintenus et/ou varient bien comme prévu au cours de l'exploitation de la mine. Si l'usine reçoit une alimentation avec une variance sur la qualité du minerai non prévue et déterminée par la minéralogie opérationnelle, la récupération n'est plus aussi efficace et les procédés peuvent être modifiés par une décision

opérationnelle rapide et adaptée. La minéralogie opérationnelle permet alors d'optimiser le présent d'un circuit de traitement très rapidement.

Finalement, la caractérisation minéralogique, toujours sur des produits de traitements (concentré, résidus, etc.), permet de diagnostiquer l'efficacité des différents procédés de traitements après coup. Cette approche de diagnostic de performance permet alors une meilleure compréhension de la performance du circuit de traitement passé et par la suite de l'améliorer. Celle-ci peut alors se permettre de correspondre à des caractérisations minéralogiques poussées de haute qualité comme la minéralogie automatisée.

Pour autant, la minéralogie semble aujourd'hui peu comprise et utilisée au sein des usines de traitement des compagnies minières. La principale raison pourrait être le fait que les procédés utilisés en traitement jouent sur les propriétés physiques et chimiques pour trier sélectivement les minéraux ou groupes de minéraux issus des minerais. La dimension minéralogique des procédés est ainsi très peu prise en compte. Alors que les défis minéralogiques peuvent être établis dès les premiers stades du traitement minéral et permettraient d'économiser du temps, d'éviter des erreurs et d'économiser des essais sur la base d'analyses chimiques. Si cette caractérisation est possible dès ces premières phases d'exploration, elle peut aussi permettre d'anticiper les futurs enjeux environnementaux de la future exploitation.

2.5.4.3 Apports de la caractérisation minéralogie sur la prédiction du comportement environnementale

La minéralogie a en effet un autre grand intérêt pour la prédiction du comportement environnemental des potentiels rejets miniers issus de l'exploitation des gisements. Le drainage minier acide (DMA) ou drainage rocheux acide est la principale cause de pollution au sein des exploitations minières de gisements polymétalliques sulfurés. Elle survient en particulier pour les rejets miniers (stériles et résidus miniers) issus d'exploitations de ces gisements et entreposés en surface. C'est un phénomène naturel qui se produit lorsque les minéraux type sulfure s'oxydent au contact de l'air et de l'eau. Cette oxydation acidifie l'eau par la production d'ions H^+ et elle lixivie les éléments métalliques (comme le Fe, Cu, Pb, Ni et Zn) et les métalloïdes (comme l'As ou l'Sb) qui constituaient les minéraux de sulfures. Ce phénomène constitue la problématique environnementale principale de l'industrie minière puisque l'acidification des eaux de drainage constitue une menace pour l'écosystème environnant et la mise en solution des éléments cités sont

des éléments toxiques. Le DMA se caractérise ainsi par un pH des eaux faible (< 6,5) avec des concentrations en métaux, mais aussi en sulfates élevées. Aujourd'hui au Canada, le Règlement sur les Effluents des Mines de Métaux définit les limites à ne pas dépasser en termes de concentrations des certains éléments chimiques que l'on peut retrouver dans les effluents miniers. Pour la réglementation au Québec, il s'agit de la Directive 019 sur l'industrie minière au Québec qui exige une concentration moyenne mensuelle maximum selon les éléments suivants : As, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn ainsi qu'un pH qui doit être compris entre 6,0 et 9,5 (MDDEP, 2014).

Le phénomène de DMA est très souvent illustré par l'équation d'oxydation de la pyrite, phase sulfurée ubiquiste dans les minerais de gisement polymétalliques (Evangelou & Zhang, 1995; McKibben & Barnes, 1986; Rimstidt & Vaughan, 2003; Williamson & Rimstidt, 1994) :

1. Oxydation directe de la pyrite par l'eau et l'oxygène à des pH proches de la neutralité (équation 2.15) :

$$FeS_2 + \frac{7}{2}O_2 + H_2O \rightarrow Fe^{2+} + 2{SO_4}^{2-} + 2H^+ \qquad (2.15)$$

2. Oxydation du fer ferreux (Fe^{2+}) suite à la première étape à pH acide (équation 2.16) :

$$Fe^{2+} + \frac{1}{4}O_2 + H^+ \rightarrow Fe^{3+} + ½\, H_2O \qquad (2.16)$$

3. Oxydation indirecte de la Py par le fer ferrique (Fe^{3+}) produit par l'étape 2 (équation 2.17) :

$$FeS_2 + 14\, Fe^{3+} + 8\, H_2O \rightarrow 15\, Fe^{2+} + 2\, {SO_4}^{2-} + 16H^+ \qquad (2.17)$$

La phase 2 favorisant l'oxydation du fer ferreux et en fer ferrique permet d'entretenir la réaction d'oxydation indirecte de la phase 3. L'oxydation de la pyrite devient plus importante lors de la phase 3 que lors de la première étape puisque le fer ferrique est un oxydant plus efficace que l'oxygène en lui-même. Cependant, l'oxydation de la phase 2 est principalement dépendante du pH avec une cinétique plus rapide pour un pH inférieur à 4. Ainsi, la production de fer ferrique et donc la génération d'acide reste, dans son ensemble, limitée par le taux d'oxydation du fer ferreux lors de la phase 1.

L'origine des éléments chimiques issus des effluents miniers est bien sûr les minéraux et constituent donc les sources principales des éléments contaminants (Akcil & Koldas, 2006; Brown & Calas, 2011). Il est considéré que la réactivité des sulfures face à l'oxydation peut dépendre du

minéral, mais aussi de son environnement : pH, température, activité biologique, etc. (Cruz et al., 2001; Kwong, 1993). La réactivité des sulfures les plus communs présents dans les gisements polymétalliques sulfurés a été relativement bien étudiée (Biver & Shotyk, 2012; Bussière et al., 2005; Dold, 2017; Plumlee, 1999). Il est ainsi à noter que d'un sulfure à un autre, la nature de la réactivité comprenant les métaux lixiviés et le taux d'acidité provoqué change (nombre de moles H^+ généré), mais la stœchiométrie du minéral en lui-même change aussi cette nature (e.g. Crundwell (1988) sur la teneur en Fe de la sphalérite). Ainsi, la caractérisation minéralogique d'un matériau minier, qu'il soit un minerai, un résidu ou un stérile, peut permettre de retrouver l'origine minéralogique des contaminants (Chopard, A. et al., 2019).

La présence d'autres minéraux dans le matériau permet aussi de diminuer l'acidité des effluents suite à l'oxydation des sulfures. Il s'agit des minéraux neutralisants qui, par leur cinétique de réaction, engendrent un potentiel neutralisant. Les carbonates sont réputés pour avoir une cinétique de réaction de neutralisation la plus élevée, en particulier la calcite ($CaCO_3$). Le taux de neutralisation et de dissolution des minéraux neutralisants dépend aussi de nombreux facteurs comme pour l'oxydation des sulfures. Les paramètres externes comme la quantité de CO_2 en milieu ouvert, la température, les conditions redox, mais aussi le pH de la solution (effluent minier) sont des exemples. Ce phénomène de neutralisation ne permet cependant pas de diminuer les concentrations des contaminants et/ou polluants, il permet de rendre un effluent minier final moins acide et ainsi donner les caractéristiques d'un drainage neutre contaminé (DNC). Le pouvoir neutralisant des autres minéraux peut différer d'une phase à une autre, ce sont en particulier les carbonates qui possèdent cette capacité à neutraliser l'acidité produite par l'oxydation des sulfures comme évoqué précédemment. Il s'agit du phénomène de dissolution qui est responsable, par libération des cations Ca, Mg et Fe (selon le carbonate), de l'augmentation du pH et provoque l'effet tampon proche de la neutralité (Blowes et al., 2003). Les études de Bouzahzah, H. et al. (2015) a pu illustrer la dissolution des trois carbonates communs : calcite, dolomite ($CaMg(CO_3)_2$) sidérite ($FeCO_3$) et montrer que la calcite possède une cinétique de dissolution plus rapide. D'autres minéraux peuvent être aussi présents dans les matériaux minéraux et peuvent aussi participer à la neutralisation comme les silicates (Blowes et al., 2003; Sherlock et al., 1995). Les travaux de Dold (2017), selon Sverdrup (1990) résument les réactivités relatives des minéraux communs neutralisants.

Les techniques de prédiction, qui ont pu évoluer au cours des années, demandent maintenant une caractérisation minéralogique de plus en plus poussée. Cette évolution provient du fait que la nature de la réactivité d'un matériau minéral va dépendre de sa composition modale. Comme évoqué précédemment, la nature de la réaction associée au DMA va dépendre à la fois de la nature minéralogique des sulfures, mais aussi des minéraux neutralisants comme les différents carbonates et silicates. La prédiction du DMA peut se réaliser par l'interprétation de plusieurs essais : statistiques et cinétiques (Aubertin et al., 2002; Bouzahzah, 2013; MEND, 1991). Les essais statiques consistent à obtenir le bilan entre le potentiel d'acidité (PA) et le potentiel de neutralisation (PN) des matériaux. Pour cela, il est utilisé le potentiel net de neutralisation (PNN avec PNN=PN-PA) ou leur rapport (RPN avec RPN=PN/PA). La méthode a évolué pour prendre en compte de plus en plus la quantification des phases minérales génératrices d'acidité et celles neutralisantes (sulfates, carbonates et autres minéraux neutralisants). Les méthodes de calculs ont ainsi été proposées par de nombreux auteurs et sont résumées dans leurs travaux (Bouzahzah, 2013; Chopard, A., Benzaazoua, et al., 2017; Kwong, 1993; Lapakko, 1994; Lawrence & Scheske, 1997; Li, 1997; Paktunc, A. Dogan, 1999; Paktunc, A. D., 1999; Plante et al., 2012). Les essais statiques peuvent avoir l'avantage d'être peu couteux surtout si la méthode utilisée se base sur la chimie, e.g. test de Sobek et al. (1978), ou un certain apriori sur la composition minéralogique du matériau (formule proposée par Lapakko (1994) pour le PN et celle de Li (1997) pour le PA). Il est alors considéré que les sulfures sont uniquement portés par la pyrite et que les minéraux neutralisants sont essentiellement la calcite et la magnésite ($MgCO_3$). Ainsi, une première simple analyse S/C peut être suffisante. Cependant, toutes ces méthodes nécessitent des critères de classification. Le plus commun reste le PNN selon les critères suivants :

- PNN < - 20 kg $CaCO_3$/t, le matériau est considéré comme générateur d'acidité,
- PNN > 20 kg $CaCO_3$/t, le matériau est considéré comme non générateur d'acidité,
- Si le PNN est compris entre - 20 kg $CaCO_3$/t et 20 kg $CaCO_3$/t, le matériau est considéré comme dans une zone d'incertitude.

La méthode du RPN reste de plus en plus utilisée, et différents critères de classification existent, mais il est peut-être résumé dans la Figure 2.44 où la zone d'incertitude se situe entre un rapport 1 et 4.

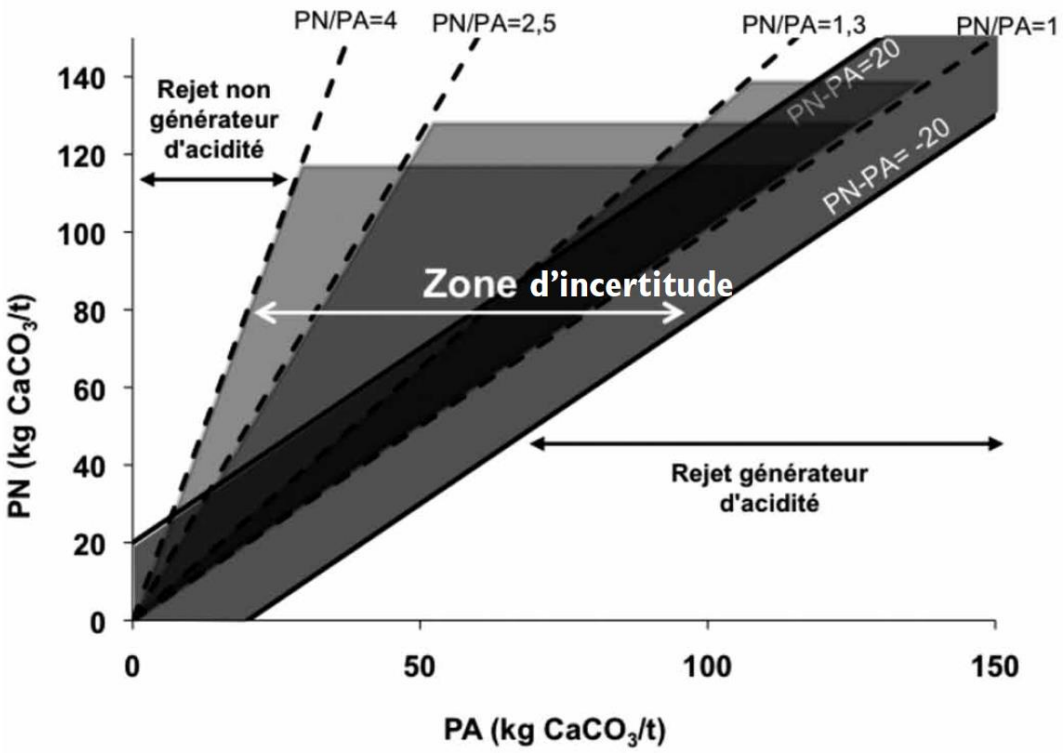


Figure 2.44 Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du RPN; issu de Bouzahzah et al. (2014).

Ainsi, les résultats obtenus peuvent se retrouver en zone d'incertitude, il devient nécessaire d'obtenir une caractérisation poussée du matériau considéré et d'utiliser les formules considérant la présence de tous les minéraux dans le matériau considéré. Ces caractérisations nécessitent ainsi l'utilisation de plus d'outils de caractérisation chimique (ICP-AES/MS, XRF, etc.), mais aussi minéralogique (e.g. DRX, minéralogie automatisée, etc.) (approche multitechnique) avec calculs de réconciliations chimiques/minéralogiques associées (Bouzahzah, 2013) (Figure 2.45) (qui seront évoqués en section 5.2.3). Si l'échantillon reste tout de même en zone d'incertitude, malgré cette considération minéralogique de plus en plus poussée lors des tests statiques avec utilisations des formules de calculs de PA et PN (Figure 2.45), les essais cinétiques deviennent nécessaires afin de statuer sur le potentiel générateur d'acidité du matériau considéré, mais ne seront pas plus discutés dans ce document.

Les autres paramètres minéralogiques constituent aussi des facteurs qui peuvent affecter le comportement environnemental d'un matériau minéral. La granulométrie des minéraux est un facteur déterminant pour comprendre le taux d'oxydation. Ainsi, la distribution granulo-

minéralogique est un facteur qui affecte le taux d'oxydation des sulfures : les sulfures fins dus à leurs surfaces spécifiques importantes tendent à s'oxyder plus rapidement que leurs équivalents grossiers et donc à générer plus rapidement de l'acidité (Erguler & Kalyoncu Erguler, 2015; Lapakko et al., 2006; Plumlee, 1999). Connaitre la fraction granulométrique d'un minerai et/ou rejet miniers contenant les sulfures générant du DMA peut permettre ainsi d'anticiper les opérations de traitement d'ordre minéralurgique en proposant une étape simple de criblage du matériau minéral à moindre coût (Ait-Khouia et al., 2021).

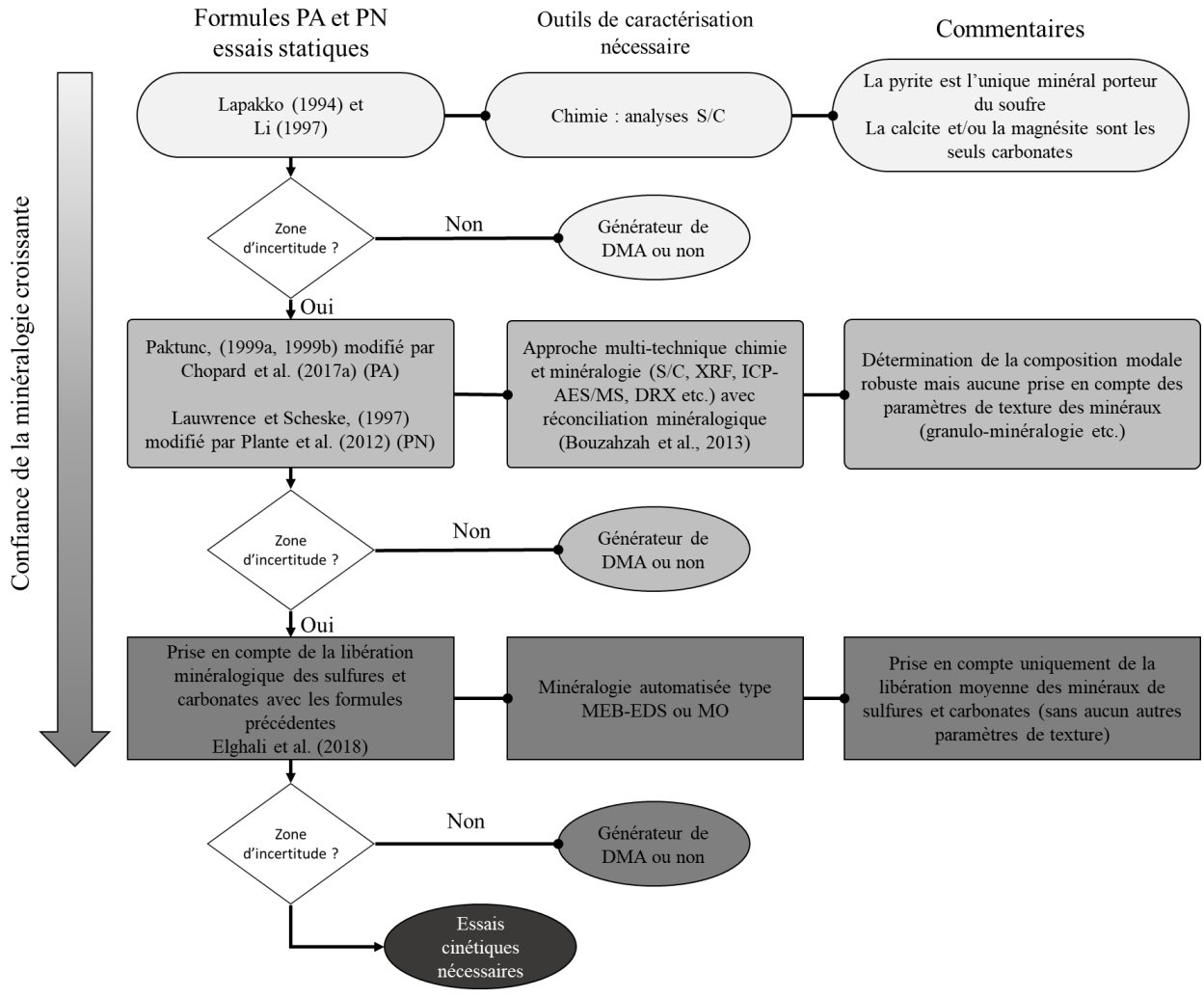


Figure 2.45 Logigramme de la détermination du potentiel de génération de DMA selon les essais statiques de calculs PNN et/ou RPN et la caractérisation minéralogique nécessaire; les formules de calculs de PA et PA sont données par les références mentionnées et Bouzahzah et al. (2014).

De même, le degré de libération minéralogique (le terme de degré d'exposition serait le plus approprié) est un facteur important à prendre en compte afin de mieux comprendre le taux d'oxydation des minéraux générateurs d'acidité et de dissolution des minéraux neutralisants pour la problématique de DMA. Plusieurs cas peuvent être possibles selon le degré d'exposition des minéraux générateurs d'acidité comme les sulfures (Figure 2.46). Il existe, depuis récemment, un paramètre permettant de décrire la réactivité des sulfures selon leur degré d'exposition provenant de stériles (servant pour la stratégie d'échantillonnage des stériles) : le diamètre d'inclusion physique des sulfures (DIPS ou *DPLS*) rappelé par Elghali et al. (2018). Le DIPS réfère ainsi à la granulométrie à laquelle les sulfures restent inclus (degré de libération/exposition nul) par des minéraux de gangue non sulfurés déterminables par des analyses minéralogiques automatisées.

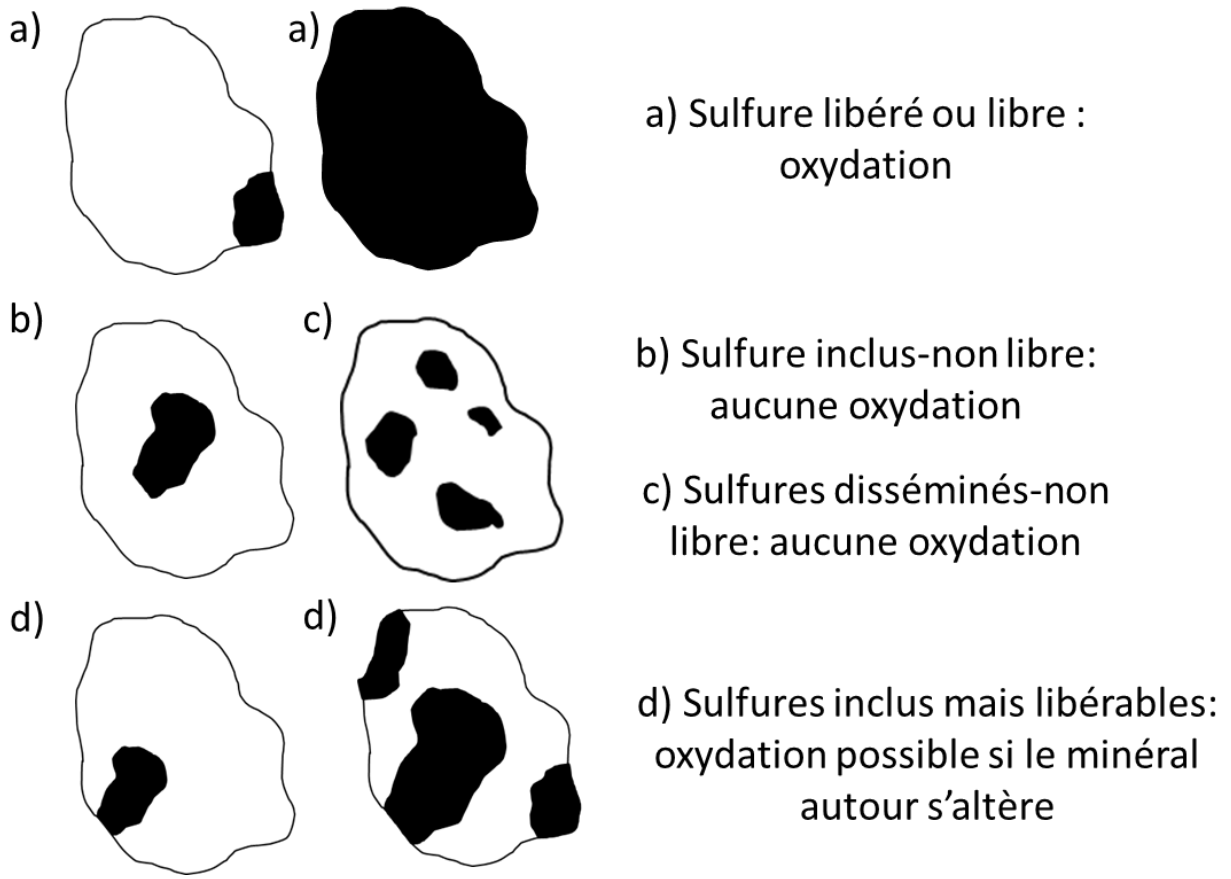


Figure 2.46 Disponibilités de la réaction d'oxydation des sulfures selon la libération du minéral de sulfure ; modifié de Chopard (2016) et Mills (2013).

Les travaux de Elghali et al. (2018) utilisent aussi cette quantification d'exposition à la fois des sulfures et des carbonates (degré moyen d'exposition) pour prendre en compte la libération de ces

derniers minéraux dans les calculs de RPN. Un dernier point sur les associations minéralogiques est à prendre aussi en compte pour le comportement environnemental de matériaux minéraux. Les associations de sulfures influencent aussi le taux d'oxydation de ces derniers (e.g. Chopard, A., Plante, et al., 2017; Mehta & Murr, 1983). Il correspond au phénomène galvanique et ne sera plus discuté dans ce document.

Ainsi, bien que les formules utilisées pour les tests statiques prennent en compte une détermination de la composition modale de plus en plus précise de l'échantillon, la libération des minéraux n'a été que récemment considérée dans les méthodes d'essais statiques. Leurs granulométries et les associations minéralogiques que peuvent présenter les grains mixtes (interaction galvanique possible) sont-elles pour le moment que très peu prises en compte dans ces calculs. Il existe un manque de littérature encore important sur l'impact que possèdent ces autres paramètres minéralogiques sur le comportement environnemental du minerai. De plus, les essais statiques ne permettent pas de communiquer des informations sur la nature en métaux lixiviés de l'effluent minier. Cependant, la simple information sur la composition modale complète des échantillons donne de premières indications sur cette nature. En exemple, la présence d'arsénopyrite ($AsFeS_2$) lors de la caractérisation minéralogique nécessaire aux tests statiques permet d'affirmer que l'effluent sera probablement contaminé en As.

2.6 Conclusions de la revue de littérature et rappel du contexte de l'étude

Avec une première présentation de la minéralogie et de la discipline de la minéralogie appliquée (section 2.1), les techniques de préparations des supports d'étude pour l'analyse minéralogique microscopique (MO et MEB; section 2.3) avec des détails apportés sur la représentativité des SP (principal support d'étude utilisé en minéralogie automatisée et étudier dans ce doctorat; section 2.2) ont été détaillées. De plus, le principe des deux principales techniques microscopiques étudiées a été présenté en détail en comprenant les systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS (section 2.3) et le principe de mesure par AI des différents paramètres minéralogiques que proposent ces outils automatisés (section 2.4). La caractérisation minéralogique et en particulier l'outil de minéralogie automatisée sont devenus pertinents et indispensables pour l'industrie minière et la géométallurgie (Bueno et al., 2015; Hoal et al., 2013; Leichliter, 2013; Lund & Lamberg, 2014; Michaux & O'Connor, 2020; Turner-Saad, 2010; van den Boogaart & Tolosana-Delgado, 2018; Zhou, 2013). L'approche de caractérisation

minéralogique des matériaux minéraux présente de nombreux aspects avantageux pour les différentes étapes d'un développement d'un projet minier (section 2.5.4). En effet, la caractérisation minéralogique appliquée dès les premières étapes d'exploration peut permettre l'optimisation et l'anticipation du bon fonctionnement d'une future mine (Bradshaw, D J, 2014; Brough, C. P. et al., 2013; Chopard, 2016; Gu et al., 2014; Hoal et al., 2013; Lotter, Norman O., 2011; Parbhakar-Fox et al., 2018). La minéralogie reste encore qualitative lors des étapes d'exploration, malgré l'engouement récent des systèmes d'analyses de *logging* automatisé (section 2.5.4.1). La quantification des éléments valorisables est uniquement prise en compte pour le traitement minéral, alors que la minéralogie appliquée a pour but originel de proposer des études pratiques pour l'optimisation des procédés de traitement (section 2.5.4.2). De plus, il a été vu que la caractérisation minéralogique plus ou moins poussée est nécessaire pour déterminer le comportement environnemental des matériaux miniers (e.g. le phénomène de DMA; section 2.5.4.3). Il subsiste encore un manque d'informations sur l'impact de certains paramètres minéralogiques (degré de libération, association minéralogique) sur ce comportement environnemental.

Les compagnies minières qui ont décidé d'avoir une approche géométallurgique sur leurs exploitations passent systématiquement par la caractérisation minéralogique automatisée type MEB-EDS de leurs échantillons. Cependant, il est à noter que ces systèmes automatisés restent très dispendieux et contraignants, ce qui empêche parfois les compagnies à solliciter la minéralogie pour leurs opérations. Les outils de minéralogie automatisée type MEB-EDS, bien que récemment démocratisés, nécessitent encore une certaine expertise pour son utilisation au quotidien et représentent un coût d'investissement de l'ordre du million de $CAN pour l'avoir disponible au sein des départements d'une mine. Le coût d'opération (dit OPEX pour *operational expenditure*) et de capitalisation/d'investissement (dit CAPEX pour *capital expenditure*) restent ainsi trop important pour les compagnies minières. Ces dernières décident généralement de confier ces caractérisations automatisées à d'autres compagnies externes et expertes en caractérisation minéralogique. Cette caractérisation en externe représente un coût de 6 000$CAN par échantillon avec préparation de *sizing* (Chopard, 2016). En prenant en compte une caractérisation quasi quotidienne et un temps d'analyse de plusieurs semaines au sein de ces compagnies externes, le coût d'OPEX reste encore trop important pour les compagnies minières. Par conséquent et comme évoqué en Chapitre 1, les compagnies minières n'utilisent que de façon parcimonieuse la

minéralogie automatisée et que pour certains cas (études de (pré)faisabilité et résolution de problèmes et/ou diagnostic de performance). L'utilisation de la minéralogie automatisée quasi routinière permet d'obtenir une quantité de données très importante des paramètres minéralogiques sur tout un gisement, nécessaire pour quantifier la variabilité du dit gisement selon une approche géométallurgique.

Par conséquent, il devient pertinent de pouvoir développer un nouvel outil de caractérisation minéralogique automatisée plus abordable et accessible techniquement. Le MOA, principal sujet de ce document de thèse, représente un outil homologue à la microscopie électronique automatisée avec une expertise d'utilisation moins contraignante (et donc moins dispendieuse) au quotidien. Son coût OPEX est ainsi moins important et reste encore à déterminer, mais son coût CAPEX est 10 à 15 fois moins important que les outils types MEB-EDS (entre 60 000 et 100 000$CAN). Aujourd'hui et grâce aux progrès récents des ordinateurs, des logiciels de plus en plus performants, ainsi que la résolution et la qualité des images optiques, le MOA possède un potentiel qui reste encore à développer pour des applications de caractérisations minéralogiques automatisées en contexte minier/géométallurgique. Ce doctorat a donc vocation de continuer à développer cet outil et prouver son efficacité en contexte géométallurgique.

Chapitre 3 Synthèse des articles

Ce chapitre constitue le cœur de cette thèse où les articles écrits et soumis sont ici synthétisés. Tel que mentionné précédemment, les articles mentionnés dans ce chapitre, sont en annexe de la thèse. Il est ainsi recommandé au lecteur de compléter la lecture des différentes parties de ce chapitre avec les articles correspondants. Les articles ont été soumis ou acceptés au journal scientifique *Minerals Engineering*.

Dans un premier temps, l'approche des différents axes de recherche sera présentée et s'appuiera notamment sur l'article de revue de littérature (annexe A) publié portant sur l'évolution de la MOA et la revue de littérature du chapitre 2 précédent. Par la suite, ce chapitre présentera les échantillons étudiés, le matériel de préparation de ces mêmes échantillons pour la fabrication des SP associées et le MOA ainsi que le principe général des routines d'analyse minéralogique développées pour effectuer les différents travaux. Chaque article fera ensuite l'objet d'une synthèse, incluant la méthodologie et les résultats obtenus.

3.1 Approche générale des axes de recherche et contexte associé

Ce doctorat se concentre donc sur la MOA comme outil plus accessible et alternatif comparée aux outils de minéralogie automatisée type MEB-EDS qui se sont récemment démocratisés dans l'industrie minière. La Figure 3.1 illustre l'approche générale utilisée des axes de recherche étudiés dans ce doctorat ainsi que le contenu en articles et travaux de la thèse. Les autres travaux mentionnés sont synthétisés au Chapitre 4.

L'axe de recherche 1 s'est d'abord concentré sur la représentativité des principaux supports d'études utilisés au cours de cette thèse. L'article 1 de revue de littérature (annexe A) publié chez *Minerals Engineering* touche aux axes de recherche 2 et 3. Cet article revient en détail sur l'évolution de la MOA dans la littérature et recommande un certain nombre de développements sur la technique de MOA pour permettre sa démocratisation au sein de l'industrie minière. Ces dernières recommandations correspondent ainsi aux deux autres axes de recherche des travaux de doctorat i.e. l'amélioration de la technique d'imagerie optique (axe de recherche 2) et les études comparatives et cas d'application de la MOA en contexte géométallurgique (axe de recherche 3).

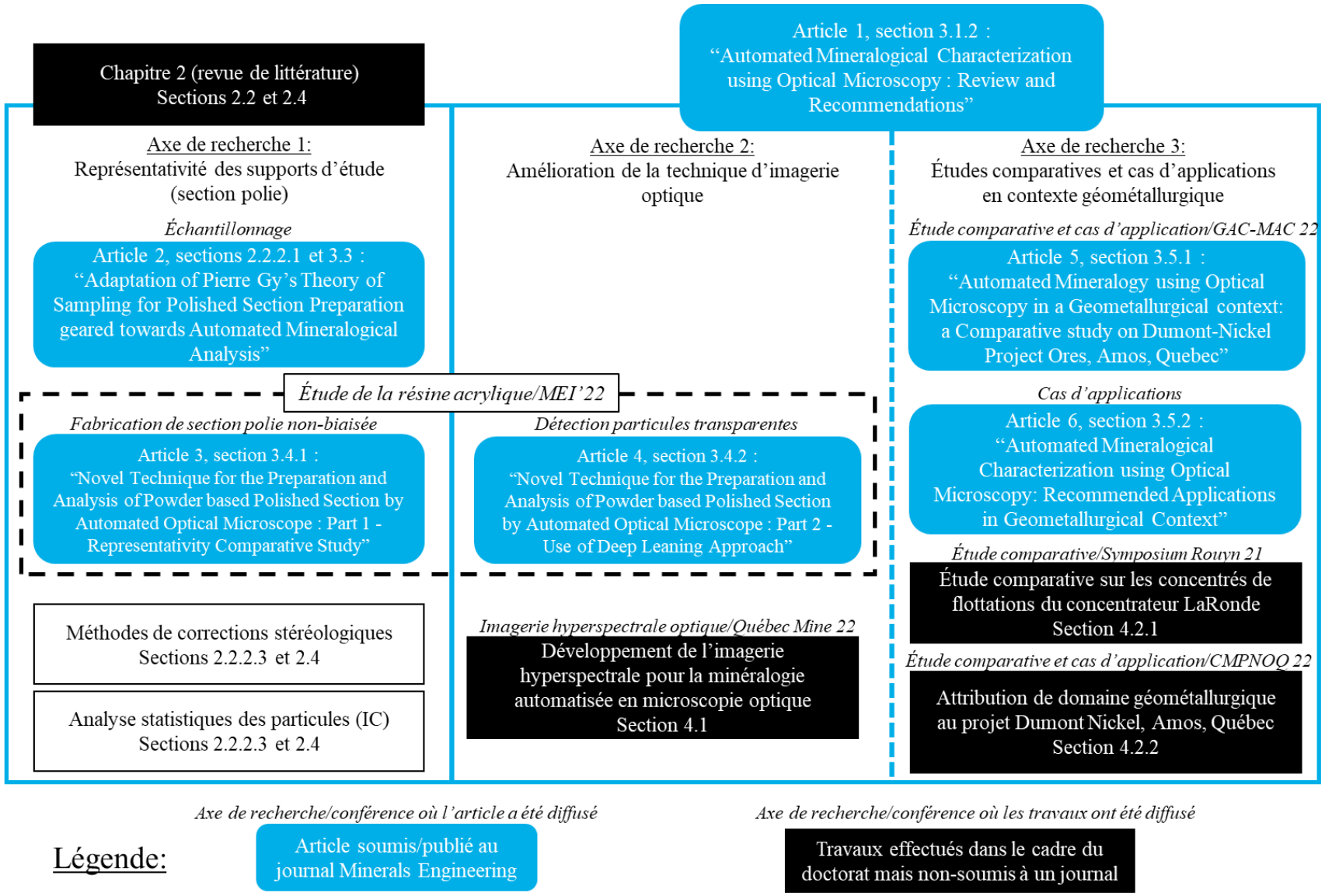


Figure 3.1 Approche générale des axes de recherche avec travaux/articles du doctorat présentés avec numéro de sections associées.

3.1.1 Premier axe de recherche : représentativité des sections polies

Un premier axe de recherche s'est d'abord concentré sur la représentativité des principaux supports d'études utilisés pour l'analyse minéralogique microscopique automatisée (que cela soit MOA ou type MEB-EDS), i.e. la SP. La section 2.2.2 du Chapitre 2 de revue de littérature de ce document a présenté les trois principaux aspects concernant la représentativité des SP qui se doit d'être non biaisée et précise (Figure 2.4 et Figure 2.5) :

1. L'échantillonnage de poudre mise en SP se doit d'être représentatif d'un lot (section 2.2.2.1);
2. La technique de préparation des SP se doit d'être non biaisée (section 2.2.2.2);
3. Les mesures minéralogiques (quantification des paramètres minéralogiques) se doivent aussi d'être non biaisées et précises (section 2.2.2.3 et section 2.4).

Le premier aspect peut être répondu grâce à la théorie de l'échantillonnage de Pierre Gy (Gy, 2004) qui a été présentée en section 2.2.2.1. Cette même section a mis en exergue le fait que la droite de sécurité dérivée de la théorie d'échantillonnage de Pierre Gy peut être utilisée dans le cadre d'un protocole d'échantillonnage d'une poudre minérale (échantillon) destiné à la fabrication de SP. Cependant, cette droite de sécurité se doit d'être adaptée pour la préparation spécifique d'échantillon en SP afin que le protocole d'échantillonnage qui en résulte se doive d'être représentatif. L'article 2, annexe C de cette thèse s'est donc destiné à ce premier point et est présenté en section 3.3.

Les travaux de doctorat se sont aussi intéressés à la technique de préparation des SP où cette dernière se doit d'éviter deux principaux phénomènes : l'agglomération des particules et le phénomène de ségrégation (sédimentation préférentielle) des particules à travers la SP qui ont été présentés en section 2.2.2.2 du chapitre de revue de littérature. Au cours du doctorat, une nouvelle résine destinée à la préparation des SP a été particulièrement étudiée puisque ses propriétés représentent des avantages pour la fabrication de SP destinée à l'analyse MOA. Cette nouvelle résine a fait l'objet de deux articles (articles 3, annexe D et 4, annexe E) présentés en section 3.4. L'article 3, annexe D s'est ainsi particulièrement intéressé à l'étude du phénomène de ségrégation des particules à travers cette nouvelle résine.

Le troisième aspect concernant la représentativité des mesures minéralogiques faites sous SP par les outils de minéralogie automatisée n'a pas fait l'objet de travaux poussés. Cependant, la section 2.4 du chapitre de revue de littérature présente les différentes méthodes de corrections stéréologiques et des méthodes de calculs d'IC (selon la quantification statistique des particules obtenue) pour chaque paramètre minéralogique.

3.1.2 Revue de littérature sur la caractérisation minéralogique par microscopie optique automatisée (article 1)

3.1.2.1 Évolution de la microscopie optique automatisée

L'article 1 (annexe A) se réfère à la lecture de près d'une quarantaine d'articles publiés dans divers journaux scientifiques se référant à la MOA. Depuis les années 1990, de nombreux auteurs ont cherché à exploiter la réflectance des minéraux opaques en MO en lumière réfléchie pour permettre l'identification automatisée des espèces minéralogiques. Trois grands groupes d'auteurs ont contribué au développement du MOA. Le premier groupe de recherche provient du laboratoire GEMME de l'Université de Liège (Belgique). Le deuxième groupe provient du laboratoire de minéralogie appliquée de l'Université Polytechnique de Madrid (Espagne). Parallèlement à ces groupes de chercheurs, un groupe d'auteurs australiens a développé un système MOA pour la caractérisation des gisements d'oxydes/hydroxyde de fer : l'Organisation scientifique et industrielle du Commonwealth (CSIRO).

Ainsi, le MOA a pour objectif, comme pour les systèmes automatisés type MEB-EDS, l'identification minéralogique en classant chaque pixel d'une image dans une espèce minérale spécifique, i.e. la classification minéralogique des images optiques (Figure 3.2). Il existe deux types de procédures de classification basée sur la mesure de la réflectance optique des minéraux : supervisée et non supervisée (López-Benito et al., 2020). La classification supervisée est préférable et implique la création d'une base de données de courbes de réflectance de minéraux connus, la mesure de la réflectance du minéral inconnu, sa comparaison avec la base de données et l'attribution de chaque pixel au minéral le plus similaire, i.e. la classification minéralogique (Bonifazi, 1995; López-Benito et al., 2020; Pirard, E., 2018; Pirard, Eric et al., 2008). La mesure de la réflectance est généralement effectuée par SNG; un traitement d'image convertissant les pixels en niveau de gris sur la base de l'intensité de la réflectance des particules (Donskoi, E et al., 2010; Pirard, E., 2018; Pirard, Eric et al., 2008). Différentes méthodes de classification ont été proposées dans la

littérature et sont données dans les annexes de l'article 1 (annexe A). La méthode de classification booléenne utilisée par d'autres auteurs (Chopard et al., 2019; Lane et al., 2008) a été principalement utilisée dans les travaux de ce doctorat (section 3.2.2.2).

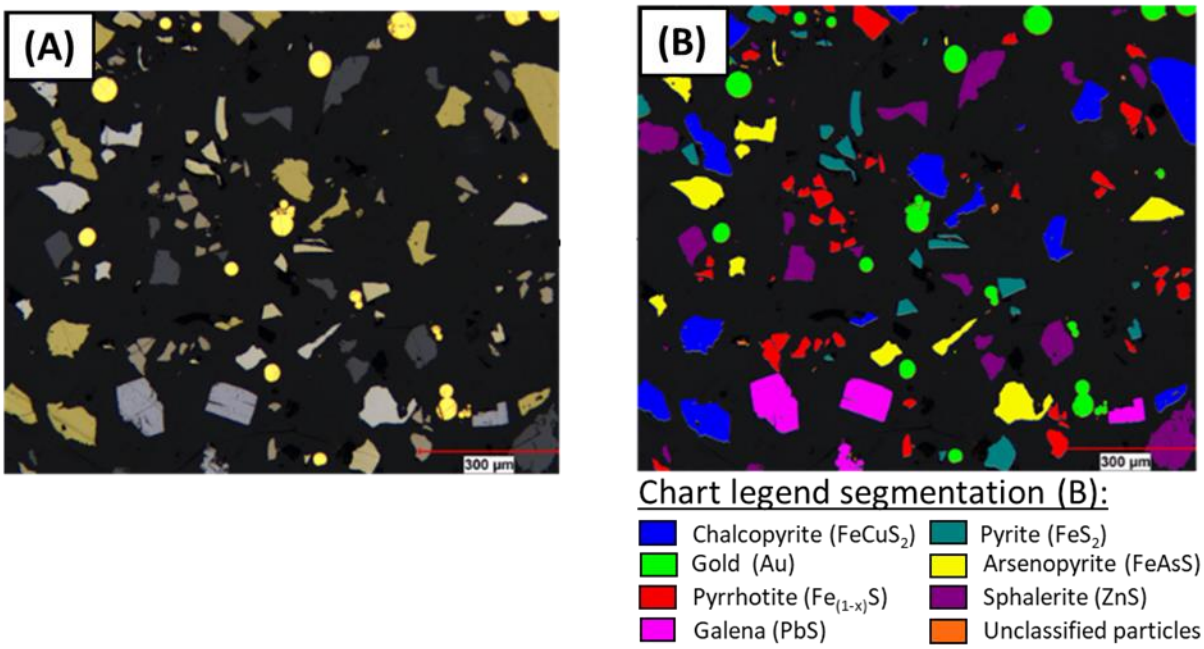


Figure 3.2 Image segmentée après une procédure de classification par une routine d'AI utilisant le SNG; (A) image en LPNA; (B) image segmentée finale issue d'une opération de classification booléenne; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A.

Les méthodes d'analyse d'identification minéralogique sous MOA ont évolué passant de l'acquisition d'images basée sur des filtres RGB (Berry et al., 2008; Bonifazi, 1995; Castroviejo et al., 2002; Donskoi, E. et al., 2007; Lane et al., 2008; Pirard, Eric & Bertholet, 2000) à la méthode d'identification multispectrale basée sur le SNG (Berrezueta et al., 2016; Bouzahzah et al., 2008; Chopard et al., 2019; Donskoi, E et al., 2010; Evrard & Pirard, 2013; López-Benito et al., 2020; Pirard, E., 2018; Pirard, Eric & De Colnet, 2000). L'utilisation de filtres à largeur de bande précise a remplacé l'utilisation de filtres RGB, ce qui a conduit à une mesure plus complète de la réflectance et au développement de l'analyse d'images multispectrales optiques (AIMO) (Pirard, E., 2018). Cependant, l'AIMO présente des limites telles que la biréflectance/le pléochroïsme de certaines phases minérales (e.g. arsénopyrite, pyrrhotite, chalcopyrite, covellite), les effets de bordure, le recouvrement de réflectance et l'incapacité à détecter les minéraux transparents (Lane et al., 2008; Pirard, E., 2018). Le problème de la biréflectance/du pléochroïsme a été résolu par l'AI multiradiale

(Pirard, Eric & De Colnet, 2001; Pirard, Eric & Lebichot, 2004; Pirard, Eric et al., 2007), mais le système AMCO® (système de MOA le plus évolué à ce jour) n'inclut pas ce type d'analyse (López-Benito et al., 2020).

Ce dernier système AMCO® utilise une base de données de réflectance allant de 365 nm à 1000 nm avec mesure de la réflectance des minéraux dans ce même intervalle spectral (selon un pas spectral différent allant de 20 nm à 100 nm) et des méthodes de classification supervisées efficaces et permettant de résoudre le problème de biréflectance, d'effet de bordure et du recouvrement de réflectance que peuvent présenter les minéraux. López-Benito et al. (2020) ont démontré une classification efficace d'une quarantaine de minéraux opaques en utilisant le système AMCO®. Par conséquent, ce dernier système représente à ce jour le système d'AIMO le plus avancé.

3.1.2.2 Vers une l'amélioration de la technique d'imagerie microscopique optique automatisée : axe de recherche 2

L'article en question poursuit par proposer plusieurs améliorations de la technique de MOA. Ces améliorations sont aux nombres de deux et correspondent à l'axe de recherche 2 du doctorat.

3.1.2.2.1 Détection des particules transparentes par microscopie optique automatisée

La détection de minéraux transparents reste encore un défi dans le domaine de la MOA. La difficulté vient de la confusion entre les minéraux transparents et la résine utilisée pour la fabrication de SP pour un échantillon minéral sous forme de poudre lors des procédures de classification AIMO (Donskoi, E. et al., 2007; López-Benito et al., 2020; Neumann & Stanley, 2008; Poliakov & Donskoi, 2014). De nombreux minéraux transparents ont une réflectance très similaire (e.g. le quartz, la séricite, la fluorite, la barytine) à celle de la résine couramment utilisée pour la préparation des SP (Berry et al., 2008; López-Benito et al., 2020; Neumann & Stanley, 2008; Poliakov & Donskoi, 2014). Les deux matériaux ont une courbe de réflectance spectrale plate avec une faible valeur de réflectance (environ 5 %); ils deviennent ainsi indiscernables dans les images optiques segmentées finales. L'incapacité de la MOA à détecter les minéraux transparents peut entrainer une difficulté de détermination concernant la quantification minéralogique et un biais de la quantification de la texture des particules minérales étudiées, comme le degré de libération (Figure 3.3).

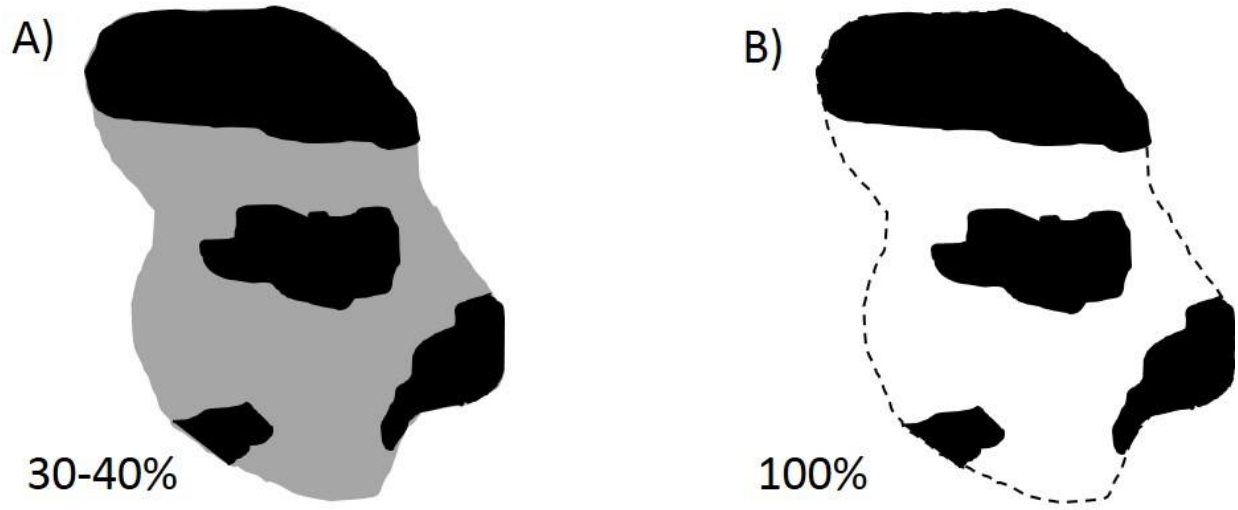


Figure 3.3 Biais de quantification pour le degré de libération minérale sous MOA. A : une particule mixte avec un degré de libération de 30 à 40 % pour le MI (remplissage noir) par rapport au reste de la particule (minéral de gangue transparent, remplissage gris); B : la même particule mixte sous MOA rapporte un degré de libération de 100 % pour le MI sans la détection du minéral de gangue transparent (contour en pointillé); issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A.

L'article 1 revient en détails sur les principales techniques d'imagerie et de préparation particulière des échantillons pour permettre cette détection des particules transparentes. Mais cette limite reste encore d'actualité dans le domaine de la MOA. L'article 1 recommande l'utilisation d'une nouvelle approche d'analyse et de traitement d'image, telle que les algorithmes de reconnaissance d'objets afin d'améliorer la détection des minéraux transparents mis en SP (e.g. Koh et al., 2021; Maitre et al., 2019; Seo et al., 2022). Cette dernière recommandation évoque en substance l'utilisation d'algorithme d'apprentissage machine (ou *machine learning*) basée particulièrement sur des structures algorithmiques d'apprentissage profond (*deep leaning*) de reconnaissance d'objets sur images optiques. Cette approche a fait ainsi l'objet d'un nouvel article (article 4, annexe E) qui est traité en section 3.4.2.

3.1.2.2.2 Utilisation de nouvelle caméra optique (imagerie hyperspectrale)

Le système plus avancé d'AIMO connu à ce jour, le système AMCO® (Grunwald et al., 2019; López-Benito et al., 2020), propose une identification minéralogique efficace à l'aide de procédures supervisées et une mesure de réflectance des particules minérales dans un échantillon entre 365 nm et 1 000 nm. Cependant, la mesure de réflectance complète nécessaire à la procédure

demande l'utilisation jusqu'à 20 filtres spectraux effectués par une roue à filtres. L'utilisation systématique de filtres implique une longue acquisition d'image multispectrale pour chaque échantillon analysé : un échantillon doit être scanné 20 fois (une fois par filtre). Par conséquent, la procédure devient longue pour un seul échantillon. Une approche plus supervisée des procédures de classification est discutée dans l'article 1 (annexe A).

Cette approche nécessite donc un matériel de MOA complexe avec une longue procédure d'analyse minéralogique. La solution proposée par l'article 1 est l'utilisation d'un nouveau type de caméra fournissant directement la mesure de la réflectance sans utiliser de filtres spectraux. De cette manière, il est recommandé d'améliorer la sensibilité spectrale des caméras optiques couramment utilisées dans le domaine de la MOA (i.e. caméra RGB). L'objectif est de développer un nouveau type de caméra qui obtient des mesures continues de domaines spectraux pour chaque pixel à partir d'une image optique. De même, l'article 1 mentionne ici en substance l'utilisation de l'imagerie hyperspectrale comme technique d'image afin de s'affranchir de l'utilisation des filtres spectraux systématique lors des procédures de classification des systèmes de MOA. Cette solution a été ainsi explorée lors du doctorat et présentée au chapitre suivant, section 4.1.

3.1.2.3 Études comparatives et cas d'applications : axe de recherche 3

La MOA est encore un outil en développement avec des améliorations importantes seulement depuis les années 2000. La technique nécessite encore de faire l'objet davantage d'études comparatives avec d'autres approches de caractérisation minéralogique (e.g. la XRF et/ou la DRX) et/ou les systèmes de minéralogie automatisée qui font aujourd'hui référence dans le domaine i.e. les systèmes automatiques types MEB-EDS. Des études de cas en contexte géométallurgique contribueraient aussi à prouver l'efficacité de la MOA. Ces nouvelles contributions recommandées permettraient alors de prouver l'efficacité de la MOA et contribueraient à prouver l'utilité de la technique dans l'industrie minière afin de la décloisonner à des applications de caractérisation minéralogique niche actuelle comme la caractérisation des minerais de fer (Figure 3.4). Cette dernière perspective correspond ainsi à l'axe de recherche 3 de ce présent document de doctorat. Les travaux associés correspondent aux articles 5 (annexe F) et 6 (annexe G) présentés en section 3.5.

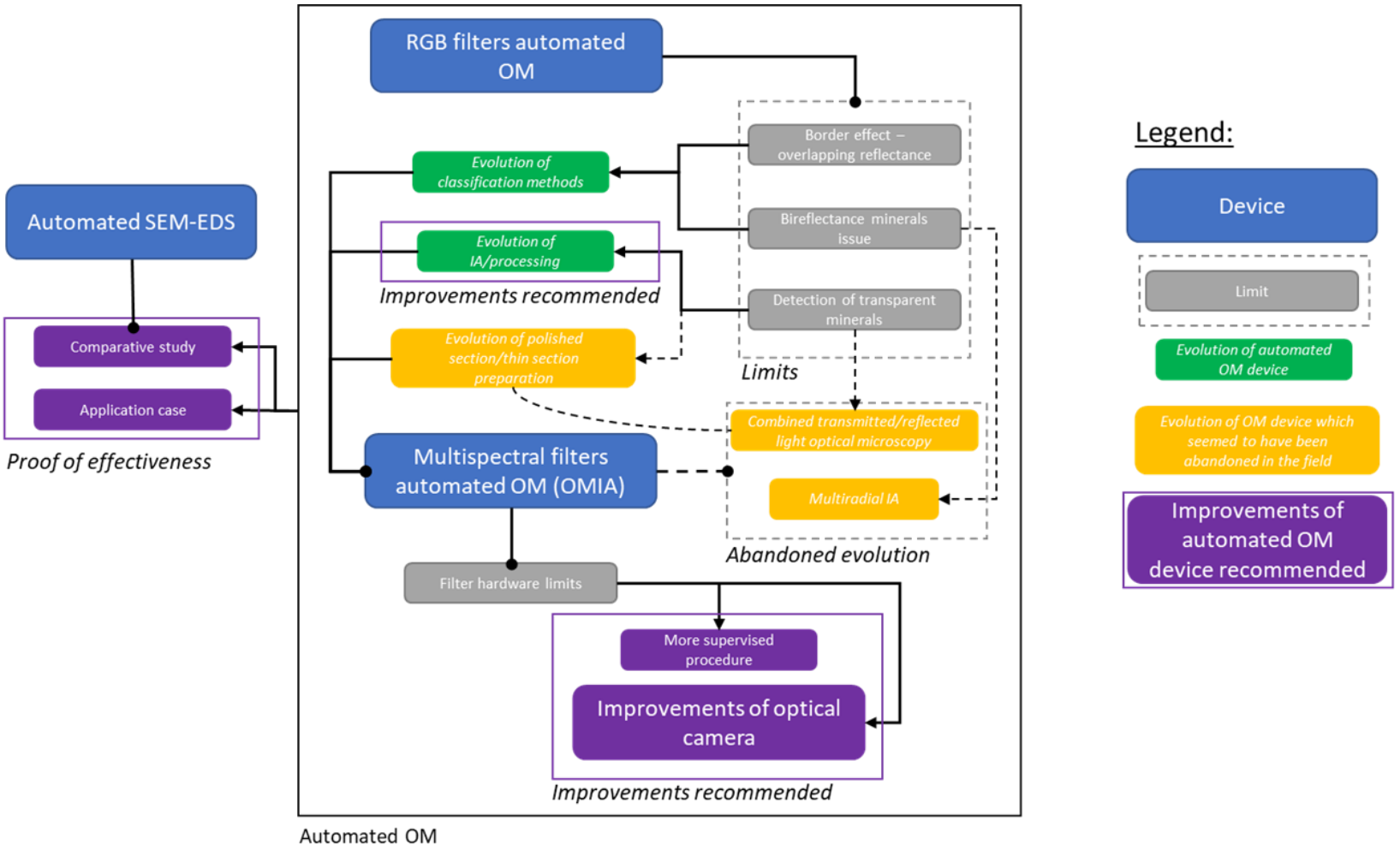


Figure 3.4 Évolution de la technique de MOA depuis les années 2000 incluant les améliorations recommandées; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022b), article 1, annexe A.

3.2 Matériel et méthode d'analyse microscopique optique

Afin de répondre aux besoins de recherche soulevés et identifiés par l'article 1, les travaux de doctorat ont eu recours à l'utilisation de plusieurs matériaux qui sont décrits dans de cette présente partie. De plus, le MOA est aussi particulièrement décrit avec le principe général des procédures d'analyse et d'identification minéralogique qui ont été développer afin d'effectuer les différents travaux.

3.2.1 Préparation des échantillons et section polies

Les différents échantillons de minerais et/ou SP associées étudiés dans de doctorat ont été directement fournis par les partenaires industriels, i.e., les mines Agnico Eagle Limitées et Magneto Investments du projet minier Dumont Nickel. Les échantillons de minerais d'autres mines sont issus des anciens travaux de Chopard (2016). Les échantillons de minéraux dits purs (et dont la pureté a été évaluée) proviennent du fournisseur spécialisé Minroc© et ont été complétés par les anciens échantillons des travaux de Bouzahzah (2013). Les méthodes de préparation de ces échantillons sont données dans les prochaines parties de ce chapitre et du chapitre suivant.

De plus, les différentes fournitures ont été utilisées pour la fabrication de SP :

- Tamis et matériel de pesage pour la préparation de fractions granulométriques des poudres des échantillons normés ASTM-E11 (2013),
- L'appareil de divisions à riffles petits (micro-riffler) pour la préparation des matériaux minéraux à couler en SP du fournisseur Anton Paar©;
- Un dispositif de séparateur en liqueur dense (polytungstates de Li) par centrifugation (de référence MISTRAL 10OO & 2000) pour les échantillons de minéraux purs pour pouvoir concentrer les minéraux de sulfures et ainsi améliorer la pureté des échantillons;
- Kit de préparation de SP : résine époxy (référence Epofix®) et acrylique (référence VersoCit-2 Kit®), durcisseur, accessoire de dosage issus du fournisseur Struers© et enrobages spécifiques comme la poudre de nanotube de carbone dit *carbon black* (de référence Printex XE2® du fournisseur EVONIK©);
- Polisseuse automatique avec liquides et disques de polissage associés (de référence Tegrapol 11®) du fournisseur Struers©.

Le rhéomètre AR 20000 du fournisseur TA instrument (TA Instruments, 2006) a été aussi utilisé pour étudier le comportement rhéologique des différentes résines étudiées pour l'axe de recherche 1 présenté en section 3.4. De plus, plusieurs appareils de caractérisations minéralogiques comme le DRX (Brucker AXS D8 Advance) et MEB-EDS (Hitachi S3500N, Oxford type SDD X-Max 20mm2) du laboratoire de l'URSTM ont été aussi utilisés pour la vérification de la pureté des échantillons de minéraux purs.

3.2.2 Microscope optique automatisée

3.2.2.1 Présentation du microscope et équipements associés

Le principal MOA utilisé dans le cadre de ce doctorat est un microscope inversé Leica© de référence DMI8® fourni par notre partenaire *Clemex Technologies*. Il est constitué des équipements classiques indispensables à un MO : oculaires, objectifs, platine porte-échantillon, sources de lumière. L'appareil permet une observation optique en lumière réfléchie pour les minéraux dits opaques (sulfures, sulfosels, oxydes, hydroxydes, éléments natifs et alliages). L'instrument peut accueillir jusqu'à deux caméras, mais seule une caméra de référence type rouge-vert-bleue (RGB) a été utilisée, à savoir une Lumenera Lt965R équipée d'un détecteur d'image couleur Sony© ICX814 CCD de 9,1 mégapixels permettant d'obtenir une résolution pouvant atteindre jusqu'à 20 nm par pixel avec les six objectifs disponibles (25x, 50x, 100x, 200x, 500x et 1000x). Deux sources de lumière sont disponibles dans ce dispositif : une source halogène du fournisseur Marzhauser Wetzlar et une source UV de référence EL6000 du fournisseur Leica© interchangeable manuellement. Le système de dérouleur de cubes de filtres peut intégrer jusqu'à six filtres spectraux (405 nm, 436 nm, 514 nm, 585 nm et 665 nm) obtenus auprès du fournisseur Chroma© ainsi que d'autre obtenu auprès d'études ultérieures; i.e. le filtre 365 nm provenant des études de Chopard (2016); Chopard et al., (2019). Le dérouleur de filtres permet d'acquérir plusieurs images pour une même zone d'un échantillon : une image en lumière polarisée et une image en lumière polarisée filtrée. Le filtre a ainsi pour but de laisser passer une partie du rayonnement lumineux de la source de lumière à travers l'appareil, i.e. une certaine longueur d'onde. Le filtre spectral est en réalité un cube spectral qui est constitué de différents composants (Figure 3.5) :

- Le filtre excitateur qui permet de transmettre une certaine longueur d'onde de la source lumineuse qui excite spécialement un colorant de ce filtre excitateur;

- Le filtre d'émission qui atténue toute la lumière transmise par le filtre excitateur et transmet toute lumière réémise par l'échantillon vers la caméra. La lumière en question est toujours de plus grande longueur d'onde que la couleur d'excitation.

Le diviseur de faisceau 50/50 (également appelé miroir dichroïque) est une fine pièce de verre disposée à un angle de 45° par rapport au trajet optique du microscope. Cette pièce a la capacité de refléter la lumière d'excitation : la lumière du filtre excitateur; mais aussi de transmettre la lumière réémise par l'échantillon (Figure 3.5). Ce composant permet une réflectivité supérieure à 90% de la lumière d'excitation et une transmission d'environ 90% de la lumière issue de l'échantillon.

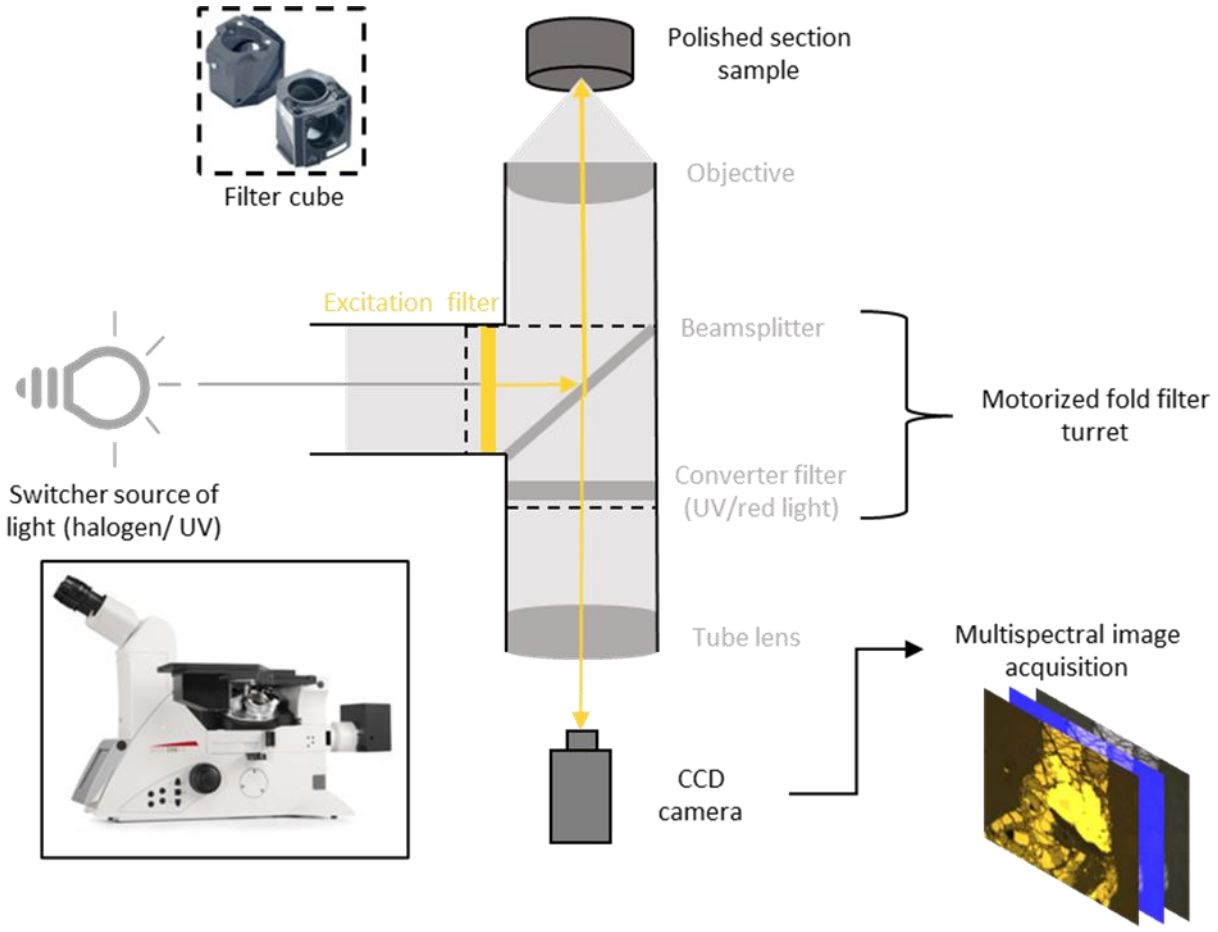


Figure 3.5 Principe du chemin optique utilisée lors des travaux pour acquérir des images multispectrales à partir du dispositif de MOA Leica DMI8; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Grâce à cet appareil, connecté à un ordinateur local sur lequel le logiciel *Clemex Vision Professional Edition*® (CVPE®) est installé, l'acquisition automatique d'images permet un

balayage complet de chaque SP. Le logiciel CVPE® permet de configurer l'appareil et l'acquisition d'images sous différentes longueurs d'onde à l'aide des filtres et de différentes sources de lumière (Figure 3.5).

3.2.2.2 **Routines d'analyse sous *Clemex Vision Professional Edition*®**

Le logiciel CVPE® est un logiciel de traitement d'images développé par l'entreprise *Clemex Technologies* depuis 1995. Ce logiciel se veut être facile d'utilisation et permet de développer des routines d'analyses de traitement d'images issues d'une caméra optique. Le logiciel met à disposition de l'utilisateur une boîte à outils permettant d'effectuer des opérations préprogrammées de traitement et d'AI. La Figure 3.6 illustre la boîte de dialogue du logiciel.

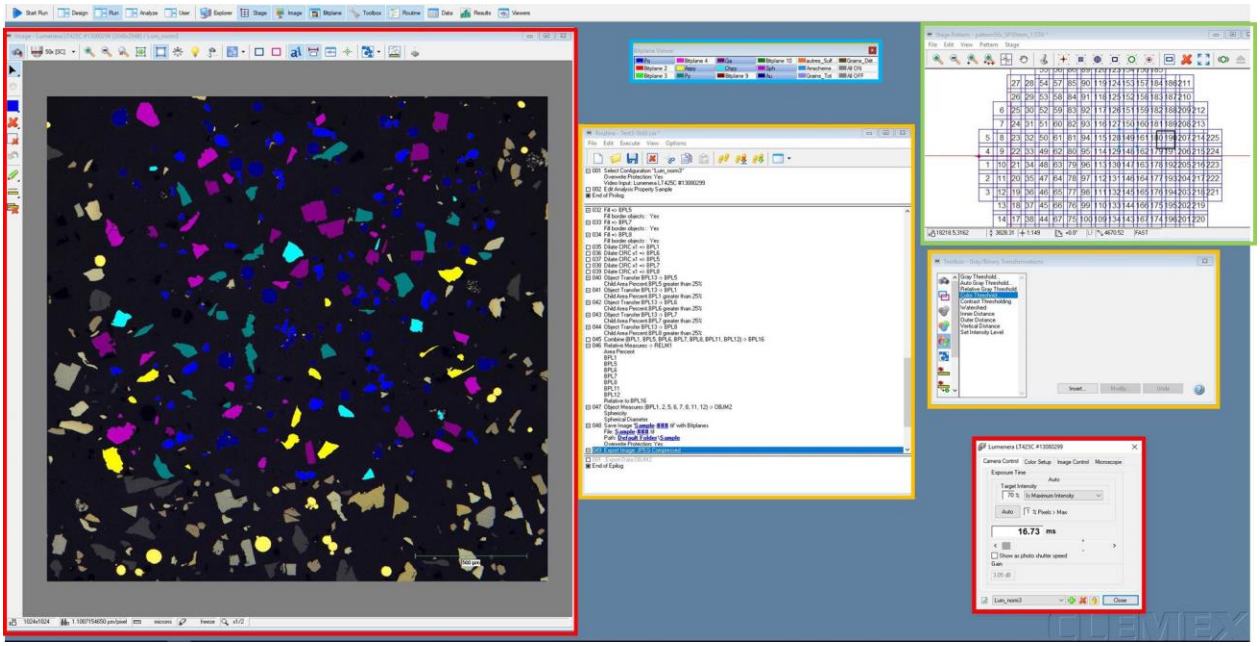


Figure 3.6 Boîte de dialogue du logiciel Clemex Vision PE ® utilisé pour l'étude. Encadré Rouge : image et réglages associés, Orange : Routine développée et boîte à outils, Vert : Chemin d'acquisition d'images (*stage pattern*), Bleu : Catégorie de pixels (*bitplanes*).

Le logiciel CVPE® permet de développer des routines adaptées aux échantillons scannés en effectuant des opérations de traitement et d'AI des images numérisées du MOA en définissant des catégories de pixels sur ces mêmes images (*bitplanes*). Les opérations de traitement et d'AI que l'utilisateur peut demander d'exécuter par les routines, associées aux types d'images que peut permettre d'acquérir l'appareillage, donnent une analyse de réflectance des minéraux observés

(analyse d'image multispectrale optique). Le logiciel permet ainsi l'identification et la quantification automatique des phases minérales opaques présentes sur des SP.

Les capacités du logiciel ont notamment été démontrées lors de précédentes études, notamment Chopard et al. (2019) et Lane et al. (2008). Le principe général des routines d'identification et de quantification automatique des analyses multispectrales est donné dans les paragraphes suivants.

Dans le cadre des travaux de ce doctorat, une routine dite « universelle » a été développée sous le logiciel CVPE®. Le principe général est de proposer deux routines interconnectées entre-elles dont les instructions algorithmiques proposées par le logiciel sont déjà mises en place pour permettre d'abord l'acquisition d'image multispectrale (à différentes longueurs d'onde) par balayage complet des SP étudiées et le traitement de ces images permettant d'obtenir des images classifiées (où chaque pixel est attribué à un *bitplane,* i.e. une phase minérale) incluant des AI pour la quantification des différents paramètres minéralogiques. Cette seconde routine charge alors les différentes images multispectrales en les superposant (*stacking*) selon les différents champs d'images définis par le *stage pattern*. Cette routine de traitement et d'AI est constituée de plusieurs séquences algorithmiques (Figure 3.7) :

1. Une première séquence algorithmique de classification consistant à effectuer des opérations de traitement numérique de seuillage de niveaux de gris (SNG) sur les différentes phases minéralogiques préalablement identifiées par l'utilisateur à partir des images multispectrales acquises.

2. Une seconde séquence algorithmique de traitement d'image à partir de ces premières images classifiées pour permettre une segmentation optimale des particules minérales détectées; i.e. la différenciation des particules/grains opaques et de la résine des échantillons et la délimitation des particules minérales au sein des grains mixtes (définitions des frontières minéralogiques);

3. Une troisième séquence algorithmique permettant d'effectuer les mesures des différents paramètres minéralogiques sur ces images classifiées finales comprenant la composition modale, granulo-minéralogie, degré de libération/d'exposition et associations minéralogiques selon les principes d'AI définis en section 2.4 avec de nouveaux traitements d'images adaptées selon ces quantifications.

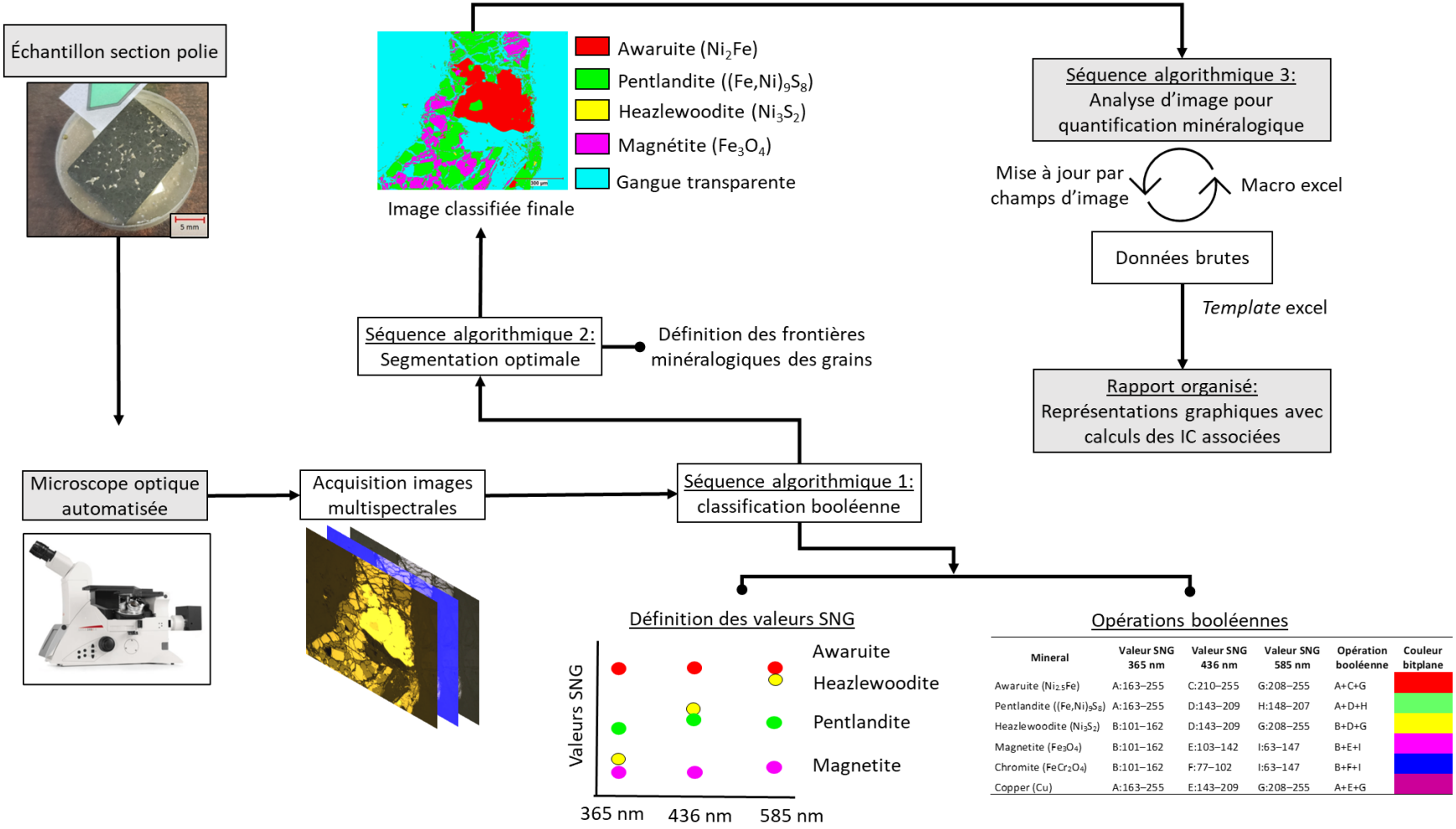


Figure 3.7 Principe général de la routine « universelle » développée sous le logiciel CVPE® à modifier selon l'échantillon à analyser pour permettre une discrimination/identification optimale des phases minérales opaques; modifié de de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Le principe de la séquence algorithmique de classification est d'effectuer un premier SNG sur une première image spectrale; chaque pixel de l'image selon leurs valeurs de SNG définies (signature spectrale des phases minérales identifiées) sont préalablement attribuées à des *bitplanes.* La seconde image spectrale (à une longueur d'onde différente) correspondante au même champ d'image optique (même zone de la SP scannée) est ensuite superposée et un second SNG est appliqué avec de nouvelles signatures spectrales avec de nouvelles attributions de ces pixels à de nouveaux *bitplanes* selon ces nouvelles signatures spectrales. Ces attributions de *bitplanes* selon les signatures spectrales obtenus par SNG sont effectuées, ainsi de suite selon le nombre d'images spectrales acquises. Ces signatures spectrales obtenues par les différentes SNG selon les longueurs d'onde renvoient une mesure de réflectance des minéraux observés pour pouvoir les identifier automatiquement. L'instruction booléenne finale consiste alors à réattribuer les pixels à de nouveaux *bitplanes* finaux aux minéraux en fonction des différentes valeurs de SNG correspondant aux pixels selon les différentes longueurs d'onde. Le principe a été de réadapter cette routine « universelle » selon les échantillons analysés pour permettre une identification et une quantification optimale des minéraux identifiés au préalable sur les échantillons. Cette réadaptation a consisté principalement à redéfinir les signatures de SNG de chaque phase minérale et les opérations de classification booléennes par des instructions algorithmiques de transferts des différents *bitplanes* définis. Le Tableau 3.1 donne un exemple de valeurs de SNG utilisées pour chaque image spectrale utilisée et l'opération booléenne algorithmique finale pour effectuer la classification finale des images.

Tableau 3.1 Exemple de valeur de SNG en fonction des longueurs d'onde (365 nm, 436 nm et 585 nm) pour effectuer l'identification/classification par analyse multispectrale d'images optiques avec des algorithmes booléens opérés avec le logiciel CVPE®; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Mineral	**Valeur SNG 365 nm**	**Valeur SNG 436 nm**	**Valeur SNG 585 nm**	**Opération booléenne**	**Couleur bitplane**
Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	A :163–255	C :210–255	G :208–255	A+C+G	
Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	A :163–255	D :143–209	H :148–207	A+D+H	
Heazlewoodite (Ni_3S_2)	B :101–162	D :143–209	G :208–255	B+D+G	
Magnetite (Fe_3O_4)	B :101–162	E :103–142	I :63–147	B+E+I	
Chromite ($FeCr_2O_4$)	B :101–162	F :77–102	I :63–147	B+F+I	
Copper (Cu)	A :163–255	E :143–209	G :208–255	A+E+G	

Les différentes séquences d'instructions algorithmiques comprenant la seconde séquence algorithmique de segmentation, avec les lignes de codes associées ne seront pas plus détaillées, mais sont données en annexe B. Il s'agit principalement d'opérations de traitements d'images sur les *bitplanes* définis comprenant des transferts de *bitplanes* et d'érosions/dilatations de ces catégories de pixels. Le principe général est d'effectuer ces instructions algorithmiques comprenant le *staking* des images multispectrales champs d'image optique par champs d'image optique effectuées sur toute la SP considérée et balayée. Les quantifications minéralogiques sont alors mises à jour au fur et à mesure que les différents champs d'image optiques sont traités à partir d'une macro Microsoft Excel intégrée au logiciel CVPE® (Figure 3.7). Ces données brutes finales sont alors traitées par un *Template* Excel développé et modifiable manuellement afin d'obtenir un rapport organisé comprenant les différents résultats de quantifications minéralogiques avec des représentations graphiques des données et l'application des méthodes d'IC données en section 2.4.

Cette routine universelle qui doit donc être modifiée pour permettre une identification et quantification des minéraux présents sur un échantillon permet d'identifier jusqu'à 12 phases minérales différentes. La méthode de classification développée via cette routine algorithmique n'est donc pas purement automatique, mais supervisée par l'utilisateur. En effet, la démarche a été la suivante : les minéraux opaques présents dans l'échantillon en question sont d'abord initialement identifiés par l'utilisateur et leurs variations de réflectance spectrale sont étudiées grâce à différentes données de réflectance disponible dans la littérature : essentiellement les données de réflectances Criddle et Stanley (1993) et López-Benito et al. (2020). Cette étude de réflectance spectrale permet alors de choisir les longueurs d'onde pertinentes disponibles par le MOA afin de permettre une discrimination optimale des phases minérales identifiées et d'éviter le phénomène de recouvrement de réflectance entre les phases (Lane et al., 2008; Pirard, E., 2018). Ainsi, la routine est modifiée pour utiliser uniquement l'acquisition des images multispectrales aux longueurs d'onde adéquates et permettre une discrimination des phases minérales identifiées par modification adaptée de la séquence algorithmique de classification booléenne. L'objectif de la routine modifiée est donc d'obtenir une image finale classifiée par analyse d'image multispectrale optique basée sur une analyse de SNG sans effectuer une mesure précise de la réflectance spectrale des minéraux. Les SNG (signatures spectrales) varient en effet en fonction de l'intensité de réflectance des minéraux et de l'image spectrale acquise.

3.3 Adaptation de l'échantillonnage pour la préparation de section polie (article 2)

L'article 2 est un article type *technical note,* i.e. un article court destiné à présenter une brève méthodologie pratique publié au journal *Minerals Engineering* touchant donc l'axe de recherche 1 du doctorat situé en annexe C.

Le développement de cette nouvelle méthodologie; qui est une adaptation de la droite de sécurité dérivée de la loi d'échantillonnage de Pierre Gy pour la préparation de SP destiné à l'analyse minéralogique automatisée (MOA et type MEB-EDS), proviens du défi que représente le maintien de la représentativité d'une SP qui ne contient généralement pas plus d'un gramme d'échantillon en poudre. Ainsi, si l'augmentation de la masse de l'échantillon est nécessaire pour maintenir cette représentativité de l'échantillon de masse aussi faible, l'analyse minéralogique automatisée de plus d'une SP devient nécessaire. En fonction des propriétés intrinsèques du matériau à échantillonner, données par la constante d'échantillonnage K, cette nouvelle méthode d'échantillonnage permet de décider du nombre approprié de SP à préparer/analyser après une préparation par tamisage (i.e. une préparation de *sizing*) du matériau selon l'équation de la droite de sécurité qui en découle (i.e., $\log(M_s) = \log(K) - 2\log\big(\sigma(EF)\big) + 3\log(d)$).

Afin d'illustrer la méthode développée, deux protocoles d'échantillonnage ont été utilisés dans l'article 2 selon deux formes (forme en grain ou grossière et forme de poudre) d'un matériau théorique d'un minerai de sulfure typique (avec $a_L = 1\,\%$) avec deux étapes de sous échantillonnage donnant une droite de sécurité fixée à $\sigma(EF)_{global} = 8\%/\sqrt{p = 2}$. Les autres conditions des plans d'échantillonnage utilisés selon les deux formes de matériau sont données par l'article 2 et ne seront pas plus mentionnées ici.

Les deux protocoles illustrés donnent un $\sigma^2(EF)$ pour la seconde (et finale) étape de sous-échantillonnage après la préparation de *sizing* ($\sigma^2(EF)_{sizing}$) qui est partagé pour chaque fraction granulométrique obtenue. Ainsi, $\sigma^2(FE)_{sizing}$ se calcule de la façon suivante (équation 3.1) :

$$\sigma^2(EF)_{sizing} = \frac{\sum_{i=1}^{n}({m_i}^2 \times \sigma^2(EF)_i)}{(\sum_{i=1}^{n} m_i)^2} \tag{3.1}$$

Avec m_i la masse obtenue pour $i^{ième}$ classe granulométrique et $\sigma^2(EF)_i$ est la variance de l'EF associé l'étape de sous-échantillonnage de la $i^{ième}$ classe granulométrique (obtenu selon l'équation

2.1 avec $g = 0.75$). Ainsi, les plans d'échantillonnage choisis pour les formes du matériau de minerai de sulfure donnent 7 fractions granulométriques pour la forme en grain et 15 fractions granulométriques pour la forme en poudre avec pour chacun un total de 15 SP à préparer/analyser.

L'article 2 mentionne que les plans d'échantillonnage proposés sont donnés à titre d'exemple pour un minerai de sulfure typique pour illustrer la méthode. Il est mentionné dans l'article 2 que ces plans d'échantillonnage se doivent d'être adapté selon les propriétés intrinsèques du matériau à échantillonner connues, en particulier la teneur du MI (a_L). Afin d'aider à la détermination du nombre approprié de SP nécessaire à échantillonner et préparer/analyser selon la teneur du MI du matériau et les fractions granulométriques disponibles d à atteindre; i.e. tamis donné par la norme ASTM-E11 (2013); la figure 2 en annexe de l'article 2 avec la méthode d'utilisation est donnée.

Cette nouvelle méthode développée dans le cadre de ce doctorat est très nouvelle dans la littérature. Elle permet de décider du broyage et de la pulvérisation appropriés (i.e. la granulométrie à atteindre) ainsi que du nombre de SP à préparer afin d'obtenir et d'anticiper une représentativité (selon l'échantillonnage) suffisante pour l'assurance et le contrôle de la qualité (QA/QC) souvent effectués pendant l'analyse minéralogique automatisée.

3.4 Nouvelle technique de préparation et d'analyse de section polie par minéralogie automatisée en microscopie optique (articles 3 et 4)

Les articles 3 (annexe D) et 4 (annexe E) correspondent aux travaux effectués sur la nouvelle résine découverte pour la préparation de SP dans le cadre de ces travaux de doctorat : la résine acrylique (i.e. la résine de référence VersoCit-2 Kit® du fournisseur Struers©). Les travaux issus de ces articles 3 et 4 ont été diffusés dans le cadre des conférences internationales *Minerals Engineering International* de 2022 (MEI'22) section *Process Mineralogy* 2022, le 2 novembre 2022 dans la localité de Sitges (Espagne). Les travaux présentés ont été divisés en deux articles soumis au journal *Minerals Engineering* le 31 janvier 2023 et en révision au moment de l'évaluation de cette présente thèse.

La résine acrylique présente des propriétés pertinentes pour la fabrication de SP et l'analyse minéralogique automatisée en particulier pour le MOA. En effet, cette résine permet le durcissement rapide d'une SP en 10 min permettant de diminuer drastiquement le temps de préparation d'une SP : ce temps de préparation permet alors de passer parfois de plus de 24 h de

préparation pour certaines procédures (e.g. Bouzahzah, H et al., 2015; Jackson et al., 1984; Roisi & Aasly, 2018) à un peu plus de 3 h pour la résine acrylique. Cette propriété devient ainsi pertinente pour l'industrie minière puisqu'il permet d'obtenir des échantillons prêts à l'analyse rapidement et ainsi obtenir des quantifications minéralogiques automatisées rapides, utiles en contexte géométallurgique, en particulier pour la caractérisation minéralogique opérationnelle (section 2.5.4.2). Il a été donc nécessaire d'étudier cette nouvelle résine pertinente pour la fabrication rapide de SP afin de vérifier son action sur la représentativité d'un échantillon de poudre minérale. De plus, le durcissement rapide de la résine acrylique donne une matrice bullée qui, observée au MO à la réflexion, permet de distinguer les particules minérales (particules opaques et transparentes) plus simplement pour un utilisateur (Figure 3.8). Cette caractéristique a donc été utilisée pour développer une détection optimale et automatique des particules sous images optiques à l'aide d'un algorithme de *deep learning*.

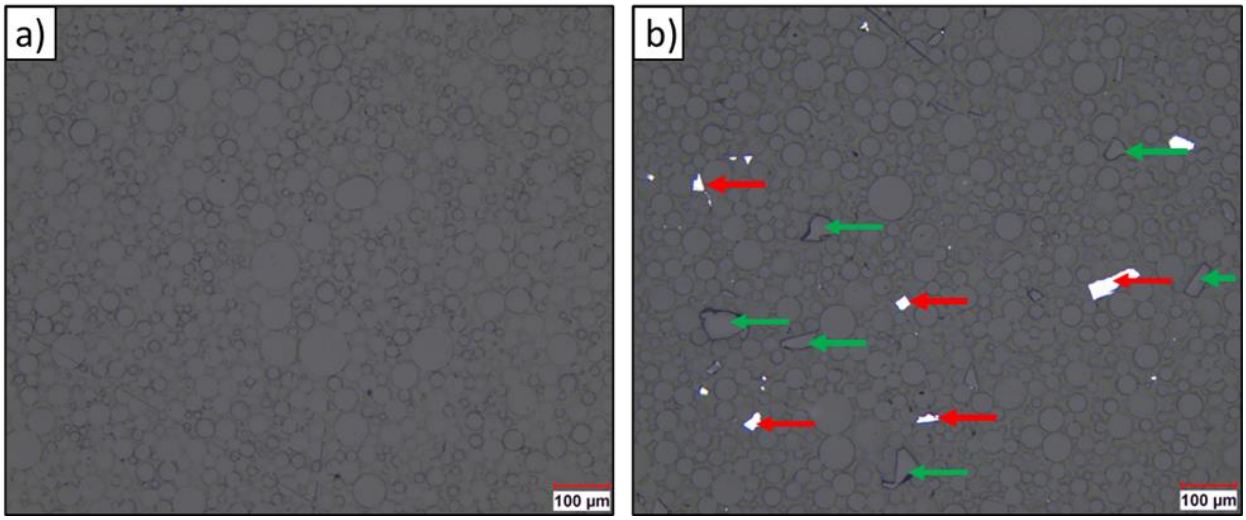


Figure 3.8 Image optique en LPNA réfléchie d'une SP sous résine acrylique (VersoCit-2 Kit® du fournisseur Struers©); a) matrice typique bullée, et b) SP en résine acrylique avec des particules opaques (galène, flèches rouges) et des particules transparentes (quartz, flèches vertes); issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E.

La première partie de ces travaux (i.e. l'article 3) est donc une étude comparative de la résine acrylique sur sa représentativité avec d'autres préparations de résines plus commune (résine époxy et résine noire de carbone ou *carbon black*) afin d'attester son potentiel de générer des SP non biaisées. L'article 3 en annexe D reprend donc l'axe de recherche 1 sur le phénomène de sédimentation préférentielle des particules au sein des SP et est synthétisé en section 3.4.1. La

deuxième partie (i.e. l'article 4) porte sur le développement d'une technique d'imagerie optique afin de détecter automatiquement les particules minérales (en particulier les particules transparentes) mises sous cette résine acrylique par un algorithme de *deep learning* entrainé. Ainsi, cet article 4 situé en annexe E de ce document de thèse et synthétisé en section 3.4.2 reprend l'axe de recherche 2 sur l'amélioration de la technique d'imagerie optique i.e. la détection des particules transparentes par MOA.

3.4.1 Partie 1 : étude comparative de la représentativité des sections polies en résine acrylique (article 3)

3.4.1.1 Méthodologie générale

Le contexte général de l'étude est rappelé dans l'article 3 en question en annexe D mais le principal phénomène étudié dans ces travaux concernant la représentativité des SP, i.e. la sédimentation préférentielle des particules à travers les SP est rappelée en section 2.2.2.2.

L'objectif a été de comparer la résine acrylique étudiée avec les autres résines communément utilisées (i.e., résine époxy et *carbon black*) à travers différentes analyses comprenant des mesures rhéologiques (avec le rhéomètre AR 20000, section 3.2.1), une quantification de la composition minérale selon des standards minéralogiques (de composition minérale connue et contrôlée) et l'évaluation de la dispersion des particules sur ces mêmes standards à l'aide de l'analyse par MOA (avec le système présenté en section 3.2.2) (Figure 3.9). À noter que la résine époxy est considérée comme un protocole de préparation de SP qui engendre le plus de biais (i.e. le plus de sédimentation préférentielle des particules) et que la résine *carbon black* peut donner une meilleure représentativité selon les travaux de Bouzahzah, H et al. (2015) (i.e. une résine qui engendre moins de sédimentation préférentielle des particules).

Le principe a été tout d'abord d'adapter une procédure de préparation de SP avec la résine acrylique à partir de la « recette » originale donnée par le fournisseur Stuers©. Ce nouveau protocole est donné dans l'article 3 en question. Par la suite, plusieurs standards minéralogiques ont été fabriqués selon ce nouveau protocole qui permet d'avoir une dispersion des particules optimales dans les SP, mais aussi selon les protocoles de fabrication des SP avec la résine époxy et *carbon black*. Ces standards minéralogiques ont été fabriqués selon le principe de Delesse (1866) attestant que les proportions de particules sont égales aux proportions de surface observées dans la SP. Ainsi,

connaissant la densité de chaque minéral, la proportion volumique de chaque minéral a pu être contrôlée par la masse utilisée pour créer les différents standards.

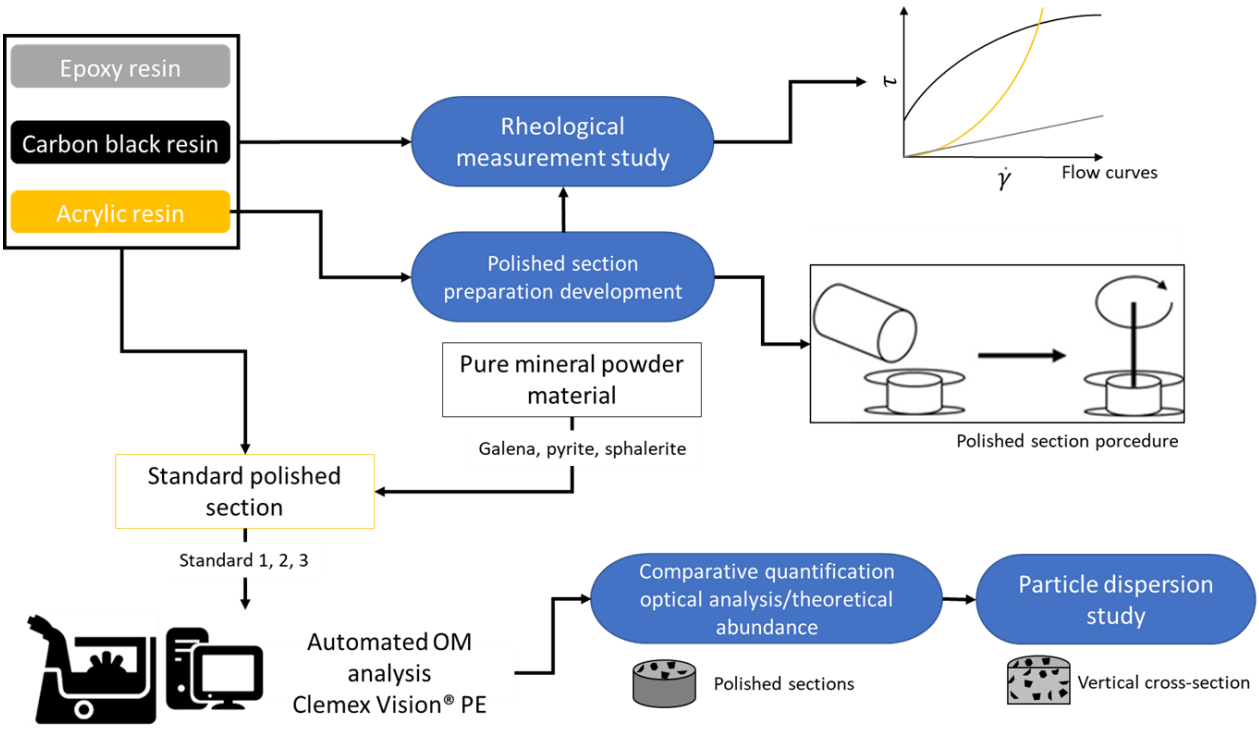


Figure 3.9 Méthodologie générale des travaux sur l'étude comparative sur la résine acrylique; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023), article 3, annexe D.

Les analyses rhéologiques ont été tout d'abord effectuées sur ces différentes préparations de résines. Les conditions d'analyses de ces dernières mesures ainsi que la méthode sont plus détaillées dans l'article 3. Cette analyse a permis de tracer les courbes d'écoulement et de viscosité des résines étudiées. L'objectif final de cette étude rhéologique était de comparer la viscosité dynamique et le comportement rhéologique de chaque résine et de déterminer son effet sur la sédimentation des particules minérales à travers une SP. Selon ces données rhéologiques, les paramètres rhéologiques de chaque résine ont pu être déterminés, i.e. leur viscosité dynamique η. À partir de ces données déterminées, la vitesse de sédimentation et la distance correspondante parcourue par la sédimentation à travers chaque résine pour des particules minérales hypothétiques ont été déterminées selon la loi de Stokes (équation 2.6). L'intérêt était de vérifier si une particule initialement placée au sommet d'un SP peut atteindre le fond d'une SP pendant le temps de durcissement de la résine. Si la distance maximale parcourue à travers le SP est atteinte, on considère que la sédimentation préférentielle de la particule peut se produire dans le SP avec la

résine concernée. Dans le cas contraire, il a été considéré que la résine et le protocole SP associé permettaient une dispersion optimale des particules minérales.

Trois standards minéralogiques (standards 1, 2 et 3) avec des proportions minéralogiques de galène, pyrite et sphalérite différentes ont été ainsi créés pour chaque résine, soit neufs standards minéralogiques au total. Ces standards ont été analysés par le MOA. Ces résultats ont été comparés entre les différentes résines et selon la composition théorique des standards et la distribution granulométriques des particules minérales afin de mieux comprendre le phénomène de sédimentation qui peut apparaitre au sein des SP. Ainsi, il a été alors considéré que si une quantification minéralogique par MOA donne une différence d'au moins 5 vol. % par rapport à la composition théorique, cela indiquerait alors que les techniques de préparation de SP sont biaisées ; il sera mentionné le terme de légère sur/sous-estimation pour une différence de moins de 5 vol. % et le terme importante sur/sous-estimation pour une différence de plus de 10 vol. %.

Pour l'étude spécifique de quantification de la dispersion des particules, des coupes verticales ont été effectuées sur ces mêmes standards minéralogiques (seulement les résultats du standard 2 ont été présentés dans l'article 3). Ces coupes verticales ont été ensuite analysées au MOA avec une nouvelle l'instruction algorithmique de quantification du centroïde Y (Ycent) des particules qui a été ajoutée à l'analyse de MOA. Ycent représente l'axe de dispersion des particules à travers le SP, où Ycent=0 signifie que la particule est située très près du fond de la SP. Pour chaque coupe verticale de SP analysée. En fonction de ces données, une étude statistique des particules a été faite (moyennes et les écarts-types de la mesure de la granulométrie pour chaque espèce minérale identifiée). De plus, plusieurs graphiques visuels ont été produits à l'aide du logiciel Matlab® (version R2021b) pour étudier la statistique de dispersion des particules à travers la SP avec les différentes résines.

3.4.1.2 Résultats

3.4.1.2.1 Mesures rhéologiques

La Figure 3.10 montre les courbes de comportement rhéologique des résines étudiées selon les mesures rhéologiques effectuées. Les courbes d'écoulement (Figure 3.10-a) montrent un comportement rhéologique différent entre les résines. La résine époxy donne un comportement de fluide newtonien où la contrainte de cisaillement τ est linéairement liée au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$; par conséquent, sa viscosité dynamique est invariable (Figure 3.10-b). La résine *carbon black*

montre un comportement de fluide rhéofluidifiant non newtonien avec une courbe d'écoulement non linéaire (Figure 3.10-a). La résine acrylique présente également une courbe d'écoulement non linéaire : un fluide non-newtonien, mais avec le comportement d'un fluide rhéoépaississant (Figure 3.10-a) et avec aucune limite d'élasticité comme un comportement de loi puissance. En ce qui concerne les courbes de viscosité (Figure 3.10-b), la résine époxy possède une viscosité dynamique constante de $\eta = 0{,}48\ Pa.s$. Les autres résines ont un comportement de viscosité plus complexe pendant les essais de cisaillement. La résine *carbon black* possède une viscosité dynamique maximale à la fin de l'essai de cisaillement avec une valeur de $\eta = 36{,}5\ Pa.s$. La viscosité dynamique diminue rapidement lorsque le taux de cisaillement augmente pour se stabiliser à environ $\eta = 2\ Pa.s$. En ce qui concerne la courbe de viscosité de la résine acrylique, la viscosité dynamique est minimale au début du test de cisaillement ($\eta = 0{,}24\ Pa.s$) et augmente avec le temps du test lorsque le taux de cisaillement est maximal à $\eta = 14{,}73\ Pa.s$.

À partir de ces études et des viscosités dynamiques déterminées et détaillées dans l'article 3, différentes distances de sédimentations parcourues par différentes particules ont pu être calculées à travers les résines. Ces résultats sont donnés dans l'article 3, cette simulation simple montre qu'une dispersion optimale des particules pourrait se produire à travers la SP dans la résine de *carbon black* et la résine acrylique, même pour les particules grossières, tandis que seules les particules fines pourraient ne pas atteindre le fond de la SP dans la résine époxy. Ces résultats confirment la sédimentation préférentielle qui se produit dans la résine époxy et la dispersion optimale des particules qui se produit dans la résine *carbon black* (Bouzahzah, H et al., 2015; Lastra, R. & Paktunc, 2016). De plus, cette étude montre qu'une dispersion de particules similaire à celle de la résine *carbon black* peut se produire dans la résine acrylique avec une taille de particules encore plus grossière. La valeur de viscosité similaire mesurée pour ces deux résines explique la capacité à fournir une vitesse de sédimentation moins importante pour des particules plus grossières.

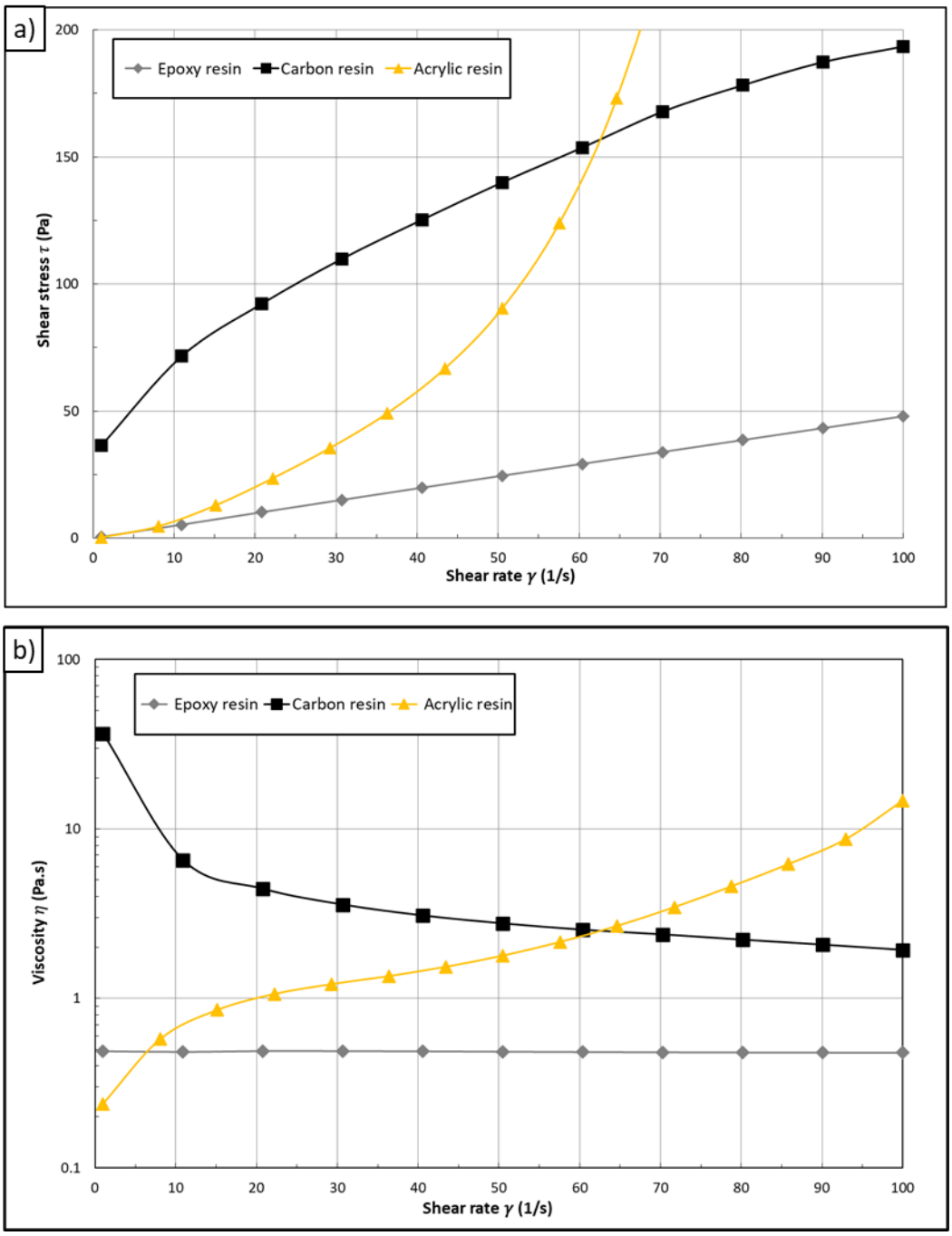


Figure 3.10 Courbes de comportement rhéologique obtenues pour les résines étudiées : a) courbes d'écoulement et b) courbes de viscosité; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D.

3.4.1.2.2 Quantification minéralogique des standards

Les résultats de la quantification minéralogique obtenus par les analyses de MOA sont illustrés par la Figure 3.11. Selon ces quantifications obtenues, la résine époxy fournit les

différences les plus importantes dans la quantification de l'abondance minérale par rapport à la composition théorique des standards de SP étudiés. Les résines *carbon black* et acrylique ont fourni une quantification de l'abondance minérale plus proche de l'abondance théorique, la résine acrylique étant la plus proche.

Selon l'étude de la distribution granulométrique illustrée par le standard 2 (fourni dans l'article 3), la résine époxy présente la même taille de particule quelle que soit l'espèce minérale, tandis que les résines *carbon black* et acrylique montrent des distributions granulométriques similaires pour les particules de pyrite et de sphalérite avec une taille de particule plus grossière pour la galène. Quelle que soit la formule de vitesse de sédimentation donnée par l'équation 2.6, la faible viscosité dynamique de la résine époxy entraine une sédimentation largement dépendante de la taille des particules minérales. Cette caractéristique peut expliquer le comportement de la résine époxy qui génère la même courbe granulométrique, quelle que soit l'espèce minérale observée au fond de la SP. La résine époxy a tendance à surreprésenter le minéral qui avait le plus de particules à la courbe granulométrique donnée.

En revanche, pour les résines *carbone black* et acrylique, la viscosité dynamique plus élevée inhibe fortement l'effet de la taille des particules sur la vitesse de sédimentation des minéraux. Cet effet a entrainé une vitesse de sédimentation plus dépendante de la densité des particules, ce qui explique la surestimation systématique de la quantification de la galène observée avec ces résines. Bien que ces résines aient fourni l'abondance de minéraux la plus proche de la composition minérale théorique, la dépendance de la sédimentation à la densité des particules entraine également la présence de particules denses plus grossières dans les SP (comme observé pour les particules de galène).

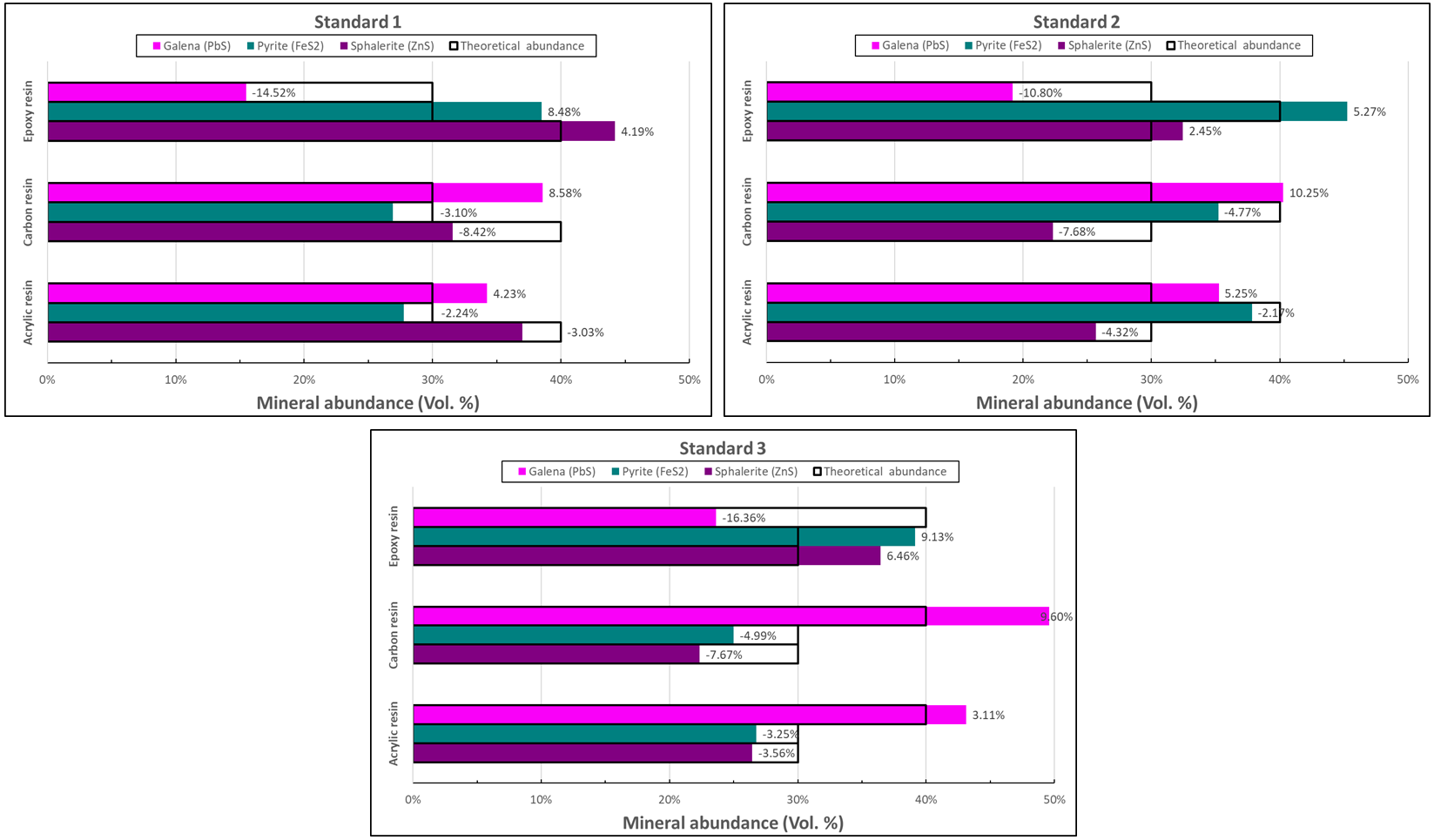


Figure 3.11 Quantification de l'abondance minérale fournie par le MOA et comparaison avec l'abondance théorique. Le nombre à côté de chaque série de barres représente la différence en % entre la quantification et l'abondance théorique des standards étudiés; issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D.

3.4.1.2.3 Étude de la dispersion des particules sur les coupes verticales des standards

Seule la Figure 3.12 montrant les histogrammes de fréquence par espèces minérales selon les résines étudiées sera présentée ici. L'étude portant sur les analyses statistiques et granulométriques des particules est plus évoquée dans l'article 3 en annexe D. La Figure 3.12 montre ainsi que la résine acrylique distribue les particules de façon plus homogène à travers la SP que les autres résines : les résines époxy et *carbon black* ont distribué les particules jusqu'à une distance de dispersion d'environ 1 000 µm, tandis que la résine acrylique a distribué jusqu'à 12 000 µm.

De plus, il est remarqué que la résine époxy rassemble la majorité des particules près du fond de la SP : plus de 3 000 particules se retrouvent dans l'intervalle entre 0 µm et 300 µm de l'axe de dispersion Ycent. Ces premières observations confirment une accumulation drastique de particules au fond de la SP pour la résine époxy et donc la présence du phénomène de sédimentation des particules lors de la préparation de cette résine. L'apparition de ce phénomène pour ce type de préparation de SP explique la quantification minéralogique biaisée observée dans la section 3.4.1.2.2.

Les résines *carbon black* et acrylique montrent une distribution relativement homogène de la fréquence des particules le long de l'axe de dispersion Ycent. La résine *carbone black* distribue les particules de manière homogène avec une fréquence moyenne comprise entre 400 et 500 particules sur une distance de dispersion comprise entre 0 µm et 9 000 µm. Une fréquence plus élevée d'environ 500 particules a été notée autour de 7 500 µm sur l'axe de dispersion Ycent. Une diminution des fréquences de particules a été observée entre environ 8 500 et 9 000 µm, l'endroit le plus éloigné du fond de la SP sur l'axe de dispersion, allant avec une fréquence entre 350 et 50 particules sur cet intervalle. En considérant les espèces minérales, une fréquence de particules similaire a été observée le long de l'axe de dispersion Ycent sans variation prononcée : une fréquence constante d'environ 200 particules pour la galène et la sphalérite et une fréquence constante d'environ 100 particules pour la pyrite.

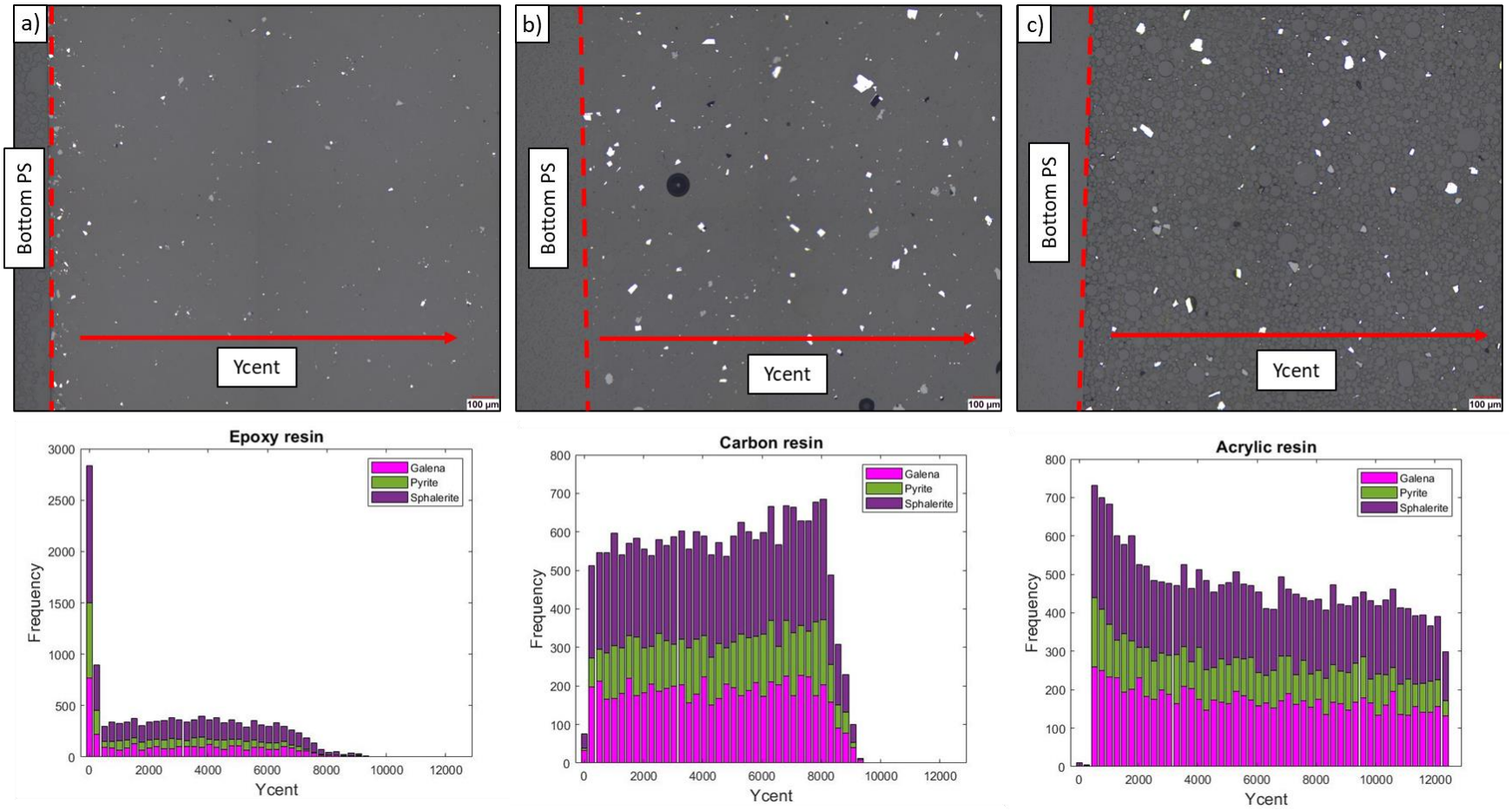


Figure 3.12 : images en mosaïque optique de la coupe verticale des SP étudiés : a) résine époxy, b) résine *carbon black*, et c) résine acrylique. La flèche rouge indique la direction de dispersion des particules minérales vers le fond du PS (Ycent) et les histogrammes montrent la dispersion des particules en fonction des espèces minéralogiques (l'axe de fréquence de l'histogramme de la résine époxy n'est pas sur la même échelle par rapport aux deux autres résines); issu de De Castro, Benzaazoua, Chopard, et al. (2023) ,article 3, annexe D.

L’analyse statistique et granulométrique obtenus par les analyses de MOA sur ces coupes de verticales de SP (non détaillé dans cette section) ont pu montrer qu’importe la distance de dispersion, il y a une différence dans la granulométrie des particules et le nombre de particules entre la résine époxy et les deux autres résines; les résines acryliques et la résine *carbon black* présentent des valeurs similaires.

L’étude statistique et granulométrique selon l’axe de dispersion au sein des coupes verticales des SP (non détaillé dans cette section) a pu montrer que la résine époxy a ainsi tendance à décanter préférentiellement le maximum de particules au fond de la SP. Une granulométrie moyenne des particules différente pour chacun des minéraux apparait entre la résine époxy et les autres résines étudiées (*carbon black* et résine acrylique). La résine époxy a tendance à présenter une distribution granulométrique très différente, avec une moindre diversité de tailles de particules entre les minéraux à travers la SP. Cette différence générale pour la résine époxy a été attribuée au comportement de la résine elle-même, qui a concentré les particules grossières, quelle que soit l'espèce minérale, près du fond de la SP. La résine *carbon black* et la résine acrylique ont eu des comportements similaires, comme a pu montrer la taille moyenne similaire des particules entre les espèces minérales et une grande variation de la taille des particules (écart-type plus important pour les résines de *carbon black* et acrylique).

3.4.2 Partie 2 : développement d’une approche de détection optique des particules transparentes sous résine acrylique avec utilisation d’une approche sous *deep learning* (article 4)

3.4.2.1 Méthodologie générale

Le contexte général de l’étude est rappelé dans l’article 4, annexe E, synthétisé dans cette partie, i.e. la détection des particules transparentes par la MOA qui est aussi rappelée en section 3.1.2.2.1. De plus, le principe de procédure de *deep learning* pour la minéralogie automatisée en MO est aussi rappelé dans l’article 4, annexe E et ne sera pas plus mentionné ici.

La méthodologie générale est donnée par la Figure 3.13.

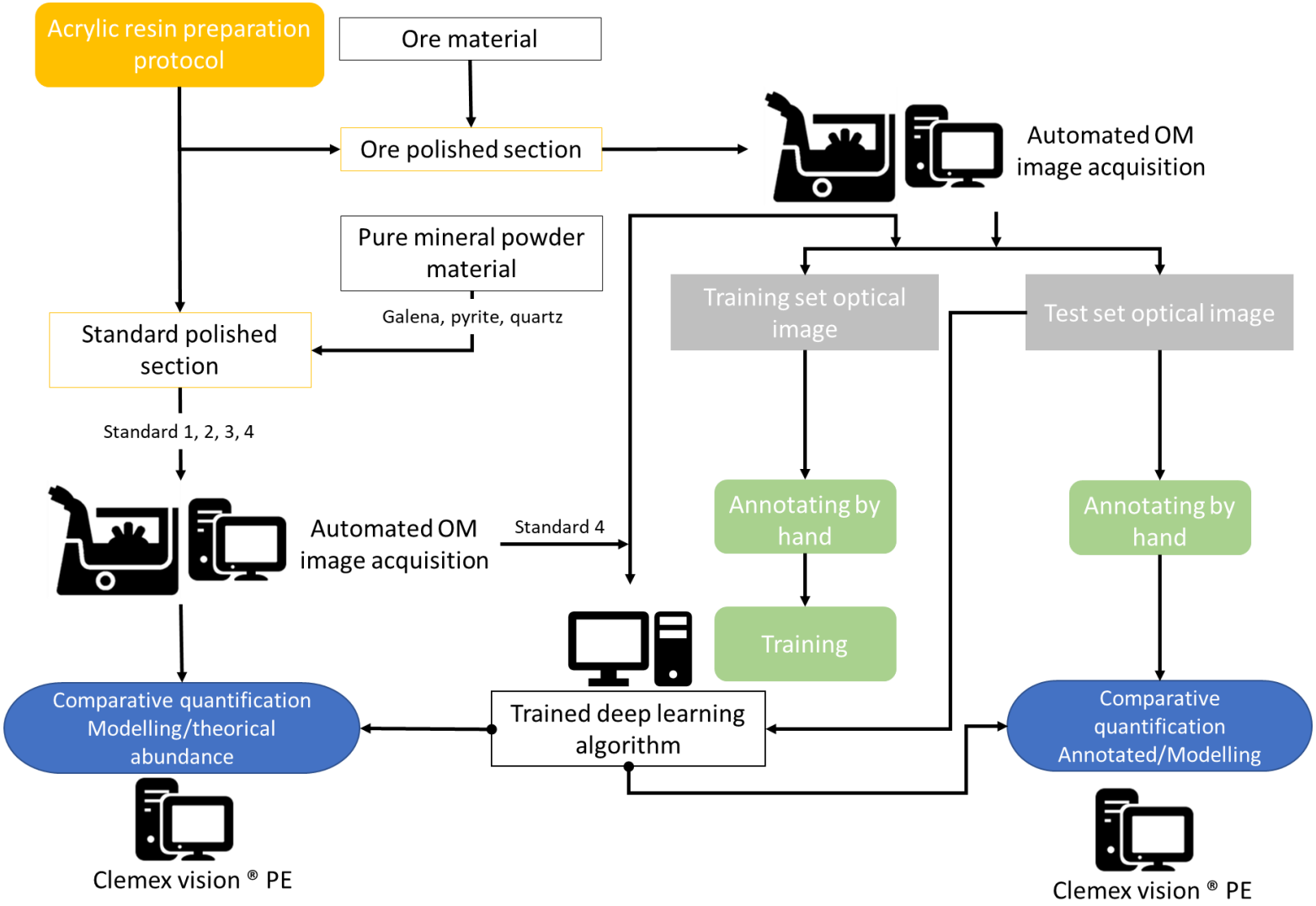


Figure 3.13 Méthodologie générale des travaux sur le développement de l'approche utilisant un algorithme de deep leaning pour la détection automatique sous MOA sur la résine acrylique; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E.

Selon le protocole de préparation de SP avec la résine acrylique développé pour l'étude de l'article 3, plusieurs échantillons de minerais ont été mis sous SP pour l'étude. La provenance de ces minerais est donnée dans l'article 4 en question et la section 3.2. Les minerais ont été fournis sous forme de particules grossières et/ou de particules broyées. Chaque matériau a été calibré en fonction d'une taille de particule : <1 mm ou <850 µm pour le matériau de minerai grossier et entre 25 et 75 µm pour le matériau de minerai broyé. De plus, plusieurs minéraux en poudre ont également été sélectionnés pour fabriquer des standards de SP sous résine acrylique comme pour l'article de 3 avec l'utilisation de la théorie de Delesse (1866) pour contrôler leur composition minérale, i.e. galène, pyrite et quartz. L'acquisition d'images optiques des particules (y compris les particules transparentes) prises dans de la résine acrylique provenant des échantillons de SP de minerai et de standards a été réalisée avec le MOA décrit en section 3.2.2 à un grossissement de 100x. Le logiciel CVPE® a permis le développement de la routine de traitement d'image pour l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé.

La présentation de l'algorithme de *deep learning* utilisé dans cette étude ainsi que sa configuration pour pouvoir l'entrainer à détecter les particules minérales sous résine acrylique ne sera pas plus évoquée dans cette section; le lecteur est renvoyé à l'article 4 en question, annexe E. Un total de six séries d'images optiques a donc été classé en fonction de la caractéristique de taille de particule : trois séries d'images pour chaque catégorie de taille de particule grossière et broyée. Toutes les particules présentes sur ces images ont été annotées par des annotateurs humains à l'aide de l'outil d'annotation GIMP®. Les annotations ont permis de délimiter correctement les particules dans la matrice acrylique sur les images optiques en utilisant les outils polygone et main levée de GIMP®, qui couvraient toutes les surfaces des particules. Cette étape d'annotation a permis de générer un « masque » pour chaque image. Après cette étape d'annotation, toutes les paires image/masque ont été divisées en deux groupes d'ensembles image/masque optiques : un ensemble d'entrainement et un ensemble de tests. L'ensemble d'entrainement est composé d'un total de 1275 paires image/masque appartenant aux six ensembles originaux d'images tandis que l'ensemble de tests regroupe 20 images optiques annotées provenant de chacun des six ensembles originaux d'images annotées. L'ensemble d'images a donc été utilisé pour entrainer l'algorithme (dont la méthode n'est pas présentée dans cette section), tandis que l'ensemble d'images de test ont été utilisés pour l'évaluer la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé pour détecter les particules sur les images optiques.

L’algorithme entrainé a ensuite été appliqué aux images optiques originales (sans les annotations) de l'ensemble de tests. Cette opération a permis d'obtenir un nouveau « masque » où toutes les particules ont pu être détectées par un simple traitement d'image par SNG. Le masque représente ce que l'algorithme de *deep learning* peut prédire/modéliser sur l'image. Une comparaison de quantification a donc pu être obtenue sur les images optiques de l'ensemble de tests pour identifier la différence entre la prédiction de l'algorithme de *deep learning* de la particule détectée et l'annotation humaine. Cette comparaison de quantification a été réalisée par traitement d'image à l'aide du logiciel CVPE®. Les opérations algorithmiques de traitement et d’AI de la routine développée correspondante sont données dans l’article 4 et ne seront pas plus détaillées ici. Cette routine développée a permis de quantifier notamment ce que l’algorithme a pu bien détecter convenablement, i.e. la surface de pixel dit *match* annoté/modélisé, mais aussi les pixels sous-modélisés i.e. les pixels des particules qui ont pu être prédites par l’algorithme, mais pas annoté par un humain et les pixels surmodélisés i.e. les pixels des particules modélisées par l’algorithme, mais qui ne correspond à aucun pixel annoté par l’humain. De plus, plusieurs instructions algorithmiques de traitements et d’AI ont aussi permis d’effectuer une quantification comparative entre ce qui a été annoté par l’humain et modélisé. Cette dernière méthode et les résultats associés ne seront pas présentés en détail (le lecteur peut se référer à l’article 4, annexe E).

En parallèle et pour évaluer davantage les performances de l’algorithme de *deep learning* entrainé, des images optiques ont été aussi acquises avec le MOA sur les standards de SP 1, 2, 3 et 4 où des particules de quartz sont présentes. De la même manière, l’algorithme de *deep learning* entrainé a été appliqué à ces images optiques pour obtenir des « masques » où toutes les particules ont été détectées. D'après les images optiques originales et les images de « masques » associées provenant de l'application de l'algorithme de *deep learning*, la quantification de l'abondance minérale des minéraux opaques (galène/pyrite) et des particules transparentes (quartz) a été déterminée à l'aide d'une routine de traitement d'image développée avec le logiciel CVPE®. La routine construite a permis d'obtenir des images segmentées dans lesquelles chaque pixel de l'image acquise par le MOA a été identifié minéralogiquement comme une particule opaque ou une particule transparente. La routine a permis de quantifier la surface occupée par chaque espèce minérale identifiée (minéral opaque et transparent) et d'obtenir une quantification minéralogique fournie par l'analyse MOA. Cette quantification a ensuite été comparée à l'abondance minérale théorique des standards de SP correspondante pour évaluer la précision de l’algorithme de *deep learning* entraîné. Comme pour

l'article 3, une différence de quantification minéralogique par algorithme de *deep learning* d'au moins 5 vol. % par rapport aux compositions minéralogiques théoriques de ces standards indiquerait alors une identification minéralogique par l'algorithme non-fiable ou préparation de SP biaisée.

3.4.2.2 Résultats de l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé

3.4.2.2.1 Résultats sur l'ensemble d'images tests

Les résultats de l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* sur l'ensemble d'images de test sont résumés la Figure 3.14. Si l'on considère toutes les particules de l'ensemble des images test, plus de 96% de la surface des particules ont bien été modélisées par l'algorithme *deep learning*. Une surface de moins de 1,5% des particules annotées a été surmodélisée par l'algorithme. En ce qui concerne les catégories de l'ensemble de tests, la catégorie des particules grossières présentait la meilleure correspondance entre l'annotation et les résultats de la modélisation de l'algorithme de *deep learning* : seulement 1,62% de la surface des particules annotées était sous-modélisée et 1,13% de la surface était surmodélisée (Figure 3.14). En revanche, 34% de la surface des particules broyées annotées de l'ensemble de tests n'ont pas été modélisées par l'algorithme, tandis que 4,73% de la surface des particules broyées modélisées ne représentaient aucune surface de particule annotée.

Concernant l'étude comparative plus poussée, ces résultats (donnés en détail par l'article 4, annexe E) montrent que l'algorithme de *deep learning* peut détecter correctement toutes les particules (des catégories de particules grossières et broyées), mais pas systématiquement toutes les surfaces des particules annotées. D'après les images classifiées correspondantes de l'ensemble d'images tests, les pixels non-modélisés représentent un halo de pixels autour des particules annotées. Pour l'analyse granulométrique, malgré ces différences entre la modélisation de l'algorithme et ce qui a pu être annoté par l'humain, l'étude granulométrique comparative montre qu'il n'y a pas eu de différence importante même si l'algorithme de *deep learning* entraîné n'a pas détecté correctement toute la surface des particules. De la même manière, les courbes de libération des minéraux pour la catégorie des particules grossières sont très similaires entre les particules annotées et les particules modélisées. Néanmoins, pour la catégorie des particules broyées, les courbes de libération des minéraux opaques sont très différentes.

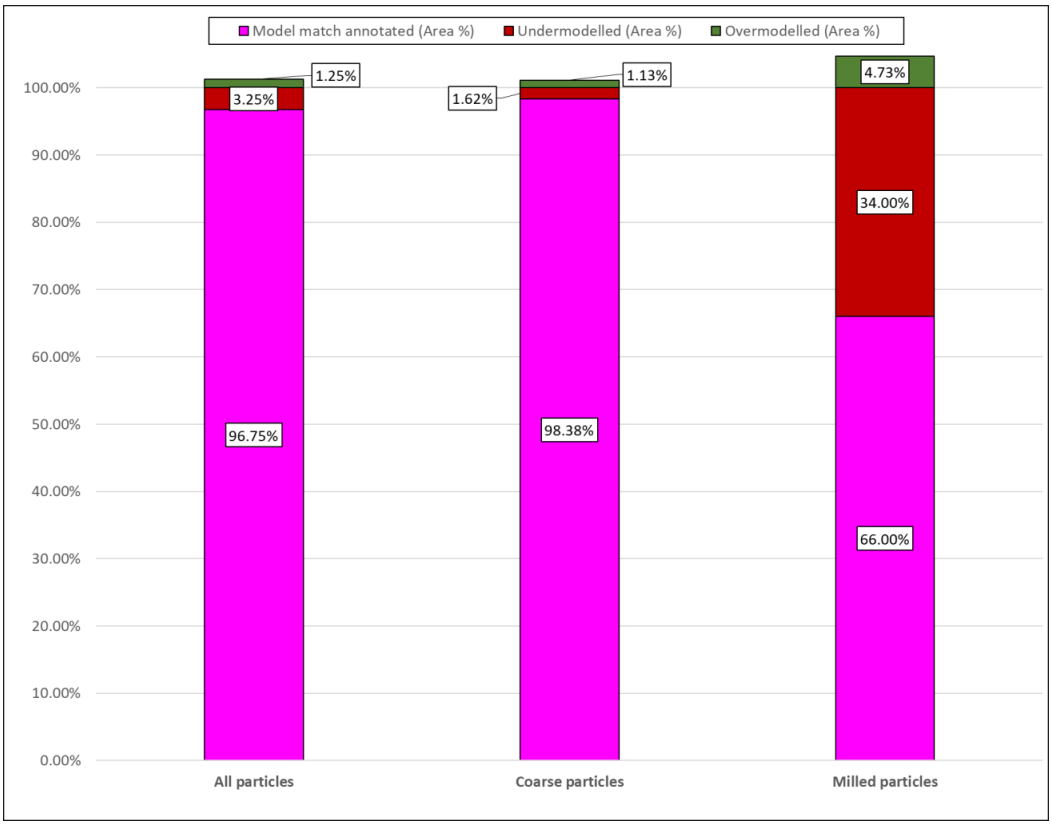


Figure 3.14 Illustration des résultats sur l'ensemble d'images tests de l'évaluation de la précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E.

3.4.2.2.2 Résultats de l'étude comparative sur les standards minéralogiques

Les résultats de la quantification de l'abondance minérale réalisée sur les standards de SP avec l'algorithme de *deep learning* et la routine correspondante développée avec CVPE® sont illustrés par le graphique en Figure 3.15.

Les standards 1 et 2 présentent la plus grande différence dans la quantification de l'abondance minérale entre l'algorithme de *deep learning* avec la routine développée et l'abondance théorique. La routine a systématiquement surestimé l'abondance du minéral opaque (galène) pour les deux standards, avec une surestimation de 18,73% pour le standard 1 et de 12,20% pour le standard 2. Les standards 3 et 4 fournissent une quantification de l'abondance minérale très similaire par rapport à l'abondance minérale théorique avec une sous-estimation systématique du minéral opaque (pyrite) : 3,40% pour le standard 6 et 2,08% pour le standard 4.

La différence de quantification acceptable pour les standards utilisant la pyrite comme particules opaques (standards 3 et 4) a démontré la détection efficace de toutes les particules dans la résine acrylique par l'algorithme de *deep learning* entraîné. En revanche, pour les standards 1 et 2, qui utilisent la galène comme particule minérale opaque, la comparaison de la quantification de l'abondance minérale a fourni une surestimation inacceptable de la galène (i.e. >5 vol. %). L'explication de ces différences significatives est plus évoquée dans l'article 5 (annexe E) en question. Il est ainsi suspecté que le comportement de sédimentation des particules que produit la résine acrylique (discuté dans l'article 4; annexe D) a particulièrement fait sédimenter préférentiellement les particules de galènes au fond des SP des standards 1 et 2. Par conséquent et afin de confirmer que cette surestimation systématique de la galène provient du comportement de la résine acrylique (et non de l'algorithme de *deep learning*), il est recommandé d'analyser ces mêmes échantillons de standards par système de minéralogie automatisée type MEB-EDS (e.g. QEMSCAN®, TIMA®). Une quantification très proche de l'abondance minérale obtenue par ce type de système comparé à ces résultats avec l'application de l'algorithme de *deep learning* confirmera alors que la résine acrylique expose préférentiellement les particules de galène comme démontré en article 4 (annexe D).

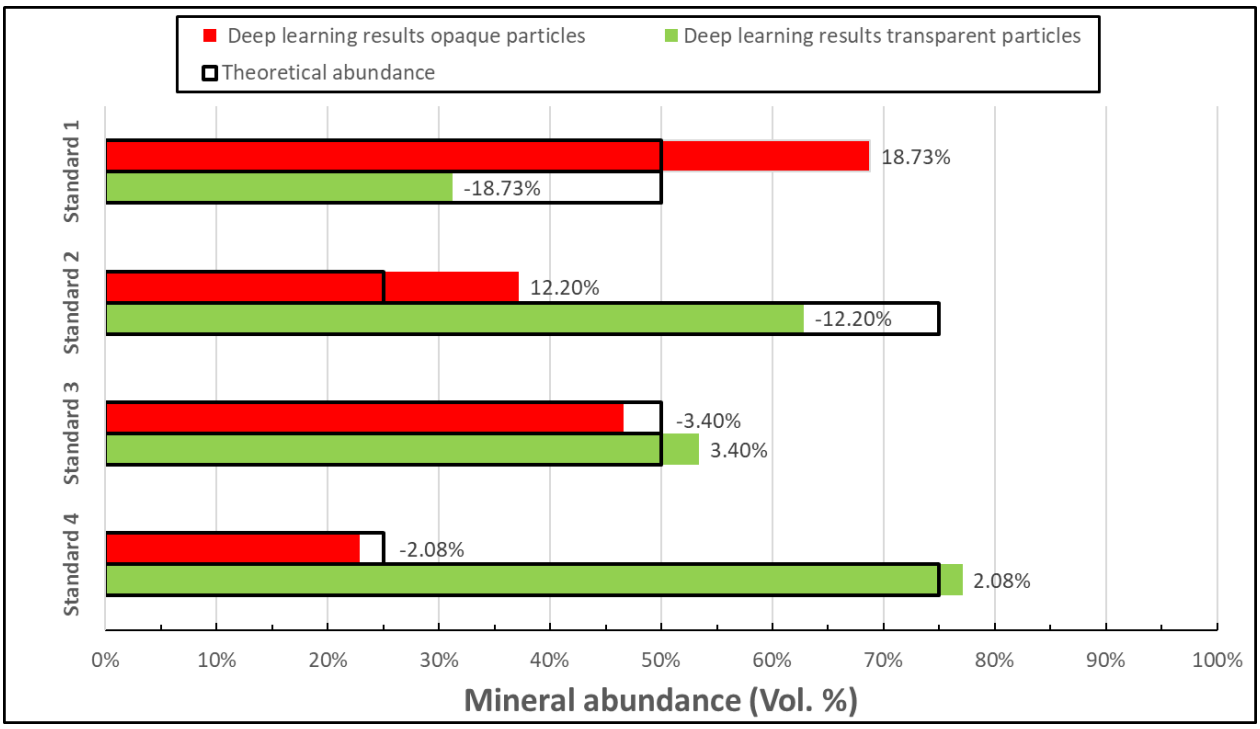


Figure 3.15 : illustration graphique des résultats obtenus sur la quantification comparative obtenue sur les standards. Le nombre à côté de chaque série de barres représente la différence en % entre la quantification et l'abondance théorique des standards étudiés; issu de De Castro, Benzaazoua, Roychowdhury, et al. (2023), article 4, annexe E.

3.5 Études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique (articles 5 et 6)

Cette présente section synthétise tous les articles écrits afin de répondre à l'axe de recherche 3 de ce présent doctorat i.e. les études comparatives et de cas d'application de la MOA notamment en contexte géométallurgique. Ces travaux comprennent deux articles (articles 5, annexe F et 6, annexe G) soumis au journal *Minerals Engineering* en sections 3.5.1 et 3.5.2.

3.5.1 Minéralogie automatisée utilisant la microscopie optique automatisée en contexte géométallurgique : étude comparative sur les minerais du projet Dumont Nickel, Amos, Québec (article 5)

L'article 5 situé en annexe F a fait l'objet d'une présentation lors de la conférence de *Geological and Mineralogical Association of Canada* (GAC-MAC) lors de la session spéciale 16 concernant les techniques analytiques avancées appliquées à l'exploration géochimique et minérale

indicatrice, et à la minéralogie des minerais, le 16 mai 2022 dans la localité d'Halifax (Canada). Cet article 5 a été publié au journal *Minerals Engineering*.

Le contexte du projet minier Dumont Nickel est détaillé dans l'article en question et ne sera pas plus détaillé dans cette présente section. Il revient particulièrement en détail sur le contexte géologique/métallogénique et l'approche géométallurgique nécessaire au développement du projet d'exploitation. Il est donc fortement suggéré au lecteur de se renseigner sur ces points au moyen de l'article 5 situé en annexe F de ce document de thèse. L'étude propose un moyen innovant pour la quantification de la minéralogie en détail des minerais, caractérisation indispensable pour la future exploitation minière par le biais d'une approche géométallurgique en proposant la MOA. Cet article est une étude comparative de la minéralogie quantitative entre les nouvelles déterminations par MOA réalisées et les déterminations QEMSCAN® existantes sur les échantillons étudiés. De plus, la description des quatre échantillons étudiés représentant chacun les domaines géométallurgiques du projet minier est aussi présentée en détail dans l'article 5, annexe F.

3.5.1.1 Méthodologie générale

Les échantillons ont été analysés à l'aide de deux appareils de minéralogique automatisée : QEMSCAN® et le MOA. L'utilisation du QEMSCAN® est détaillée dans l'article 5. L'appareil de MOA utilisé lors de cette étude est l'appareil décrit en section 3.2.2.1 avec une réadaptation de la routine dite « universelle » pour la caractérisation des échantillons en question décrite en section 3.2.2.2. La description du développement de la routine en question reste néanmoins détaillée dans l'article et il est donc conseillé au lecteur de se référer à ces présentations.

L'étude comparative entre les résultats obtenus de la part des analyses QEMSCAN® et du MOA comprend l'image de cartographie minéralogique en mosaïque d'images obtenue à partir des deux appareils et à la quantification de l'abondance minérale pour chacun des échantillons étudiés. Ces résultats ont ainsi été comparés. En fonction des résultats d'abondance minérale des deux appareils, une étude comparative quantitative a été réalisée incluant la teneur en Ni récupérable métallurgiquement, la distribution minéralogique du Ni récupérable métallurgiquement (*Ni-deportment*), de chaque échantillon étudié. Comme pour les articles 3 et 4, il a été considéré qu'une différence de quantification minéralogique au-delà de 5 wt. % est considéré comme inacceptable et indique que le MOA ne propose pas une caractérisation minéralogique fiable. Le rapport

minéralogique a ensuite été calculé pour effectuer l'attribution du domaine géométallurgique pour chaque échantillon selon la quantification de l'abondance minérale fournie par les deux appareils et comparée. De plus, les images de cartographie minéralogique en mosaïque obtenues par les deux appareils ont également été comparées pour chaque échantillon étudié (Figure 3.16).

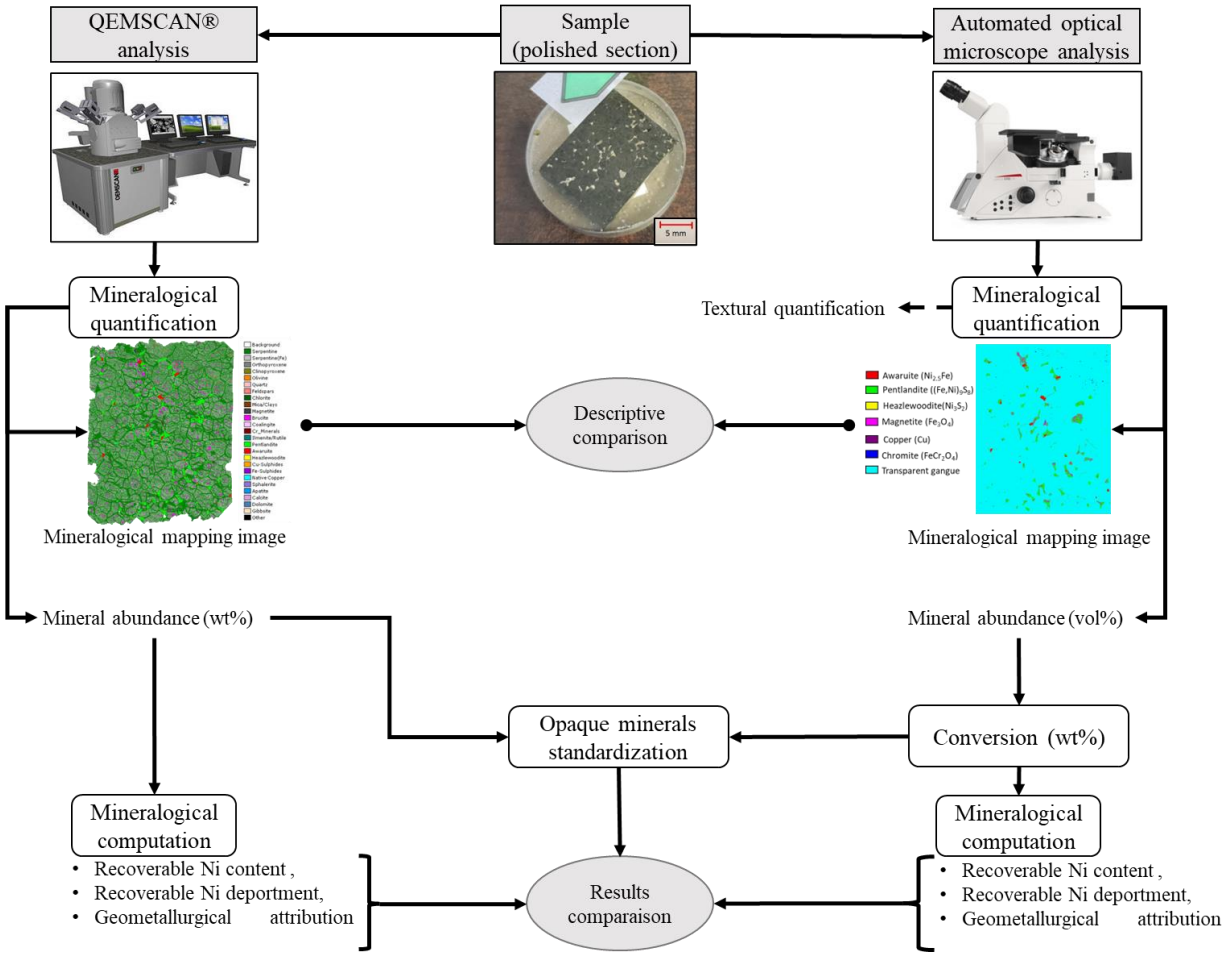


Figure 3.16 Méthodologie comparative générale utilisée dans l'étude sur les minerais du projet minier Dumont Nickel; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Concernant les images de cartographie minéralogique, une comparaison descriptive a été fournie. Cette description comprend la comparaison de la localisation des particules minérales, de l'attribution de leur identification minéralogique et de leur taille sur le morceau d'échantillon de roche entre les images de cartographie minéralogique obtenues par les deux appareils.

Le détail des calculs des différentes quantifications minéralogiques comprenant les méthodes de conversions (abondance minérale, *Ni-deportment*, attribution des domaines géométallurgiques) à

partir des données brutes obtenues à partir de chaque appareil ainsi que la méthode de quantification comparative sont détaillés dans l'article 5, annexe F.

3.5.1.2 Résultats

Pour chaque échantillon étudié, les résultats de la description comparative des images de cartographie minéralogique sont décrits avec les figures associées dans l'article 5, annexe F; à titre d'exemple, seul le premier échantillon étudié (i.e., Exp_460) sera donné par la Figure 3.18 en section 3.5.1.2.1. Les résultats de la comparaison minéralogique quantitative (seule l'abondance minérale selon la normalisation des minéraux opaques et le *Ni-deportment*) obtenus pour chaque échantillon seront donnés échantillon par échantillon dans les sections associées et sont donnés par les représentations d'histogrammes en Figure 3.17. L'attribution du domaine géométallurgique en fonction de ces résultats précédents de quantification de l'abondance minérale fournis par les deux appareils est également donnée par Tableau 3.2 en section 3.5.1.2.5.

3.5.1.2.1 Échantillon du domaine serpentine riche en Fe (Exp_440)

En général, l'identification de la pentlandite d'intercumulus primaire avec des particules d'awaruite grossières et de la magnétite à grain fin correspond bien entre les mosaïques fournies par le MOA et l'analyse QEMSCAN® (Figure 3.18b, c). Plusieurs particules de chromite en haut à droite de l'échantillon (Figure 3.18b) ont été identifiées lors de l'analyse sous MOA; ces emplacements correspondaient plutôt à des particules d'olivine dans l'image de cartographie minéralogique fournie par le QEMSCAN® (Figure 3.18). La classification de la gangue transparente sur l'image mosaïque issue de l'analyse du MOA a été opérée sur les pixels qui correspondaient à la résine de l'échantillon.

Les résultats comparatifs pour la quantification standardisée des minéraux opaques ont fourni des abondances minérales très similaires entre les deux appareils avec une différence de moins de 5 wt. % pour chaque minéral opaque (Figure 3.17). L'analyse MOA a sous-estimé la pentlandite de 4,1 wt. % (Figure 3.17). La différence dans l'abondance des minéraux porteurs de Ni (sous-estimation de la pentlandite et légère surestimation de l'awaruite et de la magnétite) a eu un impact sur les résultats du *Ni-deportment* : le MOA a surestimé l'awaruite de 4,6 wt. % et sous-estimé la pentlandite de 4 wt% (Figure 3.17).

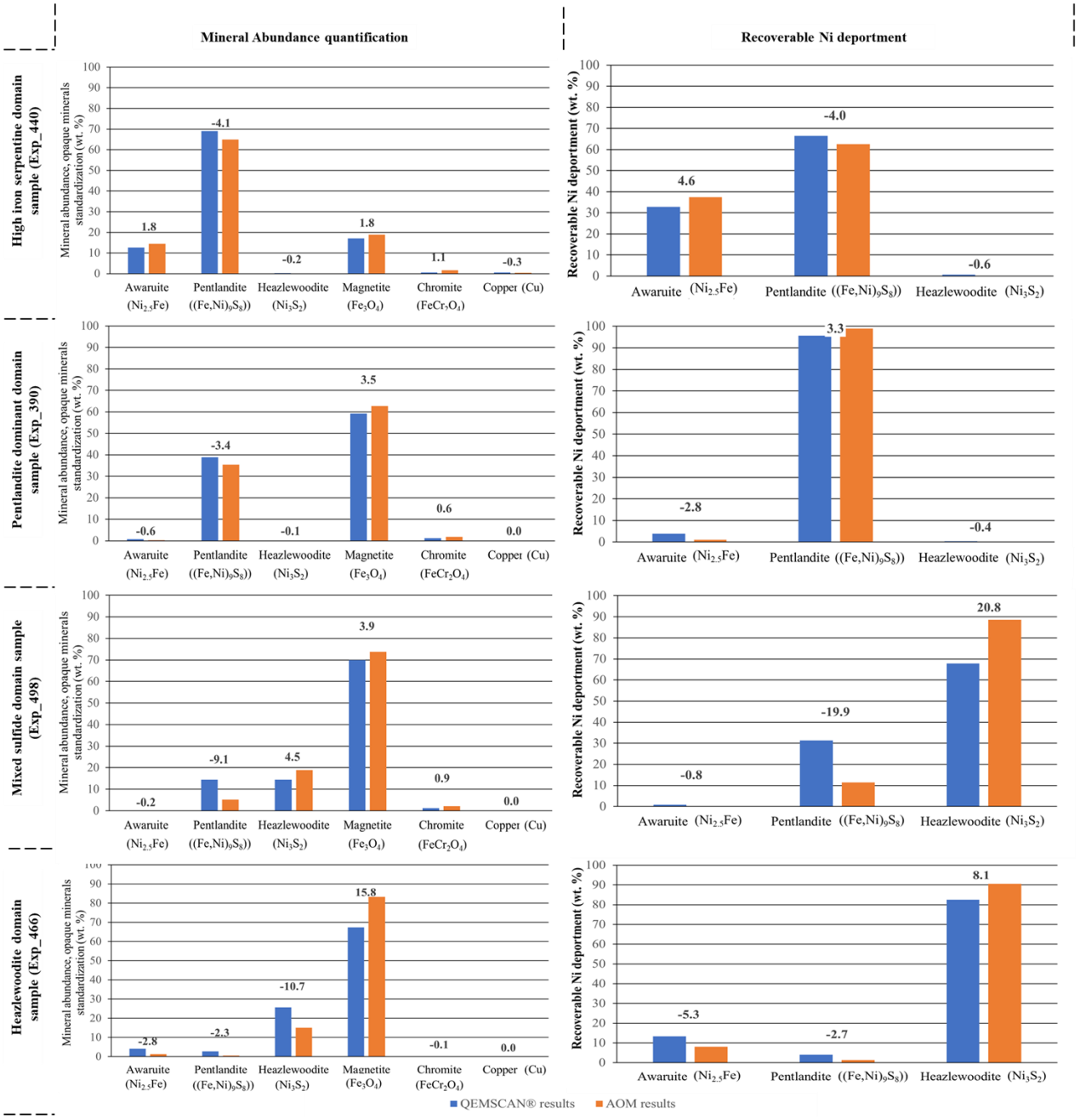


Figure 3.17 Illustrations sous forme d'histogrammes de l'abondance minérale et des résultats du *Ni-deportment* récupérable correspondant de l'étude comparative pour chaque échantillon étudié. Les histogrammes bleus représentent les résultats du QEMSCAN®, les histogrammes orange les résultats du MOA. Le nombre au-dessus de chaque série de barres représente la différence de quantification en % entre les deux appareils; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

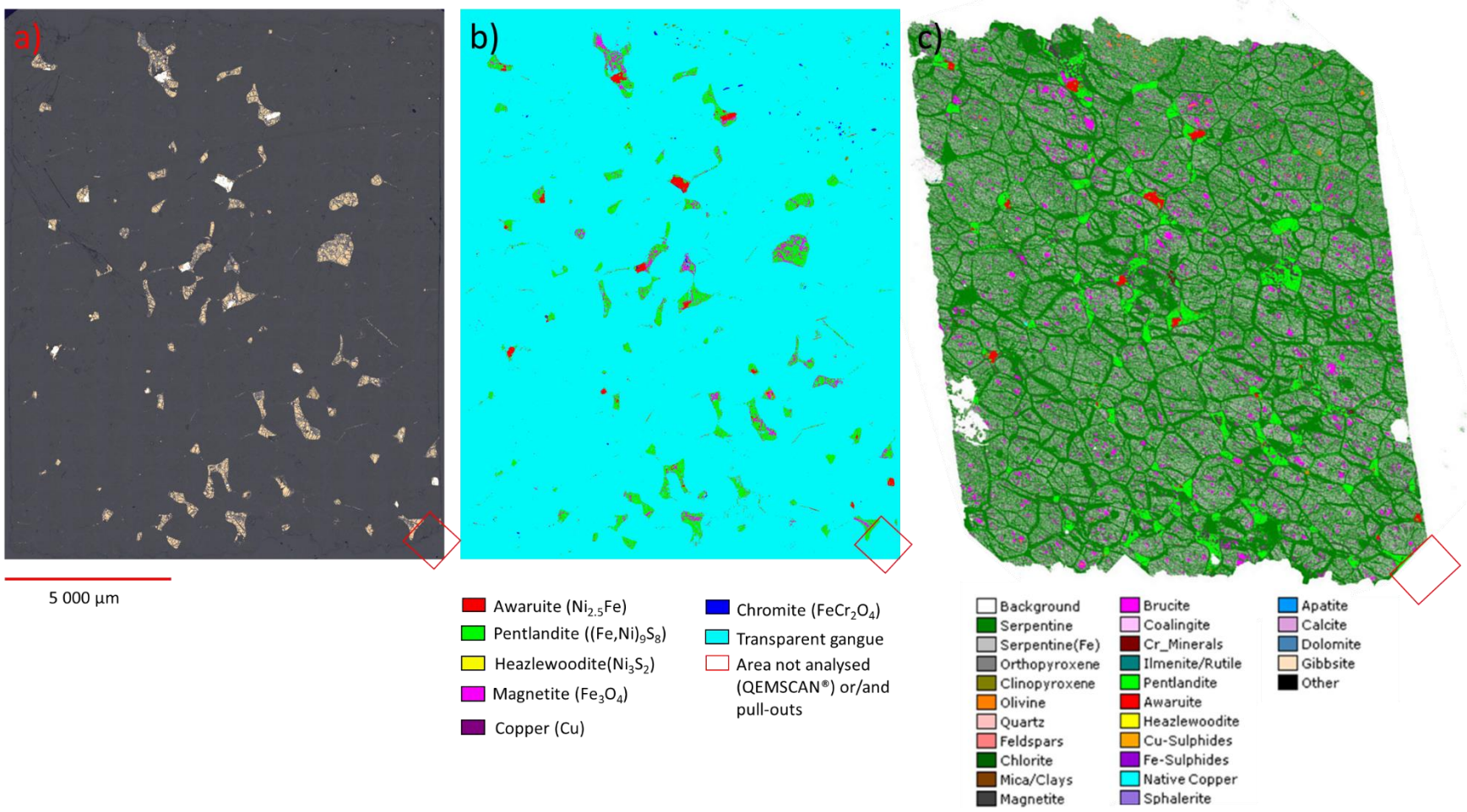


Figure 3.18 Images mosaïques de l'échantillon de domaine serpentine riche en fer (Exp_440); a) image mosaïque en LPNA réalisée sous CVPE®, b) image mosaïque classifiée finale (cartographie minéralogique) réalisée par sous CVPE® et c) image mosaïque de la cartographie minéralogique obtenue par l'analyse QEMSCAN® (les cases rouges indiquent les zones non analysées par le QEMSCAN®); issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

3.5.1.2.2 Domaine pentlandite dominant (Exp_390)

Les résultats comparatifs de l'échantillon ont fourni des abondances minérales très similaires entre les deux appareils (Figure 3.17). Les différences moyennes ont montré une légère surestimation de la magnétite et une légère sous-estimation de la pentlandite par le MOA (plus de 3 wt. %) par rapport aux résultats du QEMSCAN® (Figure 3.17). L'autre différence principale est la sous-estimation de l'awaruite par le MOA, avec une différence de 0,5 wt. % (Figure 3.17). La différence dans les minéraux porteurs de Ni entraine une légère sous-estimation de l'awaruite (moins de 3 wt. %) et une légère surestimation de la pentlandite (plus de 3 wt. %) par l'analyse en MOA pour l'étude comparative du *Ni-deportment* récupérable effectuée sur l'échantillon (Figure 3.17). Néanmoins, les résultats comparatifs entre les deux appareils ont généralement fourni une différence dans la quantification des minéraux de moins de 5 wt. % (Figure 3.17) et ont donc prouvé que le MOA est efficace pour effectuer l'identification des minéraux.

3.5.1.2.3 Domaine sulfuré mixte (Exp_498)

Les résultats comparatifs de l'abondance minérale dans l'échantillon du domaine sulfuré mixte montrent que le MOA a légèrement surestimé la magnétite (moins de 4 wt. %) et l'heazlewoodite (environ 4,5 wt. %) (Figure 3.17). Cependant, la différence la plus significative dans la quantification minéralogique entre le MOA et le QEMSCAN® est la pentlandite, où le MOA a largement surestimé de 9,1 wt. % (Figure 3.17). La mauvaise classification des sulfures contenant du Ni fournie par le MOA a eu un impact important sur le calcul du *Ni-deportment* récupérable par rapport aux résultats du QEMSCAN®. Le MOA a largement surestimé la contribution de l'heazlewoodite aux résultats du *Ni-deportment* récupérable de 20,8 wt. % par rapport aux résultats du QEMSCAN® (Figure 3.17).

3.5.1.2.4 Domain heazlewoodite dominant (Exp_446)

Le MOA a significativement surestimé la magnétite de 16 wt. % par rapport au dispositif QEMSCAN® (Figure 3.17). De plus, le MOA a sous-estimé la quantification de l'heazlewoodite de 10,9 wt. %, la quantification de la pentlandite de 2,3 wt. % et l'awaruite de 2,8 wt. % (Figure 3.17). De la même manière, les résultats *Ni-deportment* récupérable montrent que le MOA a surestimé l'heazlewoodite (environ 8 wt. %) et légèrement sous-estimé l'awaruite (5,3 wt. %) et la pentlandite (2,7 wt. %) (Figure 3.17).

3.5.1.2.5 Attribution des domaines géométallurgiques

L'approche géométallurgique utilisée dans l'étude de faisabilité du projet Dumont Nickel (Staples et al., 2019) consiste à définir plusieurs domaines géométallurgiques au sein du gisement afin de prédire les performances de récupération métallurgique. Ces domaines sont définis par la quantification minéralogique suivante : l'abondance de serpentine riche en Fe (Sp-Fe) et le rapport minéralogique heazlewoodite sur pentlandite (Hz/Pn). L'objectif de cette section est de vérifier que l'analyse en MOA réalisée sur chaque échantillon étudié attribue le même domaine géométallurgique que l'analyse QEMSCAN®. Le Tableau 3.2 montre l'attribution du domaine géométallurgique de chaque échantillon en fonction de l'abondance minérale déterminée et des rapports minéralogiques résultants fournis par les deux appareils.

Tableau 3.2 Attribution du domaine géométallurgique des échantillons de l'étude selon le rapport minéralogique fourni par QEMSCAN® et le MOA; modifié de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Sample / Mineralogical abundance-ratio	**QEMSCAN® results**			
	High iron serpentine (Exp_440)	Pentlandite dominant (Exp_390)	Mixed sulfide (Exp_498)	Heazlewoodite dominant (Exp_446)
Sp-Fe (wt%)	> 14	< 14	< 14	< 14
Hz/Pn	3.63E-03	2.08E-03	1.00	9.34
Geometallurgical domain attribution	High iron serpentine	Pentlandite dominant	Mixed sulfide	Heazlewoodite dominant

Tableau 3.2 (suite) Attribution du domaine géométallurgique des échantillons de l'étude selon le rapport minéralogique fourni par le QEMSCAN® et le MOA; modifié de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Sample / Mineralogical abundance-ratio	**AOM results**			
	High iron serpentine (Exp_440)	Pentlandite dominant (Exp_390)	Mixed sulfide (Exp_498)	Heazlewoodite dominant (Exp_446)
Sp-Fe (wt%)	N/A	N/A	N/A	N/A
Hz/Pn	2.63E-05	3.42E-05	3.60	31.53
Geometallurgical domain attribution	Pentlandite dominant	Pentlandite dominant	Mixed sulfide	Heazlewoodite dominant

Malgré la différence dans les résultats de quantification minéralogique donnée précédemment, les deux appareils ont attribué le même domaine géométallurgique basé sur le rapport minéralogique Hz/Pn avec le même ordre de grandeur. Cependant, le MOA n'a pas attribué l'échantillon de serpentine à haute teneur en fer (Exp_440) au domaine géométallurgique correct. Cette mauvaise attribution est reliée à l'incapacité à identifier la Sp-Fe par le MOA (minéral transparent) nécessaire pour attribuer adéquatement le bon domaine géométallurgique à ce dernier échantillon.

3.5.2 Caractérisation minéralogique automatisée par microscopie optique : recommandations pour des applications en contexte géométallurgique (article 6)

L'article 6 situé en annexe G de ce document de doctorat est considéré comme une réponse directe à l'article 1 synthétisé en section 3.1.2 concernant le manque d'étude de cas d'application en contexte géométallurgique de la technique de MOA. Il s'agit donc d'un article qui propose des recommandations à savoir comment intégrer la MOA durant les différentes étapes d'un projet minier en contexte géométallurgique. L'article 6 a été soumis au journal *Minerals Engineering*.

Dans cette section, les différentes étapes du cycle de la mine (exploration/géologie, faisabilité/programme géométallurgique, exploitation/production et gestion des rejets miniers) sont utilisées pour illustrer cet objectif spécifique, résumé en trois aspects principaux d'une mine : géologie/exploration, traitement minéral et gestion des rejets miniers. Un exemple typique d'un

gisement de sulfure polymétallique/or est utilisé pour illustrer les applications proposées de la MOA. Les méthodes recommandées se concentrent particulièrement sur la caractérisation des minéraux opaques (pyrite, pyrrhotite, arsénopyrite, chalcopyrite, bornite, galène, sphalérite, or, gersdorffite) et leur texture (granulo-minéralogie, libération, association). Chaque méthode d'utilisation de la MOA pour ces trois principaux aspects de la mine est particulièrement détaillée dans l'article 6 et résumée dans la Figure 3.19, cette section se contera de synthétiser le contenu.

3.5.2.1 Microscopie optique pendant l'exploration

Lors de la phase d'exploration, des échantillons de carottes de forages sont systématiquement broyés à environ D_{80}= 2 mm pour les analyses géochimiques, souvent appelées rejet de laboratoire. Il est recommandé de réaliser d'abord une caractérisation minéralogique par MOA sur ces rejets de laboratoire selon un échantillonnage adéquat. Cette première caractérisation minéralogique permettra de confirmer les espèces minérales présentes dans la minéralisation identifiée lors du *logging* en conservant la texture de la roche. De plus, parallèlement à l'analyse chimique et à cette première analyse minéralogique par MOA, il est aussi recommandé de broyer le rejet de laboratoire sous forme de poudre (environ D_{80}=75 µm). De la même manière, un second échantillonnage adéquat pourrait être réalisé pour appliquer une seconde caractérisation minéralogique par MOA. L'évaluation détaillée de la composition et de la texture minérale peut constituer une étape méthodique supplémentaire pour comprendre la mise en place d'un dépôt sous cette forme pulvérisée (étude paragénétique). Cette caractérisation minéralogique suivante permettra de confirmer l'identification obtenue sur les rejets de laboratoire et de quantifier les minéraux porteurs d'éléments récupérables (ex : or libre, chalcopyrite ou bornite comme principaux minéraux hôtes de Cu, sphalérite pour les minéraux de Zn, galène pour les minéraux de Pb) et délétères (ex : minéraux sulfurés pour le S, arsénopyrite, gersdorffite pour As, pyrite, pyrrhotite pour le Fe).

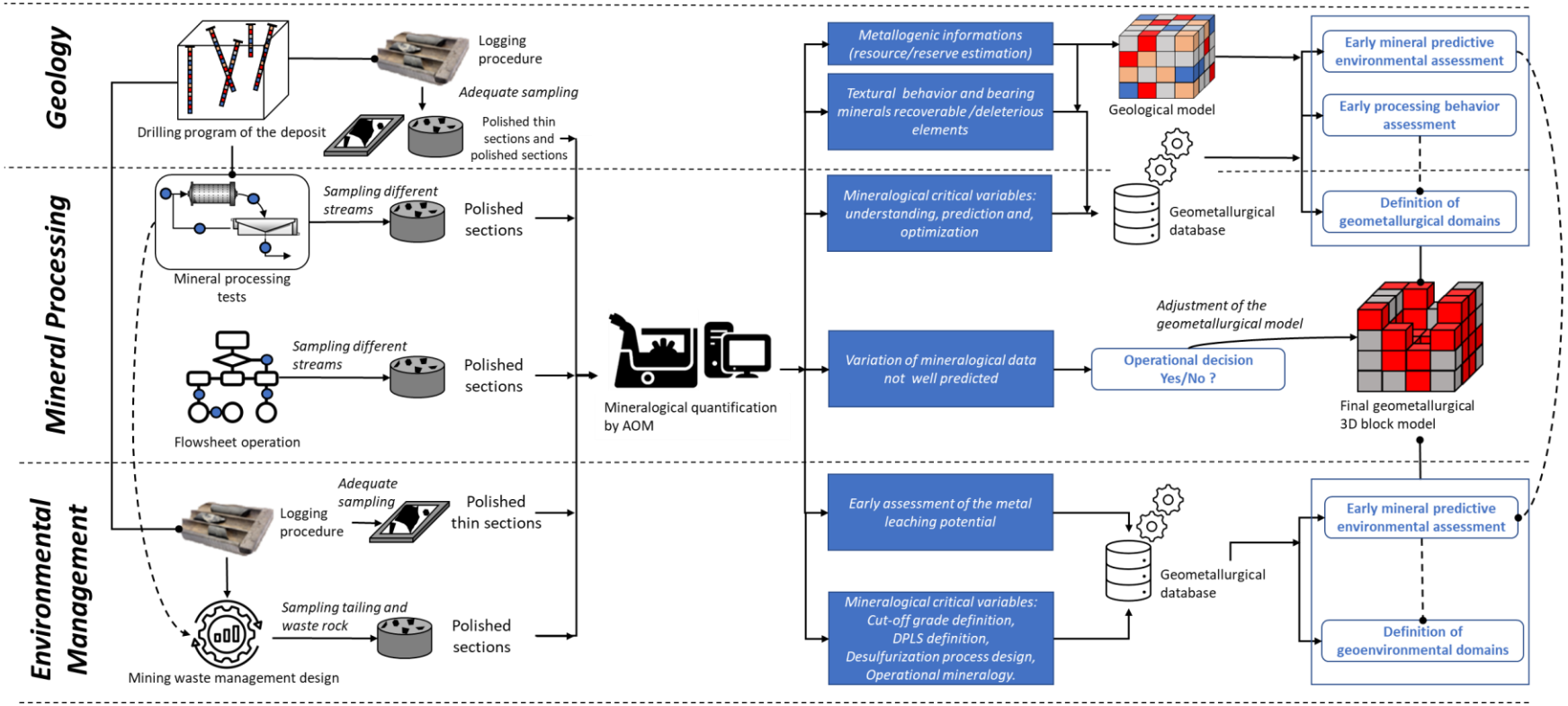


Figure 3.19 Résumé graphique des applications recommandées de l'utilisation de la MOA en contexte géométallurgique; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G.

Les deux caractérisations minéralogiques fournies par les deux tailles de particules différentes fourniraient une première information sur la variation du comportement textural des particules minérales par la quantification de la texture (granulo-minéralogie, libération des minéraux, associations minéralogiques). Ce comportement textural permet de comprendre comment la quantification des minéraux change en fonction d'une fragmentation donnée. Cette évaluation précoce des minerais potentiels est cruciale pour les défis de traitement minéral du futur projet minier (e.g. Bradshaw, D J, 2014; Bulatovic, 2003; Cropp, A. et al., 2013; Pease et al., 2006; Petruk, W., 2000; Wills, B. A. & Finch, J., 2016).

De plus, il est recommandé d'augmenter le nombre d'éléments à analyser sur les minerais potentiels échantillonnés (par exemple, C, S, As, Hg, Sb, Se, Si, Al). Combinée à la quantification minéralogique fournie par le MOA, cette analyse chimique supplémentaire fournit des informations très pertinentes :

- Une évaluation de la lixiviation des métaux des échantillons de minerai potentiels peut être fournie (e.g. Chopard, A. et al., 2019; Parbhakar-Fox et al., 2018; Vermette, 2018);
- Une réconciliation minéralogique efficace peut être calculée (Bouzahzah, 2013 ; Chopard et al., 2019b); et
- Le potentiel générateur d'acide et le potentiel de neutralisation peuvent être évalués en effectuant des tests statiques chimiques et minéralogiques (Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al., 2013; Elghali et al., 2018; Plante et al., 2012).

Ces informations recueillies au début du projet minier permettront de mieux anticiper les défis géoenvironnementaux de la future mine.

3.5.2.2 Microscopie optique pour le traitement minéral

Lors du programme géométallurgique (ou la phase de faisabilité du projet minier), les variables critiques sont souvent des paramètres minéralogiques fournis par un dispositif de minéralogie automatisé (MEB-EDS automatisé) qui guident la définition du domaine géométallurgique (section 2.5.4). Ces paramètres minéralogiques influencent les performances de récupération des tests de traitement minéral; i.e. la taille des particules des minéraux cibles, le minéral hôte des particules d'or, la taille des particules des minéraux sulfurés, la variation du cuivre porteur de minéraux :chalcopyrite versus bornite, la texture originale du minerai. Il est

recommandé ici d'intégrer le MOA pour la partie caractérisation minéralogique du programme géométallurgique et la définition des variables critiques (i.e. les paramètres minéralogiques). Il est recommandé d'effectuer une quantification minéralogique par MOA sur des échantillons d'alimentation, de concentré et de rejet pour chaque flux du processus (gravimétrie, flottation, cyanuration, etc.). La quantification minéralogique fournie, comme la quantification texturale, permet de comprendre, de prédire et d'optimiser les performances du traitement en amont (Bradshaw, D J, 2014; Cropp, A. et al., 2013; Donskoi, E. et al., 2008; Runge et al., 2003). Il est important de noter que le MOA constitue l'une des premières techniques abordables pour effectuer une caractérisation minéralogique grossière aux objectifs suggérés. La caractérisation minéralogique habituelle (e.g. MEB-EDS automatisé) est souvent appliquée à quelques échantillons sélectionnés. Le MOA effectue une caractérisation minéralogique à moindre coût, ce qui permet de caractériser de nombreux échantillons de tous les domaines géologiques échantillonnés lors de la phase de faisabilité et d'améliorer la précision de la caractérisation par la suite par minéralogie automatisée type MEB-EDS.

De plus, l’article 6 (annexe G) donne en détail des exemples de comment le MOA peut être aussi utilisé en contexte de caractérisation minéralogique opérationnelle (section 2.5.4.2) et donné par la Figure 3.20.

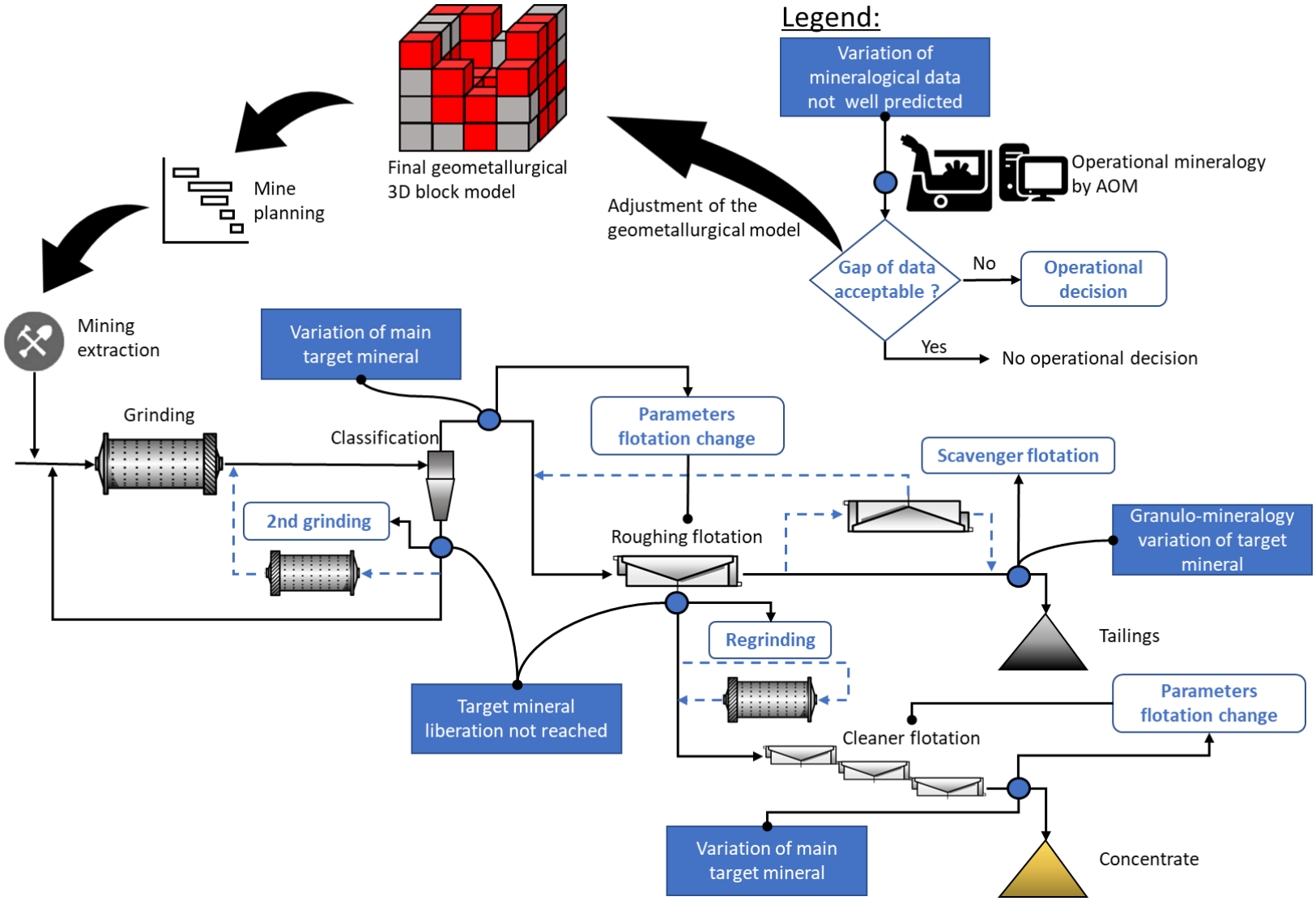


Figure 3.20 Exemples d'intégration de la MOA dans un circuit de traitement pour optimiser le traitement du minerai; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G.

3.5.2.3 Microscopie optique pour la gestion environnementale

L'importance de la caractérisation minéralogique pour la prédiction du comportement environnemental, en particulier la prédiction de la génération du phénomène de DMA et/ou du potentiel contaminant un matériau minéral est rappelé en détail dans l'article 6 (annexe G), mais aussi dans la section 2.5.4.3 de ce document de doctorat. Cette présente section propose différentes approches pour inclure les données de la MO et de la minéralogie fournies par le dispositif pour la gestion des rejets miniers en amont.

La première méthode suggérée dans l'article 6 est de déterminer un potentiel de lixiviation des métaux (LM) précoce d'un échantillon par une simple inspection minéralogique manuelle par lumière réfléchie en MO. Il est recommandé d'utiliser une approche facile et qualitative applicable par un opérateur sans utiliser un appareil coûteux. La méthodologie proposée peut être réalisée sur des échantillons préparés sous forme de SP et/ou de lames minces polies. Ces supports d'étude sont généralement préparés pour une étude paragénétique du gisement par l'équipe d'exploration minière. Par conséquent, l'évaluation proposée du potentiel de LM peut être effectuée au stade de l'exploration minière d'un projet minier pendant cette étude paragénétique. Cette méthodologie est détaillée dans l'article 6 en question. Le principe général est de donner les principales propriétés optiques permettant d'identifier les phases opaques communes sur les échantillons par MO en lumière réfléchie responsables de la présence de métaux lixiviés dans les effluents miniers finaux. À l'aide d'un logigramme, l'utilisateur peut ainsi rapidement identifier les phases opaques et déterminer le potentiel de LM de l'échantillon. Si toutes les phases opaques ne sont pas clairement identifiées, l'utilisateur est renvoyé à d'autres phases opaques moins communes avec leurs propriétés optiques pour pouvoir les identifier et compléter son évaluation sur le potentiel contaminant de l'échantillon étudié.

La seconde méthode suggérée est d'utiliser la caractérisation minéralogique par MOA durant un programme géométallurgique afin d'identifier de nouvelles variables critiques pour la conception et l'application des pratiques de gestion des rejets miniers. Il se concentre sur la conception/détermination des pratiques de gestion des rejets miniers suivantes :

- La teneur de coupure pour définir si chaque bloc du modèle géométallurgique de bloc 3D est un minerai ou une roche stérile;

- Le diamètre d’inclusion physique des sulfures (DIPS) pour la gestion des stériles (évoqué en section 2.5.4.3);
- La définition de domaines géoenvironnementaux des résidus et la gestion appropriée associée;
- La conception d'un procédé de désulfuration environnementale; et
- L’intégration de la minéralogie opérationnelle pour la gestion des rejets miniers.

L’article 6 donne des exemples afin de montrer les variables critiques minéralogiques fournies par MOA qui peuvent soutenir la gestion géoenvironnementale d'un projet minier à travers ces derniers différents aspects. La Figure 3.21 résume ces exemples et ne seront pas plus détaillés dans cette présente section.

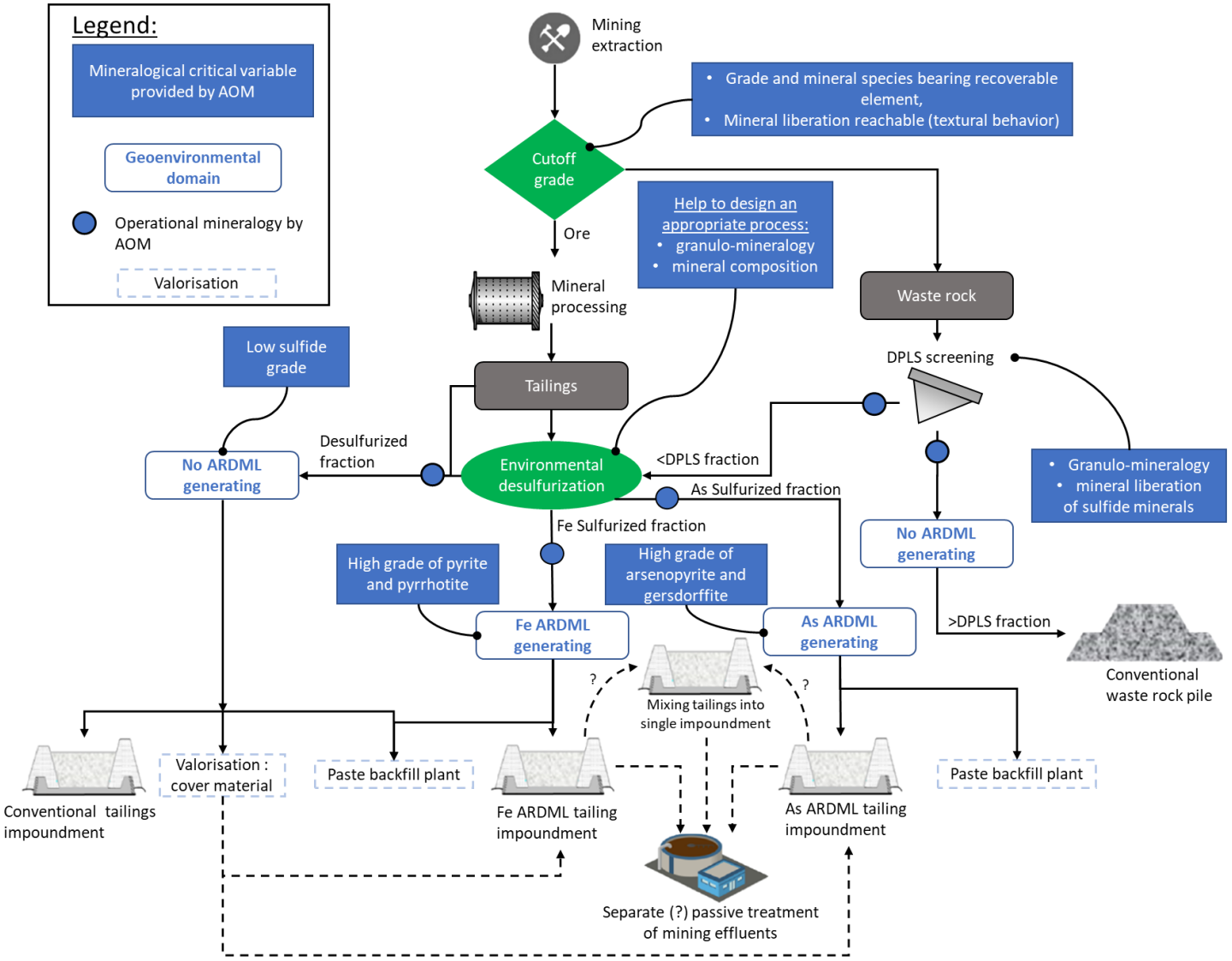


Figure 3.21 Exemples de domaines géoenvironnementaux et de méthodes appropriées de gestion des rejets miniers déterminés à l'aide de la MOA; issu de De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al. (2022a), article 6, annexe G.

Chapitre 4 Synthèse des autres travaux

Ce chapitre 4 reprend les travaux effectués dans le cadre de ce doctorat qui n'ont pas fait l'objet d'article mais de présentations à des conférences. La première partie porte sur le développement de l'image hyperspectrale pour la minéralogie automatisée qui touche à l'axe de recherche 2, i.e. l'amélioration de la technique d'imagerie en MOA. La seconde partie porte sur des nouvelles études comparative et cas d'application en contexte géométallurgique de la MOA. Cette seconde partie porte donc sur l'axe de recherche 3 de ce présent doctorat.

4.1 Analyse d'image hyperspectrale pour la minéralogie automatisée en microscopie optique

Le développement de l'imagerie hyperspectrale optique a été effectué en collaboration avec notre partenaire *Clemex Technologies* lors d'un stage MITACS et a fait l'objet d'une présentation lors de la conférence Québec Mine, séance « automatisation des opérations : volet environnement », le 22 novembre 2022 dans la localité de Québec (Canada).

4.1.1 Contexte de l'étude

La technique d'imagerie hyperspectrale a tout d'abord été développée pour les sondages aéroportés afin d'identifier des zones d'intérêts par acquisition d'informations géologiques du sol lors des phases de prospection (e.g. Barton et al., 2021; Cunningham et al., 2005; Rockwell et al., 2006; Rowan et al., 2004). Comme déjà évoqué, cette technique s'est par la suite récemment développée pour des applications directes sur carottes de forages (*logging* automatisée) (e.g. Fox et al., 2017; Kruse et al., 2012; Lypaczewski, Philip & Rivard, 2018; Lypaczewski, P. et al., 2019; Mathieu, M. et al., 2017; Tappert et al., 2015) après un premier développement par Kruse (2007).

Tout comme les systèmes de minéralogie automatisée en MO, l'imagerie hyperspectrale est une technique exploitant la spectrométrie de réflectance des minéraux pour les identifier. L'imagerie hyperspectrale se distingue cependant de la technique utilisée en MOA puisque cette dernière technique utilise l'imagerie multispectrale pour la caractérisation minéralogique. L'imagerie hyperspectrale se base, en effet, sur l'acquisition de spectres spéculaires de réflectance selon des intervalles courts allant de 10 à 1 nm sur un champ spectral donné généralement dans le domaine infrarouge (IR); principalement dans les domaines du *near infrared* (NIR, 750-1000 nm), *short wave infrared* (SWIR, 1 000-2 500 nm), *mid wave infrared* (MWIR, 3 000-5 000 nm) et *long wave*

infrared (LWIR, 8 000-12 000 nm). L'imagerie multispectrale développée en MOA, quant à elle, s'est principalement développée dans le domaine du visible (400-700 nm) jusqu'à un maximum de 1 000 nm dans le domaine du NIR et selon des intervalles entre 20 et plus de 100 nm comme vu en section 3.1.2.1, article 1, annexe A (De Castro, Benjamin, Benzaazoua, Mostafa, et al., 2022b; López-Benito et al., 2020; Pirard, E., 2018; Pirard, Eric et al., 2008) (Figure 4.1).

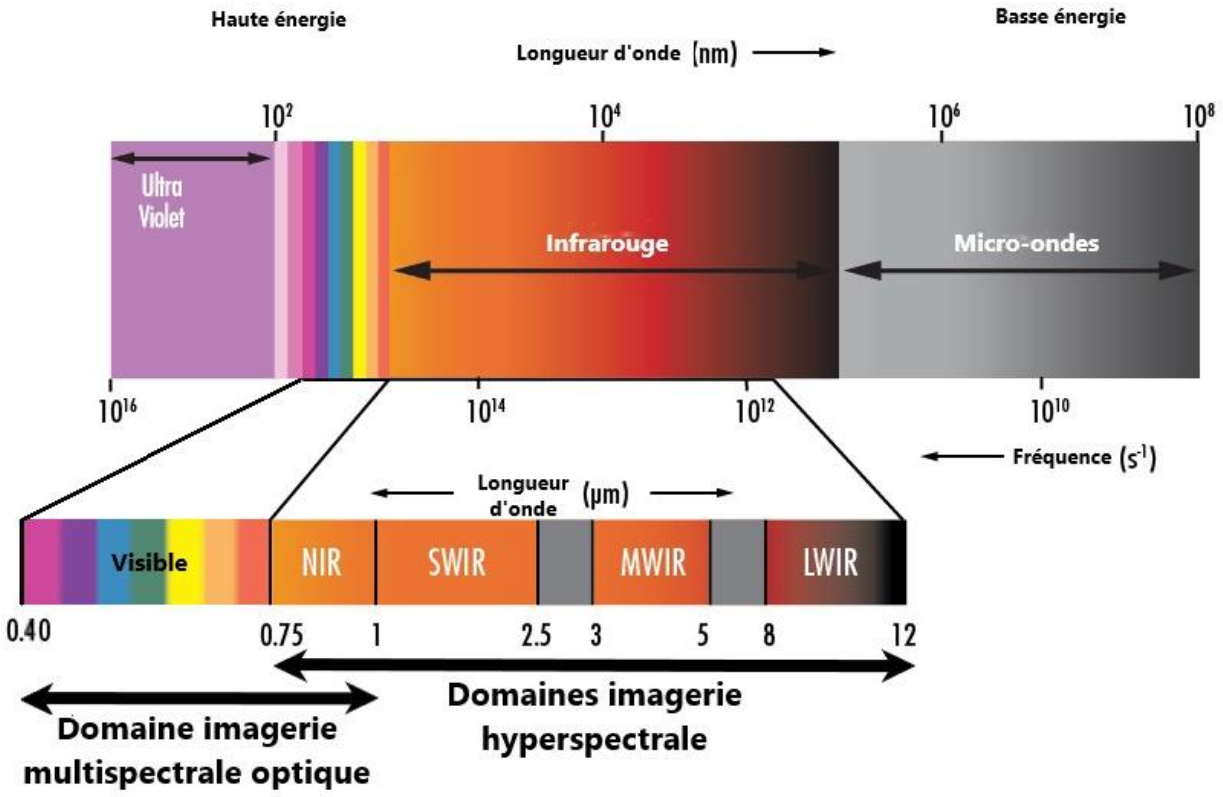


Figure 4.1 Domaines de longueur d'onde utilisés par les techniques d'imagerie multispectrale optique et hyperspectrale des outils de *logging* automatisée.

L'imagerie hyperspectrale se distingue ainsi de l'imagerie multispectrale de la MOA puisqu'elle permet l'acquisition spectrale selon des bandes étroites et contiguës donnant un spectre de réflectance continu pour chaque pixel d'une image, tandis que l'imagerie multispectrale permet l'acquisition de plusieurs bandes discrètes donnant des mesures spectrales discontinues. L'acquisition spectrale permet ainsi d'obtenir autant d'images monochromatiques selon les longueurs d'onde mesurées par les caméras hyperspectrales (canaux). L'empilement monochromatique de ces images forme ce que l'on appelle le cube hyperspectral avec deux dimensions spatiales (x et y) et une dimension spectrale (λ) (Figure 4.2).

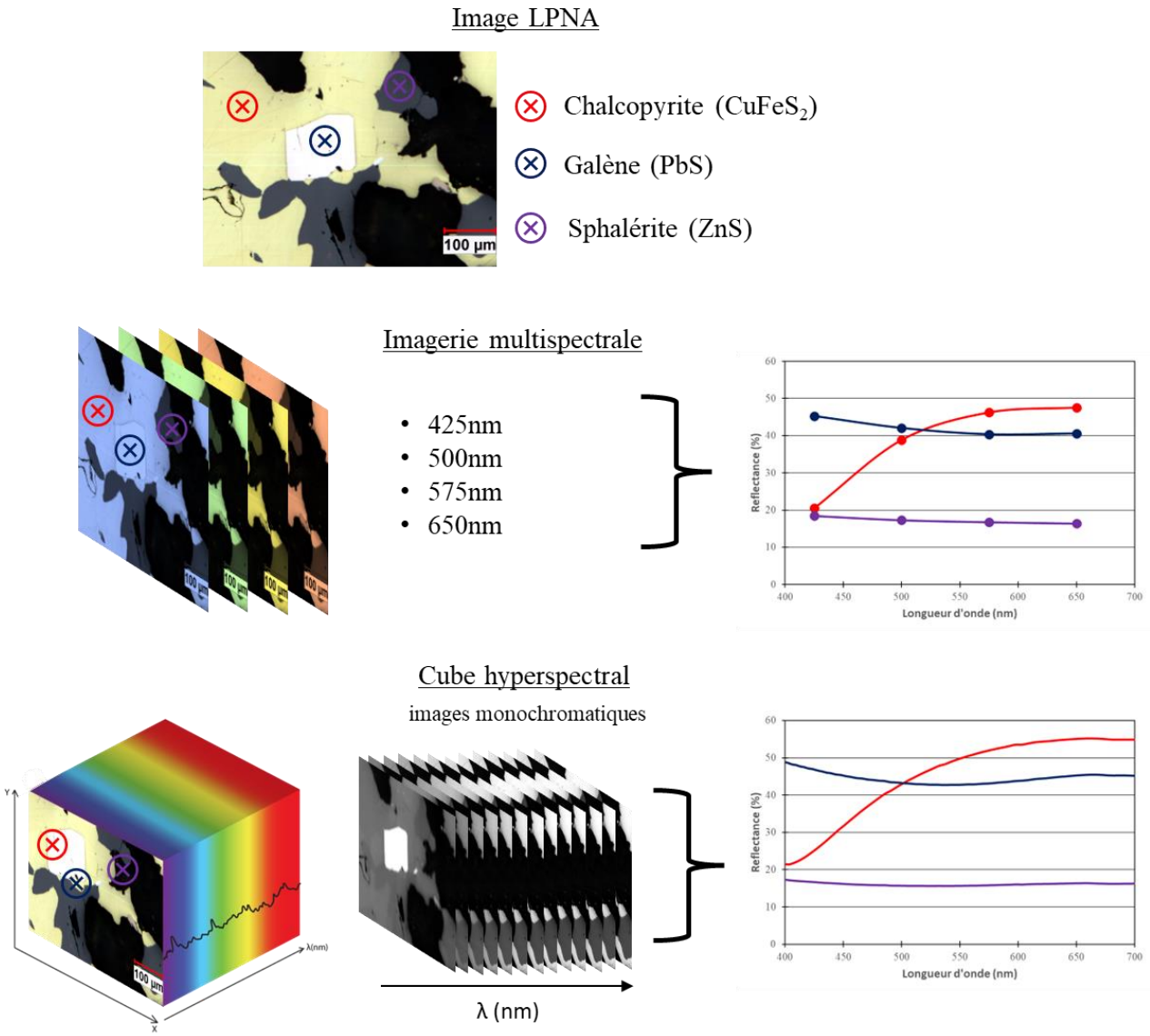


Figure 4.2 Différences des modes d'imageries multispectrale et hyperspectrale.

Les données spectrales obtenues par l'imagerie hyperspectrale constituent une source d'information extrêmement riche qui peut être analysée pour identifier les minéraux apparaissant sur les carottes de forages par exemple. L'identification des minéraux est basée sur leurs spectres de réflectance avec des pics d'absorptions/d'émission qui caractérisent certaines espèces minérales. À la suite de l'analyse d'image hyperspectrale, il est possible d'exploiter les signatures spectrales de réflectance des minéraux analysés pour pouvoir les identifier en comparant ces données avec des bases de données (e.g. Clark et al., 2007) et obtenir des images classifiées des carottes de forages (i.e. cartographie minéralogique). Selon les signatures typiques de certaines phases

minéralogiques, certains domaines spectraux sont plus appropriés pour permettre leur identification optimale : e.g. domaine SWIR pour les phyllosilicates (micas, argiles, chlorite), sulfates (alunite, gypse, jarosite) et hydroxydes, LWIR pour les carbonates (calcite, dolomite, ankérite, magnesite), silicates hydroxylés (présentant des liaisons -OH : e.g. épidotes, amphiboles) et phosphates (Tableau 4.1).

Tableau 4.1 Identification minéralogique selon les domaines hyperspectraux; issu de Specim (2022).

Famille minéralogique	**Groupe minéral**	**Example**	**NIR**	**SWIR**	**LWIR**
Inosilicates	Amphibole	Actinolite	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
	Pyroxène	Diopside	Bon	Modéré	Bon
Cyclosilicates	Tourmaline	Elbaïte	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
Nésosilicates	Grenat	Grossulaire	Modéré	Non diagnostiqué	Bon
	Olivine	Forstérite	Bon	Non diagnostiqué	Bon
Sorosilicates	Épidote	Épidote	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
Phyllosilicates	Mica	Muscovite	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
	Chlorite	Clinochlore	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
	Argiles	Illite	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
		Kaolinite	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
Tectosilicates	Feldspaths	Orthoclase	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué	Bon
		Albite	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué	Bon
		Quartz	Non diagnostiqué	Déduit	Bon
Carbonates	Calcite	Calcite	Non diagnostiqué	Modéré	Bon
	Dolomite	Dolomite	Non diagnostiqué	Modéré	Bon
Hydroxydes		Gibbsite	Non diagnostiqué	Bon	Modéré
Sulfates	Alunite	Alunite	Modéré	Bon	Modéré
		Gypse	Non diagnostiqué	Bon	Bon
Borates		Borax	Non diagnostiqué	Modéré	À déterminer
Halides	Chlorides	Halite	Non diagnostiqué	À déterminer	À déterminer
Phosphates	Apatite	Apatite	Modéré	Non diagnostiqué	Bon
Oxides	Hématite	Hématite	Bon	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué
	Spinel	Chromite	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué
Sulfures		Pyrite	Déduit	Non diagnostiqué	Non diagnostiqué

Ces minéraux sont souvent issus des processus d'altérations hydrothermales associés à de nombreux modèles métallogéniques (Jébrak & Marcoux, 2008). Ces caractérisations deviennent particulièrement utiles pour l'exploration minière puisqu'elles permettent de mieux cartographier et comprendre les processus à l'origine des gisements (Crósta et al., 1998; Kruse et al., 2012; Laakso et al., 2016; Lypaczewski, P. et al., 2019; Mathieu, M. et al., 2017; Swayze et al., 2014). Peu d'études ont proposé l'utilisation de l'imagerie hyperspectrale pour l'identification et la quantification des sulfures (e.g. Bolin & Moon, 2003; Cracknell et al., 2018; Merrill et al., 2016). Ces dernières études soulignent la difficulté d'identifier ces phases par la technique hyperspectrale, car ils ne présentent pas des pics d'absorptions caractéristiques dans les domaines SWIR et LWIR comme habituellement utilisés par l'imagerie hyperspectrale sur carottes de forage. Les informations minéralogiques et texturales que peuvent procurer cette technique d'imagerie sur carotte de forage notamment pour l'identification des carbonates peuvent donner un avantage sur les défis futurs portant l'environnement miner (e.g. Duvernois, 2022; Fox et al., 2017; Parbhakar-Fox et al., 2018) dès les phases d'explorations.

Ce type de technologie d'imagerie hyperspectrale n'a jamais été encore développé pour l'identification de sulfures, sulfosels et oxydes en imagerie optique, en particulier dans le domaine du visible. L'imagerie hyperspectrale possède un potentiel plus efficace que l'imagerie multispectrale communément utilisée en MOA puisqu'elle permet d'obtenir les informations de réflectance directement à partir de la caméra sans utiliser de filtres spectraux, et cela selon une gamme spectrale beaucoup plus complète et continue.

4.1.2 Méthodologie

L'objectif général de cette étude est donc de développer l'imagerie hyperspectrale pour la minéralogie automatisée en MO. Le but a été de créer une base de données de réflectances et le développement d'une méthode de classification minéralogique, tous deux basées sur des mesures hyperspectrales. Pour cela, différents minéraux issus de différentes sources et décrits en section 3.2.1 ont été analysés avec un dispositif expérimental mis en place dans le cadre de ce développement (Figure 4.3).

La caméra hyperspectrale utilisée est la caméra hyperspectrale Pika L® du fournisseur Resonon© d'une résolution spectrale de 3.3 nm allant de 390 nm à 1000 nm (soit 241 canaux selon un pas 2,1 nm). Il permet une acquisition de mesure hyperspectrale de façon linéaire grâce au logiciel

Spectronon® du même fournisseur. Le développement de l'imagerie hyperspectrale optique a été développé sur un microscope optique Leica DM6000 M de *Clemex Technologies.* Ce dernier équipement comprenait une source de lumière halogène de même référence que celle décrite en section 3.2.2 et a été connecté à un ordinateur local avec le logiciel CVPE® pour pouvoir effectuer des synchronisations entre les différents logiciels et obtenir des mesures hyperspectrales sur les échantillons étudiés (Figure 4.3). De plus, un standard de réflectance i.e. un miroir blanc du fournisseur Thorlabs© de référence PF10-03 (dont la réflectance entre 392 et 100 nm est connue) a été utilisé pour pouvoir calibrer les mesures hyperspectrales.

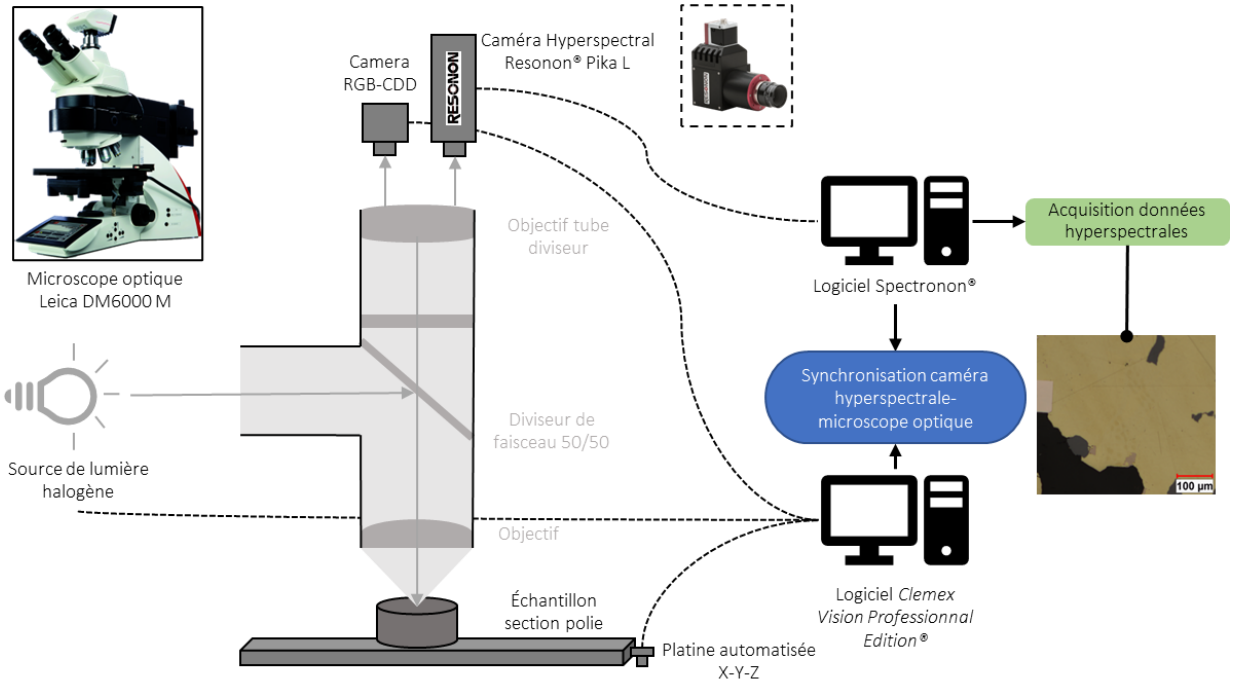


Figure 4.3 Principe du chemin optique utilisée lors des travaux pour acquérir des données hyperspectrales optiques sur les échantillons étudiés à partir du second dispositif de MOA Leica© DM6000 M.

4.1.2.1 Préparation des échantillons

Différents échantillons ont été ainsi analysés afin d'effectuer des mesures hyperspectrales. Ces échantillons de minéraux proviennent du fournisseur Minroc©, mais aussi de divers minerais divers étudiés lors du doctorat. Pour les échantillons de Minroc©, une procédure a été adoptée afin d'évaluer leur pureté et est donnée par la Figure 4.4.

Différentes formes d'échantillons de minéraux ont été mises en SP : échantillon minéral grossier et échantillon minéral dit pur qui ont été pulvérisés. Ces deux types d'échantillons combinés avec les différents échantillons de minerais divers ont permis d'effectuer les mesures de réflectances hyperspectrales.

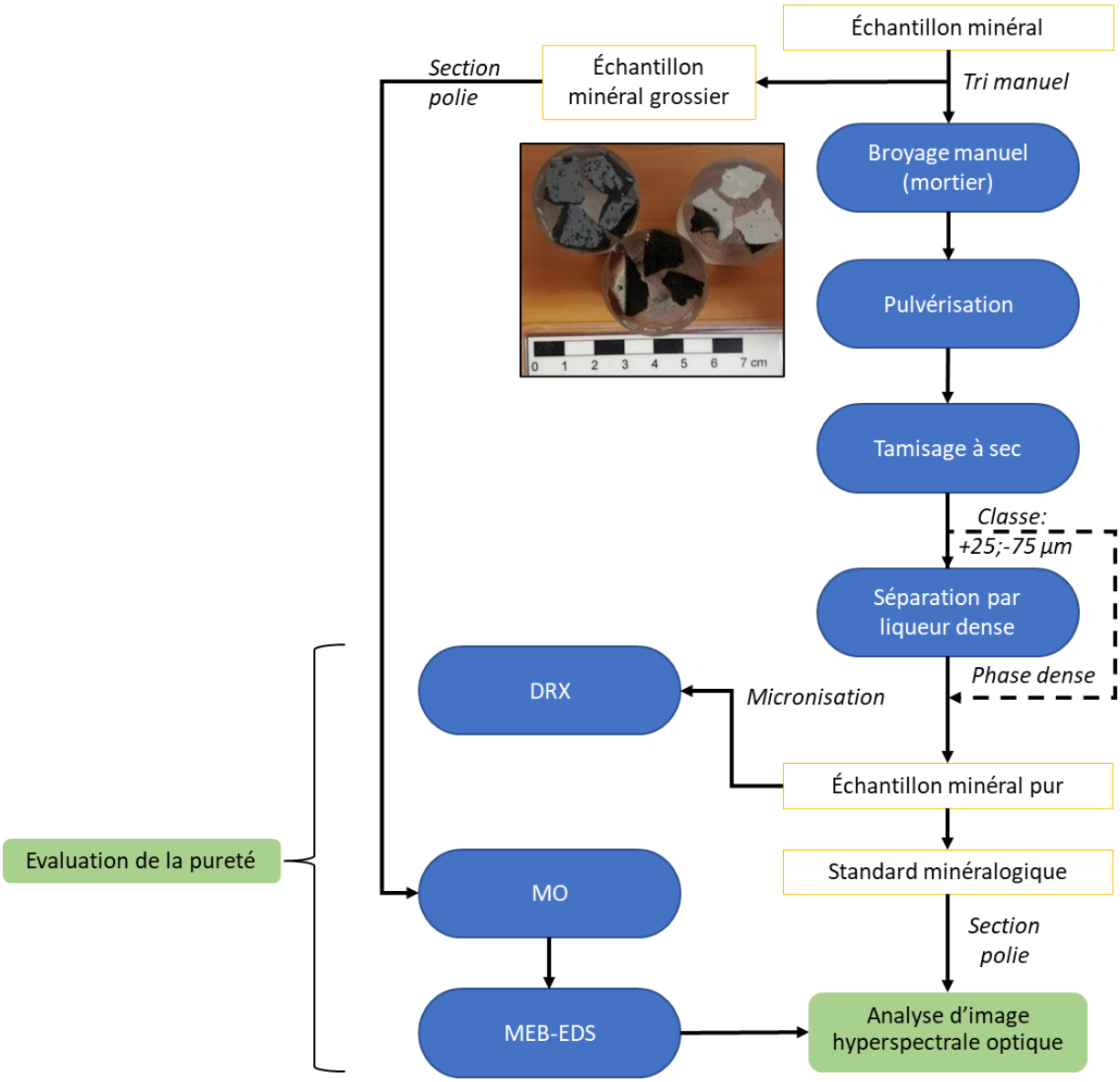


Figure 4.4 Méthodologie générale pour la préparation et évaluation de la pureté des minéraux et échantillons de minéraux étudiés.

La liste des 26 différents minéraux étudiés est donnée par le Tableau 4.2, chacun ayant un intérêt métallurgique (e.g. chalcopyrite) et/ou contenant des éléments délétères en lien avec des considérations environnementales (i.e. générateur de DMA et/ou contaminants, e.g.

l'arsénopyrite). L'annexe H donne l'origine et les résultats d'évaluation de pureté (i.e. les analyses DRX).

Tableau 4.2 Liste des minéraux étudiés et compositions des standards minéralogiques fabriqués.

Minéral	**Formule**	**Standard sulfures 1**	**Standard sulfures 2**	**Standard Cu**	**Standard oxydes**	**Standard basse réflectance**	**Standard As**
Arsénopyrite	$AsFeS_2$	15,00%	14,28%	-	-	-	33,33%
Awaruite	$Ni_{2,5}Fe$	-	-	-	-	-	-
Bornite	Cu_5FeS_4	-	-	25,00%	-	-	-
Chalcocite	Cu_2S	-	-	25,00%	-	-	-
Chalcopyrite	$CuFeS_2$	15,00%	14,28%	25,00%	-	-	-
Covellite	CuS	-	-	?	-	-	-
Cuivre natif	Cu						
Cuprite	Cu_2O	-	-	25,00%	-	-	-
Galène	PbS	15,00%	14,28%	-	-	-	-
Gersdorffite	NiAsS	-	-	-	-	-	33,33%
Goethite	FeO(OH)	-	-	-	33,33%	-	-
Graphite	C	-	-	-	-	25,00%	-
Hématite	Fe_2O_3	-	-	-	43,00%	7,24%	-
Heazlewoodite	Ni_3S_2	-	-	-	-	-	-
Ilménite	$FeTiO_3$	-	-	-	23,67%	17,75%	-
Löllingite	$FeAs_2$	-	-	-	-	-	33,33%
Molybdénite	MoS	-	-	-	-	25,00%	-
Magnétite	Fe_3O_4	-	-	-	-	-	-
Millérite	NiS	-	-	-	-	-	-
Nickéline	NiAs	-	-	-	-	-	-
Or	Au	10,00%	-	-	-	-	-
Pyrite	FeS_2	15,00%	14,28%	-	-	-	-
Pyrrhotite	$Fe_{(1-x)}S$, $0<x<0,17$	15,00%	14,28%	-	-	-	-
Pentlandite	$(Fe,Ni)_9S_8$	-	-	-	-	-	-
Sphalérite	ZnS	15,00%	14,28%	-	-	25,00%	-
Stibine	Sb_2S_3	-	14,28%	-	-	-	-
Total		100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	10000%	100,00%

Certains échantillons de minéraux (pulvérisé et tamisé entre 25 et 75 µm) ont été utilisés pour créer de nouveaux standards minéralogiques en SP (Tableau 4.2) toujours selon la méthode basée sur la théorie de Delesse (1866) (section 3.4.1.1). Le but a été d'imposer des défis pour la méthode de classification minéralogique basée sur les données de mesures hyperspectrales. Ainsi, le standard de Cu regroupe les minéraux porteurs de Cu où une analyse chimique simple ne permet pas de déterminer la composition minéralogique exacte du standard (de la même façon pour le standard de minéraux d'As et d'oxydes). Les standards de sulfures (1 et 2) regroupent ainsi les minéraux de sulfures communs et le standard à réflectance basse regroupe les minéraux présentant des réflectances similaires et basses où peut apparaitre le phénomène de recouvrement de réflectance (Lane et al., 2008; Pirard, E., 2018) compliquant la méthode de classification minéralogique développée.

Les différents échantillons de minerais et/ou les échantillons de minéraux grossiers mis en SP ont été aussi utilisés pour développer la méthode de classification minéralogique basée sur les données de mesures hyperspectrales. En effet, l'annexe H rapporte une certaine variabilité minéralogique sur certains échantillons de minéraux provenant du fournisseur Minroc®. Cette variabilité minéralogique a été ainsi déterminée par simple inspection optique et utilisée pour développer la méthode hyperspectrale optique.

4.1.2.2 Méthode de mesure de réflectance hyperspectrale optique

Afin d'obtenir une base donnée de réflectance basée sur la mesure hyperspectrale obtenue par la caméra de Resonon© utilisée, une méthode a été développée et est résumée par la Figure 4.5.

Le principe a été de traiter les données brutes hyperspectrales (i.e. donnée de cube hyperspectral avec mesure de luminosité) et de les convertir en donnée de réflectance. Les données brutes hyperspectrales obtenues grâce au logiciel de Resonon©, i.e. Spectronon®, sur les minéraux étudiés, ont été d'abord acquises. Deux approches ont été adoptées (Figure 4.5) :

- Une acquisition des données brutes sur des zones des échantillons grossiers avec sélection des données du cube hyperspectrale en résultats des zones jugées comme étant homogènes par inspection optique à l'aide du logiciel Spectronon®;

- Une acquisition des données brutes sur des zones homogènes toujours sur les échantillons grossiers, mais sans déplacement de la platine lors de l'acquisition linéaire de la caméra hyperspectrale. Cela a permis d'obtenir une seule ligne de pixel prise par la caméra, mais plusieurs fois. Tout le cube hyperspectral obtenu a été ainsi sélectionné avec le logiciel pour la suite.

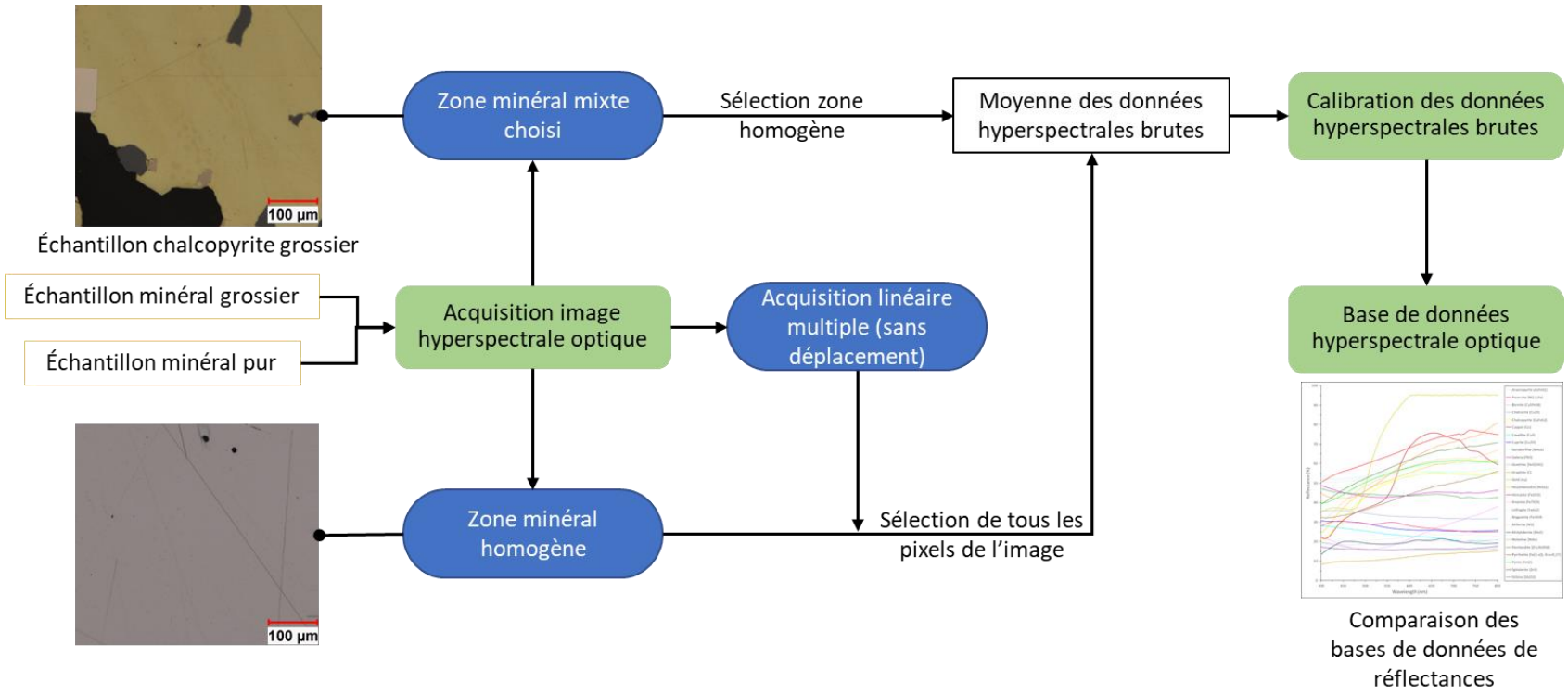


Figure 4.5 Méthodologie d'acquisition base de données de réflectance minérale hyperspectrale optique.

Toutes les données hyperspectrales brutes ont été ensuite moyennées selon les différents minéraux étudiés et calibrées selon le standard de réflectance utilisé pour l'étude (i.e. Thorlabs© de référence PF10-03). La caméra hyperspectrale a été calibrée selon ce standard de réflectance et la source de lumière halogène pour calibrer son niveau de blanc et son temps d'exposition et cela selon les mêmes paramètres pour tous les minéraux étudiés. La courbe de réflectance de ce standard et la courbe d'émission de la source halogène sont données par la Figure 4.6. Un calcul de normalisation entre les données brutes de luminosité obtenues sur les cubes hyperspectraux sélectionnés de chaque phase minérale étudiée et la courbe de réflectance de ce standard Thorslab© a ainsi permis d'obtenir les mesures de réflectances hyperspectrales optiques pour chaque longueur d'onde (canaux) de la caméra Pika L® utilisée. Cette nouvelle base de données de réflectances des minéraux étudiés a été ensuite comparée aux bases de données connues de la littérature, i.e. Criddle et Stanley (1993) et López-Benito et al. (2020). Selon le spectre d'émission de la source de lumière halogène utilisée durant l'étude, les mesures de réflectance ont été limitées entre 400 et 800 nm.

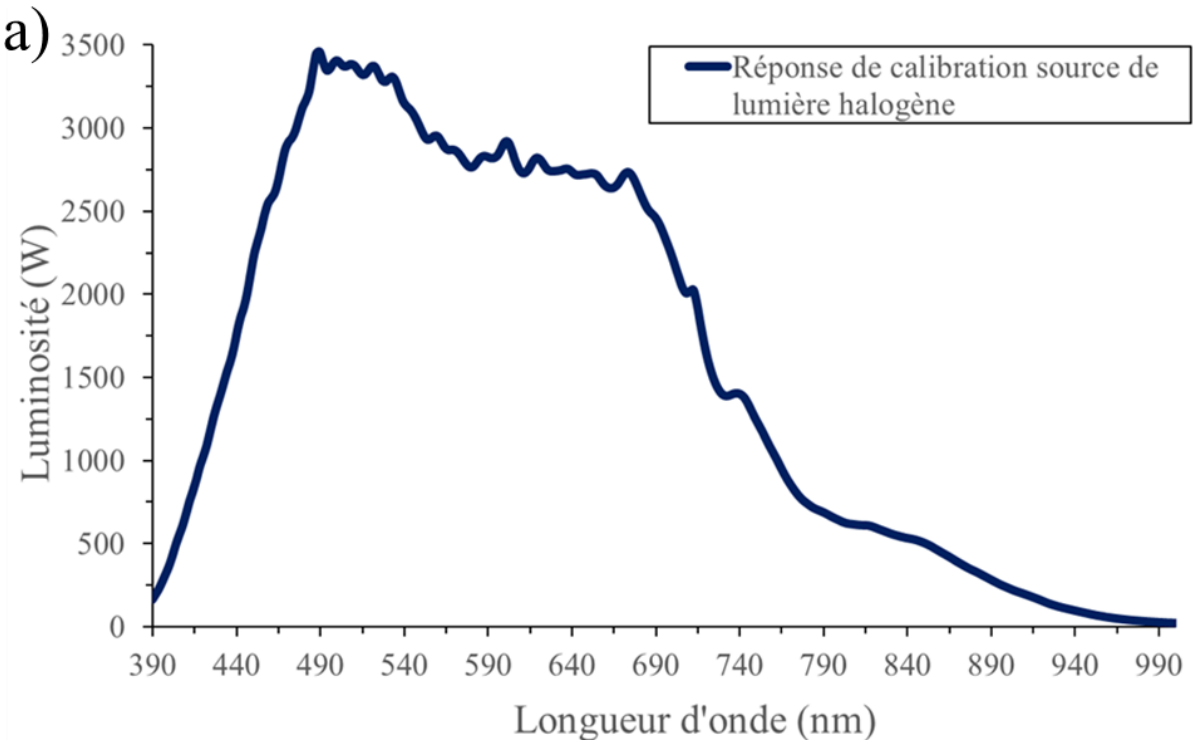


Figure 4.6 a) Spectre d'émission de la source de lumière halogène utilisés dans l'étude pour calibrer le MO hyperspectrale.

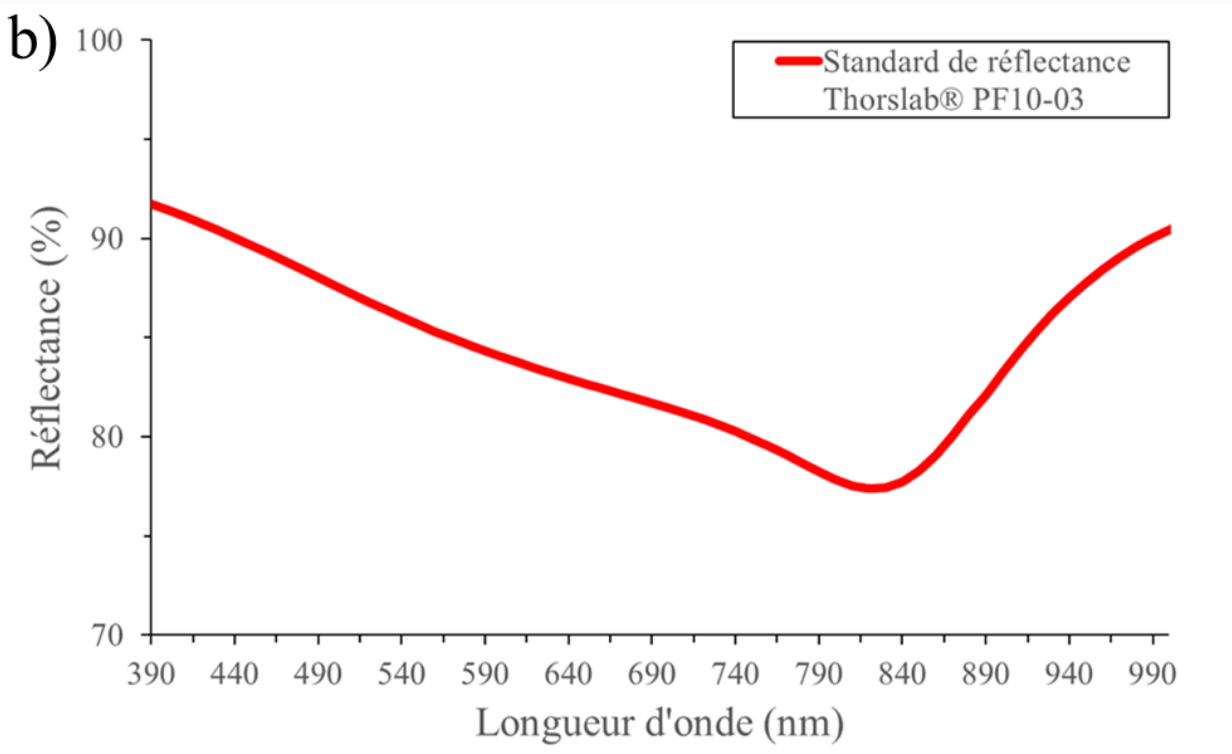
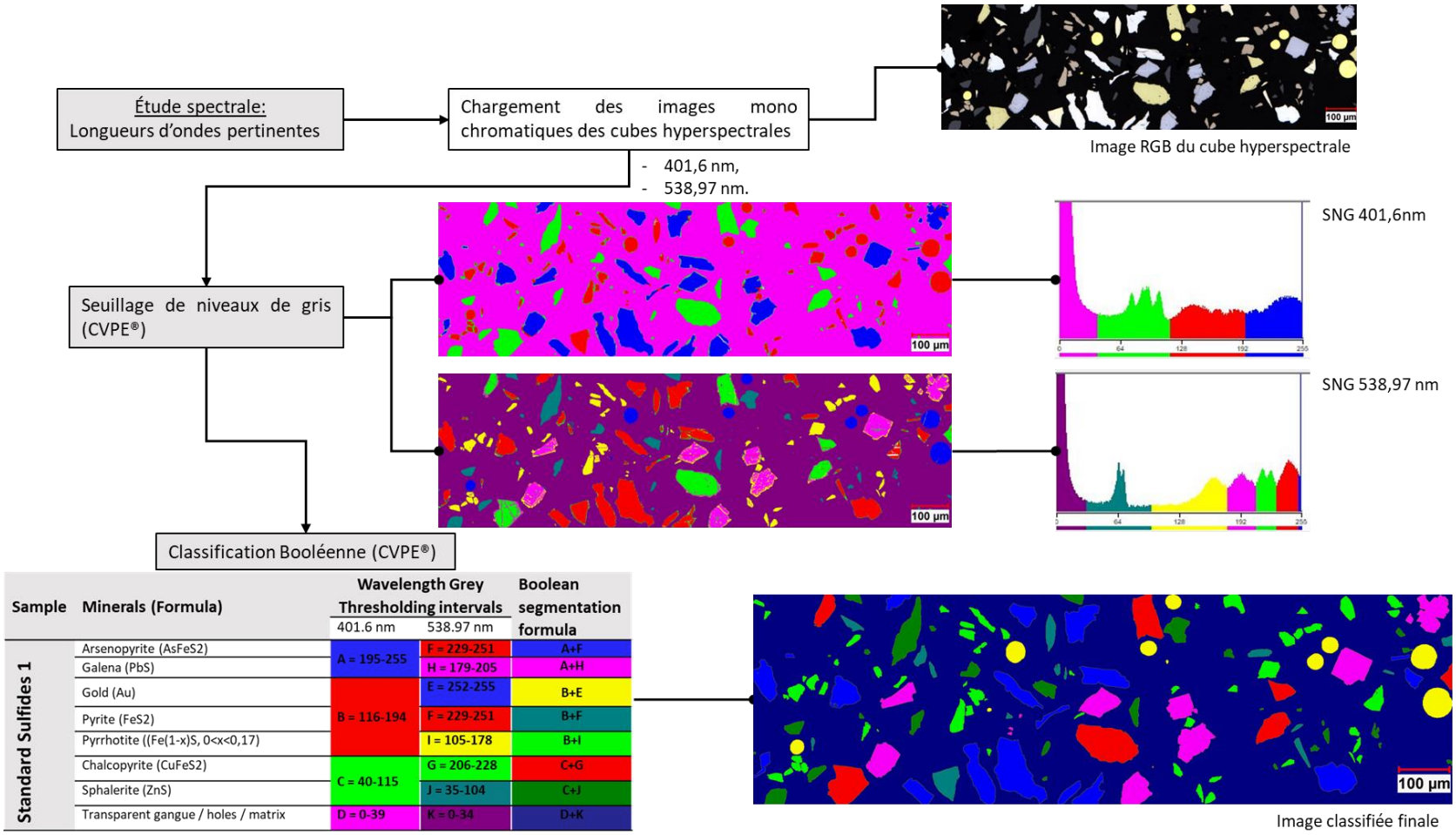


Figure 4.6 (suite) b) Spectre de réflectance du standard Thorslab©, PF10-03 utilisé dans l'étude pour calibrer le MO hyperspectrale.

4.1.2.3 Développement de la méthode de classification minéralogique hyperspectrale optique

Le développement de la méthode de classification minéralogique basée sur les données hyperspectrales optiques est résumé par la Figure 4.7 utilisant le standard de sulfure 1 comme exemple.

Ce développement se base sur l'extraction d'images monochromatiques de longueur d'onde choisie issue des cubes hyperspectraux optiques obtenus sur les différents échantillons étudiés, i.e. quelques échantillons de minéraux grossiers (présentant des variabilités minéralogiques observées optiquement) et quelques échantillons de minerais divers. À mentionner ici qu'une zone homogène avec le plus de variabilité minéralogique a été choisie pour chaque échantillon afin de permettre une segmentation de tous les minéraux présents. Le choix des longueurs d'onde a été fait manuellement à partir des bases de données de réflectances hyperspectrales acquises précédemment et de la connaissance des minéraux présents sur les échantillons étudiés.



Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	538.97 nm	
Standard Sulfides 1	Arsenopyrite (AsFeS2)	A = 195-255	F = 229-251	A+F
	Galena (PbS)		H = 179-205	A+H
	Gold (Au)	B = 116-194	E = 252-255	B+E
	Pyrite (FeS2)		F = 229-251	B+F
	Pyrrhotite ((Fe(1-x)S, 0<x<0,17)		I = 105-178	B+I
	Chalcopyrite (CuFeS2)	C = 40-115	G = 206-228	C+G
	Sphalerite (ZnS)		J = 35-104	C+J
	Transparent gangue / holes / matrix	D = 0-39	K = 0-34	D+K

Figure 4.7 Exemple sur l'échantillon de standard de sulfure 1 pour le développement de la méthode de classification minéralogique basé sur les mesures hyperspectrales optiques.

Le but a été de sélectionner jusqu'à un maximum de deux longueurs d'onde (canaux des cubes hyperspectraux) permettant de discriminer au mieux chaque phase minérale lors du traitement des données hyperspectrales dont elles sont issues. Ainsi, ces longueurs d'onde ont été choisies puisqu'elles donnent des réflectances aux minéraux considérés suffisamment différentes pour éviter le phénomène de recouvrement de réflectance (Lane et al., 2008; Pirard, E., 2018) lors de l'application de la méthode de classification, i.e. une différence de réflectance d'au moins 5% à la longueur d'onde considérée.

À la suite de l'extraction de ces images monochromatiques aux longueurs d'onde choisies, ces images ont été ouvertes avec le logiciel CVPE® afin d'adapter la routine « universelle » décrite en section 3.2.2.2. De la même façon que pour les autres travaux effectués de ce doctorat, l'adaptation de cette routine a compris des nouvelles définitions de signatures spectrales par SNG pour chaque phase minérale présente dans l'échantillon considéré selon les longueurs d'onde extraites afin de permettre une classification minéralogique finale selon un algorithme booléen (Figure 4.7).

4.1.3 Résultats

4.1.3.1 Base de données de réflectance hyperspectrale optique

La base donnée de réflectance basée sur l'analyse hyperspectrale optique développée sur les différents minéraux étudiés est donnée par la Figure 4.8.

La comparaison qui a pu être faite sur les données de réflectances connues de la littérature est relativement similaire. Certains artefacts sur les courbes de réflectances ont pu être observés, notamment le pic systématique vers 700 nm qui correspond à un pic d'émission de la source de lumière halogène qui n'a pas pu être corrigé lors des calibrations (Figure 4.6). De plus, certaines phases n'ont pas pu être directement comparées avec Criddle et Stanley (1993) puisque cette dernière base de données de réflectance prend en compte la biréflectance/pléochroïsme des minéraux (e.g. l'arsénopyrite, covellite, pyrrhotite, etc.). La méthode de mesure de réflectance hyperspectrale optique n'a en effet pas pris en compte ces comportements de réflectances particulières. Néanmoins, la comparaison avec la base de données de López-Benito et al. (2020) montre des comportements de réflectance des minéraux étudiés très similaires avec des variations de réflectance homologue dans le domaine visible entre 400 et 700 nm. La Figure 4.9 donne en exemple une comparaison pour les minéraux de sulfures communs.

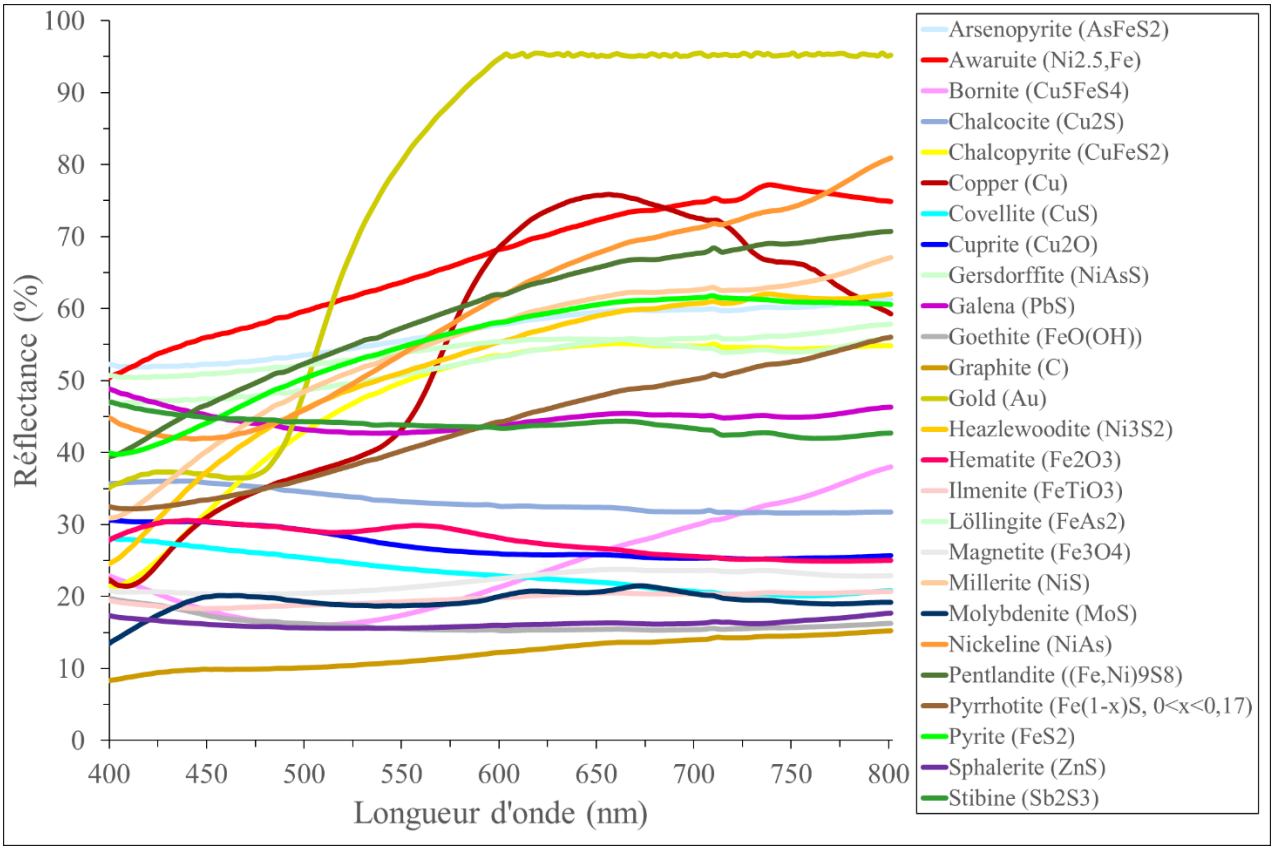


Figure 4.8 Base de données de réflectance hyperspectrale optique obtenue sur les différents minéraux étudiés.

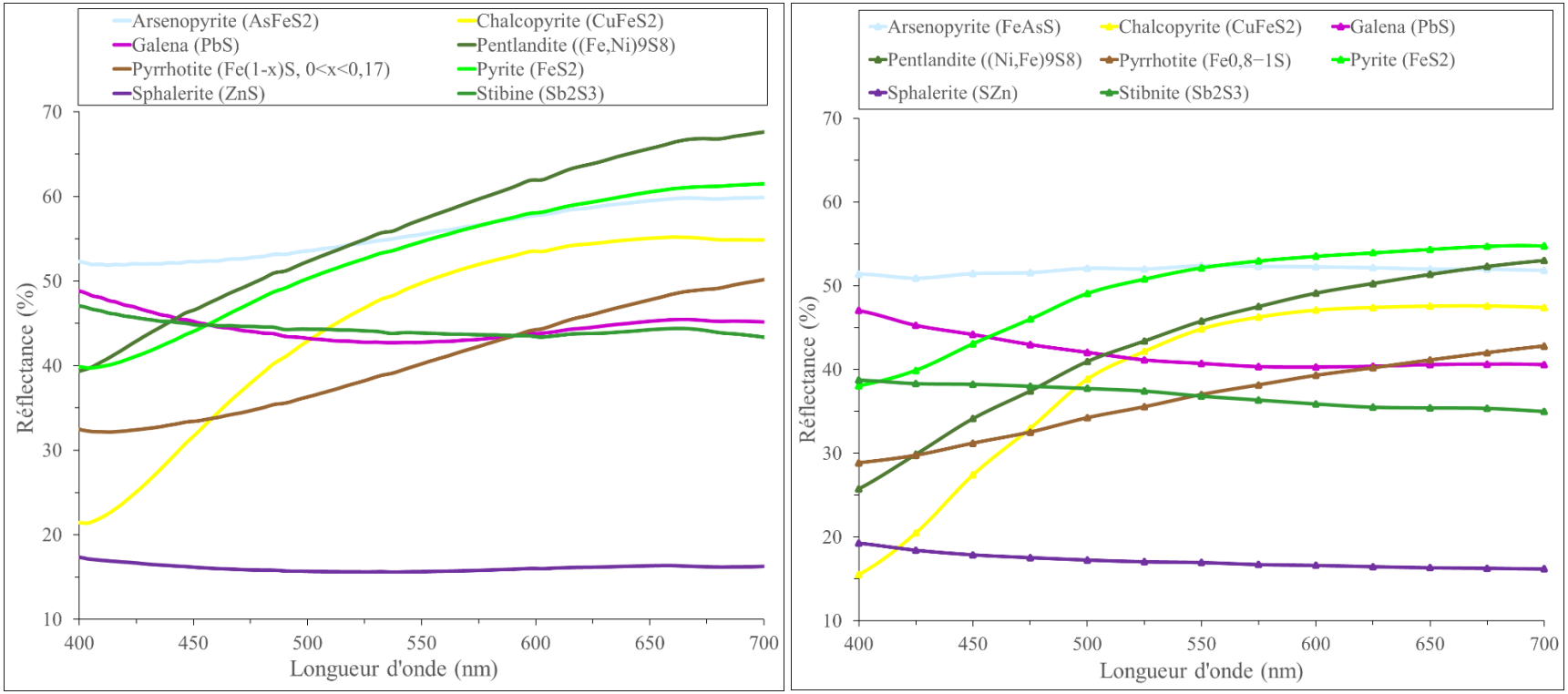


Figure 4.9 Comparaison entre les données de réflectances hyperspectrales optiques obtenues sur les minéraux de sulfures communs (gauche) et la base de données de réflectance des mêmes minéraux de López-Benito et al. (2020) (droite).

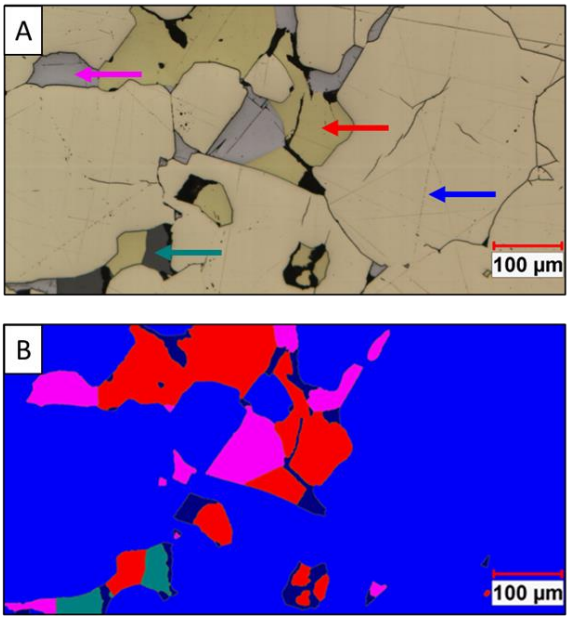
4.1.3.2 Classification minéralogique basée sur l'analyse hyperspectrale optique

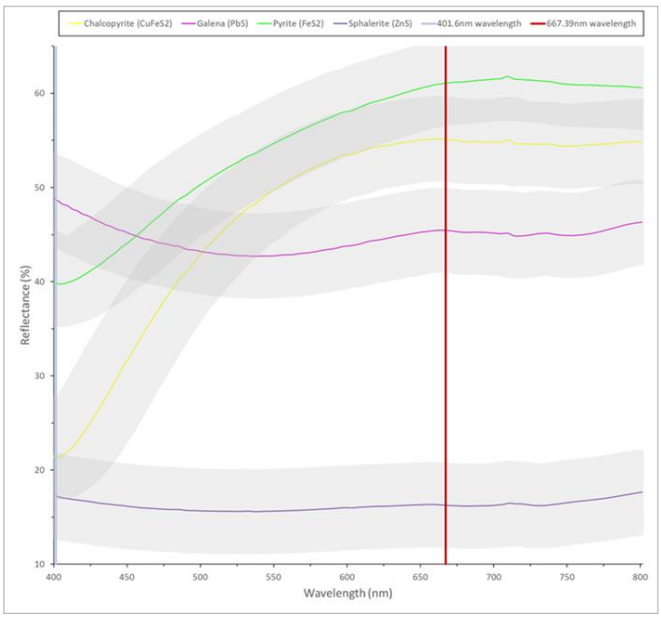
Le Tableau 4.3 donne les longueurs d'onde choisies pour permettre une classification minéralogique efficace sur les différents échantillons étudiés.

Tableau 4.3 Liste des longueurs d'onde pour chaque échantillon étudié pour permettre une classification minéralogique efficace avec les cubes hyperspectraux bruts acquis.

Échantillon	**Composition minéralogique**	**Longueurs d'onde choisies**
Hémo-ilmenite grossier	Millérite, hématite, ilménite.	444,24 nm, 801,2 nm.
Pyrite grossier	Pyrite, galène, chalcopyrite, sphalérite.	401,6 nm, 667,39 nm.
Pentlandite grossier	Pentlandite, pyrrhotite, chalcopyrite.	409,69 nm, 667,39 nm.
Chalcopyrite grossier	Arsénopyrite, pyrrhotite, chalcopyrite, sphalerite.	444,24 nm, 667,39 nm.
Millérite grossier	Pyrite, pentlandite, millérite.	401,6 nm, 801,2 nm.
Minerais de Dumont-Ni	Awaruite, pentlandite, heazlewoodite, magnétite.	415 nm, 575 nm.
Standard sulfures 1	Arsénopyrite, chalcopyrite, pyrrhotite, galène, or, pyrite, sphalérite.	401,6 nm, 538,97 nm
Standard sulfures 2	Arsénopyrite, chalcopyrite, pyrrhotite, galène, stibine, pyrite, sphalérite.	401,6 nm, 538,97 nm
Standard Cu	Chalcocite, cuprite, covellite, chalcopyrite, bornite.	420 nm, 570 nm.
Standard oxydes	Hématite, ilménite, goethite.	444,24 nm, 559,9 nm.
Standard réflectance basse	Hématite, ilménite, sphalérite, molybdénite, graphite.	401,6 nm, 673,79 nm.
Standard As	Arsénopyrite, gersdorffite, löllingite.	-

Tous les échantillons étudiés donnent une classification minéralogique efficace et propre grâce à la méthode développée selon les données brutes de cubes hyperspectraux acquis. Un exemple sur l'échantillon de pyrite grossier est donné par la Figure 4.10, les résultats de tous les échantillons étudiés sont donnés dans l'annexe I.





Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	667.39 nm	
Pyrite sample	Pyrite (FeS_2)	A = 147-255	E = 221-255	A + E
	Galena (PbS)	B = 96-146	G = 79-187	B + G
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 47-95	F = 188-220	C + F
	Sphalerite (ZnS)		H = 21-78	C + H
	Transparent gangue / holes	D = 0-46	I = 0-20	D + I

Figure 4.10 Classification finale obtenue selon la méthode d'imagerie hyperspectrale optique développée pour l'échantillon de pyrite grossier; (A) image RGB du cube hyperspectrale brute, (B) image classifiée finale.

Chaque figure présente l'image RGB issue du cube hyperspectral (A) et la même image segmentée par l'application de la routine développée sous CVPE® avec les données hyperspectrales choisies (B). De plus un graphique des courbes de réflectances des minéraux présents dans l'échantillon est donné avec la projection des longueurs d'onde utilisées. Un tableau résumant les valeurs de SNG utilisées pour chaque longueur d'onde avec la formule de l'algorithme booléen utilisé qui a permis de donner l'image segmentée finale est donné pour chaque échantillon.

Seule l'échantillon de standard d'As n'a pu donner une classification minéralogique finale efficace parce que l'échantillon présente des minéraux avec des réflectances très proches où le phénomène de recouvrement de réflectance est trop présent quel que soit les longueurs d'onde utilisées entre 400 et 800 nm. La méthode de classification minéralogique présente ainsi quelques limites qui ne demandent qu'à être améliorées. Cet aspect sera particulièrement discuté dans les chapitres suivants.

4.2 Autres études comparatives et cas d'application en contexte géométallurgique

4.2.1 Étude comparative de la microscopie optique automatisée sur concentrés de flottation du concentrateur LaRonde

Cette présente étude comparative sur les concentrés de flottation du concentrateur LaRonde des mines Agnico Eagle Limitées a été effectuée en collaboration avec ce dernier partenaire dans le cadre d'un stage MITACS et présentée dans le cadre d'un poster lors du Symposium de Rouyn entre le 14 et le 16 juin 2021.

Cette étude utilise donc le système de MOA présenté en section 3.2.2 avec une réadaptation de la routine universelle (section 3.2.2.2) pour pouvoir identifier et quantifier les minéraux présents dans les différents échantillons étudiés : pyrite, chalcopyrite, galène, sphalérite, énargite (Cu_3AsS_4), covellite (CuS) et tennantite ($(Cu,Fe)_{12}As_4S_{13}$). Les échantillons sont différents produits de flottations du concentrateur LaRonde, i.e. alimentation, concentrée de Pb, de Zn et de pyrite. Plusieurs images soumises à des filtres spectraux (436 nm, 514 nm, 585 nm et 665 nm) du système de MOA ont été ainsi acquises sur les SP. Le logiciel CVPE® a été utilisé pour l'acquisition, l'analyse et le traitement des images. L'analyse et le traitement de ces images multispectrales optiques ont permis l'identification des différents minéraux, mais aussi la quantification des paramètres minéralogiques suivants : composition modale, granulo-minéralogie, degrés de libération/d'exposition et associations minéralogiques.

Une étude comparative entre les résultats obtenus en MOA et les résultats obtenus à l'aide d'un système QEMSCAN® sur les mêmes SP de produits de flottation. Cette comparaison a été permise en normalisant les données QEMSCAN® aux minéraux opaques et en convertissant les résultats de composition modale du MOA en wt. %.

Ces résultats ont montré des compositions modales très proches entre les deux techniques d'analyse. Généralement, chaque phase minérale montre une différence de pourcentage modal de l'ordre de 5 wt. % à moins de 10 wt. % entre les deux résultats obtenus (Figure 4.11). Les erreurs d'identification se sont avérées être principalement reliées à des défauts de préparation des SP et d'analyses multispectrales; i.e. les effets de bordure que présentent les particules de galène donnant

une mauvaise identification en énargite (Lane et al., 2008; Pirard, E., 2018), qui peuvent être améliorés.

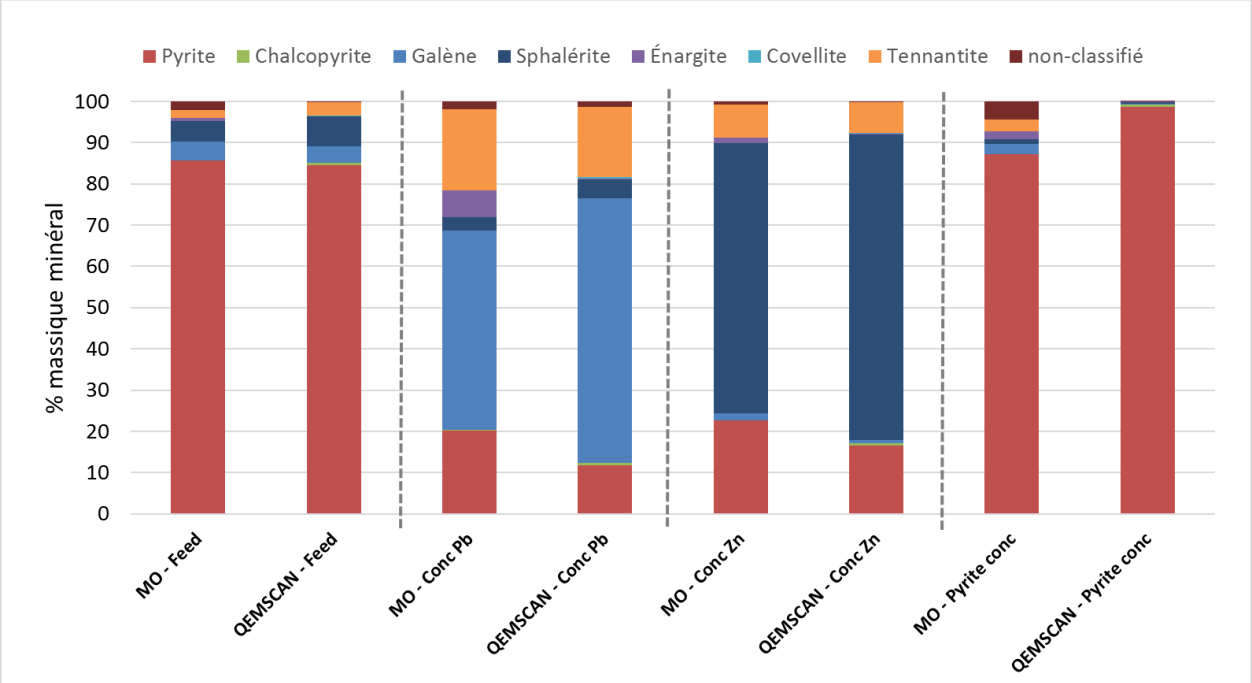


Figure 4.11 Étude comparative sur la composition modale (sulfures) entre analyses optiques (MO) et analyses QEMSCAN® sur les échantillons de flottation étudiés (Feed : alimentation; Conc Pb : concentré de Pb; Conc Zn : concentré de Zn; Conc Py : concentré de pyrite).

4.2.2 Minéralogie automatisée en microscopie optique pour l'attribution de domaines géométallurgique du projet Dumont Nickel, Amos, Québec

Une seconde étude de cas en contexte géométallurgique sur des échantillons du projet de mine Dumont Nickel de Magneto Investments L.P., qui fait suite directe à l'article 5 (annexe F, section 3.5.1), a été présenté à la conférence *Canadian Mineral Processors* section nord-ouest québécoise (CMPNOQ) le 29 septembre 2022.

L'objectif général est de vérifier la capacité du MOA utilisé (i.e. celui décrit en section 3.2.2) d'attribuer le domaine géométallurgique du projet Dumont Nickel adéquat à partir des données de quantification minéralogique du système de *Clemex Technologies*. Une comparaison de ces attributions, selon l'analyse QEMSCAN® fournie par le partenaire Magneto Investisments faite sur les mêmes 12 échantillons frères, également fournis par le partenaire, a été étudiée. L'objectif est de vérifier que la solution de caractérisation minéralogique automatisée par MOA pourrait

permettre d'attribuer correctement le domaine géométallurgique approprié nécessaire aux futures opérations du projet minier Dumont Nickel. Le contexte du développement du projet minier est rappelé par l'article 5, annexe F Cette section présentera la méthodologie générale de l'étude ainsi que les résultats.

4.2.2.1 Méthodologie générale

4.2.2.1.1 Présentations des échantillons

La méthodologie d'analyse QEMSCANS® faite sur les échantillons étudiés est exactement la même que celle présentée par l'article 5 et a permis de quantifier les principales phases minérales pour l'attribution des domaines géométallurgiques adéquats. Le Tableau 4.4 donne ces résultats d'attribution selon la quantification de la Sp-Fe et le rapport minéralogique Hz/Pn.

Tableau 4.4 Attribution des domaines des échantillons étudiés selon les résultats du QEMSCAN® (Sp-Fe : serpentine riche en fer; Hz/Pn : rapport heazlewoodite sur pentlandite).

Échantillon	Sp-Fe (wt. %)	Pentlandite (wt. %)	Heazlewoodite (wt. %)	Hz/Pn	Attribution du domaine géométallurgique
Exp_387	0,56	0,73	0,36	0,49	Pentlandite Dominant
Exp_393	17,44	0,05	0,00	0,10	Serpentine riche en Fe
Exp_395	16,29	0,47	0,00	0,00	Serpentine riche en Fe
Exp_409	5,08	0,02	0,24	10,13	Heazlewoodite Dominant
Exp_416	10,91	0,01	0,33	60,95	Heazlewoodite Dominant
Exp_447	0,98	1,32	0,00	0,00	Pentlandite Dominant
Exp_448	1,03	0,79	0,47	0,60	Pentlandite Dominant
Exp_453	2,60	0,64	0,53	0,82	Pentlandite Dominant
Exp_462	2,64	0,01	0,02	1,44	Sulfuré Mixte
Exp_464	9,32	0,23	0,25	1,13	Sulfuré Mixte
Exp_465	3,32	0,05	0,14	2,85	Sulfuré Mixte
Exp_495	0,47	1,95	0,59	0,30	Pentlandite Dominant

4.2.2.1.2 Préparation des échantillons

Ces mêmes échantillons pères ont donc été fournis par le partenaire et préparés selon un protocole d'échantillonnage adéquat afin d'obtenir des échantillons fils broyé pour les analyses

sous MOA. L'échantillonnage approprié est basé sur une réadaptation de la théorie d'échantillonnage de Pierre Gy (Gy, 2012) pour la préparation des SP qui a été présenté dans la section 3.3 (article 1, annexe A). L'objectif est de proposer une stratégie d'échantillonnage en fonction des propriétés minérales des échantillons. Le but est de trouver la taille de grain appropriée pour permettre à la fois une analyse optique représentative et un nombre correspondant de SP qui ne dépasse pas une SP en accord avec le contexte de la future exploitation minière du projet minier Dumont Nickel. Les facteurs d'échantillonnage donnés par le Tableau 4.5 ont été choisis en fonction de l'analyse QEMSCAN® fournie par le partenaire. La teneur des MI (i.e. awaruite, pentlandite et heazlewoodite) a_L corresponds aux teneurs moyennes de ces minéraux dans les échantillons étudiés. De la même manière, la masse spécifique du MI δ_a corresponds à la masse spécifique moyenne des MI (Tableau 4.5). Pour les autres facteurs d'échantillonnage, des valeurs de facteurs standards ont été choisies (Tableau 4.5).

Ces valeurs précédentes (Tableau 4.5) donnent un facteur d'hétérogénéité K égal à 832,65 g/cm^3. En fonction du facteur K précédent et d'une ligne d'erreur d'échantillonnage fondamentale fixée pour cette étude ($\sigma(EF) = 0{,}25$), une courbe de sécurité est tracée (Figure 4.12). Cette courbe de sécurité propose une relation entre la taille maximum des particules d dans le matériau (taille du tamis) et la masse admissible de l'échantillon. Par conséquent, la Figure 4.12 est utilisée pour échantillonner la masse appropriée (pour un nombre approprié de SP) en fonction des tamis de taille de particule disponibles lors de la préparation de l'échantillonnage.

Selon la Figure 4.12, une taille maximale de 425 µm est recommandée pour atteindre une préparation d'échantillonnage appropriée d'une SP pour chaque échantillon étudié. Un temps de broyage des échantillons permettant d'atteindre des tailles de particules estimées adéquates (425 µm) a été déterminé en utilisant un pulvérisateur planétaire; le broyage manuel a également été envisagé. Après homogénéisation et échantillonnage par *micro-riffleur*, une masse ne dépassant pas 1 g par échantillon a été mise en SP à l'aide de la résine acrylique étudiée en section 3.4.

Tableau 4.5 Valeurs des facteurs d'échantillonnage utilisés pour élaborer une préparation d'échantillonnage en fonction des propriétés des échantillons étudiés (MI : minéraux d'intérêt).

Facteur d'échantillonnage	**Valeurs choisies**	**Signification des valeurs**
Teneur des MI a_L	0,27%	Teneur moyenne des MI
Masse spécifique des MI δ_a	6,02 g/cm^3	Masse spécifique moyenne des MI
Masse spécifique des minéraux de gangue δ_g	2,8 g/cm^3	Masse spécifique standard de la gangue silicatée
Facteur de libération l	1	Valeur où l'erreur fondamentale peut être la plus élevée (cas standard)
Facteur de forme des particules f	0,5	Valeur standard pour la plupart des cas (Gy, 2012)
Facteur de distribution granulométrique g	0,75	Valeur standard lorsque la préparation du tamisage est utilisée pendant l'échantillonnage.
Écart-type maximal de l'erreur fondamentale $\sigma(EF)$	0,25	Écart-type arbitraire choisi pour obtenir une erreur d'échantillonnage modérée.

4.2.2.1.3 Analyse automatisée en microscopie optique

L'appareil et la méthodologie d'analyse minéralogique opérés par le MOA est la même que celle décrite par l'article 5, annexe F et la section 3.2.2 où la routine « universelle » a été réadaptée pour identifier et quantifier adéquatement les phases minérales présents dans les échantillons. Un point cependant diffère de l'article 5 puisqu'un filtre à 405 nm a été utilisé (en plus du filtre à 436 nm) pour définir des signatures spectrales plus efficaces afin de discriminer chaque phase lors des algorithmes de classification booléenne opérés par le logiciel CVPE®. L'utilisation de cette longueur d'onde a permis d'optimiser les algorithmes de traitements d'images multispectrales pour la classification en diminuant le temps d'acquisition des images multispectrales et de traitement effectué par le MOA tout en évitant le phénomène d'aberration chromatique qui a posé problème lors de l'étude précédente sur les échantillons de Dumont Nickel (article 5, annexe F). Le Tableau 4.6 donne les valeurs de SNG de chaque minéral opaque détecté sur les échantillons en fonction des longueurs d'onde choisies et de l'algorithme booléen associé et introduit dans la routine adaptée.

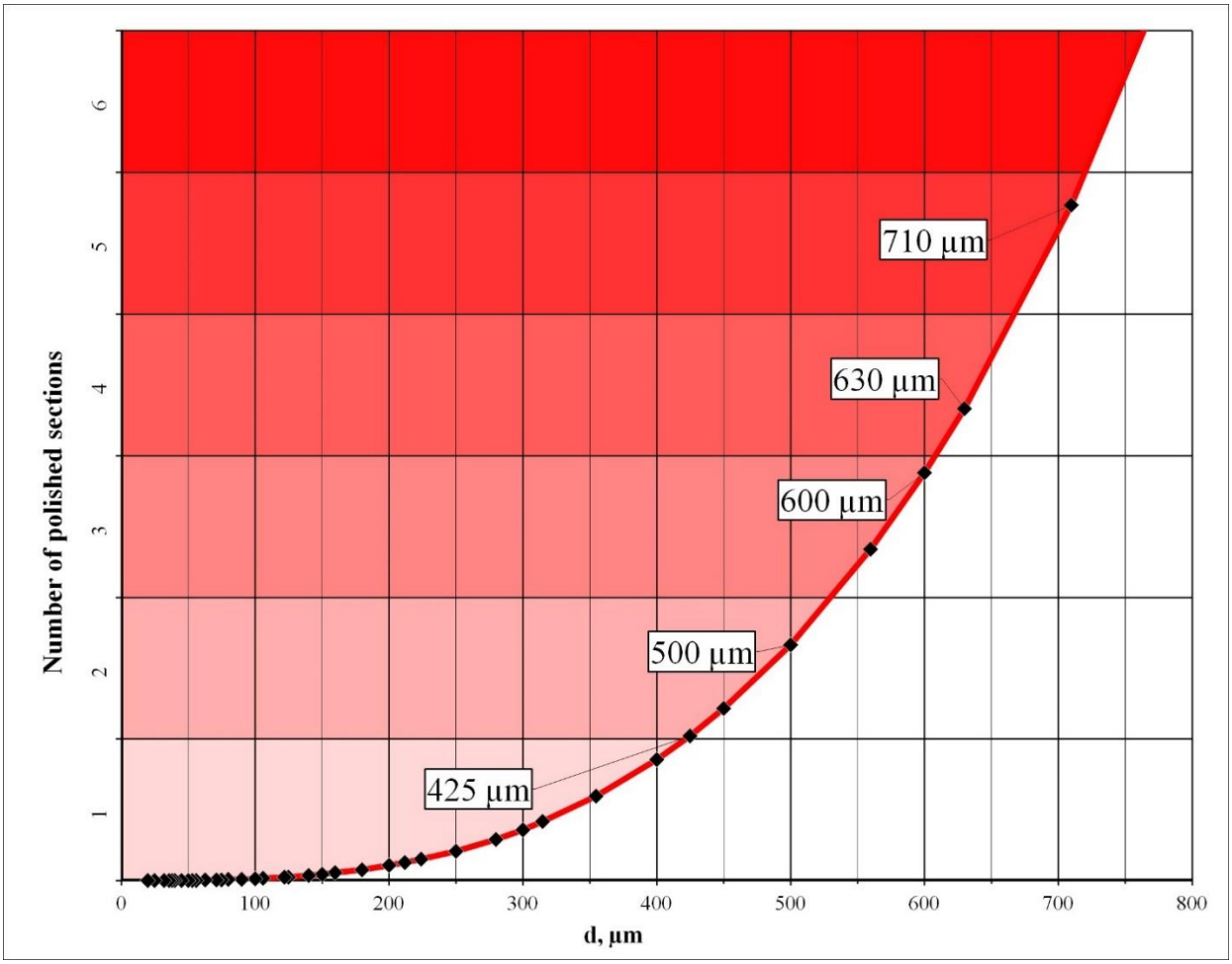


Figure 4.12 Nombre de SP qu'il est recommandé de préparer en fonction de la taille maximale du sommet d (tamis granulométrique disponible) selon les propriétés du matériau échantillonné (concentration de MI $a_L = 0.27\%$, facteur de forme des particules $f = 0{,}5$, facteur de distribution granulométrique $g = 0{,}75$, masse spécifique du MI $\delta a = 6.02 g/cm3$, et masse spécifique de la gangue $\delta g = 2.6\ g/cm3$ donnent un facteur $K = 832.65\ g/cm3$) ; écart-type maximal de l'erreur fondamentale fixé $\sigma(EF) = 0{,}25$.

Tableau 4.6 Valeurs de SNG de chaque minéral opaque détecté sur les échantillons étudiés en fonction des longueurs d'onde (405 nm, et 436 nm) pour effectuer l'identification/segmentation par analyse multispectrale d'image optique avec algorithmes booléens opérés avec le logiciel CVPE®.

Mineral	**SNG 405 nm**	**SNG 436 nm**	**Algorithme booléen**	**Couleur *bitplane***
Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	A :231-255	D :204-255	A+D	
Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	B :184-230	E :150-203	B+E	
Heazlewoodite (Ni_3S_2)	C :116-183	E :150-203	C+E	
Magnetite (Fe_3O_4)	C :116-183	F :104-149	C+F	
Chromite ($FeCr_2O_4$)	C :116-183	G :88-103	C+G	

La routine adaptée aux échantillons permet donc l'acquisition d'une image segmentée pour chaque champ d'image sur les SP analysés par le MOA. Figure 4.14 montre des exemples d'images segmentées obtenues par le MOA sur les échantillons de l'étude de l'article 5 (Exp_440, Exp_390, Exp_498, Exp_466).

4.2.2.2 Résultats

Après une préparation mécanique et de SP des échantillons étudiés (12), les échantillons ont été analysés par MOA. Cette méthode fournit des informations minéralogiques détaillées sur la composition minéralogique, le *Ni-deportment* des phases opaques, la libération et la variabilité de ces facteurs minéralogiques. Pour cette étude, seule la composition modale des échantillons a été considérée. Les résultats obtenus sont représentés dans la Figure 4.15. Il est important de noter que le MOA ne détecte que les minéraux opaques (par exemple, la magnétite, l'awaruite, etc.) et l'appareil fournit l'abondance minéralogique en vol. %. Par conséquent, les résultats de la composition modale ne peuvent pas être directement comparés aux résultats du QEMSCAN®.

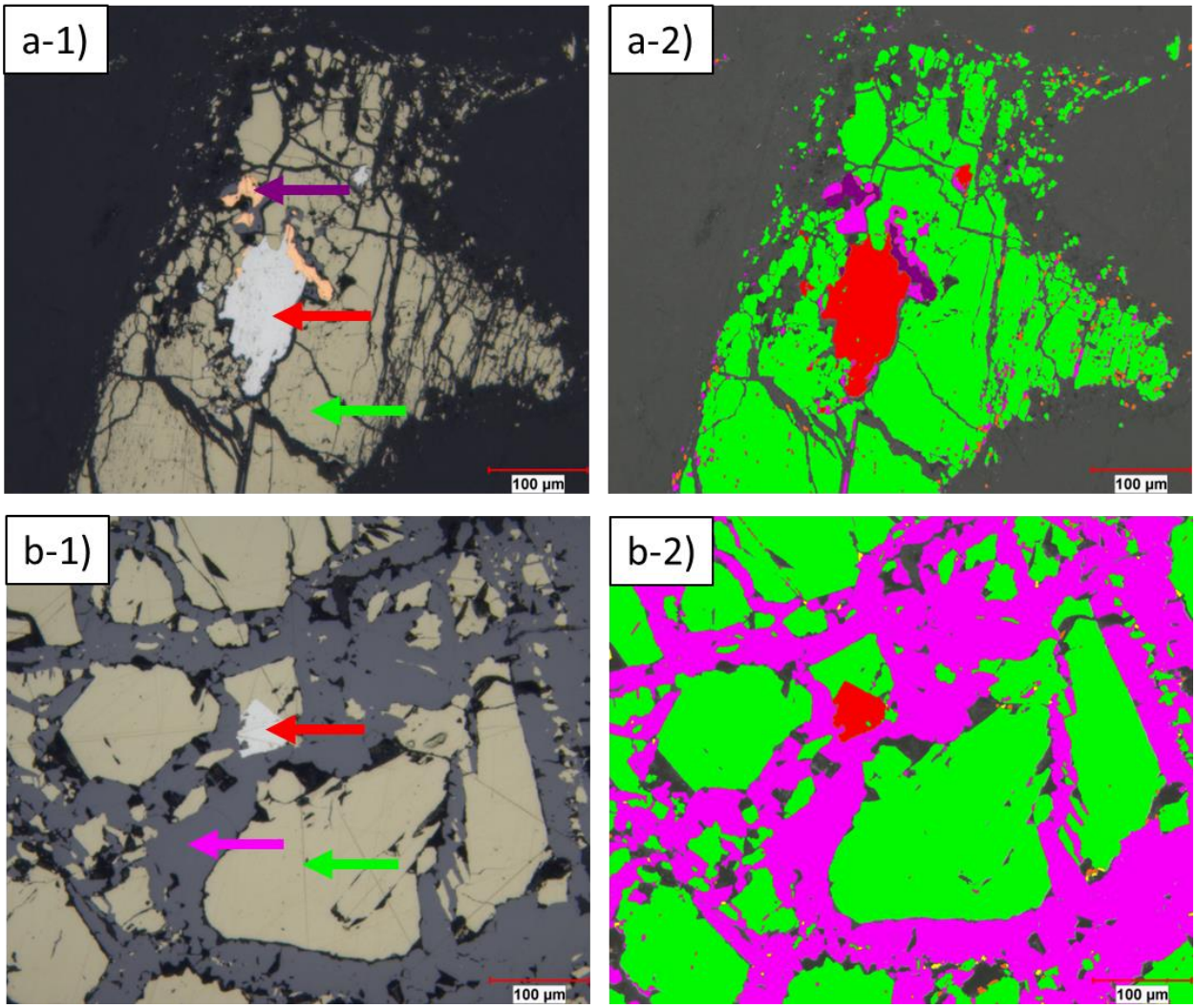


Figure 4.13 (1) Images en LPNA des échantillons étudiés en article 5, (2) images segmentées obtenues par le MOA selon la routine adaptée pour l'étude; a) échantillon de domaine serpentine riche en Fe (Exp_440), échantillon du domaine pentlandite dominant (Exp_390).

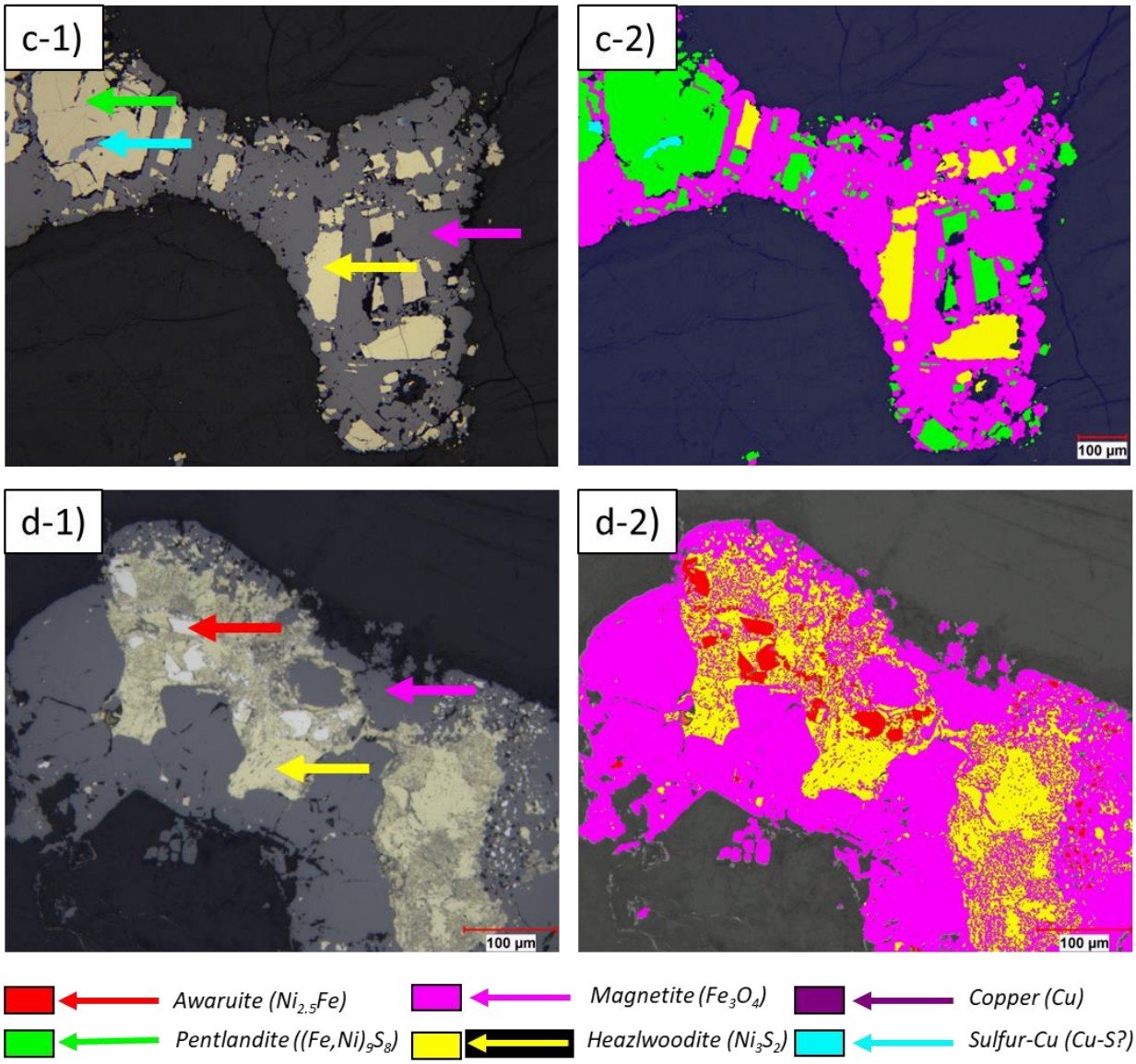


Figure 4.14 (suite) (1) Images en LPNA des échantillons étudiés en article 5, (2) images segmentées obtenues par le MOA selon la routine adaptée pour l'étude; c) échantillon du domaine sulfure mixte (Exp_498), d) échantillon de domaine heazlewoodite dominant (Exp_466).

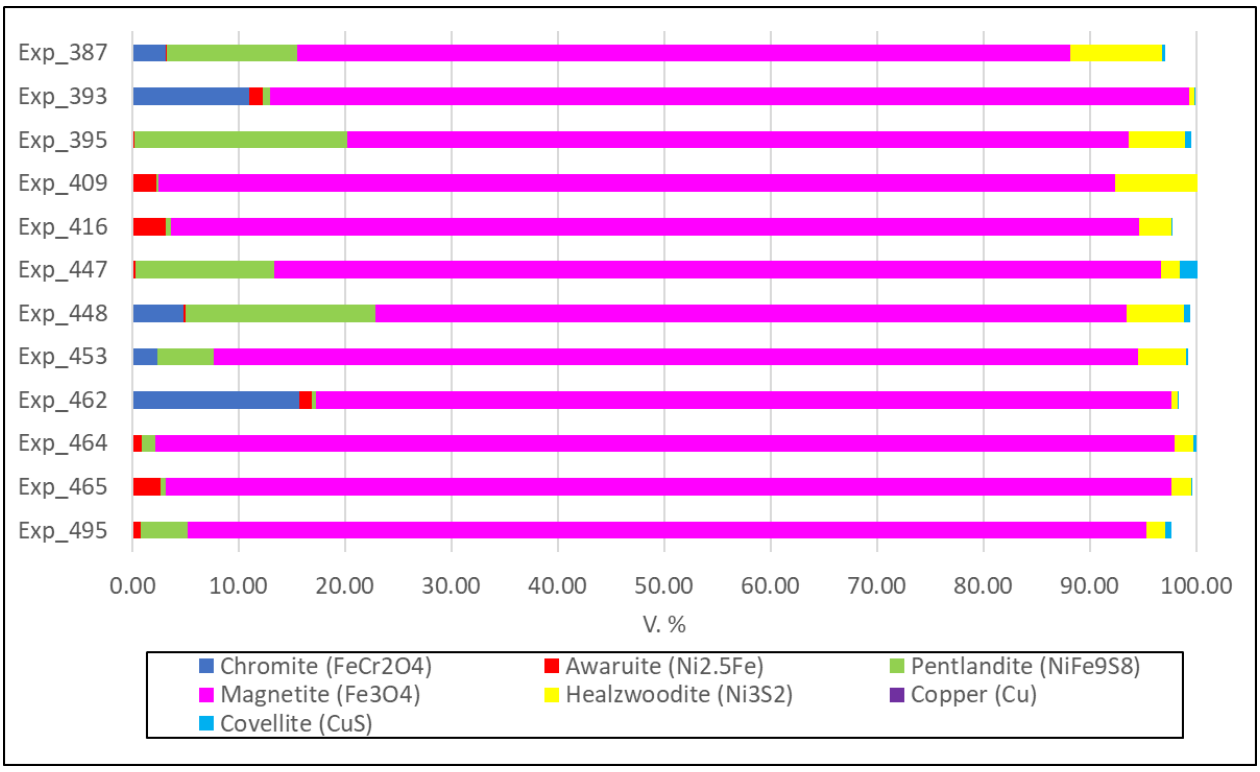


Figure 4.15 Résultats de la composition modale par MOA sur les 12 échantillons étudiés.

L'attribution géométallurgique comparative des échantillons étudiés est particulièrement définie en fonction du rapport minéralogique Hz/Pn. Bien que cette attribution dépende également de la quantification de Sp-Fe et parce que le MOA n'a pas la capacité de détecter ce type de particule minérale (minéral transparent), cette étude se concentre uniquement sur l'attribution géométallurgique selon le rapport minéralogique Hz/Pn. Le Tableau 4.7 présente l'abondance minérale des minéraux nickélifères détectables par le MOA normalisé à la quantification des minéraux opaques, les résultats du calcul du rapport minéralogique Hz/Pn, l'attribution du domaine géométallurgique selon ces précédents résultats, et les résultats de la comparaison avec les résultats du QEMSCAN®. Le symbole "☑" dans la colonne de comparaison, QEMSCAN® du Tableau 4.7 indique que les résultats du MOA attribuent le même domaine géométallurgique que les résultats du QEMSCAN® ; sinon, le symbole "☒" est utilisé.

Tableau 4.7 Abondance minérale des minéraux nickélifères détectables par le MOA (i.e. awaruite, pentlandite et heazlewoodite), résultats du calcul du rapport minéralogique Hz/Pn ; attribution du domaine géométallurgique et comparaison QEMSCAN® sur les échantillons étudiés.

Échantillon	**Awaruite (vol. %)**	**Pentlandite (vol. %)**	**Heazlewoodite (vol. %)**	**Hz/Pn**	**Attribution domaine géométallurgique**	**QEMSCAN® comparaison**
Exp_387	0,07	12,32	8,60	0,70	Pentlandite dominant	☑
Exp_393	1,31	0,73	0,46	0,62	Pentlandite dominant	☒
Exp_395	0,17	20,07	5,33	0,27	Pentlandite dominant	☒
Exp_409	2,22	0,20	8,15	39,77	Heazlewoodite dominant	☒
Exp_416	3,18	0,50	3,06	6,12	Heazlewoodite dominant	☑
Exp_447	0,28	13,10	1,71	0,13	Pentlandite dominant	☑
Exp_448	0,13	17,89	5,37	0,30	Pentlandite dominant	☑
Exp_453	0,00	5,28	4,53	0,86	Pentlandite dominant	☑
Exp_462	1,16	0,34	0,64	1,89	Sulfuré mixte	☑
Exp_464	0,86	1,30	1,75	1,34	Sulfuré mixte	☑
Exp_465	2,64	0,47	1,87	3,94	Sulfuré mixte	☑
Exp_495	0,82	4,43	1,81	0,41	Pentlandite dominant	☑

Seuls les échantillons Exp_393 et Exp_395 ont une attribution de domaine géométallurgique incorrecte par rapport aux résultats du QEMSCAN® : le MOA a attribué le domaine pentlandite dominant au lieu du domaine serpentine riche en Fe selon les résultats de QEMSCAN®. Comme il est déjà mentionné, le MOA ne fait pas de distinction entre les différents minéraux de gangue (y compris Sp-Fe) et la résine de l'échantillon de SP pendant l'analyse; une recommandation afin de mieux définir ce domaine est donné en section 5.3.2.

Chapitre 5 Discussion générale

Les différentes méthodologies de préparation de SP, de développements de nouvelles techniques d'imagerie optique et de travaux d'études comparatives effectués au cours de ce doctorat ont permis de contribuer à l'amélioration de la technique de MOA. Tout l'enjeu de la thèse est de proposer cet outil pertinent, accessible techniquement et financièrement afin de caractériser la minéralogie d'un échantillon. Tout le long de cette thèse, il a été rappelé l'importance de la caractérisation minéralogique pour les différents aspects de la mine (exploration, traitement minéral et gestion environnementale) notamment en contexte géométallurgique, et ce, dès l'étape de l'exploration. Les différents travaux effectués au cours de ce doctorat ont permis l'écriture de cette présente discussion divisée en trois grandes parties selon les différents axes de recherche. Dans un premier temps, les enjeux concernant la représentativité des SP mais aussi des lames minces polies/lames minces seront soulevés en soulignant l'importance des procédures de QA/QC et de la réconciliation chimique/minéralogique pour la MOA. La seconde partie mentionnera les limites et enjeux de la MOA en mettant en avant l'importance de l'approche multitechnique pour la caractérisation minéralogique. La troisième partie évoquera les différentes limites qui ont été rencontrées lors des études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique de la technique de MOA. Ce chapitre est donc une discussion sur l'approche générale de la caractérisation minéralogique par MOA et n'a donc pas vocation à discuter des résultats de chacun des travaux; le lecteur est renvoyé aux articles situés en annexe de ce document de thèse.

5.1 Enjeux de la représentativité

La section 2.2.2 ainsi que les articles 2 (annexe C) et 3 (annexe D) ont remis en perspective les différents enjeux de la représentativité des SP, en mentionnant les différents aspects de cette représentativité, i.e. l'échantillonnage, l'importance d'une SP non biaisée et l'importance des méthodes de correction stéréologique et des calculs d'incertitudes des mesures minéralogiques. Chacun de ces points est vu en détail dans cette présente partie.

5.1.1 Compromis de l'échantillonnage pour la fabrication et l'analyse des sections polies

Afin de répondre à cette problématique générale, le premier aspect concernant l'échantillonnage a été premièrement étudié en proposant une nouvelle méthodologie

d'échantillonnage adaptée à la préparation de SP (article 2, annexe C). L'article en question met en avant l'importance de la stratégie d'échantillonnage, i.e. le nombre de SP à préparer selon la granulométrie de l'échantillon à atteindre par fragmentation. Cette stratégie est énormément guidée par les propriétés intrinsèques de l'échantillon à analyser en SP (notamment la teneur du MI). Ainsi, il est à remettre en perspective toutes les informations d'ores et déjà disponibles sur l'échantillon lors de son échantillonnage comme recommandé par l'approche géométallurgique. Il devient important de s'informer sur la provenance de l'échantillon en communiquant avec le personnel adéquat (e.g. géologue ayant déjà étudié l'échantillon), ainsi que de regrouper toutes autres analyses pertinentes déjà effectuées (e.g. analyses géochimiques issues du même échantillon), afin d'émettre des hypothèses plus ou moins fortes sur le choix de telle ou telle valeur pour chacun des paramètres d'échantillonnage (comme proposé en section 4.2.2.1.2 sur les échantillons du projet Dumont Nickel).

En exemple, la Figure 5.1 issu de l'article 2, annexe C peut être utilisée. Pour un minerai aurifère typique à une teneur de 10 ppm, l'analyse de deux SP nécessite de fragmenter l'échantillon à au moins 20 µm. Une telle granulométrie peut être difficile à atteindre. De plus, cette granulométrie aussi fine n'entre pas dans l'objectif des analyses texturales que peut proposer l'analyse minéralogique automatisée puisque la texture originelle de l'échantillon est ainsi enlevée. Pourtant, cette étude texturale est pertinente pour plusieurs aspects de la mine en contexte géométallurgique (article 6). D'un autre côté, l'augmentation de la taille granulométrique entraine une augmentation parfois aberrante du nombre de SP à préparer et à analyser pour obtenir un échantillonnage représentatif; i.e. un nombre de SP de plus 80 sont nécessaires pour une granulométrie typique d'un rejet de concentrateur de 75 µm pour le minerai aurifère (lui aussi typique) utilisé en exemple.

Par conséquent, l'échantillonnage doit toujours être vu comme une histoire de compromis entre un nombre de SP adéquat pour l'analyse minéralogique automatisée et une granulométrie permettant de maintenir la texture originelle de l'échantillon de départ. De même, cette nouvelle méthodologie nécessite de comprendre les équations d'échantillonnage originelles de Pierre Gy (Gy, 2004) en réajustant au mieux les courbes de sécurité selon les données disponibles sur l'échantillon (i.e. la définition des différents facteurs d'échantillonnage : a_L, l, f etc.). Le but est ici d'éviter l'approche originelle de Pierre Gy lors de son développement de la droite de sécurité dérivée de ses équations selon trois cas typiques (trois valeurs de K différentes) afin de simplifier l'application de sa méthode.

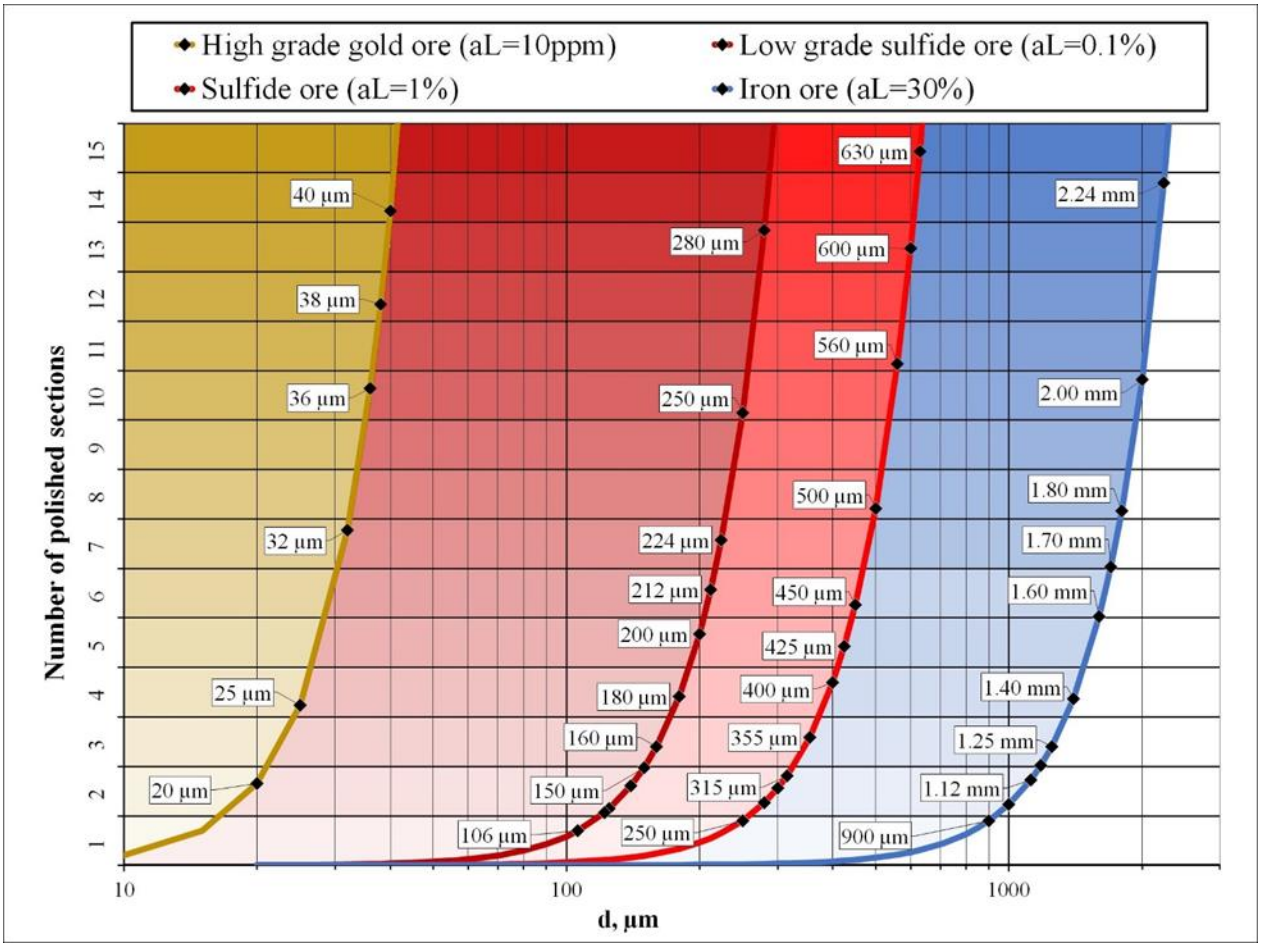


Figure 5.1 Nombre de SP de 30 mm qu'il est recommandé de préparer en fonction de la taille maximale de la particule d du matériau considéré et selon les lignes de sécurité fixées à $\sigma(EF) = 8\%/\sqrt{p=2}$ pour plusieurs minerais typiques ayant les propriétés intrinsèques théoriques communes données par l'article 2 avec a_L donnée par la figure; issu de De Castro, Benjamin, Marcotte, Denis, et al. (2022), article 2, annexe C.

5.1.2 Avantages de la préparation de *sizing* et sédimentation préférentielle des particules

Concernant la préparation des SP, seul le phénomène de sédimentation des particules a été particulièrement étudié. L'article 3 (annexe D) portant sur la résine acrylique s'est uniquement assuré de savoir si le protocole de fabrication de SP élaboré avec la résine acrylique peut présenter ce phénomène de sédimentation préférentielle en la comparant à d'autres techniques de préparation (résine époxy et *carbon black*). Les différents travaux portant sur la représentativité des SP ont mis notamment en avant les avantages de la préparation de *sizing* pour la préparation de matériau en poudre (articles 2 et 3), i.e. fractionner un échantillon en poudre en plusieurs fractions

granulométriques contrôlées. Ainsi, un échantillon avec une distribution granulométrique plus ou moins étalée est mis en plusieurs SP selon ces fractions granulométriques données (Lastra, Rolando & Petruk, 2014).

Cette approche possède de nombreux avantages, notamment permettre une quantification granulo-minéralogique plus simple à appréhender comme vu en section 2.4.2. Il permet aussi l'application de corrections stéréologiques sur ce type de quantification, mais aussi sur d'autres quantifications minéralogiques de texture comme le degré de libération/d'exposition et d'association minéralogique, ainsi que sur les différentes méthodes d'estimation de l'erreur de ces dernières mesures minéralogiques (Evans, C. L. & Napier-Munn, 2013; Lastra, Rolando & Petruk, 2014; Spencer & Sutherland, 2011). Le fait de fractionner l'échantillon en plusieurs fractions granulométriques de tailles les plus rapprochées possibles permet aussi de mieux contrôler le phénomène de sédimentation préférentielle des particules au sein des SP. Ainsi, cela permet d'éviter une surreprésentation des particules les plus grossières au sein de l'échantillon analysé. Combiné à l'utilisation d'une résine possédant une viscosité dynamique relativement importante (comme la résine *carbon black* et acrylique étudié dans l'article 3), la technique permet d'obtenir une SP la moins biaisée possible.

Néanmoins, il a été vu dans l'article 3 que malgré l'utilisation d'une fraction relativement étroite (i.e. entre 25 et 75 µm), la résine acrylique (comme la résine *carbon black*) possède un comportement rhéologique devenant plus dépendant de la densité des particules; i.e. leur nature minéralogique. Ainsi, l'écart de densité entre les particules que peut présenter un échantillon (telles que les particules de galène dans les standards étudiés) peut encore biaiser l'échantillon en ne garantissant pas une dispersion homogène. Pour mieux anticiper cette problématique, un maximum de recul vis-à-vis des différences de densités que peuvent présenter les particules entre eux dans l'échantillon considéré est à prévoir lors de la préparation des SP. Certains auteurs ont proposé l'analyse de coupes verticales pour obtenir une meilleure représentativité de l'échantillon lorsqu'il existe une différence de densité importante entre les particules et la résine (Donskoi, E. et al., 2018; Kwitko-Ribeiro, 2011; Pooler & Dold, 2017). Cela permet ainsi d'avoir une surface d'analyse supplémentaire, de mieux constater si la SP présente une sédimentation préférentielle des particules et ainsi estimer si la préparation est biaisée ou non. Cependant, cette approche augmente le temps nécessaire à la préparation des échantillons et peut être incompatible avec les besoins de l'industrie minière, qui nécessite une préparation rapide des SP pour la caractérisation minéralogique de

routine. De plus, la préparation de *sizing* implique d'augmenter le nombre de SP à analyser pour un seul échantillon en poudre à étudier : passant d'une seule SP à analyser pour un échantillon en poudre non tamisé à l'analyse, à 4 à 6 SP selon le nombre de fractions étudiées. Cela augmente de surcroit le coût d'analyse minéralogique automatisée, particulièrement pour les systèmes types MEB-EDS. Le MOA possède ainsi un avantage vis-à-vis de cette préparation pour son coût d'analyse foncièrement plus accessible pour l'industrie minière (section 2.6).

Dans ce contexte de surreprésentativité éventuelle de certaines particules à la surface des SP et malgré les nombreux avantages de la préparation de *sizing*, le paradigme de fabrication des SP peut être ainsi changé; une nouvelle approche de fabrication de support d'étude polie plus adéquate prenant en compte ces enjeux est donnée en section 6.2.1.

5.1.3 Réutilisation et représentativité des lames minces polies/lames minces pour la caractérisation minéralogique sous microscope optique automatisé

Les travaux de doctorat se sont uniquement concentrés sur l'utilisation de SP comme principale support d'étude destiné à la caractérisation minéralogique automatisée. Néanmoins, l'utilisation des lames mince polies/lames minces est aussi très largement démocratisée dans l'industrie minière (mais aussi dans le milieu académique); en particulier lors des phases d'exploration d'un projet minier pour définir la métallogénie d'un gisement. Elles peuvent être aussi utilisé pour la caractérisation minéralogique par MOA. La réutilisation de ces types d'échantillons déjà prêts pour la caractérisation minéralogique automatisée est toujours utile. Cette réutilisation évite la préparation de nouveaux échantillons et permet des caractérisations minéralogiques quantitatives supplémentaires à la fois utiles pour les considérations paragénétiques du gisement (e.g. quantification statistique texturale des phases minérales; section 2.5.4.1) mais aussi pour de nombreux autres aspects de la future mine (traitement minéral, gestion environnementale) et cela dès les phases précoces de développement d'un projet minier comme évoqué par l'article 6, annexe G, section 3.5.2.

Le grand avantage reste que la préparation de lame mince polie/lame mince se fait généralement sur des sucres issus de morceaux de roches (de dimension 30x40x8 mm; section 2.2.1.1) dont l'échantillonnage est toujours effectué de façon manuelle avec un seul sucre provenant d'un échantillon de roche plus massif (qui peut considérer comme l'échantillon lot; e.g. carotte de

forage). Ce prélèvement de sucre est toujours fait de façon représentative de la matrice silicatée et de l'altération du lot. La texture minérale originelle du lot en question reste ainsi préservée et est indispensable pour les études pétrographiques/métallographiques afin de déterminer la genèse de la formation rocheuse. De plus, les quantifications minéralogiques statistiques automatisées qui en découlent deviennent alors très pertinentes pour les considérations géométallurgiques de développement de projet minier (e.g. données texturales d'associations minéralogiques; section 2.5.3, article 6).

Cependant, du point de vue d'un plan d'échantillonnage (section 2.2.2.1), il peut être alors légitime de questionner l'approche de préparation généralement faite pour les lames minces polies/lames minces. Cette approche de prélèvement est non probabiliste et ne respecte pas les exigences d'un plan d'échantillonnage guidé par la droite de sécurité dérivée de la loi d'échantillonnage de Pierre Gy (i.e. un seul échantillon d'une granulométrie $d{\sim}40\ mm$ et $m_s{\sim}30\ g$). Réduire l'échantillon massif de départ en matériau plus granulaire peut permettre d'effectuer un échantillonnage plus correct respectant la droite d'échantillonnage. Une mise en SP de l'échantillon final en poudre peut être ainsi une solution. Les techniques de mise en lame mince d'échantillon sous forme de poudre ont cependant été très peu utilisées dans la littérature (Berry et al., 2008; Grunwald et al., 2019; Hunt et al., 2011). De plus, cela empêchera de garder la texture originelle de l'échantillon de départ qui représente l'objectif principal de l'étude microscopique sous lame mince polie. Ainsi, et comme évoqué en section 5.1.1, c'est dans cette perspective que la fabrication des lames minces polies/lames minces se doit aussi de prendre en compte ce compromis, i.e. un échantillonnage correct tout en maintenant au maximum la texture originelle du lot initial.

5.1.4 Corrections stéréologiques

Le biais stéréologique, i.e. le biais de visualisation entre la projection en 2D des particules sur les supports d'études analysés par minéralogie automatisée et ce que sont en réalité les particules en 3D est inhérente à l'analyse microscopique (section 2.2.2.3). Les enjeux des corrections stéréologiques semblent encore trop peu compris dans la minéralogie automatisée et très peu appliqués, en particulier pour la quantification des paramètres de texture (comprenant la quantification du degré de libération/d'exposition et d'association minéralogique) du fait de son approche mathématique complexe. Une des solutions proposées est l'utilisation de nouveaux outils de caractérisation minéralogique 3D tel que la tomographie à rayons X assistée par ordinateur (*x*-

ray computed tomography). Quelques études ont proposé l'utilisation de cet outil pour la caractérisation minéralogique automatisée, comprenant la quantification des paramètres minéralogiques de texture des minéraux (e.g. Asadi & Beckingham, 2021; Godinho, 2022; Kyle & Ketcham, 2015; Miller & Lin, 2018; Salinas-Farran et al., 2022). Cette visualisation microscopique 3D des particules minérales permet alors de s'affranchir du biais stéréologique et ainsi d'obtenir directement par AI des quantifications de paramètres non biaisés (Figure 5.2). Néanmoins, l'outil ne semble pas suffisamment mature; il nécessite de faire l'objet de développements plus poussés, notamment pour discriminer chaque phase minérale au sein d'un échantillon afin de prouver sa pertinence pour des applications industrielles. Ainsi, l'outil reste encore trop peu accessible pour l'industrie minière pour le moment.

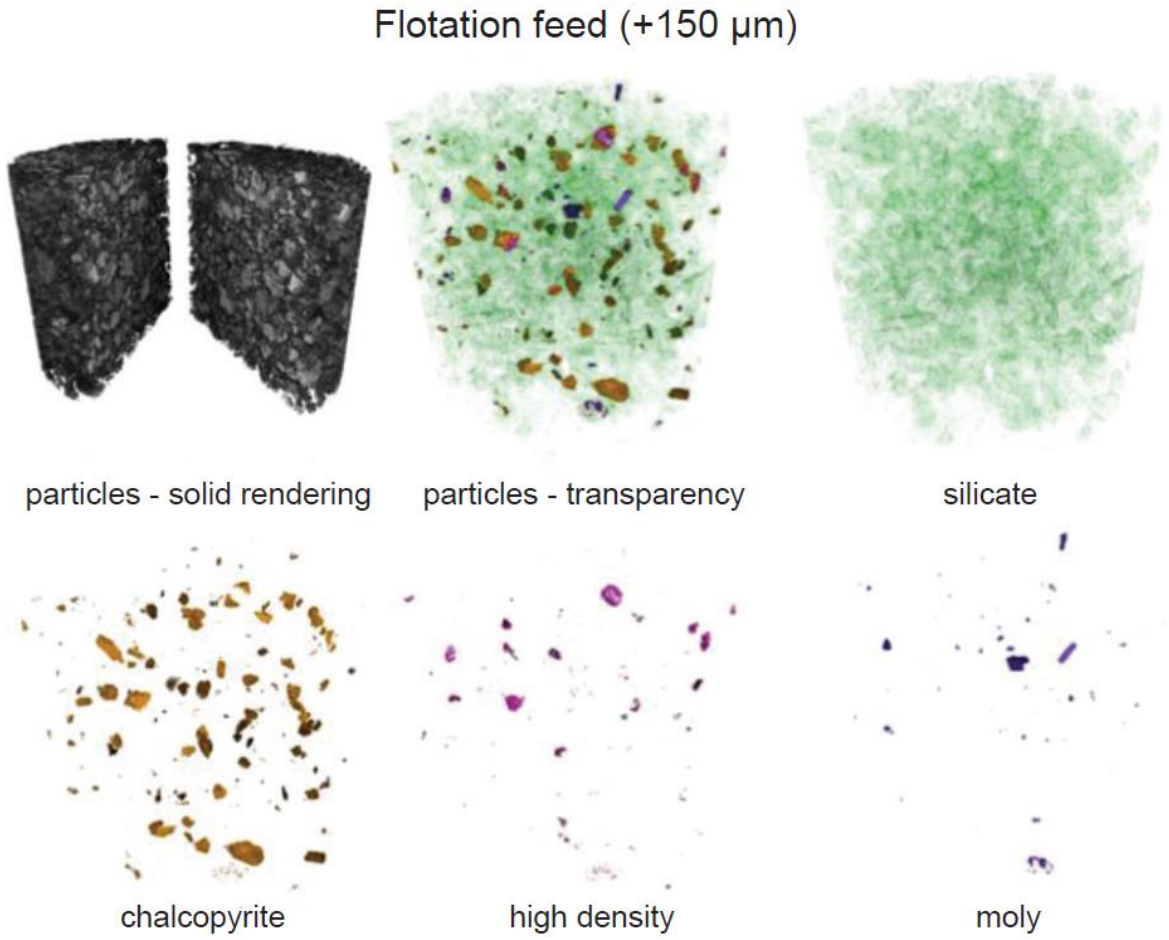


Figure 5.2 Images rendues en 3D à l'aide de la reconstruction par tomographie à rayons X assistés par ordinateur d'une alimentation de flottation de cuivre (+150 µm); issu de Miller et Lin (2018).

Cependant, les méthodes de corrections stéréologiques sont très bien documentées dans la littérature et sont mentionnées dans la section 2.4 de cette présente thèse. Elles nécessitent simplement d'être intégrées dans les systèmes de minéralogie automatisée de façon conventionnelle pour chaque paramètre minéralogique. Néanmoins et comme vu en section 2.4, certains paramètres minéralogiques comme l'association minéralogique ou, plus généralement, la quantification de la texture minéralogique nécessite encore de faire l'objet d'investigations poussées sur les méthodes de corrections stéréologiques applicables. De la même façon et concernant les méthodes d'évaluation des incertitudes de mesures minéralogiques (IC), ces méthodes sont aussi très bien documentées dans la littérature (section 2.4) et nécessitent également d'être intégrées conventionnellement dans les systèmes de minéralogie automatisée.

5.1.5 Procédures d'assurance contrôle et qualité (QA/QC) et réconciliation chimique/minéralogique

La représentativité des SP combine donc tous ces aspects cités :

- L'évaluation en amont à la fois de l'échantillonnage qui demande parfois se s'appuyer sur des aprioris forts concernant les propriétés intrinsèques de l'échantillon en question (section 5.1.1);
- Vérifier selon l'échantillon que la fabrication de SP qui en découle soit non biaisée (section 5.1.2); et
- L'application parfois complexe des méthodes de corrections stéréologiques et méthodes de calculs des IC pour chaque paramètre minéralogique quantifié (section 5.1.4).

Dans ce contexte général, le défi vis-à-vis de la représentativité d'une SP est qu'il doit prendre en compte tous ces aspects lors de sa préparation, de sa fabrication et de son analyse minéralogique automatisée. Il est ainsi conseillé d'avoir un maximum de recul concernant la composition minéralogique de l'échantillon à étudier pour anticiper tous les aspects mentionnés. Ces bonnes pratiques s'inscrivent dans ce qu'on appelle les procédures de QA/QC.

L'utilisation des méthodes des IC sur les différentes mesures minéralogiques (évoqué en section 2.4) possède cette fonction de recul sur les résultats. Elles permettent d'évaluer l'incertitude de mesure sur les différents paramètres minéralogiques quantifiés par les systèmes basés sur la statistique de particule analysée. Un utilisateur peut alors décider d'augmenter le nombre

d’échantillons à analyser (i.e. nombre de SP) s’il considère que les IC sont trop éloignés de la mesure minéralogique considéré i.e. une précision sur la mesure insatisfaisante. Le but reste de proposer un maximum de recul sur les résultats obtenus à l’utilisateur afin que cet utilisateur puisse procéder aux choix adéquats (i.e. analyser plus de SP ou non) et cela, en toute connaissance de cause. Comme évoqué précédemment, ces méthodes de calcul des IC pour chaque paramètre minéralogique quantifiables se doivent encore d’être conventionnellement intégrées dans les systèmes de minéralogie automatisée.

Cependant, une pratique de QA/QC a été communément établie pour les analyses minéralogiques automatisées de type MEB-EDS, à savoir la réconciliation chimique/minéralogique. La pratique consiste à confronter les données d’analyses géochimiques (très souvent analyses type ICP-MS) sur un échantillon frère (une procédure d’échantillonnage adéquate doit ainsi être respectée) aux données minéralogiques obtenues sur le même échantillon par le système de minéralogie automatisée type MEB-EDS en recompilant la stœchiométrie totale des minéraux identifiés obtenue par ces derniers résultats (chimie recalculée). Chacune des quantifications est alors comparée sur un graphique, élément chimique par élément chimique. Si une corrélation 1 :1 est obtenue, il atteste alors que la représentativité globale de l’échantillon analysé en SP est respectée (Figure 5.3). Si ce n’est pas le cas, il faut alors questionner cette représentativité de la SP en reprenant point par point les différents aspects évoqués dans cette présente section.

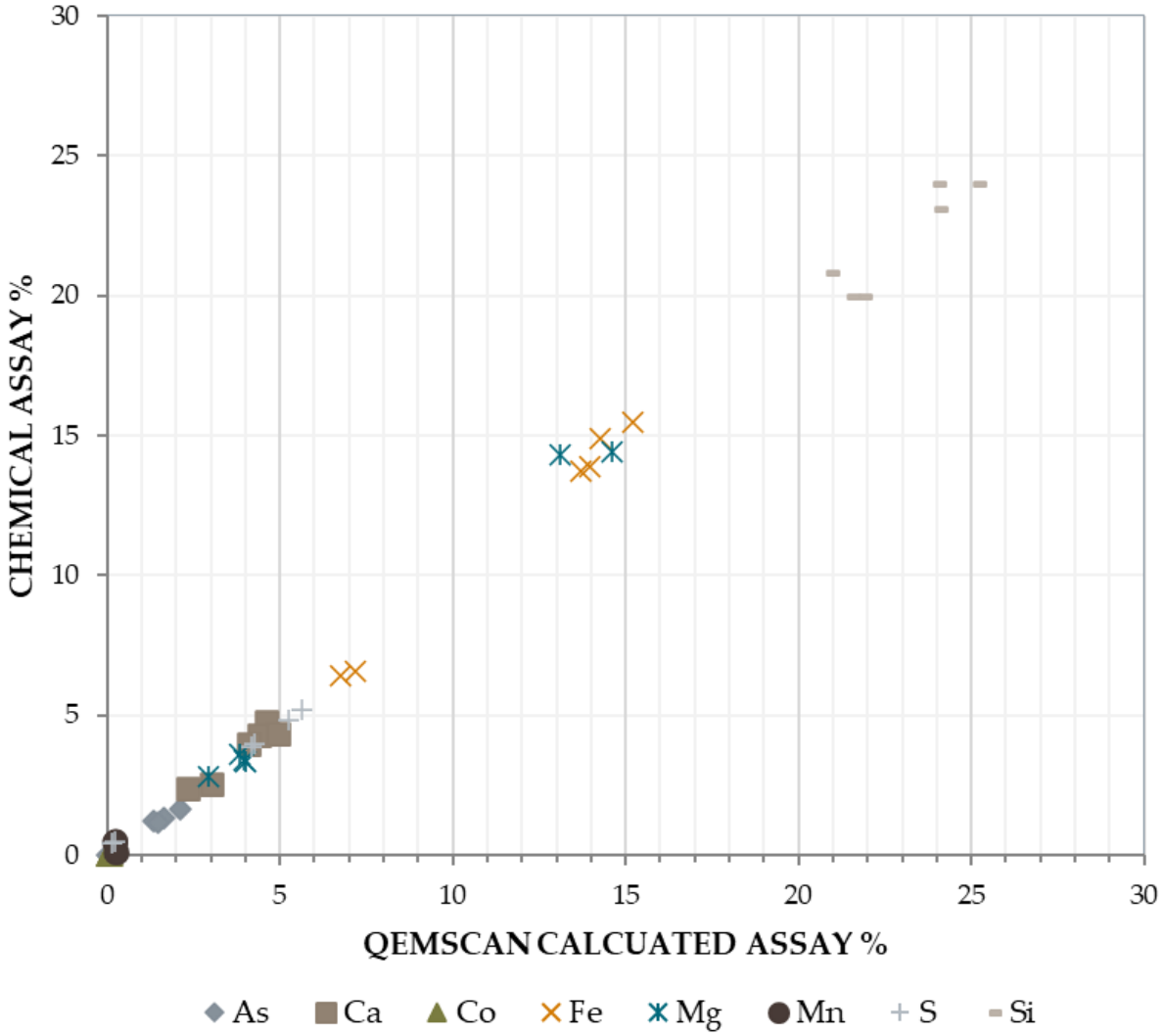


Figure 5.3 Exemple de réconciliation chimique effectuée pour des analyses QEMSCAN sur un minerai de la mine Amaruq (mine Agnico Eagle Limitée) étudié.

Les analyses MOA restent cependant limitées à la pratique de cette procédure commune de QA/QC, puisque la MOA ne permet pour le moment qu'une analyse des minéraux opaques sans utilisation d'une spectroscopie précise, permettant une quantification de la stœchiométrie des minéraux. L'obtention de la stœchiométrie totale de l'échantillon par MOA est uniquement basée sur une composition chimique théorique des différents minéraux opaques identifiés et parfois normalisés à l'identification de ces dernières. Cette réconciliation minéralogique reste donc possible en prenant en compte ces limites : les analyses chimiques peuvent alors se limiter à quelques éléments chimiques judicieusement choisis comme le S ou certains métaux/métalloïdes (e.g. As, Ni, Cu, Pb, Zn) uniquement portés par les minéraux opaques identifiables et

discriminables par MOA. La réconciliation minéralogique peut aussi s'effectuer en comparant les résultats d'une analyse DRX qui fournit une composition modale plus ou moins précise sur un échantillon frère, en prenant soin alors de normaliser les résultats aux minéraux opaques ou en compilant tous les minéraux transparents identifiés comme une seule catégorie minéralogique de gangue transparente indifférenciée, comme pour le MOA si ce dernier les prend en compte dans son analyse.

Les procédures d'analyse de MOA souffrent encore d'un manque de procédures de QA/QC qui restent encore à développer du fait de son manque de démocratisation dans le domaine industriel. Les systèmes types MEB-EDS ont pu obtenir cette considération pour calibrer leurs analyseurs EDS/WDS à l'aide de standards chimiques et/ou minéralogiques. De la même façon, des procédures de calibration de mesure de réflectance sont encore à développer pour le MOA; comme ce qui a pu être effectué lors des travaux sur l'imagerie hyperspectrale optique (section 4.1). Ces procédures de QA/QC peuvent aussi inclure l'utilisation de standards minéralogiques afin de vérifier si le système de MOA identifie bien le minéral soumis lors de la procédure par sa mesure de réflectance. Un point important est à noter concernant la mesure de la libération et d'association minéralogique. La minéralogie automatisée de façon générale souffre encore d'un manque de considération vis-à-vis de ces mesures restant nécessaires pour la calibration générale des systèmes (notamment pour l'application de correction stéréologique). L'utilisation de standards de libération et d'associations minéralogiques (et même de textures) est nécessaire pour de telles procédures de QA/QC, mais il reste pour le moment difficile à obtenir de tels standards de façon synthétique, bien que des idées existent dans la littérature, (e.g. Lin, D. & Finch, 2013), et qu'il subsiste encore un manque de consensus sur le principe d'AI pour certaines mesures (e.g. exposition, association et texture minéralogique, section 2.4).

5.2 Limites et enjeux de la microscopie optique automatisée

Les différents travaux effectués sur la technique de MOA ont pu mettre en exergue un certain nombre de limites sur cette technique de minéralogie automatisée étudiée. Cette présente partie mentionne ainsi ces différentes discussions portant dans un premier temps sur l'importance de la reconnaissance minéralogique manuelle des minéraux par MO. Les différentes limites de l'AIMO rencontré seront ensuite discutées dans un second temps. Enfin, l'importance de l'approche multitechnique sera rappelée et il sera mentionné comment intégrer la MOA dans cette approche

considérée aujourd'hui comme pertinente afin d'obtenir une caractérisation minéralogique fiable et précise.

5.2.1 Reconnaissance minéralogique manuelle par microscopie optique

Il est important de remettre en perspective la pratique d'identification des minéraux opaques en MO en lumière réfléchie déjà mentionnée en section 2.3.1. L'approche d'identification minéralogique métallographique optique manuelle prend en compte les différentes propriétés optiques, à la fois en LPNA et LPA pour permettre une identification minéralogique fiable. Bien que la MOA se soit principalement développée autour de la mesure de la réflectance des minéraux opaques (puisqu'il s'agit de la principale propriété optique permettant une identification rapide même manuelle, comme déjà évoqué en section 2.3.1), il est important de mentionner ici que certaines discriminations minéralogiques nécessitent encore la combinaison des autres propriétés optiques, notamment en LPA (e.g. les différences de teintes d'anisotropies pour certaines phases arsénifères). Dans ce contexte, la méthodologie d'utilisation manuelle du MO a été proposée dans l'article 6 pour l'évaluation du potentiel de LM. Ainsi, il devient important que le MOA permette encore cette reconnaissance manuelle par un utilisateur. L'enseignement de cette approche d'identification manuelle reste donc encore primordial selon cette perspective. Cependant, l'application de cette procédure d'identification complémentaire reste difficile pour les échantillons mis sous forme de poudre. Encore une fois, une première identification minéralogique sur des échantillons plus grossiers devient pertinente dans ce contexte, en plus des avantages de maintenir la texture originelle de l'échantillon déjà évoquée plusieurs fois dans cette thèse.

5.2.2 Limites de l'identification minéralogique par analyse d'image multispectrale optique et effet boite noire

Les différents travaux effectués avec le système de MOA qui ont été mis à disposition lors du doctorat (section 3.2.2) ont pu mettre en évidence les différentes limites de l'AIMO que permette le système utilisé. Ces limites ont déjà bien été identifiées dans la littérature (article 1), i.e. l'aberration chromatique sur l'étude comparative sur les minerais du projet minier Dumont Nickel (article 5), le recouvrement de réflectance avec le développement de l'imagerie hyperspectrale optique (section 4.1) et l'effet de bordure évoqué dans l'étude comparative sur les concentrations de flottation du concentrateur LaRonde (section 4.2.1).

La correction de ces limites spécifiques n'a pas spécialement fait l'objet d'études approfondies au cours des travaux de la thèse. Néanmoins, plusieurs suggestions ont été émises dans les travaux afin de régler ces limites et ont été même appliquées; e.g. l'utilisation du filtre spectral à 405 nm pour l'étude comparative sur l'attribution des domaines géométallurgiques pour les échantillons du projet Dumont Nickel (section 4.2.2) afin d'éviter l'aberration chromatique lors des AIMO effectuées lors des travaux de l'article 5. Ainsi, pas plus d'investigations a été proposé sur l'amélioration des procédures d'AIMO puisqu'il a été considéré que ces limites spécifiques étaient déjà réglées par la littérature (article 1, section 3.1.2.1); i.e. une mesure de la réflectance des minéraux complète combinée avec des méthodes de classification minéralogique efficaces. Le choix des travaux s'est effectivement particulièrement concentré sur d'autres limites considérées comme encore d'actualité dans le domaine de la MOA; i.e. la détection des particules transparentes (article 4, section 3.4.2) et le développement de l'imagerie hyperspectrale optique (section 4.1).

La discrimination des minéraux opaques semble limitée par le phénomène de recouvrement de réflectance. La solution proposée par la littérature reste d'utiliser le plus de longueurs d'onde possibles afin d'obtenir des courbes de réflectances les plus complètes possibles selon différents domaines spectraux, combinés avec des méthodes de classification efficaces (Catalina et al., 2022; Grunwald, U. et al., 2022; López-Benito et al., 2020). Comme évoqué dans l'article 1 et à la section 3.1.2.2.2, cela implique un appareillage de MOA et des procédures d'AIMO complexes (utilisation de plusieurs dizaines de filtres spectraux). Les travaux de doctorat se sont alors concentrés sur ces derniers aspects avec la procédure développée en imagerie hyperspectrale optique (section 4.1).

L'autre point spécifique des limites de la MOA est son impossibilité à identifier les minéraux transparents, spécialement les minéraux de gangue silicatés et/ou carbonatés. L'identification de ces minéraux est parfois plus importante que la caractérisation des minéraux opaques dits valorisables que propose le MOA dans certains aspects de la mine comme le traitement minéral (e.g. Adams et al., 1997; Du, 2008; Hausen & Bucknam, 1984) et les problématiques environnementales minières (e.g. Dold, 2017; Elghali et al., 2018). Néanmoins, certains auteurs ont pu développer des techniques d'imagerie par MOA combinant l'imagerie optique transmise et réfléchie pour permettre l'identification de certaines phases transparentes (Berry et al., 2008; Hunt et al., 2011). La technique a été développée sur des lames minces polies impliquant à la fois une complexité de préparation des échantillons et une acquisition/AI optique automatisée complexe. Selon l'article 1, cette approche d'identification semble cependant avoir été abandonnée dans le

développement de la MOA. Les travaux du doctorat se sont alors plus concentrés sur la discrimination entre les particules transparentes et la résine qui constitue encore un défi pour le MOA (article 4). Plusieurs recommandations concernant l'amélioration du système utilisé afin de régler ces différentes limites citées sont données en section 6.2.2 du chapitre suivant.

Dans ce contexte, il est devenu important que le MOA ne devienne pas ce qui est nommé communément une « boite noire », i.e. un système dont le fonctionnement permettant la caractérisation minéralogique n'est alors pas considéré par l'utilisateur, déjà mentionné par quelques auteurs (Berrezueta et al., 2016). L'utilisateur doit ainsi être conscient du fonctionnement du système du MOA, i.e. conscient de ses limites, que cela soit au niveau de l'identification minéralogique et des techniques d'AI pour quantifier les différents paramètres minéralogiques, afin d'effectuer une caractérisation pertinente et adéquate avec l'appareil de MOA selon ses objectifs spécifiques de caractérisation. Cela lui permet aussi d'avoir un maximum de recul sur les résultats de quantifications minéralogiques qu'il obtient et de les juger adéquatement. Encore une fois, un maximum de recul vis-à-vis de la composition modale des échantillons à analyser devient aussi pertinent dans ce contexte. En exemple, certains systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS peuvent présenter des limites d'identifications minéralogiques liés à leurs méthodes de classification minéralogique parfois peu connus par l'utilisateur ou peu communiqué par le constructeur; e.g. le système *Mineralogical Mining*® du constructeur Zeiss© qui utilise la comparaison des spectres EDS brutes obtenus par analyses avec une bibliothèque de données EDS, impliquant parfois une mauvaise attribution minéralogique des particule due à la superposition de certains pics d'éléments sur les spectres EDS (Mancenido, 2019). C'est dans cette perspective que les particules inclassifiées devient utile dans les procédures de caractérisations minéralogiques par MOA; i.e. des particules minérales qui n'a pas pu être correctement identifié par la méthode de classification minéralogique utilisé par le système. Ce phénomène provient souvent du fait que la réflectance de la phase minérale en question n'est pas connue dans la bibliothèque de donnée du système de MOA (Pirard, E., 2018). Ainsi, un utilisateur peut alors se focaliser sur ces particules non-identifiées et utiliser des procédures d'analyses minéralogiques par MOA plus supervisées (mesure complète de la réflectance de la phase minérale inattendu et l'inscrire dans la bibliothèque de données de réflectance minérale du système) ou proposer des techniques de caractérisations plus adéquates (e.g. MEB-EDS).

De plus, l'article 1 revient en détail sur les avantages et inconvénients d'un système de MOA type « *push-button* », notamment l'avantage de proposer des procédures supervisées de caractérisation minéralogique pour le MOA permettant d'obliger l'utilisateur à la fois avoir un maximum de recul sur l'échantillon qu'il analyse et d'obtenir un temps d'analyse le plus efficace que possible. C'est dans ce contexte très général que l'utilisation du MOA doit s'inscrire pour la caractérisation minéralogique.

5.2.3 Importance de l'approche de caractérisation minéralogique multitechnique

La MOA peut constituer une technique parmi toute la panoplie disponible (plus ou moins accessible) pour effectuer une caractérisation minéralogique fiable et précise et répondre aux besoins de caractérisation minéralogique de l'industrie minière. La philosophie de la minéralogie appliquée à l'industrie minière est de proposer des études pratiques et pertinentes afin d'optimiser et anticiper en amont et/ou régler des problématiques pour tous les aspects de la mine.

Selon les techniques, différentes informations minéralogiques peuvent être obtenues (e.g. identification et quantification des minéraux majeurs, mineurs et traces, stœchiométrie des minéraux, etc.) selon une précision plus ou moins poussée (Tableau 5.1). Néanmoins, la caractérisation minéralogique nécessite parfois une intégration des résultats d'analyse avec un diagnostic minéralogique qui peut être difficile. En exemples, l'analyse manuelle par MO nécessite des connaissances en identification minéralogique (pétrographie, métallographie minéralogique) plus ou moins poussées de la part de l'utilisateur; l'interprétation des résultats de diffractogrammes venant des analyses DRX nécessite aussi un recul de l'utilisateur vis-à-vis des identifications et quantifications des phases que peuvent proposer les logiciels d'interprétation; les micro-analyses MEB-EDS et/ou MSE-WDS nécessitent une interprétation adéquate des résultats stœchiométriques des minéraux analysés. Il est aussi nécessaire d'ajouter que selon la technique, le coût et le temps d'analyse peuvent être très différents, avantageant une technique de caractérisation minéralogique plutôt qu'une autre selon les informations minéralogiques voulues.

Ainsi, selon la problématique étudiée et selon les limites des techniques de caractérisation minéralogique à disposition avec leur coût d'utilisation, certaines techniques peuvent être privilégiées plutôt que d'autres, ou encore être complémentaires. Une analyse minéralogique multitechnique avec réconciliation minéralogique (comprenant des analyses chimiques, ICP-MS,

XRF, S/C) est parfois nécessaire selon les objectifs de caractérisation qui se veulent précis et fiables. C'est dans ce contexte que la caractérisation minéralogique semble à avoir été abandonnée par l'industrie minière, puisqu'elle nécessite parfois une approche multitechnique coûteuse, soit un coût d'environ 4 500$CAD par échantillon pour une approche multitechnique (Chopard, 2016). De plus, la démocratisation des systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS, permettant en plus l'analyse de texture des particules, a eu tendance à laisser penser que cette dernière technique permet d'aboutir à des résultats minéralogiques fiables et précis de toutes les informations nécessaires permettant des prises de décision adéquates pour l'industrie minière. Du fait de son accessibilité financière restreinte déjà beaucoup évoquée lors de cette thèse (environ 6 000$CAN avec préparation de *sizing*, section 2.6), un désintérêt global de la caractérisation minéralogique au sein de cette industrie est apparu et l'approche multitechnique a été ainsi laissée de côté par cette dernière. C'est dans ce contexte que la thèse s'est alors concentrée pour développer une technique minéralogique automatisée plus accessible pour l'industrie minière, i.e. la MOA.

Tableau 5.1 Comparaison en précision, temps et coûts des informations minéralogiques obtenues par la méthode de caractérisation minéralogique multitechnique et par les méthodes de caractérisation minéralogique automatisée. « + » : évaluation positive; « - » :évaluation négative, modifiée de Chopard (2016).

Mesure minéralogique obtenue	Caractérisation minéralogique multi-technique										Minéralogie automatisée			
	DRX		MO manuelle		MEB-EDS		MSE-WDS		Réconciliation minéralogique		Types MEB-EDS		MOA	
	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps	Précision	Coût et temps
Identification des minéraux majeurs	+	+++	+	+	++	-	+++	---			+++	-	+++	++
Identification des minéraux mineurs	+	+++	+	+/-	++	-	+++	---			++	-	++	++
Identification des minéraux traces			+	---	-	---	+++	---			+/-	-	+/-	++
Identification des minéraux transparents	+	+++	+	+/-	+++	-	+++	---			+++	-	---	++
Quantification des minéraux majeurs	+	+++	--	---	---	---			+++	+	+++	-	+++	++
Quantification des minéraux mineurs	---	+++	--	---	---	---			+++	+	++	-	++	++
Quantification des minéraux traces			--	---	---	---			+++	+	+/-	-	+/-	++
Quantification des minéraux transparents			--	---	---	---			+++	+	+++	-	+/-	++
Stoechiométrie des minéraux					+	---	+++	---			+	---	---	++
Granulo-minéralogie			---	---	---	---					++	-	++	++
Libération minéralogique			---	---	---	---					++	-	++	++
Association minéralogique			---	---	---	---					++	-	++	++
Texture minéralogique			---	---	---	---					+/-	-	+/-	++
Répartition élémentaire					---	---			++	-	++	-	+	++

Le Tableau 5.1 reprend les travaux de Chopard (2016) concernant la comparaison des différentes techniques de caractérisation minéralogique habituelles et les informations minéralogiques permises par ces techniques avec une mise à jour incluant la MOA étudié durant le doctorat. Les cases vides indiquent que la technique ne permet pas d'obtenir la mesure minéralogique considérée. Les signes « + » et « - » sont utilisés pour signifier la précision de chaque technique ainsi que le temps et le coût de l'analyse pour obtenir la quantification minéralogique désirée. Trois symboles « + » indiquent donc une très bonne précision sur la mesure tandis que trois symboles « - » indiquent une très mauvaise précision avec une gradation selon le nombre de ces symboles. De la même façon, trois symboles « + » indiquent que la technique minéralogique est peu couteuse et nécessite peu de temps pour obtenir l'information minéralogique considérée et trois symboles « - » indiquent une quantification très coûteuse et un temps d'analyse très long. Un symbole « +/- » indique alors une précision sur la mesure minéralogique ou un coût et temps d'analyse mitigé. Chaque technique ne sera pas plus commentée, le lecteur doit se référer aux littératures adéquates (Ali et al., 2022; Bouzahzah, 2013; Chopard, 2016; Dong & Zhang, 2019; Mohammed & Abdullah, 2018; Petruk, W., 2000; Picot & Johan, 1977) ainsi qu'au chapitre 2 de cette thèse pour plus d'informations. Le MO manuel renvoie à l'utilisation du MO polarisant avec la méthode par comptage de points (Chayes, Felix, 1949; Henley, 1983; Howard & Reed, 2004; Rosiwal, 1898), à la fois en lumière transmise et réfléchie sur lame mince et/ou lame mince polie, permettant une étude conjointe des minéraux transparents et opaques.

La méthode de réconciliation minéralogique renvoie à la méthode développée par Bouzahzah (2013); Bouzahzah et al. (2021) nécessitant la combinaison de plusieurs techniques de quantification chimique (ICP-MS, XRF, S/C) avec les techniques communes de minéralogie quantitative (notamment DRX) et qualitative/semi quantitative (MO, MEB-EDS, MSE-WDS), permettant de compiler les différentes données obtenues et d'obtenir une quantification de la composition modale plus ou moins précise (quantification des minéraux majeurs, mineurs et traces) basée sur des hypothèses de réconciliation plus ou moins fortes (utilisation d'éléments chimiques traceurs pour la quantification de phase spécifique). L'évaluation de la MOA se base sur le fait que le MOA permet surtout l'identification et la quantification des différents paramètres minéralogiques au moins aussi efficaces que pour les systèmes types MEB-EDS, mais uniquement pour les minéraux opaques. L'évaluation est partie du principe selon lequel le MOA permet de discriminer les minéraux transparents de la résine, permettant de pallier les biais de quantifications

des paramètres de textures (et non discriminer les minéraux transparents entre eux, section 3.1.2.2.1). L'évaluation sur la stœchiométrie des minéraux et la répartition élémentaire (*elemental deportment*) se base ainsi uniquement sur les compositions chimiques théoriques des minéraux identifiés.

Ainsi, avec les défis que représentent la représentativité des supports d'étude étudiée au cours de cette thèse (discuté en section 5.1) et des différentes limites d'analyse de la MOA qui ont cherché à être enlevées lors des différents travaux (discuté en section 5.2), le MOA se doit de s'intégrer dans une procédure globale de caractérisation minéralogique des matériaux miniers selon les objectifs de caractérisations, notamment géométallurgiques. Le grand avantage proposé par le MOA réside dans sa possibilité de pouvoir fournir des informations texturales sur les échantillons comme les autres systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS, mais avec un coût d'analyse beaucoup plus bas et pour un temps d'analyse au moins aussi long que ces derniers systèmes. À ceci près que le MOA permet surtout une caractérisation des minéraux opaques très souvent considérés comme les minéraux dits valorisables (porteurs des métaux à valeur économique qu'on veut exploiter) et/ou porteurs des éléments délétères responsables des comportements environnementaux problématiques des rejets miniers. Du fait de cette principale limite, le MOA reste avantageux pour une approche de caractérisation géométallurgique des gisements polymétalliques, aurifères sulfurés et d'oxydes. Ainsi, cette thèse met en avant que le MOA puisse constituer une des premières techniques abordables pour effectuer une caractérisation minéralogique texturale pour les différents aspects de la mine afin de « dégrossir » le travail de caractérisation minéralogique (article 6). Le MOA permet d'effectuer une caractérisation minéralogique à moindre coût, ce qui permet de caractériser de nombreux échantillons lors d'une caractérisation géométallurgique globale et d'améliorer la précision de la caractérisation dès les premières étapes d'un cycle minier. Néanmoins, si une quantification minéralogique plus précise est nécessaire pour une investigation de caractérisation spécifique (e.g. une quantification de la gangue précise, la distribution précise élémentaire au sein des minéraux), le MEB-EDS automatisé et/ou d'autres techniques (e.g. la DRX, MSE-WDS, réconciliation minéralogique) devraient toujours être envisagées, mais pour un nombre plus restreint d'échantillons, réduisant ainsi le coût de la caractérisation. Ainsi, à la fois pour l'exploration et le traitement minéral que pour les aspects environnementaux de l'approche géométallurgique, le MOA reste une technique appropriée pour les gisements sulfurés et d'oxydes parmi les autres techniques de caractérisation minéralogique

commune citée en Tableau 5.1. La complémentarité de ces dernières techniques, et donc l'approche multitechnique, reste essentielle pour réaliser une caractérisation minéralogique fiable et précise à des fins géométallurgiques. L'article 6 rappelle cette approche de caractérisation préliminaire à moindre coût avec des exemples de variables critiques quantifiables par MOA en rappelant l'importance de l'approche multitechnique discutée dans cette présente section.

5.3 Limites des études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique

Les travaux de cette thèse portant sur l'étude comparative entre le MOA et le QEMSCAN® effectuée sur les minerais du projet minier Dumont Nickel (article 5, annexe F, sections 3.5.1 et 4.2.2), mais aussi sur les concentrés de flottations du concentrateur LaRonde (section 4.2.1), ont permis de contribuer à démontrer la pertinence de la MOA à fournir des quantifications minéralogiques microscopiques. Ces derniers travaux ont pu ainsi contribuer à démontrer la pertinence de la MOA en contexte géométallurgique en répondant à l'axe de recherche 3 avec deux nouvelles études comparatives de la MOA qui manquaient beaucoup dans la littérature (article 1, annexe A, section 3.1.2). L'article 6, annexe G a surtout permis de proposer des recommandations théoriques d'intégration de la MOA pour une approche géométallurgique de développement d'un projet minier et ne serait donc pas plus discuté dans cette partie. L'article 5, annexe F est donc ici particulièrement utilisé puisqu'il a mis en exergue les différentes limites de l'utilisation de la MOA.

Cette présente partie a pour but de présenter, dans un premier temps, les limites que présente la technique de MOA lors d'une étude comparative directe avec un système de minéralogie automatisée type MEB-EDS comme le QEMSCAN®. Dans un second temps, il sera rappelé aussi les limites de la MOA pour son application dans le contexte géométallurgique du projet Dumont Nickel ainsi que les recommandations qui ont été proposées.

5.3.1 Limites entre les systèmes de minéralogie automatisée pour une étude comparative

Les études comparatives ont pu montrer que le MOA peut donner des résultats de quantification de composition modale relativement proches comparés au système QEMSCAN®. De même et spécifiquement pour l'article 5, les autres quantifications minéralogiques comprenant la quantification totale et la distribution minéralogique du Ni métallurgiquement récupérables (*Ni-*

deportment) sont aussi relativement proches. L'étude approfondie des résultats obtenus a permis de discuter des points à l'origine des différences de quantifications obtenues. Ils sont au nombre de cinq et sont rappelés dans cette présente section. Les implications sur les différences de résultats obtenus entre les deux techniques sont données dans l'article 5 et ne seront pas plus mentionnées dans cette section.

Le premier point porte essentiellement sur les limites de l'AIMO proposé par le système de MOA utilisé provoquant aussi des erreurs d'identification minéralogique. Dans l'article 5, la limite principale a été l'aberration chromatique que provoque l'utilisation des images spectrales à 365 nm avec les autres images spectrales dans le visible lors de l'AIMO effectuée par le système. Cet artefact analytique du MOA est particulièrement connu dans la littérature (Heilbronner & Barrett, 2014; Jaimes Contreras et al., 2010; Leroy & Pirard, 2019; Pirard, E., 2018; Pirard, Eric et al., 2008) et s'est principalement présenté dans l'étude de l'article 5 lorsque les particules de pentlandite et d'heazlewoodite apparaissaient dans le même intercumulus, comme dans l'échantillon du domaine mixte sulfuré. L'aberration chromatique a pour effet de faire déplacer les pixels de SNG de l'heazlewoodite à la plus grande longueur d'onde (585 nm) vers les particules de pentlandite qui peuvent être proches lors du SNG de ceux-ci à l'image spectrale à plus courte longueur d'onde (365 nm) lors du *stacking* des images (Figure 5.4). Ce décalage donne alors une correspondance suffisante entre les pixels de SNG donnant une identification d'heazlewoodite sur les particules de pentlandite; l'opération de classification booléenne a ainsi tendance à identifier de manière incorrecte les particules de pentlandites comme étant de l'heazlewoodite. L'autre limite concerne l'effet de bordure que peuvent présenter les particules, qui a été particulièrement bien identifiée dans l'étude comparative portant sur les concentrés de flottations du concentrateur LaRonde (avec les bords des particules de galène identifiée comme de l'énargite). Comme déjà mentionné, ces limites n'ont pas été spécialement étudiées pour une correction adéquate (section 5.2.2) bien que des solutions aient été apportées pour s'affranchir de l'aberration chromatique lors de l'étude supplémentaire sur les minerais de Dumont Nickel (section 4.2.2).

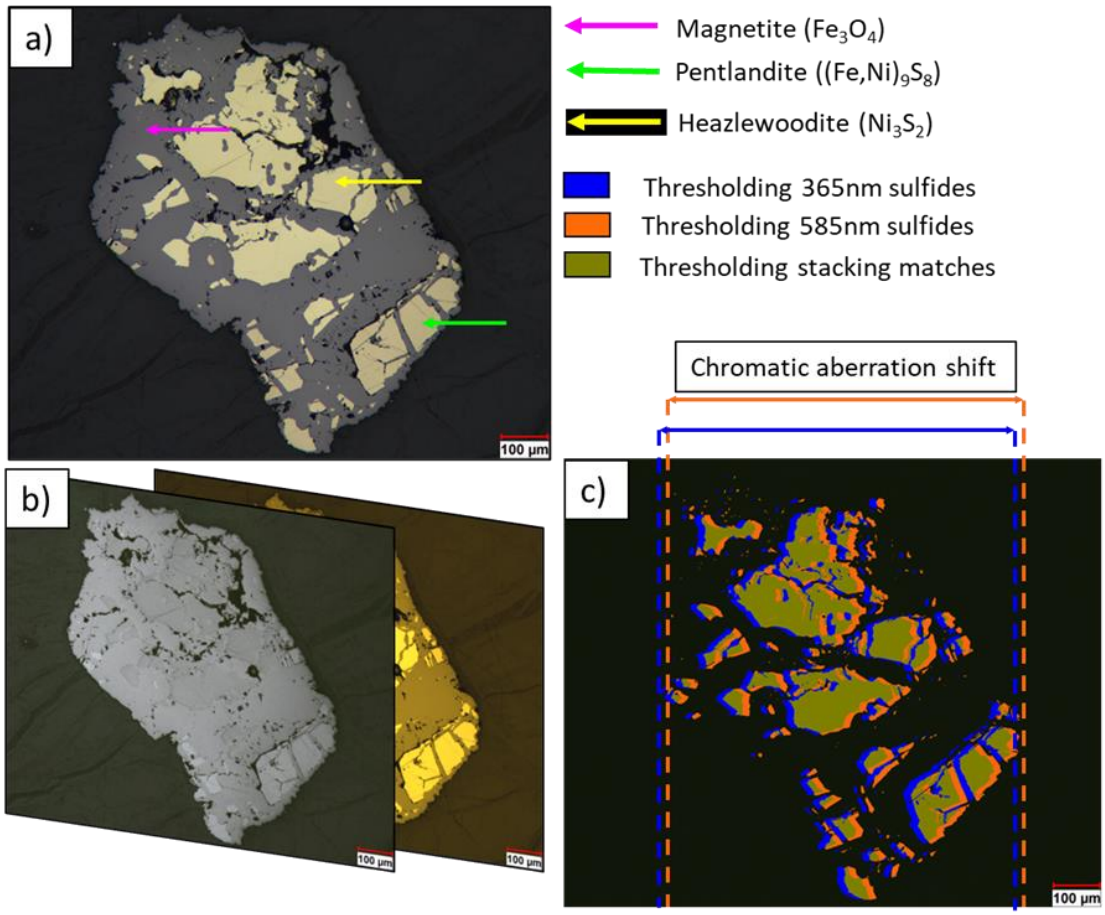


Figure 5.4 Décalage des images spectrales dues à l'aberration chromatique dans l'échantillon du domaine sulfuré mixte (Exp_498); a) exemple d'intercumulus où des particules de pentlandite et d'heazlewoodite sont présentes, b) images multispectrales obtenues à 365 nm et 585 nm, et c) décalage de l'aberration chromatique se produisant pendant le *stacking* de valeurs de SNG des pixels de sulfure, ce qui donne une mauvaise discrimination des pixels de sulfure; issu de De Castro, B. et al. (2023), article 5, annexe F.

Le second point porte sur la différence de spectroscopie qu'utilisent les deux types de techniques. En effet, le QEMSCAN® utilise une technique analytique de type EDS (en profondeur, section 2.3.2.2) pour effectuer son analyse d'identification minéralogique, tandis que le MOA propose une analyse de réflectance de surface pour identifier les minéraux. Cette différence de spectroscopie peut entrainer une différence d'identification sur les particules des échantillons étudiés pour une étude comparative si les particules ne sont pas adéquatement polies pour les analyses en MOA. De plus, du fait de la spectroscopie en profondeur qu'utilise l'analyse QEMSCAN®, des artefacts analytiques peuvent apparaitre sur les résultats de quantifications si les échantillons présentent des particules minérales fines (article 5).

Le troisième point porte sur la différence de résolution que peuvent procurer les deux systèmes impliquant aussi des différences, notamment sur les images classifiées finales. Dans le cas de l'étude de l'article 5, cette différence de résolution est due à l'analyse par comptage de points entre les deux appareils. Les analyses QEMSCAN® ont compté moins de pixels analysés avec un pas de 10 pixels par microanalyse (fourni par le mode d'analyse par balayage de champ effectué dit BMA) pour une résolution de 10 µm par pixel (Plas & Tobi, 1965). Le MOA a compté plus de pixels avec un grossissement plus fin de 100x donnant une résolution de 0,5 µm par pixel. Par conséquent, le MOA tend à être plus précis que le dispositif QEMSCAN® avec une meilleure détection des petites particules sur les échantillons étudiés.

Le quatrième point porte sur la qualité de préparation des échantillons utilisés pour effectuer l'étude comparative. Une approche comparative nécessite au mieux de réutiliser les mêmes échantillons de SP entre les deux analyses de minéralogie automatisée. Cependant, l'article 5 a mis en évidence la présence d'arrachements d'intercumulus d'oxydes-sulfures lors des analyses de MOA qui n'étaient pas présentes lors des analyses QEMSCAN®, provoquant une surestimation de la gangue transparente par le MOA.

Le dernier point porte aussi sur une limite de la MOA qui est la détection et l'identification des minéraux de gangues transparents. La détection a été particulièrement étudiée au cours du doctorat (article 4, section 3.4.2), mais l'identification des minéraux de gangue reste encore une limite à prendre en compte lors des analyses de MOA (section 5.2.2). L'article 5 a permis une identification adéquate des minéraux de gangue sur les échantillons étudiés puisqu'il s'agissait de morceaux de carottes de forages. La procédure d'analyse de MOA s'est alors limitée à l'analyse d'images optiques considérant au maximum l'échantillon de roche au sein de la résine selon un chemin d'acquisition des images optiques multispectrales reprenant au maximum la forme d'échantillon du morceau de carotte considéré. Cependant, ce chemin d'acquisition ne reprenait pas toujours la forme exacte de l'échantillon. Certaines parties significatives de plusieurs échantillons étudiés correspondent à la résine de la SP et non au morceau de la carotte de forage bien analysé par le QEMSCAN®. Le MOA a donc identifié ces zones comme étant de la gangue transparente et celui-ci a ainsi donné une surestimation de la gangue transparente.

Par conséquent, une étude comparative entre la MOA et les systèmes de minéralogie automatisée homologues telle que le QEMSCAN® se doit de prendre en compte les différents points discutés

afin d'expliquer les différences de quantifications données par les deux techniques. Premièrement, il faut prendre en compte les différentes limites que possède le MOA pour l'identification des minéraux opaques, comme le phénomène d'aberration chromatique particulièrement observé pour un des échantillons étudiés dans le cadre des travaux de l'article 5, mais aussi le phénomène d'effet de bordure des particules, ou même le recouvrement de réflectance, très bien connus dans la littérature (article 1). Comme vu, la différence de spectroscopie d'analyse et de résolution d'image entre les deux appareils se doit aussi d'être prise en compte. Un soin tout particulier est aussi important sur les échantillons à comparer : faire en sorte d'analyser les mêmes échantillons lors des analyses en prenant soin d'éviter tout artefact de préparation entre les deux analyses, comme les arrachements. Enfin, bien qu'il ait été vu que la détection des minéraux transparents de gangue a été permise sur l'étude de l'article 5, le fait que le MOA ne permette pas une identification stricte de ces phases transparentes a induit des surestimations de cette catégorie de pixel comparé aux résultats du QEMSCAN® dans l'article 5. De plus, et afin de comparer les résultats entre les deux techniques, les résultats de quantifications du MOA ont été convertis en wt. %, ce qui a impliqué une conversion du wt. % des minéraux de gangue transparents selon une densité moyenne choisie arbitrairement qui peut être discutable. Cela a forcément impliqué des différences de résultats sur la composition modale entre les deux techniques, bien qu'une comparaison des résultats normalisés aux minéraux opaques ait été faite dans l'article 5. Il faut noter qu'il peut être difficile de quantifier la part de contribution des différents points discutés sur les résultats finaux obtenus. Chaque différence de caractéristique entre les deux appareils automatisés explique les différences de quantifications finales obtenues, notamment sur le calcul final de la teneur en Ni récupérable et du *Ni-deportement.* Ces explications permettent ainsi de mieux comprendre les différences de quantifications entre les deux techniques en s'assurant de comparer ce qui est comparable.

5.3.2 Limites et recommandations de l'application de la microscopie optique automatisée dans le contexte géométallurgique du projet minier Dumont Nickel

Dans le contexte du projet minier de Dumont Nickel, l'objectif général des travaux de l'article 5 était d'évaluer l'efficacité de la MOA pour quantifier la minéralogie à moindre coût que le QEMSCAN® sur quatre échantillons qui représentent les quatre domaines géométallurgiques du gisement de Dumont Nickel.

Le gisement a été caractérisé de façon géométallurgique lors des études de préfaisabilités (Staples et al., 2019) à l'aide d'une campagne de caractérisation minéralogique automatisée avec le QEMSCAN®. Les résultats ont été utilisés pour définir des domaines géométallurgiques en fonction du rapport entre l'heazlewoodite et la pentlandite (Hz/Pn) et de l'abondance de la Sp-Fe (variables critiques minéralogiques). Ces définitions des domaines ont été définis selon les teneurs de récupération en Ni lors des essais métallurgiques effectués lors de ces études de préfaisabilités. Ces taux de récupérations sont en lien avec le taux de serpentinisation qu'a pu subir le gisement. Le domaine pentlandite dominant, présente ainsi un taux de récupération de Ni intermédiaire, tandis que les domaines mixtes sulfurés à heazlewoodite dominant correspondent à des taux de serpentinisation-Mg de plus en plus élevés avec un taux de récupération de Ni de plus en plus élevé. Le domaine géométallurgique à haute teneur en Sp-Fe (stade précoce de la serpentinisation) présente quant à lui la récupération de Ni la plus faible.

Ainsi, le but des travaux sur le projet minier Dumont Nickel a été de vérifier si le MOA permet une attribution géométallurgique adéquate en comparant ces attributions selon les quantifications QEMSCAN® obtenues sur ces mêmes échantillons. Il a été ainsi vu en sections 3.5.1.2.5 et 4.2.2.2, que malgré les différences de quantifications obtenues entre les deux techniques, le MOA attribue le même domaine géométallurgique excepté pour les échantillons du domaine serpentine riche en Fe qui est systématiquement attribué au domaine pentlandite dominante. Ces échantillons de domaines géométallurgiques spécifiques sont attribués ainsi parce qu'ils contenaient au moins 14 wt. % de Sp-Fe selon les définitions d'attribution des domaines géométallurgiques déterminées par les études de préfaisabilités. Le QEMSCAN®, ayant la capacité d'identifier et de quantifier cette phase, permet une attribution correcte. Mais le MOA, au vu de son incapacité à spécifiquement identifier cette phase (section 5.3.1), ne permet pas d'attribuer correctement ce domaine géométallurgique à l'aide de la quantification minéralogique qu'il peut fournir. Encore une fois, cette limite du MOA portant sur l'identification des phases transparentes constitue alors une limite de l'utilisation du MOA pour son application dans le contexte géométallurgique du projet minier Dumont Nickel. L'article 5 recommande cependant l'utilisation d'autres rapports d'abondance d'autres minéraux opaques pour définir ce domaine. Les échantillons de serpentine riche en Fe ont été caractérisés par la présence importante de pentlandite dans les intercumulus avec des particules grossières d'awaruite et de fines particules de magnétite. Les échantillons du domaine de la serpentine riche en Fe sont caractérisés par un rapport awaruite sur magnétite

(Aw/Mt) compris entre 0,5 et 1, alors que les autres échantillons ont un rapport ≤ 0,01 (article 5). Par conséquent, une étude plus approfondie est proposée pour déterminer si cette relation de rapport Aw/Mt est valable pour le reste de l'ensemble des données minéralogiques du gisement et pourrait potentiellement être utilisée en plus du rapport Hz/Pn pour l'attribution de domaine géométallurgique par la MOA.

De plus, un des défis du projet minier porte sur la nécessité de pouvoir quantifier le Ni total dans le gisement pour les biens du développement et de l'exploitation minière future. La métallogénie particulière du gisement (Sciortino et al., 2015) implique une distribution du Ni à la fois dans les minéraux transparents (olivine et serpentine) et les minéraux opaques, dont le Ni porté est considéré comme métallurgiquement récupérable (awaruite, pentlandite et heazlewoodite) selon le taux de serpentinisation du gisement. En définitive, dans le contexte de production des opérations de la future mine, l'outil de quantification minéralogique microscopique (qu'il s'agisse du QEMSCAN® ou du MOA) doit permettre de quantifier la teneur totale en Ni sur les mêmes échantillons analysés afin de distinguer le Ni non récupérable du Ni dit métallurgiquement récupérable. Le QEMSCAN® peut fournir ce type d'information grâce à sa technique de spectroscopie permettant de définir la stœchiométrie plus précise des minéraux analysés comprenant les particules transparents (quantification du *Ni-deportment*). Comme déjà évoquée en section 5.2.2, la stœchiométrie des minéraux ne peut se baser pour le moment que sur la base d'une composition chimique théorique des minéraux par MOA. Ainsi, il est proposé d'effectuer une analyse géochimique sur un échantillon parallèle et supplémentaire à l'analyse par MOA selon une méthode d'échantillonnage adéquate (comme proposé par l'article 2). La différence entre la quantification du Ni total fourni par l'analyse géochimique et la quantification du Ni récupérable fournie par le MOA avec un calcul minéralogique permettra alors d'obtenir la teneur en Ni non récupérable de l'échantillon concerné. Cette approche peut très bien marcher par MOA pour une analyse sur des échantillons de morceaux de carotte de forage où la quantification des minéraux transparents est possible sans même avoir besoin de discriminer les minéraux transparents entre eux. En effet, la quantification minéralogique qui en suit prendra en compte toutes les particules minéralogiques sans fournir une quantification normalisée par les minéraux opaques détectables par le MOA (comme fait pour l'article 5). Cette approche reste néanmoins plus complexe pour des analyses sur des échantillons de poudre où la discrimination entre les particules transparentes et la résine par le MOA représente encore un défi (section 3.1.2.2.1, article 1, annexe A). Évidemment, si les minéraux de gangue transparente ne

sont pas pris en compte dans la quantification finale de la composition modale, la teneur en Ni sera systématiquement surestimée du fait que la quantification est normalisée aux minéraux opaques. La solution de l'utilisation d'algorithme de *deep learning* développé lors des travaux de l'article 4, section 3.4.2 constitue une solution (Figure 5.5). L'intégration de l'utilisation de cet algorithme permettant cette détection optimale de toutes les particules pendant les procédures d'AIMO développées (du moins, pour le moment, pour les particules grossières, section 3.4.2.2.1) pour la caractérisation des échantillons du projet Dumont Nickel permettra alors d'atteindre cet objectif.

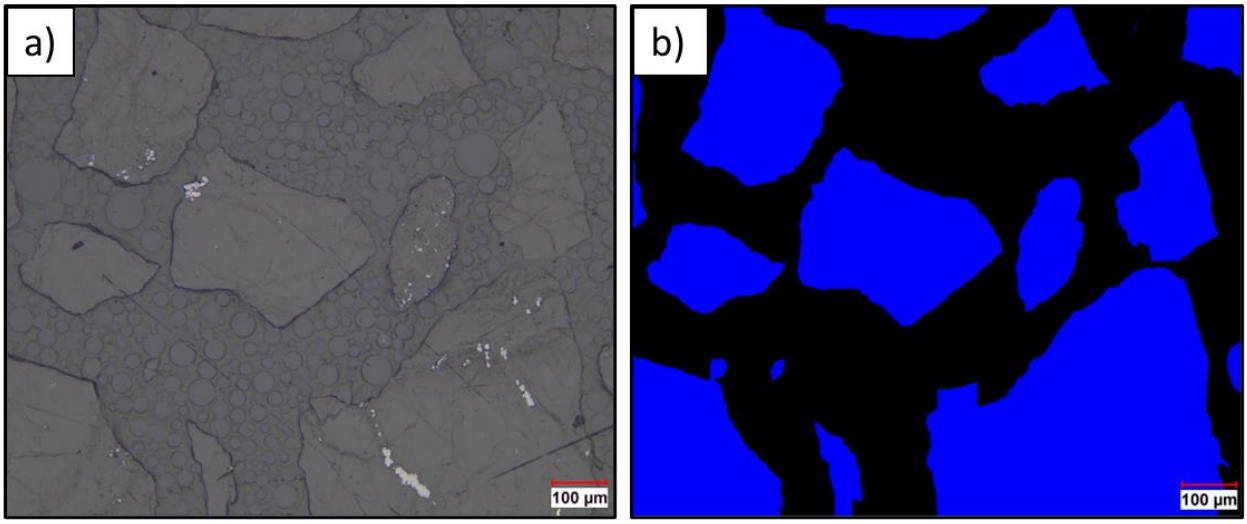


Figure 5.5 Exemple d'image optique d'échantillons du projet Dumont Nickel où les particules transparentes sont détectables avec l'algorithme de *deep learning* développé en article 4, annexe E; a) image optique originale, b) image de masque où toutes les particules (opaque et transparent) sont détectées.

Chapitre 6 Conclusions et recommandations

L'industrie minière représente une industrie importante pour de nombreux pays. Dans le contexte actuel global de demande croissante en métaux de base, précieux et de ceux considérés comme critiques et stratégiques, cette industrie fait face à de nombreux défis technico-économiques d'exploration, d'exploitation, de traitement minéral et de gestion environnementale adéquate des rejets miniers comprenant aussi des aspects d'acceptation sociale.

L'approche géométallurgique récemment mise en place par certaines exploitations minières a pour but de répondre à ces défis de plus en plus exigeants. L'objectif de cette nouvelle vision du développement minier est de pouvoir décloisonner les différents aspects de la mine afin d'intégrer le plus en amont possible la variabilité des gisements exploités. Pour cela, une caractérisation poussée des produits de la mine (lithologies, minerais, stériles, concentrés, résidus) est indispensable pour une optimisation technico-économique de l'exploitation des gisements. Il s'avère que la caractérisation minéralogique est devenue primordiale pour l'application de cette bonne pratique géométallurgique. Il a été notamment vu que la caractérisation minéralogique, notamment microscopique (i.e. une caractérisation texturale des produits de la mine), est très pertinente pour tous ces aspects de la mine et peut constituer un langage commun parmi les différents départements d'une exploitation minière.

Cependant, la caractérisation minéralogique poussée a toujours souffert d'une réputation de caractérisation longue et couteuse, notamment à cause de l'approche multitechnique considérée comme nécessaire afin d'obtenir une quantification précise et fiable (comme vu en chapitre 5.2.3). Cette raison provient aussi des coûts d'analyse que proposent les systèmes de caractérisations minéralogiques automatisées de type MEB-EDS qui se sont récemment démocratisés dans le milieu de l'industrie minière et qui représentent un outil indispensable lors des programmes géométallurgiques. Par conséquent, l'industrie minière continue de délaisser la caractérisation minéralogique poussée à effectuer en amont lors de leur développement de projet minier, jugé pourtant nécessaire pour anticiper tous les défis qui peuvent survenir en aval de la future exploitation minière. La minéralogie automatisée n'est ainsi utilisée que lors de la résolution de problèmes qui surviennent au cours de l'exploitation de la mine, lorsque des variabilités minéralogiques deviennent alors visibles.

C’est dans ce cadre que ce doctorat se donnait comme objectif général de proposer à l’industrie minière un outil de caractérisation minéralogique plus accessible financièrement : le MOA. Pour cela, il a été nécessaire de contribuer au développement et à l’amélioration de la MOA, à travers différents axes de recherche. Cet objectif général de ce doctorat a été ainsi atteint en effectuant différents travaux :

- Proposer de nouvelles méthodologies de préparation de supports d’étude;
- Développer de nouvelles techniques d’imagerie optiques pour améliorer l’outil;
- Donner de nouvelles études comparatives afin d’attester la pertinence de la MOA en contexte géométallurgique; et
- Proposer de nouvelles applications de la MOA en contexte géométallurgique.

Ces différents travaux ont été développés selon trois axes de recherche qui se sont basés sur une revue de littérature poussée, et dont les conclusions et recommandations sont résumées dans ce présent chapitre.

6.1 Conclusions des différents travaux

6.1.1 Axe de recherche 1 : représentativité des sections polies

Le premier axe de recherche consistait à questionner la représentativité des supports d’études habituellement utilisés en caractérisation minéralogique automatisée i.e. la SP. Deux aspects vis-à-vis de cette représentativité ont été ainsi particulièrement étudiés : l’échantillonnage et le phénomène de ségrégation des particules à travers les SP.

Parmi les contributions de ce premier axe de recherche de ce doctorat, il est à souligner le développement d’une nouvelle méthodologie pour la préparation et l’analyse adéquate de SP destiné à l’analyse minéralogique automatisée basée sur une adaptation de la droite de sécurité dérivée de la loi d’échantillonnage de Pierre Gy (article 2, annexe C). La finalité a été de proposer une méthode simple afin d’adapter les protocoles d’échantillonnage pour la préparation d’échantillons en poudre limités à 1 g par SP. Cela permet d’anticiper le nombre de SP nécessaire à préparer et à analyser selon les granulométries maximums que doivent atteindre les particules de l’échantillon et d’autres propriétés intrinsèques plus ou moins connues vis-à-vis du matériau à étudier, notamment la teneur du MI. Cette nouvelle méthodologie nécessite cependant d’être

prouvée par des mesures de $\sigma(EF)$ sur des échantillons dont la composition minéralogique est contrôlée, par l'application de la théorie de Delesse (1866) en comparant cette mesure selon l'application ou non de la méthode développée.

Toujours dans ce contexte concernant la représentativité des SP, ce doctorat a permis la découverte de la résine acrylique pour la préparation de SP. Les travaux sur cette résine ont permis d'étudier son comportement rhéologique vis-à-vis de son action sur la sédimentation des particules au sein des SP afin d'attester sa capacité à générer des SP non biaisées en la comparant à d'autres résines utilisées pour la préparation de SP (article 3, annexe D). Les résultats de cette étude indiquent que le protocole développé pour la préparation de PS avec la résine acrylique conduit à des SP ayant des caractéristiques adéquates pour la préparation d'échantillons minéraux en poudre destinées à l'analyse minéralogique automatisée. Ces résultats ont mis en évidence différents points :

- Le comportement rhéologique a montré des changements rapides de la viscosité dynamique en fonction du temps liés au durcissement rapide de la résine acrylique. Cela permet d'inhiber le phénomène de sédimentation préférentielle des particules minérales à travers la SP;
- La quantification de l'abondance minérale par MOA sur des standards minéralogiques montés dans des SP en résine acrylique a fourni la quantification minérale la moins biaisée par rapport aux autres résines et protocoles de préparation des SP (résines époxy et *carbon black*); et
- L'étude de quantification de la dispersion des particules réalisée sur des coupes verticales des standards minéralogiques de SP a montré une dispersion optimale des particules avec la résine acrylique. Cette dispersion est très similaire à la dispersion des particules dans les SP fabriqués avec la résine *carbon black* et est très différente de celle de la résine époxy. La résine époxy a montré une sédimentation préférentielle notable des particules, largement influencée par la taille des particules. Cependant, les particules les plus lourdes (telles que les particules de galène) d'un échantillon en poudre sont restées un problème pour la production de SP représentatives à l'aide de la résine de *carbon black* et de la résine acrylique, qui présentaient un comportement de sédimentation des particules influencé par la densité des particules.

6.1.2 Axe de recherche 2 : amélioration de la technique d'imagerie optique en minéralogie automatisée

Le second axe de recherche s'est concentré sur l'amélioration de la technique d'imagerie optique afin de permettre une identification minéralogique plus efficace par la MOA. Ces améliorations sont au nombre de deux et se sont basées sur une revue littérature poussée sur l'évolution de la technique de MOA (article 1, annexe A). La première amélioration comprend la détection des particules transparentes (ou de gangue), détection considérée encore aujourd'hui comme une des principales limites de la MOA afin de permettre une quantification minéralogique non biaisée (article 4, annexe E). La seconde amélioration porte sur les travaux portant sur le développement de l'imagerie hyperspectrale optique comme nouvelle technique d'imagerie pour permettre une segmentation/classification minéralogique plus efficace que l'AIMO aujourd'hui communément utilisé en MOA (section 4.1).

La génération d'une matrice bullée que procure le durcissement rapide de la résine acrylique a été ainsi exploitée afin de développer une technique de vision par ordinateur en minéralogie automatisée en MO; i.e. le développement d'un algorithme de *deep learning*. Le développement de cet algorithme permet une détection des particules prise sous résine acrylique donnant une segmentation optimale des particules, en particulier une différenciation entre les particules minérales et la résine lors des analyses d'imagerie optique. Ce développement a donc permis de contribuer à l'amélioration de la technique de MOA en proposant une détection optimale de toutes les particules d'un échantillon en poudre mise en SP. Un algorithme de *deep learning* a été ainsi entraîné pour détecter automatiquement les particules sous cette résine. Les résultats ont fourni une détection pertinente des particules, permettant une quantification minéralogique non biaisée avec une analyse automatisée du MO possible en détectant les particules transparentes présentes dans la SP. L'approche de *deep learning* proposée dans cette étude est très innovante dans le domaine de l'analyse minéralogique automatisée par MO.

Les travaux portant sur l'imagerie hyperspectrale optique ont permis de prouver qu'une caméra hyperspectrale peut être facilement synchronisée avec un MOA et qu'une mesure de la réflectance des particules minérales est aussi possible par une caméra hyperspectrale. À partir de ces mesures de réflectance hyperspectrales optiques, une base de données de réflectance de 26 minéraux opaques a été créée et une méthode de classification minéralogique basique basée sur l'extraction

d'images monochromatiques issues de cubes hyperspectraux a pu aussi être développée. Les résultats ont ainsi pu démontrer que les mesures de réflectances des minéraux étudiées obtenues sont très similaires à la littérature, notamment la base de données de réflectance de López-Benito et al. (2020). La méthode de classification booléenne basique développée à partir des cubes hyperspectraux bruts acquis avec le dispositif expérimental associé au logiciel CVPE® sur les différents échantillons étudiés donne des images classifiées (i.e. une cartographie minéralogique) efficaces et propres. Cette approche supervisée a mis en évidence l'importance d'avoir un maximum de recul vis-à-vis de la composition minéralogique des échantillons à caractériser au MOA. Cette connaissance basique permet ainsi d'adapter les procédures d'identification minéralogique en choisissant des longueurs d'onde pertinentes afin d'obtenir une caractérisation minéralogique rapide et efficace.

6.1.3 Axe de recherche 3 : études comparatives et cas d'applications en contexte géométallurgique

Le troisième axe de recherche de ce doctorat s'est concentré sur différents travaux d'études comparatives entre le MOA et le QEMSCAN® (système de minéralogie automatisée type MEB-EDS) comprenant un contexte géométallurgique pour les travaux sur le projet minier Dumont Nickel (article 5, annexe F et section 4.2.2; conférence *CMPNOQ 2022*) et sans contexte, i.e. une étude comparative pure (section 4.2.1; poster Symposium de Rouyn 2021). De plus, les travaux de ce doctorat ont donné des recommandations à savoir comment intégrer la MOA pour les différents aspects de la mine en contexte géométallurgique (article 6, annexe G).

Les premiers travaux concernant l'étude sur les minerais du projet minier Dumont Nickel (article 5, annexe F) ont permis de décrire une étude comparative de deux méthodes de détermination minéralogique automatisée pour la quantification des phases minérales opaques sur des échantillons de SP des quatre principaux minerais du gisement. L'objectif était d'évaluer la fiabilité de la méthode de MOA en la comparant aux résultats existants de QEMSCAN® pour la détermination de la quantification de l'abondance des minéraux contenant du Ni dit métallurgiquement récupérable (pentlandite, heazlewoodite et awaruite) et nécessaire à la caractérisation géométallurgique du projet. Cette étude propose une méthode innovante et potentiellement rentable pour effectuer une quantification minéralogique automatisée en utilisant le MOA réfléchi comme alternative au QEMSCAN® pour les futures opérations minières du

projet. Les principaux résultats comparatifs ont démontré l'efficacité de la MOA. Les résultats de quantification des minéraux opaques obtenus à partir des quatre échantillons analysés sur les deux appareils étaient très comparables avec une résolution plus élevée avec le MOA et un temps d'analyse similaire. Le MOA a fourni cependant une mauvaise classification minéralogique entre les minéraux sulfurés contenant du Ni à cause des artefacts d'aberration chromatique, en particulier lorsque ces minéraux sont tous deux présents dans l'intercumulus des échantillons, comme c'est le cas pour l'échantillon du domaine géométallurgique sulfuré mixte (Exp_498). Néanmoins, cette étude comparative directe a démontré que le MOA peut fournir une quantification minéralogique précise des phases minérales opaques dans les SP pour les minerais du projet Dumont Nickel.

Les seconds travaux portant aussi sur le projet Dumont Nickel (section 4.2.2; conférence CMPNOQ 2022) se sont uniquement concentrés sur l'attribution de domaines géométallurgiques à des échantillons représentatifs du gisement du projet minier par quantification minéralogique en utilisant la MOA. Le but a été de vérifier la capacité de cette technique à identifier et associer correctement les domaines géométallurgiques à chaque échantillon étudié, en comparant les résultats obtenus avec ceux obtenus par l'analyse plus fiable de QEMSCAN®. Ce travail indique que la MOA est une alternative fiable à QEMSCAN® et peut être utilisée pour l'attribution de domaine et pour la quantification de la composition modale des MI. Cependant, le plus grand défaut de la MOA est son incapacité à analyser les phases minérales transparentes qui sont parfois nécessaires pour une attribution de domaine géométallurgique complète et adéquate du gisement (comme aussi déterminé lors des travaux de l'article 5, annexe F). Malgré cette limite, seul le domaine serpentine riche en Fe représente encore un défi pour la MOA en raison de l'incapacité du dispositif à identifier la phase Sp-Fe. Afin de pallier ces limites, plusieurs recommandations ont déjà été données dans la section 5.3.2.

L'étude comparative pure sur les différents produits de flottations du concentrateur LaRonde (section 4.2.1; poster Symposium 2022) a permis de diffuser une étude comparative simple et de présenter brièvement le principe des procédures d'analyse minéralogique multispectrale supervisées développer sous CVPE®. Les résultats de l'étude comparative obtenue grâce aux analyses QEMSCAN© ont prouvé la fiabilité et la performance de la MOA sur la caractérisation minéralogique automatisée de minéraux sulfurés. Les seules différences de résultats notables entre les deux techniques proviennent d'une limite de la MOA déjà décrite dans la littérature i.e. les

effets de bordures que peuvent présenter certaines particules minérales, ici la galène qui peut être mal identifié comme étant de l'énargite (Pirard, E., 2018).

L'article 6, annexe G était une réponse à l'article 1 de revue de littérature concernant le manque d'étude de cas d'application en contexte géométallurgique, mais aussi généralement en contexte minier. De nombreux auteurs du domaine de la MOA affirment que la technique est adaptée à des applications directes à des fins de géométallurgie (Berrezueta et al., 2016; Berry et al., 2008; Castroviejo et al., 2009; Hunt et al., 2011; López-Benito et al., 2020; Pirard, Eric et al., 2008). Ainsi, en réponse à ce manque d'études, l'article 6 propose plusieurs méthodologies d'intégration de la MOA dans de nombreux aspects d'une mine en se basant sur le concept de géométallurgie :

- Pour l'exploration minérale;
- Pour le traitement minéral, y compris pendant le développement du projet (et pendant les programmes géométallurgiques) et l'exploitation (minéralogie opérationnelle); et
- Pour la gestion des rejets miniers.

Un aspect important mis en évidence dans les applications proposées dans cet article est que le MOA peut fournir des informations abordables sur les caractéristiques minéralogiques et texturales d'un matériau donné (minerai, concentré, stériles, résidus) par rapport aux systèmes automatisés de type MEB-EDS automatisé. Le faible coût d'investissement et d'utilisation de la MOA permet son application à un stade précoce d'un projet minier. L'information minéralogique générée fournit des caractéristiques pertinentes du matériau caractérisé pour définir les domaines géométallurgiques et géoenvironnementaux d'un projet minier. Premièrement, la quantification minéralogique par MOA apporte une contribution importante pour mieux prédire le comportement du minerai dans l'usine de traitement minéral. Cet aspect permet de modéliser la performance du processus, et donc d'optimiser et de concevoir une usine de traitement adaptée lors des tests géométallurgiques d'un programme géométallurgique. En outre, il a été proposé que le MOA puisse être utilisé comme une technique appropriée pour réaliser la minéralogie opérationnelle à travers un circuit de traitement minéral. De la même manière que pour l'aspect sur le traitement minéral, le MOA peut également fournir une quantification minéralogique pertinente pour prédire le comportement environnemental (génération de DMA et/ou ML) des rejets miniers générés pendant l'exploitation de la mine. Sur la base de ces informations, une méthodologie d'évaluation qualitative des ML utilisant la MO manuelle a été fournie pour la phase initiale d'un projet minier et plusieurs options appropriées de

gestion des rejets miniers ont été proposées. Pour le traitement minéral et les aspects environnementaux d'une approche géométallurgique, la MOA reste une technique appropriée, parmi de nombreuses autres techniques minéralogiques (e.g. DRX, MEB-EDS). La complémentarité de chaque technique est essentielle pour réaliser une caractérisation minéralogique précise et fiable à des fins géométallurgiques. Toutes les applications recommandées dans l'article 6 ont été fournies à titre d'exemple dans le contexte d'un gisement typique de sulfures polymétalliques et d'or et sont théoriques. Ces recommandations peuvent être une première ligne directrice pour une étude de cas concrète et doivent être ajustées en fonction du gisement étudié.

6.1.4 Échelle de niveau de maturité technologique (*Technology Readiness Level*) de la microscopie optique automatisée

Afin de résumer les contributions de la thèse sur le développement de la MOA, l'échelle de niveau de maturité technologique (*Technology Readiness Level*, TRL*)* est utilisée dans cette présente section. L'échelle TRL principalement développé par l'administration nationale de l'aéronautique et de l'espace américaine (NASA) est une échelle permettant d'évaluer le niveau de maturité d'une technologie afin de l'intégrer adéquatement dans un contexte d'application industriel/opérationnel (Mankins, 2009; Straub, 2015). Cette échelle comprend officiellement 9 niveaux allant d'un niveau le plus bas où les principes de base de la technologie sont observés et rapportés jusqu'à un niveau 9 où la technologie se présente à travers un système développé, réel et prouvé en contexte industriel/opérationnel (Figure 6.1). Dans cette section, il sera ainsi fait un état des lieux de la maturité technologique des systèmes de MOA connu dans la littérature. Dans un second temps, chaque contribution des travaux du doctorat sera remise en perspective afin d'évaluer l'évolution globale du niveau de maturité du système de *Clemex Technologies* utilisé pendant le doctorat et qu'a pu apporter ces travaux.

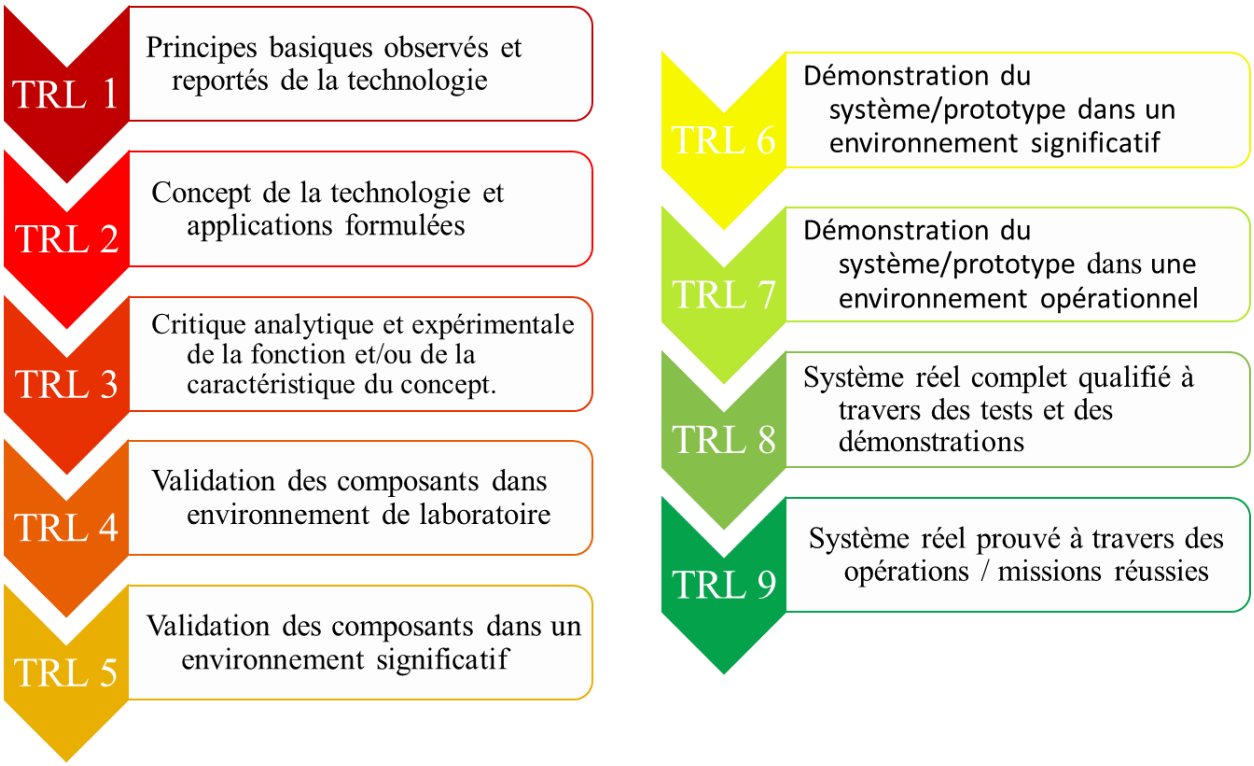


Figure 6.1 Échelle de niveau de maturité technologique (*Technology Readiness Level*, TRL); selon Mankins (2009).

6.1.4.1 État des lieux des systèmes de minéralogie automatisée en microcopie optique connus (article 1)

L'article 1, annexe A portant sur la revue de littérature poussée de la technique MOA a fait un état des lieux de la technologie en mentionnant les différents systèmes les plus aboutis qui ont pu être développés, i.e. les systèmes AMCO® et Mineral/Recognition® (Figure 6.2). Le système AMCO® a permis notamment de pallier aux différentes limites de l'identification des minéraux opaques (i.e. le recouvrement de réflectance, aberration chromatique, effet de bordure, etc.) en proposant un système mesurant la réflectance des minéraux opaques par de nombreux filtres spectraux avec une identification minéralogique par des méthodes de classification poussée (Catalina et al., 2022; Grunwald, U. et al., 2022; López-Benito et al., 2020). Le système AMCO® propose une détection des particules transparentes par l'utilisation d'une technique de préparation par lame mince polie avec utilisation d'une résine fluorescente combinée à un filtre spectral précis (Grunwald et al., 2019). Ce dernier système n'a pas fait l'objet d'études comparatives ou cas

d'applications significatives récentes dans la littérature (Berrezueta et al., 2016); par conséquent, il est considéré que le système AMCO® possède un niveau TRL de 4.

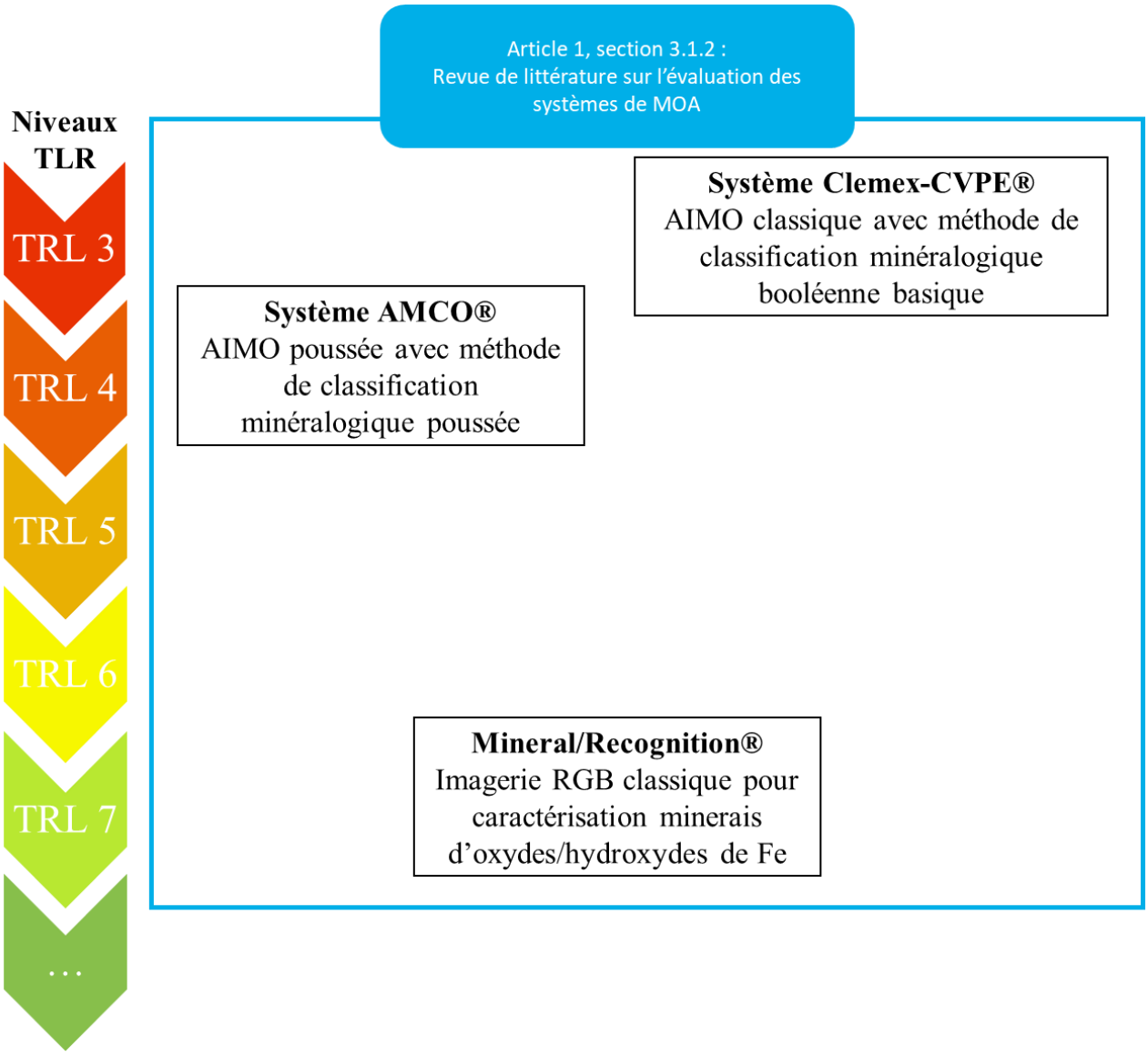


Figure 6.2 Niveaux de maturités technologiques (TRL) des différents systèmes de MOA selon l'article 1, annexe A.

L'autre système le plus abouti dans le domaine de la MOA est le système Mineral/Recognition® du CSIRO (Donskoi, E. et al., 2021; Donskoi, E. et al., 2022; Donskoi, E. & Poliakov, 2020; Donskoi, E et al., 2010; Donskoi, E. et al., 2015) qui s'est uniquement développé par la caractérisation des minerais d'oxydes/hydroxydes de fer. Ce système a pu bénéficier des développements de l'AIMO avec l'utilisation de filtres spectraux, mais moins poussé que le

système AMCO® car il est considéré que l'imagerie RGB classique permet une discrimination simple des différents oxydes et hydroxydes de fer. Concernant la limite sur la détection des particules transparentes, ce dernier système utilise des techniques d'AI poussée basée sur la détection des reliefs optiques des minéraux (Poliakov & Donskoi, 2014). Ce dernier système a pu faire l'objet de plusieurs études comparatives (Donskoi, E. et al., 2021; Donskoi, Eugene et al., 2011; Donskoi, E. et al., 2022) et cas d'applications en contexte industriel simulé comme la simulation/prédiction de procédés de traitement minéral (Donskoi, E. et al., 2016; Donskoi, E. et al., 2008; Donskoi, E. et al., 2007). Par conséquent le système Mineral/Recognition® est considéré comme ayant un niveau TRL de 7, mais uniquement pour la caractérisation de minerais d'oxydes/hydroxydes de Fe.

6.1.4.2 Contributions des travaux du doctorat sur le développement du système de *Clemex Technologies*

L'amélioration du système de *Clemex Technologies*, i.e. le logiciel CVPE®, a été l'objet principal de cette thèse. Ce système a été très peu testé dans la littérature (Chopard et al., 2019; Lane et al., 2008) avec un niveau de TRL estimé à 3 (Figure 6.2). Différents aspects et stratégies de développement ont été adoptés au cours du doctorat comparé aux autres systèmes, et cela selon une vision plus globale de la MOA. La Figure 6.3 résume ainsi les niveaux de maturité TRL des différents composants étudiés au cours du doctorat.

La représentativité des SP notamment (échantillonnage et la ségrégation des particules au sein des SP) n'a été que très peu étudiée/questionnée par les auteurs des systèmes précédemment cités (Berrezueta et al., 2016; Donskoi, E. et al., 2018). L'article 2, annexe C a permis alors de conceptualiser une méthode d'échantillonnage adaptée pour la MOA. Celle-ci a été appliquée pour les travaux sur l'attribution des domaines géométallurgiques sur différents échantillons du projet minier Dumont Nickel (section 4.2.2.1.2), mais il reste encore à la valider par des approches expérimentales plus poussées comme proposée en section 6.1.1. Ainsi, il peut être considéré que cet aspect de la MOA a pu être amené vers un niveau TRL de 3-4.

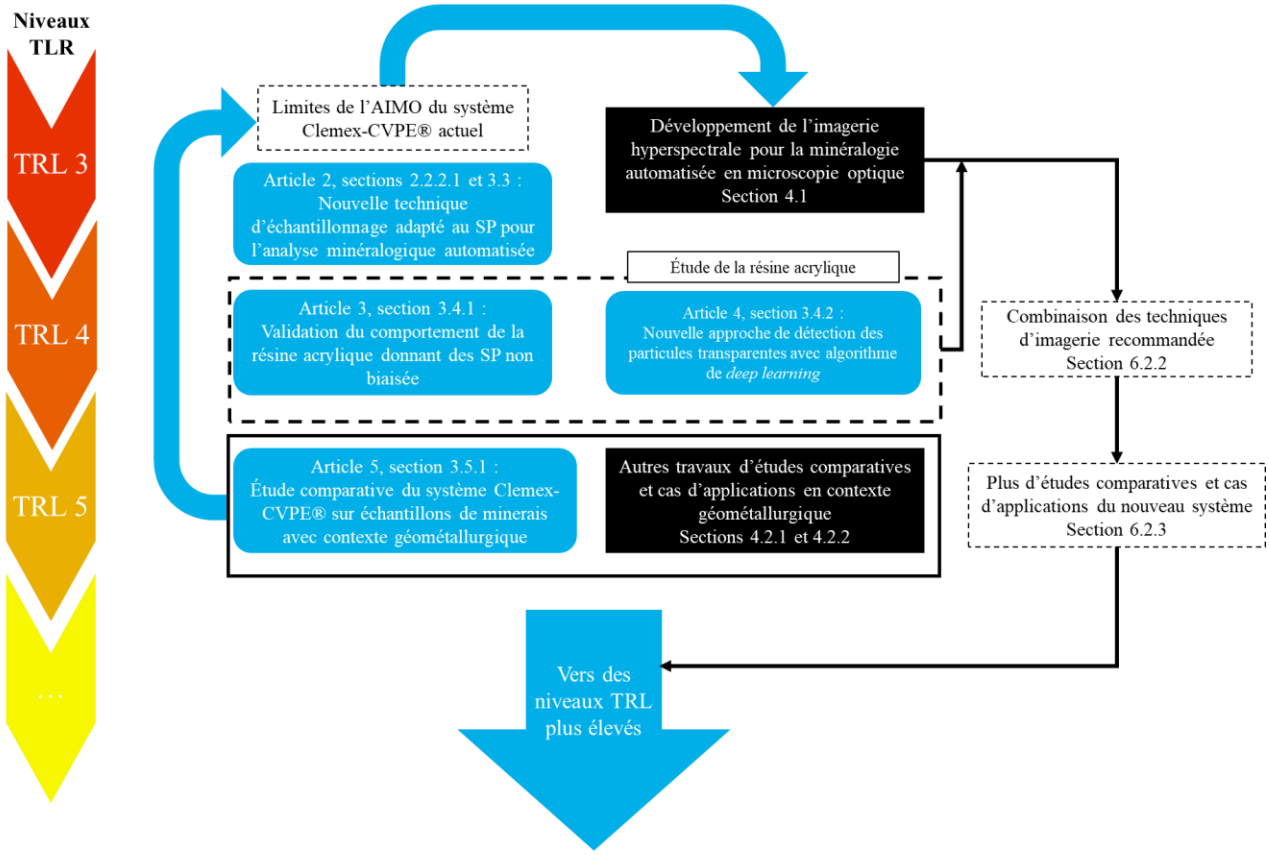


Figure 6.3 Niveaux de maturité technologique TRL des différents composants/techniques d'imagerie étudiées et développées au cours du doctorat et recommandations.

De plus, l'étude portant sur la représentativité des SP avec la résine acrylique (article 3, annexe D) a permis de valider le comportement de cette dernière afin de proposer une dispersion optimale des particules à travers les SP et d'éviter le phénomène de sédimentation des particules. Bien qu'une critique ait pu être faite sur l'impact de la surreprésentation des particules denses avec cette résine, ces travaux ont prouvé que la résine acrylique possède un comportement très similaire aux résines communément utilisées dans la fabrication de SP, i.e. la résine *carbon black* (assimilable à la résine époxy mélangée avec du graphite). Les travaux ont ainsi permis d'amener ce dernier aspect sur un niveau TRL de 4.

Concernant la limite de détection des particules transparentes en MOA, l'article 4, annexe E a permis de développer une nouvelle technique d'imagerie innovante dans le milieu de la MOA, i.e. l'utilisation d'un algorithme de *deep learning*. La précision de l'algorithme de *deep learning* entrainé à détecter des particules prises dans la résine acrylique sur images optiques a permis d'être validée avec les travaux de l'article (section 3.4.2.2). Ainsi, cette nouvelle approche de l'analyse

MOA nécessite encore d'être testée pour des applications plus concrètes, notamment en contexte de caractérisation de minerai par exemple, donnant un niveau TRL de 4 au système utilisé.

Les études comparatives/cas d'applications effectuées du système de *Clemex Technologie* (article 5, annexe F, section 4.2) représentaient une opportunité de tester le système actuel sur des échantillons de minerais qui représentaient aussi un défi géométallurgique. Cela a permis d'amener le système utilisé jusqu'au niveau TRL 5. Comme déjà évoqué en section 5.2.2, ces travaux ont pu mettre en exergue les différentes limites du système vis-à-vis notamment des procédures d'AIMO avec une méthode de classification basique booléenne. Ces limites (aberration chromatique, recouvrement de réflectance, etc.) ont remis en perspective les limites actuelles du système déjà bien connu dans la littérature (article 1, annexe A). C'est à la suite de ces travaux, rétrogradant le système à un niveau TRL de 2-3, que de nouvelles approches d'analyse d'image spectrale ont été formulées, basé notamment sur des critiques des systèmes de MOA connus dans la littérature (système AMCO®, article 1, annexe A, section 3.1.2.2.2) : la nécessité de proposer des procédures d'identification minéralogique plus supervisées avec technique d'imagerie plus poussée (i.e. l'imagerie hyperspectrale).

Les travaux portant sur l'imagerie hyperspectrale optique pour la caractérisation minéralogique en MOA (section 4.1) ont été donc une réponse logique aux travaux précédents et à la critique des systèmes connus. Ces derniers travaux constituent alors une approche nouvelle de l'analyse spectrale en MOA avec une critique expérimentale de cette nouvelle composante du système (l'imagerie hyperspectrale) amenant un niveau TRL d'environ 3.

Par conséquent, il devient pertinent de rassembler les différents composants développés/étudiés dans ce doctorat pour proposer un nouveau système plus efficace afin d'augmenter le niveau de maturité technologique du système ; c'est dans cette perspective que les sections 6.2.2 et 6.2.3 ont été écrites.

6.2 Recommandations

6.2.1 Amélioration de la représentativité des supports d'études pour l'analyse minéralogique automatisée

Les travaux ont pu mettre en avant les bienfaits de la préparation de *sizing* des échantillons pour l'analyse minéralogique automatisée. Malgré ses avantages, la problématique des particules

denses présentes dans un échantillon peut néanmoins provoquer des biais de surreprésentation à la surface d'analyse des SP (section 5.1.2). Des simulations numériques de sédimentations des particules avec tous les paramètres connus jouant sur ce phénomène (i.e. densité, viscosité dynamique de la résine, densité et distribution granulométrique des particules de l'échantillon étudié) peuvent ainsi permettre en amont d'attester si une SP peut être biaisé avec l'échantillon considéré.

Cependant, la sédimentation des particules minérales vers le fond d'une SP n'est pas nécessairement un effet indésirable et permet d'augmenter les statistiques des particules pour l'analyse minéralogique. Ceci améliore la précision de la quantification minéralogique par les dispositifs minéralogiques automatisés; comme vu en sections 2.2.2.3 et 2.4 (Blyth, 1986; Brough, C. et al., 2019; Howarth, 1998; Leigh et al., 1993). La limite de la fabrication de SP provient de la surface d'analyse que procure ce type de support d'étude qui ne permet pas d'accorder suffisamment de surface à toutes les particules composant un échantillon en poudre. Dans cette perspective, il devient pertinent de changer le paradigme de préparation des supports d'étude pour l'analyse minéralogique automatisée. Il est ainsi recommandé de proposer de nouveaux supports polis permettant que toutes les particules soient présentes sur la surface d'analyse.

À titre d'exemple, une SP standard de 30 mm de diamètre donne une surface d'analyse d'un maximum de 14,13 cm^2 permettant d'accueillir jusqu'à 700 000 particules à sa surface pour une distribution granulométrique standard entre 25 et 75 µm (selon l'article 3, annexe D). L'observation sur les coupes verticales de SP de résine époxy de l'article 3 indique jusqu'à 6 couches de particules au fond de la SP. Il est alors estimé qu'une poudre d'échantillon d'un gramme dit standard entre 25 et 75 µm peut contenir jusqu'à 5 millions de particules. Une surface d'environ 85 cm^2 serait alors nécessaire pour faire apparaitre toutes ces particules à la surface du support d'étude. Cela correspondrait à une plaque de résine d'environ 10 cm de longueur et de 8,5 cm de largeur (Figure 6.4). Bien évidemment, ces calculs de surface des supports d'étude doivent être testés pour des échantillons à granulométries et compositions modales (teneur, trace, mineur, majeurs du MI) différentes.

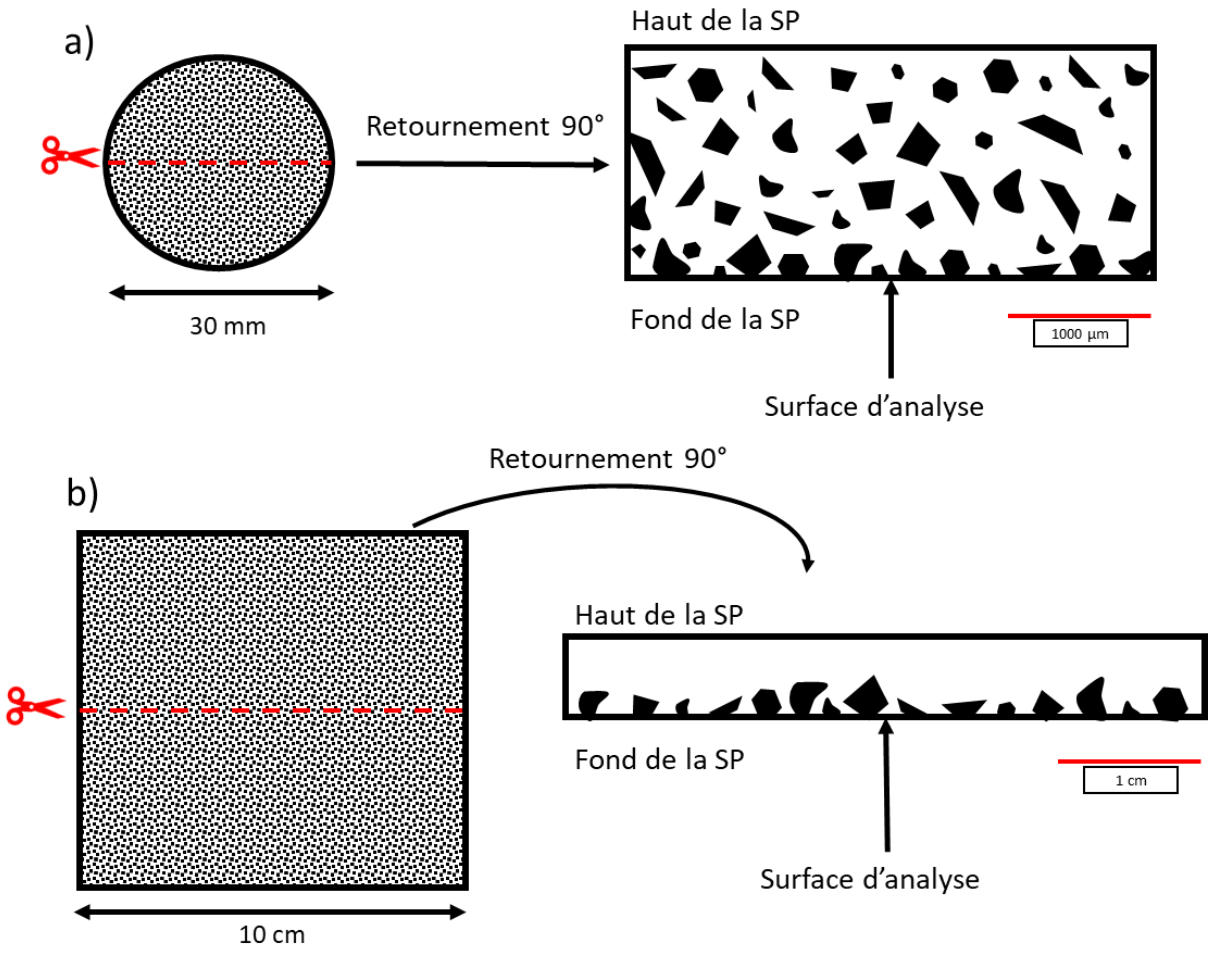


Figure 6.4 Recommandation de développement de nouveau support d'étude pour l'analyse minéralogique automatisée où toutes les particules d'un échantillon peuvent être analysées avec visualisation des particules à travers la SP a) format de SP standard (30 mm de diamètre); b) suggestion de format d'une plaque de résine de 10 cm de longueur et largeur.

Le protocole de préparation de ce nouveau format de SP nécessite de s'assurer que toutes les particules de l'échantillon puissent bien se retrouver au fond de la SP avec un protocole de préparation rapide et efficace. Selon cette perspective, cette nouvelle approche de préparation d'échantillon peut alors s'inspirer de la technique de tri et de préparation manuelle de grains de zircons et d'apatite (dite de *hand picking*) utilisée pour la caractérisation thermochronologique (e.g. Kohn et al., 2019; Tagami, 2005). Cette technique de *picking* reste adéquate pour préparer un matériau granulaire grossier constitué de particules de l'ordre de 5 mm mais reste inadéquate pour des échantillons en poudre avec une granulométrie typique D80~75 µm.

De plus, ce nouveau format implique une adaptation des appareils de polissage et d'analyse de minéralogie automatisée afin qu'ils puissent l'accueillir. Les systèmes type MEB-EDS risquent d'être moins susceptibles de devoir réadapter leur chambre d'échantillon pour cela, au vu de ce que cela implique pour la mise sous vide de la chambre nécessaire aux analyses MEB-EDS. Le MOA étant moins contraignant, une réadaptation des platines pour accueillir ce nouveau format de SP est plus plausible. Les systèmes de minéralogie automatisée ont alors à leur disposition toutes les particules d'un échantillon à analyser et donc sans crainte que le support d'étude soit biaisé. Ces mêmes systèmes peuvent alors optimiser leurs mesures minéralogiques afin d'arrêter leurs analyses jusqu'à que les incertitudes de mesures soient considérées comme suffisamment correctes pour chaque paramètre minéralogique quantifié, e.g. 2 500 particules pour la composition modale selon Brough, C. et al. (2019).

6.2.2 Vers une utilisation des techniques d'imagerie optique combinée et plus avancée destinée à la minéralogie automatisée

Comme évoqué en section 6.1.4.2 et pour donner suite aux différents travaux effectués, il est recommandé de combiner les différentes méthodes et techniques développées dans un même système de MOA. Cette approche permettra alors de permettre une caractérisation minéralogique complète permettant de pallier aux limites connues de la MOA ; cette approche s'inscrit d'ailleurs dans l'esprit de l'approche multitechnique évoqué en section 5.2.3.

C'est dans cette perspective que les différents travaux ont pu aboutir au dépôt d'une propriété intellectuelle entre la compagnie *Clemex Technologies* et l'université UQAT (dépôt provisoire d'application de numéro de série 63/462,597). Cette propriété intellectuelle protège alors la combinaison des différents travaux effectués au cours du doctorat en un seul système de MOA, notamment la combinaison de l'utilisation d'algorithme de *deep learning* pour la détection des particules transparentes (article 4, annexe E) et les travaux portant sur l'imagerie hyperspectrale permettant une mesure de la réflectance complète des particules minérales selon plusieurs domaines spectraux (section 4.1).

Les travaux sur le développement de l'imagerie hyperspectrale optique ont pu mettre cependant en avant les limites de l'approche de classification minéralogique booléenne développée : certaines phases minéralogiques minérales (minéraux arséniés, Figure 6.5) présentent un recouvrement de réflectance trop important pour permettre une identification efficace. Bien que certains auteurs

préconisent l'utilisation de longueurs d'onde plus spécifiques pour permettre une discrimination plus efficace (Grunwald, Ú. et al., 2022), il est conseillé d'utiliser des méthodes de classification plus efficaces comme l'analyse linéaire discriminante connue dans la littérature (López-Benito et al., 2020), et cela à partir des données de mesures de réflectances hyperspectrales au complet. La classification minéralogique par l'utilisation d'algorithme de *deep learning* a pu aussi montrer de bons résultats dans la littérature (Koh et al., 2021). Il est ainsi conseillé d'utiliser ces structures d'algorithmes pour permettre à la fois la segmentation et la classification des particules minérales, toujours à partir de données de mesures de réflectances par imagerie hyperspectrales (approches d'ailleurs proposées dans la propriété intellectuelle).

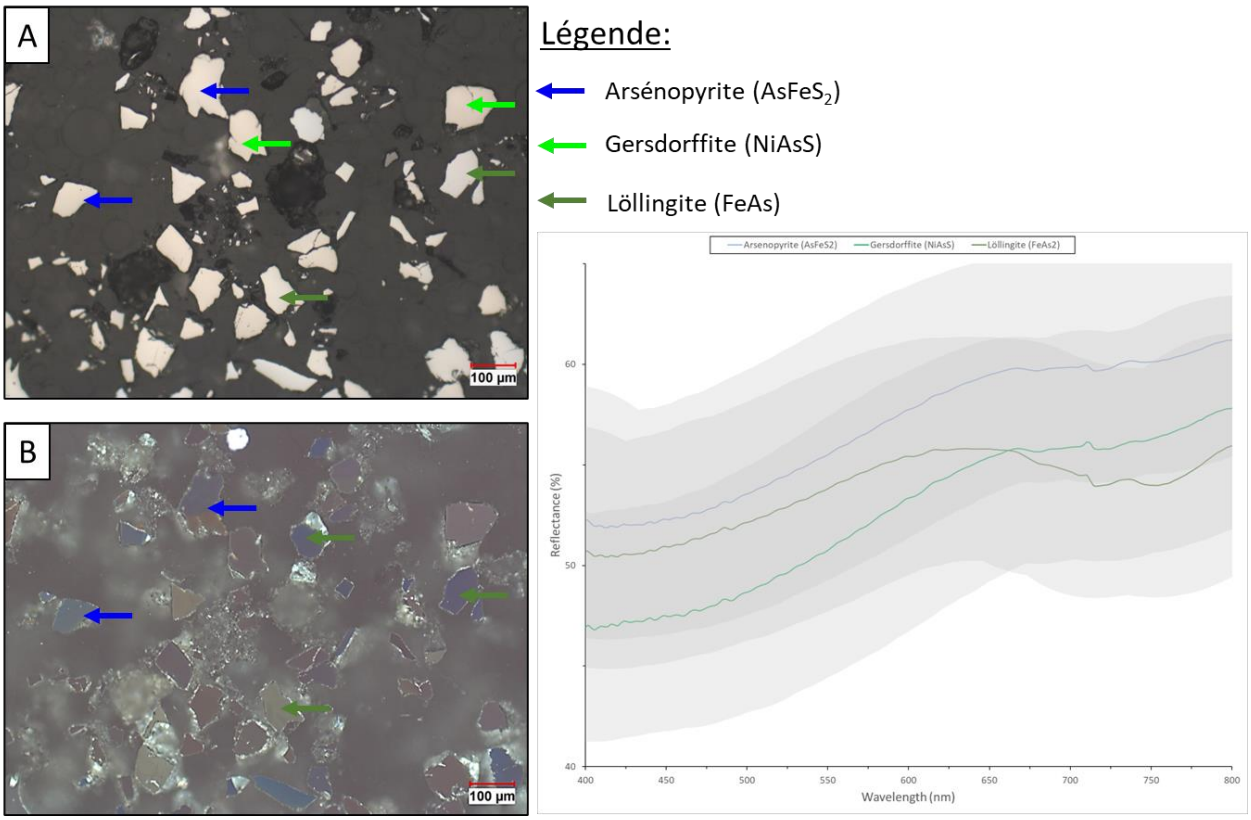


Figure 6.5 Standard de minéraux arséniés (A : image LPNA) utilisé pour les travaux sur l'imagerie hyperspectrale optique (section 4.1) dont les courbes de réflectances sont trop proches (recouvrement de réflectance) qui n'ont pas permis une classification efficace avec la procédure développée. B : image en LPA permettant de percevoir la différence de comportement d'anisotropie entre les minéraux; issu de l'annexe I.

Toujours dans la perspective de pouvoir discriminer au mieux certaines phases minérales présentant des comportements de réflectances proches ou complexes (e.g. minéraux avec

biréflectance et/ou pléochroïques), il peut être pertinent de combiner l'analyse de réflectance avec les autres propriétés optiques des minéraux, en particulier en LPA (donnant suite à la discussion donnée en section 5.2.1). Le phénomène d'anisotropie/d'isotropie des minéraux peuvent être ainsi intégrer dans les procédures d'identification minéralogique automatisée en MOA (e.g. des minéraux arséniés en Figure 6.5). Cette propriété optique peut sembler complexe à identifier par des algorithmes classiques de vision par ordinateur; cependant les progrès des algorithmes de *deep learning* pourraient permettre l'application de cette approche complexe. Les appareils de MOA se doivent cependant d'intégrer ce type d'image en LPA de façon automatique en comprenant des mesures multiradiales pour permettre cette procédure (Pirard, Eric & De Colnet, 2001; Pirard, Eric & Lebichot, 2004; Pirard, Eric et al., 2007), ce qui semble avoir été abandonné dans le développement de la MOA (article 1, annexe A).

Un autre aspect qui a été discuté en section 5.2.2 est l'impossibilité de la MOA à clairement identifier les minéraux transparents et donner une stœchiométrie précise des minéraux identifiés. Bien que les travaux de doctorat aient permis de développer une approche par *deep learning* (article 4, annexe E) permettant une détection des particules transparentes facilement intégrables dans les procédures d'analyse spectrale optique en MOA, il reste néanmoins important de continuer à entrainer l'algorithme en question à détecter toutes les particules sur des images optiques sous différents grossissements et tailles de particules plus diverses. Cependant, cette approche ne répond pas à la limite ici soulevée; i.e. l'identification minéralogique des particules transparentes et la stœchiométrie des minéraux. La technologie LIBS devient ici pertinente, puisque cette technique a reçu un développement significatif pour des applications de caractérisation minéralogique pour l'industrie minière, notamment sur carotte de forage (e.g. Haavisto et al., 2013; Kuhn et al., 2016; Paradis et al., 2021; Rifai et al., 2018; Trichard et al., 2017). L'identification minéralogique à partir des microanalyses chimiques que permet cette technique LIBS est encore en plein développement, mais montre des premiers résultats plutôt concluants (e.g. El Haddad et al., 2019; Gervais et al., 2019; Moncayo et al., 2018), notamment via des méthodes de classification utilisant des structures algorithmiques type *deep learning* (Paradis et al., 2021; Rifai et al., 2020) et des mesures stœchiométriques des phases minérales relativement précises. L'avantage des analyses LIBS est que son utilisation ne requiert pas des conditions d'applications contraignantes (comme une mise sous vide de l'échantillon). La difficulté reste que la résolution spatiale des microanalyses LIBS doit encore être améliorée pour pouvoir les intégrer dans des MO et des procédures

d'identifications minéralogiques microscopiques. Néanmoins, quelques constructeurs (Leica©, Keyence©, Elemission©) proposent aujourd'hui des MO intégrant des microanalyses LIBS (Mirage, 2018) ou donnant des résultats d'images classifiées dont la résolution spatiale est proche des systèmes de minéralogie automatisée type MEB-EDS (Gervais et al., 2019; Paradis et al., 2021). La procédure recommandée serait donc d'intégrer les analyses LIBS aux procédures d'identification minéralogiques par mesure de réflectance que propose la MOA. Dans un premier temps, les procédures d'analyse spectrale que permet la MOA à obtenir une classification minéralogique des particules sur une SP peuvent être d'abord permises. L'utilisateur pourrait alors sélectionner préférentiellement les particules minérales à analyser par les microanalyses LIBS permises par l'appareil de MOA en ne ciblant que le centroïde des particules en question selon ses besoins de caractérisations (e.g. identification des phases transparentes et/ou stœchiométrie des MI). Cette approche pourrait alors s'inclure dans des procédures de routine automatisées de caractérisation minéralogique par MOA, utilisant ainsi les microanalyses LIBS de façon parcimonieuse sur les SP.

6.2.3 Études comparatives et cas d'applications

Bien que de nombreuses avancées ont été permises dans le cadre des travaux de cette thèse, avec les différents travaux d'études comparatives (article 5, annexe F section 4.2.1) et cas d'applications en contexte géométallurgique (articles 5, annexe F et 6, annexe G et section 4.2.2), ces derniers types d'études restent encore trop manquants dans la littérature. Cette approche reste indispensable pour prouver l'efficacité et la pertinence de la caractérisation minéralogique par MOA dans l'industrie minière (comme évoqué dans l'article 1, annexe A et section 3.1.2.3) et permet de faire évoluer la maturité d'une telle technique comme illustré et recommandé en section 6.1.4. Il est donc recommandé de poursuivre de tels travaux en continuant de proposer la MOA au sein même des départements des compagnies minières. Cela permettra encore une fois de prouver qu'une caractérisation minéralogique même texturale peut être accessible par ces derniers pour leur approche géométallurgique de leurs exploitations. De futurs travaux devront aussi permettre d'évaluer le coût économique OPEX et CAPEX de l'intégration de la MOA, e.g. dans un contexte miner opérationnel (minéralogie opérationnelle, section 2.5.4.2) parfois pertinent pour certaines exploitations minière (e.g. le projet minier Dumont Nickel). Le but reste toujours de prouver le coût avantageux de la MOA en contexte minier.

Il est aussi important de mentionner ici que de nombreux points ont été soulevés concernant le manque de consensus des principes d'AI sur certains paramètres minéralogiques dans la minéralogie automatisée ainsi que les méthodes de corrections stéréologiques et calculs des IC associés (section 5.1.4), i.e. associations minéralogiques (section 2.4.4), textures minéralogiques (section 2.4.5). De futurs travaux devront ainsi se concentrer sur ces points spécifiques afin de permettre une quantification minéralogique automatisée, fiable et précise dans l'avenir. De même, de nombreux questionnements concernant l'impact des différents paramètres minéralogiques (nécessitant leurs quantifications par minéralogie automatisée incluant le MOA) ont été soulevés lors de ce doctorat, notamment, l'impact sur le comportement environnemental de génération de DMA et LM (section 2.5.4.3). De futurs travaux devront alors se concentrer sur ces points spécifiques afin de permettre notamment au MOA de constituer un outil de caractérisation pertinent pour la prédiction précise (génération de DMA, nature des ML) et en amont de comportement environnementaux problématiques de stériles et résidus miniers.

RÉFÉRENCES

Abzalov, M. (2011). *Sampling errors and control of assay data quality in exploration and mining geology*. IntechOpen.

Adams, M., Swaney, S., Friedl, J., & Wagner, F. (1997). Preg-robbing minerals in gold ores and residues. *Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 163-172. https://www.researchgate.net/publication/314285983_Preg-robbing_Minerals_in_Gold_Ores_and_Residues

Ait-Khouia, Y., Benzaazoua, M., & Demers, I. (2021). Environmental desulfurization of mine wastes using various mineral processing techniques: Recent advances and opportunities. *Minerals Engineering, 174*, 107225. https://doi.org/ARTN 107225

10.1016/j.mineng.2021.107225

Akcil, A., & Koldas, S. (2006). Acid Mine Drainage (AMD): causes, treatment and case studies. *Journal of Cleaner Production, 14*(12-13), 1139-1145. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2004.09.006

Albijanic, B., Nimal Subasinghe, G. K., Bradshaw, D. J., & Nguyen, A. V. (2015). Influence of liberation on bubble–particle attachment time in flotation. *Minerals Engineering, 74*, 156-162. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.08.004

Ali, A., Chiang, Y. W., & Santos, R. M. (2022). X-ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals, 12*(2), 205. https://doi.org/ARTN 205

10.3390/min12020205

Allen, T. (2003). *Powder sampling and particle size determination*. Elsevier.

Asadi, P., & Beckingham, L. E. (2021). Integrating Machine/Deep Learning Methods and Filtering Techniques for Reliable Mineral Phase Segmentation of 3D X-ray Computed Tomography Images. *Energies, 14*(15), 4595. https://doi.org/ARTN 4595

10.3390/en14154595

ASTM-E11. (2013). *Standard specification for woven wire test sieve cloth and test sieves.* https://doi.org/10.1520/E0011-22

Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers. *Presses Internationales de Polytechnique, Corporation de l'École Polytechnique de Montréal, Montréal*. http://www.presses-polytechnique.ca/fr/environnement-et-gestion-des-rejets-miniers

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University. https://www.researchgate.net/profile/Bridget-Ayling/publication/258461582_QEMSCAN_Quantitative_Evaluation_of_Minerals_by_Scanning_Electron_Microscopy_capability_and_application_to_fracture_characterization_in_geothermal_systems/links/57e41e4008ae06097a0bf589/QEMSCAN-Quantitative-

Evaluation-of-Minerals-by-Scanning-Electron-Microscopy-capability-and-application-to-fracture-characterization-in-geothermal-systems.pdf

Backman, C. M. (2008). Global supply and demand of metals in the future. *J Toxicol Environ Health A, 71*(18), 1244-1253. Review. https://doi.org/10.1080/15287390802209582

Barthelmy, D. (2007). Mineralogy database, webmineral. *Online under, http://www.webmineral.com*. http://www.webmineral.com

Barton, I. F., Gabriel, M. J., Lyons-Baral, J., Barton, M. D., Duplessis, L., & Roberts, C. (2021). Extending geometallurgy to the mine scale with hyperspectral imaging: a pilot study using drone- and ground-based scanning. *Mining Metallurgy & Exploration, 38*(2), 799-818. https://doi.org/10.1007/s42461-021-00404-z

Batanova, V. G., Sobolev, A. V., & Kuzmin, D. V. (2015). Trace element analysis of olivine: High precision analytical method for JEOL JXA-8230 electron probe microanalyser. *Chemical Geology, 419*, 149-157. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2015.10.042

Batanova, V. G., Sobolev, A. V., & Magnin, V. (2018). *Trace element analysis by EPMA in geosciences: Detection limit, precision and accuracy.* IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (vol. 304, p. 012001). https://doi.org/10.1088/1757-899X/304/1/012001

Baumgartner, R., Dusci, M., Gressier, J., Trueman, A., Poos, S., Brittan, M., & Mayta, P. (2011). *Building a geometallurgical model for early-stage project development-a case study from the Canahuire epithermal Au-cu-Ag deposit, Southern Peru.* The First AUSIMM International Geometallurgy Conference (p. 53-60). https://mineral.cuso.ch/fileadmin/mineral/Geometallurgy_partII.pdf

Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2018). Les géologues dans la remédiation minière. *Bulletin de la Société Géologique de France, 201*. https://geosoc.fr/boutique-en-ligne/le-qu%C3%A9bec-la-g%C3%A9ologie-en-grand-format-pdf-detail.pdf?tmpl=component

Berrezueta, E., Ordonez-Casado, B., Bonilla, W., Banda, R., Castroviejo, R., Carrion, P., & Puglla, S. (2016). Ore Petrography Using Optical Image Analysis: Application to Zaruma-Portovelo Deposit (Ecuador). *Geosciences, 6*(2), 30. https://doi.org/ARTN 30

10.3390/geosciences6020030

Berry, R., Walters, S., & McMahon, C. (2008). Automated mineral identification by optical microscopy. *Australasian Institute of Mining and Metallurgy Publication Series*, 91-94. https://www.researchgate.net/profile/Ron-Berry/publication/43498222_Automated_mineral_identification_by_optical_microscopy/links/566f46ea08aecdcd23562305/Automated-mineral-identification-by-optical-microscopy.pdf

Berzelius, J. J. (1819). *Nouveau système de minéralogie*.

Biver, M., & Shotyk, W. (2012). Stibnite (Sb2S3) oxidative dissolution kinetics from pH 1 to 11. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 79*, 127-139. https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.11.033

Blowes, D. W., Ptacek, C. J., Jambor, J. L., & Weisener, C. G. (2003). The Geochemistry of Acid Mine Drainage. Dans H. D. Holland & K. K. Turekian (édit.), *Treatise on Geochemistry* (p. 149-204). Pergamon.

Blyth, C. R. (1986). Approximate Binomial Confidence Limits. *Journal of the American Statistical Association, 81*(395), 843-855. https://doi.org/10.1080/01621459.1986.10478343

Bolin, B. J., & Moon, T. S. (2003). Sulfide detection in drill core from the Stillwater Complex using visible/near-infrared imaging spectroscopy. *Geophysics, 68*(5), 1561-1568. https://doi.org/10.1190/1.1620630

Bond, F. C. (1952). The third theory of comminution. *Trans. AIME Miner. Eng.*, 193.

Bonifazi, G. (1995). Digital multispectral techniques and automated image analysis procedures for industrial ore modelling. *Minerals Engineering, 8*(7), 779-794. https://doi.org/10.1016/0892-6875(95)00039-s

Bonnici, N., Hunt, J., Walters, S., Berry, R., & Collett, D. (2008). *Relating textural attributes to mineral processing-Developing a more effective approach for the Cadia east Cu-Au porphyry deposit.* Proceedings of the ninth international congress for applied mineralogy conference (ICAM) (p. 4-5). https://www.researchgate.net/profile/Ron-Berry/publication/43498232_Relating_textural_attributes_to_mineral_processing_Developing_a_more_effective_approach_for_the_Cadia_East_Cu-Au_porphyry_deposit/links/566f45d408aec0bb67bf0d1a/Relating-textural-attributes-to-mineral-processing-Developing-a-more-effective-approach-for-the-Cadia-East-Cu-Au-porphyry-deposit.pdf

Borgman, L. E., Kern, J. W., Anderson-Sprecher, R., & Flatman, G. T. (1996). The sampling theory of Pierre Gy: Comparisons, implementation, and applications for environmental sampling. *Principles of Environmental Sampling*, 203-221. https://www.researchgate.net/profile/John-Kern-3/publication/234138000_The_sampling_theory_of_Pierre_Gy_Comparisons_implementation_and_applications_for_environmental_sampling/links/02bfe5100881fa802d000000/The-sampling-theory-of-Pierre-Gy-Comparisons-implementation-and-applications-for-environmental-sampling.pdf

Bourke, A., & Ross, P. S. (2015). Portable X-ray fluorescence measurements on exploration drill-cores: comparing performance on unprepared cores and powders for 'whole-rock' analysis. *Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis, 16*(2), 147-157. https://doi.org/10.1144/geochem2014-326

Bouzahzah, H. (2013). *Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide*, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue]. https://depositum.uqat.ca/id/eprint/578/

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Plante, B. (2013). Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment, 33*(1), 54-65. https://doi.org/10.1007/s10230-013-0249-1

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Plante, B. (2014). Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. *Environnement, Ingénierie & Développement, N°66 - mars 2014*, 14-31. https://doi.org/10.4267/dechets-sciences-techniques.340

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2015). *A novel procedure for polished section preparation for automated mineralogy avoiding internal particle settlement.* Proceedings of the 12th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM), Istanbul, Turkey (p. 10-12).

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Plante, B., & Bussiere, B. (2015). A quantitative approach for the estimation of the "fizz rating" parameter in the acid-base accounting tests: A new adaptations of the Sobek test. *Journal of Geochemical Exploration, 153*, 53-65. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2015.03.003

Bouzahzah, H., Califice, A., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2008). *Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X ray diffraction.* Proceedings of International Congress for Applied Mineralogy ICAM08, Brisbane, Australia. AusIMM. https://www.academia.edu/720568/Modal_analysis_of_mineralogical_blends_using_optical_image_analysis_versus_X_Ray_diffraction_and_ICP

Bouzahzah, H., Solomon, B., Riegler, T., & Pirard, E. (2021). *Mineralogical Reconciliation of ore sample analyses using chemical assays, X-ray diffraction and automated mineralogy*. https://orbi.uliege.be/handle/2268/262915

Bradshaw, D. J. (2014). The role of 'process mineralogy' in improving the process performance of complex sulphide ores. *IMPC 2014, XXVII* 25. https://www.researchgate.net/profile/Dee-Bradshaw/publication/278968465_The_role_of_'process_mineralogy'_in_improving_the_process_performance_of_complex_sulphide_ores/links/5588de8c08ae347f9bdaba93/The-role-of-process-mineralogy-in-improving-the-process-performance-of-complex-sulphide-ores.pdf

Bradshaw, D. J., Triffett, B., & Kashuba, D. (2012). The Role of Process Mineralogy in Identifying the Cause of the Low Recovery of Chalcopyrite at KUCC. 73-80. https://doi.org/10.1007/978-3-642-27682-8_10

Bridge, R., Brosig, D., Lozano, C., & Laurila, H. (2014). Geometallurgy: an underutilised technology. *Can. Inst. Mining, Metall. Pet., 33*, 81-87. https://store-test.cim.org/en/geometallurgy-an-underutilised-technology

Bronkala, W. J. (2000). Magnetic Separation. Dans *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*.

Brough, C., Strongman, J., Fletcher, J., Zając, M., Garside, R., Garner, C., & Rose, L. (2019). *Operational mineralogy: an overview of key practices in sample analysis, sample preparation and statistics*.

Brough, C. P., Warrender, R., Bowell, R. J., Barnes, A., & Parbhakar-Fox, A. (2013). The process mineralogy of mine wastes. *Minerals Engineering, 52*, 125-135. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.05.003

Brown, G. E., & Calas, G. (2011). Environmental mineralogy – Understanding element behavior in ecosystems. *Comptes Rendus Geoscience, 343*(2-3), 90-112. https://doi.org/10.1016/j.crte.2010.12.005

Bueno, M., Foggiatto, B., & Lane, G. (2015). *Geometallurgy applied in comminution to minimize design risks.* Sixth international conference on semi-autogenous high press. Grinding

technology (vol. 11). https://www.researchgate.net/profile/Marcos-Bueno/publication/323218634_Geometallurgy_Applied_in_Comminution_to_Minimize_Design_Risks/links/5a8678c90f7e9b1a954875a4/Geometallurgy-Applied-in-Comminution-to-Minimize-Design-Risks.pdf

Bulatovic, S. (2003). Evaluation of alternative reagent schemes for the flotation of platinum group minerals from various ores. *Minerals Engineering, 16*(10), 931-939. https://doi.org/10.1016/s0892-6875(03)00240-1

Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R., & Benzaazoua, M. (2005). *Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées.* Symposium 2005 sur l'environnement et les mines. https://www.researchgate.net/profile/Bruno-Bussiere/publication/267855816_PRINCIPAUX_DEFIS_ET_PISTES_DE_SOLUTION_POUR_LA_RESTAURATION_DES_AIRES_D%27ENTREPOSAGE_DE_REJETS_MINIERS_ABANDONNEES/links/5492d1e30cf2302e1d0742d8/PRINCIPAUX-DEFIS-ET-PISTES-DE-SOLUTION-POUR-LA-RESTAURATION-DES-AIRES-DENTREPOSAGE-DE-REJETS-MINIERS-ABANDONNEES.pdf

Butcher, A. (2010). A practical guide to some aspects of mineralogy that affect flotation. *Flotation Plant Optimisation A Metallurgical Guide to Identifying and Solving Problems in Flotation Plants*, 191-200. https://www.researchgate.net/publication/275830790_A_Practical_Guide_to_Some_Aspects_of_Mineralogy_that_Affect_Flotation

Butcher, A., Helms, T., Gottlieb, P., Bateman, R., Ellis, S., & Johnson, N. (2000). *Advances in the quantification of gold deportment by QEMSCAN*. Seventh Mill Operators Conference, Kalgoorlie, WA, AusIMM (p. 267-271). https://www.researchgate.net/profile/Paul-Gottlieb-2/publication/43484615_Advances_in_the_quantification_of_gold_deportment_by_QemSCAN/links/56a5fba008aef91c8c16bf25/Advances-in-the-quantification-of-gold-deportment-by-QemSCAN.pdf

Carrasco, P., Carrasco, P., & Jara, E. (2004). The economic impact of correct sampling and analysis practices in the copper mining industry. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 74*(1), 209-213. https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.04.013

Cartier, J., & Maran, R. (1843). *Voyages de découverte au Canada entre les années 1534 et 1542*. Editions Anthropos.

Castroviejo, R., Berrezueta, E., & Lastra, R. (2002). Microscopic digital image analysis of gold ores: a critical test of methodology, comparing reflected light and electron microscopy. *Mining, Metallurgy & Exploration, 19*(2), 102-109. https://doi.org/10.1007/bf03403263

Castroviejo, R., Brea, C., Pérez-Barnuevo, L., Catalina, J. C., Segundo, F., Bernhard, H. J., & Pirard, E. (2009). Using computer vision for microscopic identification of ores with reflected light: Preliminary results. *In Proceedings of the 10th biennial SGA Meeting, Smart Science for exploration and Mining, Townsville, Australia*, pp. 682–684. https://minasyenergia.upm.es/attachments/article/1129/Castroviejo_SGA09_UsingComput.pdf

Catalina, J. C., Grunwald, U., Alarcón, D., López-Benito, A., & Castroviejo Bolibar, R. (2022). Automated ore characterisation by means of multispectral reflected-light microscopy: the AMCO system. *Manuscript submitted for Process Mineralogy 2022, Minerals Engineering conferences*.

Chayes, F. (1949). A simple point counter for thin-section analysis. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials, 34*(1-2), 1-11. https://pubs.geoscienceworld.org/msa/ammin/article-abstract/34/1-2/1/541208/A-simple-point-counter-for-thin-section-analysis

Chayes, F. (1954). The Theory of Thin-Section Analysis. *The Journal of Geology, 62*(1), 92-101. https://doi.org/10.1086/626135

Chopard. (2016). Évaluation environnementale de minerais sulfurés polymétalliques basée sur une approche minéralogique pluridisciplinaire. *Thèse de doctorat en science de l'environnement Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue*, 387. https://depositum.uqat.ca/id/eprint/705/

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (vol. 131).

Chopard, A., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Plante, B., & Marion, P. (2017). A contribution to improve the calculation of the acid generating potential of mining wastes. *Chemosphere*.

Chopard, A., Marion, P., Mermillod-Blondin, R., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2019). Environmental Impact of Mine Exploitation: An Early Predictive Methodology Based on Ore Mineralogy and Contaminant Speciation. *Minerals, 9*(7), 397. https://doi.org/ARTN 397

10.3390/min9070397

Chopard, A., Plante, B., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., & Marion, P. (2017). Geochemical investigation of the galvanic effects during oxidation of pyrite and base-metals sulfides. *Chemosphere, 166*, 281-291. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.09.129

Clark, R. N., Swayze, G. A., Wise, R. A., Livo, K. E., Hoefen, T. M., Kokaly, R. F., & Sutley, S. J. (2007). USGS Digital Spectral Library splib06a. *US geological survey, digital data series, 231*, 2007. https://doi.org/10.3133/ds231

Cracknell, M., Parbhakar-Fox, A., Jackson, L., & Savinova, E. (2018). *Automated Acid Rock Drainage Indexing from Drill Core Imagery* (vol. 8).

Criddle, A. J., & Stanley, C. J. (1993). *Quantitative Data File for Ore Minerals*. Springer Science & Business Media.

Cropp, A., Goodall, W., & Bradshaw, D. (2013). *The influence of textural variation and gangue mineralogy on recovery of copper by flotation from porphyry ore–a review*. The Second AusIMM International Geometallurgy Conference (vol. 30, p. 279-291). https://www.researchgate.net/profile/Will-Goodall-3/publication/292151414_The_influence_of_textural_variation_and_gangue_mineralogy_on_recovery_of_copper_by_flotation_from_porphyry_ore_a_review/links/59922d1a458515a8a24bc7f0/The-influence-of-textural-variation-and-gangue-mineralogy-on-recovery-of-copper-by-flotation-from-porphyry-ore-a-review.pdf

Cropp, A. F., Butcher, A., French, D., Gottlieb, P., O'Brian, G., & Pirrie, D. (2003). *Automated measurement of coal and mineral matter by QemSCAN – A new mineralogical tool based on proven QEM*SEM technology*.

Cross, W., Iddings, J. P., Pirsson, L. V., & Washington, H. S. (1906). Quantitative Classification of Igneous Rocks. *University of Chicago Press.* https://www.jstor.org/stable/43769092

Crósta, A. P., Sabine, C., & Taranik, J. V. (1998). Hydrothermal Alteration Mapping at Bodie, California, Using AVIRIS Hyperspectral Data. *Remote Sensing of Environment, 65*(3), 309-319. https://doi.org/10.1016/s0034-4257(98)00040-6

Crundwell, F. K. (1988). Effect of iron impurity in zinc sulfide concentrates on the rate of dissolution. *AIChE Journal, 34*(7), 1128-1134. https://doi.org/10.1002/aic.690340709

Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M., & González, I. (2001). Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. *Applied Geochemistry, 16*(7-8), 803-819. https://doi.org/10.1016/s0883-2927(00)00054-8

Cunningham, C. G., Rye, R. O., Rockwell, B. W., Kunk, M. J., & Councell, T. B. (2005). Supergene destruction of a hydrothermal replacement alunite deposit at Big Rock Candy Mountain, Utah: mineralogy, spectroscopic remote sensing, stable-isotope, and argon-age evidences. *Chemical Geology, 215*(1-4), 317-337. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2004.06.055

Dana, J. D. (1837). *A System of Mineralogy Including an Extended Treatise on Crystallography*.

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2022a). Automated mineralogical characterization using optical microscopy: recommendations for applications in a geometallurgical context. *Manuscript submitted for publication Minerals Engineering Journal*.

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2022b). Automated mineralogical characterization using optical microscopy: Review and recommendations. *Minerals Engineering, 189*, 107896. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107896

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2023). Novel technique for the preparation and analysis of the powder based polished sections by automated optical mineralogy: part 1 - representativity comparative study. *Manuscript submitted for publication Minerals Engineering Journal*.

De Castro, B., Benzaazoua, M., Roychowdhury, S., Chopard, A., Quintal Lauzon, F., & Plante, B. (2023). Novel technique for the preparation and analysis of the powder based polished sections by automated optical mineralogy: part 2 - use of deep learning approach. *Manuscript submitted for publication Minerals Engineering Journal*.

De Castro, B., Benzaazoua, M., St-Jean, A., Scortino, M., Plante, B., Bélisle, B., & Cloutier, R. (2023). Automated mineralogy using optical microscopy in a geometallurgical context: A comparative study on Dumont nickel project ores, Amos, Quebec. Minerals Engineering, 198, 108089. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108089

De Castro, B., Marcotte, D., Chopard, A., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2022). Technical note adaptation of Pierre's Gy theory of sampling for polished section preparation geared

towards automated mineralogical analysis. *Minerals Engineering, 187*, 107795. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107795

de Fourestier, J. (2002). The Naming of Mineral Species Approved by the Commission on New Minerals and Mineral Names of the International Mineralogical Association: A Brief History. *The Canadian Mineralogist, 40*(6), 1721-1735. https://doi.org/10.2113/gscanmin.40.6.1721

Delesse, A. E. O. J. (1866). Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches. *F. Savy*. https://books.google.ca/books?id=Hv0TAAAAQAAJ&printsec=frontcover&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false

Deschênes, G. (2016). Advances in the Cyanidation of Gold. Dans M. D. Adams (édit.), *Gold Ore Processing* (p. 429-445). Elsevier.

Deschênes, G., Pratt, A., Riveros, P., & Fulton, M. (2002). Reactions of gold and sulfide minerals in cyanide media. *Mining, Metallurgy & Exploration, 19*(4), 169-177. journal article. https://doi.org/10.1007/bf03403265

Dobby, G., Bennett, C., Bulled, D., & Kosick, G. (2004). *Geometallurgical Modeling-The New Approach To Plant Design and Production Forecasting/Planning, and Mine/Mill Optimization.* Annual Canadian Mineral Processors Conference, Ottawa, Ontario.

Dold, B. (2017). Acid rock drainage prediction: A critical review. *Journal of Geochemical Exploration, 172*, 120-132. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2016.09.014

Dominy, O'Connor, & Parbhakar-Fox. (2018). *Geometallurgy - A Route to More Resilient Mine Operations* (vol. 8).

Dominy, O'Connor, & Xie. (2018). *Towards Representative Metallurgical Sampling and Gold Recovery Testwork Programmes* (vol. 5).

Dominy, S. C., & O'Connor, L. (2016). Geometallurgy-beyond conception. *Proceedings of the International Geometallurgy Conference*, 3-10. https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85047954349&partnerID=40&md5=7c761389b5bda082ca4499c9603b47d9

Dong, L., & Zhang, Z. (2019). *A method for analyzing the composition of petrographic thin section image.* International Conference on Image and Graphics (p. 493-504). https://doi.org/10.1007/978-3-030-34120-6_40

Donskoi, E., Hapugoda, S., Manuel, J. R., Poliakov, A., Peterson, M. J., Mali, H., . . . Pownceby, M. I. (2021). Automated Optical Image Analysis of Iron Ore Sinter. *Minerals, 11*(6), 562. https://doi.org/ARTN 562

10.3390/min11060562

Donskoi, E., Manuel, J., Austin, P., Poliakov, A., Peterson, M., & Hapugoda, S. (2011). Comparative study of iron ore characterisation by optical image analysis and QEMSCAN (TM). https://publications.csiro.au/rpr/pub?list=BRO&pid=csiro:EP111651&sb=RECENT&n=44&rpp=50&page=46&tr=5047&dr=all&dc4.browseYear=2011

Donskoi, E., Manuel, J. R., Hapugoda, S., Poliakov, A., Raynlyn, T., Austin, P., & Peterson, M. (2022). Automated optical image analysis of goethitic iron ores. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy-Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy, 131*(1), 14-24. https://doi.org/10.1080/25726641.2019.1706375

Donskoi, E., & Poliakov, A. (2020). Advances in Optical Image Analysis Textural Segmentation in Ironmaking. *Applied Sciences-Basel, 10*(18), 6242. https://doi.org/ARTN 6242

10.3390/app10186242

Donskoi, E., Poliakov, A., Holmes, R., Suthers, S., Ware, N., Manuel, J., & Clout, J. (2016). Iron ore textural information is the key for prediction of downstream process performance. *Minerals Engineering, 86*, 10-23. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.11.009

Donskoi, E., Poliakov, A., Manuel, J., & Raynlyn, T. (2010). Advances in optical image analysis and textural classification of iron ore fines. https://publications.csiro.au/rpr/pub?list=BRO&pid=procite:6df621a8-7d61-4e43-85dc-d315d99f3e46

Donskoi, E., Poliakov, A., & Manuel, J. R. (2015). Automated optical image analysis of natural and sintered iron ore. Dans L. Lu (édit.), *Iron Ore* (p. 101-159). Woodhead Publishing.

Donskoi, E., Raynlyn, T. D., & Poliakov, A. (2018). Image analysis estimation of iron ore particle segregation in epoxy blocks. *Minerals Engineering, 120*, 102-109. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.02.024

Donskoi, E., Suthers, S. P., Campbell, J. J., & Raynlyn, T. (2008). Modelling and optimization of hydrocyclone for iron ore fines beneficiation — using optical image analysis and iron ore texture classification. *International Journal of Mineral Processing, 87*(3-4), 106-119. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2008.02.006

Donskoi, E., Suthers, S. P., Fradd, S. B., Young, J. M., Campbell, J. J., Raynlyn, T. D., & Clout, J. M. F. (2007). Utilization of optical image analysis and automatic texture classification for iron ore particle characterisation. *Minerals Engineering, 20*(5), 461-471. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.12.005

Du, H. (2008). *Flotation chemistry of selected alkali halide salts and naturally hydrophobic minerals: a molecular dynamics simulation study*, Department of Metallurgical Engineering, University of Utah].

Durance, P., Jowitt, S. M., & Bush, K. (2014). An assessment of portable X-ray fluorescence spectroscopy in mineral exploration, Kurnalpi Terrane, Eastern Goldfields Superterrane, Western Australia. *Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy Section B-Applied Earth Science, 123*(3), 150-163. https://doi.org/10.1179/1743275814y.0000000052

Duvernois, A. (2022). *Développement d'une méthodologie de prédiction du risque environnementale appliquée à l'exploration minière*, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue]. https://depositum.uqat.ca/id/eprint/1350/

El Haddad, J., de Lima Filho, E. S., Vanier, F., Harhira, A., Padioleau, C., Sabsabi, M., . . . Blouin, A. (2019). Multiphase mineral identification and quantification by laser-induced

breakdown spectroscopy. *Minerals Engineering, 134*, 281-290. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.02.025

Elghali, A., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Bussière, B., & Villarraga-Gómez, H. (2018). *Determination of the available acid-generating potential of waste rock, part I: Mineralogical approach*.

Erguler, Z. A., & Kalyoncu Erguler, G. (2015). The effect of particle size on acid mine drainage generation: Kinetic column tests. *Minerals Engineering, 76*, 154-167. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.10.002

Evangelou, V. P., & Zhang, Y. L. (1995). A review: Pyrite oxidation mechanisms and acid mine drainage prevention. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 25*(2), 141-199. https://doi.org/10.1080/10643389509388477

Evans, C. (2010). Development of a methodology to estimate flotation separability from ore microtexture. https://espace.library.uq.edu.au/view/UQ:240621

Evans, C. L., & Napier-Munn, T. J. (2013). Estimating error in measurements of mineral grain size distribution. *Minerals Engineering, 52*, 198-203. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.09.005

Evrard, M., & Pirard, E. (2013). *Tracking of critical minerals/elements using multispectral quantitative analysis: the case of Chelopech (Bulgaria).* Fourth International Symposium: Mineral resources and Mine development. https://hdl.handle.net/2268/152564

Fandrich, R., Gu, Y., Burrows, D., & Moeller, K. (2007). Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 310-320. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2006.07.018

Fox, N., Parbhakar-Fox, A., Moltzen, J., Feig, S., Goemann, K., & Huntington, J. (2017). Applications of hyperspectral mineralogy for geoenvironmental characterisation. *Minerals Engineering, 107*, 63-77. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.11.008

Francois-Bongarcon, D., & Gy, P. (2002). The most common error in applying Gy's Formula in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor. *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy, 102*(8), 475-479. https://journals.co.za/doi/10.10520/AJA0038223X_2718

Gervais, F., Rifai, K., Plamondon, P., Özcan, L., Doucet, F., & Vidal, F. (2019). Compositional tomography of a gold-bearing sample by Laser-induced breakdown spectroscopy. Terra Nova, 31(5), 479-484.

Godinho, J. R. A. (2022). 3D particle characterization. Can we do it and are we ready for it? *Manuscript submitted for Process Mineralogy 2022, Minerals Engineering conferences*.

Gottlieb, P. (2008). *The Revolutionary Impact of Automated Mineralogy on Mining and Mineral Processing*.

Gottlieb, P., Wilkie, G., Sutherland, D., Ho-Tun, E., Suthers, S., Perera, K., . . . Rayner, J. (2000). Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications. *Jom, 52*(4), 24-25. https://doi.org/10.1007/s11837-000-0126-9

Graham, S., Brough, C., & Cropp, A. (2015). An introduction to ZEISS mineralogic mining and the correlation of light microscopy with automated mineralogy: a case study using BMS

and PGM analysis of samples from a PGE-bearing chromite prospect. *Precious metals*, 1-12. https://www.researchgate.net/profile/Christopher-Brough-2/publication/277669986_An_Introduction_to_ZEISS_Mineralogic_Mining_and_the_correlation_of_light_microscopy_with_automated_mineralogy_a_case_study_using_BMS_and_PGM_analysis_of_samples_from_a_PGE-bearing_chromitite_prospect/links/5570388208aeccd77741818c/An-Introduction-to-ZEISS-Mineralogic-Mining-and-the-correlation-of-light-microscopy-with-automated-mineralogy-a-case-study-using-BMS-and-PGM-analysis-of-samples-from-a-PGE-bearing-chromitite-prospect.pdf

Gregoir, L. v. A., K. (2022). Metals for Clean Energy: Pathways to solving Europe's raw mateirals challenge. *KU Leuven & Eurometaux*. https://www.eurometaux.eu/media/jmxf2qm0/metals-for-clean-energy.pdf

Grunwald, U., Catalina, J. C., Alarcón, D., & Castroviejo, R. (2022). Towards an upgrade of automated ore microscopy by shortwave infrared spectra. *Manuscript submitted for Process Mineralogy conference*.

Grunwald, Ú., Catalina, J. C., Alarcón, D., & Castroviejo, R. (2022). Towards an upgrade of automated ore microscopy by shortwave infrared spectra. *Manuscript submitted for Process Mineralogy 2022, Minerals Engineering conferences*.

Grunwald, Ú., Catalina, J. C., López, A., & Bolibar, R. (2019). *A reliable method for the automated distinction of quartz gangue and epoxy resin with reflected light microscopy and its application to digital image analysis*.

Gu, Y. (2003). Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis an introduction to JKMRC/FEI mineral liberation analyser. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2*(01), 33. https://file.scirp.org/pdf/JMMCE20030100003_64231986.pdf

Gu, Y., Schouwstra, R. P., & Rule, C. (2014). The value of automated mineralogy. *Minerals Engineering, 58*, 100-103. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.01.020

Guillemin, C. (1992). Minéralogie In E. Universalis (Ed.), Corpus 15 - Messian - Natalité *Malesherbes : Encyclopedia Universalis, 15*, (396 - 404).

Gundersen, H. J. G. (1981). *Stereologi: eller hvordan tal for rumlig form og indhold opnås ved iagttagelse af strukturer på snitplaner*, Laegeforeningens Forl]. https://books.google.ca/books/about/Stereologi.html?id=5WU9AAAAIAAJ&redir_esc=y

Gy, P. (2004). Sampling of discrete materials—a new introduction to the theory of sampling. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 74*(1), 7-24. https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.05.012

Gy, P. (2012). *Sampling of particulate materials theory and practice* (vol. 6). Elsevier.

Haavisto, O., Kauppinen, T., & Häkkänen, H. (2013). Laser-Induced Breakdown Spectroscopy for Rapid Elemental Analysis of Drillcore. *IFAC Proceedings Volumes, 46*(16), 87-91. https://doi.org/10.3182/20130825-4-us-2038.00047

Hausen, D., & Bucknam, C. (1984). Study of preg robbing in the cyanidation of carbonaceous gold ores from Carlin, Nevada. *Applied Mineralogy*, 833-856.

https://ir.lib.uwo.ca/cgi/viewcontent.cgi?article=7165&context=etd#:~:text=Carbonaceous%20gold%20ores%20have%20the,and%20adsorption%20phase%20of%20processing.

Healey, S. (2000). *Latest improvements to the leaching circuit at New Britannia Mine*. Natural Resources Canada, CANMET, Mining & Mineral Sciences Laboratories.

Heilbronner, R., & Barrett, S. D. (2014). Image Analysis in Earth Sciences: Microstructures and Textures of Earth Materials. *Image Analysis in Earth Sciences*. https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-3-642-10343-8

Heinig, T., Bachmann, K., Tolosana-Delgado, R., Van Den Boogaart, G., & Gutzmer, J. (2015). *Monitoring gravitational and particle shape settling effects on MLA sampling preparation.* Proceedings of IAMG (p. 200-206). http://stat.boogaart.de/Publications/f0404.pdf

Henley. (1983). Ore dressing mineralogy – a review of techniques, applications and recent developments. *Proceedings of the First International Congress on Applied Mineralogy, Special Publication, ICAM 81* 175–200. https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:15038201

Henley, K. (1983). Ore-dressing mineralogy-a review of techniques, applications and recent developments. Dans *ICAM 81*.

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference (p. 17-26). https://pubs.er.usgs.gov/publication/70148382

Holmes, R. J., & Robinson, G. K. (2004). Codifying the principles of sampling into mineral standards. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 74*(1), 231-236. https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.03.011

Hover, H., & Hover, L. H. (1912). De re metallica. *Courier Corporation*. https://www.gutenberg.org/files/38015/38015-h/38015-h.htm

Howard, V., & Reed, M. (2004). *Unbiased Stereology*. Garland Science.

Howarth, R. J. (1998). Improved estimators of uncertainty in proportions, point-counting, and pass-fail test results. *American Journal of Science, 298*(7), 594-607. https://www.researchgate.net/profile/Richard-Howarth/publication/265467345_Improved_estimators_of_uncertainty_in_proportions_point-counting_and_pass-fail_test_results/links/54eb8d5c0cf2a03051943f56/Improved-estimators-of-uncertainty-in-proportions-point-counting-and-pass-fail-test-results.pdf

Hrstka, T., Gottlieb, P., Skala, R., Breiter, K., & Motl, D. (2018). Automated mineralogy and petrology - applications of TESCAN Integrated Mineral Analyzer (TIMA). *Journal of Geosciences, 63*(1), 47-63. https://doi.org/10.3190/jgeosci.250

Hunt, J., Berry, R., & Bradshaw, D. (2011). Characterising chalcopyrite liberation and flotation potential: Examples from an IOCG deposit. *Minerals Engineering, 24*(12), 1271-1276. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.04.016

ICAM. (2002). Amended Constition of International Commission on Applied Mineralogy at Göttingen, Germany, July 2000.

ICM. (2000). Nomes de L'ICM (Institut Canadien des Mines, de la métallurgie et du pétrole) sur les définitions - pour les ressources minérales et réserves minérales.

Iglesias-Martínez, M., Ordoñez Casado, B., Berrezueta, E., & Pérez-Garrido, C. (2018). *Morphological and compositional characterization of gold contained in the ferricretes of a weathered profile (Minvoul greenstone belt, Gabon)*.

Jackson, B., Reid, A., & Wittenberg, J. (1984). Rapid production of high quality polished sections for automated image analysis of minerals. https://publications.csiro.au/rpr/pub?list=BRO&pid=procite:c38457e6-2870-4b12-b5d6-5e65c5d1300c

Jaimes Contreras, R. A., Pilawski, D., Califice, A., & Pirard, E. (2010). Quantitative Microtexture Analysis of Carbonate Rocks Using Bireflectance Imaging. *Proceedings IAMG 2010*. https://orbi.uliege.be/handle/2268/91537

Jébrak, M., & Marcoux, É. (2008). *Géologie des ressources minérales*. Ministère des ressources naturelles et de la faune.

Jones, M. P. (1987). Applied Mineralogy : A quantitative approch. *London: Graham and Trotman.* https://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=7516897

King, R. (1993). *Basic image analysis for mineralogy*. ICAM'93 Demonstration Workshop Manual (p. 119-139).

King, R. P., & Schneider, C. L. (1998a). Mineral liberation and the batch communition equation. *Minerals Engineering, 11*(12), 1143-1160. https://doi.org/10.1016/s0892-6875(98)00102-2

King, R. P., & Schneider, C. L. (1998b). Stereological correction of linear grade distributions for mineral liberation. *Powder Technology, 98*(1), 21-37. https://doi.org/10.1016/s0032-5910(98)00013-8

Kittler, P., Liebezeit, V., Ehrig, K., Macmillan, E., & Lower, C. (2011). *It seemed like a good idea at the time….'common mistakes in geometallurgy.* First International AusIMM Geometallurgical Conference, Brisbane, Australia. https://www.researchgate.net/profile/Edeltraud-Macmillan/publication/305019850_'It_Seemed_like_a_Good_Idea_at_the_Time_'_Common_Mistakes_in_Geometallurgy/links/577f399808ae69ab8820f9d2/It-Seemed-like-a-Good-Idea-at-the-Time-Common-Mistakes-in-Geometallurgy.pdf

Koh, E. J. Y., Amini, E., McLachlan, G. J., & Beaton, N. (2021). Utilising convolutional neural networks to perform fast automated modal mineralogy analysis for thin-section optical microscopy. *Minerals Engineering, 173*, 107230. https://doi.org/ARTN 107230

10.1016/j.mineng.2021.107230

Kohn, B., Chung, L., & Gleadow, A. (2019). Fission-Track Analysis: Field Collection, Sample Preparation and Data Acquisition. Dans M. G. Malusà & P. G. Fitzgerald (édit.), Fission-Track Thermochronology and its Application to Geology (p. 25-48). Springer International Publishing.

Kraus, E. H. (1938). A Notable Centennial In American Mineralogy. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials, 23*(3), 145-148. https://pubs.geoscienceworld.org/msa/ammin/article-abstract/23/3/145/536970/A-Notable-Centennial-In-American-Mineralogy

Kruse, F. A. (2007). Identification and mapping of minerals in drill core using hyperspectral image analysis of infrared reflectance spectra. *International Journal of Remote Sensing, 17*(9), 1623-1632. https://doi.org/10.1080/01431169608948728

Kruse, F. A., R, L. B., Taranik, J. V., Peppin, W. A., Weatherbee, O., & Calvin, W. M. (2012). Mapping alteration minerals at prospect, outcrop and drill core scales using imaging spectrometry. *Int J Remote Sens, 33*(6), 1780-1798. https://doi.org/10.1080/01431161.2011.600350

Kuhn, K., Meima, J. A., Rammlmair, D., & Ohlendorf, C. (2016). Chemical mapping of mine waste drill cores with laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS) and energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) for mineral resource exploration. *Journal of Geochemical Exploration, 161*, 72-84. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2015.11.005

Kwitko-Ribeiro, R. (2011). *NEW SAMPLE PREPARATION DEVELOPMENTS TO MINIMIZE MINERAL SEGREGATION IN PROCESS MINERALOGY*.

Kwitko-Ribeiro, R. (2012). New Sample Preparation Developments to Minimize Mineral Segregation in Process Mineralogy. 411-417. https://doi.org/10.1007/978-3-642-27682-8_49

Kwong, Y.-T. J. (1993). *Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective*. MEND.

Kyle, J. R., & Ketcham, R. A. (2015). Application of high resolution X-ray computed tomography to mineral deposit origin, evaluation, and processing. *Ore Geology Reviews, 65*, 821-839. https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2014.09.034

Laakso, K., Peter, J. M., Rivard, B., & White, H. P. (2016). Short-Wave Infrared Spectral and Geochemical Characteristics of Hydrothermal Alteration at the Archean Izok Lake Zn-Cu-Pb-Ag Volcanogenic Massive Sulfide Deposit, Nunavut, Canada: Application in Exploration Target Vectoring. *Economic Geology, 111*(5), 1223-1239. https://doi.org/DOI 10.2113/econgeo.111.5.1223

Lamberg, P. (2011). Particles - The bridge between gelogy and metallurgy. 16. https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1013733/FULLTEXT01.pdf

Lane, G. R., Martin, C., & Pirard, E. (2008). Techniques and applications for predictive metallurgy and ore characterization using optical image analysis. *Minerals Engineering, 21*(7), 568-577. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.11.009

Lapakko, K. A. (1994). *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative.* Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April (p. 25-29). https://doi.org/10.21000/JASMR94010129

Lapakko, K. A., Engstrom, J. N., & Antonson, D. A. (2006). *Effects of particle size on drainage quality from three lithologies.* Poster paper presented at the 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD) (p. 1026-1050). https://www.imwa.info/docs/imwa_2006/1026-Lapakko-MN-2%20.pdf

Larsen, E. S., & Miller, F. S. (1935). The Rosiwal method and the modal determination of rocks. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials, 20*(4), 260-273.

https://pubs.geoscienceworld.org/msa/ammin/article-abstract/20/4/260/537588/The-rosiwal-method-and-the-modal-determination-of

Lastra, & Petruk, W. (1994). Determining Association of Unliberated Minerals in Ground Products by Image Analysis. *Canadian Mineral Processors, 26th Annual Meeting, Mineral Processor Division*(Paper 3), 10.

Lastra, R. (2002). Comparison of liberation determinations by particle area percentage and exposed particle perimeter percentage in a flotation concentrator. *Mining, Metallurgy & Exploration, 19*(4), 203-208. https://doi.org/10.1007/bf03403270

Lastra, R., & Paktunc, D. (2016). *An estimation of the variability in automated quantitative mineralogy measurements through inter-laboratory testing* (vol. 95).

Lastra, R., & Petruk, W. (2014). Mineralogical Characterization of Sieved and Un-Sieved Samples. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 02*(01), 40-48. https://doi.org/10.4236/jmmce.2014.21007

Lastra, R., Petruk, W., & Wilson, J. (1998). Image analysis techniques and applications to mineral processing. *Modern Approaches to Ore and Environmental Mineralogy, 27*, 327-366.

Laudan, R. (1987). *From mineralogy to geology: the foundations of a science, 1650-1830*. University of Chicago Press.

Lawrence, R. W., & Scheske, M. (1997). A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology, 32*(2), 100-106. https://doi.org/10.1007/s002540050198

Leichliter, S. E. (2013). *Gold deportment and geometallurgical recovery model for the La Colosa porphyry gold deposit, Columbia*, University of Tasmania]. https://eprints.utas.edu.au/17094/

Leigh, G. M., Lyman, G. J., & Gottlieb, P. (1996). Stereological estimates of liberation from mineral section measurements: A rederivation of Barbery's formulae with extensions. *Powder Technology, 87*(2), 141-152. https://doi.org/10.1016/0032-5910(95)03080-8

Leigh, G. M., Sutherland, D. N., & Gottlieb, P. (1993). Confidence limits for liberation measurements. *Minerals Engineering, 6*(2), 155-161. https://doi.org/10.1016/0892-6875(93)90129-b

Leroy, S., & Pirard, E. (2019). Mineral recognition of single particles in ore slurry samples by means of multispectral image processing. *Minerals Engineering, 132*, 228-237. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.12.009

Li, M. (1997). *Neutralization potential versus observed mineral dissolution in humidity cell tests for Louvicourt tailings.* Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage (vol. 1, p. 149-164).

Lin, D., & Finch, J. A. (2013). A Standard Material For Stereological Correction. *Canadian Metallurgical Quarterly, 39*(2), 121-128. https://doi.org/10.1179/cmq.2000.39.2.121

Lin, D., Lastra, R., & Finch, J. (1999). Comparison of stereological correction procedures for liberation measurements by use of a standard material. *Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy. Section C. Mineral Processing and Extractive Metallurgy, 108*.

Lindqvist, J., & Åkesson, U. (2001). Image analysis applied to engineering geology, a literature review. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment, 60*(2), 117-122. https://doi.org/10.1007/s100640100106

Lishchuk, V., Koch, P.-H., Ghorbani, Y., & Butcher, A. R. (2020). Towards integrated geometallurgical approach: Critical review of current practices and future trends. *Minerals Engineering, 145*, 106072. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106072

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106136

Lotter, N. O. (2011). Modern Process Mineralogy: An integrated multi-disciplined approach to flowsheeting. *Minerals Engineering, 24*(12), 1229-1237. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.03.004

Lotter, N. O., Evans, C. L., & Engstrom, K. (2018). Sampling - A key tool in modern process mineralogy. *Minerals Engineering, 116*, 196-202. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.07.013

Lund, C., & Lamberg, P. (2014). Geometallurgy–a tool for better resource efficiency. *European geologist, 37*, 39-43.

Lund, C., Lamberg, P., & Lindberg, T. (2015). Development of a geometallurgical framework to quantify mineral textures for process prediction. *Minerals Engineering, 82*, 61-77. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.04.004

Lypaczewski, P., & Rivard, B. (2018). Estimating the Mg# and AlVI content of biotite and chlorite from shortwave infrared reflectance spectroscopy: Predictive equations and recommendations for their use. *International Journal of Applied Earth Observation and Geoinformation, 68*, 116-126. https://doi.org/10.1016/j.jag.2018.02.003

Lypaczewski, P., Rivard, B., Gaillard, N., Perrouty, S., Piette-Lauziere, N., Berube, C. L., & Linnen, R. L. (2019). Using hyperspectral imaging to vector towards mineralization at the Canadian Malartic gold deposit, Quebec, Canada. *Ore Geology Reviews, 111*, 102945. https://doi.org/UNSP 102945

10.1016/j.oregeorev.2019.102945

Maćkowska, R. (2018). L'histoire de la recherche minéralogique. *Kwartalnik Naukowy Fides et Ratio, 2*(34), 2018. https://fidesetratio.com.pl/ojs/index.php/FetR/article/view/544

Maitre, J., Bouchard, K., & Bedard, L. P. (2019). Mineral grains recognition using computer vision and machine learning. *Computers & Geosciences, 130*, 84-93. https://doi.org/10.1016/j.cageo.2019.05.009

Malcolm Farmer, & Sentoff, S. H. (2011). De Re Metallica translated from the First Latin Edition of 1556. *Ritrivied from https://www.gutenberg.org/files/38015/38015-h/38015-h.htm*. https://www.gutenberg.org/files/38015/38015-h/38015-h.htm

Malysiak, V., O'Connor, C. T., Ralston, J., Gerson, A. R., Coetzer, L. P., & Bradshaw, D. J. (2002). Pentlandite–feldspar interaction and its effect on separation by flotation. *International*

Journal of Mineral Processing, 66(1-4), 89-106. https://doi.org/10.1016/s0301-7516(02)00007-8

Månberger, A., & Stenqvist, B. (2018). Global metal flows in the renewable energy transition: Exploring the effects of substitutes, technological mix and development. *Energy Policy, 119*, 226-241. https://doi.org/10.1016/j.enpol.2018.04.056

Mancenido, C. U. (2019). Master thesis: Cross-validation of Automated Quantitative Mineralogical Analysis Results of Mixed Copper Ore and Developments in Methodologies Using Correlative Microscopy (Université de Liège). https://matheo.uliege.be/handle/2268.2/8524

Mankins, J. C. (2009). Technology readiness assessments: A retrospective. *Acta Astronautica, 65*(9-10), 1216-1223. https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2009.03.058

Mathieu, M., Roy, R., Launeau, P., Cathelineau, M., & Quirt, D. (2017). Alteration mapping on drill cores using a HySpex SWIR-320m hyperspectral camera: Application to the exploration of an unconformity-related uranium deposit (Saskatchewan, Canada). *Journal of Geochemical Exploration, 172*, 71-88. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2016.09.008

Mathieu, O., Cruz-Orive, L. M., Hoppeler, H., & Weibel, E. R. (1981). Measuring error and sampling variation in stereology: comparison of the efficiency of various methods for planar image analysis. *J Microsc, 121*(Pt 1), 75-88. Comparative Study

Research Support, Non-U.S. Gov't. https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.1981.tb01200.x

McKay, N., Vann, J., Ware, W., Morley, C., & Hodkiewicz, P. (2016). Strategic and tactical geometallurgy - A systematic process to add and sustain resource value. *Proceedings of the 3rd AUSIMM International Geometallurgy Conference*, 29-36. https://www.researchgate.net/profile/Craig-Morley-3/publication/305496934_Strategic_and_Tactical_Geometallurgy_-_a_Systematic_Process_to_Add_and_Sustain_Resource_Value/links/5792179d08aec89db77fcd1c/Strategic-and-Tactical-Geometallurgy-a-Systematic-Process-to-Add-and-Sustain-Resource-Value.pdf

McKibben, M. A., & Barnes, H. L. (1986). Oxidation of pyrite in low temperature acidic solutions: Rate laws and surface textures. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 50*(7), 1509-1520. https://doi.org/10.1016/0016-7037(86)90325-x

MDDEP. (2014). Directive 019 sur l'Industrie Minière. *Bibliothèque et Archives*

Nationales du Québec. https://naturequebec.org/wp-content/uploads/2020/11/RA14-09-12_Directive19.pdf

Mehta, A. P., & Murr, L. E. (1983). Fundamental studies of the contribution of galvanic interaction to acid-bacterial leaching of mixed metal sulfides. *Hydrometallurgy, 9*(3), 235-256. https://doi.org/10.1016/0304-386x(83)90025-7

Melançon, R. (1979). Terre de Caïn, Âge d'or, prodiges du Saguenay: représentations du Nouveau Monde dans les Voyages de Jacques Cartier. *Studies in Canadian Literature, 4*, 22-34. https://journals.lib.unb.ca/index.php/SCL/article/download/7919/8976?inline=1

MELCC. (2020). Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai. https://www.environnement.gouv.qc.ca/Industriel/secteur-minier/guide-caracterisation-minerai.pdf

MEND. (1991). Acid Rock Drainage Prediction Manual 1.16.1b. . *Retrieved from Mines and Resources Canada*. https://mend-nedem.org/wp-content/uploads/2013/01/1.16.1b.pdf

Mendiburu, J.-P. (2016). Agricola Georg Bauer dit (1494-1555). http://www.universalis.fr/encyclopedie/agricola/

Mermillod-Blondin, R. (2005). *Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées: application à la désulfuration des résidus miniers*. École Polytechnique de Montréal.

Mermillod-Blondin, R., Benzaazoua, M., Kongolo, M., Donato, P., Bussière, B., & Marion, P. (2011). *Development and Calibration of a Quantitative, Automated Mineralogical Assessment Method Based on SEM-EDS and Image Analysis: Application for Fine Tailings* (vol. 10).

Merrill, J., Martinez, P., Urrutia, N., & Voisin, L. (2016). *Sulphides Detection by Hyperspectral Analysis in the Thermal Infrared Range*.

Michaux, S., & O'Connor, L. (2020). How to Set Up and Develop a Geometallurgical Program. https://www.researchgate.net/profile/Simon-Michaux-2/publication/341459317_How_to_set_up_and_Develop_a_Geometallurgical_Program_FINAL_v6/links/5ec28fb1299bf1c09ac4e7b5/How-to-set-up-and-Develop-a-Geometallurgical-Program-FINAL-v6.pdf

Miller, J. D., & Lin, C. L. (2018). X-ray tomography for mineral processing technology-3D particle characterization from mine to mill. *Minerals & Metallurgical Processing, 35*(1), 1-12. https://doi.org/10.19150/mmp.8052

[#848 utilise un type de document non défini dans ce style].

Minkkinen, P. (2004). Practical applications of sampling theory. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 74*(1), 85-94. https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.03.013

Mirage, I. (2018). Product News. *Journal of Failure Analysis and Prevention, 18*(2), 250-251. https://doi.org/10.1007/s11668-018-0447-z

Mohammed, A., & Abdullah, A. (2018). *Scanning electron microscopy (SEM): A review*. Proceedings of the 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics—HERVEX, Băile Govora, Romania (p. 7-9). https://www.researchgate.net/publication/330169176_Scanning_Electron_Microscopy_SEM_A_Review

Moncayo, S., Duponchel, L., Mousavipak, N., Panczer, G., Trichard, F., Bousquet, B., . . . Motto-Ros, V. (2018). Exploration of megapixel hyperspectral LIBS images using principal component analysis. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 33*(2), 210-220. https://doi.org/10.1039/c7ja00398f

Neumann, R., & Stanley, C. (2008). *Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins: implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy.* INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY (vol. 9, p. 703-705).

https://www.researchgate.net/profile/Reiner-Neumann/publication/286168840_Specular_reflectance_data_for_quartz_and_some_epoxy_resins_-_Implications_for_digital_image_analysis_based_on_reflected_light_optical_microscopy/links/589d967ca6fdcc3e8beea3c6/Specular-reflectance-data-for-quartz-and-some-epoxy-resins-Implications-for-digital-image-analysis-based-on-reflected-light-optical-microscopy.pdf

Osmond, F. (1893). *Microscopic Metallography*.

Paktunc, A. D. (1999). Characterization of Mine Wastes for Prediction of Acid Mine Drainage. Dans *Environmental Impacts of Mining Activities* (p. 19-40). Springer.

Paktunc, A. D. (1999). Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology, 39*(2), 103-112. https://doi.org/10.1007/s002540050440

Paradis, M. C. M., Doucet, F. R., Rifai, K., Ozcan, L. C., Azami, N., & Vidal, F. (2021). ECORE: A New Fast Automated Quantitative Mineral and Elemental Core Scanner. *Minerals, 11*(8), 859. https://doi.org/ARTN 859

10.3390/min11080859

Parbhakar-Fox, A. (2017). Predicting Waste Properties Using the Geochemistry-Mineralogy-Texture-Geometallurgy Approach. Dans *Environmental Indicators in Metal Mining* (p. 73-96). Springer.

Parbhakar-Fox, A. (2019). Reinventing the wheel: The environmental geometallurgy matrix and its supporting tools. https://core.ac.uk/download/pdf/287788137.pdf

Parbhakar-Fox, A., Edraki, M., Bradshaw, D., & Walters, S. (2010). *Mineralogical characterisation techniques for predicting acid rock drainage*.

Parbhakar-Fox, A., Fox, N., Jackson, L., & Cornelius, R. (2018). *Forecasting Geoenvironmental Risks: Integrated Applications of Mineralogical and Chemical Data* (vol. 8).

Pease, J., Curry, D., Barns, K., Young, M., & Rule, C. (2006). *Transforming flowsheet design with inert grinding–the IsaMill.* 38th Annual Canadian Mineral Processors Conference. https://www.glencoretechnology.com/.rest/api/v1/documents/e298874d6e21d51b468de74f4b47be95/Transforming%20Flowsheet%20Design%20with%20Inert%20Grinding%20-%20the%20IsaMill.pdf

Pérez-Barnuevo, L., Lévesque, S., & Bazin, C. (2018). Drill core texture as geometallurgical indicator for the Mont-Wright iron ore deposit (Quebec, Canada). *Minerals Engineering, 122*, 130-141. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.03.020

Pérez-Barnuevo, L., Pirard, E., & Castroviejo, R. (2012). Textural Descriptors for Multiphasic Ore Particles. *Image Analysis & Stereology, 31*(3), 175+. Article. https://doi.org/10.5566/ias.v31.p175-184

Pérez-Barnuevo, L., Pirard, E., & Castroviejo, R. (2013). Automated characterisation of intergrowth textures in mineral particles. A case study. *Minerals Engineering, 52*, 136-142. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.05.001

Petersen, L., Minkkinen, P., & Esbensen, K. H. (2005). Representative sampling for reliable data analysis: Theory of Sampling. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 77*(1-2), 261-277. https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.09.013

Petruk. (1995). Some relationships between mineral textures and extractive metallurgy.

Petruk, & Hughson, M. R. (1977). Image analysis evaluation of the effect of grinding media on selective flotation of two zinc–lead–copper ores. *CIM Bull., 787*, 128–135.

Petruk, & Schnaar, J. R. (1981). An evaluation of free and unlibarated mineral grains, metals and trace elements in the concentrator of Brunswick Mining and Smelting Corporation Limited. *CIM Bull., 833*, 295-300.

Petruk, W. (1976). The application of quantitative mineralogical analysis of ores to ore dressing. *CIM Bull., 767*, 146-153.

Petruk, W. (1978). Correlation between grain sizes in polished section with sieving data and investigation of mineral liberation measurements from polished sections. *TRANSACTIONS OF THE INSTITUTION OF MINING AND METALLURGY SECTION C-MINERAL PROCESSING AND EXTRACTIVE METALLURGY, 87*(DEC), C272-C277.

Petruk, W. (1979). *Mineralogical and Image Analysis Investigation of Iron Ore Samples from the Scully Mine, Southwestern Labrador*. Canada Centre for Mineral and Energy Technology.

Petruk, W. (1989). Techniques for performing image analysis routines. *Image Analysis in Earth Sciences*, 19-34.

Petruk, W. (2000). Applied mineralogy in the mining industry. *Acces online via Elsevier*. https://www.sciencedirect.com/book/9780444500779/applied-mineralogy-in-the-mining-industry

Petruk, W., & Lastra, R. (1993). Evaluation of the recovery of liberated and unliberated chalcopyrite by flotation columns in a copper cleaner circuit. *International Journal of Mineral Processing, 40*(1-2), 137-149. https://doi.org/10.1016/0301-7516(93)90046-d

Picot, P., & Johan, Z. (1977). *Atlas des mineraux metalliques*. https://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=PASCALGEODEBRGM7820053627

Pirard, E. (2018). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(2), 323-333. https://doi.org/10.1180/0026461046820189

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy.* https://oa.upm.es/3694/

Pirard, E., & Bertholet, V. (2000). Segmentation of multispectral images in optical metallography. *Revue de Métallurgie-Sciences et Génie des Matériaux*, 219-227. https://orbi.uliege.be/bitstream/2268/41040/1/1998_06%20Segmentation%20Multispectral%20Metallography.pdf

Pirard, E., & De Colnet, L. (2000). *Enhancing mineral segmentation in optical microscopy with multispectral imaging.* Proceedings 8th European Congress for Stereology. https://orbi.uliege.be/bitstream/2268/41038/1/PUB_2001_03_EP_8ECS%20MineralSegmentation.pdf

Pirard, E., & De Colnet, L. (2001). *Multiradial Imaging in Optical Ore Microscopy.* Proceedings-Annual Meeting-Belgian Soc. Microscopy. https://orbi.uliege.be/bitstream/2268/41042/2/POS_2001_14_EP%20Multiradial%20Microscopy.pdf

Pirard, E., & Lebichot, S. (2004). Image Analysis of Iron Oxides under the Optical Microscope. *Applied Mineralogy: Developments in Science and Technology, 1*, 153-156. https://orbi.uliege.be/bitstream/2268/41167/1/PUB_2004_11_EP%20ImAnIronOxides.pdf

Pirard, E., Lebichot, S., & Krier, W. (2007). Particle texture analysis using polarized light imaging and grey level intercepts. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 299-309. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2007.03.004

Pirrie, D., & Rollinson, G. K. (2011). Unlocking the applications of automated mineral analysis. *Geology Today, 27*(6), 226-235. https://doi.org/10.1111/j.1365-2451.2011.00818.x

Plante, B., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2012). Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration, 114*, 57-69. https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2011.12.003

Plas, L. v. d., & Tobi, A. C. (1965). A chart for judging the reliability of point counting results. *American Journal of Science, 263*(1), 87-90. https://doi.org/10.2475/ajs.263.1.87

Plumlee, G. S. (1999). The environmental Geology of Mineral Deposits. *Society of Economic Geologists,, chapitre 3*, 71-116. https://www.researchgate.net/profile/Geoffrey-Plumlee/publication/264046895_The_environmental_geology_of_mineral_deposits/links/55be66bc08aed621de121135/The-environmental-geology-of-mineral-deposits.pdf

Poliakov, A., & Donskoi, E. (2014). Automated relief-based discrimination of non-opaque minerals in optical image analysis. *Minerals Engineering, 55*, 111-124. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.09.014

Poliakov, A., & Donskoi, E. (2019). Separation of touching particles in optical image analysis of iron ores and its effect on textural and liberation characterization. *European Journal of Mineralogy, 31*(3), 485-505. https://doi.org/10.1127/ejm/2019/0031-2844

Pooler, R., & Dold, B. (2017). Optimization and Quality Control of Automated Quantitative Mineralogy Analysis for Acid Rock Drainage Prediction. *Minerals, 7*(1), 12. https://doi.org/ARTN 12

10.3390/min7010012

Pring, A. (2003). STRUNZ, H. & NICKEL, E. H. 2002. Strunz Mineralogical Tables. Chemical Structural Mineral Classification System, 9th ed. ix + 870 pp. Stuttgart: E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung. Price Euros 148.00 (hard covers). ISBN 3 510 65188 X. *Geological Magazine, 140*(3), 368-369. https://doi.org/10.1017/s0016756803418025

Rickard, D. (2015). *Pyrite: A Natural History of Fool's Gold*. Oxford University Press.

Rifai, K., Doucet, F., Ozcan, L., & Vidal, F. (2018). LIBS core imaging at kHz speed: Paving the way for real-time geochemical applications. *Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy, 150*, 43-48. https://doi.org/10.1016/j.sab.2018.10.007

Rifai, K., Paradis, M. C. M., Swierczek, Z., Doucet, F., Ozcan, L., Fayad, A., . . . Vidal, F. (2020). Emergences of New Technology for Ultrafast Automated Mineral Phase Identification and Quantitative Analysis Using the CORIOSITY Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) System. *Minerals, 10*(10), 918. https://doi.org/ARTN 918

10.3390/min10100918

Rimstidt, J. D., & Vaughan, D. J. (2003). Pyrite oxidation: a state-of-the-art assessment of the reaction mechanism. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 67*(5), 873-880. https://doi.org/10.1016/s0016-7037(02)01165-1

Rockwell, B. W., Cunningham, C. G., Breit, G. N., & Rye, R. O. (2006). Spectroscopic Mapping of the White Horse Alunite Deposit, Marysvale Volcanic Field, Utah: Evidence of a Magmatic Component. *Economic Geology, 101*(7), 1377-1395. https://doi.org/10.2113/gsecongeo.101.7.1377

Roisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon, 8*, A1-A23. https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/handle/11250/2587640

Rosiwal, A. (1898). Ueber geometrische gesteinsanalysen. *Verh. KK Geol. Reichsanst Wien*, 143-175. https://publikationen.ub.uni-frankfurt.de/frontdoor/index/index/docId/12008

Ross, P. S., Bourke, A., & Fresia, B. (2014). Improving lithological discrimination in exploration drill-cores using portable X-ray fluorescence measurements: (1) testing three Olympus Innov-X analysers on unprepared cores. *Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis, 14*(2), 171-185. https://doi.org/10.1144/geochem2012-163

Rowan, L. C., Simpson, C. J., & Mars, J. C. (2004). Hyperspectral analysis of the ultramafic complex and adjacent lithologies at Mordor, NT, Australia. *Remote Sensing of Environment, 91*(3-4), 419-431. https://doi.org/10.1016/j.rse.2004.04.007

Runge, K., Franzidis, J., & Manlapig, E. (2003). *A study of the flotation characteristics of different mineralogical classes in different streams of an industrial circuit.* Proceedings of XXII International Mineral Processing Congress (vol. 29, p. 962-972). https://www.911metallurgist.com/blog/wp-content/uploads/2016/06/Size-by-Size-Particle-Size-Distribution-Profile-Flotation-Recovery-Results.pdf

Salinas-Farran, L., Brownscombe, W., & Brito-Parada, P. (2022). Combining XMT and BSE/SEM to assess the surface exposure of antimony sulphide ores and estimate metallurgical performance. *Manuscript submitted for Process Mineralogy 2022, Minerals Engineering conferences*. Conference.

Schouwstra, R. P., & Smit, A. J. (2011). Developments in mineralogical techniques – What about mineralogists? *Minerals Engineering, 24*(12), 1224-1228. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.02.002

Sciortino, M., Mungall, J. E., & Muinonen, J. (2015). Generation of High-Ni Sulfide and Alloy Phases During Serpentinization of Dunite in the Dumont Sill, Quebec. *Economic Geology, 110*(3), 733-761. https://doi.org/10.2113/econgeo.110.3.733

Seo, W., Kim, Y., Sim, H., Song, Y., & Yun, T. S. (2022). Classification of igneous rocks from petrographic thin section images using convolutional neural network. *Earth Science Informatics, 15*(2), 1297-1307. https://doi.org/10.1007/s12145-022-00808-5

Sherlock, E. J., Lawrence, R. W., & Poulin, R. (1995). On the neutralization of acid rock drainage by carbonate and silicate minerals. *Environmental Geology, 25*(1), 43-54. https://doi.org/10.1007/bf01061829

Sobek, A. A., Schuller, W., Freeman, J., & Smith, R. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils, 1978. *US EPA, 600*(2), 78. https://doi.org/https://www.resolutionmineeis.us/documents/sobek-1978

Specim. (2022). Spectral imaging for research. https://www.specim.fi/research/#mineral

Spencer, S., & Sutherland, D. (2011). Stereological Correction of Mineral Liberation Grade Distributions Estimated by Single Sectioning of Particles. *Image Analysis & Stereology, 19*(3), 175-182. https://doi.org/10.5566/ias.v19.p175-182

Spry, P. G., Chryssoulis, S., & Ryan, C. G. (2004). Process mineralogy of gold: Gold from telluride-bearing ores. *Jom, 56*(8), 60-62. journal article. https://doi.org/10.1007/s11837-004-0185-4

Stanley, G. G., Mining, S. A. I. o., & Metallurgy. (1987). *The Extractive Metallurgy of Gold in South Africa*. South African Institute of Mining and Metallurgy.

Staples, L., Zwirz, T., Lépine, J.-M., Penswick, D., Scott, C., Protupilac, C., . . . Latulippe, S. (2019). Technical Report on the Dumont Nickel Project, Launay and Trécesson Townships, Quebec, Canada. https://dumontnickel.com/wp-content/uploads/2021/02/Dumont-Ni-Project-43-101-dec-2019.pdf

Steiner, H. (1973). *Kinetic aspects of the flotation behaviour of locked particles*. na.

Straub, J. (2015). In search of technology readiness level (TRL) 10. *Aerospace Science and Technology, 46*, 312-320. https://doi.org/10.1016/j.ast.2015.07.007

Sutherland, D. (2007). Estimation of mineral grain size using automated mineralogy. *Minerals Engineering, 20*(5), 452-460. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.12.011

Sutherland, D. N. (1989). Batch flotation behaviour of composite particles. *Minerals Engineering, 2*(3), 351-367. https://doi.org/10.1016/0892-6875(89)90004-6

Sverdrup, H. U. (1990). *The kinetics of base cation release due to chemical weathering*. Lund University Press.

Swayze, G. A., Clark, R. N., Goetz, A. F. H., Livo, K. E., Breit, G. N., Kruse, F. A., . . . Ashley, R. P. (2014). Mapping Advanced Argillic Alteration at Cuprite, Nevada, Using Imaging Spectroscopy. *Economic Geology, 109*(5), 1179-1221. https://doi.org/10.2113/econgeo.109.5.1179

Sylvester, P. (2012). *Use of the Mineral Liberation Analyzer (MLA) for mineralogical studies of sediments and sedimentary rocks* (vol. 42).

TA Instruments. (2006). AR2000 Rheometer: Rheometrics Series Operator's Manual. *TA Instruments, New Castle, Delaware, USA, 61*. https://doi.org/https://www.mse.iastate.edu/files/2017/12/AR2000-Manual.pdf

Tagami, T. (2005). Zircon Fission-Track Thermochronology and Applications to Fault Studies. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 58(1), 95-122. https://doi.org/10.2138/rmg.2005.58.4

Takahashi, H. (2002). The Greco-Syriac and Arabic Sources of Barhebraeus' Mineralogy and Meteorology in" Candelabrum of the Sanctuary," Base II. *Islamic studies, 41*(2), 215-269. https://www.jstor.org/stable/20837192

Tappert, M. C., Rivard, B., Fulop, A., Rogge, D., Feng, J., Tappert, R., & Stalder, R. (2015). Characterizing Kimberlite Dilution by Crustal Rocks at the Snap Lake Diamond Mine (Northwest Territories, Canada) using SWIR (1.90–2.36μm) and LWIR (8.1–11.1μm) Hyperspectral Imagery Collected from Drill Core. *Economic Geology*, *110*(6), 1375-1387. https://doi.org/10.2113/econgeo.110.6.1375

Thomson, E. (1930). Quantitative Microscopic Analysis. *The Journal of Geology*, *38*(3), 193-222. https://doi.org/10.1086/623710

Touret, J. (2006). De la pétrographie à la pétrologie. https://hal.science/hal-00906988/

Trahar, W. J. (1981). A rational interpretation of the role of particle size in flotation. *International Journal of Mineral Processing*, *8*(4), 289-327. https://doi.org/10.1016/0301-7516(81)90019-3

Trahar, W. J., & Warren, L. J. (1976). The flotability of very fine particles — A review. *International Journal of Mineral Processing*, *3*(2), 103-131. https://doi.org/10.1016/0301-7516(76)90029-6

Trichard, F., Moncayo, S., Devismes, D., Pelascini, F., Maurelli, J., Feugier, A., . . . Motto-Ros, V. (2017). Evaluation of a compact VUV spectrometer for elemental imaging by laser-induced breakdown spectroscopy: application to mine core characterization. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, *32*(8), 1527-1534. https://doi.org/10.1039/c7ja00185a

Tungpalan, K., Wightman, E., & Manlapig, E. (2015). Relating mineralogical and textural characteristics to flotation behaviour. *Minerals Engineering*, *82*, 136-140. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.02.005

Turner-Saad, G. (2010). Vision for a risk adverse integrated Geometallurgy Framework. *Proceedings of the 42nd Annual Canadian Mineral Processors*. https://www.sgs.pt/-/media/global/documents/technical-documents/sgs-technical-papers/sgs-min-tp2010-01-risk-adverse-geometallurgy-frameworks.pdf

Underle, U., Woodall, P., Duffy, M., & Johnson, N. (1997). Stirred mill technology for regrinding McArthur River and Mount Isa zinc/lead ores. *Proceedings of XX IMPC—Aachen*, 21-26.

van den Boogaart, K. G., & Tolosana-Delgado, R. (2018). Predictive Geometallurgy: An Interdisciplinary Key Challenge for Mathematical Geosciences. Dans B. S. Daya Sagar, Q. Cheng, & F. Agterberg (édit.), *Handbook of Mathematical Geosciences* (p. 673-686). Springer International Publishing.

Vann, J., Jackson, J., Coward, S., & Dunham, S. (2011). The geomet curve–a model for implementation of geometallurgy. *First AusIMM International Geometallurgy*, 1-10.

Vermette, D. (2018). *Approche de caractérisation géoenvironnementale axée sur l'utilisation des concepts géométallurgiques*, Ecole Polytechnique, Montreal (Canada)]. https://www.proquest.com/pagepdf/2187685738?accountid=14721

Vidal, O. (2018). Ressources minérales, progrès technologique et croissance. *Temporalités*(28). https://doi.org/10.4000/temporalites.5677

Vigier, S. (2008). *Matrices fibrillaires denses de collagéne: maétiraux pour la réparation osseuse et l'étude d'ostéoblastes en trois dimensions*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI]. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00574654

Watari, T., Nansai, K., & Nakajima, K. (2021). Major metals demand, supply, and environmental impacts to 2100: A critical review. *Resources Conservation and Recycling, 164*, 105107. https://doi.org/ARTN 105107

10.1016/j.resconrec.2020.105107

Wehr, S. D., & Shaw, J. M. (2013). A Note on the Misuse of Area Images to Obtain Particle Size Information in Solid-Solid Systems. *Canadian Metallurgical Quarterly, 41*(3), 365-372. https://doi.org/10.1179/cmq.2002.41.3.365

Wiese, J., Harris, P., & Bradshaw, D. (2005). The influence of the reagent suite on the flotation of ores from the Merensky reef. *Minerals Engineering, 18*(2), 189-198. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.09.013

Williamson, M. A., & Rimstidt, J. D. (1994). The kinetics and electrochemical rate-determining step of aqueous pyrite oxidation. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 58*(24), 5443-5454. https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90241-0

Wills, B. A., & Finch, J. (2016). *Wills' Mineral Processing Technology*. Butterworth-Heinemann.

Wills, B. A., & Finch, J. A. (2016). Gravity Concentration. Dans B. A. Wills & J. A. Finch (édit.), *Wills' Mineral Processing Technology* (p. 223-244). Butterworth-Heinemann.

Zhou, J. (2013). Gold Geometallurgy and Its Application. *Gold Science and Technology, 21*(5), 76-80. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63658-4.00006-2

Zonta, M. (2008). Mineralogy, Botany and Zoology in Medieval Hebrew Encyclopaedias. *Arabic Sciences and Philosophy, 6*(2), 263-315. https://doi.org/10.1017/s0957423900002216

ANNEXE A ARTICLE 1 : AUTOMATED MINERALOGICAL CHARACTERIZATION USING OPTICAL MICROSCOPY: REVIEW AND RECOMMENDATIONS

Cet article est accepté et publié dans la revue *Minerals Engineering* le 13 octobre 2022 (https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107896).

Benjamin De Castro[a], Mostafa Benzaazoua[a,b], Aurélie Chopard[c], Benoît Plante[a]

[a] Research Institute on Mine and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada,

[b] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Mining Environment & Circular Economy, Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco,

[c] Agnico Eagle Mines Ltd, 10 200 route de Preissac, Rouyn-Noranda, J0Y 1C0, Québec, Canada.

Abstract

Automated mineralogical quantification has recently become an important aspect of geometallurgy. Automated scanning electron microscopes are most commonly used to perform automated mineralogical analysis. Automated optical microscopes can also perform automated mineralogical characterization, but its use is less common in mining industry. Nevertheless, the mining industry does not sufficiently perform mineralogical characterization during its operations. The main reason automated mineralogical characterization is underused is the significant capital cost and accessibility of this technique. In contrast, reflected optical microscopy is a more accessible and less restrictive device for automated quantitative mineralogical analysis. Automated optical microscopy does not require an advanced specialist operator, unlike automated scanning electron microscopy. The optical microscope, allowing the identification of opaque minerals (sulfides, oxides, and native elements/alloys etc.), could become advantageous for the characterization of mining products in a geometallurgical context. Especially for polymetallic/gold sulfide and iron oxide deposits where opaque minerals are valuable minerals and/or have a mineral processing and environmental interest. This paper reviews the evolution of the automated optical microscopy technique. This work illustrates: i) the development of automated optical microscopy,

including improvements in image analysis and optical cameras; and ii) the presentation of comparative studies and applications for automated optical microscopy.

Keywords: optical microscopy, automated mineralogy, geometallurgy, image analysis, QEMSCAN.

A.1 INTRODUCTION

Geometallurgy is a multidisciplinary approach combining knowledge from geology and metallurgy to create a spatial model to optimize mine planning (Bridge et al., 2014; Dominy et al., 2018; Kittler et al., 2011). The essential aspects of the approach are sampling (Coward et al., 2009; De Castro et al., 2022; Dominy et al., 2018) mineralogical characterization (Bradshaw, 2014; Hoal et al., 2013; Lotter, 2011; Whiteman et al., 2016), mineral processing tests (Bueno et al., 2015; Lamberg, 2011; Michaux and O'Connor, 2020), and environmental prediction tests (Chopard et al., 2019b; Parbhakar-Fox et al., 2018).

Mineralogical characterization constitutes a crucial part in building geometallurgical domains (Dominy et al., 2018; Hoal et al., 2013; Lang et al., 2018). During the sample characterization stage of a geometallurgical program, mineralogical characterization is usually carried out by image analysis (IA) using an automated mineralogy system (Michaux and O'Connor, 2020; van den Boogaart and Tolosana-Delgado, 2018; Zhou, 2013). The most common technique is automated scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS), such as the QEMSCAN® system (Ayling et al., 2012; Butcher et al., 2000; Gottlieb et al., 2000), the MLA® system (Fandrich et al., 2007; Gu, 2003), the Mineralogical Mining® system (Graham et al., 2015), or the TIMA® system (Hrstka et al., 2018). Critical variables or proxies are used for geometallurgical domaining: group geological domains according to its commune metallurgical or environmental properties and the mineralogical information obtained often used as these critical variables/proxies to determine a functional geometallurgical program (Bueno et al., 2015; Leichliter, 2013; Lund and Lamberg, 2014).

Automated mineralogy systems based on electron microscopy require significant capital cost and skilled resource personnel, which can become a real obstacle for routine mineralogical characterization. Optical microscopy (OM) can be an effective tool for mineralogical characterization in a geometallurgical program. OM is an appealing alternative to costly and

restrictive automated mineralogy systems (Castroviejo et al., 2010; Chopard et al., 2019a; López-Benito et al., 2020; Petruk, 2000; Pirard, 2004). Reflected light optical imaging allows the identification of opaque minerals (sulfides, oxides, and native elements/alloys) by reflectance measurement and can be used for mineralogical characterization on common deposits such as polymetallic sulfides, gold, and iron oxides deposits. The opaque minerals in these deposits often represent valuable minerals for mining compagnies. Furthermore, the opaque minerals characterization (identification, textural quantification) is a very important part during geometallurgical programs particularly for mineral processing (e.g., Bradshaw (2014); Cropp et al. (2013)) and environmental prediction studies (e.g., Elghali et al. (2018); Parbhakar-Fox et al. (2018); Parbhakar-Fox et al. (2013)).

This paper presents a review of the development and current use of automated OM. This paper highlights the interest of OM for the mining industry in a geometallurgical context. The issue of detecting transparent minerals by automated OM is particularly discussed. The paper recommends some improvements for the use of automated OM and the execution of further comparisons and case studies.

A.2 REVIEW OF AUTOMATED MINERALOGICAL CHARACTERIZATION BY OPTICAL MICROSCOPY

OM is a very common technique used for mineralogical characterization. Its use and evolution allowed the development of the science of petrography, which focuses on detailed descriptions of rocks/minerals (Touret, 2006). Today, OM is still widely used in the academic world of Earth sciences. Transmitted light microscopy is usually distinguished from reflected light microscopy. The latter is used for the observation of opaque metallic minerals (sulfides, sulfosalts, oxides, hydroxides, native elements, and alloys). Reflected light mode OM is closely associated with the science of metallogeny, which specifically focuses on the study of the genesis of mineral deposits. This present paper focuses on reflected light OM; the term OM refers to reflected light optical microscopes throughout this paper. Figure A.1 illustrates a typical OM in a reflected light configuration.

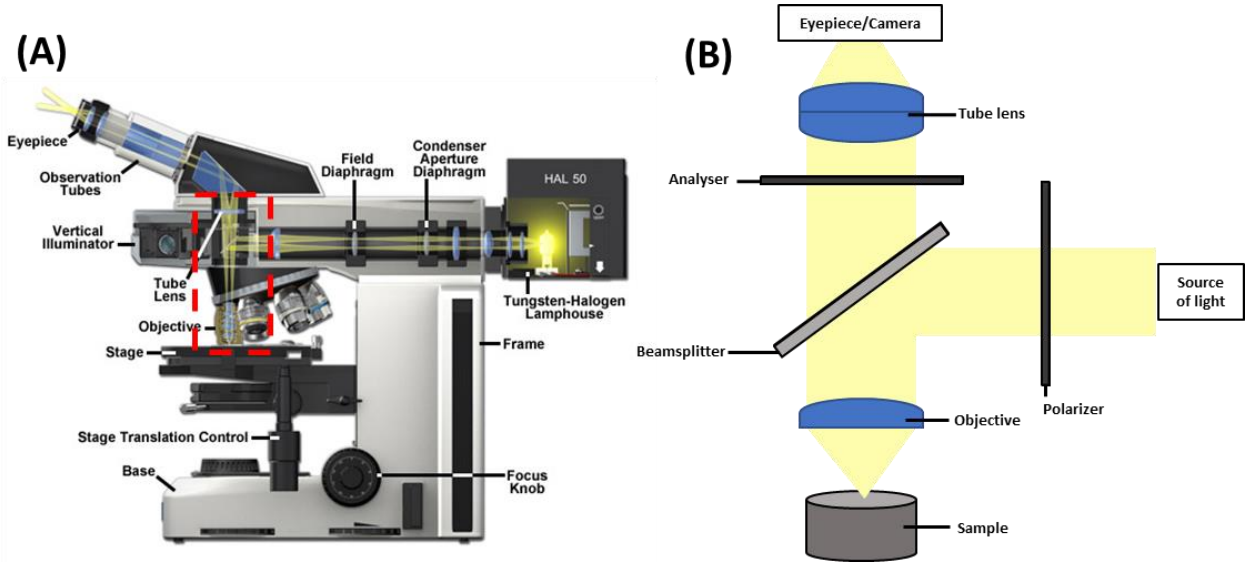


Figure A.1 Optical light path in OM in reflected light mode (A) and localization of the polarizer and analyzer (B) (from Rottenfusser et al. (2016)).

Automated microscopic mineralogical analysis (automated SEM-EDS and automated reflected OM) may be performed on two main formats of samples: polished section and polished thin section. The polished section preparation consists of mixing epoxy resin, a hardener and carbon filler with the particulate sample into a polished section mold (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018). After hardening, the surface where minerals particles are exposed on polished section is polished. This last preparation is widely used for automated mineralogical quantification (Lastra and Paktunc, 2016) for particulate sample (e.g., feed, concentrate, tailing sample from a given mineral process technique trough a flowsheet plan); although this preparation method can be done on intact samples (e.g., piece of drill core sample). This preparation has the advantage to allow a manufacture of polished section ready-to analysis for automated microscopic mineralogical device in less than 24 hours (Bouzahzah et al., 2015; Jackson et al., 1984; Roisi and Aasly, 2018). The polished thin section preparation needs furthers preparations steps for intact sample (e.g., lapping the sample to complete planes, cementing the sample to a glass slide, lapping and polishing the thin section) with highly specialised equipment (Struers Lcc, 2022). This last preparation is commonly used for intact samples and allows to perform manual petrographic analysis (with transmitted light mode and reflected light mode microscope) but automated SEM-EDS mineralogical quantification is also possible. However, polished thin section needs long, and

tedious sample preparation with a manual procedure requiring several days of preparation despite the development of automated sample preparation device (Struers Lcc, 2022).

A.2.1 METALLOGRAPHIC STUDY OF MINERALS AND REFLECTANCE

Metallography usually refers to the study of metals using microscopy technique developed by Osmond in 1890 (Picot and Johan, 1977). William Campbell was the first to extend this approach to study metallic minerals under OM in 1906 in an ore from the Sudbury nickel deposit (Picot and Johan, 1977). Today, the metallographic study of minerals is considered as homologous discipline of petrography in Earth sciences field, and it often refers to the description of opaque minerals with reflected light microscopy. Therefore, the metallographic study could be an affordable asset to support ore geology, mineral exploration, ore processing, and environmental prediction. The book "Atlas of Ore Minerals" by Picot and Johan (1977) summarizes the optical properties of opaque minerals in order to describe and identify them. Using two optical elements in the reflected mode of the OM (the polarizer and the analyzer), minerals can be observed in two types of light for identification (Figure A.2):

- Under plane-polarized light (PPL): polarized light allows the excitation of the sample with a light ray in a single direction of vibration. In this configuration, the observer can study the optical properties of opaque minerals, such as colour, reflectance power, bireflection, relative hardness, pleochroism, and textural properties (shape, inclusions, exsolutions, intergrowth particles, etc.); or
- Under crossed polars light (CPL): in addition to the polarizer on the optical light path, the analyzer allows the observer to study the anisotropy, internal reflections, and twins presented by the minerals.

Mineral color determination with OM is the first optical property examined to allow mineralogical identification. The colour of a mineral comes from the absorption/lack of absorption of the different wavelengths the mineral receives. This absorption can be quantified by measuring the reflectance of a mineral, which is defined as the ratio between the light reflected by the surface of the mineral and the light flux received. Metallic minerals have a particularly high reflectance.

Since 1970, the Commission on New Minerals and Names of Minerals of the International Mineralogical Association requested reflectance measurements between 400 nm and 700 nm with 20 nm steps for each new mineral species discovered. The study of Henry (1977) is one of the first compilations of the reflectance of minerals of economic interest (ore minerals). The table of reflectance was first extended by Picot and Johan (1977) (420, 540, 600, and 700 nm). The Quantitative Data File for Ore Minerals (QDF) of Criddle and Stanley (1993) compiled the reflectance of opaque minerals. Some authors have added more reflectance wavelengths in the visible near infrared (VNIR) and ultraviolet (365 nm) domains (Castroviejo et al., 2009; López-Benito et al., 2020; Pirard et al., 2008). Figure A.2 illustrates the reflectance curves of six common sulfides and gold.

Different mineralogical groups are defined according to their reflectance behaviors (Pirard et al., 2008; Stanley and Vaughan, 2004):

- Minerals with reflectance independent of their orientation, corresponding to a single reflectance curve associated with their cubic crystallographic system known as optically isotropic minerals (e.g., pyrite, galena, sphalerite);
- Uniaxial optical crystal minerals with constant reflectance along their axes of symmetry. If the mineral has a section parallel to its basal plane, the mineral behaves like an isotropic crystal. For a cut perpendicular to its basal plane, the reflectance is maximized (e.g., hematite, marcasite); and
- Triaxial crystal minerals with a complex reflectance depending on the orientation of the crystal (bireflectance). The two curves R1 and R2 in Figure A.2 represent these variations in reflectance depending on the orientation of the mineral particle (e.g., arsenopyrite, chalcopyrite, and pyrrhotite).

Despite the development of quantitative mineralogical methods such as the traditional point counter (Chayes, 1949; Henley, 1983; Howard and Reed, 2004; Rosiwal, 1898), manual mineralogical characterization by OM still requires training, attention, and expertise for its effective application. Consequently, OM has been gradually abandoned by the mining industry.

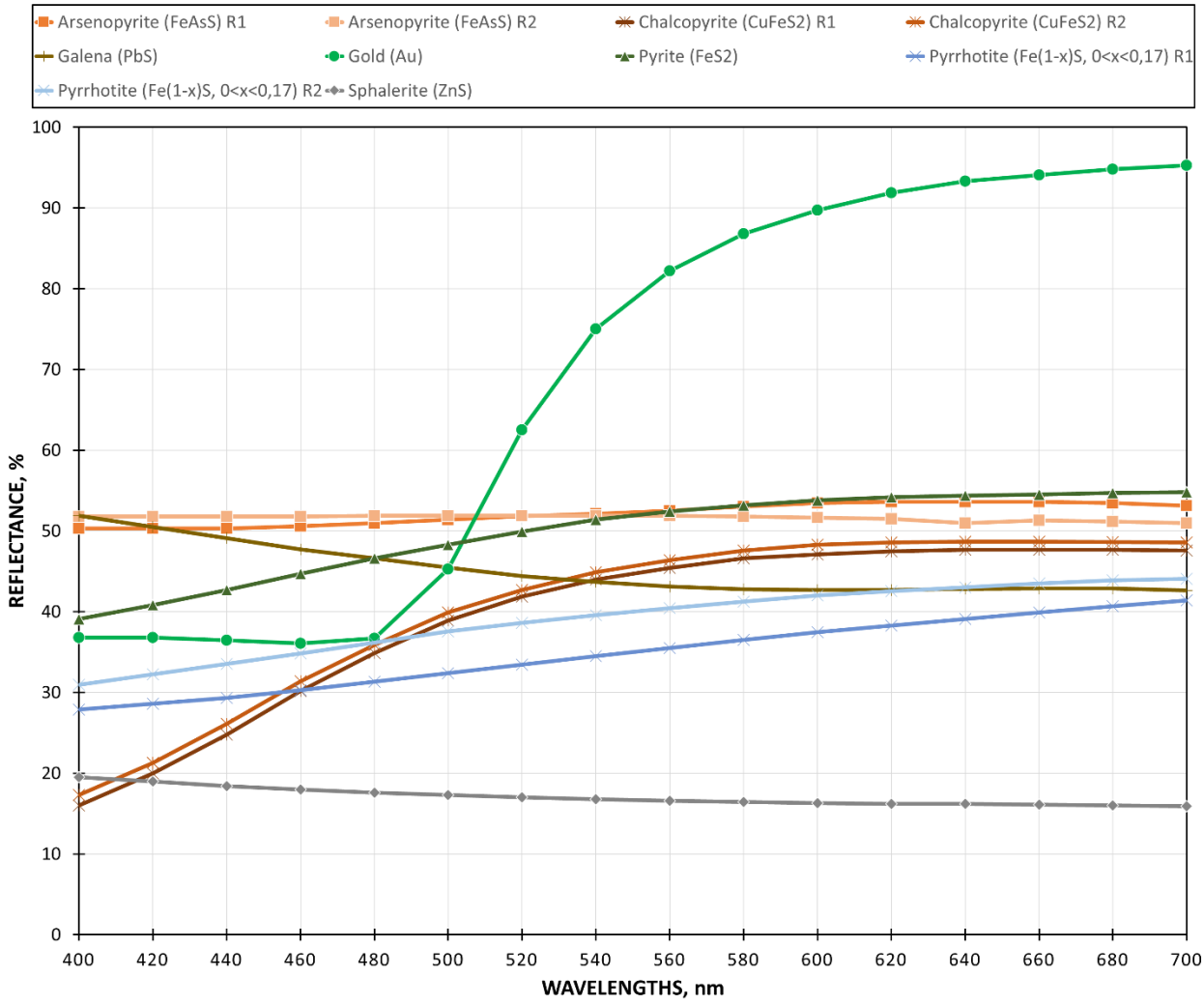


Figure A.2 Reflectance curves of six common sulfides and gold according to the QDF of Criddle and Stanley (1993). The two curves R1 and R2 represent these variations in reflectance depending on the orientation of the mineral particle (arsenopyrite, chalcopyrite, and pyrrhotite).

A.2.2 EMERGENCE OF AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY ALLOWING MINERALOGICAL QUANTIFICATION

OM has always represented a relatively cheap device for rapid collecting image allowing to automatize the tasks of the optical mineralogist (Barbery, 1985; Sutherland and Gottlieb, 1991). However, OM has long suffered from the poor discrimination by reflectance measurement of minerals mainly linked to poor sample preparation (Ramdohr, 1969; Sutherland and Gottlieb, 1991). Today and over the past three decades, OM has benefited from improvements in computing capabilities and both quality evolution of numerical camera and sample preparation from past

decades (Jackson et al., 1984; Pirard and Bertholet, 2000; Pirard and De Colnet, 2000). This change allowed the move from a manual OM with optical grain counting techniques (Chayes, 1949; Henley, 1983; Howard and Reed, 2004; Rosiwal, 1898) to an automated technique, providing mineralogical quantification by IA.

Since the mid-1990s, many authors have attempted to exploit the reflectance of minerals in OM to allow the automated identification of mineralogical species (e.g., Bonifazi (1995); Donskoi et al. (2015); Lane et al. (2008); Pirard and Lebichot (2004); Pirard et al. (2007)). Three main groups of authors contributed to the development of automated OM. The first research group comes from GEMME laboratory at the University of Liège (Belgium). The second group comes from the laboratory for applied mineralogy of University Polytechnic of Madrid (Spain). In parallel with these groups of researchers, a group of authors from Australia have developed an automated OM system for the characterization of iron oxide/hydroxide ore deposits: the Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO) Mineral Resources.

Microscopic IA on an appropriately prepared sample (polished section, polished thin section) allows the quantification of different mineralogical parameters. These mineralogical parameters have become essential for understanding the relationships between mineralogy and the textural/particle size behavior of a material (Allard and Sotin, 1988; Mermillod-Blondin et al., 2011; Sutherland and Gottlieb, 1991). OM allows the following mineralogical parameters to be determined by IA such as automated SEM-EDS:

- Mineralogical/modal composition or mineral grades;
- Particle size distribution of each mineral composing a sample, also called granulo-mineralogy;
- Degrees of liberation of the identified minerals;
- Mineralogical associations presented by the intergrowth grains of the sample; and

Elemental deportment obtained by modal composition computation based on the theoretical chemical composition of minerals identified or chemical microanalysis performed by other techniques such as EPMA (e.g., Donskoi et al. (2007)).

These mineralogical quantification parameters are obtained by IA of mineralogical mapping of particles performed by automated OM such as automated SEM-EDS. Consequently, automated

OM have the same issues about the representativity of samples analysed (including sampling method, polished section preparation method, stereological bias etc.) as the automated SEM-EDS devices. The IA principle for each mineralogical parameter and the representativity of the samples and will not be discussed in this present paper.

A.2.3 CLASSIFICATION PROCEDURE BY AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY

The general purpose of mineralogical identification procedures for automated OM, called classification procedures, is to obtain a segmented image; this is an image where each pixel is assigned to a mineralogical species (mineralogical mapping of particles) (Figure A.3).

Classification procedures are usually differentiated between two types: supervised classification and non-supervised classification. If the characteristic reflectance curve properties of each mineral in the sample are known, supervised classification can be performed. If not, non-supervised classification procedures are performed (López-Benito et al., 2020). According to several authors, supervised mineralogical classification remains the best procedure for automated OM and is widely used in the field (Bonifazi, 1995; López-Benito et al., 2020; Pirard, 2004; Pirard et al., 2008). The supervised method consists of:

- Determination of a reflectance curves database (such as QDF) for each candidate mineral where each reflectance characteristic (pattern) is generated;
- Measurement of spectral reflectance for each unknown mineral particle in the sample;
- Comparison between the spectral reflectance measurement performed and the reflectance curves database; and
- Assignation (with a classification method) of each pixel to the mineral with the most similar reflectance pattern, according to the previous comparison.

The second step of the supervised method (measurement of spectral reflectance) is usually performed by grey thresholding on digital images from OM. This IA/processing consists of replacing each pixel in an image with grey level pixels according to the reflectance intensity (Donskoi et al., 2010; Pirard, 2004; Pirard et al., 2008). A calibrated conversion allows the reflectance of the pixels to be measured. Nowadays, the IA/processing of grey thresholding

provides a better reflectance measurement for automated OM and is widely used in the field e.g., (Berrezueta et al., 2016; Chopard et al., 2019a; Donskoi et al., 2021; Lane et al., 2008; López-Benito et al., 2020; Pirard et al., 2008).

Many classification methods have been proposed for automated mineralogical identification with OM. The first notable study was proposed by Pirard and Bertholet (2000), in which methods such as multigaussian quadratic, nearest neighbours, convex hull, and kernel density were discussed. Other efficient classification methods have since been developed, such as Mahalanobis distance (Berrezueta et al., 2016; López-Benito et al., 2020; Pirard, 2004) or fisher classification method (Bouzahzah et al., 2008; Pirard and Lebichot, 2004). Meanwhile, other authors have proposed using the Boolean classification method (Chopard et al., 2019a; Lane et al., 2008), a simple procedure that consists of assigning a pixel to a mineral according to different grey thresholding values matching the pixel at several wavelengths. According to López-Benito et al. (2020), the Mahalanobis distance and linear discriminant methods are the most efficient procedures for mineral classification. Table A.1 provides a review of the main studies on the classification methods currently used for mineralogical segmentation by automated OM. The mathematical approach for each classification method is summarized in Appendix A and Appendix B.

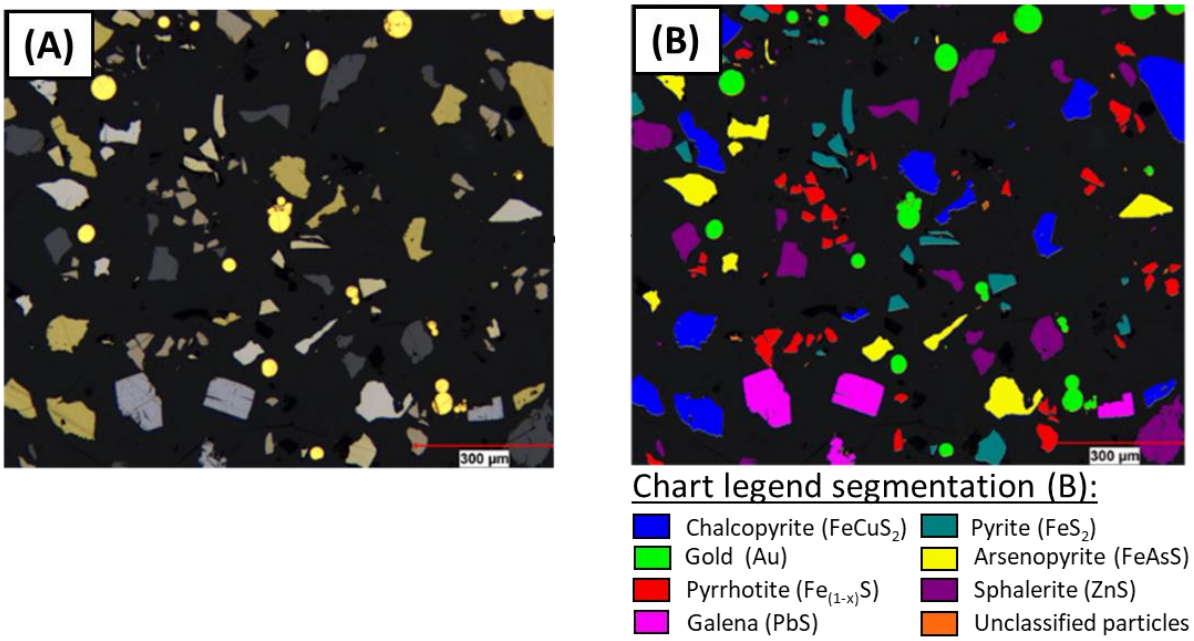


Figure A.3 Segmented images characterized following classification by an image analysis routine using grey thresholding processing. (A) PPL image; (B) final segmented images from a Boolean classification operation.

The classification method can attribute a pixel to an unclassified mineral class; this means that the classification method could not find a mineral species in the reflectance database that has a reflectance similar to the pixel in question. Pirard (2004) mentioned the importance of this class because it allows an unexpected mineral to be detected.

Table A.1 Review of the main studies on classification methods currently used for mineralogical segmentation by automated OM.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Bonifazi (1995)	Digital multispectral techniques and automated image analysis procedures for industrial ore modelling	Sulphide ore: chalcopyrite, galena, pyrite	Euclidean minimum distance with definition of red-green-blue spectral signature by the user for the supervised procedure. The algorithm from the unsupervised procedure uses a minimum distance-to-mean to classify each pixel of the mineral based on the overall distribution of values in each RGB band.	First notable comparative study between supervised and non-supervised procedures; the authors claim that the supervised procedure gives better classification results.
Pirard and Bertholet (2000)	Segmentation of multispectral images in optical metallography	Various sulphide ores with arsenopyrite, chalcopyrite, pyrite, sphalerite, galena, pyrrhotite, bornite, covellite, and tetrahedrite	Comparative study between color manual mineralogical identification and classification methods	Presentation of the main multivariate image classification methods based on red-green-blue filters: multigaussian, nearest neighbour method, convex hull, kernel classification (Appendix A). The comparative study of the classification methods gives robust results. The authors claim that bireflectance and pleochroism of minerals strongly affect the performance of the classification methods.
Chopard et al. (2019a)	Automated sulfide quantification by multispectral optical microscopy	Standard mineral blends: chalcopyrite, pyrrhotite, arsenopyrite, pyrite, sphalerite, galena	Segmentation performed by GOCAD © software with multispectral images (365 nm, 436 nm, 480 nm, 605 nm, and 650 nm) and k-mean clustering as classification method. A second software was used with the same multispectral images: Clemex Vision © software with a simple Boolean classification.	Second notable study that uses Clemex Vision © software to perform mineral segmentation. This second software gives a better-quality final segmentation than the GOCAD © software with a simple Boolean classification. First notable study that uses a UV image for multispectral image analysis. The segmentation is only performed in a partial zone of a sample (no complete mineralogical quantification has been provided).

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
López-Benito et al. (2020)	Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I–A comparative study of some supervised classification techniques.	Opaque mineral standards on thin sections.	Comparative study between classification methods for mineral segmentation performed with complete multispectral images (from 365 nm to 1,000 nm) by AMCO © system. The comparative study was made on opaque mineral standards. Each classification method is provided in Appendix B.	The authors present the recent classification methods for multispectral image analysis. The authors highlight that Mahalanobis distance and linear discriminant methods give the best classification results.

A.2.4 EVOLUTION OF AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY

According to the evolution of procedures in the field, we can distinguish two different supervised classification type methods for identifying mineral phases by automated OM:

- Identification through image acquisition based on red-green-blue filters (RGB) by comparing reflectance with reference curves using classification methods (Berry et al., 2008; Bonifazi, 1995; Castroviejo et al., 2002; Donskoi et al., 2007; Lane et al., 2008; Pirard and Bertholet, 2000); and
- Multispectral identification method based on grey thresholding associated with spectral filters and comparison of the reflectance curves combined with classification methods (Berrezueta et al., 2016; Bouzahzah et al., 2008; Chopard et al., 2019a; Donskoi et al., 2010; Evrard and Pirard, 2013; López-Benito et al., 2020; Pirard, 2004; Pirard and De Colnet, 2000).

In Pirard and De Colnet (2000), the authors asserted that OM using filters with a precise spectral bandwidth can allow reflectance data to be obtained at a spectral resolution approaching the QDF reference curves, compared to the previous use of RGB filters.

Consequently, automated OM for mineralogical characterization has evolved since the 2000s. Automated OM evolved from a reflectance measurement of minerals using RGB filters (e.g., Bonifazi (1995); Donskoi et al. (2007); Lane et al. (2008); Pirard (2004); Pirard and De Colnet (2000)) to a more complete reflectance measurement of minerals using several precise bandwidth filters (e.g., Chopard et al. (2019a); Donskoi et al. (2010); López-Benito et al. (2020); Pirard (2004); Pirard and De Colnet (2001)). Optical multispectral image analysis (OMIA) can therefore be attributed for the first time to Pirard (2004). This evolution towards OMIA with efficient classification procedures seems to provide efficient mineral segmentation by automated OM.

However, Pirard (2004) and Lane et al. (2008) claim that OMIA has several limitations that can generate mineralogical characterization errors:

- The bireflectance/pleochroism of certain minerals (variation of reflectance as a function of crystal orientation: e.g., arsenopyrite, pyrrhotite, chalcopyrite, covellite) could convolute their identification with OMIA;

- The border effect: at the interface between two high and low reflectance minerals, the intermediate/mixed reflectance pixels will be classified as intermediate reflectance mineral species;
- The overlapping reflectance of minerals: the mineralogical classification is effective if the minerals do not have a reflectance overlap of more than 5% according to the QDF reference curves; and
- The inability for OMIA to detect transparent mineral particles, which can generate some mineralogical quantification bias (an issue discussed in section A.3.1).

The issue of bireflected/pleochroism mineral identification under automated OM seems to be resolved by using additional multiradial IA with OMIA procedures, as investigated by some authors (Pirard and De Colnet (2001); Pirard and Lebichot (2004); Pirard et al. (2007)). Multiradial IA consists of the reflectance measurement of mineral particles under different angular positions. The aim is to consider the reflectance variations of mineral particles with a bireflectance/pleochroism during classification procedures, allowing more efficient mineral identification. Nevertheless, the AMCO© system (the most advanced system for OMIA currently in the field of automated OM) does not include a rotatable stage. The system does not seem to allow a multiradial IA to perform a bireflectance/pleochroism measurement. The AMCO© system provides a reflectance measurement obtained on random orientation of the minerals particles. However, the system allows efficient identification of minerals with bireflectance/pleochroism behavior, such as pyrrhotite, arsenopyrite, or covellite (López-Benito et al., 2020) by advanced and efficient mineralogical classification method (Mahalanobis distance and linear discrimination), without performing multiradial IA.

Regarding the classification issues of overlapping mineral reflectance and border effects, the AMCO© system proposes an advanced OMIA procedure: supervised procedures combining the development of a reflectance database of 40 ore minerals (first enriched by Castroviejo et al. (2009); Pirard et al. (2008) from QDF database) and efficient classification methods (Mahalanobis distance and linear discrimination). The system proposes reflectance measurements both in the visible and VNIR spectral domains, but also in the UV domain (365 nm) (also investigated by Chopard et al. (2019a)) to perform the supervised procedure. The results published by López-Benito et al. (2020) demonstrate the correct classification of the studied minerals without

misclassification linked to the overlapping reflectance issue (except for flat reflectance behavior minerals: cassiterite, chromite, sphalerite, and wolframite). There is no mention of the border effect issue in the work of López-Benito et al. (2020), which may explain the misclassification errors of the studied minerals.

Consequently, advanced OMIA procedures that propose reflectance measurements in several spectral domains (such as those proposed by the AMCO© system) seem to solve the limitations of OMIA (except detection of transparent minerals, discussed in section A.3.1).

Table A.2 provides a review of the main studies on the evolution of automated OM, including the evolution from RGB filters towards OMIA and the abandoned multiradial IA approach.

Table A.2: Review of the main studies on the evolution of automated OM.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Pirard and De Colnet (2000)	Enhancing mineral segmentation in optical microscopy with multispectral imaging	Pyrite, pentlandite, arsenopyrite	Mahalanobis distance and minimum Euclidean distance used with comparative study sequential RGB filters and multispectral filters (360 nm, 438 nm, 489 nm, 591 nm, 692 nm, 870 nm).	First notable comparative study on the use of sequential RGB filters and multispectral filters for mineral segmentation. The authors claim a better discrimination between mineral phases with multispectral imaging.
Pirard and De Colnet (2001)	Multiradial Imaging in Optical Ore Microscopy	Assemblage of iron-oxide minerals: magnetite, ilmenite, and hematite	Supervised Fisher Linear Likehood classification with images taken from different polarizing directions and multispectral images (438 nm, 489 nm, 591 nm, 692 nm).	First notable study on a combination of multiradial with multispectral imaging for improved mineralogical classification under OM. The authors claim further developments in hardware and software are needed to improve the efficiency of the tool.
Pirard (2004)	Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy	Various sulphide paragenesis ore: bornite, pyrite, arsenopyrite, chalcopyrite, and stannite.	Comparative study on sequential RGB filters and multispectral filters with the use of Mahalanobis distance as classification method.	Summary of developments in digital image acquisition techniques. First study proposing the use of precise bandwidth filters; first notable study on OMIA that provides better mineralogical classification than sequential RGB filters. The author describes the main limitations of OMIA (border effect, detection of transparent gangue minerals). The author mentions the importance of adding multiradial imaging to consider the bireflectance / pleochroism of minerals to improve particle identification.
Pirard and Lebichot (2004)	Image Analysis of Iron Oxides under the Optical Microscope	Iron oxide ore: magnetite, hematite, goethite, ilmenite with pyrite, goethite, pyrrhotite, and marcasite.	Fisher classification with grey thresholding on three spectral images (470 nm, 546 nm, 650 nm) with the use of multiradial analysis performed by MultiSpec © software.	First significant study making it possible to differentiate iron oxide phases with a combination of multispectral and multiradial imaging, which was impossible with SEM-EDS imaging.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Pirard et al. (2007)	Particle texture analysis using polarized light imaging and grey level intercepts	Various hematite textures within a banded iron formation where the texture has an important impact on the behavior during the iron-making process	Presentation of two methods developed using multiradial and spectral imaging to identify crystal boundaries in mineral phases: imaged at 589 nm under several orientations of polarized incident beam. The image processing method used was grey levels intercept length. The texture classification (specular vs. granular) was computed with specific analysis method (star volume distribution) after delimitation of crystals by the developed methods.	Second notable study on a combination of multiradial with multispectral imaging for mineralogical classification under OM. The developed method allows identification of individual crystals in bireflectance/pleochroism mineral particles. The developed method allows quantification of mineral textures such as specular and granular phases.
Lane et al. (2008)	Techniques and applications for predictive metallurgy and ore characterization using optical image analysis	Samples from Cu, Pb, Zn flotation test work: chalcopyrite, pyrite, galena, sphalerite, and enargite.	Segmentation performed on RGB images with Boolean classification method on Clemex Vision © software. The developed method provides relevant mineralogical information for interpretation of metallurgical results: size distribution, mineral liberation, and grade/recovery data.	First notable study that uses simple Boolean algorithms for mineral classification method with Clemex Vision © software to perform the mineral segmentation. The authors discuss the use of multispectral filters to distinguish mineral species that exhibit overlapping reflectance as the future of automated mineralogy OM.
Donskoi et al. (2010)	Advances in optical image analysis and textural classification of iron ore fines	Iron oxide ore: hematite, goethite, magnetite, and other phases from coke process (material derived components, secondary hematite).	Segmentation with complex IA algorithms for mineral identification associated with spectral filters performed by Mineral/Recognition © software. The procedure allows the quantification of mineral composition and textural identification.	Discussion on the mineral segmentation difficulties for iron ores. The authors introduce the use of spectral filters to improve the distinction between minerals that have overlapping reflectance, particularly for iron ore minerals. The use of spectral filters was introduced for the first time by Pirard and De Colnet (2000).
Donskoi and Poliakov (2020)	Advances in Optical Image Analysis Textural Segmentation in Ironmaking	Iron ores: goethite, hematite, and gangue particles with phases derived from ironmaking (iron ore sinter, coal, and coke).	Used the package software Mineral/Recognition ©, included descriptions on its features in the paper.	Study discussing issues due to segmentation of phases from iron ore processing (coking plant) that are difficult to distinguish by automated OM: primary and secondary hematite and different maceral derived components. Study confirms the performance of the segmentation of these phases by the Mineral /

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
				Recognition system with the use of sophisticated image processing algorithms. The dynamic thresholding and the use of spectral filters allow effective segmentation. The techniques were already discussed in previous studies from these authors. The quantification of the texture subsequently enabled by the software makes it possible to improve the prediction of process performance.

A.3 RECOMMENDATIONS FOR IMPROVING AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY

In this section, several recommendations are provided for improving automated OM according to the review presented in the previous section (section A.2). The first part discusses the detection of transparent minerals by automated OM. This limitation is considered by the authors of this present paper as fundamental. The second part suggests several improvements for automated OM to propose more effective mineralogical identification procedures. The third part proposes further comparative and case studies using automated OM to prove the effectiveness of the technique in a geometallurgical context.

A.3.1 DETECTION OF TRANSPARENT MINERALS BY AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY: COMMON ISSUES

As mentioned above, reflected light OM remains limited to the detection of opaque phases (mainly sulphide/oxide minerals), to the detriment of transparent phases (mainly silicate and carbonate minerals). The difficulty comes from the confusion between transparent minerals and the resin used for polished section for particulate material during OMIA classification procedures (Donskoi et al., 2007; López-Benito et al., 2020; Neumann and Stanley, 2008; Poliakov and Donskoi, 2014). However, for intact samples (e.g., piece of drill core samples), this issue is not ever relevant because the sample cover the entire area of the polished section and the non-opaque mineral pixels can be thus identified as transparent minerals.

Many transparent minerals have a very similar reflectance (e.g., quartz, sericite, fluorite, barite) as the resin commonly used for polished section preparation (Berry et al., 2008; López-Benito et al., 2020; Neumann and Stanley, 2008; Poliakov and Donskoi, 2014). Both materials have a flat reflectance spectra curve with a low reflectance value (about 5%); this becomes indistinguishable in final segmented optical images. The inability of automated OM to detect transparent minerals may result in a determination difficulty regarding on mineral grade quantification and bias of the texture quantification of the studied mineral particles, such as the mineral liberation degree.

The determination difficulty mentioned refers to the systematic overestimation of opaque minerals detected by the automated OM. As example, a gold ore sample containing less than 1% of gold minerals and more than 99% of transparent minerals, an automated OM can easily detect the gold

mineral particles. The automated OM device thus provides only biased minerals grades quantification normalized to opaque gold minerals without any mineralogical quantification information on transparent minerals. As the native elements or alloys phase, gold minerals are very bright with a typical extreme reflectance curve (not gold solid solution into others minerals): 40% between 400 and 500nm and a increasing reflectance between 500 to 700nm with a peak of more 90% of reflectance from 600nm (Criddle and Stanley, 1993; López-Benito et al., 2020). Therefore, an automated OM can rapidly scan a polished section focussing on detection of very bright particle with the use of a 667nm filter and high related value of grey thresholding. Consequently, an automated OM analysis procedure routine can be easily developed to find sufficient gold particles to evaluate the representativity of samples (Blyth, 1986; Brough et al., 2019; Howarth, 1998) such as already proposed by automated SEM-EDS devices: e.g., TMS mode from QEMSCAN© (Ayling et al., 2012; Butcher et al., 2000) or TBPS mode from the TIMA© (Hrstka et al., 2018).

The mineral liberation degree mentioned consists of measuring the grade of each particle (i.e., the percent of minerals of interest (MOI) in the particles) and the distribution of the MOI among the particle grades (i.e., percent of minerals in each particle grade) (Petruk, 2000). Mineral liberation degree becomes an essential parameter for mineral processing, such as flotation. The goal for this type of process is to obtain an optimized liberation degree for the MOI for each particle at the coarsest possible particle size (Bradshaw, 2014; Cropp et al., 2013; Runge et al., 2003; Trahar, 1981). Hence, the detection of both the MOI and gangue minerals (transparent phases such as silicates) is essential to avoid an incorrect measurement of the particles and of the liberation degree, and to better interpret the recovery results of a given process (Figure A.4). For example, consider an intergrowth particle composed of the MOI and a transparent gangue mineral. The MOI constitutes 30 to 40% of the surface of this particle, corresponding to a liberation degree of 30–40% (Figure A.4-A). With an automated OM, where the transparent mineral is not detected in the quantification, a quantification bias appears: the particle will be considered as several smaller particles of MOI and the MOI will be identified as completely liberated (100% liberation degree) (Figure A.4-B).

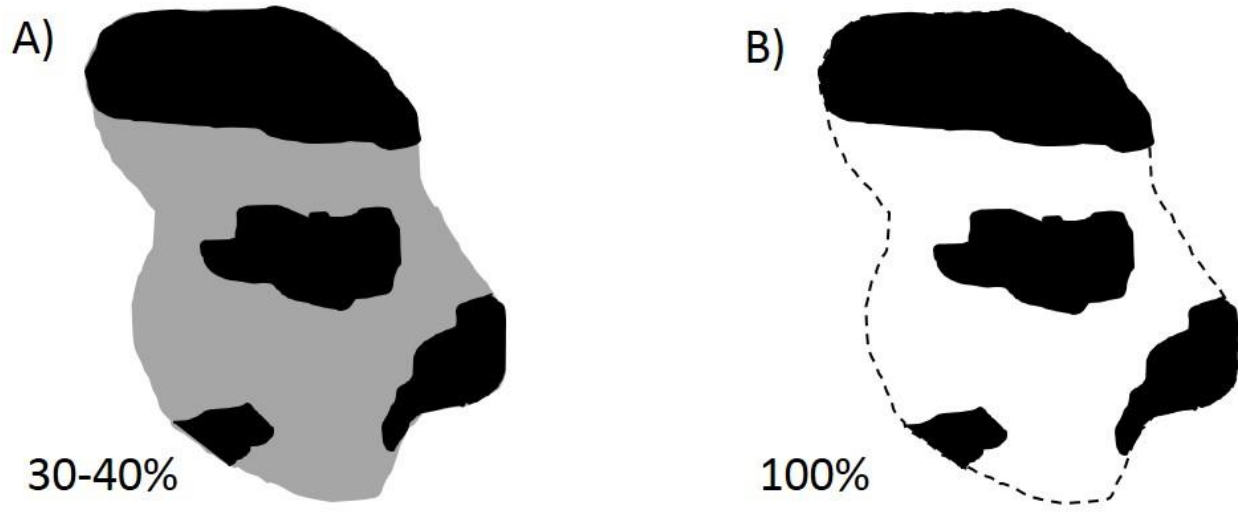


Figure A.4 Quantification bias for mineral liberation degree under OM. A: an intergrowth particle with a liberation degree of 30–40% for the mineral of interest (MOI) (black fill) compared to the rest of the particle (transparent gangue mineral, gray fill); B: the same intergrowth particle under automated OM reports a liberation degree of 100% for the MOI without the detection of the transparent gangue mineral (dotted outline).

The main authors in the field consider this to be the primary limitation for automated optical methods (e.g., Berrezueta et al. (2016); Grunwald et al. (2019); Neumann and Stanley (2008); Pirard (2004)). Therefore, this issue prevents the diversification of automated OM applications for automated mineralogical quantification such as automated SEM-EDS system which performs transparent mineral identification/quantification. Because of this issue, it is considered that the automated OM have, for the moment, only niche applications interests such as for iron ore characterization where iron oxides ore often represent major minerals grades and can not be well discriminate by automated SEM-EDS (Donskoi and Clout, 2005; Donskoi et al., 2011; Donskoi et al., 2010; Donskoi et al., 2007; Pirard and Lebichot, 2004).

Table A.3 reviews the main studies on transparent mineral detection by automated OM.

Table A.3 Review of the main studies on transparent mineral detection by automated OM.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Neumann and Stanley (2008)	Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins – implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy	Quartz particles from pegmatite ore in several commercial epoxy resins (Araldite, Buehler's Epothin and Epocolor, Araldite spiked with fluorochrome from Struers).	Reflectance measurements performed by OM on quartz samples and several commercial epoxy resins. The aim was to check if there is any possibility to separate quartz from epoxy resins for automated OM by reflectance measurement.	First notable study on the issue of detecting transparent mineral particles under reflected OM. The study provides the relevant reason for the issue: the reflectance measurement between quartz and the various epoxy resins are very close (about 5% difference). The study concludes that there is no relevant reflectance contrast between epoxy resin and transparent particles such as quartz to discriminate them during automated OM analysis.
Berry et al. (2008)	Automated Mineral Identification by Optical Microscopy	Porphyry copper ore: bornite, chalcopyrite, hematite, magnetite, pyrite, quartz, feldspar, carbonate, chlorite, muscovite, and epidote.	Segmentation based on four RGB images by both transmitted and reflected light (planes and cross polarized) directly read into 12 grey thresholding bands performed with Definiens Developer ©. A process tree was used as a classification method.	First notable study that uses both light modes of OM: reflected and transmitted light for automated mineral identification (opaque and transparent) by plane and polarized light (APL). According to the authors, transparent minerals are more difficult to identify with the proposed methodology, but the classification procedure including orientation of the transparent particle using transmitted light allows its identification. The methodology seems to be efficient with the preparation of polished sections.
Hunt et al. (2011)	Characterizing chalcopyrite liberation and flotation potential: Examples from an IOCG deposit	Ore iron oxide-copper-gold mineralization from half drill cores crushed mounted on polished section.	Segmentation performed by both transmitted and reflected light imaging (planes and cross polarized) with Definiens Developer software. Mineral classification was computed by a process tree algorithm with four RGB images. Mineralogical quantification (mineral composition, particle size, liberation degrees) and fragmentation simulation were	Second notable study that uses both light modes of OM: reflected and transmitted light for mineral identification (opaque and transparent) by APL. Study very similar to Berry et al. (2008). The fragmentation simulation computed by the software with optical analysis is also very new in the field. The comparative study on the analyzed sample provides coherent results and confirms the performance of the OM method presented.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
			also performed by the software. The results were compared with automated mineralogy SEM-EDS.	
Poliakov and Donskoi (2014)	Automated relief-based discrimination of non-opaque minerals in optical image analysis	Ore iron oxides with transparent minerals such as quartz on polished sections.	Presentation of IA algorithms to perform the detection of transparent particles based on dynamic thresholding by automated OM.	First notable study on a new method of IA to discriminate transparent particles and epoxy resins based on border discrimination of transparent particles. The developed IA algorithm performs dynamic thresholding (and other corrections) based on the optical relief that transparent particles present. The developed application has been integrated in the lastest version of Mineral/Recognition © software. The IA method seems to be efficient only for transparent minerals that present an optical relief (such as quartz).
Delbem et al. (2015)	Semi-automated iron ore characterisation based on optical microscope analysis: quartz/resin classification	Typical Brazilian iron ore containing quartz and oxide/hydroxide minerals (magnetite, hematite, and goethite)	Presentation of IA algorithms to perform the detection of transparent particles based on dynamic thresholding by automated OM. Comparative study of mineralogical quantification (including liberation quantification) between automated OM (with IA algorithm application developed) and automated SEM-EDS (MLA©) on the same sample.	Second notable study on a new method of IA to discriminate between transparent particles and epoxy resins based on border discrimination of transparent particles. IA algorithm based on the detection of transparent particle borders with an optical relief; very similar to the algorithm of Poliakov and Donskoi (2014). The comparative study provides better results for mineralogical quantification by automated OM compared to MLA©, particularly for oxide/hydroxide discrimination; mineralogical liberation quantification was similar for both automated mineralogy techniques.
Grunwald et al. (2019)	A reliable method for the automated distinction of quartz gangue and epoxy resin	Quartz particles in several epoxy resins (colorants and fluorescein) with polished thin section preparation.	Reflectance measurement performed by AMCO© system on quartz and the studied resins to discriminate between quartz and resin for reliable	Second notable study that proposes reflectance measurement between transparent mineral and resin for its discrimination by automated OM. Only the fluorescence resin shows a high contrast between quartz and resin. Study proposes to generalize

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
	with reflected light microscopy and its application to digital image analysis		mineralogical quantification by automated OM.	the developed method with the sample (polished thin section) for automated OM quantification with AMCO© system. The method seems to be efficient only with the polished thin section sample preparation. This sample preparation is particularly long and tedious. Polished thin section preparation is not desired by the mining industry; the faster and more simple polished section preparation is preferred.

The work of Berry et al. (2008); Hunt et al. (2011) proposed the identification of mineral particles (transparent and opaque particles). The procedure is performed on polished thin sections under both transmitted and reflected light, which implies both a complexity of sample preparation (section A.2) and a complex automated optical acquisition/IA. Nevertheless, it important to mention that this developed approach allows an effective identification of transparent minerals such as quartz, barite minerals or carbonate, red feldspar pixel categories. The software, Defininiens Developer©, has only been used in the aforementioned studies and the related authors confirm that the proposed automated OM system has not been further investigated and has been abandoned (Berry, 2022).

Polished thin section imaging has also been proposed in another study focused on sample preparation for performing transparent particle detection (Grunwald et al., 2019). The authors proposed to study the reflectance of many resins, as in the work of Neumann and Stanley (2008). The goal was to obtain a distinct reflectance contrast between the resin and quartz to facilitate detection. The main conclusion from Neumann and Stanley (2008) is that there is no relevant reflectance contrast between the several resin investigated (prepared as polished sections) and the transparent mineral particles. Nevertheless, Grunwald et al. (2019), who proposed the use of polished thin sections, have obtained via grey thresholding processing two distinct spectral signatures between fluorescent resin and transparent phases in order to discriminate between them.

Many other authors have been interested in the discrimination of transparent minerals for iron ore characterization (Delbem et al., 2015; Poliakov and Donskoi, 2014). Those studies used a specific algorithm of border-based discrimination between transparent minerals. The aim was to identify the borders of transparent minerals by performing a dynamic thresholding based on the optical relief that transparent particles, such as quartz, present. Many other corrections were performed to improve this detection, as described in the studies. Optical relief is linked to the difference in refractive index between the particle and the resin used to mount the polished section. Consequently, this optical property depends on the mineralogical species. Only transparent minerals such as quartz showed significant detection with this approach. Therefore, Poliakov and Donskoi (2014) propose the use of a specific epoxy resin with a high refractive index. This would provide optical relief for certain mineral phases with poor refractive indices and allow the proposed IA/processing to be performed.

In conclusion, the detection of transparent minerals by automated OM is still an issue in the field. The combination of transmitted light and reflected light microscopy IA performed on polished thin sections has not been investigated further (only the studies of Berry et al. (2008) and Hunt et al. (2011) have proposed this solution). Many resins used for sample preparation have also been explored to determine if any resin can present a specific spectral reflectance (Grunwald et al., 2019; Neumann and Stanley, 2008) to discriminate it from the transparent minerals; only the fluorescent resin combined with polished thin section preparation provided pertinent results (Grunwald et al., 2019). However, and as already mentioned (section A.2), the developed approach requires specific preparation of powder samples in polished thin sections, which results in a long and tedious preparation technique. This preparation type is incompatible with the needs of the mining industry, which wants to quickly obtain study support samples that are ready for analysis (e.g., for process diagnosis, flowsheet design). Only the IA/processing proposed by Poliakov and Donskoi (2014) and Delbem et al. (2015), which performs an automated relief-based discrimination of transparent minerals, seems to be efficient. Nevertheless, only quartz minerals in an iron ore sample were sufficiently investigated in the field, and the authors mentioned that the developed IA/processing method does not work with other transparent minerals that do not present an optical relief.

However, these processing methods mentioned cannot strictly identify transparent minerals only its detection (e.g., impossible discrimination a quartz particle form a calcite particle) such as automated SEM-EDS devices (except for Berry et al. (2008); Hunt et al. (2011) work). The determination of gangue mineralogy such as transparent particle is sometimes even more important than the characterization of only valuable minerals such as opaque minerals, as example for mineral processing e.g., (Adams et al., 1997; Du, 2008; Hausen and Bucknam, 1984) and environmental issues e.g., (Dold, 2017; Elghali et al., 2018).

Consequently, only a special IA/processing method developed by Poliakov and Donskoi (2014) and Delbem et al. (2015) provides relevant results. Although other minerals with no optical relief have not been investigated further, an advanced IA/processing approach seems to be the best method to perform an optimal detection of transparent minerals in polished sections using automated OM. This present review paper has been proposed that the development of advanced IA/processing be pursued by exploring new domains of digital image processing, such as object recognition algorithms, which has been recently investigated in the automated microscopic IA (e.g., Koh et al. (2021); Maitre et al. (2019); Seo et al. (2022)).

A.3.2 TOWARDS IMPROVEMENT OF CLASSIFICATION PROCEDURES AND OPTICAL CAMERAS

As mentioned in section A.2.4, the most advanced system known in the field of automated OM is the AMCO© system (Grunwald et al., 2019; López-Benito et al., 2020). The system proposes efficient mineralogical identification using supervised procedures (comparison with a mineralogical reflectance database) and a reflectance measurement of the mineral particles in a sample between 350 nm and 1,000 nm (López-Benito et al., 2020). However, the complete reflectance measurement necessary for the procedure requires the application of up to 20 spectral filters performed by a filter wheel. Systematic filter use implies a long multispectral image acquisition for each sample analyzed: a sample needs to be scanned 20 times (once per filter). Therefore, the procedure will be lengthy for only one sample (there is no mention of analysis time per sample in this specific paper).

A more supervised procedure can be recommended to optimize the OMIA procedure. According to the apriorism mineralogical composition knowledge of the sample (based on parageneses, deposit type, or other mineralogical information already provided), just a few pertinent spectral filters can be operated for the OM segmentation procedure. The chosen reflectance measurement will allow the sample to be scanned only a few times at relevant wavelengths, therefore decreasing the required number of filters. These relevant wavelengths must be chosen according to the reflectance behavior of the minerals known to be in the sample. These chosen wavelengths must allow optimal discrimination of each mineral (distinct spectral signatures) and avoid the issue of overlapping reflectance. Each mineral will thus be easily identifiable using classification methods, despite only performing a few reflectance measurements. However, this procedure can result in many unclassified and/or misclassified pixels if the apriorism mineralogical knowledge of the sample is insufficient.

If no minimum mineralogical information is provided about the sample, the best solution is still to propose a complete reflectance measurement of the mineral particles in the sample (as proposed by the AMCO© system). The advantage of this approach is that the automated OM becomes a "push-button system" (a system that will automate all the processes of mineralogical identification and quantification without the intervention of a user, such as automated SEM-EDS systems). Nevertheless, as mentioned previously, these features require complex OM hardware with a long

mineralogical analysis procedure (especially the multispectral image acquisition which needs multiple sample scanning with filters). One solution could be the development of a new type of camera that directly provides the reflectance measurement without the use of spectral filters. In this manner, it is recommended that the spectral sensitivity of optical cameras commonly used in the automated OM field (RGB camera) be improved. The aim is to develop a new type of camera that obtains continuous spectral domain measurements for each pixel from an optical image.

A.3.3 APPLICATIONS AND COMPARATIVE STUDIES

All the authors who have worked in this field agree and numerous practitioners that automated OM has become a high-performance, reliable, high-precision, un-constraining, and affordable technique. It represents an alternative automated mineralogy instrument compared to those commonly used in mining industry (automated SEM-EDS). The information obtained through automated OM makes it possible to better understand the mineralogical properties of a sample. Mineralogical characterization aids in the optimization, interpretation, and downstream prediction of the performance of mineral processing (Donskoi et al., 2016; Donskoi et al., 2008; Donskoi et al., 2007; Evrard and Pirard, 2013). Some software/systems allowing automated mineralogical characterization by OM have been developed since the 2000s: MultiSpec© (Bouzahzah et al., 2008; Pirard and Lebichot, 2004), Defininiens Developer© (Berry et al., 2008; Hunt et al., 2011; Hunt et al., 2010), Clemex Vision Professional Edition © (Chopard et al., 2019a; Lane et al., 2008), Mineral/Recognition© (Donskoi et al., 2021; Donskoi et al., 2020), and CAMEVA©/AMCO© (Berrezueta et al., 2016; Grunwald et al., 2019; López-Benito et al., 2020).

Automated OM is still a recently automated mineralogical instrument that has undergone significant development since the 2000s. The notable studies on the most advanced automated OM are less than five years old (Donskoi et al., 2021; Donskoi et al., 2020; López-Benito et al., 2020). Therefore, a lack of applications for automated OM still exists; few studies have demonstrated a concrete application for automated OM in the mining industry or for geometallurgical purposes. Table A.4 presents a review of the applications for automated OM in a context of process performance prediction, interpretation of process recovery, or mineralogical information of a given deposit.

Table A.4 Review of the main studies on applications of automated OM.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Donskoi et al. (2007)	Utilization of optical image analysis and automatic texture classification for iron ore particle characterization	Iron oxide ore: hematite, goethite, and magnetite.	Segmentation based on RGB channels with automated quantification of modal composition, liberation degrees, porosity, and texture.	First presentation of the Mineral/Recognition © software developed by CSIRO. Combination of automated OM results and probe analysis provided the chemical composition and density of each particle to calculate/evaluate a virtual feed (a key input for process prediction performance).
Donskoi et al. (2008)	Modelling and optimization of hydrocyclone for iron ore fine beneficiation—using optical image analysis and iron ore texture classification	Iron oxide ore: hematite, goethite, and magnetite.	Simulation of hydrocyclone performance based on segmentation of iron ore particles with Mineral/Recognition software © (RGB channels classification method). The density of the particles was recalculated based on their mineralogical composition and their porosity to simulate the feed.	Comparative study between the model developed on optical IA and experimental study provides relevant correlation. The authors claim that the new approach based on optical IA allows for prediction of the recovery of particles according to their texture for the purpose of optimizing hydrocyclone performance.
Evrard and Pirard (2013)	Tracking of critical minerals/elements using multispectral quantitative analysis: the case of Chelopech (Bulgaria)	Copper feed, flotation concentrate and tail: pyrite, covellite, enargite, chalcopyrite, galena, tennantite, and bornite.	OMIA performed for mineralogical identification and quantification with three spectra filters: 438 nm, 591 nm, and 692 nm). Chemical comparative study was made on the same sample to verify that the chemical value recalculated from mineralogical quantification is performed to prove the effectiveness of OMIA procedures.	First notable study on an application for OMIA. The study confirms that automated OM provides relevant mineralogical quantification to interpret the flotation recovery results. The authors discuss the importance of sampling for automated mineralogy.
Donskoi et al. (2016)	Iron ore textural information is the key for prediction of	Iron oxide ore: hematite, goethite, magnetite, and other	Use the package software Mineral/Recognition © software with no description about its	The authors highlight the importance of texture quantification to understand, predict, and optimize downstream processing performance. Different case studies are used for demonstration.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
	downstream process performance	phases from sinter and coke process	features, but already mentioned in previous works of the authors.	Notable paper which proves the interest of automated OM for prediction of process performance by case studies.
Berrezueta et al. (2016)	Ore Petrography Using Optical Image Analysis: Application to Zaruma-Portovelo Deposit (Ecuador)	Twenty-two samples from gold ore (Zaruma-Portovelo): native gold, electrum, sphalerite, chalcopyrite, galena, pyrite, pyrrhotite, bornite, hematite, chalcocite, pentlandite, covellite, tetrahedrite, native bismuth.	Segmentation performed by the CAMEVA © system which allows OMIA with complete multispectral imaging (13 filters between 375 nm and 1025 nm) and mineralogical classification by Mahalanobis distance method. The system provides a complete mineralogical quantification.	Notable case study on the use of automated OM with the CAMEVA © system. The authors highlight that the study provides significant mineralogical information about the deposit (e.g., mineral associations with gold). The authors claim the importance that the system should be supervised by an expert (avoid the black box effect).

In the same way, significant comparative studies are a little over a decade old (Donskoi et al., 2021; Donskoi et al., 2011; Donskoi et al., 2020). Table A.5 presents the relevant comparative studies for automated OM. However, comparative studies between automated OM and other mineralogical characterization techniques (e.g., X-ray diffraction/fluorescence) or automated mineralogy SEM-EDS is an essential step to prove the effectiveness of automated OM.

Table A.5 Review of the main comparative studies for automated OM.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
Castroviejo et al. (2002)	Microscopic digital image analysis of gold ores: a critical test of methodology, comparing reflected light and electron microscopy	Gold ore from two veins at the Nueva Esparta Mine (SW Colombia) with gold and sulfides (arsenopyrite, galena, sphalerite, freibergite).	Comparative study of SEM-EDS and automated OM for mineral segmentation in a same zone of the sample. The optical segmentation was performed with reflectance measurement by RGB filters.	First notable comparative study of SEM-EDS and automated OM for the identification of gold particles and sulfides in an ore. The authors claim that OM may be sufficient to achieve goals of mineralogical characterization and is more accessible than the SEM.
Bouzahzah et al. (2008)	Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X-ray diffraction	Standard mineral blends simulating flotation tails: pyrite, pyrrhotite, chalcopyrite, sphalerite, carbonate, and quartz.	Comparative study of automated OM and X-ray diffraction. Segmentation made on multispectral images (437 nm and 591 nm) with Fisher linear likelihood as classification method performed with Multispec © software.	First notable comparative study of automated OM and X-ray diffraction. The study confirms the effectiveness of OM with a very close mineral composition estimation between the OM and XRD. However, the study highlights the inability of automated OM to quantify transparent minerals.
Donskoi et al. (2011)	Comparative study of iron ore characterisation using a scanning electron microscope and optical image analysis	Iron fine ore from two Australian deposits including magnetite, hematite, vitreous and ochreous goethite.	Comparative study of mineralogical quantification performed by Mineral/Recognition © system, automated SEM-EDS (QEMSCAN©) and X-ray diffraction/fluorescence analysis.	Notable comparative study of automated OM and automated SEM-EDS (with X-ray diffraction and fluorescence analysis). Mineralogical quantification provided by automated OM is very close to SEM-EDS. The study shows that automated OM has significant advantages for the identification of microporosity (critical texture characteristics for downstream processing performance) and mineralogical discrimination (hydrohematite and hematite) compared to automated SEM-EDS.
Donskoi et al. (2020)	Automated optical image analysis of goethitic iron ores	Goethitic iron ores; goethite, hydro hematite, and gangue particles (quartz, kaolinite).	Comparative study of mineralogical classification performed by Mineral/Recognition © system	Second notable comparative study that demonstrates the capability of Mineral/Recognition © software to characterize goethitic iron ores. The comparative study proves the effectiveness of the optical method for iron ore characterization.

Author(s) and Year	Title of paper	Materials studied	Methodology	Notable remarks
			and X-ray diffraction/fluorescence analysis.	The authors highlight issues concerning the discrimination between aluminous goethite, gangue, micro and nano-porosity, and density measurements.
Donskoi et al. (2021)	Automated Optical Image Analysis of Iron Ore Sinter	Three sinter samples with primary, secondary hematite, magnetite, glass, larnite and silico-ferrite of calcium and aluminum (phase form sintering process).	Comparative study on three samples of sintered ores showing a high correlation between the quantification with Mineral/Recognition © software, manual visualization, X-ray diffraction and fluorescence X analysis. The automatic OM approach shows a better understanding of the sintering properties and the change in properties of iron ores linked to different sintering conditions.	Presentation of the new texture quantification approach under the Mineral/Recognition © software based on the mineralogical composition of each particle: the name of the class is defined according to the most abundant phases that compose the particle. The segmentation technique was already discussed in previous studies from these authors.

A.4 CONCLUSIONS

This paper highlights the principles of OM in reflected light mode. A complete review of the evolution of automated OM has been provided. Automated OM uses mineral reflectance measurements to perform mineralogical identification/quantification. Automated OM has evolved from a reflectance measurement of minerals with RGB filters to a more complete reflectance measurement by OMIA supervised procedures (in several spectral domains with precise bandwidth filters), including effective classification method. Automated OM is still in development and its use is for the moment limited for niche mineralogical applications (e.g., iron oxides ore characterizations). Based on this literature review, it is recommended that this development be pursued. Figure A.5 summarizes the evolution of automated OM and the improvements recommended in this review paper. The authors propose several recommendations to improve automated quantitative mineralogical characterization by OM. These recommendations are:

- The development of advanced IA/processing such as object recognition algorithms for the detection/quantification of transparent minerals by automated OM;
- The improvement of optical cameras and the classification procedures used with automated OM for more efficient mineral classification; and
- Comparative studies and case studies where automated OM is applied in a geometallurgical program.

The proposed future development of automated OM and its applications in mining could highlight the importance of mineralogical quantification for mining operations. The low capital and operational costs and the ease of use (a standard qualified technician may perform automated OM analysis) constitute an appealing alternative technique to the commonly used automated SEM-EDS.

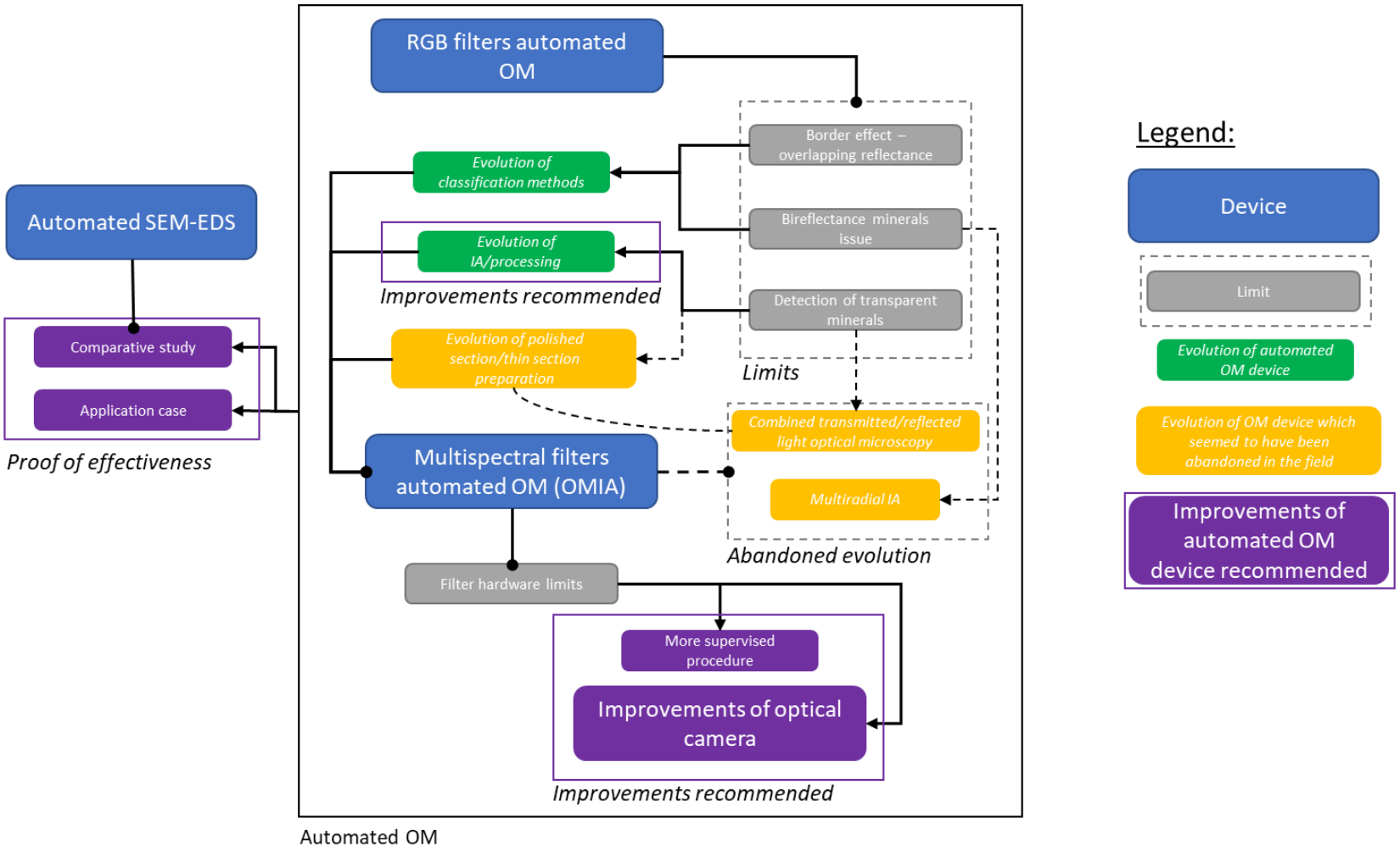


Figure A.5 Evolution of the automated OM technique since the 2000s, including recommended improvements.

APPENDIX A.A CLASSIFICATION METHODS FOR NON-SUPERVISED MINERALOGICAL IDENTIFICATION PROCEDURES UNDER OPTICAL MICROSCOPE WITH RGB FILTERS (PIRARD AND BERTHOLET, 2000)

Considering an image containing m minerals corresponding to the pixel population designed $(M_1, \dots, M_m)$. The pixel corresponding to m reference minerals are noted T as $(T_1, \dots, T_m)$, which each have a spectral signature of $r = (rR, rG, rB)$ vector form RGB filters. The goal of the classification is to assign r to a mineral phase noted φ such that the probability that r belongs to M_φ be maximized, noted (equation A.1):

$$P(M_\varphi / r) = p_\varphi f_\varphi(r) \qquad (A.A.1)$$

- p_φ: the apriorism probability $(1/m)$; and
- $f_\varphi(r)$: the posterior probability of a mineral φ corresponded to an observed pixel located in its multispectral space R.

The multigaussian quadratic classification method calculated for each vector r of a pixel, the probability of belonging to the mineral φ using an estimate with respect to a Gaussian distribution of signatures:

$$f_\varphi(r) \infty exp\left[-(r-\mu_\varphi)^T \sum_{\varphi}^{-1} \frac{r-\mu_\varphi}{2}\right] \#(A.A.2)$$

- $\mu_\varphi = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N} \mathbf{r}_\varphi j$ with N the pixel number of reference mineral with spectral signature.

This classification method is considered to be well adapted for mineral segmentation, but it is very sensitive to a bad selection of spectral signatures.

The nearest neighbour classification method estimates a posterior probability to assign a pixel to a mineral φ that is the most represented in the nearest neighbour group in spectral space (Euclidian distance):

$$f_\varphi(r) = Min\, M_\varphi \left[\sqrt{\sum_{r=1}^{m} (rR - RG - rB)^3}\right] \qquad (A.A.3)$$

- $Min\ M_{\varphi}$: assignation of pixel m to mineral φ having the smallest value compared to the reference spectral signatures of the minerals.

The nearest neighbour classification method is considered to be a robust method even with poor reference spectral signature or a degraded image. Border effects look clearer after segmentation compared to multigaussian quadratic classification. However, the method seems to be less robust when the spectral references present overlapping reflectance.

The convex hull classification method assumes that each pixel follows a Poisson law in spectral space according to a priori probability using measure of Lebesgue λ. Each pixel with r signature is assigned to the component for which a minimum expansion of the convex volume casing makes it possible to include r:

$$p\varphi = \lambda\left(\frac{D\varphi}{l(D)}\right) = V \qquad (A.A.4)$$

Lebesque operator λ measures each domain D occupied by φ in the multispectral space; it corresponds to a convex hull volume V occupied by T_{φ}. This method provides the best results compared to the multigaussian quadratic classification method and a similar performance to the nearest neighbour method.

The kernel classification method assumes that each pixel follows a non-stationary Poisson law in the spectral space. This method estimates the density of a reference pixel area in spectral space with the density of Kernel K estimation:

$$f_{\varphi}(r) = \frac{1}{n_{\varphi}\left(2h_{\varphi}\right)^{3}} \sum_{i=1}^{n_{\varphi}} K\left(\frac{x - x_{\varphi i}}{h_{\varphi}}\right) \qquad (A.A.5)$$

- $x_{\varphi i}$: n_{φ} pixels from the reference range of mineral φ; and
- h_{φ}: the wavelength range of the filter.

The kernel classification provides very similar results to the convex hull classification method but with better results when a heterogenous mineral surface is analyzed. The use of the wavelength range of the filter provides a very poor method: many unclassified pixels are generated.

APPENDIX A.B CLASSIFICATION METHODS FOR SUPERVISED MINERAL IDENTIFICATION PROCEDURES UNDER OPTICAL MICROSCOPE (LÓPEZ-BENITO ET AL., 2020).

A spectrum with reflectance measurements at m different wavelengths can be considered as a point x from the space R^m, where x refers to a class i that seeks to be classified to a mineralogical class j to which it corresponds.

The spectral angle mapper classification method consists of measuring the angle similarity α formed by a connecting vector a point $O = (0, \dots, 0)$ and the coordinates $X = (X_1, \dots, X_i)$ and $Y = (Y_1, \dots, Y_i)$:

$$\alpha = cos^{-1} \frac{\sum_{i=1}^{m} X_i Y_i}{\sqrt{\sum_{i=1} X_i^2 \sum_{i=1}^{m} Y_i^2}} \qquad (A.B.1)$$

It is considered to be the simplest classification method. The main disadvantage of this method is the inability to considering the length of the vector (the equivalent of the measurement of the spectral albedo).

The normalized Euclidean distance gives the distance between the points X and Y from the space R^m:

$$d_E(X, Y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{m} (X_i - Y_i)^2} \qquad (A.B.2)$$

According to authors, this classification method has two main drawbacks:

- The difference between the punctual coordinates for high reflectance measurements provides better classification results than for low reflectance measurements, as the method is very sensitive to changes of scale. This can be avoided by normalizing the individual coordinates to zero mean and unit standard deviation (subtracting the mean and dividing by the standard deviation); and

- The point coordinates can be correlated: the differences between the values of the point coordinates provide redundant information and the dissimilarity between points may be overemphasized.

The Mahalanobis distance provides the distance between the points X and Y from the space R^m:

$$dm(X,Y) = \sqrt{(X-Y)^T V^{-1}(X-Y)} \qquad (B.A.3)$$

- V^{-1} is the covariance matrix.

This method avoids the changes of scale drawbacks. It is considered to be the best classification method.

The linear discriminant analysis classification method is a set of multivariable statistical techniques. It is considered to be an original matrix X with reflectance measurements on each individual from the population at m dimensions of variable x (each individual is a point of R^m space). The goal of the method is to find a subspace of R^m in which the distances between the projections of the group means are maximized by splitting the variance matrix of x, S into two different matrices:

- S_b: the between class variance matrix, which represents distances between the means of the groups (μ_i) and the total mean (μ); and
- S_w: the within class variance matrix, which represents the distances between individuals and the mean of the group to which each of them belongs.

Supposing a vector $a \in R^m$ and the multivariate variable $y = a^T x$, the variance of y is:

$$W = a^T S.a = a^T.Sb.a + a^T Sw.a \qquad (A.B.4)$$

The goal is thus to find the vector a that maximizes the variance between the groups known as the Fisher criterion. The solution to this goal is demonstrated in the cited article. This method is considered to be the method that provides the best classification results, according to the authors.

References

Adams, M., Swaney, S., Friedl, J., & Wagner, F. (1997). Preg-robbing minerals in gold ores and residues. *Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 163-172.

Allard, B., & Sotin, C. (1988). Determination of mineral phase percentages in granular rocks by image analysis on a microcomputer. *Computers & Geosciences, 14*(2), 261-269.

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Paper presented at the Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University.

Barbery, G. (1985). Mineral liberation determination using stereological methods: a review of concepts and problems. *Applied Mineralogy, AIME, New York.*

Berrezueta, E., Ordóñez-Casado, B., Bonilla, W., Banda, R., Castroviejo, R., Carrión, P., & Puglla, S. (2016). Ore Petrography Using Optical Image Analysis: Application to Zaruma-Portovelo Deposit (Ecuador). *Geosciences, 6*(2), 30. doi:10.3390/geosciences6020030

Berry, R. (2022). Private communication.

Berry, R., Walters, S., & McMahon, C. (2008). Automated mineral identification by optical microscopy. *Australasian Institute of Mining and Metallurgy Publication Series,* 91-94.

Blyth, C. R. (1986). Approximate Binomial Confidence Limits. *Journal of the American Statistical Association, 81*(395), 843-855. Retrieved from https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01621459.1986.10478343. doi:10.1080/01621459.1986.10478343

Bonifazi, G. (1995). Digital multispectral techniques and automated image analysis procedures for industrial ore modelling. *Minerals Engineering, 8*(7), 779-794.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2015). *A novel procedure for polished section preparation for automated mineralogy avoiding internal particle settlement.* Paper presented at the Proceedings of the 12th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM), Istanbul, Turkey.

Bouzahzah, H., Califice, A., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2008). *Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X ray diffraction.* Paper presented at the Proceedings of International Congress for Applied Mineralogy ICAM08, Brisbane, Australia. AusIMM.

Bradshaw, D. J. (2014). The role of 'process mineralogy' in improving the process performance of complex sulphide ores. *IMPC 2014, XXVII* 25.

Bridge, R., Brosig, D., Lozano, C., & Laurila, H. (2014). Geometallurgy: an underutilised technology. *Can. Inst. Mining, Metall. Pet., 33*, 81-87.

Brough, C., Strongman, J., Fletcher, J., Zając, M., Garside, R., Garner, C., & Rose, L. (2019). *Operational mineralogy: an overview of key practices in sample analysis, sample preparation and statistics*.

Bueno, M., Foggiatto, B., & Lane, G. (2015). *Geometallurgy applied in comminution to minimize design risks.* Paper presented at the Sixth international conference on semi-autogenous high press. Grinding technology.

Butcher, A., Helms, T., Gottlieb, P., Bateman, R., Ellis, S., & Johnson, N. (2000). *Advances in the quantification of gold deportment by QEMSCAN.* Paper presented at the Seventh Mill Operators Conference, Kalgoorlie, WA, AusIMM.

Castroviejo, R., Berrezueta, E., & Lastra, R. (2002). Microscopic digital image analysis of gold ores: a critical test of methodology, comparing reflected light and electron microscopy. *Minerals and Metallurgical Processing, 19*(2), 102-109.

Castroviejo, R., Brea, C., Pérez-Barnuevo, L., Catalina, J. C., Segundo, F., Bernhard, H. J., & Pirard, E. (2009). Using computer vision for microscopic identification of ores with reflected light: Preliminary results. *In Proceedings of the 10th biennial SGA Meeting, Smart Science for exploration and Mining, Townsville, Australia*, pp. 682–684.

Castroviejo, R., Catalina, J., Bernhardt, H., Pirard, E., Segundo, F., Brea, C., & Pérez-Barnuevo, L. (2010). *A fully automated system for multispectral ore microscopy.* Paper presented at the 20th General Meeting of the International Mineralogical Association.

Chayes, F. (1949). A simple point counter for thin-section analysis. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials, 34*(1-2), 1-11.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019a). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

Chopard, A., Marion, P., Mermillod-Blondin, R., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2019b). Environmental Impact of Mine Exploitation: An Early Predictive Methodology Based on Ore Mineralogy and Contaminant Speciation. *Minerals, 9*(7), 397. Retrieved from https://www.mdpi.com/2075-163X/9/7/397.

Coward, S., Vann, J., Dunham, S., & Stewart, M. (2009). *The primary-response framework for geometallurgical variables.* Paper presented at the Seventh international mining geology conference.

Criddle, A. J., & Stanley, C. J. (1993). *Quantitative data file for ore minerals*: Springer Science & Business Media.

Cropp, A., Goodall, W., & Bradshaw, D. (2013). *The influence of textural variation and gangue mineralogy on recovery of copper by flotation from porphyry ore–a review*. Paper presented at the The Second AusIMM International Geometallurgy Conference.

De Castro, B., Marcotte, D., Chopard, A., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2022). Technical note adaptation of Pierre's Gy theory of sampling for polished section preparation geared towards automated mineralogical analysis. *Minerals Engineering, 187*, 107795. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687522004058. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107795

Delbem, I. D., Galéry, R., Brandão, P. R. G., & Peres, A. E. C. (2015). Semi-automated iron ore characterisation based on optical microscope analysis: Quartz/resin classification. *Minerals Engineering, 82*, 2-13. doi:10.1016/j.mineng.2015.07.021

Dold, B. (2017). Acid rock drainage prediction: A critical review. *Journal of Geochemical Exploration, 172*, 120-132. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0375674216302333. doi:https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2016.09.014

Dominy, O'Connor, & Parbhakar-Fox. (2018). *Geometallurgy - A Route to More Resilient Mine Operations* (Vol. 8).

Donskoi, E., & Clout, J. (2005). Automated textural classification of iron ores using "Recognition"–a specialised software package for studying iron ores. *Proceedings, Iron Ore*, 203-211.

Donskoi, E., Hapugoda, S., Manuel, J. R., Poliakov, A., Peterson, M. J., Mali, H., . . . Pownceby, M. I. (2021). Automated Optical Image Analysis of Iron Ore Sinter. *Minerals, 11*(6), 562. Retrieved from https://www.mdpi.com/2075-163X/11/6/562.

Donskoi, E., Manuel, J., Austin, P., Poliakov, A., Peterson, M., & Hapugoda, S. (2011). Comparative study of iron ore characterisation by optical image analysis and QEMSCAN (TM).

Donskoi, E., Manuel, J., Hapugoda, S., Poliakov, A., Raynlyn, T., Austin, P., & Peterson, M. (2020). Automated optical image analysis of goethitic iron ores. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 1-11.

Donskoi, E., & Poliakov, A. (2020). Advances in Optical Image Analysis Textural Segmentation in Ironmaking. *Applied Sciences, 10*(18), 6242. Retrieved from https://www.mdpi.com/2076-3417/10/18/6242.

Donskoi, E., Poliakov, A., Holmes, R., Suthers, S., Ware, N., Manuel, J., & Clout, J. (2016). Iron ore textural information is the key for prediction of downstream process performance. *Minerals Engineering, 86*, 10-23. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089268751530128X. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.11.009

Donskoi, E., Poliakov, A., Manuel, J., & Raynlyn, T. (2010). Advances in optical image analysis and textural classification of iron ore fines.

Donskoi, E., Poliakov, A., & Manuel, J. R. (2015). 4 - Automated optical image analysis of natural and sintered iron ore. In L. Lu (Ed.), *Iron Ore* (pp. 101-159): Woodhead Publishing.

Donskoi, E., Suthers, S., Campbell, J., & Raynlyn, T. (2008). Modelling and optimization of hydrocyclone for iron ore fines beneficiation—using optical image analysis and iron ore texture classification. *International Journal of Mineral Processing, 87*(3-4), 106-119.

Donskoi, E., Suthers, S. P., Fradd, S. B., Young, J. M., Campbell, J. J., Raynlyn, T. D., & Clout, J. M. F. (2007). Utilization of optical image analysis and automatic texture classification for iron ore particle characterisation. *Minerals Engineering, 20*(5), 461-471. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687506003190. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.12.005

Du, H. (2008). *Flotation chemistry of selected alkali halide salts and naturally hydrophobic minerals: a molecular dynamics simulation study*. Department of Metallurgical Engineering, University of Utah,

Elghali, A., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Bussière, B., & Villarraga-Gómez, H. (2018). *Determination of the available acid-generating potential of waste rock, part I: Mineralogical approach*.

Evrard, M., & Pirard, E. (2013). *Tracking of critical minerals/elements using multispectral quantitative analysis: the case of Chelopech (Bulgaria).* Paper presented at the Fourth International Symposium: Mineral resources and Mine development.

Fandrich, R., Gu, Y., Burrows, D., & Moeller, K. (2007). Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 310-320.

Gottlieb, P., Wilkie, G., Sutherland, D., Ho-Tun, E., Suthers, S., Perera, K., . . . Rayner, J. (2000). Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications. *JOM, 52*(4), 24-25. Retrieved from https://doi.org/10.1007/s11837-000-0126-9. doi:10.1007/s11837-000-0126-9

Graham, S., Brough, C., & Cropp, A. (2015). An introduction to ZEISS mineralogic mining and the correlation of light microscopy with automated mineralogy: a case study using BMS and PGM analysis of samples from a PGE-bearing chromite prospect. *Precious metals*, 1-12.

Grunwald, Ú., Catalina, J. C., López, A., & Bolibar, R. (2019). *A reliable method for the automated distinction of quartz gangue and epoxy resin with reflected light microscopy and its application to digital image analysis*.

Gu, Y. (2003). Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis an introduction to JKMRC/FEI mineral liberation analyser. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, *2*(01), 33.

Hausen, D., & Bucknam, C. (1984). Study of preg robbing in the cyanidation of carbonaceous gold ores from Carlin, Nevada. *Applied Mineralogy*, 833-856.

Henley. (1983). Ore dressing mineralogy – a review of techniques, applications and recent developments. *Proceedings of the First International Congress on Applied Mineralogy, Special Publication, ICAM 81* 175–200.

Henry, N. (1977). IMA/COM Quantitative Data File, 1st Issue. *McCrone Research Associates Ltd, London, UK*.

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* Paper presented at the The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Howard, V., & Reed, M. (2004). *Unbiased stereology: three-dimensional measurement in microscopy*: Garland Science.

Howarth, R. J. (1998). Improved estimators of uncertainty in proportions, point-counting, and pass-fail test results. *American Journal of Science, 298*(7), 594-607.

Hrstka, T., Gottlieb, P., Skala, R., Breiter, K., & Motl, D. (2018). Automated mineralogy and petrology-applications of TESCAN Integrated Mineral Analyzer (TIMA). *Journal of Geosciences, 63*(1), 47-63.

Hunt, J., Berry, R., & Bradshaw, D. (2011). Characterising chalcopyrite liberation and flotation potential: Examples from an IOCG deposit. *Minerals Engineering, 24*(12), 1271-1276. doi:10.1016/j.mineng.2011.04.016

Hunt, J., Berry, R., & Walters, S. (2010). *Using mineral maps to rank potential processing behaviour*. Paper presented at the 25th International Mineral Processing Conference, Brisbane, Australia.

Jackson, B., Reid, A., & Wittenberg, J. (1984). Rapid production of high quality polisheds for automated image analysis of minerals.

Kittler, P., Liebezeit, V., Ehrig, K., Macmillan, E., & Lower, C. (2011). *It seemed like a good idea at the time….'common mistakes in geometallurgy.* Paper presented at the First International AusIMM Geometallurgical Conference, Brisbane, Australia.

Koh, E. J., Amini, E., McLachlan, G. J., & Beaton, N. (2021). Utilising convolutional neural networks to perform fast automated modal mineralogy analysis for thin-section optical microscopy. *Minerals Engineering, 173*, 107230.

Lamberg, P. (2011). Particles - The bridge between gelogy and metallurgy. 16.

Lane, G. R., Martin, C., & Pirard, E. (2008). Techniques and applications for predictive metallurgy and ore characterization using optical image analysis. *Minerals Engineering, 21*(7), 568-577. doi:10.1016/j.mineng.2007.11.009

Lang, A. M., Aasly, K., & Ellefmo, S. L. (2018). Mineral characterization as a tool in the implementation of geometallurgy into industrial mineral mining. *Minerals Engineering, 116*, 114-122. doi:10.1016/j.mineng.2017.10.021

Lastra, R., & Paktunc, D. (2016). *An estimation of the variability in automated quantitative mineralogy measurements through inter-laboratory testing* (Vol. 95).

Leichliter, S. E. (2013). *Gold deportment and geometallurgical recovery model for the La Colosa porphyry gold deposit, Columbia.* University of Tasmania,

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Lotter, N. O. (2011). Modern Process Mineralogy: An integrated multi-disciplined approach to flowsheeting. *Minerals Engineering, 24*, 1229-1237.

Lund, C., & Lamberg, P. (2014). Geometallurgy–a tool for better resource efficiency. *European geologist, 37*, 39-43.

Maitre, J., Bouchard, K., & Bédard, L. P. (2019). Mineral grains recognition using computer vision and machine learning. *Computers & Geosciences, 130*, 84-93. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0098300419301037. doi:https://doi.org/10.1016/j.cageo.2019.05.009

Mermillod-Blondin, R., Benzaazoua, M., Kongolo, M., Donato, P., Bussière, B., & Marion, P. (2011). *Development and Calibration of a Quantitative, Automated Mineralogical Assessment Method Based on SEM-EDS and Image Analysis: Application for Fine Tailings* (Vol. 10).

Michaux, S., & O'Connor, L. (2020). How to Set Up and Develop a Geometallurgical Program.

Neumann, R., & Stanley, C. (2008). *Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins: implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy.* Paper presented at the INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY.

Parbhakar-Fox, A., Fox, N., Jackson, L., & Cornelius, R. (2018). *Forecasting Geoenvironmental Risks: Integrated Applications of Mineralogical and Chemical Data* (Vol. 8).

Parbhakar-Fox, A., Lottermoser, B., & Bradshaw, D. (2013). Evaluating waste rock mineralogy and microtexture during kinetic testing for improved acid rock drainage prediction. *Minerals Engineering, 52*, 111-124. doi:10.1016/j.mineng.2013.04.022

Petruk, W. (2000). Applied mineralogy in the mining industry. *Acces online via Elsevier*.

Picot, P., & Johan, Z. (1977). *Atlas des mineraux metalliques*. Retrieved from

Pirard, E. (2004). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(02), 323-333. doi:10.1180/0026461046820189

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy*.

Pirard, E., & Bertholet, V. (2000). Segmentation of multispectral images in optical metallography. *Revue de Métallurgie-Sciences et Génie des Matériaux*, 219-227.

Pirard, E., & De Colnet, L. (2000). *Enhancing mineral segmentation in optical microscopy with multispectral imaging.* Paper presented at the Proceedings 8th European Congress for Stereology.

Pirard, E., & De Colnet, L. (2001). *Multiradial Imaging in Optical Ore Microscopy.* Paper presented at the Proceedings-Annual Meeting-Belgian Soc. Microscopy.

Pirard, E., & Lebichot, S. (2004). Image Analysis of Iron Oxides under the Optical Microscope. *Applied Mineralogy: Developments in Science and Technology, 1*, 153-156.

Pirard, E., Lebichot, S., & Krier, W. (2007). Particle texture analysis using polarized light imaging and grey level intercepts. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 299-309. doi:10.1016/j.minpro.2007.03.004

Poliakov, A., & Donskoi, E. (2014). Automated relief-based discrimination of non-opaque minerals in optical image analysis. *Minerals Engineering, 55*, 111-124. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687513002872. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.09.014

Ramdohr, P. (1969). Annotation concerning the arragement of material: in the descriptive section. In P. Ramdohr (Ed.), *The Ore Minerals and their Intergrowths* (pp. 287-312): Pergamon.

Roisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon, 8*, A1-A23.

Rosiwal, A. (1898). Ueber geometrische gesteinsanalysen. *Verh. KK Geol. Reichsanst Wien*, 143-175.

Rottenfusser, Wilson, & Davidson. (2016). Reflected Light Microscopy. Education in Microscopy and Digital Imaging. *Zeiss article*. doi:http://zeiss-campus.magnet.fsu.edu/articles/basics/reflected.html

Runge, K., Franzidis, J., & Manlapig, E. (2003). *A study of the flotation characteristics of different mineralogical classes in different streams of an industrial circuit.* Paper presented at the Proceedings of XXII International Mineral Processing Congress.

Seo, W., Kim, Y., Sim, H., Song, Y., & Yun, T. S. (2022). Classification of igneous rocks from petrographic thin section images using convolutional neural network. *Earth Science Informatics*, 1-11.

Stanley, C. J., & Vaughan, D. J. (2004). Alan J. Criddle Dsc 1944 –2002: Memorial Notice. *Mineralogical Magazine, 68*(2), 223-229. Retrieved from https://www.cambridge.org/core/article/alan-j-criddle-dsc-1944-2002-memorial-notice/86E7A97433DB184E85DB34B2CA8643ED. doi:10.1180/S0026461X00032357

Struers Lcc. (2022). How to do thin sections. Retrieved from https://www.struers.com/en/Knowledge/Special-applications/Mineralogy-and-Thin-sectioning#howto.

Sutherland, D., & Gottlieb, P. (1991). Application of automated quantitative mineralogy in mineral processing. *Minerals Engineering, 4*(7-11), 753-762.

Touret, J. (2006). De la pétrographie à la pétrologie.

Trahar, W. J. (1981). A rational interpretation of the role of particle size in flotation. *International Journal of Mineral Processing, 8*(4), 289-327. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0301751681900193. doi:https://doi.org/10.1016/0301-7516(81)90019-3

van den Boogaart, K. G., & Tolosana-Delgado, R. (2018). Predictive Geometallurgy: An Interdisciplinary Key Challenge for Mathematical Geosciences. In B. S. Daya Sagar, Q. Cheng, & F. Agterberg (Eds.), *Handbook of Mathematical Geosciences: Fifty Years of IAMG* (pp. 673-686). Cham: Springer International Publishing.

Whiteman, E., Lotter, N. O., & Amos, S. R. (2016). Process mineralogy as a predictive tool for flowsheet design to advance the Kamoa project. *Minerals Engineering, 96-97*, 185-193. doi:10.1016/j.mineng.2016.05.004

Zhou, J. (2013). Gold Geometallurgy and Its Application. *Gold Science and Technology, 21*(5), 76-80. Retrieved from (Zhou).

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Aurélie Chopard:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** Conceptualization – review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

Highlights

- A review of the evolution of automated optical microscope (OM) is provided;
- Automated OM constitutes an alternative to automated SEM-EDS;
- An improvement of optical cameras and classification procedures are recommended;
- Transparent gangue mineral detection/quantification is still the main limitation;
- Further application cases and comparative studies are recommended.

ANNEXE B LIGNES DE CODE DE LA ROUTINE UNIVERSELLE DÉVELOPPÉES SOUS *CLEMEX VISION PROFESSIONNAL EDITION®*

```
Title: routine_rapport2
PROLOG
001 Edit Analysis Properties
002 Set Process Frame to 0,0 2384x1341 pixels
Position : 0, 0 µm
Size : 5449 x 3065 µm
Display frame : don't change
Pause on run : no
[]
003
FIELD
001 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
002 ' ---------------------------------------------------------------------
' Classification algorithma Boolean to modify
' BPL 1 :
' BPL 2 :
' BPL 3 :
' BPL 4 :
' BPL 5 :
' BPL 6 :
' BPL 7 :
' BPL 8 :
' BPL 9 :
' BPL 10 :
' BPL 11 :
' BPL 12 :
' BPL 13 : Unclassified
' BPL 16 : Grains
003 Clear => All
004 Load Image '*.tif' with Bitplanes
File: *.tif
Path: C:\Users\decas\OneDrive - UQAT\Développement_Outils_Clemex\génératio_rapports-vision
Use Default Calibration:No
005 Gray Threshold
BPL1 range 0..48
006 Transfer (BPL1 SEL BPL1) -> BPL14
007 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
008 Color Threshold -> BPL1
```

Hue: start = 302°, delta = 32°

Saturation: 0%..95%

Intensity: 18..255

009 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

010 Color Threshold -> BPL2

Hue: start = 52°, delta = 45°

Saturation: 5%..83%

Intensity: 10..255

011 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

012 Color Threshold -> BPL3

Hue: start = 269°, delta = 32°

Saturation: 0%..56%

Intensity: 0..255

013 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

014 Color Threshold -> BPL4

Hue: start = 25°, delta = 360°

Saturation: 26%..99%

Intensity: 25..77

015 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

016 Color Threshold -> BPL5

Hue: start = 209°, delta = 0°

Saturation: 18%..41%

Intensity: 104..185

017 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

018 Color Threshold -> BPL6

Hue: start = 212°, delta = 8°

Saturation: 3%..51%

Intensity: 0..255

019 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

020 Color Threshold -> BPL7

Hue: start = 19°, delta = 21°

Saturation: 32%..71%

Intensity: 5..169

021 .Load Image '*.tif' with Bitplanes

022 Color Threshold -> BPL8

Hue: start = 30°, delta = 21°

Saturation: 21%..99%

Intensity: 51..205

Page 1

023 Transfer (BPL1 SEL BPL1) -> BPL9

024 Transfer (BPL2 SEL BPL2) -> BPL10

```
025 Transfer (BPL3 SEL BPL3) -> BPL11
026 Transfer (BPL4 SEL BPL4) -> BPL12
027 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
028 Color Threshold -> BPL1
Hue: start = 355°, delta = 13°
Saturation: 8%..99%
Intensity: 22..202
029 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
030 Color Threshold -> BPL2
Hue: start = 191°, delta = 265°
Saturation: 0%..37%
Intensity: 100..230
031 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
032 Color Threshold -> BPL3
Hue: start = 316°, delta = 38°
Saturation: 5%..99%
Intensity: 34..202
033 .Load Image '*.tif' with Bitplanes
034 Color Threshold -> BPL4
Hue: start = 192°, delta = 0°
Saturation: 24%..99%
Intensity: 96..204
035 Chord Size, diameter = 5, BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12 -> None
036 ' ------------------------------------------------------------------------
037
038
039 ' ------------------------------------------------------------------------
' Classification algorithma for intergrowth grain
040 Erode CIRC x2 => BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12 Extend
041 Combine (BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12) -> BPL16
042 Copy BPL16 -> BPL15
043 Zone CIRC to End => BPL15
044 Invert BPL15 -> BPL15
045 Invert BPL14 -> BPL16
046 (BPL15 AND BPL16) -> BPL14
047 (BPL16 DIFF BPL14) -> BPL16
048 Copy BPL16 -> BPL13
049 Transfer (BPL13 SEL BPL1) -> BPL1
050 Transfer (BPL13 SEL BPL2) -> BPL2
051 Transfer (BPL13 SEL BPL3) -> BPL3
052 Transfer (BPL13 SEL BPL4) -> BPL4
```

053 Transfer (BPL13 SEL BPL5) -> BPL5

054 Transfer (BPL13 SEL BPL6) -> BPL6

055 Transfer (BPL13 SEL BPL7) -> BPL7

056 Transfer (BPL13 SEL BPL8) -> BPL8

057 Transfer (BPL13 SEL BPL9) -> BPL9

058 Transfer (BPL13 SEL BPL10) -> BPL10

059 Transfer (BPL13 SEL BPL11) -> BPL11

060 Transfer (BPL13 SEL BPL12) -> BPL12

061

062 ' ---

' Overlapping pixel for mineralogical association

063 Dilate CIRC x1 => BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12, BPL13

064 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL16

065 Combine (BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12) -> BPL14

066 (BPL16 DIFF BPL14) -> BPL13

067 Combine (BPL1, BPL2, BPL3, BPL4, BPL5, BPL6, BPL7, BPL8, BPL9, BPL10, BPL11, BPL12, BPL13) -> BPL16

068 Erode CIRC x1 => BPL16 Extend

069 (BPL1 DIFF BPL16) -> BPL14

070 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

071 (BPL2 DIFF BPL16) -> BPL14

072 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

073 (BPL3 DIFF BPL16) -> BPL14

074 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

075 (BPL4 DIFF BPL16) -> BPL14

076 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

077 (BPL5 DIFF BPL16) -> BPL14

078 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

079 (BPL6 DIFF BPL16) -> BPL14

080 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

081 (BPL7 DIFF BPL16) -> BPL14

082 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

083 (BPL8 DIFF BPL16) -> BPL14

084 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

085 (BPL9 DIFF BPL16) -> BPL14

086 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

087 (BPL10 DIFF BPL16) -> BPL14

088 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

089 (BPL11 DIFF BPL16) -> BPL14

090 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

091 (BPL12 DIFF BPL16) -> BPL14

092 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

093 (BPL13 DIFF BPL16) -> BPL14

094 Combine (BPL14, BPL16) -> BPL16

095 ' ----------

096

097

098 ' ----------

' Modal mineralogy quantification

099 Relative Measures -> RELM1

Area Percent

BPL1

BPL2

BPL3

BPL4

BPL5

BPL6

BPL7

BPL8

BPL9

BPL10

BPL11

BPL12

BPL13

Relative to BPL16

100 ' ----------

101

102 ' ----------

' Granulo-mineralogy quantification (Outer-Circular-Spherical and

' Ferrets) and DPSSA technic (non-biased but average grain size)

103 Object Measures (BPL1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 16) -> OBJM2

Outer Diameter

Circular Diameter

Spherical Diameter

Area

Feret Average

104 Field Measures (BPL1) -> FLDM5

Particle size Phase specific Surface Area

105 Field Measures (BPL2) -> FLDM6

Particle size Phase specific Surface Area

106 Field Measures (BPL3) -> FLDM7

Particle size Phase specific Surface Area

107 Field Measures (BPL4) -> FLDM8
Particle size Phase specific Surface Area
108 Field Measures (BPL5) -> FLDM9
Particle size Phase specific Surface Area
109 Field Measures (BPL6) -> FLDM10
Particle size Phase specific Surface Area
110 Field Measures (BPL7) -> FLDM11
Particle size Phase specific Surface Area
111 Field Measures (BPL8) -> FLDM12
Particle size Phase specific Surface Area
112 Field Measures (BPL9) -> FLDM13
Particle size Phase specific Surface Area
113 Field Measures (BPL10) -> FLDM14
Particle size Phase specific Surface Area
114 Field Measures (BPL11) -> FLDM15
Particle size Phase specific Surface Area
115 Field Measures (BPL12) -> FLDM16
Particle size Phase specific Surface Area
116 Field Measures (BPL13) -> FLDM17
Particle size Phase specific Surface Area
117 Field Measures (BPL16) -> FLDM18
Particle size Phase specific Surface Area
118 ' ----------
119
120 ' ----------
' Liberation degrees quantification
' Mineralogical association Surface technic
121 Object Measures (BPL16) -> OBJM3
Child Area.BPL1
Child Area.BPL2
Child Area.BPL3
Child Area.BPL4
Child Area.BPL5
Child Area.BPL6
Child Area.BPL7
Child Area.BPL8
Child Area.BPL9
Child Area.BPL10
Child Area.BPL11
Child Area.BPL12
Child Area.BPL13

Child Area Percent.BPL1

Page 3

```
' --------------------------------------------------------------------------
.Object Measures (BPL16) -> OBJM19


' --------------------------------------------------------------------------
' Outlines transformation of bitplanes routine for exposition degrees
' quantification and mineralogical associations perimetric technic

Invert BPL16 -> BPL14
Dilate CIRC x1 => BPL14
(BPL14 AND BPL16) -> BPL16
' --------------------------------------------------------------------------

' --------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL1 :
Clear => BPL14, BPL15
(BPL1 AND BPL2) -> BPL14
(BPL1 AND BPL3) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL4) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL5) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL6) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL7) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL8) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL9) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL10) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL11) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL12) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
(BPL1 AND BPL13) -> BPL15
Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
```

158 (BPL1 AND BPL16) -> BPL15
159 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
160 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL1
161 ' ----------
162
163 ' ----------
' Outlines for BPL2 :
164 Clear => BPL14, BPL15
165 (BPL2 AND BPL1) -> BPL14
166 (BPL2 AND BPL3) -> BPL15
167 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
168 (BPL2 AND BPL4) -> BPL15
169 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
170 (BPL2 AND BPL5) -> BPL15
171 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
172 (BPL2 AND BPL6) -> BPL15
173 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
174 (BPL2 AND BPL7) -> BPL15
175 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
176 (BPL2 AND BPL8) -> BPL15
177 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
178 (BPL2 AND BPL9) -> BPL15
179 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
180 (BPL2 AND BPL10) -> BPL15
181 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
182 (BPL2 AND BPL11) -> BPL15
183 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
184 (BPL2 AND BPL12) -> BPL15
185 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
186 (BPL2 AND BPL13) -> BPL15
187 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
188 (BPL2 AND BPL16) -> BPL15
189 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
190 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL2
191 ' ----------
192
193 ' ----------
' Outlines for BPL2 :
194 Clear => BPL14, BPL15
195 (BPL3 AND BPL1) -> BPL14
196 (BPL2 AND BPL3) -> BPL15

Page 4

197 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

198 (BPL3 AND BPL4) -> BPL15

199 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

200 (BPL3 AND BPL5) -> BPL15

201 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

202 (BPL3 AND BPL6) -> BPL15

203 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

204 (BPL3 AND BPL7) -> BPL15

205 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

206 (BPL3 AND BPL8) -> BPL15

207 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

208 (BPL3 AND BPL9) -> BPL15

209 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

210 (BPL3 AND BPL10) -> BPL15

211 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

212 (BPL3 AND BPL11) -> BPL15

213 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

214 (BPL3 AND BPL12) -> BPL15

215 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

216 (BPL3 AND BPL13) -> BPL15

217 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

218 (BPL3 AND BPL16) -> BPL15

219 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

220 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL3

221 ' ----------

222

223 ' ----------

' Outlines for BPL3 :

224 Clear => BPL14, BPL15

225 (BPL4 AND BPL1) -> BPL14

226 (BPL4 AND BPL2) -> BPL15

227 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

228 (BPL4 AND BPL3) -> BPL15

229 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

230 (BPL4 AND BPL5) -> BPL15

231 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

232 (BPL4 AND BPL6) -> BPL15

233 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

234 (BPL4 AND BPL7) -> BPL15

235 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

236 (BPL4 AND BPL8) -> BPL15
237 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
238 (BPL4 AND BPL9) -> BPL15
239 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
240 (BPL4 AND BPL10) -> BPL15
241 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
242 (BPL4 AND BPL11) -> BPL15
243 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
244 (BPL4 AND BPL12) -> BPL15
245 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
246 (BPL4 AND BPL13) -> BPL15
247 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
248 (BPL4 AND BPL16) -> BPL15
249 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
250 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL4
251 ' ---
252
253 ' ---
' Outlines for BPL4 :
254 Clear => BPL14, BPL15
255 (BPL5 AND BPL1) -> BPL14
256 (BPL5 AND BPL2) -> BPL15
257 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
258 (BPL5 AND BPL3) -> BPL15
259 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
260 (BPL4 AND BPL5) -> BPL15
261 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
262 (BPL5 AND BPL6) -> BPL15
263 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
264 (BPL5 AND BPL7) -> BPL15
265 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
266 (BPL5 AND BPL8) -> BPL15
267 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
268 (BPL5 AND BPL9) -> BPL15
269 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
270 (BPL5 AND BPL10) -> BPL15
271 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
272 (BPL5 AND BPL11) -> BPL15
273 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
274 (BPL5 AND BPL12) -> BPL15

```
275 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
276 (BPL5 AND BPL13) -> BPL15
277 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
278 (BPL5 AND BPL16) -> BPL15
279 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
280 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL5
281 ' ------------------------------------------------------------------------
282
283 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL5 :
284 Clear => BPL14, BPL15
285 (BPL6 AND BPL1) -> BPL14
286 (BPL6 AND BPL2) -> BPL15
287 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
288 (BPL6 AND BPL3) -> BPL15
289 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
290 (BPL6 AND BPL4) -> BPL15
291 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
292 (BPL5 AND BPL6) -> BPL15
293 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
294 (BPL6 AND BPL7) -> BPL15
295 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
296 (BPL6 AND BPL8) -> BPL15
297 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
298 (BPL6 AND BPL9) -> BPL15
299 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
300 (BPL6 AND BPL10) -> BPL15
301 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
302 (BPL6 AND BPL11) -> BPL15
303 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
304 (BPL6 AND BPL12) -> BPL15
305 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
306 (BPL6 AND BPL13) -> BPL15
307 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
308 (BPL6 AND BPL16) -> BPL15
309 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
310 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL6
311 ' ------------------------------------------------------------------------
312
313 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL6 :
```

314 Clear => BPL14, BPL15

315 (BPL7 AND BPL1) -> BPL14

316 (BPL7 AND BPL2) -> BPL15

317 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

318 (BPL7 AND BPL3) -> BPL15

319 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

320 (BPL7 AND BPL4) -> BPL15

321 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

322 (BPL7 AND BPL5) -> BPL15

323 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

324 (BPL7 AND BPL6) -> BPL15

325 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

326 (BPL7 AND BPL8) -> BPL15

327 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

328 (BPL7 AND BPL9) -> BPL15

329 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

330 (BPL7 AND BPL10) -> BPL15

331 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

332 (BPL7 AND BPL11) -> BPL15

333 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

334 (BPL7 AND BPL12) -> BPL15

335 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

336 (BPL7 AND BPL13) -> BPL15

337 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

338 (BPL7 AND BPL16) -> BPL15

339 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

340 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL7

341 ' ----------

342

343 ' ----------

' Outlines for BPL7 :

344 Clear => BPL14, BPL15

345 (BPL8 AND BPL1) -> BPL14

346 (BPL8 AND BPL2) -> BPL15

347 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

348 (BPL8 AND BPL3) -> BPL15

349 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

350 (BPL8 AND BPL4) -> BPL15

351 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

352 (BPL8 AND BPL5) -> BPL15

```
353 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
354 (BPL8 AND BPL6) -> BPL15
355 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
356 (BPL8 AND BPL7) -> BPL15
357 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
358 (BPL8 AND BPL9) -> BPL15
359 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
360 (BPL8 AND BPL10) -> BPL15
361 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
362 (BPL8 AND BPL11) -> BPL15
363 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
364 (BPL8 AND BPL12) -> BPL15
365 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
366 (BPL8 AND BPL13) -> BPL15
367 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
368 (BPL8 AND BPL16) -> BPL15
369 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
370 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL8
371 ' ------------------------------------------------------------------------
372
373 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL8 :
374 Clear => BPL14, BPL15
375 (BPL9 AND BPL1) -> BPL14
376 (BPL9 AND BPL2) -> BPL15
377 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
378 (BPL9 AND BPL3) -> BPL15
379 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
380 (BPL9 AND BPL4) -> BPL15
381 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
382 (BPL9 AND BPL5) -> BPL15
383 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
384 (BPL9 AND BPL6) -> BPL15
385 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
386 (BPL9 AND BPL7) -> BPL15
387 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
388 (BPL9 AND BPL8) -> BPL15
389 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
390 (BPL9 AND BPL10) -> BPL15
391 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
392 (BPL9 AND BPL11) -> BPL15
```

393 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

394 (BPL9 AND BPL12) -> BPL15

395 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

396 (BPL9 AND BPL13) -> BPL15

397 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

398 (BPL9 AND BPL16) -> BPL15

399 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

400 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL9

401 ' ----------

402

403 ' ----------

' Outlines for BPL9 :

404 Clear => BPL14, BPL15

405 (BPL9 AND BPL1) -> BPL14

406 (BPL9 AND BPL2) -> BPL15

407 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

408 (BPL9 AND BPL3) -> BPL15

409 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

410 (BPL9 AND BPL4) -> BPL15

411 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

412 (BPL9 AND BPL5) -> BPL15

413 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

414 (BPL9 AND BPL6) -> BPL15

415 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

416 (BPL9 AND BPL7) -> BPL15

417 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

418 (BPL9 AND BPL8) -> BPL15

419 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

420 (BPL9 AND BPL10) -> BPL15

421 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

422 (BPL9 AND BPL11) -> BPL15

423 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

424 (BPL9 AND BPL12) -> BPL15

425 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

426 (BPL9 AND BPL13) -> BPL15

427 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

428 (BPL9 AND BPL16) -> BPL15

429 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

430 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL9

431 ' ----------

```
432
433 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL10 :
434 Clear => BPL14, BPL15
435 (BPL10 AND BPL1) -> BPL14
436 (BPL10 AND BPL2) -> BPL15
437 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
438 (BPL10 AND BPL3) -> BPL15
439 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
440 (BPL10 AND BPL4) -> BPL15
441 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
442 (BPL10 AND BPL5) -> BPL15
443 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
444 (BPL10 AND BPL6) -> BPL15
445 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
446 (BPL10 AND BPL7) -> BPL15
447 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
448 (BPL10 AND BPL8) -> BPL15
449 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
450 (BPL10 AND BPL9) -> BPL15
451 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
452 (BPL10 AND BPL11) -> BPL15
453 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
454 (BPL10 AND BPL12) -> BPL15
455 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
456 (BPL10 AND BPL13) -> BPL15
457 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
458 (BPL10 AND BPL16) -> BPL15
459 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
460 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL10
461 ' ------------------------------------------------------------------------
462
463 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL11 :
464 Clear => BPL14, BPL15
465 (BPL11 AND BPL1) -> BPL14
466 (BPL11 AND BPL2) -> BPL15
467 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
468 (BPL11 AND BPL3) -> BPL15
469 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
470 (BPL11 AND BPL4) -> BPL15
```

471 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

472 (BPL11 AND BPL5) -> BPL15

473 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

474 (BPL11 AND BPL6) -> BPL15

475 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

476 (BPL11 AND BPL7) -> BPL15

477 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

478 (BPL11 AND BPL8) -> BPL15

479 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

480 (BPL11 AND BPL9) -> BPL15

481 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

482 (BPL11 AND BPL10) -> BPL15

483 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

484 (BPL11 AND BPL12) -> BPL15

485 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

486 (BPL11 AND BPL13) -> BPL15

487 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

488 (BPL11 AND BPL16) -> BPL15

489 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

490 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL11

491 ' ----------

492

493 ' ----------

' Outlines for BPL12 :

494 Clear => BPL14, BPL15

495 (BPL12 AND BPL1) -> BPL14

496 (BPL12 AND BPL2) -> BPL15

497 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

498 (BPL12 AND BPL3) -> BPL15

499 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

500 (BPL12 AND BPL4) -> BPL15

501 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

502 (BPL12 AND BPL5) -> BPL15

503 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

504 (BPL12 AND BPL6) -> BPL15

505 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

506 (BPL12 AND BPL7) -> BPL15

507 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

508 (BPL12 AND BPL8) -> BPL15

509 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14

```
510 (BPL12 AND BPL9) -> BPL15
511 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
512 (BPL12 AND BPL10) -> BPL15
513 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
514 (BPL12 AND BPL11) -> BPL15
515 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
516 (BPL12 AND BPL13) -> BPL15
517 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
518 (BPL12 AND BPL16) -> BPL15
519 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
520 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL12
521 ' ------------------------------------------------------------------------
522
523 ' ------------------------------------------------------------------------
' Outlines for BPL13 (unclassified) :
524 Clear => BPL14, BPL15
525 (BPL13 AND BPL1) -> BPL14
526 (BPL13 AND BPL2) -> BPL15
527 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
528 (BPL13 AND BPL3) -> BPL15
529 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
530 (BPL13 AND BPL4) -> BPL15
531 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
532 (BPL13 AND BPL5) -> BPL15
533 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
534 (BPL13 AND BPL6) -> BPL15
535 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
536 (BPL13 AND BPL7) -> BPL15
537 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
538 (BPL13 AND BPL8) -> BPL15
539 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
540 (BPL13 AND BPL9) -> BPL15
541 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
542 (BPL13 AND BPL10) -> BPL15
543 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
544 (BPL13 AND BPL11) -> BPL15
545 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
546 (BPL13 AND BPL12) -> BPL15
547 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
548 (BPL13 AND BPL16) -> BPL15
549 Combine (BPL14, BPL15) -> BPL14
```

```
550 Transfer (BPL14 SEL BPL14) -> BPL13
551 ' ------------------------------------------------------------------------
552
553
554 ' ------------------------------------------------------------------------
' Exposition degrees quantification
' Mineralogical association Perimetric technic
555 Object Measures (BPL1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13) -> OBJM4
Filled Area
Child Area Percent.BPL1
Child Area Percent.BPL2
Child Area Percent.BPL3
Child Area Percent.BPL4
Child Area Percent.BPL5
Child Area Percent.BPL6
Child Area Percent.BPL7
Child Area Percent.BPL8
Child Area Percent.BPL9
Child Area Percent.BPL10
Child Area Percent.BPL11
Child Area Percent.BPL12
Child Area Percent.BPL13
Child Area Percent.BPL16
556 ' ------------------------------------------------------------------------
557
EPILOG
001 .Export Data
002 .Save Analysis Results to 'Results_<<Sample>>.cxr'
003 .Generate Report
```

ANNEXE C ARTICLE 2 : TECHNICAL NOTE ADAPTATION OF PIERRE'S GY THEORY OF SAMPLING FOR POLISHED SECTION PREPARATION GEARED TOWARDS AUTOMATED MINERALOGICAL ANALYSIS

Cet article est accepté et publié dans la revue *Minerals Engineering* le 22 août 2022 (https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107795).

Benjamin De Castro[a*], Denis Marcotte[b], Aurélie Chopard[d], Benoît Plante[a], Mostafa Benzaazoua[a,c]

[a] Research Institute on Mine and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada

[b] Département des génies civil, géologique et des mines, école Polytechnique de Montréal, C.P. 6079 Succ. Centre-ville, Montréal, H3C 3A7, Québec, Canada

[c] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Mining Environment & Circular Economy, Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco

[d] Agnico Eagle Mines Ltd, 10 200 route de Preissac, Rouyn-Noranda, J0Y 1C0, Québec, Canada

Abstract

In the mining industry, mineralogical characterization using automated mineralogical devices (scanning electron microscope and reflected optical microscope) has become inescapable, especially for geometallurgical purposes. Mineralogical characterization using these techniques requires correct sampling of the material to obtain representative polished sections. This technical note proposes a method to decide the appropriate number of polished sections which need to be prepared according to the size class considered to achieve enough representability. To illustrate this method, two sampling protocols (at grain form for textural purposes and powder form) of a theoretical typical sulfide ore including a sizing preparation, are presented with the computation method of the variance of the fundamental error related to sampling. The sampling protocols are an adaptation of safety lines derived from the sampling theory of Pierre Gy and need to be adjusted according to the intrinsic properties' knowledge of the material considered. The method can be

very useful to better anticipate the lack of representativity of mineralogical data provided by automated mineralogical devices linked to the sampling preparation.

Keywords: Sampling, polished section, automated mineralogy, Gy's theory, safety line.

C.1 INTRODUCTION

Automated mineralogy refers to analytical techniques commonly used in mineral processing, e.g. (Bradshaw, 2014; Petruk, 2000) and for geometallurgical programs (Hoal et al., 2013; Lang et al., 2018). The aim is to quantify mineral parameters such as modal mineralogy, mineral liberation, and textural information. This quantification provides crucial information for planning, interpretation, optimizing mineral processing plants, downstream prediction and solving processing problem (Bradshaw et al., 2012; Donskoi et al., 2008; Tungpalan et al., 2015).

The most common automated mineralogy device is the scanning electron microscope with energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) including many systems: QEMSCAN® system (Ayling et al., 2012; Butcher et al., 2000), MLA® system (Fandrich et al., 2007; Gu, 2003), Mineralogical Mining® system (Graham et al., 2015), and TIMA® system (Hrstka et al., 2018). Today, automated mineralogy can also refer to the reflected light optical microscope (Chopard et al., 2019; Donskoi et al., 2015; López-Benito et al., 2020; Pirard, 2004).

Automated mineralogical studies require sampling of a large lot of granular material to obtain one or more small sample volumes. The 30 mm diameter polished section (PS) is the main sample format used for automated mineralogy analysis by microscopy where the mass of material sampled do not generally exceed 1 g per PS e.g., (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018). Maintaining representativeness of the PS by an appropriate sampling is fundamental for automated mineralogical characterization. The representativeness of PS also requires unbiased PS manufacture method e.g. (Donskoi et al., 2018; Roisi and Aasly, 2018), applications of method to reduce stereological bias e.g., (Howard and Reed, 2004; Spencer and Sutherland, 2011) and to evaluate the measuring precision of mineralogical data during mineralogical quantification e.g., (Leigh et al., 1993; Mariano and Evans, 2015). While these last features are important to consider evaluating the representativeness of PS analysed, this technical note only focus on the sampling method for PS preparation.

The present technical note proposes a sampling method adapted from Gy's sampling theory for automated mineralogical analysis. The challenge of using PS for the study of materials with automated mineralogy devices is to maintain the representativeness of the low sample mass analysed. If an increase in mass of the sample is necessary to maintain representativeness, it should lead to the analysis of more than one PS. According to the intrinsic properties knowledge of the material which need to be sampled, this new sampling method allows to decide the appropriate number of PS to be prepared/analyzed after a sieving (or sizing) preparation of the material. To the best author's knowledge, there is no published method suited to the application proposed in this note.

C.2 PIERRE GY'S THEORY OF SAMPLING AND SAFETY LINE DERIVED

The objective of sampling is to reduce the mass of a lot while ensuring the representativeness of the sample. The theory of sampling was developed by Pierre Gy in the 1960s (Gy, 2004). The theory quantifies the variance of the fundamental error, noted $\sigma^2(FE)$, with:

$$\sigma^2(FE) = Kd^3\left(\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L}\right) \qquad (C.2.1)$$

where

- M_s: mass of the sample (or subsample) (g);
- M_L: mass of the lot (g);
- $d = d_{95}$: opening of the square mesh sieve which retains 5% of the sample or size of the coarsest particle d (cm);
- K: sampling constant describing the material being sampled, defined according to equation C.2.2:

$$K = f \times g \times c \times l \qquad (C.2.2)$$

And:

- f: particle shape factor (most case: $f = 0.5$);
- g: particle size distribution factor ($g = 0.25$ for raw material and 0.75 for sieved material as given by Gy (2012));
- c: mineralogical composition factor, which is determined according to equation C.2.3;
- l: liberation factor (its determination is given by Gy (2012) or Francois-Bongarcon and Gy (2002)).

The variance of FE depends on K, which itself depends on the factor c defined as:

$$c = \left(\frac{1 - a_L}{a_L}\right) \times \left((1 - a_L) \times \delta_a + a_L \times \delta_g\right) \qquad (C.2.3)$$

- a_L: concentration of the mineral of interest (MOI) (%),
- δ_a: specific mass of the MOI (g/cm^3);
- δ_g: specific mass of the gangue (g/cm^3).

If the mass of the sample or the subsample is small compared to that of the lot (≤ 10%) then equation C.2.1:

$$\sigma^2(FE) = Kd^3 \times \left(\frac{1}{M_s}\right) \qquad (C.2.4)$$

inverting, one gets:

$$M_s = \frac{Kd^3}{\sigma^2(FE)} \qquad (C.2.5)$$

Equation C.2.5 relates linearly M_s to $d^3/\sigma^2(FE)$. On a log-log scale graph with M_s as ordinate and d as abscissae, a fixed value for $\sigma(FE)$ defines a line with slope 3 (in log cycles) passing by the point (1 cm, $(K \times 1\ cm^3)/\sigma^2(FE)$). Lotter et al. (2018) and Stanley et al. (1987) used $\sigma(FE) =$ 8 % but this value can be modified as desired.

C.3 SAMPLING PROTOCOL USING SAFETY LINE FOR POLISHED SECTIONS PREPARATION

The constant K is characteristic of the material under study. Once evaluated or empirically determined (like suggested by Bartlett and Hawkins (1987); Lotter et al. (2018)), it defines a line that constitutes a safety guide: keeping the sampling protocol above the safety line, at each of the p subsampling steps, guarantees to keep the overall uncertainty $\sigma^2(FE)_{global} = \sum_{i=1}^{p} \sigma^2(FE)_i < p \times \sigma^2(FE)_{line}$ where $\sigma^2(FE)_i$ is the variance of FE incurred during i^{th} subsampling step.

To illustrate the method, Figure C.1 illustrates two sampling protocols (as grain form and powder form) with two subsampling steps for a safety line fixed at $\sigma(FE)_{global} = 8\%/\sqrt{p = 2}$. A theorical material corresponding to a typical sulfide ore with $a_L = 1$ % has been used. Furthermore, the liberation factor is voluntarily fixed at $l = 1$, a conservative approach where the calculated M_s could be overestimated. The initial 10 kg lot has largest fragments of 0.4 cm. It is assumed obtained following the rules of unbiased sample extraction (Bartlett and Hawkins, 1987; Gy, 2012; Lotter et al., 2018) and could be determined by the Gy's 50-piece experiment (Bartlett and Hawkins, 1987; Lotter et al., 2018). The sampling protocols proposed must be performed by using rotary divider devices such as laboratory spinning riffler, micro-divider/riffler (Allen, 2003). The aim by using these divider devices is to reduce the primary sample mass to the domain of a few grammes without bias and according to the protocols proposed respecting the safety lines developed.

Each protocol illustrated in Figure C.1 presents the same sequence: crushing of the initial lot to grain size (0.4 cm) - step 1 subsampling (1 kg at 0.4 cm) - pulverizing of first subsample - sieving - subsampling of each sieve class to give final (step 2) subsample. The only difference between the two protocols is the degree of pulverization reached prior to sieving which is more pronounced in the second protocol (powder form).

In the first protocol as grain form, one seeks to keep the largest possible particle size while maintaining the final subsample mass reasonable (≤15 g, hence 15 PS at 1 g/PS). This is useful for mineralogical quantification which provides relevant information about the ideal particle-size to reach given the concentration process considered (Cropp et al., 2013; Pease et al., 2006; Petruk, 2000; Wills and Finch, 2015). The second protocol brings the first subsample to fine particle sizes corresponding to liberation meshes typically encountered in mill.

The sieving (or sizing) preparation uses standard sieve sizes available in a sample preparation laboratory (the ASTM-E11 (2013) has been used as an example). The sizing preparation is commonly used to prepare samples for automated mineralogical analysis (Lastra and Petruk, 2014). Furthermore, and to simplify the methods developed, it has been assumed that during this sizing preparation, all the material passes the coarser size sieve used and that the material will be equally distributed in each size class.

The protocols have been designed to have a maximum of 15 PS after the sizing preparation. This corresponds to the typical maximum PS that the larger chamber of a TIMA© system can analyse in a single batch (Hrstka et al., 2018). The sizing preparation step implies a modification of the particle size distribution factor from $g = 0.25$ to $g = 0.75$ (Gy, 2012). Consequently, two safety lines has been used to design the sampling protocol steps proposed (Figure C.1). Each line corresponds to $\sigma(FE) = 8\%/\sqrt{2}$ but $K = 62$ g/cm^3 for the first subsampling step ($g = 0.25$) and $K = 185$ g/cm^3 for the second subsampling step ($g = 0.75$).

The brackets in Figure C.1-A) and C.1-B) indicate that the $\sigma^2(FE)$ for the second (and final) subsampling after the sizing preparation step ($\sigma^2(FE)_{sizing}$) is shared by each size class obtained. Consequently, $\sigma^2(FE)_{sizing}$ is computed according to equation C.3.1:

$$\sigma^2(FE)_{sizing} = \frac{\sum_{i=1}^{n}({m_i}^2 \times \sigma^2(FE)_i)}{(\sum_{i=1}^{n} m_i)^2} \qquad (C.3.1)$$

where m_i is the mass found in the i^{th} size class and $\sigma^2(FE)_i$ is the FE variance associated to the subsampling of the i^{th} size class (computed with equation C.2.1 using g=0.75).

The protocol of Figure C.1-A) (grain form) proposes to sample seven size classes fractions for a total of 15 PS given by the Figure C.1-A). The entire sampling protocol gives $\sigma^2(FE)_{global} = 4.29E-03$, hence $\sigma(FE)_{global} = 6.5\%$. In the same way, the protocol of Figure C.1-B) (powder form) proposes to sample fifteen size class with only one PS for class (given in the Figure C.1-B) caption). This protocol gives a $\sigma^2(FE)_{global} = 3.56E-03$, representing a $\sigma(FE)_{global} = 6.0\%$.

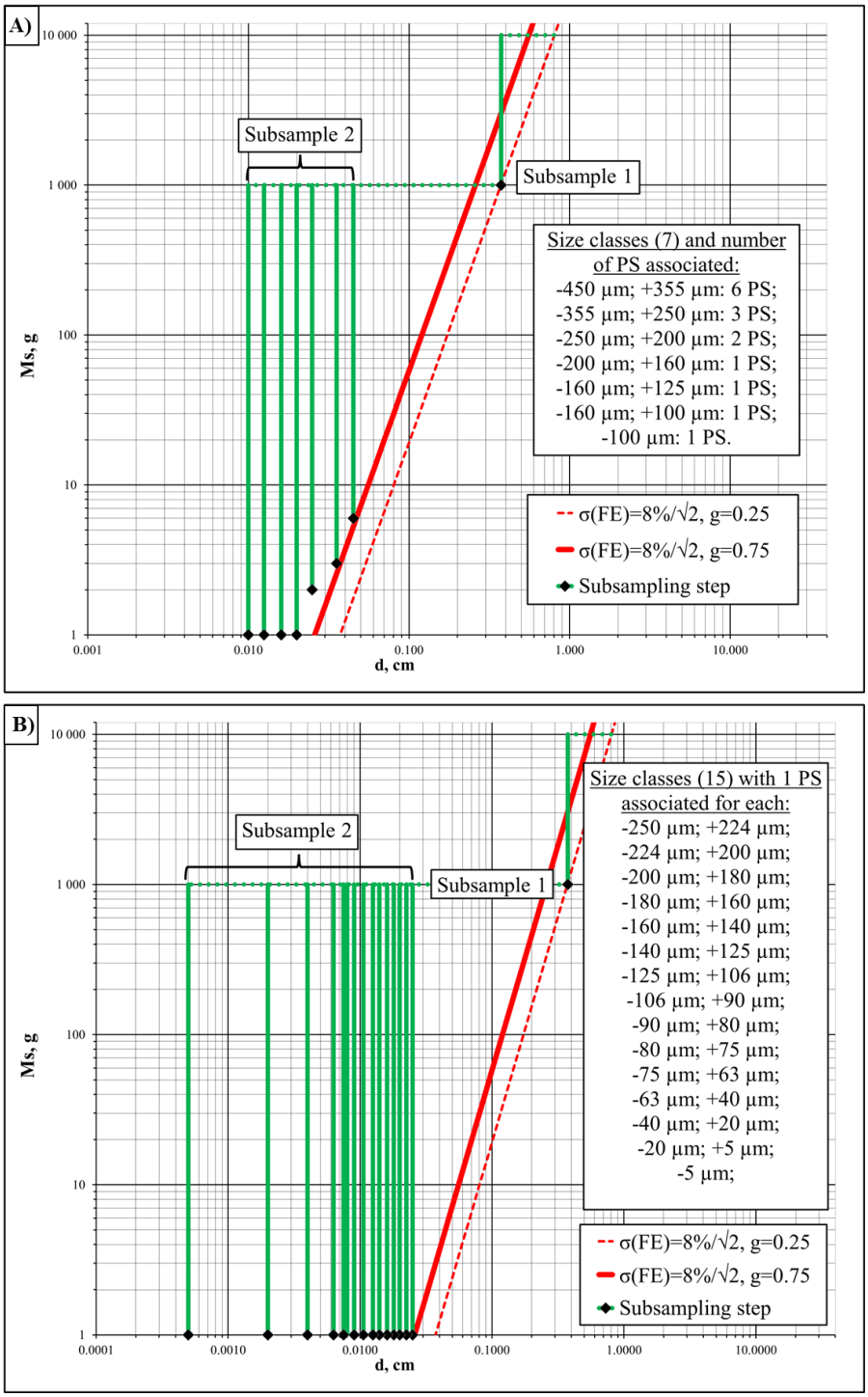


Figure C.1 Projections of the sampling protocol steps developed for automated mineralogical analysis according to a safety line fixed at $\sigma(FE) = 8\%/\sqrt{2}$ for a typical sulfide ore (concentration of MOI $a_L = 1\%$, particle shape factor $f = 0.5$, liberation factor $l = 1$, specific mass of MOI $\delta_a = 5\ \mathrm{g/cm^3}$, and specific mass of gangue $\delta_g = 2.6\ \mathrm{g/cm^3}$) as A) grain form

and B) powder form. Each graph gives the size class chosen and the appropriate number of polished section (PS) associated.

The two sampling protocols are provided as an example for a typical sulfide ore. The influence of the ore grade (a_L) is particularly important on the determination of the safety line. An increase in a_L moves the safety line to the right allowing to design a sampling protocol which includes coarser size class for a same few PS number. On the contrary, a decrease of a_L moves the safety line to the left decreasing the required particle size of the material sampled (d). As an example, for a typical gold ore ($a_L = 1\ ppm, g = 0.25, p = 1, K = 2.2E + 06\ \mathrm{g/cm^3}$), the limit of 15 PS implies to grind the entire initial lot to an unrealistic size of $d = 35\ \mu m$ in the first subsampling to maintain acceptable precision.

To help the determination of the appropriate number of PS needed to be sampled according to the ore grade of the material considered and the sieve sizes for the sizing preparation (ASTM E-11, 2013), Figure C.2 is presented in the supplementary material.

C.4 CONCLUSIONS

This technical note has proposed the use of safety line derived from the Gy's theory of sampling for the PS preparation intended for automated mineralogical analysis purposes. This work proposes a practical way to design a protocol of sampling that includes a sizing preparation of material/ore. The sampling protocols have been given as example according to a conservative approach and should be adapted according to the intrinsic properties of the material considered (e.g., modifying the factor l). The method enables to decide the appropriate grounding and pulverization and number of PS to be prepared to achieve and anticipate enough representativity for quality assurance and quality control often performed during the automated mineralogical analysis.

C.5 SUPPLEMENTARY MATERIAL : THE INFLUENCE OF ORE GRADE

Figure C.2 shows the number of 30 mm diameter PS recommended to be prepared according to the maximum top size of particle d of the sample. The curves correspond to the fundamental sampling error fixed at $\sigma(FE) = 8\%/\sqrt{2}$ with 2 steps of subsampling including a sizing preparation ($g = 0.75$) for several typical ore:

- High grade gold ore ($a_L = 10\ ppm, K = \ 661488\ \mathrm{g/cm^3}$);
- Low grade sulfide ore ($a_L = 0.1\%\ , K = \ 1872\ \mathrm{g/cm^3}$);
- sulfide ore ($a_L = 1\%, K = \ 185\ \mathrm{g/cm^3}$);
- Iron ore ($a_L = 30\%, K = \ 4\ \mathrm{g/cm^3}$).

The theoretical intrinsic properties of the ore are given in Figure C.2 caption.

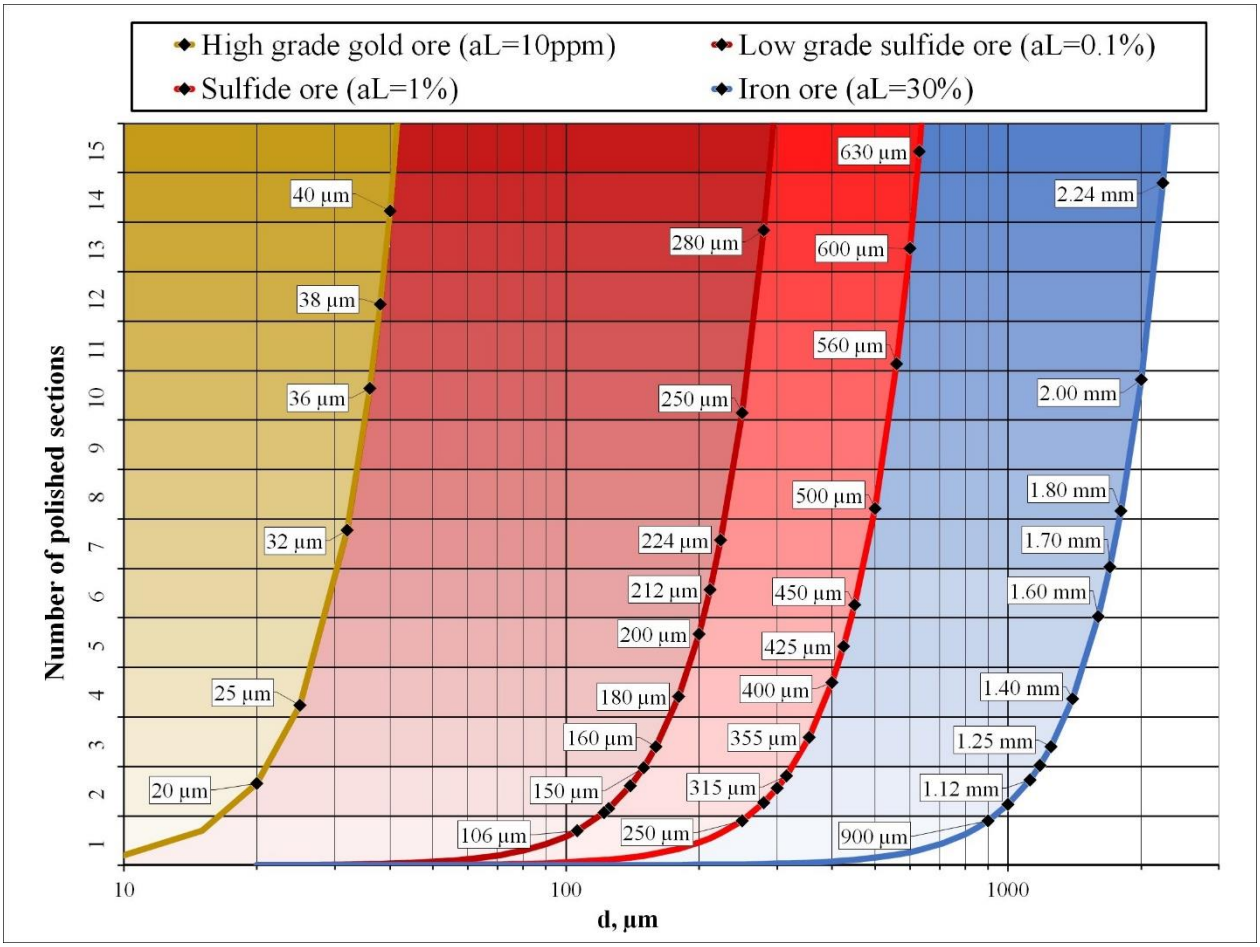


Figure C.2 Number of 30 mm diameter polished sections (PS) recommended to be prepared according to the maximum top size of particle d of the sample for safety lines fixed at $\sigma(FE) = 8\%/\sqrt{2}$ for several typical ores with the common theorical intrinsic properties: particle shape factor $f = 0.5$, distribution factor $g = 0.75$, liberation factor $l = 1$, specific mass of gangue $\delta_g = 2.6\ \mathrm{g/cm^3}$; the concentration of MOI a_L is given by the legend of the figure ; specific mass

of MOI for the high grade gold ore $\delta_a = 17.64\ \mathrm{g/cm^3}$, $\delta_a = 5.00\ \mathrm{g/cm^3}$ for the sulfide ores and $\delta_a = 5.3\ \mathrm{g/cm^3}$ for the iron ore.

The dots plotted on the safety lines represents the sieve sizes currently available by the ASTM-E11 (2013) corresponding to the top size of particle d of the material considered. Each size sieve plotted (dots of Figure C.2) refers to an appropriate number of PS. According to equation C.2.5, a given top size of particle d should always lead to the sampling of a precise mass of a sample M_s within an order of milligrams. For practical reasons, the number of PS has been rounded up to the superior unit. For example, for a high grade gold ore if two sieve sizes $d = 20$ µm and $d = 40$ µm are used to perform the sizing preparation, then the minimum mass of samples should be $M_s = 13.23$ g for the size class -40 µm;+20 µm and $M_s = 1.65$ g for the size class -20 µm; however, it is recommended to sample a mass of 14 g and 2 g respectively for the size classes corresponding for the preparation of a total of 16 PS. This modification does not lead to a negative impact of the representativeness of the sample; rather an increase in M_s leads to improved representativeness of the sample.

References

Allen, T. (2003). *Powder sampling and particle size determination*: Elsevier.

ASTM-E11. (2013). *Standard specification for woven wire test sieve cloth and test sieves*.

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Paper presented at the Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University.

Bartlett, H., & Hawkins, D. (1987). Process evaluation. *The Extractive Metallurgy of Gold in South Africa - chapter 13*.

Bradshaw, D. J. (2014). The role of 'process mineralogy' in improving the process performance of complex sulphide ores. *IMPC 2014, XXVII* 25.

Bradshaw, D. J., Triffett, B., & Kashuba, D. (2012). The Role of Process Mineralogy in Identifying the Cause of the Low Recovery of Chalcopyrite at KUCC. 73-80. doi:10.1007/978-3-642-27682-8_10

Butcher, A., Helms, T., Gottlieb, P., Bateman, R., Ellis, S., & Johnson, N. (2000). *Advances in the quantification of gold deportment by QEMSCAN*. Paper presented at the Seventh Mill Operators Conference, Kalgoorlie, WA, AusIMM.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

Cropp, A., Goodall, W., & Bradshaw, D. (2013). *The influence of textural variation and gangue mineralogy on recovery of copper by flotation from porphyry ore–a review*. Paper presented at the The Second AusIMM International Geometallurgy Conference.

Donskoi, E., Poliakov, A., & Manuel, J. R. (2015). 4 - Automated optical image analysis of natural and sintered iron ore. In L. Lu (Ed.), *Iron Ore* (pp. 101-159): Woodhead Publishing.

Donskoi, E., Raynlyn, T., & Poliakov, A. (2018). Image analysis estimation of iron ore particle segregation in epoxy blocks. *Minerals Engineering, 120*, 102-109.

Donskoi, E., Suthers, S., Campbell, J., & Raynlyn, T. (2008). Modelling and optimization of hydrocyclone for iron ore fines beneficiation—using optical image analysis and iron ore texture classification. *International Journal of Mineral Processing, 87*(3-4), 106-119.

Fandrich, R., Gu, Y., Burrows, D., & Moeller, K. (2007). Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 310-320.

Francois-Bongarcon, D., & Gy, P. (2002). The most common error in applying Gy's Formula in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor. *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy, 102*(8), 475-479.

Graham, S., Brough, C., & Cropp, A. (2015). An introduction to ZEISS mineralogic mining and the correlation of light microscopy with automated mineralogy: a case study using BMS and PGM analysis of samples from a PGE-bearing chromite prospect. *Precious metals*, 1-12.

Gu, Y. (2003). Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis an introduction to JKMRC/FEI mineral liberation analyser. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2*(01), 33.

Gy, P. (2004). Sampling of discrete materials—a new introduction to the theory of sampling: I. Qualitative approach. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 74*(1), 7-24.

Gy, P. (2012). *Sampling of particulate materials theory and practice* (Vol. 6): Elsevier.

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* Paper presented at the The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Howard, V., & Reed, M. (2004). *Unbiased stereology: three-dimensional measurement in microscopy*: Garland Science.

Hrstka, T., Gottlieb, P., Skala, R., Breiter, K., & Motl, D. (2018). Automated mineralogy and petrology-applications of TESCAN Integrated Mineral Analyzer (TIMA). *Journal of Geosciences, 63*(1), 47-63.

Lang, A. M., Aasly, K., & Ellefmo, S. L. (2018). Mineral characterization as a tool in the implementation of geometallurgy into industrial mineral mining. *Minerals Engineering, 116*, 114-122. doi:10.1016/j.mineng.2017.10.021

Lastra, R., & Paktunc, D. (2016). *An estimation of the variability in automated quantitative mineralogy measurements through inter-laboratory testing* (Vol. 95).

Lastra, R., & Petruk, W. (2014). Mineralogical characterization of sieved and un-sieved samples. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2014*.

Leigh, G. M., Sutherland, D. N., & Gottlieb, P. (1993). Confidence limits for liberation measurements. *Minerals Engineering, 6*(2), 155-161. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/089268759390129B. doi:https://doi.org/10.1016/0892-6875(93)90129-B

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Lotter, N. O., Evans, C. L., & Engstrőm, K. (2018). Sampling – A key tool in modern process mineralogy. *Minerals Engineering, 116*, 196-202. doi:10.1016/j.mineng.2017.07.013

Mariano, R. A., & Evans, C. L. (2015). Error analysis in ore particle composition distribution measurements. *Minerals Engineering, 82*, 36-44. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687515300108. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.06.001

Pease, J., Curry, D., Barns, K., Young, M., & Rule, C. (2006). *Transforming flowsheet design with inert grinding–the IsaMill.* Paper presented at the 38th Annual Canadian Mineral Processors Conference.

Petruk, W. (2000). Applied mineralogy in the mining industry. *Acces online via Elsevier*.

Pirard, E. (2004). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(02), 323-333. doi:10.1180/0026461046820189

Roisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon, 8*, A1-A23.

Spencer, S., & Sutherland, D. (2011). Stereological correction of mineral liberation grade distributions estimated by single sectioning of particles. *Image Analysis & Stereology, 19*(3), 175-182.

Stanley, G. G., Mining, S. A. I. o., & Metallurgy. (1987). *The Extractive Metallurgy of Gold in South Africa*: South African Institute of Mining and Metallurgy.

Tungpalan, K., Wightman, E., & Manlapig, E. (2015). Relating mineralogical and textural characteristics to flotation behaviour. *Minerals Engineering, 82*, 136-140. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089268751500062X. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.02.005

Wills, B. A., & Finch, J. (2015). *Wills' mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery*: Butterworth-Heinemann.

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Denis Marcotte:** Conceptualization, Methodology, Writing – review & editing. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Aurélie Chopard:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** Conceptualization.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

Highlights

- Material used for polished sections (PS) must be representative of initial material.
- Safety lines on mass vs diameter graphs are defined to design subsampling protocols.
- Designed protocols incorporate a sizing step prior to final subsampling.
- Example illustrates 15 PS is enough to characterize sulphide ore at 1 % grade.

ANNEXE D ARTICLE 3 : NOVEL TECHNIQUE FOR THE PREPARATION AND ANALYSIS OF POWDER BASED POLISHED SECTIONS BY AUTOMATED OPTICAL MINERALOGY: PART 1 – REPRESENTATIVITY COMPARATIVE STUDY

Cet article est soumis à la revue *Minerals Engineering* le 15 février 2023 et est en cours de révision.

Benjamin De Castro[a], Mostafa Benzaazoua[a,b], Aurélie Chopard[c], Benoît Plante[a]

[a] Research Institute on Mines and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada

[b] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Geology and sustainable mining institute (GSMI), Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco

[c] Agnico Eagle Mines Ltd, 10 200 route de Preissac, Rouyn-Noranda, J0Y 1C0, Québec, Canada

Abstract

Reflected optical microscopy is an accessible technique that can be used for automated quantitative mineralogical analysis. Polished sections are a common format used to analyze representative powdered mineral samples. However, the epoxy resin widely used to make polished sections for quantitative automated mineralogy may result in preferential sedimentation. The carbon-based resin preparation allows to overcome this problem.

This work investigates the effect of various polished section resin preparation protocols and compare them: epoxy, carbon, and acrylic resin, including rheological measurements and automated optical microscopy analyses. The aim is to determine a reliable mineral abundance while not introducing a bias regarding the segregation effect in polished section. To do so, standard mineral powders were prepared using different pure opaque minerals at a calibrated size fraction of 25–75 µm. The results suggest that the rheological behavior of the fast-hardening acrylic resin allows to obtain accurate modal composition while avoiding any preferential sedimentation of the particles compared to the others studied resins.

Keywords: polished section preparation, optical reflected microscopy, epoxy resins, quantitative automated mineralogy.

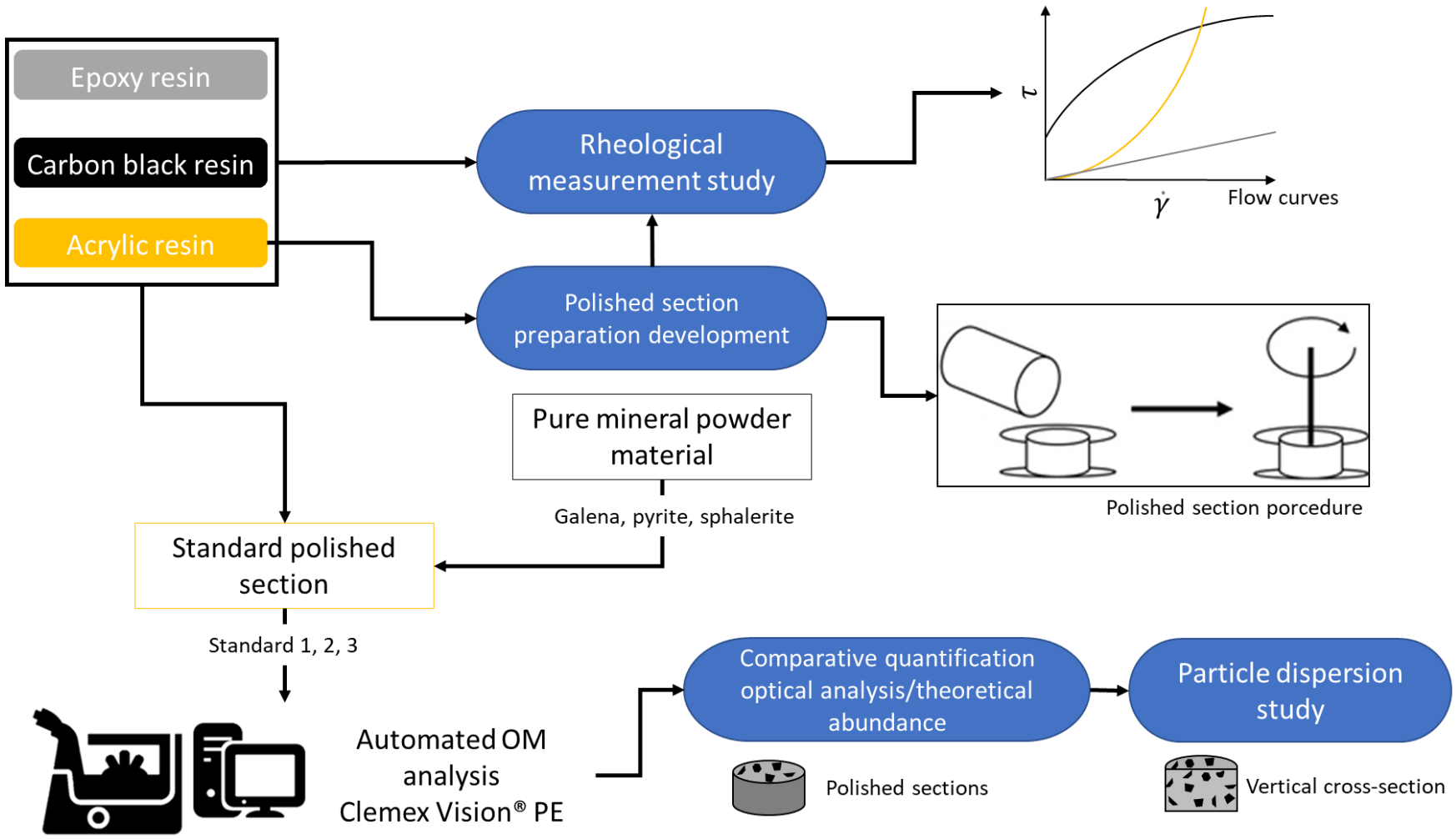


Figure D.1 Graphical abstract of the global methodology used in the study.

D.1 INTRODUCTION

Automated mineralogy is an analytical technique used increasingly in mining and mineral processing, especially for geometallurgical purposes e.g., (Dominy et al., 2018; Hoal et al., 2013; Zhou and Gu, 2016). It is used to quantify mineralogical properties such as modal mineralogy, granulo-mineralogy (size distribution of each mineral phase), elemental deportment, and texture information (mineral liberation, mineral association, shape of particles). The most common automated mineralogy systems (e.g., QEMSCAN©, MLA©, TIMA©) were developed according to the technique of the scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive spectroscopy (EDS) e.g., (Ayling et al., 2012; Fandrich et al., 2007; Graham et al., 2015; Hrstka et al., 2018). However, these devices represent both high capital and operational costs for some mining companies. Mineralogical characterization of ore, which is vital for efficient geometallurgical planning, needs an alternative automated mineralogy instrument based on a more affordable technique. Automated reflected optical microscopy (OM) can meet some specific demands of the mining industry (Chopard et al., 2019; López-Benito et al., 2020; Pirard et al., 2008; Pirard and Bertholet, 2000).

Regarding the increasing use of automated mineralogical analysis for mining projects, it has become essential to acquire representative results either from SEM-EDS-based automated mineralogy or from optical microscopy-based automated mineralogy. The polished section (PS) is the main format used to perform automated mineralogical analysis (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018); however, inadequate preparation can provide biased mineralogical quantification, unrepresentative mineralogical quantification results, which can lead to poor decision making during mineral processing and more widely geometallurgical programs.

The aim of this work is to introduce the fast-hardening acrylic resin as a novel preparation technique developed for PS. To the best of the authors' knowledge, acrylic resin is new for PS preparation; no study has yet proposed to use this resin to prepare powdered mineral samples in PS for automated mineralogical analysis. Furthermore, the specific bubbled matrix that gives the acrylic resin during its fast hardening allows an easier particle detection of mineral particles (including transparent particle) by human eye user under reflected OM compared to regular resin preparation (epoxy and carbon resins). A deep learning algorithm has been developed for the

optical detection of minerals particles with the acrylic resin protocol and presented in the part 2 of this present work.

Two regular resin preparations (epoxy and carbon resin) were compared to this new acrylic resin through rheological analysis, mineral abundance quantification according to standard mineral samples, and assessment of the optimal particle dispersion capacity through PS by using automated OM analysis.

D.2 BACKGROUND OF THE STUDY: OPTIMAL DISPERSION OF PARTICLES THROUGH POLISHED SECTIONS

The most common preparation method for PS consists of mixing an epoxy resin with the mineral sample, a hardener, and a powder carbon filler (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018). This mixture is placed in a plastic mold and, after hardening, the surface where the exposed mineral particles are located is polished. The main source of error related to the preparation of PS is the preferential particle sedimentation effect (Jackson et al., 1984; Roisi and Aasly, 2018); the agglomeration of particles is also problematic but is not discussed in the present paper. The coarsest and/or densest mineral particles are preferably found at the bottom of the mold. The degree of segregation depends on the density contrast of the different mineral particles in the sample and on the viscosity of the resin. This phenomenon can be modelled using Stokes' law (Mermillod-Blondin et al., 2011) (equation D.1). The resin–hardener–powder system can be considered non-turbulent flow (mineral particles coarser than the molecules constituting the resin).

$$v_s = \frac{d^2}{18\eta}\left(\rho_p - \rho_r\right)g \qquad (D.1)$$

- v_s: particle sedimentation rate (cm/s);
- d: diameter of the particle (cm);
- η: dynamic viscosity of the resin (Pa.s);
- ρ_p: density of the particle (g/cm^3);
- ρ_r: density of the resin (g/cm^3); and

- g: gravitational acceleration (cm/s^2).

Before the mixture has totally cured, the heavier particles will sink to the bottom of the PS faster than the lighter particles. The heaviest phases will then dominate the surface of the finished PS and will therefore be overestimated during microscopic analyses (Bouzahzah et al., 2015; Jackson et al., 1984; Mermillod-Blondin et al., 2011; Pooler and Dold, 2017; Roisi and Aasly, 2018).

Excluding the influence of particle density, studies from Heinig et al. (2015) claim that an increase in the epoxy–sample ratio amplifies the harmful segregation effect. Therefore, an increase in the amount of epoxy resin during preparation biases the representativity of PS. In addition, an un-sieved sample (where the particle size distribution of the sample may be wide) also contributes to a greater sedimentation effect (Kwitko-Ribeiro, 2012; Lastra and Paktunc, 2016). Indeed, according to equation D.1, particle size influences the particle sedimentation in the PS by a square factor: the larger the particle size, the more biased the PS. A sizing preparation (consisting of fractioning a sample into several size fractions) performed on a sample, which reduces the particle size disparity for each PS, can reduce the preferential sedimentation and thus decrease the bias.

To evaluate this preferential sedimentation effect, a common technique is to prepare a vertical cross-section (or transverse cross-section) (Figure D.2). The premise of this process is to first mold a regular PS, and then to cut it perpendicularly to the bottom surface, flip it 90°, and mold it again (Butcher, 2010; Donskoi et al., 2018; Pooler and Dold, 2017; Roisi and Aasly, 2018).

Few studies have proposed an advanced quantification of dispersion on a cross-section to better understand and evaluate this preferential sedimentation effect (Butcher, 2010; Donskoi et al., 2018; Pooler and Dold, 2017; Roisi and Aasly, 2018). Some authors have proposed the analysis of cross-sections to obtain a better representativeness of the sample when there is a significant difference in density between the particles and the resin (Donskoi et al., 2018; Kwitko-Ribeiro, 2011; Pooler and Dold, 2017). However, this approach increases the time required for sample preparation. This approach may be incompatible with the needs of the mining industry, which requires fast PS preparation for routine mineralogical characterization. An effective recipe for PS preparation has not yet been established and/or universally used. Furthermore, only epoxy resins with carbon filler powder have been well studied in terms of the impact on the representativeness of powder samples (Roisi and Aasly, 2018).

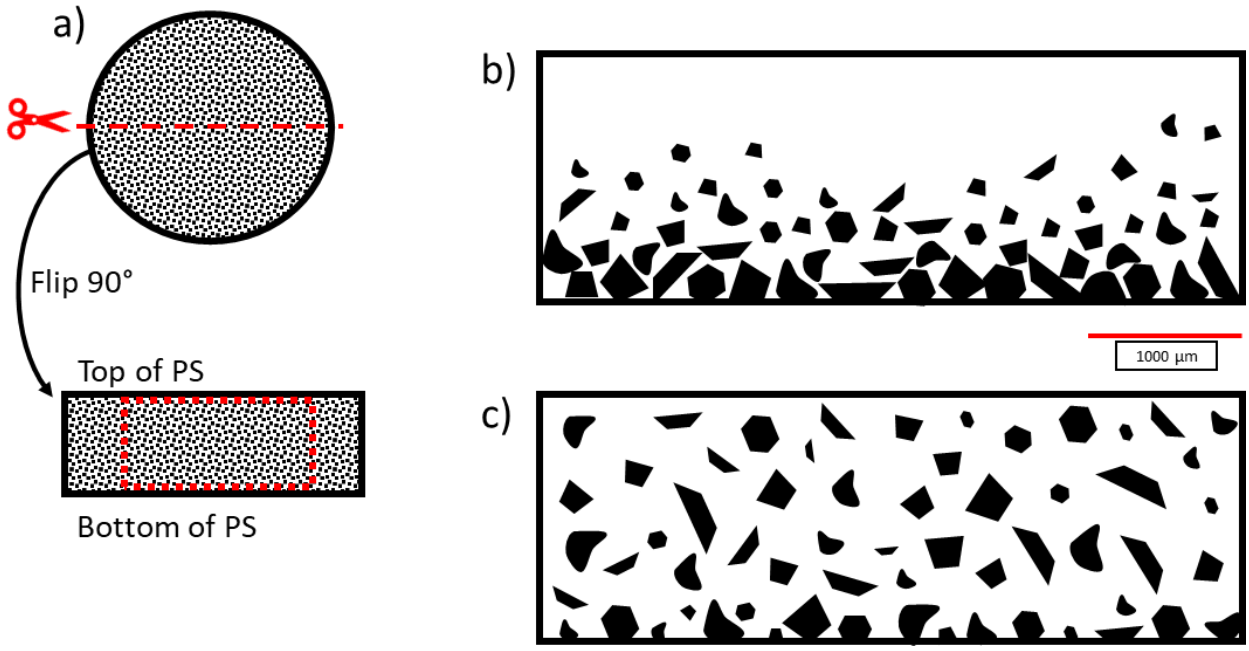


Figure D.2. Manufacturing method for a polished vertical cross-section and observation of the dispersion of mineral particles: a) red square of polished vertical cross-section is the observation zone shown in b) and c); b) preferential sedimentation of particles; and c) optimal dispersion of particles.

D.3 MATERIALS AND METHODS

D.3.1 POLISHED SECTION PREPARATION PROTOCOL

The studied resins include epoxy resin, carbon resin, and acrylic resin, with a special focus on the acrylic resin. All the resin preparation kits used in this study were acquired from the supplier Struers©: Epofix© for the epoxy resin protocol, the nano carbon Printex XE2© from EVONIK industries for the carbon resin protocol, and VersoCit-2 Kit© for the acrylic resin.

The regular protocol was used for preparing PS with the epoxy resin (Epofix© from Struers supplier); this protocol consisted of mixing 15 mL of resin and 2 mL of hardener (Epofix© hardener) for one PS. The resin–hardener mixture was added to the powdered mineral sample in a plastic mold. The resin–hardener–powder sample was then mixed homogeneously with a stick in the mold to generate an optimal dispersion and deagglomeration of the particles through the PS. The preparation was then left to stand for eight hours to cure the resin; this included a 15 min degas

vacuum step. Many studies have found that this resin protocol results in preferential sedimentation of mineral particles at the bottom of the PS (Bouzahzah et al., 2015; Lastra and Paktunc, 2016; Mermillod-Blondin et al., 2011). Consequently, this resin was compared with the other resins studied as an example to be avoided.

The carbon resin protocol implemented in this study was developed by Bouzahzah et al. (2015). The protocol consists of adding nano-carbon to the epoxy resin to densify it. The epoxy resin protocol described above was modified accordingly: 0.4 g of the nano-carbon was added into 15 mL of epoxy resin. The new mixture was then homogenized with a mechanical shaker for 3–4 h (300 rotations per minute). After checking the homogeneity of the mixture, 2 mL of hardener from the Epofix© kit was added. The remaining steps (mixing with the powdered sample in the plastic mold and hardening) were the same as for the epoxy resin protocol. This protocol allowed for both the disaggregation of particles and the elimination of sedimentation (Bouzahzah et al., 2015). This protocol is considered to be very similar to the most recommended PS protocol for mineral powder preparation geared toward automated mineralogical analysis: epoxy resin filled with carbon minerals (graphite) (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018). The carbon resin was compared to the new acrylic resin as an example to achieve regarding the optimal dispersion of mineral particles.

The composition of the acrylic resin is comprised of methacrylate polymer, dibenzoyl peroxide, and methyl 2-methylprop-2-enoate (Struers Lcc, 2022). One of the greatest advantages of using acrylic resin for PS preparation is its fast hardening. A PS preparation with acrylic resin is ready to be polished after 10 min of hardening, compared to the total cure time of 8 h required for other resins regularly used for PS preparation (epoxy resin) (Bouzahzah et al., 2015). This fast hardening of the acrylic resin allows the production of a PS ready to be analyzed by automated mineralogical analysis in less than 3 h (including PS preparation and polishing steps), compared to more than 10 h with a regular epoxy resin. The regular PS preparation protocol sometimes requires leaving the PS to cure for 24 h before the polishing steps (Roisi and Aasly, 2018).

The acrylic resin protocol was adapted from the protocol originally provided by the supplier Struers©. The original protocol consisted of mixing a liquid and a powder component according to the volume ratio 1:2. For the manufacture of PS with a powdered mineral sample, the new protocol is presented in Figure D.3. This optimal protocol consisted of mixing 10 mL of the powder

component into 5 mL of the liquid component (Figure D.3-a). The acrylic mixture was then mixed for 30 s in a container to adequately dissolve the powder into the liquid to obtain a homogenous liquid, as recommended by the supplier. This acrylic resin mixture was poured into the PS mold before the powdered mineral sample was added (Figure D.3-c). The aim of this step was to avoid any agglomeration at the bottom of PS and to allow an optimal dispersion of the powdered mineral sample through the PS. The acrylic resin–mineral sample mixture was then mixed with a stick for approximately 3.5 min (Figure D.3-d). This step was essential to avoid the unwanted preferential sedimentation of particles by ensuring that the acrylic resin had the appropriate viscosity during hardening. The acrylic resin–mineral sample mixture was thus homogeneously dispersed through the PS. After a hardening time of approximately 10 min, the PS was demolded and polished.

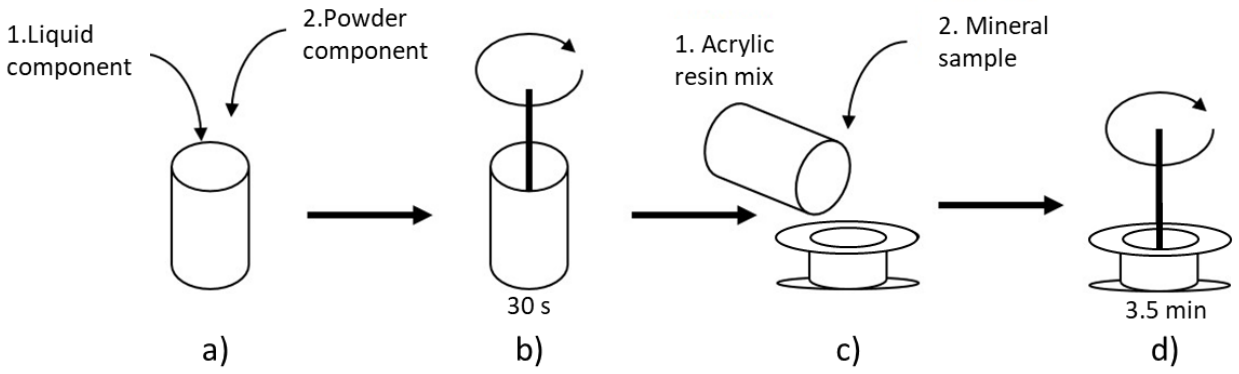


Figure D.3 Acrylic resin preparation procedure developed: a) addition of the liquid component of the acrylic resin followed by the powder component (5 mL liquid + 10 mL powder); b) mix the acrylic resin mixture for 30 s; c) deposition of the acrylic resin mixture and then the mineral sample (powder or granules) into a PS mold; and d) mix the sample and the resin in the PS for approximately 3 min and 30 s (until the beginning of hardening is detected), then wait for complete hardening (less than 10 min).

After the total hardening of the PS sample, a polishing step was performed with the automated polishing system Tegrapol 11© from the supplier Struers©. The regular polishing method used for each PS resin preparation consisted of six steps using different polishing discs with different features and polishing liquids (Table D.1).

Table D.1 Polishing procedure steps used for the preparation of PS using Tegrapol 11©

Step	Polishing disc	Polishing liquid	Polishing time (min)	Force (N)	Rotation per min
1	MD-Piano 120	Water	0.5	60	150
2	MD-Piano 500	Water	1	60	150
3	MD-Piano 1200	Water	6	60	150
4	MD-Largo	Diamond liquid DiaPro 9 µm	30	30	150
5	MD-Dac	Diamond liquid DiaDuo 3 µm	30	30	150
6	MD-Pau	Diamond liquid DiaDuo 1 µm	30	30	150

D.3.2 POLISHED SECTION SAMPLES

Several powdered mineral materials were selected to manufacture PS standards with the studied resins, including typical pure sulfides and silicates: galena (PbS), pyrite (FeS_2), sphalerite (ZnS). These minerals were used in previous studies (Bouzahzah et al., 2015; Bouzahzah et al., 2008; Chopard et al., 2019; Chopard et al., 2015) during which the purity was evaluated and determined to be sufficient. Each mineral powder was calibrated according to particle size between 25 and 75 µm.

Each mineral mix standard was designed to have various controlled theoretical mineral abundances expressed in volume percentage (Vol. %). The control of these theoretical mineral abundances was performed using the Delesse principle (Delesse, 1866). This principle states that the proportions of particles are equal to the surface proportions observed in the PS. Thus, knowing the density of each mineral, the volume proportion of each mineral was controlled by the mass used to create the mineral mix standards.

The mineral masses used to obtain the desired theoretical mineralogical abundance are provided in Table D.2, expressed in Vol. %. The mineral mix standards 1, 2, and 3 were used to manufacture the related PS standard according to the PS protocol for each of the studied resins, as described in section D.3.1. A total of nine PS standards were thus manufactured: three PS standards for each resin. These PS standards were analyzed by automated OM to determine the mineral abundances and compare these results to the theoretical mineral abundances. The mineral species used to

manufacture the PS standard allowed mineralogical quantification to be performed by a grey thresholding on a single spectral image with the automated OM (Table D.2). According to the reflectance spectra of galena, pyrite, and sphalerite, the use of a single wavelength at 585 nm was sufficient to properly discriminate the mineral particles occurring in the PS standards (described in section D.3.4). Furthermore, the density of the selected minerals allowed the examination of a mineral sample with a wide range of particle density, where preferential sedimentation would be expected to occur in the PS. These PS standards were also used to make vertical cross-sections for particle dispersion studies (described in section D.3.4)

Table D.2 Theoretical mineralogical abundances and mineral masses of the manufactured PS standards.

Mineral		**Galena (PbS)**	**Pyrite (FeS_2)**	**Sphalerite (ZnS)**	**Total**
Grey thresholding 585 nm (automated optical analysis)		110–162	163–233	71–109	-
Theoretical density		7.4	5.02	4.05	-
Standard 1	Vol. %	30	30	40	100
	Mass (g)	0.42	0.28	0.3	1
Standard 2	Vol. %	30	40	30%	100
	Mass (g)	0.41	0.37	0.22	1
Standard 3	Vol. %	40	30	30	100
	Mass (g)	0.52	0.27	0.21	1

D.3.3 RHEOLOGICAL MEASUREMENT STUDY

The rheological study was performed with an AR 20000 rotary rheometer from TA Instrument (TA Instruments, 2006). Two different geometries were used to perform the measurements on the studied resins: crosshead for the epoxy and carbon resins, and planar for the acrylic resin. This device can perform shear tests by controlling a shear rate ($\dot{\gamma}$) on the resin to determine its rheological behavior, including the flow curves and viscosity curves. This measurement was controlled by the software Rheological data analysis advantage (TA Instruments, 2006), allowing the instrument to carry out many adjustments with precision. This software was

also used to process the data and to apply adjustments for the purpose of model behavior determination, including the rheological parameters of each resin studied.

The principle of the rheological measurement analysis conducted on the studied resins consisted of shearing the resin at a low and constant speed of rotation and recording the evolution of the resistance of the resin as a function of time. This approach allowed the flow and viscosity curves of the resins to be plotted. The final aim of this rheological study was to compare the viscosity and rheological behavior of each resin and determine its effect on the sedimentation of the mineral particles through a PS.

The "steady state flow step" procedure was applied to perform the shear test and obtain the rheological analysis of the resins studied with the rheometer. It consisted of applying a constant shear rate ($\dot{\gamma}$; expressed in s^{-1}) on the resin with an automatic increment of the value at the equilibrium point corresponding to the stabilization or response time, after which the measurements were made (Kalonji, 2016). A total of three replicates was performed for each of the studied resins. A decreasing shear rate was applied only for the epoxy and carbon resins. This procedure allowed smoother curves to be obtained with more accurate modelling (Kalonji, 2016). An increment of 10 s^{-1} was used during the shear test between $1\ s^{-1} \leq \dot{\gamma} \leq\ 100\ s^{-1}$ for a total of 10 measurements with a constant normal stress of 0.32 Pa. An increasing shear rate test was performed on the acrylic resin with the same measurement parameters to account for its fast-hardening feature.

All the replicates were then merged using the rheometer software to obtain an average flow curve for each of the studied resins. After smoothing the curves (deleting of invalid measurement points), the flow curves for each resin were determined and compared. A model adjustment was applied to each curve to determine the rheological parameters of each resin. The model in the software that provided the best fit was applied to obtain the closest model behavior according to the data by computing the standard error. The standard error was computed by the software using the least squares method (equation D.2), where a standard error is considered as acceptable when its value is less than 20 ‰ (TA Instruments, 2006).

$$Standard\ error\ (‰) = \frac{\sqrt{\sum \frac{(x_m - x_c)^2}{N-2}}}{range} \times 1000 \qquad (D.2)$$

- x_m: experimental value of the point;

- x_c: computed value of the point from the equation of the selected model;
- N: total number of point measurements; and
- $range$: difference between the maximum and minimum measured values.

The best fitting model obtained for each of the studied resins is presented in section D.4.1. After the determination of the best model for the rheological behavior with its related rheological parameters, the dynamic viscosity of each resin was determined by comparing its viscosity and flow curve values.

The sedimentation rate and the related distance of sedimentation traveled through each resin for hypothetical mineral particles were determined according to Stokes's law (equation D.1). Several mineral species (galena, pyrite, sphalerite, and quartz) at various particle sizes between 1 µm and 3 mm were illustrated to compute this value. The aim was to verify whether a particle originally placed at the top of a PS (such as when dispersion is produced with the stick during the PS protocol) can reach the bottom of the PS during the hardening time of the resin. If the maximum distance traveled through the PS was reached, it was considered that preferential sedimentation of the particle could occur in the PS with the relevant resin. If not, it was considered that the resin and the PS protocol allowed an optimal dispersion of the mineral particles.

D.3.4 AUTOMATED OPTICAL MINERALOGICAL ANALYSIS

The automated mineralogical analysis was performed with an inverted reflected OM Leica DMi8 connected to a local computer with the Clemex Vision® Professional Edition (PE) software package. This software allowed the control of the automated motorized stage and an optical camera. The camera was a digital Lumenera Lt965R equipped with a Sony ICX814 CCD color image sensor allowing a recorded pixel array of 3376 × 2704 = 9.1 megapixels. The automated OM device was also equipped with several filter cubes arranged in a motorized filter turret. This specific equipment allowed optical multispectral image analysis to be performed with the Clemex Vision® PE software for automated mineralogical quantification in this study.

The Clemex Vision® PE software was used with the automated OM device to perform mineralogical quantifications on PS standards (standards 1, 2, and 3) and related vertical cross-sections manufactured according to the PS preparation protocol for each of the studied resins. The

aim was to study the impact of the resin preparation protocols (particularly acrylic resin) on the resulting mineralogical representativity in the PS. The methodology is described in this section.

The software allows analysis routines to be built based on optical image acquisition and subsequent image processing (Chopard et al., 2019; Lane et al., 2008). The principle of the routine developed for the studied PS standards consisted of a grey thresholding process on the multispectral image acquired of the PS by the automated OM device. The 585 nm filter was used to properly discriminate the opaque minerals occurring in the studied PS standards. The principle of the built routine is as follows:

- Acquire the 585 nm spectral images field corresponding to the full surface of the PS studied.
- The particles occurring on each spectral image were first localized by applying a grey thresholding value greater than 71. Each pixel of the opaque particles was thus detected and attributed to a first pixel category called ‘particle’ bitplane.
- A second thresholding operation was conducted on the same image and each pixel with a thresholding value between the values provided in Table D.2 according to the mineral species was attributed to new mineral bitplanes: galena, pyrite, sphalerite.
- The developed routine includes an algorithm instruction allowing each ‘particle’ bitplane to be attributed to the appropriate mineral species if the mineral pixel bitplanes occupy a sufficient area on the ‘particle’ bitplane (> 50% of the area). The routine allows a segmented image to be obtained in which each pixel on the image acquired by the automated OM is mineralogically identified (Figure D.4).

If a ‘particle’ bitplane did not receive a mineralogical attribution (the mineral pixel bitplane occurring in the particle does not occupy an area > 50%), the particle was attributed as an unclassified bitplane. It was considered that a mineral abundance quantification with more than 5 Vol. % of unclassified particles indicated that the mineralogical quantification provided by the automated OM was not efficient.

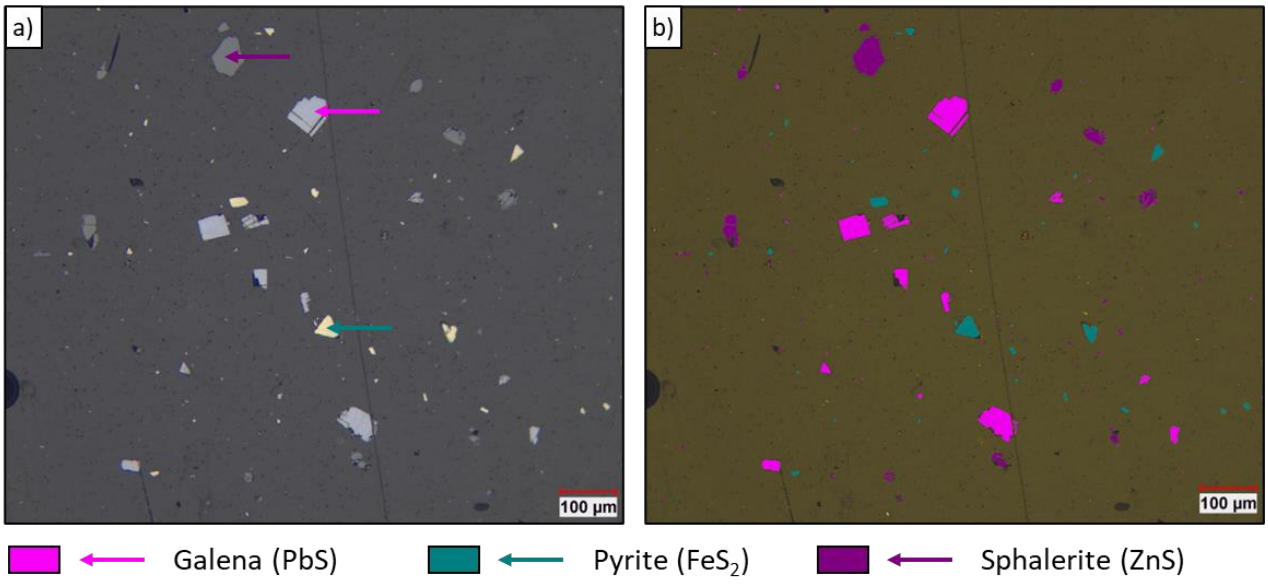


Figure D.4 a) Photomicrograph in reflected plane-polarized light where the mineral particles are annotated by the mineralogist and b) related segmented image obtained with the automated optical microscope using Clemex Vision PE® and the 585nm filter.

For each mineral particle identified on the obtained segmented images, the routine allowed the surface area occupied by each mineral species to be quantified and a mineralogical abundance and count of the number of particles for each quantified mineral species to be obtained. The particle size of each mineral particle was also quantified by an image analysis procedure called 'Outer diameter' (Outerdiam). This measurement refers to the diameter of a circle centered on the centroid of the detected particle whose range extends to the object's edge farthest from the centroid. This approach does not provide an unbiased particle size measurement such as the phase specific surface area method (DPSSA) (Howard and Reed, 2004; Sutherland, 2007). This quantification can provide particle size curves, unlike the DPSSA method, which can only provide unbiased mean grain size measurements. Outerdiam was thus used only to qualitatively compare the particle size of each mineral particle.

The mineral abundance quantification (and comparison with theoretical mineral abundances) combined with the particle size and particle count of mineral particles provided an understanding of the phenomenon of particle sedimentation that occurred in the PS according to each of the studied resins. If the automated OM provided very different mineralogical quantification compared to the theoretical mineral abundance of the standard (more than 5 Vol. %), it was suspected that the resin and its related protocol skewed the results, implying a biased PS preparation.

In addition to quantifying the surfaces of the PS to evaluate by automated OM a possible over/underrepresentation of certain mineral particles, vertical cross-sections were prepared to better quantify the particle sedimentation by quantifying the localization of the particles through the PS. To illustrate the study, only the results from standard 2 are presented in section D.4.3.

For the specific particle dispersion quantification study, the Y centroid (Ycent) quantification algorithmic instruction was added to the developed routine. Ycent represents the axis of dispersion of the particles through the PS, where Ycent = 0 means that the particle is located very close to the bottom of the PS. For each vertical cross-section PS analyzed, an Excel table containing the localization data from the automated mineralogical quantification process was extracted. According to these data, a table was constructed to summarize the count of quantified particles, including the means and standard deviations of the particle size measurement for each identified mineral species. Furthermore, several visual graphs were produced using the Matlab® software (version R2021b) to study the particle dispersion through the PS with the different resins. This graphical study included two types of graphs:

- histograms of particle frequencies according to the Ycent dispersion axis and the mineralogical species; and
- graphs of mean particle size and standard deviation of particle size as a function of Ycent for each of the studied resins.

The latter graphs were obtained by first ranking particles as a function of Ycent, and second, segmenting the ranked particles by group of 'step' on which the mean particle size and standard deviation of particle size were computed and plotted against the mean Ycent.

D.4 RESULTS AND DISCUSSIONS

D.4.1 RHEOLOGICAL RESULTS

Figure D.4 shows the rheological behavior curves of the studied resins according to the merge of the several rheological measurements conducted with the AR 20000 rheometer. The flow curves (Figure D.5-a) showed different rheological behavior between the resins. The epoxy resin showed a Newtonian fluid behavior where the shear stress τ is linearly related to shear rate $\dot{\gamma}$;

hence, its dynamic viscosity is invariable (Figure D.5-b). The carbon resin showed a rheo-fluidifier non-Newtonian fluid behavior with a non-linear flow curve (Figure D.5-a), including a yield stress at $\tau_0 = 24.38\ Pa$. The acrylic resin also had a non-linear flow curve: a non-Newtonian fluid but with the behavior of a rheo-thickener fluid (Figure D.5-a) and no yield stress such as a law power behavior. Regarding the viscosity curves (Figure D.5-b), the epoxy resin (a Newtonian fluid) had a constant viscosity $\eta = 0.48\ Pa.s$. The other resins had a more complex viscosity behavior during shearing test assays. The carbon resin had a maximum viscosity at the end of the shearing test (at the minimum shear rate during the assay) with a value of $\eta = 36.5\ Pa.s$. The viscosity decreased quickly when the shear rate increased to stabilize at about $\eta = 2\ Pa.s$. Regarding the acrylic resin viscosity curve, the viscosity was at a minimum at the beginning of the shearing test ($\eta = 0.24\ Pa.s$) and increased with the time of the assay when the shear rate was at a maximum at $\eta = 14.73\ Pa.s$ (an increasing shear rate procedure was conducted for the acrylic resin).

Regarding the fast hardening of the studied acrylic resin, it was observed that the viscosity of the resin changed rapidly during the developed preparation protocol: when the liquid and powder components were mixed, the mixture seemed to exhibit a Newtonian fluid behavior with a weak viscosity; then during mixing of the resin–mineral powder sample mixture in the PS with a stick, the viscosity of the resin–sample mixture rapidly increased towards the end of the shear test. The analysis cannot attribute this increasing viscosity of the acrylic resin to the fast hardening of the resin during the shear rate assay. The obtained rheological measurements prove that the acrylic resin can have a high viscosity during hardening with a culmination at 220 s (end of the shear test). The acrylic resin protocol was developed according to this observed peak of viscosity and analyzed during the rheological measurement. Consequently, a dynamic viscosity of $\eta = 14.73\ Pa.s$ was defined for the acrylic resin.

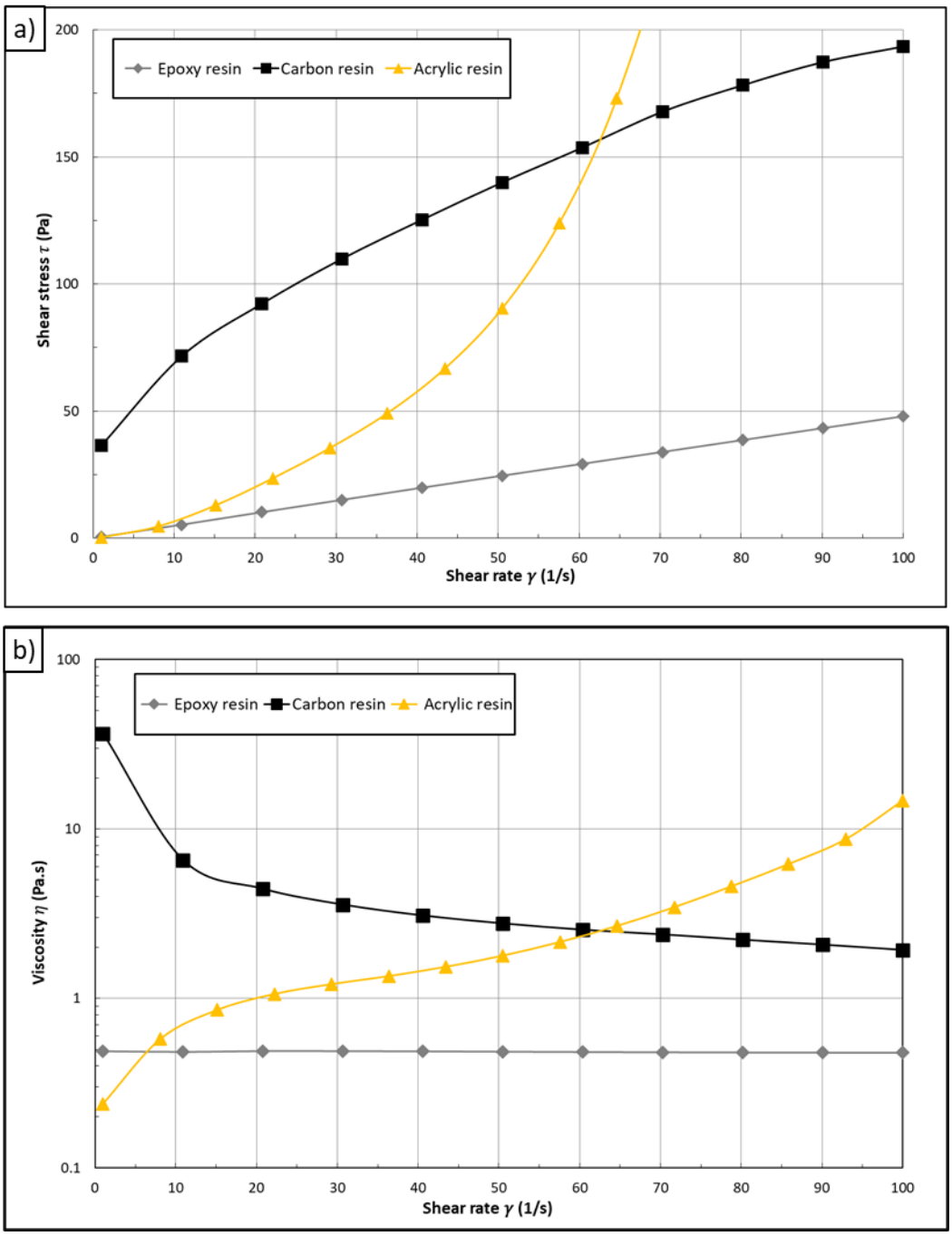


Figure D.5 Rheological behavior curves obtained for the studied resins: a) flow curves and b) viscosity curves.

Several rheological models were applied to the obtained curves using the rheometer software to determine the rheological parameters of each of the studied resins. First, the Newton model (equation D.3) applied to the epoxy resin curve provided a standard error computation of 4.18‰,

indicating acceptable modelling. Table D.3 presents the rheological parameters computed by the software with a dynamic viscosity of 0.48 Pa.s.

$$\tau = \eta \times \dot{\gamma} \qquad (D.3)$$

Table D.3 Rheological parameters of the epoxy resin according to a Newton model.

Newton model	**Epoxy resin**
Dynamic viscosity η (Pa.s)	0.48
Standard error (‰)	4.18

For the carbon resin, several models were applied to the flow curve with acceptable standard error values (< 20‰): Sisko model, Cross model, and Herschell Bulkley model. Regarding the flow curve behavior determination, a rheo-fluidifier with yield stress, the model Herschell Bulkley was preferentially applied (equation D.4) with the rheological parameters presented in Table D.4.

$$\tau = \tau_{0HB} + K_{HB} \times \dot{\gamma}^{n} \qquad (D.4)$$

Table D.4 Rheological parameters of the carbon resin according to a Herschell Buckley model.

Herschell Buckley model	**Carbon resin**
Yield stress τ_{0HB} (Pa)	24.38
Herschell Buckley consistency index K_{HB} (Pa.s^n)	11.64
Shear rate index n (Pa.s)	0.59
Standard error (‰)	9.476

The acrylic resin had a particular flow curve that followed a power law. Similar to the carbon resin, several models were applied (Sisko, Cross, and Herschell Bulkley), but each model resulted in a poor standard error value (> 20‰). The power law or Ostwald-De Waele model (equation D.5) was the only model that provided the lowest standard error value (37.61‰), even though this value may not be acceptable. Table D.5 presents the rheological parameters of the acrylic resin.

$$\tau = K \times \dot{\gamma}^{n} \qquad (D.5)$$

Table D.5 Rheological parameters of the acrylic resin according to a Ostwald-De Waele modelling.

Cross model	**Acrylic resin**
Consistency index K(Pa.s^n)	3.14E-9
Rate index n	5.825
Standard error (‰)	37.61

Except for the epoxy resin (with a dynamic viscosity of 0.48 Pa.s), the applied models did not provide an accurate value of the dynamic viscosity of the studied resins that could be used to simulate the sedimentation of the particles through the PS. Nevertheless, according to the obtained modelling, the carbon resin had an initial resistance to particle sedimentation of about 24.38 Pa, while the acrylic resin did not have any initial resistance. Once this threshold was reached, the carbon resin had a constant K_{HB} of about 11.64 Pa.s, which also opposed the sedimentation of the particles, compared to the value of 3.14E-9 Pa.s for the acrylic resin. The viscosity of the carbon resin can be linked to this constant K_{HB}. However, it was mentioned that the viscosity of the acrylic resin seemed to be related to the fast hardening. A viscosity of 14.73 Pa.s was measured during the shear test and it corresponded to a hardening time of about 3.5 min. This time corresponds to the moment where homogeneous particle dispersion was halted in the PS mold during the preparation protocol developed with the acrylic resin (see section D.3.1).

Table D.6 presents the parameter values used to simulate the sedimentation of particles through the PS according to the studied resins and viscosity values previously obtained. The maximum sedimentation distance was defined according to the maximum Ycent value of the particle, which was observed during the automated OM analysis provided on vertical cross-section PS studied in section D.4.3. A time of 2.5h was chosen for the epoxy and carbon resins and corresponds to the moment where the resins began to harden (Bouzahzah et al., 2015) and the sedimentation of the particles began. The hardening time of 390 s for the acrylic resin corresponds to the total hardening time of the resin when the particles began sedimentation after homogeneous dispersion was conducted during the developed PS preparation protocol. The results are illustrated according to the percentage of sedimentation distance traveled by the particles into the different resins and the particle size. If a given mineral particle at a given particle size traveled 100% of sedimentation into a given resin, it means that the particle reached the bottom of the manufactured PS. Furthermore,

it was considered that the same particle under the same conditions (same resin, same mineral species) at a coarser particle size also reached the bottom of the PS.

Table D.6 Parameter values used to simulate the sedimentation of particles through the PS for each of the studied resins.

Resin	**Sedimentation distance max (µm)**	**Density of the resin ρ_r (g/cm$^{3)}$**	**Dynamic viscosity resin η (Pa.s)**	**Hardening time (s)**
Epoxy resin	10,000	1.1	0.48	9,000 (~2.5h)
Carbon resin	10,000	1.1	11.64	9,000 (~2.5h)
Acrylic resin	12,000	1.1	14.73	390 (~6.5min)

Figure D.6 shows the distance of sedimentation traveled by the different particles into the studied resin computed according to Stokes' law (equation D.1). The epoxy resin showed that the maximum distance of sedimentation (100% indicating that the particle reached the bottom of the PS) could be reached at the finest particle size for all studied mineral species. Indeed, a galena particle reached the bottom of the PS with a particle size of 40 µm: 50 µm for a pyrite particle, 60 µm for a sphalerite particle, and 90 µm for a quartz particle. The pyrite and sphalerite particles reached the bottom of the PS with a particle size of ~300 µm in the carbon resin. In the same resin, a galena particle reached the bottom of the PS with a finer particle size of ~200 µm and a quartz particle with a coarser particle size of 400 µm. For the acrylic resin, the results showed that the maximum distance of sedimentation could be reached at a coarser particle size for all studied mineral species: the particles of galena, pyrite, and sphalerite reached the bottom of the PS with a particle size of 2 mm, and the quartz particle reached the bottom of the PS with a coarser particle size of 3 mm.

According to the simple sedimentation computations provided for the various mineral species, optimal particle dispersion could occur through the PS in carbon and acrylic resin, even for coarse particles, while only fine particles could reach the bottom of the PS in epoxy resin. These results confirm the preferential sedimentation that occurs in epoxy resin and the optimal particle dispersion that occurs in carbon resin (Bouzahzah et al., 2015; Lastra and Paktunc, 2016). Furthermore, this study showed that a similar particle dispersion to the carbon resin can occur in acrylic resin at an even coarser particle size. The similar viscosity value measured for these two resins explains the

capacity to provide a sedimentation rate less important for coarser particles. The comparison with the particle dispersion study proposed in the next section will allow this hypothesis to be confirmed.

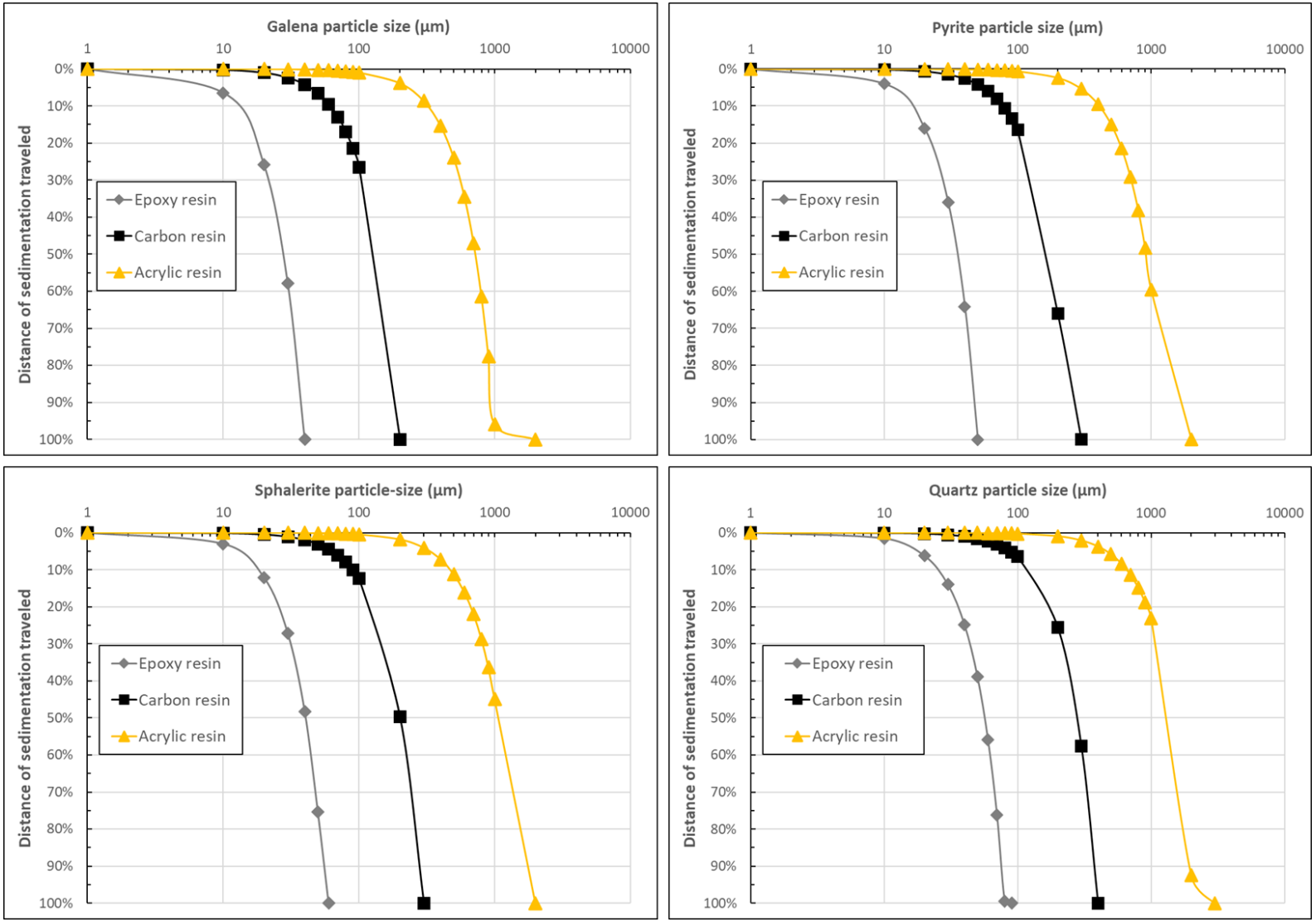


Figure D.6 Distance of sedimentation traveled into the studied resins for various particle sizes computed according to Stokes' law (equation D.1) for galena, pyrite, sphalerite, and quartz particles.

D.4.2 MINERAL ABUNDANCE QUANTIFICATION BETWEEN THE STUDIED RESINS

Table D.7 presents the mineral particle count obtained during the mineralogical quantification performed on standard by the automated OM. The related mineral abundance quantification results are illustrated in Figure D.7.

Table D.7 Particle count, according to the studied resins and the mineral species measured on PS from standards 1, 2, and 3.

Resin type	**Mineral**	**Particle count**		
		Standard 1	**Standard 2**	**Standard 3**
Epoxy resin	Galena (PbS)	90,619	177,742	193,963
	Pyrite (FeS_2)	63,240	157,534	170,516
	Sphalerite (ZnS)	253,819	295,216	317,203
	Total	407,678	630,492	681,682
Carbon resin	Galena (PbS)	19,523	20,512	22,789
	Pyrite (FeS_2)	12,359	10,627	7,333
	Sphalerite (ZnS)	41,338	28,017	25,414
	Total	73,220	59,156	55,536
Acrylic resin	Galena (PbS)	14,224	17,996	20,319
	Pyrite (FeS_2)	13,822	12,580	9,979
	Sphalerite (ZnS)	42,007	32,942	31,752
	Total	70,053	63,518	62,050

The epoxy resin PS exhibited the highest particle count compared to the two other resins for all standards. The epoxy resin generally exposed more than 600,000 particles on the analyzed surface of the PS (expect for the standard 1, which exposed more than 400,000 particles) (Table D.7). This feature can be explained by the behavior of the epoxy resin, which allowed a maximum number of particles to settle toward the bottom of the PS. The carbon and acrylic resins provided similar mineral particle counts for each of the standards, with a difference of few thousand particles. Consequently, these resins seemed to have a similar behavior regarding the settling of particles into the PS.

All mineralogical abundance estimations provided by the automated OM resulted in mineralogical quantification totals of less than 100%. The difference corresponds to the unclassified particles quantified by the automated OM. All the results generated an unclassified quantification of less than 5 Vol. %, indicating an acceptable mineralogical identification of the particles by the automated OM device (Figure D.7).

The epoxy resin tended to widely underestimate the galena quantification for all studied standards. A systematic underestimation of galena quantification is presented for the epoxy resin with a difference of more than 10 Vol. % for each standard. For the carbon and acrylic resins, the galena was systematically overestimated for the three standards with an overestimation of more than 5 Vol. % for carbon resin, including more than 8 Vol. % for standard 1 and around 10 Vol. % for standards 2 and 3. The acrylic resin presented similar behavior but with a less pronounced overestimation: the galena was overestimated at around 5 Vol. % or less for all studied standards (Figure D.7).

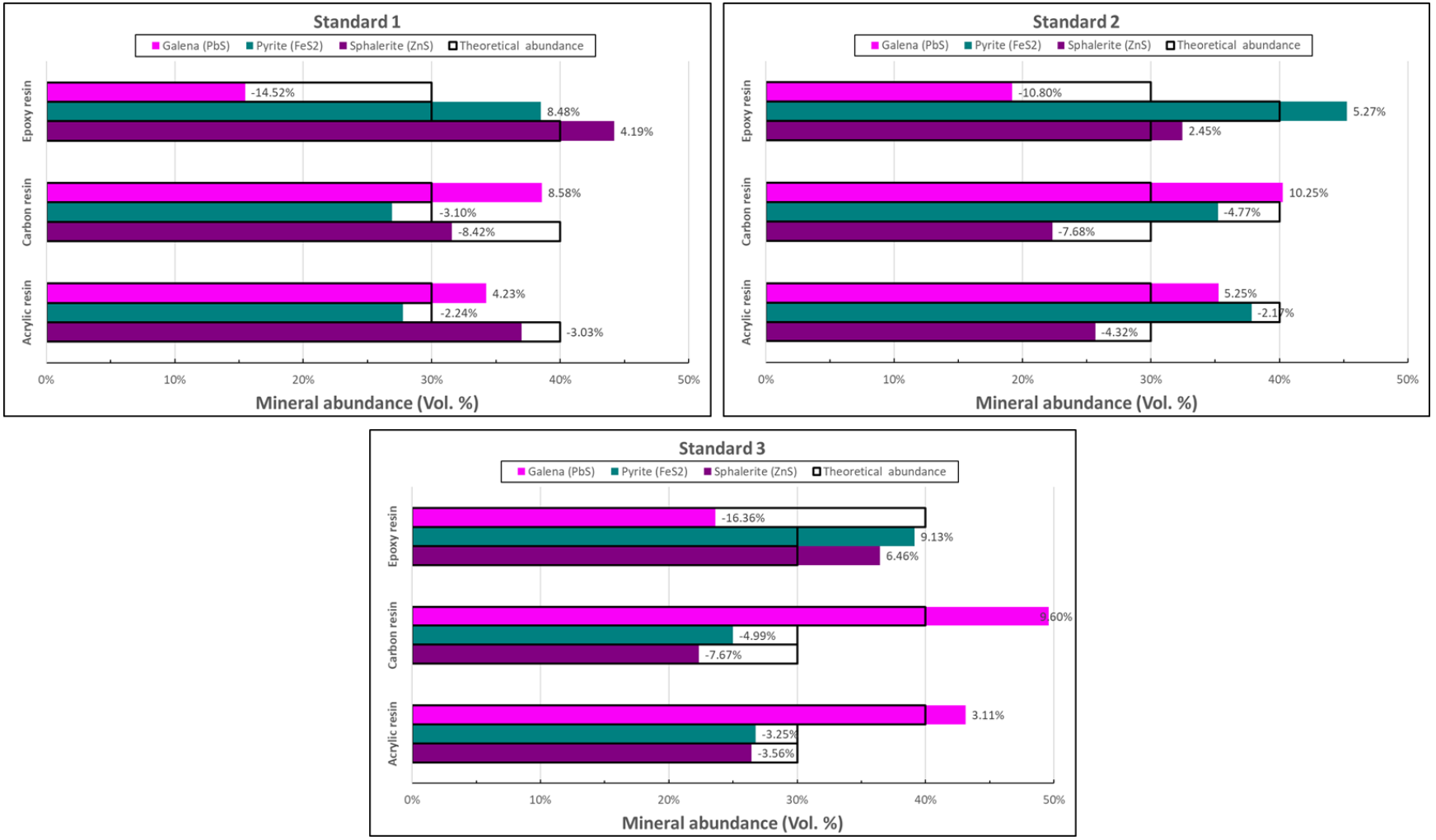


Figure D.7 Mineral abundance quantification provided by the automated OM and comparative with theoretical abundance. The number next to each set of bars represents the % difference between the quantification and the theoretical abundance of the studied standards.

In contrast, the epoxy resin systematically overestimated the abundance of pyrite and sphalerite. The pyrite was overestimated between 5 and 10 Vol. % for all standards. Similarly, the sphalerite was overestimated between 2 Vol. % and 7 Vol. %. The carbon resin showed an acceptable pyrite quantification for all standards with a systematic underestimation of less than 5 Vol. %. In contrast, the sphalerite was systematically unacceptable with an underestimation of around 8 Vol. %. Regarding the acrylic resin, the pyrite was acceptably underestimated around 2 Vol. % for standard 1 and 2, and around 3 Vol. % for standard 3; the sphalerite also had an acceptable underestimation between 3 and 4.5 Vol. % (Figure D.7).

The particle size distribution curves for each mineral quantified in the standards analyzed by the automated OM also provide a better understanding of the sedimentation behavior that each resin caused on the mineral particles. Figure D.8 illustrates these results for standard 2; the other studied standards generated similar particle size curves. It is important to remember that the particle size measurement proposed in this study (Outerdiam measurement) resulted in biased particle size quantification that could not be directly compared to the actual particle size of the mineral powder mounted in the PS. It was assumed that the same particle size distribution was used for the three resins. This study proposes a semi-quantitative comparison between the particle size curves provided by the automated OM quantification to understand the particle sedimentation behavior of each of the studied resins.

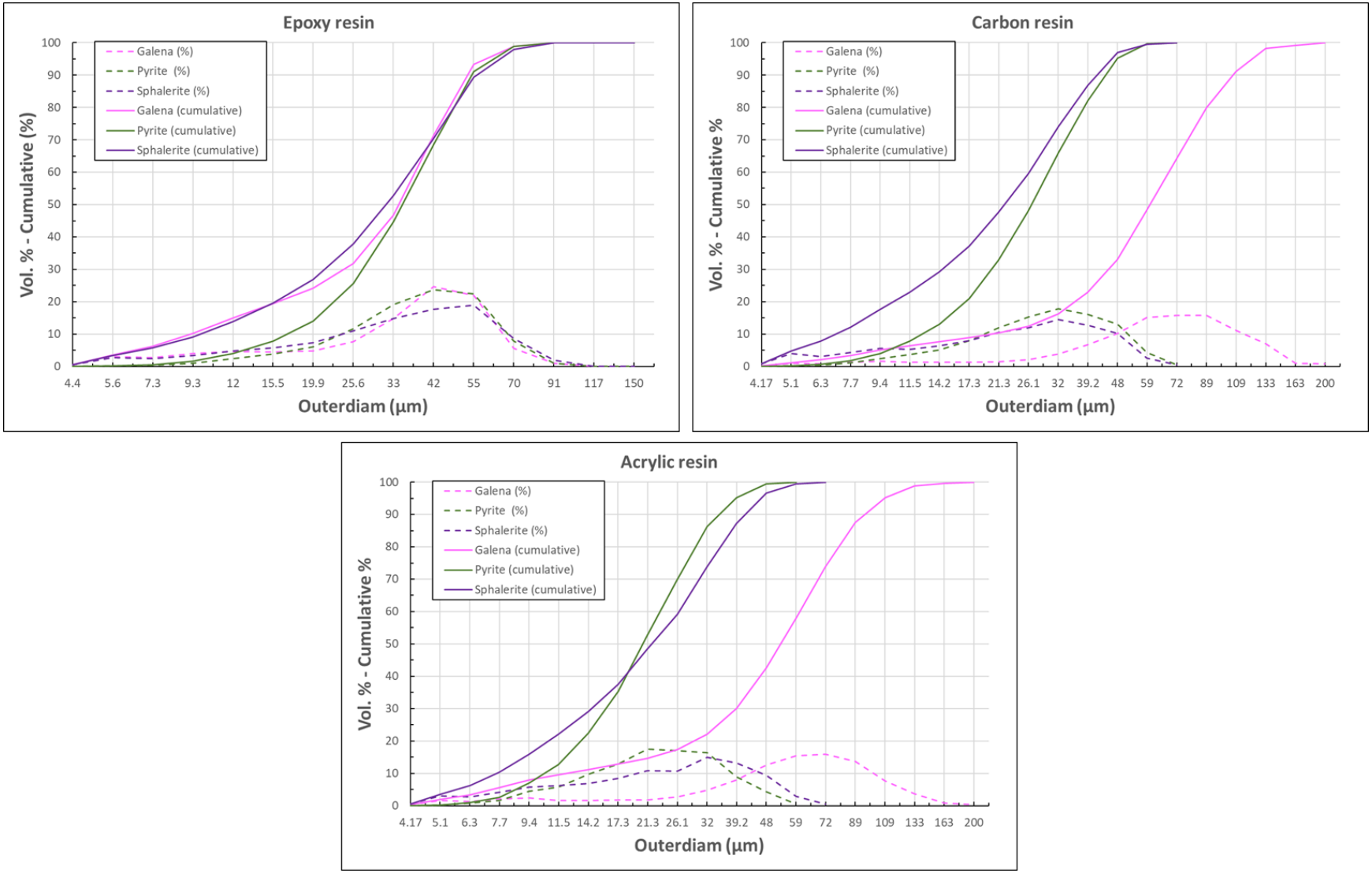


Figure D.8 Particle size distribution curves for each mineral quantified in standard 2 according to the studied resin.

First, it can be noted that the carbon and acrylic resins generated the same mineral particle size distribution curves. The epoxy resin presented the same particle size curves for each mineral particle with a P80~48 µm. The carbon and acrylic resins presented a similar galena particle size with a P80~89 µm for the carbon resin and P80~77 µm for the acrylic resin; this was coarser than the epoxy resin. The pyrite and sphalerite also had a similar particle size distribution for the carbon and acrylic resins. The acrylic resin presented a slightly finer pyrite particle size distribution, with a P80~29 µm for the acrylic resin as compared to a P80~39 µm for the carbon resin. The pyrite had the same particle size distribution for the carbon and acrylic resins with a P80~36 µm.

In conclusion, according to the quantification provided by the automated OM, the epoxy resin provided the most important differences in mineral abundance quantification compared to the theoretical composition of the studied PS standards. The carbon and acrylic resins provided a mineral abundance quantification closer to the theoretical abundance with the closest for the acrylic resin. According to the particle size distribution illustrated by standard 2, the epoxy resin shows the same particle size whatever the mineral species, while the carbon and acrylic resins showed similar particle size distributions for pyrite and sphalerite particles with a coarser particle size for galena. Regardless of the sedimentation rate formula given by equation D.1, the low dynamic viscosity of the epoxy resin (described in section D.4.1) resulted in sedimentation widely dependent on the particle size of the mineral particles. This feature can explain the behavior of the epoxy resin to generate the same particle size curve regardless of the mineral species observed at the bottom of the PS. The epoxy resin tended to overrepresent the mineral that had the most particles at the given particle size curve (here the pyrite and sphalerite particles at 42 µm). In contrast, for the carbon and acrylic resins, the higher dynamic viscosity greatly inhibited the particle size effect on the sedimentation rate of the minerals. This effect resulted in a sedimentation rate more dependent on particle density, which explains the systematic overestimation of galena quantification observed with these resins. Although these resins provided the closest mineral abundance compared to the theoretical mineral composition, the dependance of the sedimentation on particle density also resulted in the presence of coarser dense particles in the PS (as observed for the galena particles).

D.4.3 DISPERSION OF PARTICLES

FigureD.9 shows the histograms of particle frequencies by mineral species according to the studied resins, along with the related mosaic images of the PS cross-sections (section D.3.4).

Firstly, the acrylic resin better distributed the particles than the two other resins: the epoxy and black carbon resins distributed the particles up to a dispersion distance of about 1,000 µm, while the acrylic resin distributed up to 12,000 µm. Moreover, it was noted that the epoxy resin mostly gathered the particles very close to the bottom of the PS: more than 3,000 particles were gathered in the interval 0 µm to 300 µm of the Ycent dispersion axis. All the rest of the mineralogical particles were distributed on the dispersion axis from 300 µm to more than 9,000 µm with a frequency that did not exceed 300 particles. The frequency of particles decreased again between 7,500 µm and 9,000 µm and was represented only by sphalerite particles, ranging from a frequency between 300 and 100. These first observations confirmed a drastic accumulation of particles at the bottom of the PS for the epoxy resin and thus the presence of the phenomenon of sedimentation of particles during the preparation. The occurrence of this phenomenon for this type of PS preparation explains the biased mineralogical quantification observed in section D.4.2.

The carbon and acrylic resins showed a relatively homogeneous particle frequency distribution along the Ycent dispersion axis. The carbon resin distributed the particles homogeneously with an average frequency between 400 and 500 particles over a dispersion distance between 0 µm and 9,000 µm. A greater frequency of about 500 particles was noted around 7,500 µm on the Ycent dispersion axis. A decrease in the particle frequencies was observed between about 8,500 and 9,000 µm, the farthest location from the bottom of the PS on the dispersion axis, going with a frequency between 350 and 50 particles over this interval. Considering the mineral species, a similar particle frequency was observed along the Ycent dispersion axis without pronounced variation: a constant frequency of around 200 particles for galena and sphalerite and a constant frequency of around 100 particles for pyrite.

The acrylic resin exhibited the same particle dispersion characteristics as the carbon resin. The acrylic resin maintained an average frequency between 400 and 500 particles up to more than 12,000 µm on the Ycent dispersion axis. However, the acrylic resin concentrated the particles more in the area closest to the bottom of the PS between 0 µm and 2,000 µm with a particle frequency between 600 and 700. Acrylic resin has thus a slight tendency to concentrate the particles near the bottom of the PS compared to carbon resin. This concentration near the bottom of the PS was not as pronounced as in the epoxy resin. Regardless of the mineral species distribution, the frequencies of mineral particles were similar to the carbon resin with a constant frequency of around 200 particles for galena and sphalerite and a constant frequency of around 100 particles for pyrite. In

the area where the concentration of particles was observed (between 0 µm and 2,000 µm on the Ycent dispersion axis), this distribution was different: a systematic addition of around 50 particles was observed for each mineral species (250 particles for galena and sphalerite particles and 150 particles for pyrite particles).

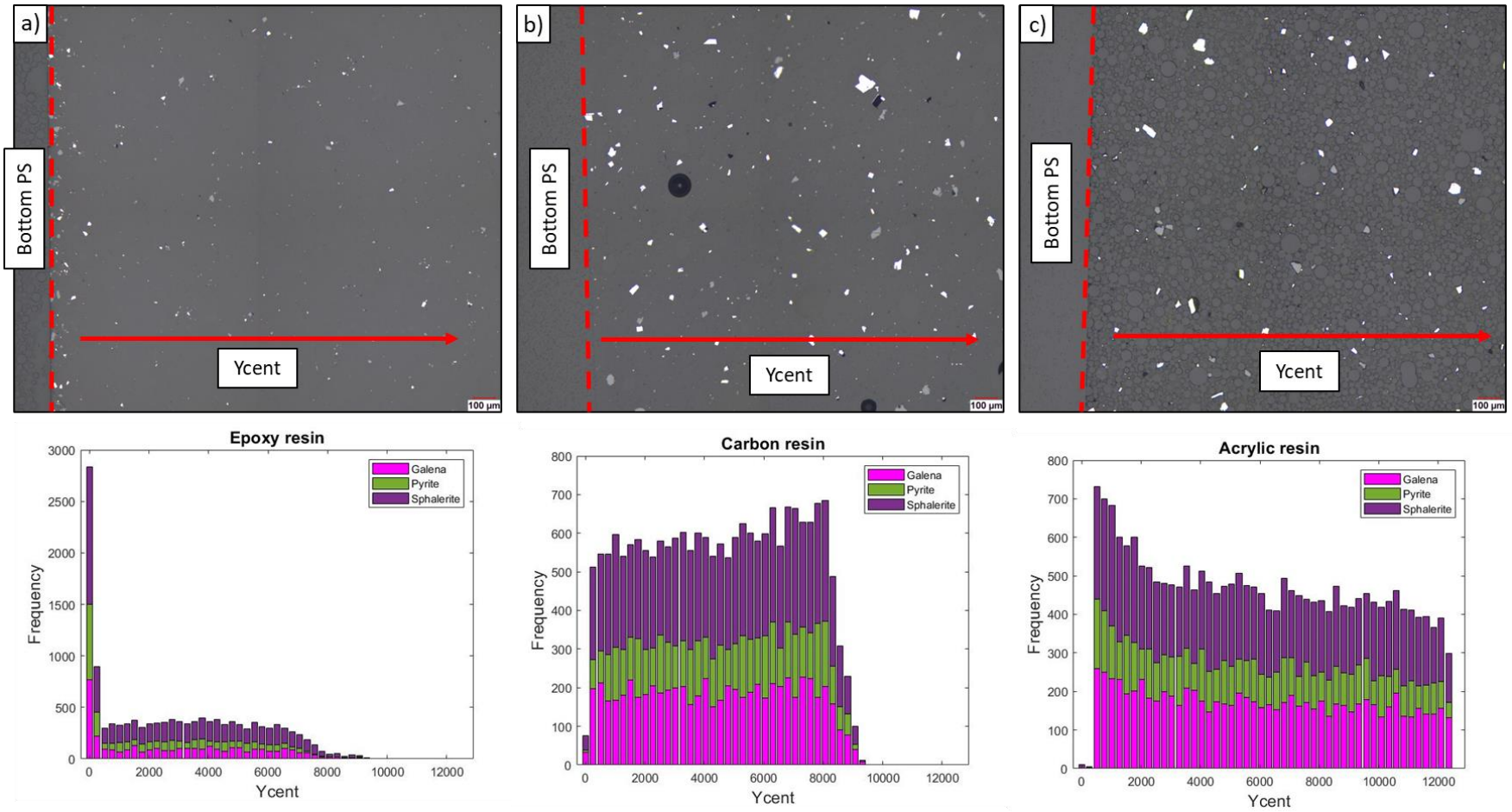


Figure D.9 Optical mosaic images of the vertical cross-section of the studied PS: a) epoxy resin, b) black carbon resin, and c) acrylic resin. The red arrow indicates direction of dispersion of the mineral particles towards the bottom of the PS (Ycent) and the histograms show dispersion of the particles according to mineralogical species (the frequency axis of epoxy resin histogram is not on the same scale compared to the two others resins).

Table D.8 presents the means and standard deviations of the mineral particle size for each of the studied resins on the vertical cross-sections of standard 2. Figure D.9 shows the graphs of Ycent particle distributions according to the mean and standard deviation of the particle size for each mineral phase and for each of the studied resins.

Table D.8 Particle count means and standard deviations of the particle sizes (according to Outerdiam measurement) for each of the studied resins and mineral species measured on the vertical cross-sections surface from standard 2.

Resin type	**Epoxy resin**			**Carbon resin**			**Acrylic resin**		
Mineral	Galena	Pyrite	Sphalerite	Galena	Pyrite	Sphalerite	Galena	Pyrite	Sphalerite
Particle count	3,624	2,836	6,930	6,563	4,363	9,182	8,424	4,677	9,631
Mean Outerdiam (µm)	7.33	13.68	8.97	12.98	18.46	10.41	12.35	19.29	10.74
Standard deviation Outerdiam (µm)	4.85	8.54	6.71	16.02	14.75	10.60	15.30	14.32	10.88

Over the full Ycent dispersion distance, there was a difference in particle size and number of particles between the epoxy resin and the other two resins (Table D.8); the acrylic and carbon resins exhibited similar values. In theory, the same mineral powders with approximately the same number of particles were used for the three resins, and such a difference in the number of particles along the dispersion axis of the PS should not have been observed between the epoxy resin and the other two resins. The sampling and particle size homogenization of each mineral powder used for each PS was not the same; this may explain these differences. In addition, epoxy resin tends to preferentially settle the maximum number of particles from the mineral powder to the bottom of the PS (as observed in section D.4.2, Table D.8). Consequently, many fewer particles are exposed on the vertical cross-section for the epoxy resin PS sample, which may explain this important difference in particle count between the epoxy resin and the other two resins.

Furthermore, a different mean particle size for each of the minerals occurred between the epoxy resin and the other studied resins (carbon and acrylic resin) (Table D.8). The epoxy resin tended to

show a very different particle size distribution, with less diversity of particle sizes between minerals trough the PS. This general difference for the epoxy resin was attributed to the behavior of the resin itself, which concentrated the coarse particles, whatever the mineral species, near the bottom of the PS. The carbon resin and the acrylic resin had similar behaviors, as demonstrated by the similar mean particle size between the mineral species and a large variation in particle size (larger standard deviation for the carbon and acrylic resins).

According to Figure D.10, the epoxy resin concentrated the largest particles of all mineral species close to the dispersion distance between Ycent = 0 µm and Ycent~500 µm. Galena had the finest particles (8 µm) in this interval, while pyrite and sphalerite had similar sizes (~13 µm). In this interval near of the bottom of the PS, the standard deviation of the galena particle size was the lowest with a value of 8 µm; the other mineral phases had similar standard deviations with a value of 10 µm. Furthermore, many points were plotted on the related graphs in this interval for pyrite and sphalerite particles (even if a low step was used); this indicates a high concentration of pyrite and sphalerite, but not galena. For the range of the axis of dispersion from Ycent = 1,000 µm to 8,000 µm, the mean particle size progressively decreased for pyrite and sphalerite from 9 µm to 6 µm, while the standard deviation decreased from 6 µm to 2 µm. For the galena particles, the mean decreased from 7 µm to 6 µm and the standard deviation decreased from around 4 µm and 2 µm over this same interval of Ycent. In the same way, there were many points plotted for pyrite and sphalerite particles compared to galena particles, also indicating the presence of more pyrite and sphalerite particles. There was thus a strong correlation between the means and standard deviations of the particle sizes, indicating a proportional effect of variation: the higher the granulometry, the greater the variability.

For the carbon resin, the average particle size remained relatively the same as a function of the Ycent dispersion distance. The coarsest particles were pyrite and galena with a mean particle size between 14 µm and 12.5 µm; the sphalerite particles were much finer with a mean particle size varying around the value of 10.5 µm. The standard deviations remained relatively unchanged as a function of Ycent. The latter remained the largest for galena, varying around 16 µm, then pyrite varying around 14 µm, and finally sphalerite varying between 11 µm and 10 µm. The mean particle size appeared stable as a function of Ycent for each mineral species. The related standard deviation remained like these mean particle size values, indicating a large variety in particle size for each mineral species through the PS.

The acrylic resin showed, as for the black carbon resin, relatively unchanged average particle sizes. The coarsest particles were pyrite, with a mean particle size varying between 14 µm and 12 µm; the sphalerite particles were the finest with a mean particle size varying between 12 µm and 10 µm, while the galena particles were of intermediate mean particle size between 13 and 12.5 µm. The standard deviation remained relatively invariable as a function of Ycent, like the black carbon resin. The standard deviation was larger for the galena particles, varying between 16 µm and 14 µm; sphalerite also had the lowest standard deviation compared to the carbon resin with the same variation, and pyrite had an intermediate standard deviation with a value varying between 15 and 12 µm. The acrylic resin had invariable mean particle sizes according to the mineral species through the PS with a related standard deviation relatively close to these mean particle size values. The acrylic resin, like the carbon resin, presented a large variety of particle sizes for each mineral species through the PS.

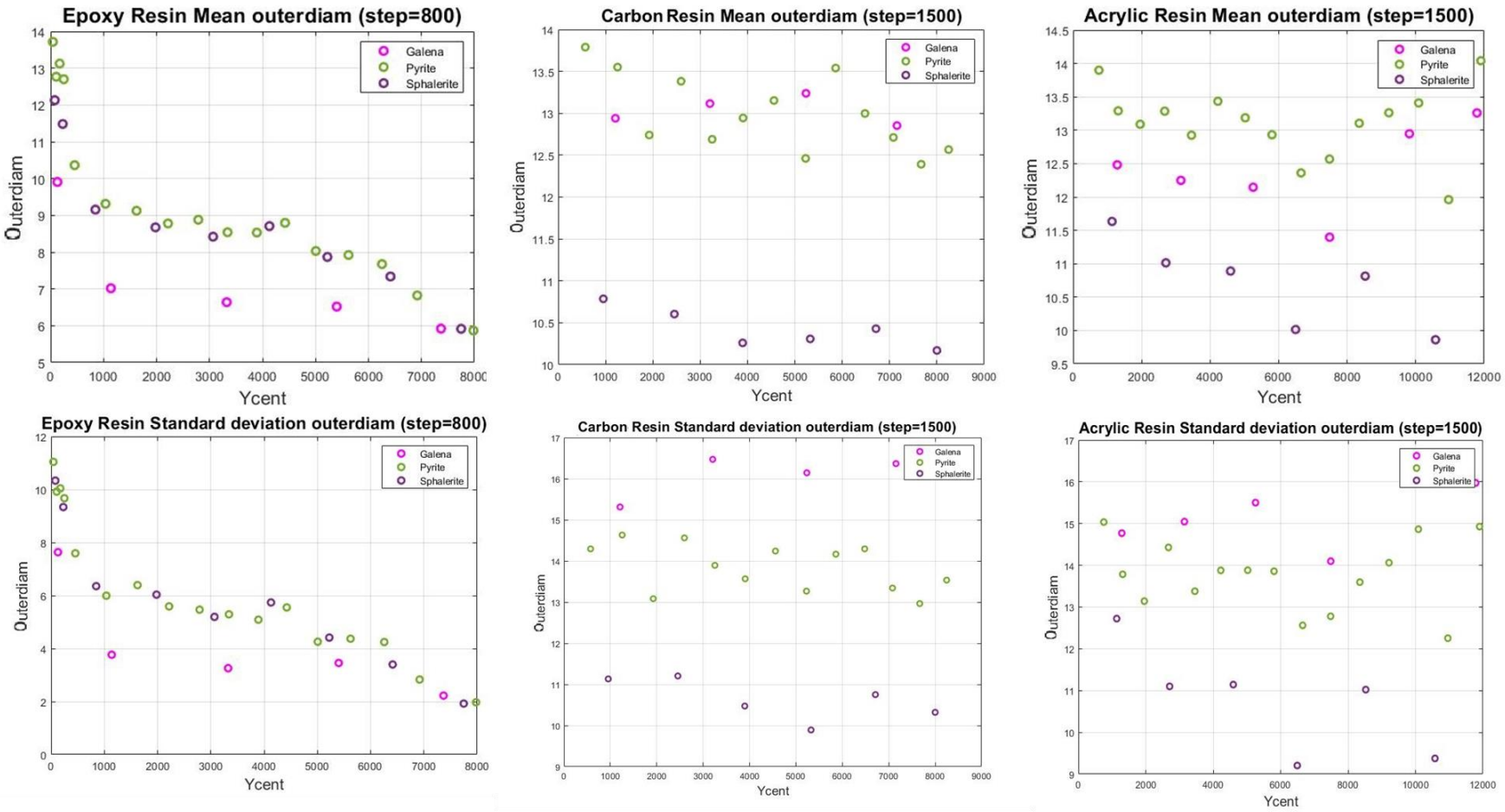


Figure D.10 Graphs of Ycent particle distribution according to the mean and standard deviation of the particle size (Outerdiam) for each mineral species and for each of the studied resins.

In conclusion, the graphical studies confirmed the tendency of the epoxy resin to concentrate coarse particles (whatever the density of the mineral species) near the bottom of the PS, resulting in the undesirable sedimentation effect during PS preparation. The carbon and acrylic resins tended to show a uniform dispersion through the PS, whatever the mineral species, with a better particle size diversity expressed by a higher general standard deviation along the PS.

D.5 CONCLUSIONS

The results from this study indicate that the developed protocol for the preparation of PS with the acrylic resin leads to PS with adequate features for the preparation of powdered mineral samples geared toward automated mineralogical analysis. The results emphasized the following points:

- The rheological behavior showed rapid changes in viscosity as a function of time linked to the fast hardening. A peak viscosity of 14.73 Pa.s was measured at 3.5min which inhibited the preferential sedimentation of mineral particles through the PS.

- The mineral abundance quantification by automated OM on standards mounted in acrylic resin PS provided the most accurate mineral abundance compared to other resins and PS preparation protocols (epoxy and carbon resins).

- The particle dispersion quantification study conducted on vertical cross-sections from the PS standards showed an optimal dispersion of particles with the acrylic resin. This dispersion was very similar to the particle dispersion in the PS manufactured with the carbon resin and very different from that of the epoxy resin. The epoxy resin showed a notable preferential sedimentation of particles widely influenced by the particle size. As such, the heaviest particles (such as galena particles) from a powdered sample remained an issue for producing representative PS using carbon and acrylic resin, which exhibited a particle sedimentation behavior influenced by the density of the particles.

A sizing preparation of powdered samples can be recommended (Lastra and Petruk, 2014). This type of preparation consists of fractionating a sample into several size fractions with the narrowest possible size. With this practice, the sedimentation of the fraction into a PS is allowed and will not result in an overrepresentation of the coarsest particles because all particles have a very similar particle size. The sedimentation of mineral particles toward the bottom of a PS is thus not necessarily an undesirable effect and allows an increase in the particle statistics for mineralogical analysis. This improves the accuracy of mineralogical quantification by automated mineralogical devices (Blyth, 1986; Brough et al., 2019; Howarth, 1998; Leigh et al., 1993). However, the density gap between particles (such as galena particles in the studied standards) can still bias the sample by not ensuring a homogeneous dispersion.

References

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Paper presented at the Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University.

Blyth, C. R. (1986). Approximate Binomial Confidence Limits. *Journal of the American Statistical Association, 81*(395), 843-855. Retrieved from https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01621459.1986.10478343. doi:10.1080/01621459.1986.10478343

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2015). *A novel procedure for polished section preparation for automated mineralogy avoiding internal particle settlement.* Paper presented at the Proceedings of the 12th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM), Istanbul, Turkey.

Bouzahzah, H., Califice, A., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2008). *Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X ray diffraction.* Paper presented at the Proceedings of International Congress for Applied Mineralogy ICAM08, Brisbane, Australia. AusIMM.

Brough, C., Strongman, J., Fletcher, J., Zając, M., Garside, R., Garner, C., & Rose, L. (2019). *Operational mineralogy: an overview of key practices in sample analysis, sample preparation and statistics*.

Butcher, A. (2010). A practical guide to some aspects of mineralogy that affect flotation. *Flotation Plant Optimisation A Metallurgical Guide to Identifying and Solving Problems in Flotation Plants*, 191-200.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

Chopard, A., Benzaazoua, M., Plante, B., Bouzahzah, H., & Marion, P. (2015). *Kinetic Tests to Evaluate the Relative Oxidation Rates of Various Sulfides and Sulfosalts*.

Delesse, A. E. O. J. (1866). Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches. *F. Savy*.

Dominy, O'Connor, & Parbhakar-Fox. (2018). *Geometallurgy - A Route to More Resilient Mine Operations* (Vol. 8).

Donskoi, E., Raynlyn, T., & Poliakov, A. (2018). Image analysis estimation of iron ore particle segregation in epoxy blocks. *Minerals Engineering, 120*, 102-109.

Fandrich, R., Gu, Y., Burrows, D., & Moeller, K. (2007). Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 310-320.

Graham, S., Brough, C., & Cropp, A. (2015). An introduction to ZEISS mineralogic mining and the correlation of light microscopy with automated mineralogy: a case study using BMS and PGM analysis of samples from a PGE-bearing chromite prospect. *Precious metals*, 1-12.

Heinig, T., Bachmann, K., Tolosana-Delgado, R., Van Den Boogaart, G., & Gutzmer, J. (2015). *Monitoring gravitational and particle shape settling effects on MLA sampling preparation.* Paper presented at the Proceedings of IAMG.

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* Paper presented at the The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Howard, V., & Reed, M. (2004). *Unbiased stereology: three-dimensional measurement in microscopy*: Garland Science.

Howarth, R. J. (1998). Improved estimators of uncertainty in proportions, point-counting, and pass-fail test results. *American Journal of Science, 298*(7), 594-607.

Hrstka, T., Gottlieb, P., Skala, R., Breiter, K., & Motl, D. (2018). Automated mineralogy and petrology-applications of TESCAN Integrated Mineral Analyzer (TIMA). *Journal of Geosciences, 63*(1), 47-63.

Jackson, B., Reid, A., & Wittenberg, J. (1984). Rapid production of high quality polished sections for automated image analysis of minerals.

Kalonji, K. (2016). *Étude des propriétés rhéologiques et du transport du remblai cimenté en pâte en conditions nordiques*: Ecole Polytechnique, Montreal (Canada).

Kwitko-Ribeiro, R. (2011). *NEW SAMPLE PREPARATION DEVELOPMENTS TO MINIMIZE MINERAL SEGREGATION IN PROCESS MINERALOGY*.

Kwitko-Ribeiro, R. (2012). New Sample Preparation Developments to Minimize Mineral Segregation in Process Mineralogy. 411-417. doi:10.1007/978-3-642-27682-8_49

Lane, G. R., Martin, C., & Pirard, E. (2008). Techniques and applications for predictive metallurgy and ore characterization using optical image analysis. *Minerals Engineering, 21*(7), 568-577. doi:10.1016/j.mineng.2007.11.009

Lastra, R., & Paktunc, D. (2016). *An estimation of the variability in automated quantitative mineralogy measurements through inter-laboratory testing* (Vol. 95).

Lastra, R., & Petruk, W. (2014). Mineralogical characterization of sieved and un-sieved samples. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2014*.

Leigh, G. M., Sutherland, D. N., & Gottlieb, P. (1993). Confidence limits for liberation measurements. *Minerals Engineering, 6*(2), 155-161. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/089268759390129B. doi:https://doi.org/10.1016/0892-6875(93)90129-B

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Mermillod-Blondin, R., Benzaazoua, M., Kongolo, M., Donato, P., Bussière, B., & Marion, P. (2011). *Development and Calibration of a Quantitative, Automated Mineralogical Assessment Method Based on SEM-EDS and Image Analysis: Application for Fine Tailings* (Vol. 10).

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy*.

Pirard, E., & Bertholet, V. (2000). Segmentation of multispectral images in optical metallography. *Revue de Métallurgie-Sciences et Génie des Matériaux*, 219-227.

Pooler, R., & Dold, B. (2017). Optimization and quality control of automated quantitative mineralogy analysis for acid rock drainage prediction. *Minerals, 7*(1), 12.

Roisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon, 8*, A1-A23.

Struers Lcc. (2022). Safety data sheet VERSOCIT-2. 13. Retrieved from https://sds.struers.com/?ufi=AYU2-S0AC-D00S-4R2D&cnty=CA&lang=ENG&_ga=2.169764513.1440461162.1660763968-839668161.1648835009.

Sutherland, D. (2007). Estimation of mineral grain size using automated mineralogy. *Minerals Engineering, 20*(5), 452-460. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687506003189. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.12.011

TA Instruments. (2006). AR2000 Rheometer: Rheometrics Series Operator's Manual. *TA Instruments, New Castle, Delaware, USA, 61*.

Zhou, J., & Gu, Y. (2016). Geometallurgical characterization and automated mineralogy of gold ores. In *Gold ore processing* (pp. 95-111): Elsevier.

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Aurélie Chopard:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** Writing – review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper. This present study is related to an intellectual property agreement Clemex©-UQAT currently being deposited with a provisional application with a serial number 63/408,761.

Acknowledgements

The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

Highlights

- The acrylic resin as a new preparation protocol for polished sections is presented.
- The acrylic resin is compared with regular resin used for polished sections.
- The epoxy resin shows a preferential sedimentation of particles.
- The rheological behavior of carbon and acrylic resin are similar.
- The acrylic resin allows the dispersion of particles through polished sections.

ANNEXE E ARTICLE 4 : NOVEL TECHNIQUE FOR THE PREPARATION AND ANALYSIS OF POWDER BASED POLISHED SECTIONS BY AUTOMATED OPTICAL MINERALOGY: PART 2 – USE OF DEEP LEARNING APPROACH

Cet article est soumis à la revue *Minerals Engineering* le 15 février 2023 et est en cours de révision.

Benjamin De Castro[a], Mostafa Benzaazoua[a,b], Soumali Roychowdhury[c], Aurélie Chopard[d], Francis Quintal Lauzon[c], Benoît Plante[a]

[a] Research Institute on Mines and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada

[b] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Geology and sustainable mining institute (GSMI), Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco

[c] Clemex Technologies, Longueuil, Canada

[d] Agnico Eagle Mines Ltd, 10 200 route de Preissac, Rouyn-Noranda, J0Y 1C0, Québec, Canada

Abstract

Automated reflected optical microscopy represents an alternative and accessible technique compared to automated scanning electron microscope for automated quantitative mineralogical analysis. Automated mineralogical analysis performed on representative polished section (common format to perform such of analysis) needs to provide unbiased mineralogical quantification results. However, automated optical microscope does not allow the detection of transparent minerals during reflected optical microscopy analysis, as the reflectivity of the resin and gangue minerals are very close.

This work aims to propose an innovative way to automatically detect all particles minerals (including transparent particles) on acrylic resin polished section by reflected optical imaging using deep learning algorithm. To do so, several ore powders and standard minerals mix were mounted into acrylic resin polished section at two different particle size: <1mm and P80~75µm. A maximum of optical images has been acquired with an automated reflected optical microscope on these polished sections to train and test the deep learning algorithm to detect mineral particles. The results

suggest that the deep learning algorithm easy detects all minerals particles into the characteristic pattern of the acrylic resin matrix allowing the gangue minerals to be well differentiated under reflected optical microscopy for sample whole modal composition.

Keywords: polished section preparation, optical reflected microscopy, epoxy resins, quantitative automated mineralogy, deep learning.

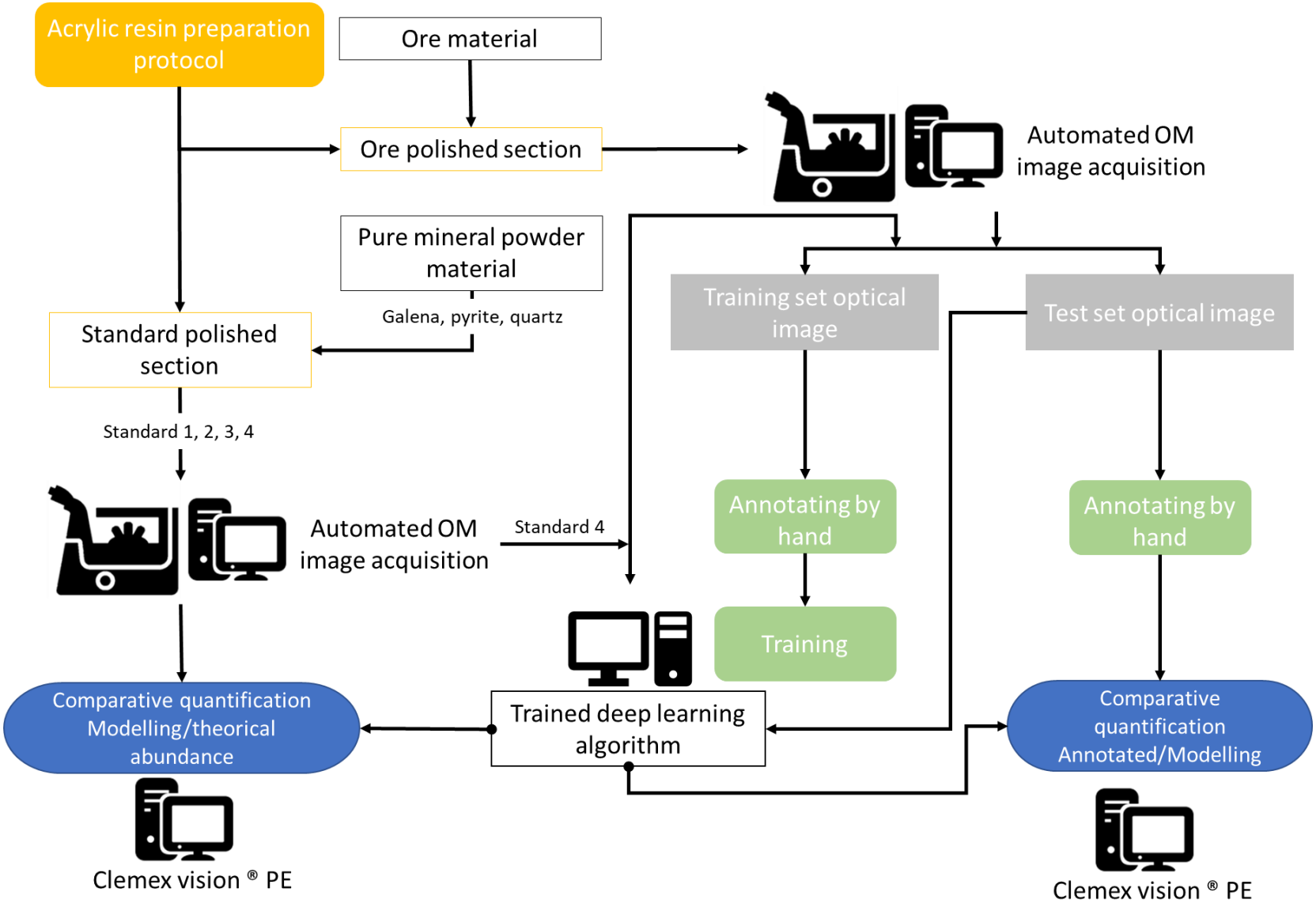


Figure E.1 Graphical abstract of the global methodology used in the study.

E.1 INTRODUCTION

Automated mineralogy refers to microscopic analytical technique allows to quantify mineralogical parameters of a sample such as modal mineralogy, granulo-mineralogy (size distribution of each mineral phase), elemental deportment, and texture information (mineral liberation, mineral association, shape of particles). These mineralogical properties are increasingly used in mining and mineral processing, especially for geometallurgical purposes e.g., (Dominy et al., 2018; Hoal et al., 2013; Zhou and Gu, 2016). Automated mineralogy systems have been widely developed according to the technique of the scanning electron microscope (SEM) (e.g., QEMSCAN©, MLA©, TIMA©) e.g., (Ayling et al., 2012; Fandrich et al., 2007; Graham et al., 2015; Hrstka et al., 2018). However, the high capital and operational costs of the automated SEM systems limit its use for mineralogical characterization of ore by mining compagnies. Automated reflected optical microscopy (OM) based on optical imaging technique is an alternative and more affordable technique for requisite mineralogical characterization of ore in a geometallurgical context (Chopard et al., 2019; López-Benito et al., 2020; Pirard et al., 2008; Pirard and Bertholet, 2000).

The polished section (PS), which is the main format sample preparation to used to perform automated mineralogical analysis (Lastra and Paktunc, 2016; Roisi and Aasly, 2018), should provide representative results from automated mineralogy device analysis. However, one of the main challenges of reflected automated OM is its inability to detect transparent particles or gangue particles and it is an ongoing issue e.g., (Berrezueta et al., 2016; Grunwald et al., 2019; Neumann and Stanley, 2008; Pirard, 2004). The inability to detect transparent minerals can provide unrepresentative mineralogical quantification results, which can lead to poor decision making during mineral processing and more widely geometallurgical programs.

This part 2 of this present paper focus on the detection of particles settled in PS by optical imaging prepared with the acrylic resin protocol presented in the part 1 of the study. A new deep learning image analysis procedure was developed with acrylic resin. This innovative procedure allows the detection of all particles (including transparent particles) in optical images of PS prepared with acrylic resin, enabling unbiased mineralogical quantification.

E.2 BACKGROUND OF THE STUDY

E.2.1 DETECTION OF TRANSPARENT PARTICLES

The inability to detect transparent particles (mainly silicate and carbonate minerals) by reflected light OM stems from the fact that transparent minerals (e.g., quartz, sericite, fluorite, barite, etc.) have a low reflectance (Berry et al., 2008; López-Benito et al., 2020; Neumann and Stanley, 2008; Poliakov and Donskoi, 2014). The resin commonly used for PS preparation also has a low, flat reflectance curve (about 5%). Consequently, the optical multispectral image analysis currently used to perform mineralogical identification with an automated OM system can not distinguish transparent particles from the resin. Many authors in the field consider this feature to be the main limitation of automated OM systems (e.g., Berrezueta et al. (2016); De Castro et al. (2022); Grunwald et al. (2019); Neumann and Stanley (2008); Pirard (2004)).

De Castro et al. (2022) reviewed all proposed techniques to allow the detection of transparent minerals by automated OM. This work also illustrates the reasons that the transparent mineral detection issue provides mineralogical quantification biases, including textural quantification (e.g., mineral liberation degree). Some authors have proposed the combination of transmitted light and reflected light microscopy image analysis with the use of polished thin sections as a format study (Berry et al., 2008; Hunt et al., 2011). The work of Grunwald et al. (2019) has also proposed the use of polished thin sections combined with fluorescent resin and standard reflected multispectral image analysis in order to discriminate transparent particles (quartz) and resin. However, the manufacture of polished thin sections requires various preparation steps with highly specialized equipment (Struers Lcc, 2022a). In addition to mounting the powdered sample into the resin, these steps include:

- grinding or lapping the sample to complete planeness;
- grinding the glass slide;

- cementing the sample to a glass slide;
- cutting off surplus sample material to an acceptable thickness;
- grinding or lapping the thin section to an acceptable thickness; and
- polishing the thin section.

Consequently, this sample preparation is long and tedious compared to PS preparation (which only requires two main steps: mounting and polishing the PS) and is not adequate for the needs of the mining industry for rapid sample preparation.

Another image analysis/processing approach that has been proposed by Delbem et al. (2015); Poliakov and Donskoi (2014) is based on the semi-automated relief-based discrimination of transparent minerals. The technique proposed by these authors is based to the detection of the borders of transparent minerals with an optical relief that produces a distinguishable shadow around these particles in the optical image. However, this image analysis/processing technique includes many corrections and seems to be efficient only for the transparent minerals with a high optical relief (distinguishable shadow, such as quartz). As recommended by De Castro et al. (2022), the present study proposes a new advanced image analysis technique based on a deep learning algorithm in order to detect transparent particles in PS by automated OM.

E.2.2 DEEP LEARNING PROCEDURE FOR AUTOMATED OPTICAL MINERALOGICAL ANALYSIS

Computer vision such as automated optical mineralogical analysis consists of extracting the raw data (e.g., from the optical image) into a lower-dimensional feature space for the following main tasks (Koh et al., 2021):

1. clustering, which aims to locate the boundaries of the mineral particles (including intergrowth grain) from each other and the background (resin); and
2. classification, which aims to attribute the correct mineral species to the clustered mineral particles.

With the improvement of computer performance, the combination of numerical image analysis and machine learning techniques is increasingly used in many fields of application for object detection and recognition, particularly for microscopy image analysis (Xing et al., 2017). The machine learning principle is to learn a specific task from either lots of labelled data examples (supervised machine learning e.g classification, object detection etc.), or from unlabelled data examples (unsupervised learning e.g. clustering), or from background domain knowledge (logic based learning) or from the combination of any these approaches (semi-supervised learning) and then have the ability to detect new mineral particles (including intergrowth grains) compared to a background (resin) and perform mineralogical classification in this context of an automated optical mineralogical analysis. The deep learning procedure, a sub-category of machine learning, is characterized by a type of algorithm used to perform these assigned tasks: a supervised deep learning algorithm used in any computer vision task will be composed of (Varma and Das, 2018) (Figure E.2):

- A dataset of annotated images by a human annotator/user or a pre-trained deep learning algorithm/automated annotator (labels for the target object recognition task);
- A deep artificial neural network to be trained to perform the task of supervised learning (learning the feature space or the characteristics of the objects of interest in the images) with the corresponding training/learning parameters (adjustable weights and biases of the network, learning rates, optimizers to train the network etc.);
- A set of annotated images for validation of the learned parameters in the network to evaluate the performance of the trained deep learning algorithm;
- A set of target images (traditionally referred to as test images) where the objects of interest need to be detected for the object recognition task.

A dataset of annotated images is composed of several images where the objects that need to be recognized have been annotated. The annotation step is the process of labeling data (images in this case) to show the outcome the user wants the deep learning algorithm to automatically predict (e.g., delimiting a mineral particle in a background resin on an optical image). The annotation looks like a mask of the image which contains only the objects of interest with a positive value (like 1 or 255 depending on whether it's a gray scale or RGB image) and a negative value (like 0) for the background regions. This dataset composed of an image and mask (data label) pair is then used to train the deep learning algorithm. The validation set is also composed of validation image and mask pairs. The validation masks/data labels are then used to compare with the predicted masks of these images obtained from the trained algorithm. The final goal of this training is for the artificial neural network to be able to detect a specific object (called output) in a new numerical image/images (test set) given to the algorithm (Schmidhuber, 2015; Zhang et al., 2017) (Figure E.2).

The most popular type of deep neural network used for image analysis tasks like classification, object detection, object recognition (etc) is a deep convolutional neural network (CNN) consisting of alternate convolution and pooling layers in its architecture. There can be several hidden pairs of convolution and pooling located in between the input and output layers of the network that are essentially used to generate the feature space for the learning algorithm. All the convolution and pooling layers are interconnected mathematic functions that perform nonlinear transformation on the inputs of the previous layer to produce a specific feature output for the next layer (Figure E.2). For microscopic object detection, some of these CNN architectures have been studied in the literature (Xing et al., 2017).

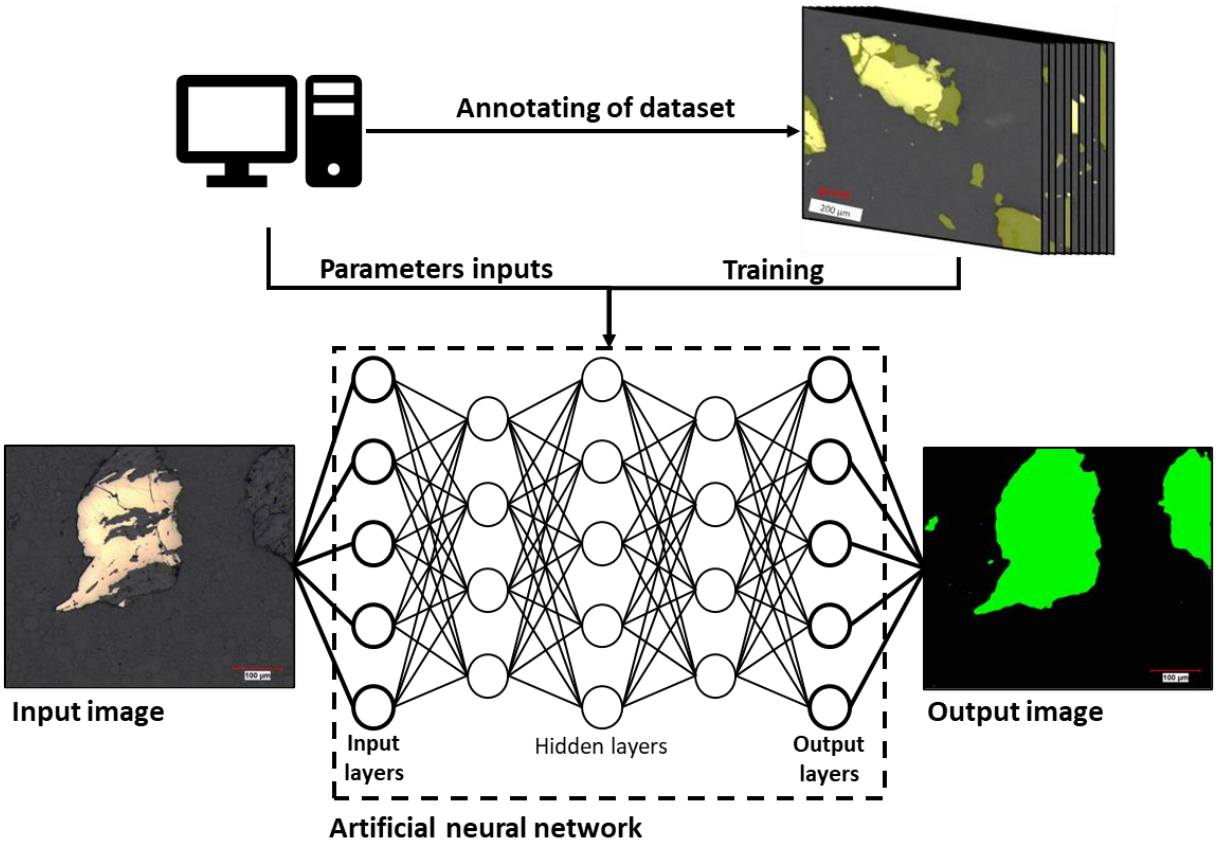


Figure E.2 Schematic of the deep learning procedure for object detection.

Koh et al. (2021) provide a state-of-the-art of all studies that use a computer vision approach for automated mineralogical identification from optical imaging, including neural network algorithms. According to that study, few studies have used CNN algorithms for the detection (clustering) and/or mineralogical identification (classification) of particles on optical images (Dong and Zhang, 2019; Fueten and Mason, 2007; Koh et al., 2021; Maitre et al., 2019).

Koh et al. (2021) proposed what may currently be the most advanced deep learning procedure for the detection of mineral particles. The study proposed two algorithms to locate and identify mineral grains (segmentation), including transparent gangue particles (not specified mineral species) and opaque particles (pyrite). The first is referred to as Mask Region-based Convolutional Neural Networks (Mask R-CNN) while the second is known as Segmenting Objects by Locations v2 (SOLO v2). These two algorithms were trained on 106 training images provided by an optical microscope acquired from polished thin sections. The SOLO v2 algorithm is reported to perform

the best detection of particles with a segmentation speed of 12,000 particles/minute. The algorithms were performed on optical images from thin sections.

Consequently, a deep learning procedure based on PS optical images has not yet been developed. This paper proposes the use of a deep learning algorithm that only focuses on the automated OM issue of the discrimination between particles, including transparent minerals in PS made with acrylic resin. This approach is still innovative in the field of automated OM.

E.3 MATERIALS AND METHODS

E.3.1 POLISHED SECTION PREPARATION SAMPLE AND OPTICAL IMAGE ACQUISITION

The study focusses on the acrylic resin acquired from the supplier Struers©: VersoCit-2 Kit© for the acrylic resin. Methacrylate polymer, dibenzoyl peroxide, and methyl 2-methylprop-2-enoate comprise the acrylic resin composition (Struers Lcc, 2022b). The PS acrylic protocol preparation developed have been presented in the part 1 of this present study. Its fast hardening allows to produce PS ready to be polished after a total of 10 min of hardening and a PS ready to be analyzed by automated mineralogical analysis in less than 3 h (after polishing step).

Furthermore, the fast hardening of the acrylic resin results in a bubbled matrix that, when observed with the reflected optical microscope, enables distinction between mineral particles (opaque and transparent particles) (Figure E.3).Colored resins (multifast© blue, yellow, red, and Epodye© dye from the supplier Struers) were also studied for the detection of transparent particles (quartz) by optical multispectral image analysis on PS; the results are presented in the supplementary material.

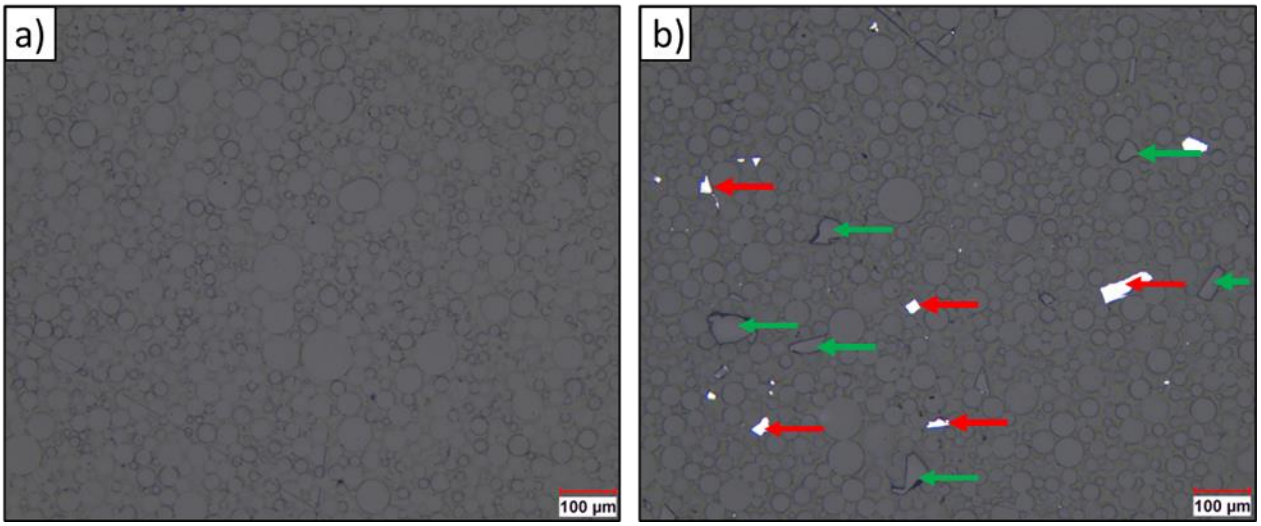


Figure E.3 photomicrographs in reflected plane-polarized light of acrylic resin PS: a) typical bubbled matrix, and b) acrylic resin PS with opaque particles (galena, red arrows) and transparent particles (quartz, green arrows).

According to the PS acrylic resin preparation developed, several PS ore were manufactured for the deep learning procedure development. The related ores were acquired from various operating Canadian mines and were provided by the respective mining companies: Amaruq mine (Nunavut) and LaRonde mine (Abitibi) from Agnico Eagle Mines Limited, Raglan mine (Nunavik) from Glencore Canada Limited, and Dumont Nickel mine project (Abitibi) from Magneto Investments. The ore material was provided in a coarse particle form and/or milled particle form. Each material was calibrated according to a particle size: < 1mm or < 850 µm for the coarse ore material and between 25 and 75 µm for the milled ore material.

Furthermore, several powdered mineral materials have been also selected to manufacture acrylic PS standards: galena (PbS), pyrite (FeS_2) and quartz (SiO_2). Such as for the part 1 of this present study, the purity of these minerals was already evaluated by previous study and considered as be sufficient (Bouzahzah et al., 2015; Bouzahzah et al., 2008; Chopard et al., 2019; Chopard et al., 2015). The mineral powder material has calibrated according to a particle size between 25 and 75 µm. The PS standards contain a specific mineral mix composition whose the theoretical mineral abundances expressed in volume percentage (Vol. %) is controlled and performed using the Delesse principle (Delesse, 1866). The Delesse principle states that the proportions of particles are equal to the surface proportions observed in the PS. The volume proportion of each mineral was controlled by using the mass and the known density of each mineral used to create the mineral mix

and to manufacture the PS standards. The desired theoretical mineralogical abundance obtained for each PS standards (standards 1, 2, 3 and 4) and the related mineral masses abundance used are provided in Table E.1, expressed in Vol. %. These PS standards were used to verify whether the deep learning procedure that allowed the detection of transparent particles (quartz) was efficient by comparing the obtained mineral abundance quantification and the theoretical mineral abundances of each standard. The comparative method with the deep learning procedure is described in section 0.

Table E.1 Theoretical mineralogical abundances and mineral masses of the manufactured PS standards.

Mineral		**Galena (PbS)**	**Pyrite (FeS_2)**	**Quartz (SiO_2)**	**Total**
Theoretical density		7.4	5.02	2.62	-
Standard 1	Vol. %	50	-	50	100
	Mass (g)	0.74	-	0.26	1
Standard 2	Vol. %	25	-	75	100
	Mass (g)	0.48	-	0.52	1
Standard 3	Vol. %	-	50	50	100
	Mass (g)	-	0.66	0.34	1
Standard 4	Vol. %	-	25	75	100
	Mass (g)	-	0.39	0.61	1

The optical image acquisition of particles (including transparent particles) set in acrylic resin from the ore and standards PS samples was performed with an inverted reflected OM Leica DMi8 at 100x of magnification. This device is connected to a local computer with the Clemex Vision® Professional Edition (PE) software package. A digital camera Lumenera Lt965R equipped with a Sony ICX814 CCD color image sensor controlled by the software Clemex Vision® PE allows a recorded pixel array of 3376 × 2704 = 9.1 megapixels. The Clemex Vision PE © software allowed the development of the image processing routine for the deep learning accuracy evaluation described in section 0.

E.3.2 DEEP LEARNING PROCEDURE

E.3.2.1 DEEP LEARNING ALGORITHM

In this paper, the deep learning algorithm that is used to detect the mineral particles is a modified version of the vanilla UNet that was first used in biomedical image segmentation (Ronneberger et al., 2015). Vanilla UNet architecture consists of a contracting path to capture context and a symmetric expanding path that enables precise localization. Unet is a fully convolution network with several feature channels in the convolution layers (contracting path) and the up-convolutional layers (expanding path), it does not have any fully connected layers and hence the network weights of a pre-trained network with a particular input size can be used to hyper tune the network with different input sizes. The modified version of vanilla UNet as used in this paper has different layer sizes, different type of filters (convolutional layers), difference in the initialization of the filters etc. The input image sizes, and the output mask sizes have also been customized. The vanilla Unet in Ronneberger et al. (2015) was implemented using Caffe and C++ whereas the modified version presented in this paper uses TensorFlow and Keras with underlying Python. The training strategy of the modified vanilla UNet heavily relies on the strong use of data augmentation (augmentation of the annotated training images) to use the available annotated images more efficiently and to become invariant to small changes in lightning conditions, resulting shadows and color changes along with several translation and rotational changes. The network is trained end-to-end with a small set of images and consequently it is seen to perform a very precise semantic segmentation of the mineral particles from the background resins.

E.3.2.2 HARDWARE, SOFTWARE, AND ALGORITHM CONFIGURATIONS FOR TRAINING AND TESTING OF THE ALGORITHM.

The PS mounted with the ore material and standard 4 according to the acrylic resin protocol were used to train the deep learning algorithm. Several of optical images was thus acquired with the automated OM on these PS samples at 100x magnification. All optical images from the ore material PS and standard 4 were divided into six sets according to the material origin (Figure E.4). Two groups of particles sizes appeared on the images: coarse particles and milled particles. The six set of images were then categorized according to this particle size feature: three set of images

for each category of particle size (Table E.2). Each image was of size 2056×2464 pixels. All particles occurring on these images were annotated by human annotators using the GIMP annotation tool. The annotations allowed the particles in the acrylic matrix to be properly delimited in the optical images by using the GIMP's polygon and freehand tools, which covered all areas of the particles (Figure E.5).

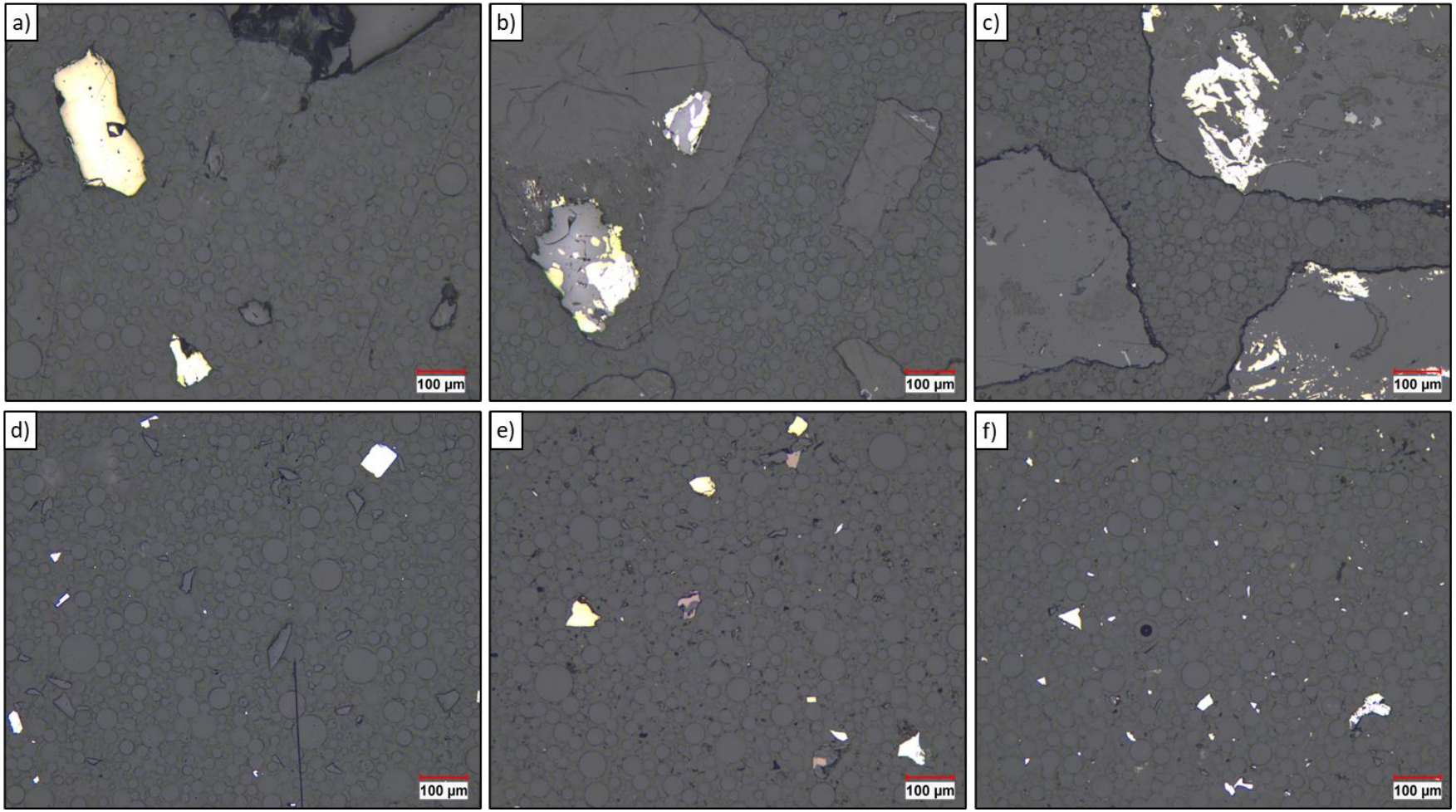


Figure E.4 Examples of photomicrographs in reflected plane-polarized light of acrylic resin PS samples used to train the deep learning algorithm: a) coarse particle Amaruq sample, b) coarse particle Dumont-Ni sample, c) coarse particle Raglan sample, d) standard 4 (milled particles), e) milled particle LaRonde sample, and f) milled particle Amaruq sample.

The annotations focused particularly on excluding the black shadow that can occur around the mineral particle (Figure E.5). This black shadow probably corresponds to the optical relief of the mineral. Including this optical relief during the annotation tended to overestimate the current area occupied by the particles in the optical images (Figure E.5).

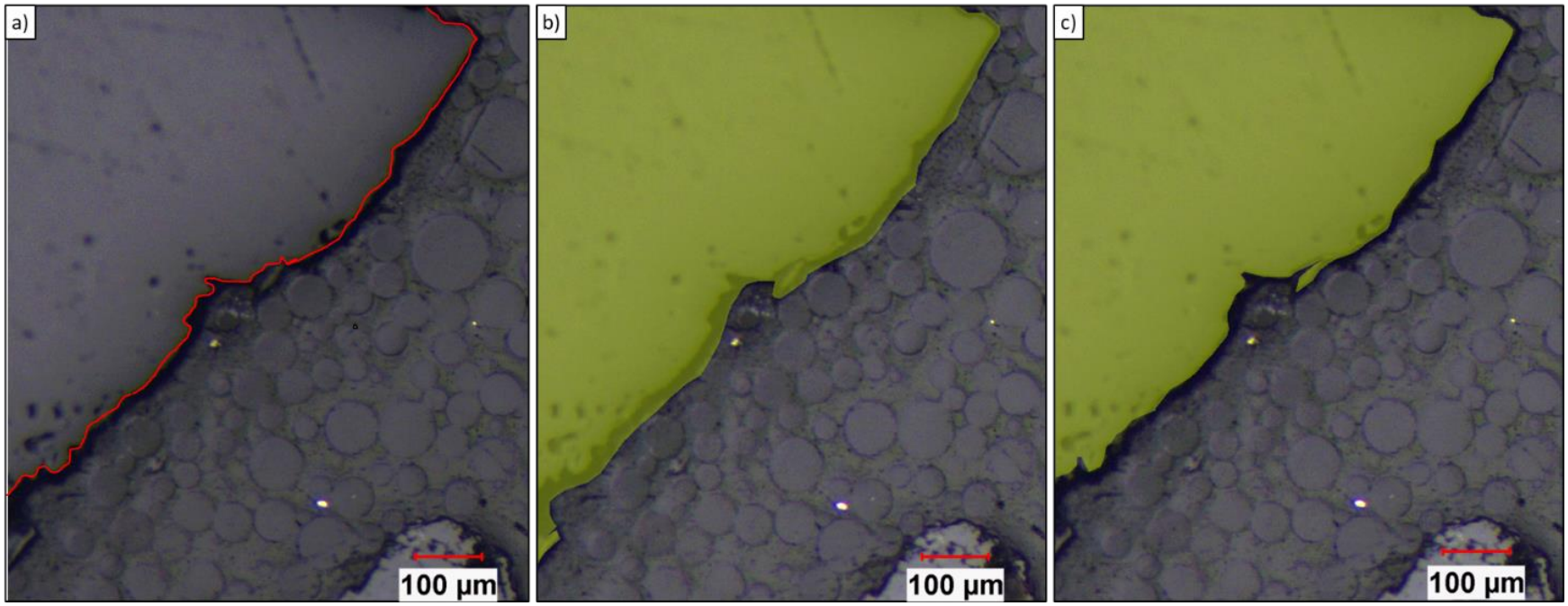


Figure E.5 Example of annotated particle on the optical image for training the deep learning algorithm: a) original optical image where the limit of the coarse particle (top left particle) is marked by a red line, b) example where the annotation is incorrect with the black shadow (optical relief) included, and c) example where the annotation is correct.

The annotation step generated a mask or a ground truth for each image. The images and their corresponding ground truth masks were saved in png image format. After this annotation step, all image/mask pairs were split up into two groups of optical image/mask sets: a training set and a test set.

The training set is composed of a total of 1275 image/ mask pairs belonging to the six original sets of images whereas the test set is regrouped 20 optical images annotated from each of the six original sets (amaruq, NiDumont, raglan, Standard-4, Bornite-milled, eb29-milled) of annotated images. The training set was used as the input to be modified vanilla UNet to train the deep learning model to detect the particles in the bubbled matrix of the acrylic resin. The modified UNet architecture had five alternating convolution and max-pooling layers with ReLU (rectified linear unit) activations in the contracting pathway. To prevent the overfitting (lack of generalisability of a trained network to an unseen dataset/ test set) of the UNet (very deep neural networks tend to perform very well on the train set but fail on the test set easily, the behaviour known as overfitting), two dropout layers dropping 40% of the neurons were also applied after the fourth and the fifth convolution layers. The number of convolution filters in the contracting pathway for each layer were 64, 128, 256, 512 and 1024 respectively. The convolution kernels were further initialised with a lecun-normal distribution of initial weights and biases. Each convolution layer of the network was unpadded convolution like in vanilla UNet. The expanding convolution pathway consisted of five up convolution layers (number of filters in the descending order 1024, 512, 256, 128, 64) with alternate concatenating layers that concatenated the lateral inputs from the contracting pathway (forming a U-shape with connecting horizontal lines at different points in the U). The input size of this modified UNet was 256×256 unlike the original implementation that took an input of 512×512. This helped in training the model on a Nvidia Tesla V100 GPU (32 GB memory and 640 TeraFlops) with a larger batch size easily and hence resulted in faster convergence of the trained model. Each image of 2056×2464 is divided into 64 tiles of size 257×308 pixels. This size of the tile was chosen because it not only resulted in an exact division of the image into 64 tiles (8 tiles each across the height and the width of the image) but it also helped to keep the tile size as close as to the UNet architecture input size, therefore reducing the need of extensive resizing (heavy down sampling was avoided).

The test set was used to evaluate the accuracy of the deep learning algorithm trained to detect particles in the optical images. The method of evaluation is described in section 0.

Table E.2 Description of the optical image sets used to train and test the developed deep learning algorithm, where the count of particles annotated for each set of images is indicated.

Category set	Set images	Material	Mineralogy	Particle size	Count image train	Count object train	Count image test	Count object test
Coarse particles	Coarse_amaruq-100x	Amaruq ore	Arsenopyrite, pyrite, chalcopyrite, pyrrhotite, silicate (quartz, chlorite…), carbonate	< 1 mm	***	***	20	214
	Coarse-NiDumont-100x	Dumont-Ni ore	Magnetite, chromite, Ni-sulfide, awaruite, serpentine	< 1 mm	***	***	20	221
	Raglan_850-100x	Raglan ore	Pentlandite, chalcopyrite, pyrrhotite, serpentine	< 850 µm	***	***	20	153
	Total	-	-	-	***	***	60	588
Milled particles	Standard 4	Pure minerals	Galena, quartz	P80 ~ 75 µm	***	***	20	1,149
	Bornite-milled-100x	Cu flotation concentrate LaRonde ore	Bornite, chalcopyrite, pyrite, silicates	P80 ~ 75 µm	***	***	20	2,144
	Eb29-milled-100x	Desulfurization concentrate Raglan ore	Pyrite, chalcopyrite, sphalerite, silicates	P80 ~ 75 µm	***	***	20	2,058
	Total	-	-	-	1275	***	60	5,351

*"***" are intentionally used to not disclose some sensitive information about the intellectual property agreement.*

E.3.2.3 ACCURACY EVALUATION OF THE TRAINED DEEP LEARNING ALGORITHM

After the training of the deep learning algorithm, the algorithm was applied to the original optical images (without the annotations) from the test set. This operation allowed a new mask to be obtained where all particles could be detected through simple image processing by grey thresholding (Figure E.7). The mask represents what the deep learning algorithm can predict/model on the image. A quantification comparison could thus be obtained on optical images from the test set to identify the difference between the deep learning algorithm prediction of the detected particle and the ground truth human annotation. This quantification comparison was achieved by image processing using Clemex Vision® PE. The operations of the related developed routine were as follows (Figure E.7) for all images from the test set (coarse particles and milled particles):

1. The annotated image was opened with the software and a grey thresholding operation allowed the pixels annotated to a bitplane to be attributed as ‘annotated particle’.

2. The corresponding mask (from the application of the trained deep learning UNet model on the original optical image) was then opened and a second grey thresholding operation attributed the pixels of the particle modelled to a bitplane as ‘modelled particle’.

3. The common pixels between the bitplanes ‘annotated particle’ and ‘modelled particle’ were then attributed to a new bitplane as ‘match annotated/modelled’.

4. The non-common pixels were also attributed as new bitplanes with the software: the pixels that originally came from the annotated image corresponding to the pixel particles that were not properly modelled by the deep leaning algorithm were attributed to the bitplane ‘undermodelled’. In the same way, the non-common pixels that originally came from the mask image (from the application of the deep learning algorithm) corresponding to the pixels of the mask image that did not correspond to any pixel annotated on the related image were attributed to the bitplane ‘overmodelled’.

5. The bitplane ‘undermodelled’ pixels that did not touch any other pixel of ‘modelled’ bitplane correspond to annotated particle but not modelled by the deep learning algorithm. These specific pixels were attributed to a new bitplane with the software Clemex® Vision PE labelled ‘overmodelled particle’. In the same way, the bitplane ‘overmodelled’ pixels that did not touch any pixel of ‘annotated’ bitplane correspond to modelled particle by the deep learning algorithm, but which do not correspond to any annotated particles. These specific pixels were attributed to the bitplane ‘undermodelled particle’.

This routine allowed segmented images to be obtained in which each category of bitplane was identified for all images from the test set. The routine also included a quantification to evaluate the accuracy of the deep learning algorithm trained to detect the particle on optical images:

- the percentage area occupied by the bitplane ‘match annotated/modelled’ compared to ‘annotated’ bitplane;
- the percentage area occupied by the bitplane ‘undermodelled’ compared to the ‘annotated’ bitplane;
- the percentage area occupied by the bitplane ‘overmodelled’ compared to the ‘annotated’ bitplane;
- the instruction “Outerdiameter” was then applied and refers to the diameter of a circle centered on the centroid of the detected particle whose range extends to the object’s edge farthest from the centroid. This instruction was also used on the ‘modelled’ and ‘annotated’ bitplanes to compare the particle size between the particle modelled by the deep learning algorithm and the same particle annotated on the images; and
- the percentage area occupied by the bitplanes ‘undermodelled’ and ‘overmodelled’ in the related particle annotated and modelled respectively by the ‘child area percentage’

instruction. A ‘child’ is a binarized object that appears within another object that does not belong (a parent object). A child area percentage is the intersection of parent and child expressed as a percentage of the parent object (Figure E.6)

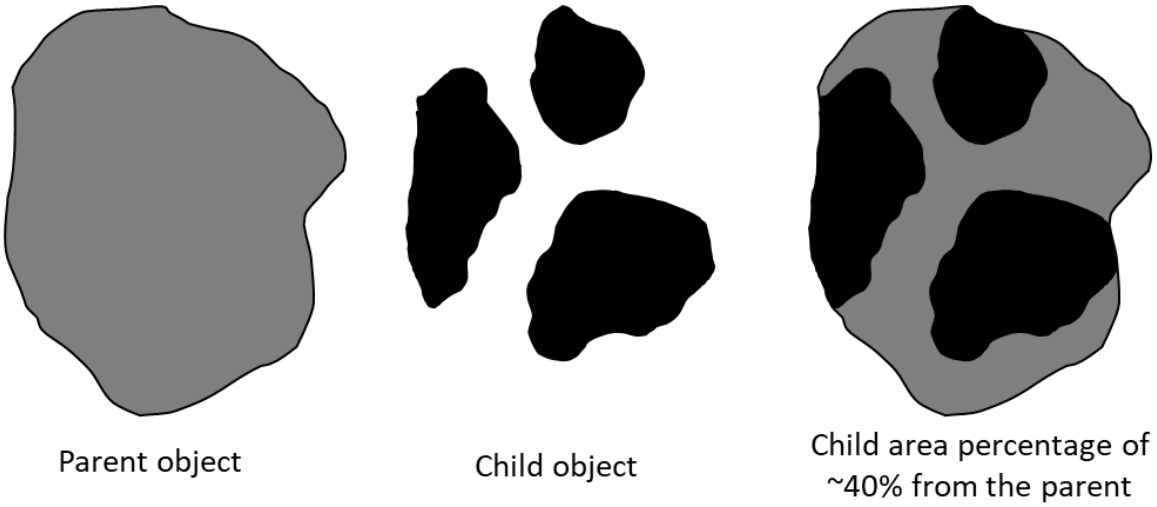


Figure E.6 Child area percentage instruction illustration used in the routine developed with Clemex Vision® PE to evaluate the accuracy of the deep learning algorithm to detect particles in acrylic resin (child area percentage of the ‘undermodelled’ and ‘overmodelled’ pixels in the related particle annotated and modelled and quantification of opaque minerals liberation).

This last instruction allowed the quantification of the percentage area of each annotated particle that was not properly modelled by the deep learning algorithm (child object: bitplane ‘undermodelled’; parent object: bitplane ‘annotated’). In the same way, this instruction allowed the quantification of the percentage area of each modelled particle that corresponded to any annotated particle (child object: bitplane ‘overmodelled’; parent object: bitplane ‘modelled’). These quantifications allowed an understanding of how the deep learning algorithm performed the detection of the particle surface: whether the undetected/overdetected surface particle represented a marginal or important percentage of the surface of the current/modelled particle.

During the application of the developed routine, the original optical images from the test set were also opened with the Clemex Vision® PE software to identify the pixel occupied by the opaque minerals present in the images. A new grey thresholding operation was thus used to attribute these pixels to new bitplane as ‘opaque particle’. A further instruction was introduced in the routine to quantify the percentage area occupied by the opaque minerals detected in the related particle

annotated and modelled with the ‘child area percentage’ instruction. The aim was to obtain the liberation quantification of opaque minerals and compared them between the related annotated and modelled particle (Figure E.6). The developed routine was applied on the images from the test set. The quantifications were obtained according to the two categories of the particles available in the test set (coarse particle and milled particle) and are presented in section 0.

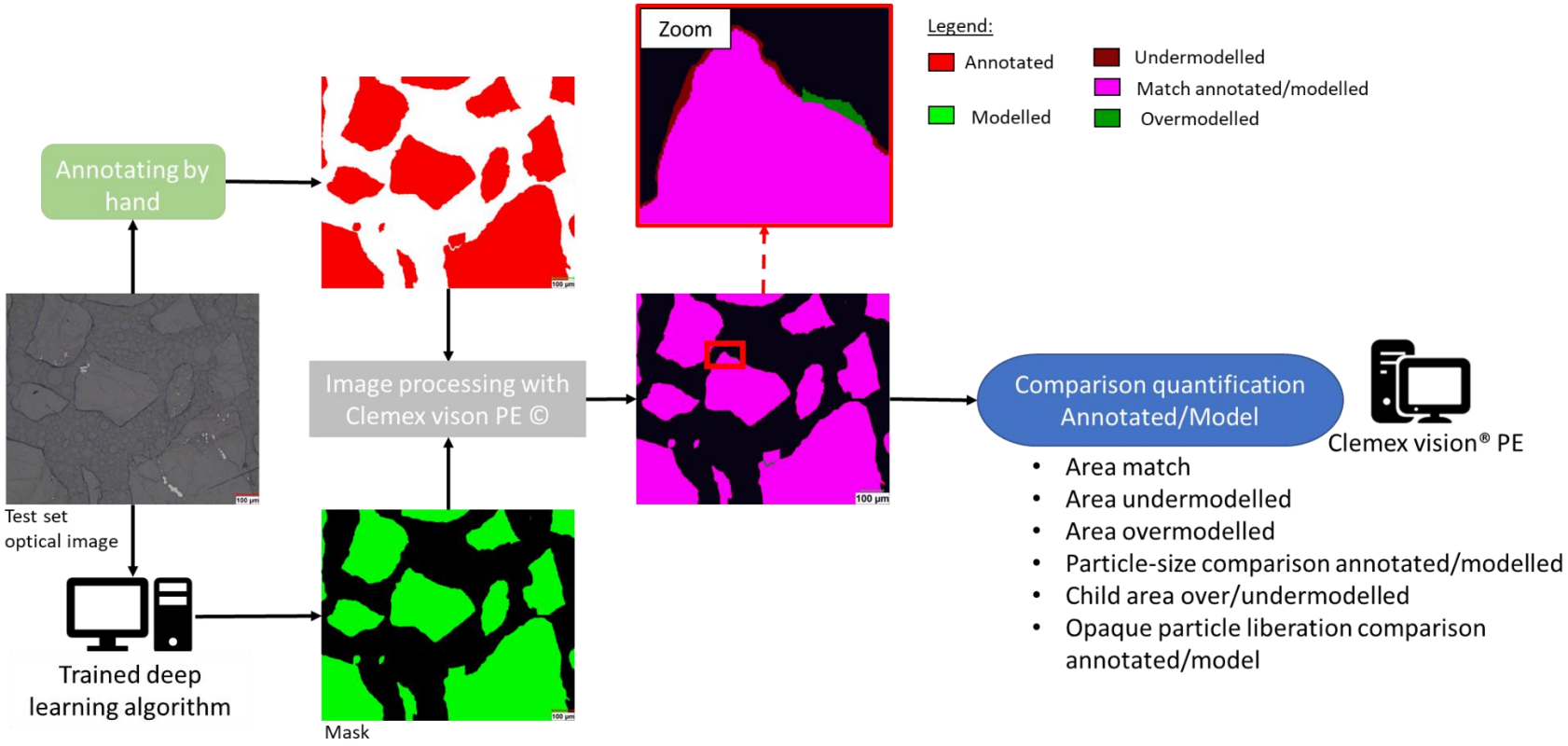


Figure E.7 Principle of the accuracy evaluation of the deep learning algorithm to detect particles in optical images with the test set and the software Clemex Vison® PE.

In parallel and to further evaluate the performance of the deep learning model, optical images were acquired with the automated OM on the PS standards 1, 2, 3, and 4 where quartz particles occurred. In the same way, the trained deep learning model was applied to these optical images to obtain masks where all particles were detected. According to the original optical images and the related mask images from the deep learning algorithm application, the mineral abundance quantification of opaque minerals (galena/pyrite) and transparent particles (quartz) was determined with an image processing routine developed with the Clemex Vision® PE software. The principle of the developed routine is as follows, and was applied for each PS standard (Figure E.8):

1. The optical images acquired by the automated OM were first opened with the software; the opaque particles were detected by applying a grey thresholding value greater than 71. Each pixel of the opaque particles was attributed to the bitplane ‘opaque particle’.

2. The related mask images were opened with the software and all particles were detected by the deep learning algorithm. A second thresholding operation was performed on these images and each pixel of the detected particle was attributed to the bitplane ‘particle’.

3. The developed routine included an algorithm instruction allowing each ‘particle’ bitplane to be attributed to the appropriate mineral species (opaque or transparent particle). If enough pixels in the ‘opaque particle’ bitplane occupied sufficient area on the ‘particle’ bitplane (> 50% of the area), the routine attributed all the pixels of the detected ‘particle’ as ‘opaque particle’. If not, the routine attributed all the pixels of the detected ‘particle’ as a new bitplane: ‘transparent particle’.

The built routine allowed segmented images to be obtained in which each pixel in the image acquired by the automated OM was mineralogically identified as an opaque particle or transparent particle (Figure E.8). The routine allowed the surface area occupied by each identified mineral species (opaque and transparent mineral) to be quantified and a mineralogical quantification provided by the automated OM analysis to be obtained. This quantification was then compared to the theoretical mineral abundance of the related PS standards to evaluate the accuracy of the trained

deep learning algorithm. If the routine results provided a very different mineralogical quantification compared to the theoretical mineral abundance of the standard (more than 5 Vol. %), it was suspected that the deep learning algorithm was not efficient. The related results are described in section 0.

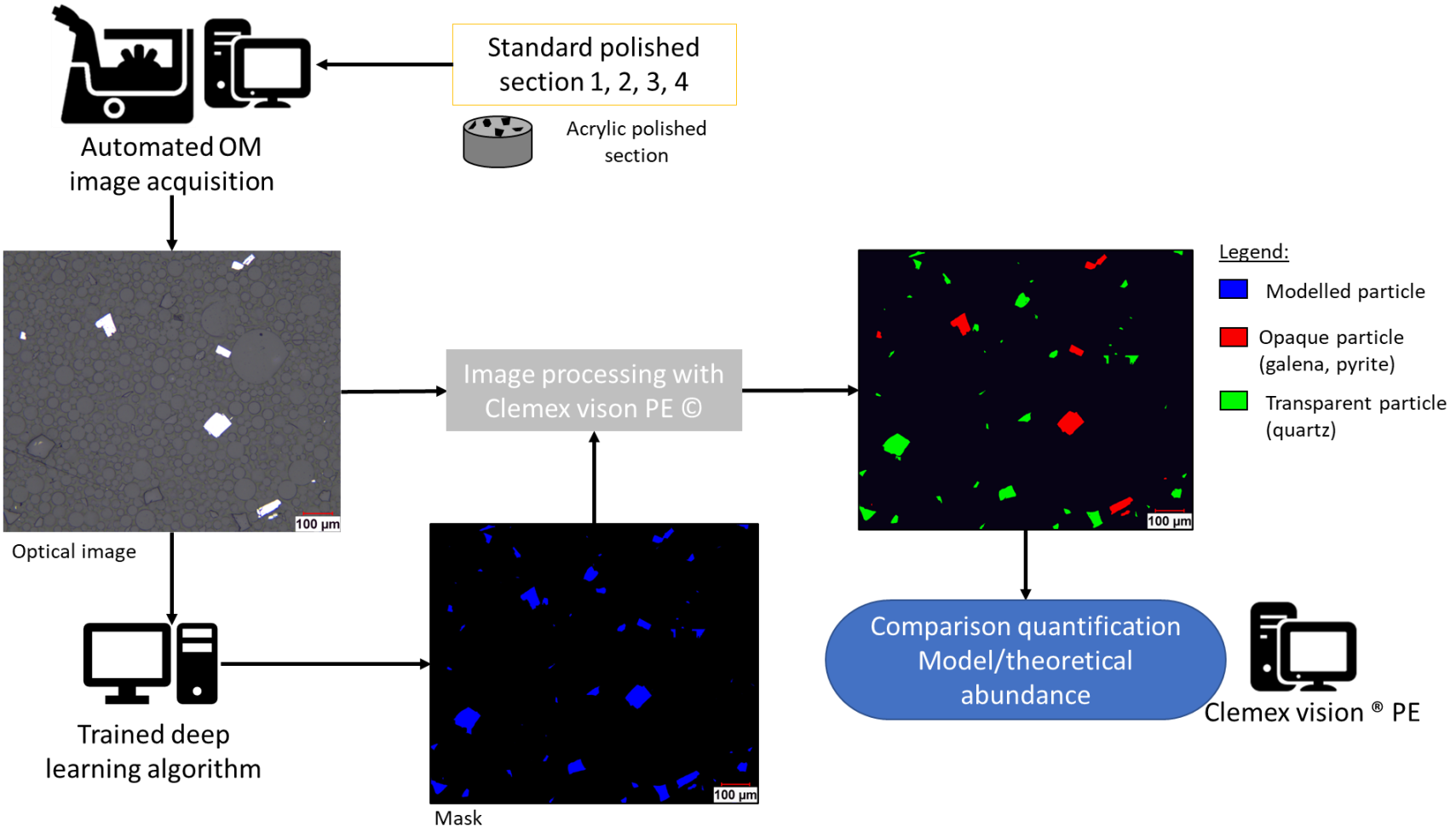


Figure E.8 Principle of the accuracy evaluation of the deep learning algorithm to detect particles in optical images with standards 1, 2, 3, and 4 and the software Clemex Vison® PE.

E.4 RESULTS AND DISCUSSIONS: ACCURACY EVALUATION OF THE DEEP LEARNING ALGORITHM

E.4.1 TEST SET RESULTS

The results of the accuracy evaluation of the deep learning algorithm on the test set of images is summarized in Table E.3 with the related graphical illustration in Figure E.9. Considering all particles from the test set, more than 96% of the area of the particles was well modelled by the deep learning algorithm. An area of less than 1.5% of the annotated particles was overmodelled by the algorithm. Regarding the categories of the test set, the coarse particle category presented the best particle match between the annotation and the results of the deep learning algorithm modelling: only 1.62% of the area of annotated particles was undermodelled and 1.13% of the area was overmodelled (Figure E.9). In contrast, 34% of the area of annotated milled particles from the test set were not modelled by the algorithm, while 4.73% of the area of modelled milled particles did not represent any annotated particle area. Only 35 particles of a total of 573 annotated particles (6.01% of annotated particles) from the coarse particle category were not modelled by the deep learning algorithm (Table E.3).

Table E.3 Quantification summary of the test set for the accuracy evaluation of the deep learning algorithm.

Category	Bitplanes routine	Area (μm^2)	Area (%)	Particle count
All particles	Annotated	33,487,818.35	100.00	5,803
	Model match annotated	32,810,269.57	96.75	8,253
	Undermodelled	1,088,011.98	3.25	-
	Overmodelled	410,463.19	1.25	-
	Undermodelled particle	31,073.03	0.09	417
	Overmodelled particle	94,429.88	0.29	2,581
Coarse particles	Annotated	31,790,761.27	100.00	573
	Model match annotated	31,632,173.68	98.38	1,507
	Undermodelled	514,547.56	1.62	-
	Overmodelled	355,959.95	1.13	-
	Undermodelled particle	4,214.50	0.01	35
	Overmodelled particle	74,821.93	0.24	960
Milled particles	Annotated	1,634,075.55	100.00	5,230
	Model match annotated	1,132,070.45	66.00	6,607
	Undermodelled	555,600.13	34.00	-
	Overmodelled	53,595.04	4.73	-
	Undermodelled particle	25,973.78	1.59	374
	Overmodelled particle	19,366.27	1.71	1,597

In the same way, 374 particles of a total of 5,230 particles (7.15% of annotated particles) from the milled particle category were not modelled by the deep learning algorithm. For both categories, many particles were overmodelled by the deep learning algorithm: 960 particles for the coarse particle category and 1,597 particles for milled particle category. Less than 1% of the percentage area corresponded to the under/overmodelled particles for the coarse particle category, and less than 2% for the milled particles category; this indicates that these particles represented marginal particles.

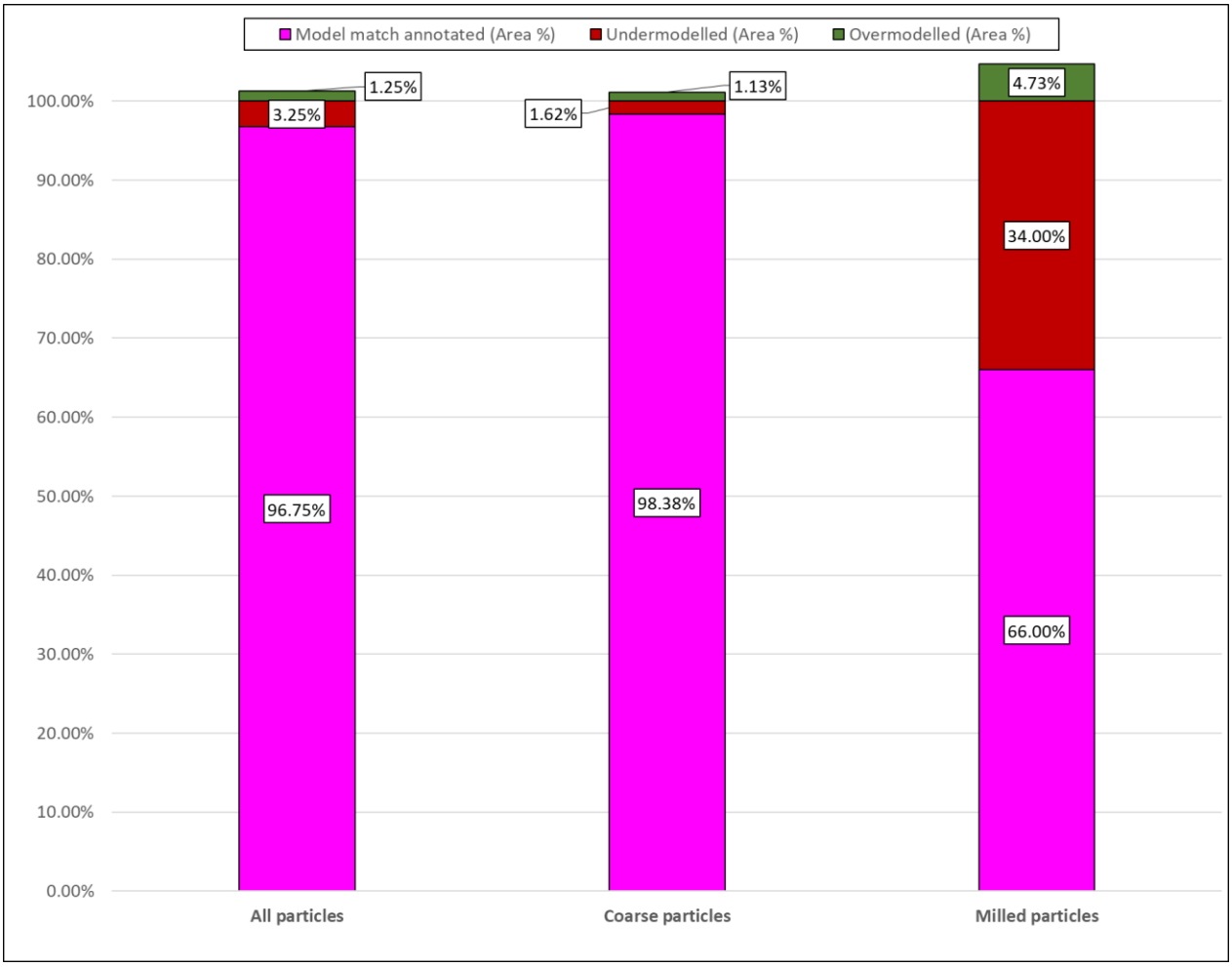


Figure E.9 Graphical illustration of the test set quantification related to Table E.3.

Table E.4 and Table E.5 provide the percentage area occupied by the overmodelled and undermodelled pixels according to the annotated particles and modelled particles for the coarse particles category and milled particles category. The applied bitplanes routines were quantified according to three classes of child area percent: 0%–5%, 5%–99%, and 99%–100%. Each class was sorted according to two types of quantification: the percentage area (% Area) refers to the percentage quantification according to the area quantified by the bitplanes routine expressed in μm^2, while the percentage (%) refers to the percentage area normalized according to the total match percentage area of annotated/modelled pixels.

The results from the coarse particle category (Table E.4) indicates that the majority of undermodelled and overmodelled pixels correspond to the lowest child area class (68.60% and 59.03% of the child area class 0%–5%, respectively). This means that these under/overmodelled

pixels occupied a small area of the related annotated or modelled particles. The second child area class at 5%–99% represents 30.45% of the 1.62% undermodelled particles and 19.30% of the 1.13% overmodelled particles. The third child area class at 99%–100% represents a small part of the total area of undermodelled pixels (0.96 % of the 1.62% undermodelled pixels). It represents half of undermodelled particles, which means that 0.01% of undermodelled pixels represents at least 99% to 99.99% of annotated surface particles. Similarly, the overmodelled pixels from the class 99%–100% represents all overmodelled particles of the deep learning algorithm (0.24% of the overmodelled pixels).

Table E.4 Under/overmodelled pixels child area class distribution for the coarse particle category.

Bitplane pixels	**Match area total annotated/modelled**		**Child area class percent**						
			0%–5%		**5%–99%**		**99%–100%**		**Particle**
	µm²	**%**	**% Area**	**%**	**% Area**	**%**	**% Area**	**%**	
Undermodelled	514,547.56	1.62	68.60	1.11	30.45	0.49	0.96	0.02	0.01%
Overmodelled	355,959.95	1.13	59.03	0.66	19.30	0.22	21.67	0.24	0.24%

Concerning the milled particle category, the majority of undermodelled pixels represent the child area class 5%–99%: 94.53% of the 34% undermodelled pixels. Compared to the coarse particle category, the undermodelled pixels represent a greater surface of the annotated particles for the milled particle category. The 1.59% of undermodelled particles do not represent all the undermodelled pixels of the child area class 99%–100%, which really represent 1.79% of all undermodelled pixels. Consequently, 0.2% of the undermodelled pixels occupy particles that were detected by the deep learning algorithm, but according to a surface that represents 99.00% to 99.99% of the particle detected. More than half of the overmodelled pixels represent a child area class between 0% and 99%, which represents a total of 3.03% of modelled particles. The overmodelled particles that do not correspond to any properly annotated particle represent all the overmodelled pixels from the child area class between 99%–100%.

Table E.5 Under/overmodelled pixels child area class distribution for the milled particles category.

Bitplane pixels	Match Area Total Annotated/Modelled		Child area class percent						
			0%–5%		5%–99%		99%–100%		Particle
	µm²	%	% Area	%	% Area	%	% Area	%	
Undermodelled	555,600.13	34.00	0.21	0.07	94.53	32.14	5.26	1.79	1.59%
Overmodelled	53,595.04	4.73	15.10	0.72	48.76	2.31	36.13	1.71	1.71%

These results indicate that the deep learning algorithm can properly detect all the particles (from both coarse and milled particle categories) but not systematically all the surfaces of the annotated particles. According to the related segmented images from the test set, the most undermodelled pixels represent a halo of pixels around the annotated particles (Figure E.10). For the coarse particle category, this halo majority represents a surface of annotated particles between 0% and 15%, versus 10% to 99% for the milled particle category. However, it may be noted that these haloes of undermodelled pixels correspond to black shadows (optical relief of particle, Figure E.10) intentionally not considered during the annotation step of the sets (section 0). Therefore, it is suspected that the annotation step was not well executed on the test set but well executed on the training set.

Concerning the overmodelled pixels, for both particle categories these pixels systematically represent some little portions near the boundaries of the particles, and often refer to resin pixels placed between close particles (Figure E.10). The deep learning algorithm tended thus to consider two close or agglomerated particles as a single particle (Figure E.10).

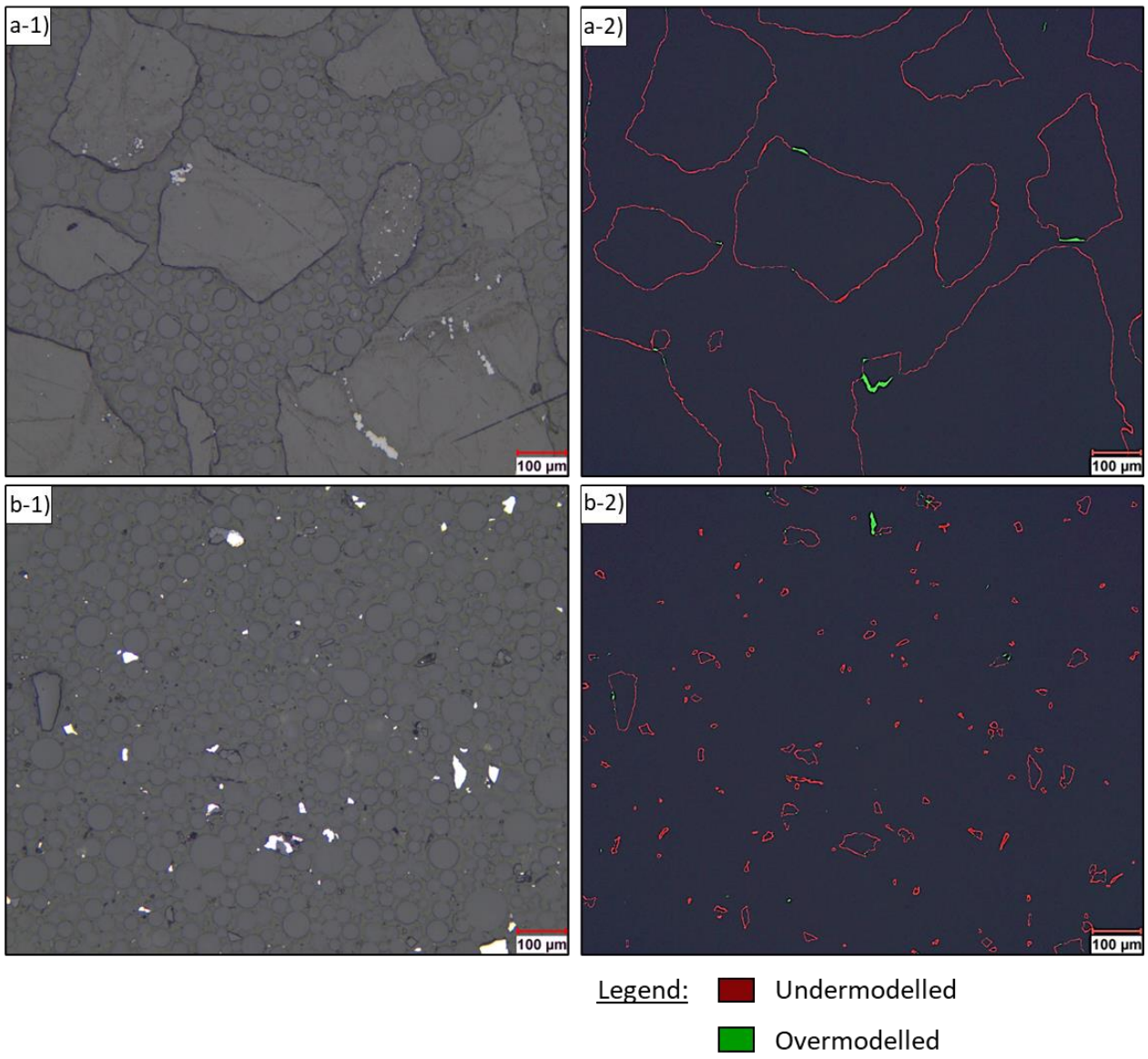


Figure E.10 General disposition of under/overmodelled pixels after the application of the deep learning application on optical images from the test sets: a-1) example of original optical image from the coarse particle category; a-2) disposition of under/overmodelled pixels related to optical image a-1; b-1) example of original optical image from the milled particle category; and b-2) disposition of under/overmodelled pixels related to optical image b-1.

Despite the systematic undermodelled pixels provided by the deep learning algorithm around the particles, the particle size curves of the annotated and modelled particles were very similar (Figure E.11, a-1 and a-2).

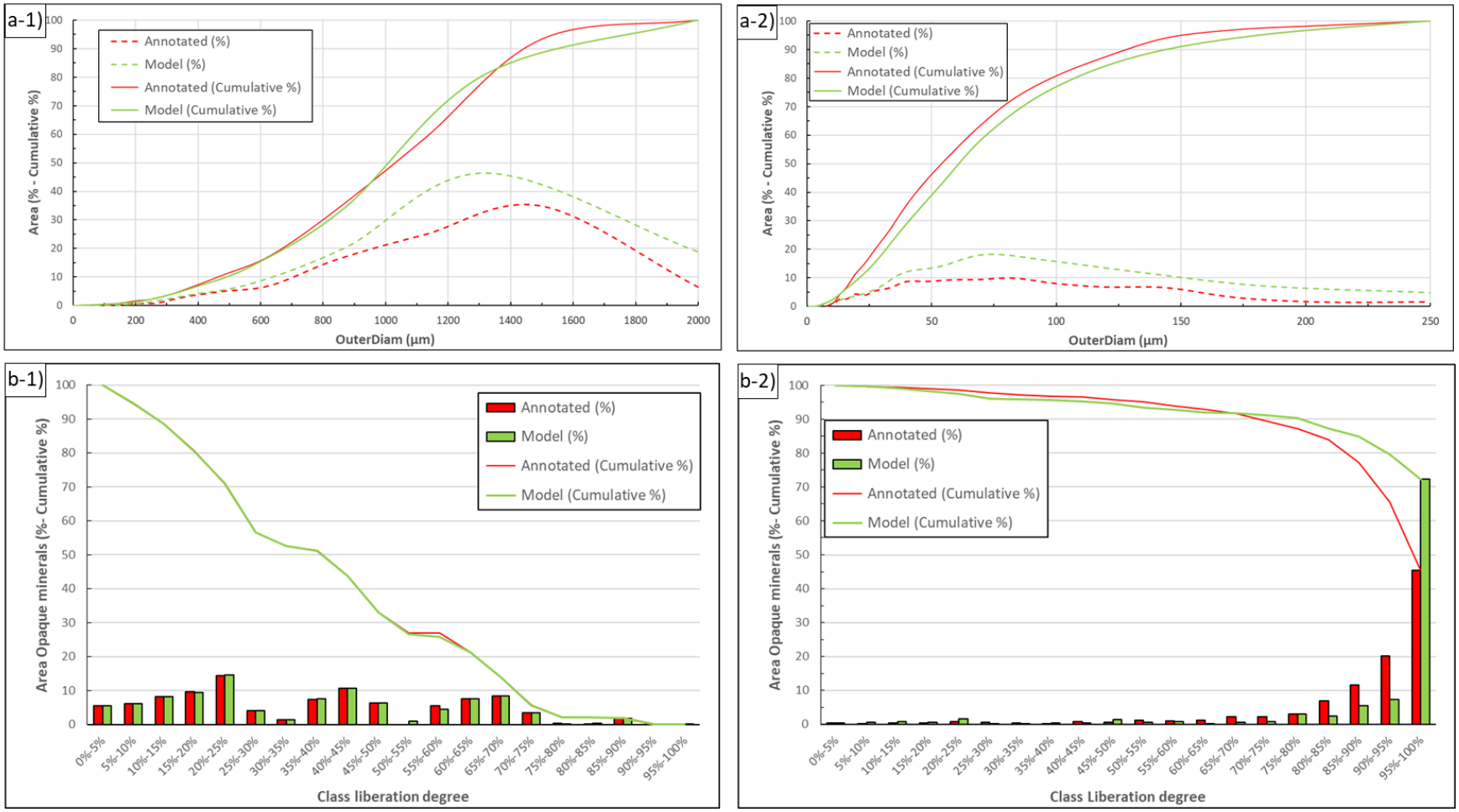


Figure E.11 Particle size curve according to Outerdiam measurement of annotated and modelled particles from the coarse particle category (a-1) and milled particle category (a-2) of the test set; liberation quantification of opaque minerals according to annotated and modelled particles from the coarse particle category (b-1) and milled particle category (b-2).

Consequently, there was no huge impact on particle size quantification even though the actual trained deep learning algorithm did not properly detect the entire surface of the particles. In the same way, the liberation curves of the opaque minerals presented in Figure E.11 b-1 for the coarse particle category were very similar between the annotated particles and modelled particles.

Nevertheless, for the milled particle category, the liberation curves of the opaque minerals were very different (Figure E.11 b-2). The annotated particles presented a greater opaque mineral abundance for the liberation class degree between 80% and 95% compared to modelled particles (41.82% of opaque minerals for annotated particles versus 18.20% for modelled particles for this liberation class degree). For the last liberation class degree (95%–100%), the modelled particles presented a quantification of opaque minerals greater than that for the annotated particles (72.23% versus 45.33%, respectively). This feature comes from the fact that the deep learning algorithm did not properly detect the limit of the particles compared to the annotated particles, resulting in the undermodelled pixels around the particles discussed previously. However, it was expected that the most representative liberation class of opaque particles for the milled particle category should be at 95%–100%: at finer particle sizes, the opaque mineral particles occupied all the surface of the particles and there were fewer intergrowth grains in the milled particles. This information confirms the fact that the annotation made on the test set did not well delimit the particles and tended to overestimate the real surface occupied by the particles on the optical images. Consequently, the annotated particles provided by the deep learning algorithm application resulted in a more relevant opaque mineral liberation quantification than the annotated particles.

E.4.2 MINERAL QUANTIFICATION COMPARISON ON STANDARDS

The results of the mineral abundance quantification performed on the PS standards with the deep learning algorithm and the related routine developed with Clemex Vision® PE are presented in Table E.6 with the related graphical illustration in Figure E.12.

Table E.6 Mineral abundance quantification provided by the application of the deep learning algorithm (with the related developed routine) and comparative with theoretical abundance on standards 1, 2, 3 and 4.

Sample Standard	**Particles**	**Theoretical abundance**	**Deep learning results**		**Difference**
		(Vol.%)	**Area (μm²)**	**Area (%)**	
Standard 1	Opaque particles (galena)	50.00%	6,573,229.46	68.73%	-18.73%
	Transparent particles (quartz)	50.00%	2,991,026.75	31.27%	18.73%
	Total	100.00%	9,564,256.21	100.00%	-
Standard 2	Opaque particles (galena)	25.00%	3,678,716.51	37.20%	-12.20%
	Transparent particles (quartz)	75.00%	6,211,565.84	62.80%	12.20%
	Total	100.00%	9,890,282.35	100.00%	-
Standard 3	Opaque particles (pyrite)	50.00%	5,263,693.55	46.60%	3.40%
	Transparent particles (quartz)	50.00%	6,032,002.92	53.40%	-3.40%
	Total	100.00%	11,295,696.5	100.00%	-
Standard 4	Opaque particles (pyrite)	25.00%	3,358,228.73	22.92%	2.08%
	Transparent particles (quartz)	75.00%	11,295,179.8	77.08%	-2.08%
	Total	100.00%	14,653,408.5	100.00%	-

Standards 1 and 2 presented the greatest difference in mineral abundance quantification between the deep learning algorithm with the developed routine and the theoretical abundance. The routine systematically overestimated the opaque mineral abundance (galena) for both standards, with an overestimation of 18.73% for standard 1 and 12.20% for standard 2. Standards 3 and 4 provided a very similar mineral abundance quantification compared to the theoretical mineral abundance with systematic underestimation of the opaque mineral (pyrite): 3.40% for standard 6 and 2.08% for standard 4 (Table E.6, Figure E.12).

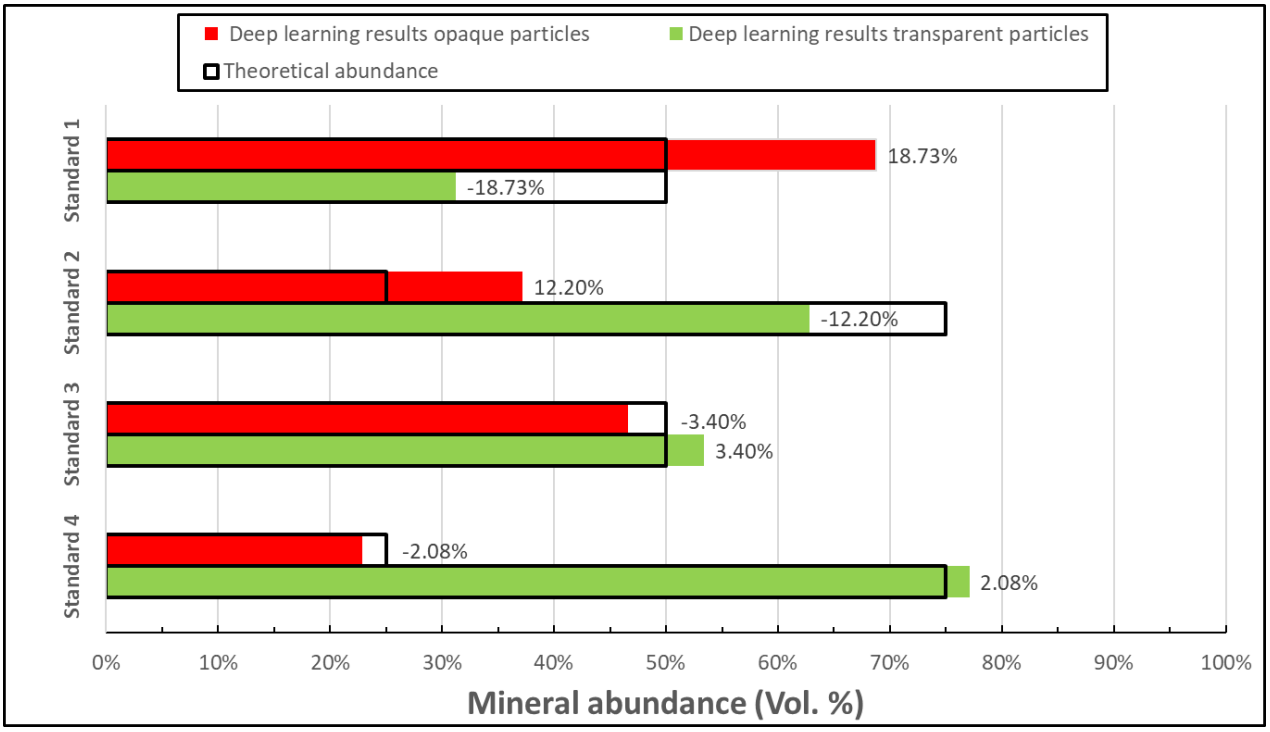


Figure E.12 Graphical illustration of results provided by Table E.6. The number next to each set of bars represents the % difference between the quantification and the theoretical abundance of the studied standards.

The acceptable quantification difference for the standards using pyrite as opaque particles (standards 3 and 4) demonstrated the efficient detection of all particles in acrylic resin by the trained deep learning algorithm. In contrast, for standards 1 and 2, which used galena as opaque the mineral particle, the comparison of mineral abundance quantification provided an unacceptable overestimation of galena.

Regarding the very close quantification with the theoretical mineral abundances provided for standards 3 and 4, it is suspected that the acrylic resin preferentially sedimented the galena particles to the bottom of standards 1 and 2 due to the difference in density compared to the quartz particles and the sedimentation behavior already observed and discussed in the part 1 of this present study. This hypothesis can explain the systematic overestimation of galena particles. Consequently, it is suspected that the deep learning algorithm can properly detect all mineral particles despite the overrepresentation of galena particles on the bottom of the PS standards.

E.5 CONCLUSIONS

A deep learning algorithm was trained to automatically detect particles in optical images inside the bubbled matrix of the acrylic resin, particularly for the transparent particles in this study. The results provided relevant particle detection, allowing an unbiased mineralogical quantification with automated OM analysis by quantifying the transparent particles present in the PS.

The deep learning approach proposed in this study is very innovative in the field of automated mineralogical optical microscopy analysis. This approach was developed for the detection of transparent particles by automated OM, allowing the clustering of these particles from the background of resin. Future research will focus on developing the use of deep learning algorithms to:

- Improve the detection of mineral particles with the deep learning algorithm by providing more diversified particle sizes in the optical images using various optical magnification acquisition (e.g., 200x, 500x);
- Perform mineralogical classification on optical images according to optical hyperspectral analysis of minerals such as those recommended by Koh et al. (2021) and;
- To confirm that the systematic overestimation of galena in the standards came from the acrylic resin behavior and not from the deep learning algorithm (part 1 of this present study), it is recommended to analyze these PS standards with other automated mineralogical devices (e.g., QEMSCAN©). A very close mineralogical abundance quantification provided by this type of device compared to these results with the deep learning algorithm application can prove that the acrylic resin PS preferentially exposes the galena.

E.6 SUPPLEMENTARY MATERIALS: TRANSPARENT PARTICLE DETECTION IN COLORED RESINS

Several colored resins (multifast© blue, yellow, red, and Epodye© dye from the supplier Struers) were also studied to manufacture PS with mineral powder including transparent particles (quartz) (Figure E.13). The objective was to check if simple image processing by grey thresholding on a multispectral image allows an efficient detection of quartz particles. The results showed the inability to discriminate the colored resin from the transparent particles even with the optical multispectral image analysis possible with the automated OM (365 nm, 436 nm, 514 nm, 585 nm, and 665 nm).

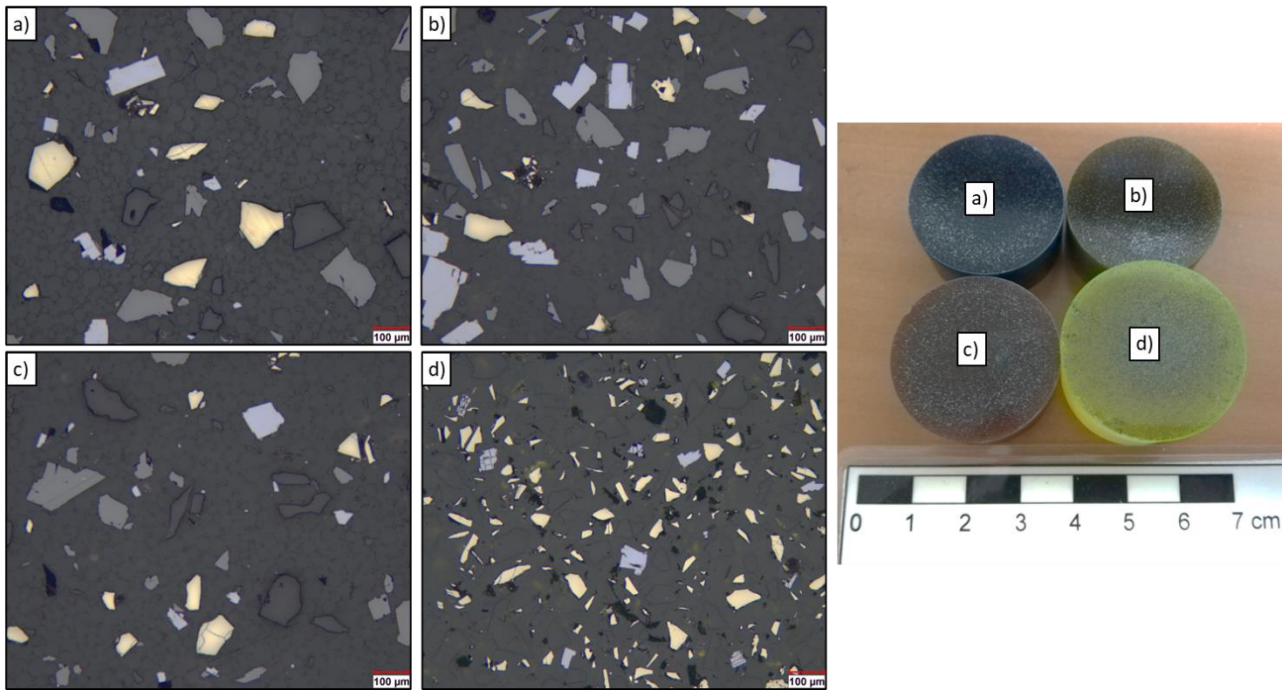


Figure E.13 Examples of photomicrographs in reflected plane-polarized light of a powdered mineral mix (galena, pyrite, sphalerite, quartz) in acrylic resin mixed with multifast© dyes, and related polished sections: a) blue, b) yellow, c) red, and d) fluorescent Epodye© dye.

Only the fluorescent Epodye© dye had a response in the spectral imaging with the 365 nm filter and the UV light source of the automated OM used in this study. However, the related spectral image also exhibited a fluorescent light on the localization of quartz particles (Figure E.14). This observed effect did not allow proper image processing to discriminate transparent particles from the resin. The fluorescent dye can indeed cause a fluorescent light in the resin, but since resin is

found below the transparent particles in the PS, the fluorescent light can travel through the particles and these particles will also appear fluorescent. This result is very different from the study of Grunwald et al. (2019), which also studied the Epodye© dye and made it possible to discriminate resin from quartz particles with optical multispectral analysis on polished thin sections. The polished thin sections eliminate the fluorescent resin below the transparent particles, thus avoiding the phenomena described above for PS.

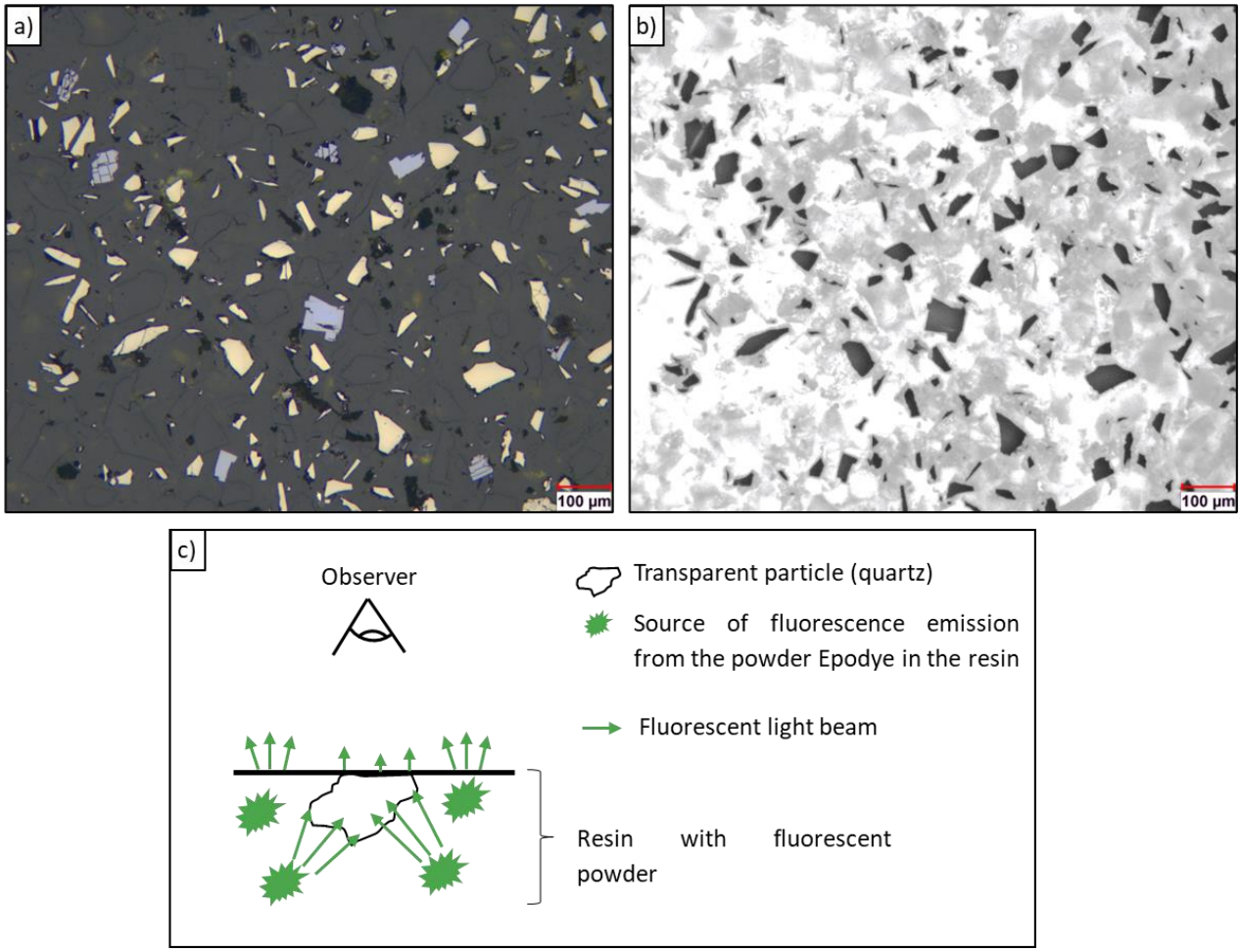


Figure E.14 a) Photomicrograph in reflected plane-polarized light of powdered mineral mix with fluorescent Epodye© colorant, b) related spectral image at 36 nm, and c) fluorescent beam path into transparent particle.

References

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Paper presented at the Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University.

Berrezueta, E., Ordóñez-Casado, B., Bonilla, W., Banda, R., Castroviejo, R., Carrión, P., & Puglla, S. (2016). Ore Petrography Using Optical Image Analysis: Application to Zaruma-Portovelo Deposit (Ecuador). *Geosciences, 6*(2), 30. doi:10.3390/geosciences6020030

Berry, R., Walters, S., & McMahon, C. (2008). Automated mineral identification by optical microscopy. *Australasian Institute of Mining and Metallurgy Publication Series*, 91-94.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2015). *A novel procedure for polished section preparation for automated mineralogy avoiding internal particle settlement.* Paper presented at the Proceedings of the 12th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM), Istanbul, Turkey.

Bouzahzah, H., Califice, A., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2008). *Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X ray diffraction.* Paper presented at the Proceedings of International Congress for Applied Mineralogy ICAM08, Brisbane, Australia. AusIMM.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

Chopard, A., Benzaazoua, M., Plante, B., Bouzahzah, H., & Marion, P. (2015). *Kinetic Tests to Evaluate the Relative Oxidation Rates of Various Sulfides and Sulfosalts*.

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2022). Automated mineralogical characterization using optical microscopy: Review and recommendations. *Minerals Engineering, 189*, 107896. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687522005064. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107896

Delbem, I. D., Galéry, R., Brandão, P. R. G., & Peres, A. E. C. (2015). Semi-automated iron ore characterisation based on optical microscope analysis: Quartz/resin classification. *Minerals Engineering, 82*, 2-13. doi:10.1016/j.mineng.2015.07.021

Delesse, A. E. O. J. (1866). Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches. *F. Savy*.

Dominy, O'Connor, & Parbhakar-Fox. (2018). *Geometallurgy - A Route to More Resilient Mine Operations* (Vol. 8).

Dong, L., & Zhang, Z. (2019). *A method for analyzing the composition of petrographic thin section image.* Paper presented at the International Conference on Image and Graphics.

Fandrich, R., Gu, Y., Burrows, D., & Moeller, K. (2007). Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing, 84*(1-4), 310-320.

Fueten, F., & Mason, J. (2007). An artificial neural net assisted approach to editing edges in petrographic images collected with the rotating polarizer stage. *Computers & Geosciences,*

33(9), 1176-1188. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0098300407000738. doi:https://doi.org/10.1016/j.cageo.2006.12.007

Graham, S., Brough, C., & Cropp, A. (2015). An introduction to ZEISS mineralogic mining and the correlation of light microscopy with automated mineralogy: a case study using BMS and PGM analysis of samples from a PGE-bearing chromite prospect. *Precious metals*, 1-12.

Grunwald, Ú., Catalina, J. C., López, A., & Bolibar, R. (2019). *A reliable method for the automated distinction of quartz gangue and epoxy resin with reflected light microscopy and its application to digital image analysis*.

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* Paper presented at the The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Hrstka, T., Gottlieb, P., Skala, R., Breiter, K., & Motl, D. (2018). Automated mineralogy and petrology-applications of TESCAN Integrated Mineral Analyzer (TIMA). *Journal of Geosciences, 63*(1), 47-63.

Hunt, J., Berry, R., & Bradshaw, D. (2011). Characterising chalcopyrite liberation and flotation potential: Examples from an IOCG deposit. *Minerals Engineering, 24*(12), 1271-1276. doi:10.1016/j.mineng.2011.04.016

Koh, E. J., Amini, E., McLachlan, G. J., & Beaton, N. (2021). Utilising convolutional neural networks to perform fast automated modal mineralogy analysis for thin-section optical microscopy. *Minerals Engineering, 173*, 107230.

Lastra, R., & Paktunc, D. (2016). *An estimation of the variability in automated quantitative mineralogy measurements through inter-laboratory testing* (Vol. 95).

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Maitre, J., Bouchard, K., & Bédard, L. P. (2019). Mineral grains recognition using computer vision and machine learning. *Computers & Geosciences, 130*, 84-93. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0098300419301037. doi:https://doi.org/10.1016/j.cageo.2019.05.009

Neumann, R., & Stanley, C. (2008). *Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins: implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy.* Paper presented at the INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY.

Pirard, E. (2004). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(02), 323-333. doi:10.1180/0026461046820189

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy*.

Pirard, E., & Bertholet, V. (2000). Segmentation of multispectral images in optical metallography. *Revue de Métallurgie-Sciences et Génie des Matériaux*, 219-227.

Poliakov, A., & Donskoi, E. (2014). Automated relief-based discrimination of non-opaque minerals in optical image analysis. *Minerals Engineering, 55*, 111-124. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687513002872. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.09.014

Roisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon, 8*, A1-A23.

Ronneberger, O., Fischer, P., & Brox, T. (2015). *U-net: Convolutional networks for biomedical image segmentation.* Paper presented at the International Conference on Medical image computing and computer-assisted intervention.

Schmidhuber, J. (2015). Deep learning in neural networks: An overview. *Neural networks, 61*, 85-117.

Struers Lcc. (2022a). How to do thin sections. Retrieved from https://www.struers.com/en/Knowledge/Special-applications/Mineralogy-and-Thin-sectioning#howto.

Struers Lcc. (2022b). Safety data sheet VERSOCIT-2. 13. Retrieved from https://sds.struers.com/?ufi=AYU2-S0AC-D00S-4R2D&cnty=CA&lang=ENG&_ga=2.169764513.1440461162.1660763968-839668161.1648835009.

Varma, S., & Das, S. (2018). *Introduction to Deep Learning*.

Xing, F., Xie, Y., Su, H., Liu, F., & Yang, L. (2017). Deep learning in microscopy image analysis: A survey. *IEEE Transactions on Neural Networks and Learning Systems*, *29*(10), 4550-4568.

Zhang, L., He, Z., & Liu, Y. (2017). Deep object recognition across domains based on adaptive extreme learning machine. *Neurocomputing, 239*, 194-203.

Zhou, J., & Gu, Y. (2016). Geometallurgical characterization and automated mineralogy of gold ores. In *Gold ore processing* (pp. 95-111): Elsevier.

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Soumali Roychowdhury:** Writing – original draft**. Francis Quintal-Lauzon:** Methodoloy. **Aurélie Chopard:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** Writing – review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper. This present study is related

to an intellectual property agreement Clemex©-UQAT currently being deposited with a provisional application with a serial number 63/408,761.

Acknowledgements

The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

Highlights

- Mineral particles set in acrylic resin matrix are easy to detect on optical image.
- A deep learning algorithm is developed to detect particles in the acrylic resin.
- Ore and pure mineral material have been used to train and test the algorithm.
- The results show an optimal detection of all mineral particles in acrylic resin.
- Deep learning is very innovative in the automated optical microscopy field.

ANNEXE F ARTICLE 5 : AUTOMATED MINERALOGY USING OPTICAL MICROSCOPY IN A GEOMETTALURGICAL CONTEXT: A COMPARATIVE STUDY ON DUMONT NICKEL PROJECT ORES, AMOS, QUEBEC

Cet article est accepté et publié dans la revue *Minerals Engineering* le 28 avril 2023 (https://doi.org/10.1016/j.mineng.2023.108089).

Benjamin De Castro[a], Mostafa Benzaazoua[a,b], Alger St-Jean[c], Michelle Scortino[d], Benoît Plante[a], Brian Bélisle[c], Robert Cloutier[c]

[a] Research Institute on Mine and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada

[b] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Mining Environment & Circular Economy, Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco

[c] Magneto Investments LP, 42 rue Trudel, Amos, Québec J9T 4N1, Canada

[d] Orford mining Corporation, 2 St. Clair Avenue West, 18th Floor, Toronto, Ontario M4V 1L5, Canada

Abstract

The Dumont Nickel Project is a low-grade, large-tonnage, ultramafic-hosted, disseminated nickel mine development project located in the Abitibi region of Quebec. The nickel mineralization is a result of the serpentinization of a dunite protolith that contained magmatic nickel sulfides (pentlandite ($(Ni, Fe)_9S_8$), heazlewoodite (Ni_3S_2)) with concurrent generation of nickel-iron alloy (awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)) considered as metallurgically recoverable Ni in the resource.

The challenge in developing Dumont-type deposits lies in the mapping of recoverable Ni-phases through a geometallurgical approach. To quantify recoverable Ni, it is desirable to develop an affordable and cost-effective mineralogical quantification method for recoverable minerals to assess the economic value of mineralization.

This study proposes an innovative way to quantify relevant mineralogy for future mining operations at the Dumont Nickel project using automated optical microscopy based on image analysis and quantification. To reach this goal, four samples that represent the geometallurgical domains of the deposit were characterized by automated optical microscopy and these results were compared to existing mineralogical quantification data for the same samples acquired by Quantitative Evaluation of Minerals by SCANning electron microscope (QEMSCAN®). The mineral abundance results obtained with the two techniques were compared with a focus on Ni deportment within opaque minerals. This comparative study has proven the effectiveness of automated optical microscopy for mineralogical quantification purposes as applied to the Dumont Nickel Project samples studied.

Keywords: quantitative automated mineralogy, optical microscopy, SEM-EDS, geometallurgy, nickel low-grade orebody.

F.1 INTRODUCTION

Nickel has been identified as one of the critical metals in Canada (CMMP, 2021) and worldwide. To remain a global leader in mining, the government of Canada encourages the mining industry to discover and develop new types of deposits; however, this can present new challenges. The Dumont Nickel Project (Dumont), located in the Abitibi region of Quebec, is an ultramafic hosted large tonnage, low-grade, disseminated, nickel-bearing deposit (Eckstrand, 1975; Duke, 1986; Sciortino et al., 2015). The deposit has been brought to the feasibility stage by Magneto Investments LP (Staples et al., 2019). The deposit is presented as one of the largest global discoveries of sulfide Ni since the 1960s (Magneto Investments, 2020). With 1,028 Mt of proven and probable reserve at an average grade of 0.27 wt. % Ni, the deposit is set to be amongst the largest Ni sulfide mines in the world once in operation (Staples et al., 2019; Magneto Investments, 2020). Although low grade compared to some other Canadian nickel operations, e.g. Raglan mine with more than 20 Mt reserve at 3.2 wt. % Ni (Delarosbil, 2020), Dumont's low cost structure combined with its large scale can provide a potential average annual Ni production of 39 kt over a mine life of 30 years and provide supply in the context of critical mineral demand (Magneto Investments, 2020). The Ni content of the deposit consists of Ni in silicates, considered as metallurgically unrecoverable, and Ni in sulfides and alloys, considered as metallurgically recoverable (Sciortino et al., 2015). The challenge in developing Dumont-type deposits lies in the

determination of the abundance of recoverable phases through a geometallurgical approach. By using prediction modeling to analyze the mineralogical variations in the deposit (Sciortino et al., 2013; Sciortino et al., 2015), were able to divide the Dumont dunite into four geometallurgical domains based on the Ni metallurgical rougher recovery. The domain definition requires effective and affordable mineralogical quantification in a production setting. Indeed, for the Dumont Nickel Project, it is desirable to find an alternative way to quantify metallurgically recoverable Ni phases. The goal of this paper is to propose a method that could meet this requirement through the development of automated, quantifiable mineralogical characterization under a reflected optical microscope, while comparing the results to quantitative automated mineralogy as reported by an automated scanning electron microscope coupled with energy dispersive spectrometry (QEMSCAN®). The automated reflected optical microscopy (AOM), allowing the identification and quantification of opaque minerals (i.e. sulfides, oxides, and native elements/alloys) by multispectral reflectance measurement, represents an alternative to the costly and restrictive regular automated mineralogy systems (e.g. QEMSCAN®) and can be an effective tool for mineralogical characterization in geometallurgical context (Pirard, 2004; Donskoi et al., 2015; Chopard et al., 2019; López-Benito et al., 2020; De Castro et al., 2022a). The simple mineralogy of the related ultramafic simple chemical system (Si, Mg, OH, +/- Fe, +/- Al, +/- Ni) is suitable for this new approach. This present study constitutes one of the few comparative studies of the AOM field (Castroviejo et al., 2002; Bouzahzah et al., 2008; Donskoi et al., 2011; Donskoi et al., 2020; Donskoi et al., 2021; De Castro et al., 2022a).

F.2 BACKGROUND

Some words in this part refer to geological terms. To facilitate the reader's understanding, these terms are indicated by an asterisk (*) and refer to Appendix F.A for its definition.

F.2.1 GEOLOGICAL SETTING AND NI-BEARING MINERAL ASSEMBLAGE OVERVIEW

The Dumont Nickel deposit is located in the province of Quebec in the Abitibi greenstone belt* (Figure F.1), in the municipalities of Launay and Trécesson. The deposit was discovered in the 1970s (Eckstrand, 1975) and consists of an ultramafic* sill (i.e. a lens-shaped ultramafic* intrusion into the surrounding rock) with a large zone of Ni-bearing mineralization (Eckstrand,

1975; Duke, 1986; Brügmann et al., 1990). The sill is differentiated into a lower ultramafic* zone including peridotite* and dunite* overlain by a mafic* zone and quartz gabbro* subzone (Figure F.1) (Duke, 1986). The ultramafic* zone is further subdivided into a lower peridotite* subzone, a dunite* subzone, and an upper peridotite* (Figure F.1) according to Duke (1986).

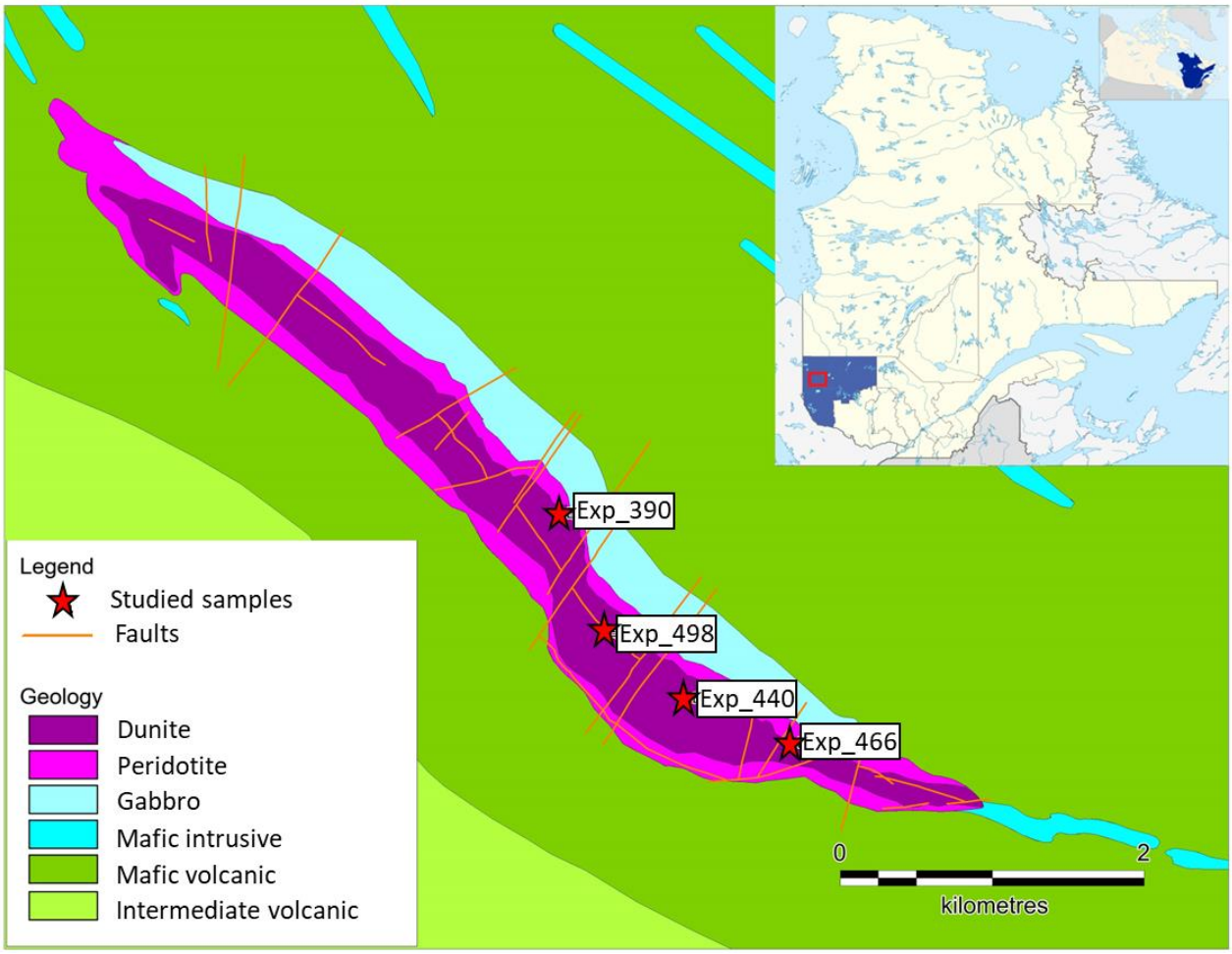


Figure F.1 Location and geologic maps of the Dumont sill within the Abitibi greenstone belt where the studied samples were located. The sill dips 60° to 70° to the northeast. Image modified from Sciortino et al. (2015).

Nickel-bearing mineral assemblages of the Dumont deposit consist of variable proportions of the sulfides pentlandite ($(Ni, Fe)_9S_8$) and heazlewoodite (Ni_3S_2), and the ferronickel alloy awaruite ($Ni_{2.5}Fe$) (Sciortino et al. (2015). Abundances and relative proportions of these minerals appear to be controlled by the primary mineralogy and compositional zoning of the Dumont intrusion. Variable proportions of the Ni present in the dunite* subzone is contained in non-recoverable phases, primarily in serpentine. Nickel sulfide mineralization is most abundant in primary

intercumulus* sulfide layers within the dunite* subzone outlined by the presence of Ni grades exceeding 0.3 wt. %. Nickel sulfide and alloy mineralization also occur outside these layers at lower abundances (Sciortino et al., 2015).

F.2.2 PARAGENESIS OF NI-BEARING MINERALS

The work of Sciortino et al. (2015) provided an understanding of the changes in Ni deportment from silicates (metallurgically unrecoverable) to Ni sulfides and awaruite through the serpentinization of the Dumont sill. This serpentinization process has allowed the olivine to react with water to produce serpentine, magnetite, and brucite. Figure F.2 summarizes the paragenesis* of opaque mineralogy (referring to the minerals observable by reflected optical microscope) through the different stages of serpentinization. This process of serpentinization creates a strongly reducing environment, allowing the release of Ni from the decomposition of olivine. At each stage of the previously described change in Ni deportment through serpentinization, Ni is released from the silicates and accommodated in the metallic recoverable phases, namely pentlandite, heazlewoodite, and awaruite. Consequently, the Ni-bearing phases of the Dumont deposit are a result of the serpentinization of a dunite* protolith* that contained magmatic Ni-sulfides that were enriched in Ni by the serpentinization process with concurrent generation of nickel-iron alloy. Therefore, the final mineral assemblage, texture of the disseminated nickel mineralization in the Dumont deposit, and its variability are largely controlled by the degree of serpentinization of the dunite*. Weakly serpentinized portions of the deposit are thus characterized by a higher Ni content in the silicate minerals, considered as metallurgically unrecoverable.

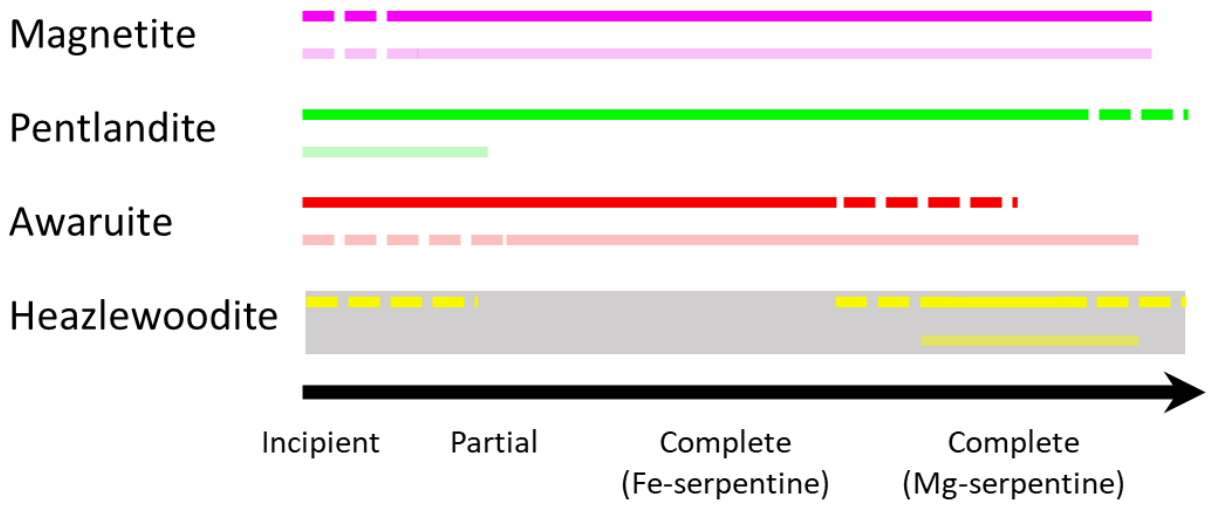


Figure F.2 Opaque mineral paragenesis during progressive serpentinization from incipient through Fe-serpentine to Mg-serpentine. Colored and more transparent colored lines represent sulfide-bearing and low-sulfide assemblages, respectively. Dotted lines represent trace amounts of a phase that is only rarely observed. Image modified from Sciortino et al. (2015).

F.2.3 MINE PROJECT, NI ASSAY CHALLENGES, AND GEOMETALLURGICAL APPROACH

In 2019, Magneto Investments LP conducted a feasibility study on the Dumont Nickel mine (Staples et al., 2019), which predicted an average annual production of 39 kt of nickel-in-concentrate for 30 years through an open pit mine and mill operation. The mining sequence will prioritize higher value ore to be directly fed to the mill, while the lower value ore will be temporarily stockpiled. The proposed processing plant will produce a nickel concentrate and tailings (appendix F.B), with the initial step being the crushing and grinding of the ore, which will be followed by a two-stage desliming circuit using hydrocyclones. This will be followed by a nickel sulfide rougher flotation, with a total of 27 cells, and 13 nickel sulfide cleaner forced air tank flotation cells. A magnetic recovery circuit will then be used, which includes a regrind stage, six magnetic sulfide scavengers forced air tank flotation cells, and two final stages of magnetic separation. Finally, an awaruite recovery circuit will be included, consisting of five air tanks rougher flotation cells and four air tanks cleaner flotation cells. To optimize the processing plant, it may be necessary to conduct metallurgically recoverable Ni determinations during future mining operations. For the low-grade Dumont Nickel Project, which is characterized by metallurgically recoverable Ni mineralization driven by serpentization stages, automated mineralogical

quantification through a geometallurgical approach such as AOM is useful. Traditional assays like geochemical analysis cannot differentiate between recoverable Ni in sulfides and alloys versus unrecoverable Ni in silicates, unlike in high-grade Ni-sulfide deposits where the Ni potentially hosted in unrecoverable phases is negligible compared to the measured assay grade.

To aid in predicting recoveries for the Dumont ores, the feasibility study proposed a geometallurgical approach, as outlined by Staples et al. (2019). This approach involves defining geometallurgical domains based on the serpentinization stage and the associated Ni deportment of unrecoverable phases (silicates) and secondary recoverable phases (sulfide and alloy). Magneto Investments established four geometallurgical domains corresponding to serpentinization domains to aid in predicting recoveries for the Dumont ores (Figure F.3).

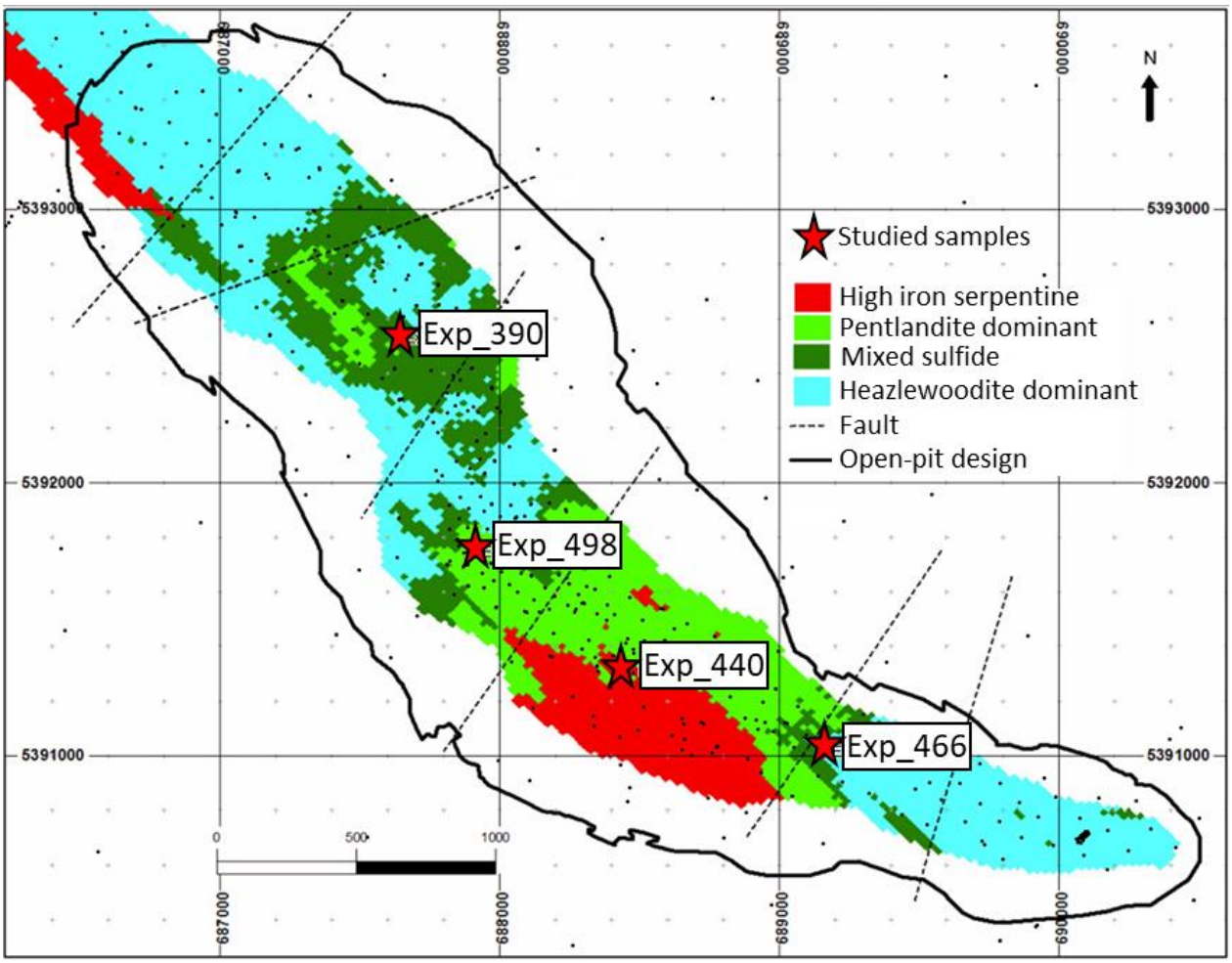


Figure F.3 Plan view showing distribution of geometallurgical domains in the Dumont resource block model in relation to the proposed open pit outline (Staples et al., 2019). High iron serpentine domain: Fe-serpentine ± relict olivine, pentlandite (Fe-serpentine > 14 wt %).

Pentlandite dominant domain: Mg-serpentine, pentlandite ± awaruite (Hz/Pn ≤ 1, Fe-serpentine < 14 wt %). Mixed sulfide domain: Mg-serpentine, pentlandite, and heazlewoodite ± awaruite (1 < Hz/Pn < 5, Fe-serpentine < 14 wt %). Heazlewoodite dominant domain: Mg serpentine, heazlewoodite dominant ± awaruite (Hz/Pn ≥ 5, Fe-serpentine < 14 wt %).; modified after Staples et al. (2019) and Sciortino et al. (2015).

In order to implement this approach, a total of 1,420 samples underwent mineral abundance analysis using automated quantitative mineralogy with QEMSCAN®. The results of this analysis were then used to define different domains based on the ratio of heazlewoodite to pentlandite (Hz/Pn) and the abundance of iron-rich serpentine (Fe-serpentine) (Table F.1). It was found that completely serpentinized Mg-serpentine samples produce better recoveries and higher concentrate grades. The recoverable Ni recovery rate is intermediate in the pentlandite dominant domain, while the increasingly Mg-serpentinized mixed sulfide to heazlewoodite dominant geometallurgical domain shows an increasingly recoverable Ni recovery rate. Conversely, the early stage serpentinization high iron serpentine geometallurgical domain has the lowest average recovery (Sciortino et al., 2013; Staples et al., 2019).

Table F.1 Domain attribution code according to the mineralogical quantification iron serpentine (Fe-serpentine) and heazlewoodite on pentlandite ratio (Hz/Pn).

Mineralogical quantification	**High iron serpentine**	**Pentlandite sominant**	**Mixed sulfide**	**Heazlewoodite dominant**
Fe-serpentine (wt%)	>14	<14	<14	<14
Hz/Pn ratio	N/A	≤1	1<Hz/Pn<5	≥5

The optimization of the Dumont project will require detailed characterization of its mineralogy, which can be achieved using automated mineralogical quantification. This will be crucial for (1) developing a mine planning strategy that maximizes recovered value and (2) predicting Ni recovery in the processing plant to optimize future production. However, because the Ni-bearing recoverable minerals content is low at approximately 1 wt. % (Staples et al., 2019), X-ray diffraction is not suitable due to its detection limit of 2 to 5 wt. % (Ali et al., 2022). While QEMSCAN® was used to develop the mineralogical database of the deposit, it may not be practical for future production due to its high acquisition and operational costs. Instead, this study proposes using automated

reflected optical microscopy (or AOM) as an innovative and cost-effective way to quantify mineralogy for the future mining operation.

F.3 MATERIAL

The samples came from the mineralogical characterization program completed using SGS's procedure for QEMSCAN® during the feasibility study for the Dumont Nickel Project (Staples et al., 2019). This program included mineralogical sampling of representative drill cores distributed spatially across the Dumont deposit. The description and photomicrographs in reflected plane-polarized light of each sample studied is provided by the Table F.2 and Figure F.4.

Table F.2 General mineralogy description of the sample studied.

Sample	Serpentinization rate/ alteration facies	Intercumulus sulfide-oxide description	Supplementary description
High iron serpentine domain sample (Exp_440)	Moderately serpentinized dunite/ Fe-serpentine facies (dominant Fe-serpentine and coalingite).	Little secondary magnetite and coarse awaruite in primary intercumulus pentlandite.	Presence of minor native copper in pentlandite-awaruite assemblages.
Pentlandite dominant domain (Exp_390)	Completely serpentinized dunite/ Mg-serpentine facies (with no olivine and no Fe-rich serpentine but with brucite).	Abundant magnetite in primary intercumulus blebs as secondary replacements or overgrowth and veins within pentlandite.	-
Mixed sulfide domain (Exp_498)	Completely serpentinized dunite/ Mg-serpentine facies where awaruite no longer appears to be stable and disappears.	Intercumulus of pentlandite, heazlewoodite and magnetite.	The secondary pentlandite is progressively replaced by heazlewoodite.
Heazlewoodite dominant domain (Exp_446)	Further later stage Mg-serpentinization where the pentlandite is completely replaced by heazlewoodite.	Intercumulus of heazlewoodite and magnetite with awaruite.	Reappearance of fewer and larger awaruite grains in the intercumulus.

The samples studied consisted of intact 2×3 cm piece of drill core selectively chosen to be visually representative of the silicate matrix assemblage and alteration of its parent 1.5 m drill core sample for the field stitch analysis (field scan analysis mode). These samples were prepared as mounted polished sections for QEMSCAN® analysis including surface imaging (mineralogical mapping). Each of the four studied samples represents one of the four geometallurgical domains established for the Dumont deposit (Staples et al., 2019).

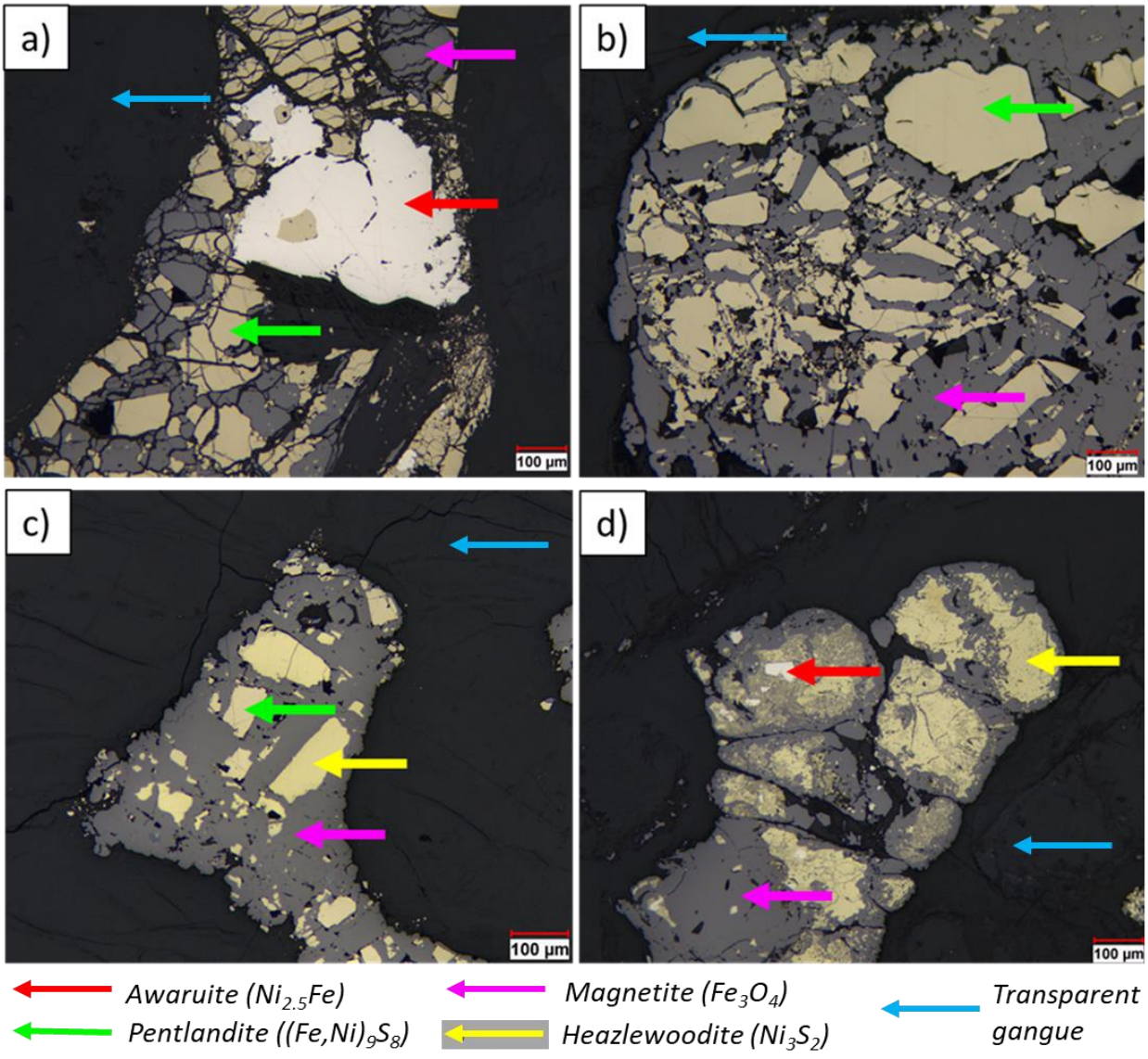


Figure F.4 Photomicrographs of studied samples in reflected plane-polarized light: a) high iron serpentine domain sample (Exp_440), pentlandite dominant domain sample (Exp_390), c) mixed sulfide domain sample (Exp_498), and d) heazlewoodite dominant domain sample (Exp_466).

F.4 METHOD

F.4.1 AUTOMATED MINERALOGICAL ANALYSIS

The samples were analyzed using two automated mineralogical devices: QEMSCAN® and AOM.

The QEMSCAN® analyses were performed previously from during Dumont Project feasibility studies from 2009 to 2012 with a scanning electron microscope (SEM) EVO 430 and a backscattered electron (BSE) detector with multiple (four) energy-dispersive spectrometer (EDS). An accelerating voltage of 25 kV, a probe current of 11 nA, and an acquisition of 1,000 X-ray counts for each analysis spot with a point spacing of 10 µm were used by the QEMSCAN® system (field scan mode given a resolution image of 10 µm per pixel). The calibration of BSE intensity was performed on gold, copper, and quartz standards before and after each sample analysis to ensure a stable BSE response during the QEMSCAN® analysis. The Discover^{TM} software package was used to generate the quantitative mineralogical analysis combined with measured BSE intensities including the mineralogical mapping of the samples (Sciortino et al., 2015; Staples et al., 2019). Furthermore, daily quality assurance and quality control was completed during analysis to validate the mineralogical classification determined by the QEMSCAN® system (ensure that the quantification is reproducible) according to the BSE intensity (Staples et al., 2019). The QEMSCAN® results were provided by Magneto Investments Limited and performed by SGS's mineralogical characterization procedure (Staples et al., 2019).

The AOM mineralogical quantification was performed with an inverted reflected optical microscope Leica DMi8 connected to a local computer with the Clemex Vision® Professional Edition (PE) software package. An automated motorized stage, an optical camera controllable by the Clemex Vision® PE software, and two manually switchable sources of light: halogen and a Leica EL6000 UV light were provided with the AOM. The camera was a digital Lumenera Lt965R. This camera was equipped with a Sony ICX814 CCD color image sensor allowing a recorded pixel array of 3376 × 2704 = 9.1 megapixels. Furthermore, the microscope was equipped with several filter cubes arranged in a motorized filter turret, also controllable and automatable by the Clemex Vision® PE software. The filter cubes consisted of an excitation filter and a 50/50 beamsplitter. The excitation filter allowed selection of a specific excitation wavelength from a light source. The

beamsplitter consisted of a thin piece set at a 45-degree angle to the optical path of the microscope (Figure F.5). The beamsplitter reflected the excitation light (coming from the excitation filter toward the sample) and transmitted the emitted fluorescence of the sample toward the CCD camera (Figure F.5). The filter turret also contained a specific cube filter. This specific cube was a standard filter cube: a beamsplitter and an excitation filter at a specific wavelength of 365 nm added a specific converter filter between the beamsplitter and the camera (Figure F.5). The converter filter allowed the received 365nm signal to be converted into a 610nm signal detectable by the CCD camera with detection spectral range limit is under 400 nm. This added customized filter cube allowed an additional UV-image type acquisition associated with a UV source of light to be performed by the AOM system. This arrangement was developed for the study of Chopard et al. (2019) and reused for this study. The AOM system with the set-up described above in association with the Clemex Vision® PE software allowed the acquisition of multispectral images (at 100x magnification) and the mineralogical analysis of the studied samples at an image resolution of 0.5 µm per pixel. Consequently, the AOM device was performed with a higher image resolution (more precise) compared to the QEMSCAN® analysis (0.5 µm per pixel versus 10 µm per pixel, respectively).

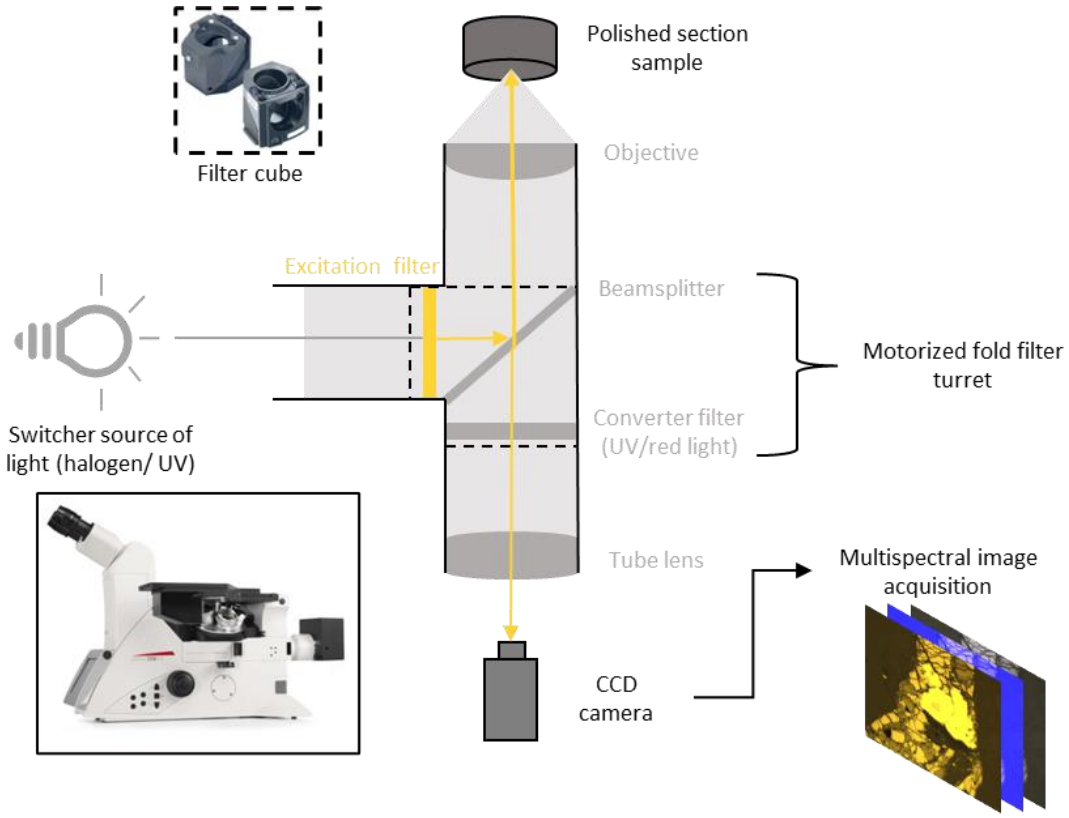


Figure F.5 Principle of the pathway used to acquire multispectral images from the Leica Dmi8 automated inverted optical microscope.

F.4.2 AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPE ANALYSIS PROCEDURE

The Clemex Vision® PE software is flexible and easy-to-use for acquiring and measuring optical images and building analysis routines for AOM characterization (Lane et al., 2008; Chopard et al., 2019). The principle of the built routine is as follows (Figure F.6): (1) acquire several multispectral image fields corresponding to a full-area acquisition for each sample; (2) apply a Boolean classification. It consists of assigning a pixel to a mineral specie according to different grey thresholding values matching the pixel at several wavelengths during operation multispectral image to obtain a classified image (where each mineral is identified) for each image field of the sample; and finally (3) apply further image analysis operations for each classified field including mineral abundance and textural quantification (granulo-mineralogy, mineralogical associations) using a Microsoft Excel macro. A mosaic mineralogical mapping image buildup of the full area of the sample considered according to classified images of each image field is also obtained.

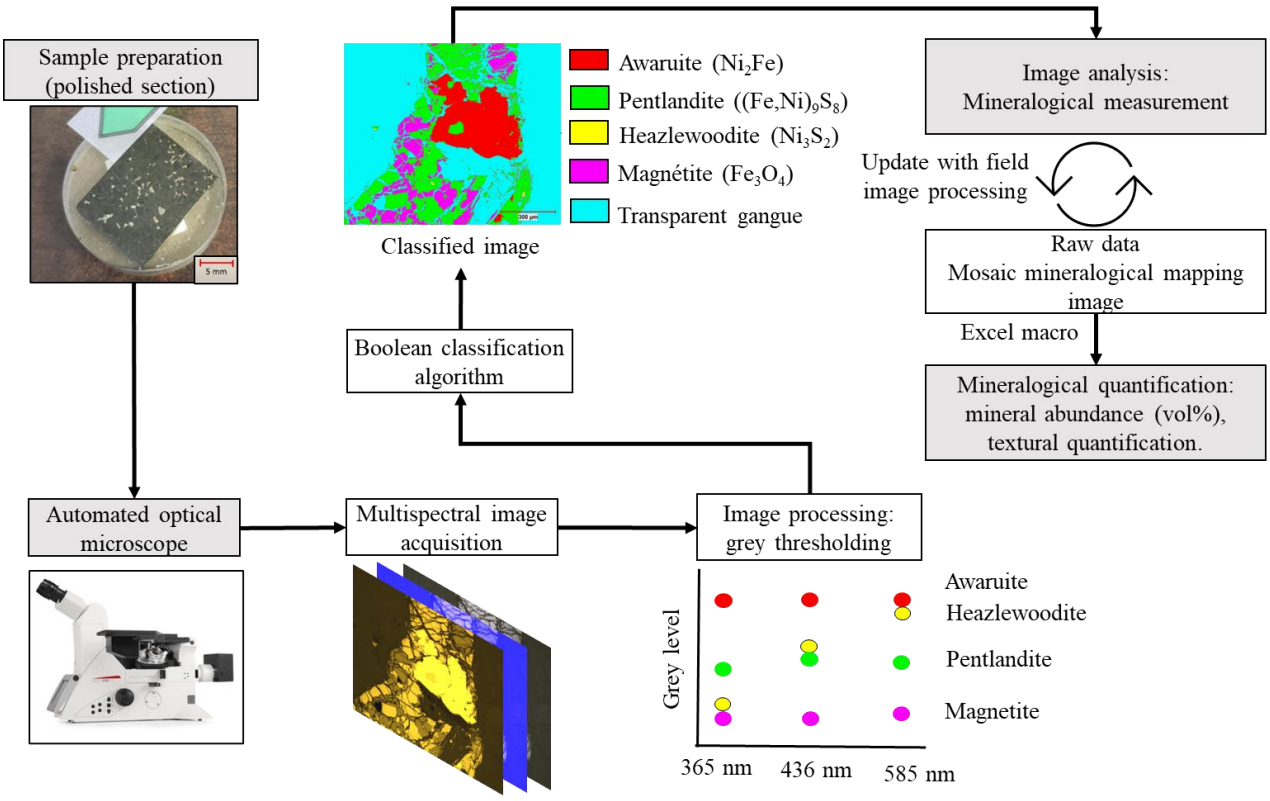


Figure F.6 Working principle of the mineralogical quantification by automated optical microscope performed by Clemex Vision PE® (multispectral acquisition, grey thresholding, and Boolean classification).

The opaque minerals in the samples were initially identified and their spectral reflectance variation was studied according to the Quantitative Data file of Criddle and Stanley (1993). Figure F.7 shows the reflectance curves of the six opaque minerals present in the studied samples. This spectral reflectance study allowed the relevant wavelengths to be chosen by the AOM system to distinguish minerals and avoid overlapping spectral responses (Pirard, 2004; Lane et al., 2008) during the multispectral image analysis. The following excitation wavelengths were chosen according to the reflectance curves of the opaque minerals present in the sample: 365 nm, 436 nm, and 585 nm (Figure F.7). The opaque minerals present different and common reflectance properties according to these wavelengths to allow them to be discriminated with the routine built with the Clemex Vision® PE software.

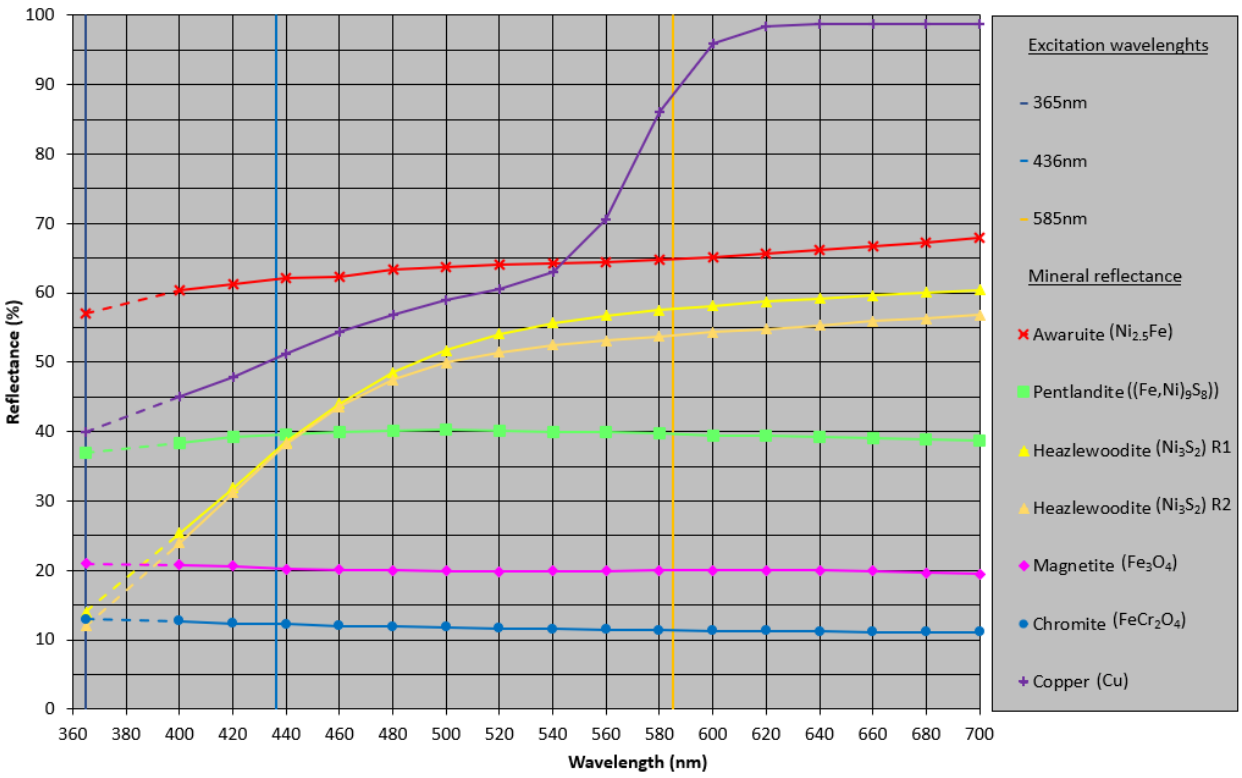


Figure F.7 Reflectance curves for the six opaque minerals present in the studied samples, according to the Quantitative Data file of Criddle and Stanley (1993). R1 and R2 curves for heazlewoodite represent the variations of its reflectance depending on the orientation of the mineral particle. The dotted curves represent the extrapolation of the mineral's reflectance studied at 365 nm; not provided by Criddle and Stanley (1993).

The goal of the routine built with the Clemex Vision® PE software is to obtain a final classified image by multispectral imaging with grey thresholding analysis without performing precise spectral reflectance measurement. The thresholding of the minerals varied according to the reflectance intensity of the minerals and the multispectral image acquired. As an example, the reflectance intensity for heazlewoodite and pentlandite were easily distinguished using the thresholding associated on the 365 nm spectral image because the pentlandite had a slightly higher reflectivity than the heazlewoodite (Figure F.7). Boolean classification was included in the routine according to the thresholding variation on each multispectral image to attribute each mineral to a bitplane (pixel category attribution). Table F.3 provides the thresholding value for each opaque mineral detected on the samples according to the chosen wavelengths and the Boolean algorithm logic associated and introduced in the routine.

Table F.3 Thresholding value for each opaque mineral detected in the studied samples according to wavelengths (365 nm, 436 nm, and 585 nm) to perform identification/classification by optical image multispectral analysis with Boolean algorithms operated with Clemex Vision PE® software.

Minerals	**Thresholding 365 nm**	**Thresholding 436 nm**	**Thresholding 585 nm**	**Boolean algorithm**	**Color bitplane**
Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	A:163–255	C:210–255	G:208–255	A+C+G	
Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	A:163–255	D:143–209	H:148–207	A+D+H	
Heazlewoodite (Ni_3S_2)	B:101–162	D:143–209	G:208–255	B+D+G	
Magnetite (Fe_3O_4)	B:101–162	E:103–142	I:63–147	B+E+I	
Chromite ($FeCr_2O_4$)	B:101–162	F:77–102	I:63–147	B+F+I	
Copper (Cu)	A:163–255	E:143–209	G:208–255	A+E+G	

The classification routine could not identify transparent gangue minerals because they have a similar reflectance response as resin in the samples (Pirard, 2004; Neumann and Stanley, 2008; López-Benito et al., 2020; De Castro et al., 2022a). The thresholding value of these two types of pixels could not be distinguished by multispectral image analysis, resulting in some misclassified area pixels. Although the pattern of image acquisition field was designed to minimize the acquisition of an optical image where resin occurred in the sample, some areas were still misclassified as transparent gangue minerals. This could potentially result in an overestimation of transparent gangue minerals during final image analysis.

The built routine thus allowed the acquisition of a classified image for each image field. Figure F.8 provides examples of classified images obtained by the AOM using Clemex Vision PE®. For each classified image field of the sample, measurements of the area, grain size, and mineralogical association were carried out on the identified bitplanes. The method of each image analysis measurement is not discussed in this paper because the present comparative study only focuses on mineral abundance quantification provided by the devices. The Clemex Vision PE® software allowed these raw data to be captured for each image field and a basic spreadsheet to be automatically populated and updated as all image fields were processed for the sample. Furthermore, a mineralogical mapping mosaic image was built according to the image fields classification. The measured data were compiled into an Excel macro created to carry out the data categorization and sum the overall mineral abundance as a surface percentage. According to the

Delesse theory (Delesse, 1866), the surface percentage of each mineral can be converted as volume percentage (vol. %).

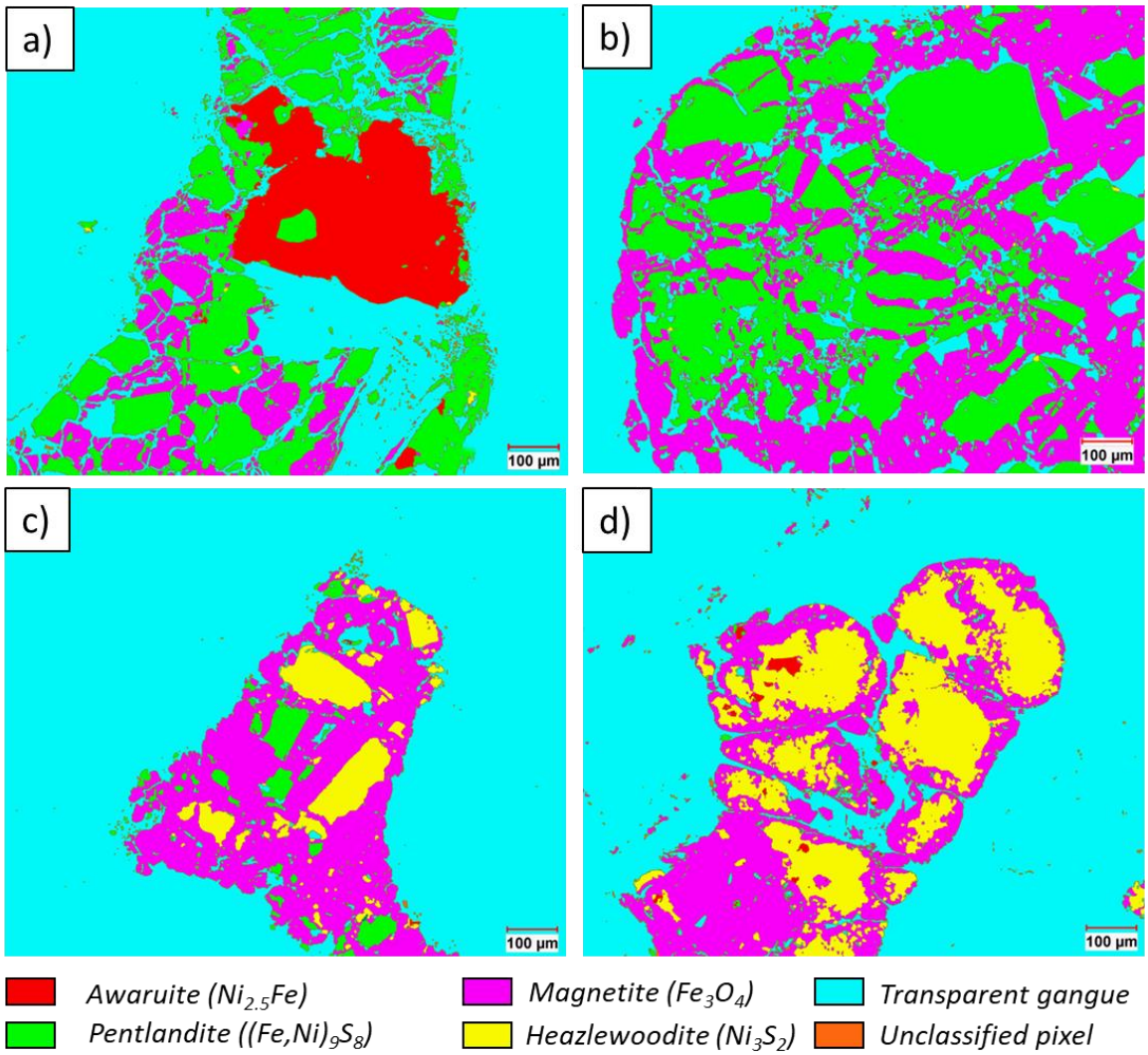


Figure F.8 Examples of classified images obtained by the AOM performed with Clemex Vision PE®. These segmented images correspond to the same zone shown in Figure F.5: a) high iron serpentine domain sample (Exp_440), b) pentlandite dominant domain sample (Exp_390), c) mixed sulfide domain sample (Exp_498), and d) heazlewoodite dominant domain sample (Exp_466).

F.4.3 COMPARATIVE STUDY METHOD

The results from the QEMSCAN® and AOM analysis correspond to the mosaic mineralogical mapping image obtained from the two devices and the mineral abundance quantification for each of the studied samples. These results were thus compared. According to the

mineral abundances results from the two devices, a quantitative comparative study was performed including the metallurgical recoverable Ni content, the metallurgical recoverable Ni deportment, of each studied sample. The mineralogical ratio was then computed to perform the geometallurgical domain attribution for each sample according to mineral abundance quantification provided by the two devices and compared. Furthermore, mosaic mineralogical mapping images obtained from the two devices were also compared for each studied sample.

Regarding the mineralogical mapping images, a descriptive comparison is provided. This description includes the comparison of localization of mineral particles, its mineralogical identification attribution and its size on the piece of rock samples between the mineralogical mapping images obtained by both devices.

The different type of quantitative results mentioned have been compared according to the difference calculation (equation F.1):

$$C_i = O_i - Q_i \qquad (F.1)$$

where C_i is the comparative result calculation with O_i and Q_i are the quantitative mineralogical results of the mineral i (or the Ni recoverable content calculation) provided by the AOM and QEMSCAN® analysis, respectively.

Regarding the AOM mineral abundance results expressed in vol% and to compare these results with QEMSCAN® results, each phase quantification result is multiplied by the specific weight of each mineral (relative density) to obtain the results in wt%. It must be noted that the transparent gangue conversion quantification was computed according to the average of all transparent gangue minerals (serpentine, Fe-serpentine, orthopyroxene, clinopyroxene, olivine, quartz, feldspar, chlorite, mica/clays, brucite, coalingite, apatite, calcite, dolomite, gibbsite) quantified by the QEMSCAN® device (Table F.4). These mineral abundance results (in wt%) were then standardized by the total of the opaque mineral quantification to be compared. The comparison was focused on the Ni-bearing mineral (awaruite, pentlandite, heazlewoodite) quantification according to the opaque mineral standardization obtained by the automated mineralogical devices. A difference greater than 5% was considered implying poor effectiveness of the AOM device to perform mineralogical identification on the studied samples as compared to the QEMSCAN® device. A negative result of comparative results (C_i) indicates an underestimation of the AOM

results compared to QEMSCAN® results, otherwise it indicates an overestimation of mineralogical quantification.

The metallurgical recoverable Ni content of each studied sample was obtained by summing the mineral abundance (x_i) of the N Ni-bearing minerals (i) considered as metallurgically recoverable (awaruite, pentlandite, and heazlewoodite) multiplied by its theoretical average Ni content (Ni_i) (equation F.2):

$$Ni_{recov}\ content = \sum_{i=1}^{N} x_i \times Ni_i \qquad (F.2)$$

Appendix F.C gives the average Ni content of the opaque minerals used to calculate the recoverable mineral Ni content of each studied sample. These average Ni values were determined by the electron microprobe analyses performed during the feasibility studies on several samples throughout the Dumont deposit (Staples et al., 2019). It is noted that there are two populations of pentlandite throughout the deposit: a lower Ni tenor pentlandite (average of 27.01% Ni) hosted by weakly serpentinized rock, and a higher Ni tenor pentlandite (average of 33.23% Ni) in strongly serpentinized dunite (Sciortino et al., 2015; Staples et al., 2019). Consequently, the lower Ni tenors in pentlandite were only used for the high iron serpentine domain sample (Exp_440) for the recoverable mineral Ni content and Ni deportment computation.

The deportment of the recoverable Ni with a $Ni_{recov}\ content$ in the samples studied consisting of the N metallurgically recoverable Ni-bearing minerals (i) (awaruite, pentlandite, and heazlewoodite) at a mineral abundance (x_i) is described by the set of percentages (equation F.3):

$$\left\{\frac{Ni_i \times x_i}{Ni_{recov}\ content}\right\}_{i=1,\dots,N} \qquad (F.3)$$

It is worth noting that the Ni balance computation proposed here will always be underestimated. This present study aims to determine the metallurgically recoverable Ni, one of the main issues of the future operation of Dumont-Ni project mine (mentioned in section F.2.3). As a matter of fact, the study particularly focusses on the metallurgically recoverable Ni (mentioned as recoverable Ni) hosted by the alloy and sulfide minerals without considering the silicate hosted Ni present into the deposit according to the rate of serpentinization.

The mineralogical ratio Hz/Pn was calculated for each sample analyzed using the mineral abundance quantification provided by both automated devices. According to the results from each device, each sample was attributed to a geometallurgical domain. The aim was to verify that the AOM results attributed the same geometallurgical domain as the QEMSCAN® for each of the studied samples. Further mineralogical ratios were also provided: awaruite and pentlandite (Aw/Pn), awaruite and heazlewoodite (Aw/Hz), awaruite and magnetite (Aw/Mt), and magnetite and pentlandite (Mt/Pn).

F.5 RESULTS

For each studied sample, the results of the comparative description of the mineralogical mapping images are described with the related figures (Figures F.10, F.11, F.12, F.13). Furthermore, the quantitative mineralogical comparison results (mineral abundance according to the opaque minerals standardization, recoverable Ni content and deportment) obtained for each sample are also given in the Appendix F.D and Appendix F.E with the related histogram representations for each sample studied (Figure F.9). The geometallurgical domain attribution according to these previous mineral abundance quantification results provided by the two devices is also given in the section F.5.5, Table F.4.

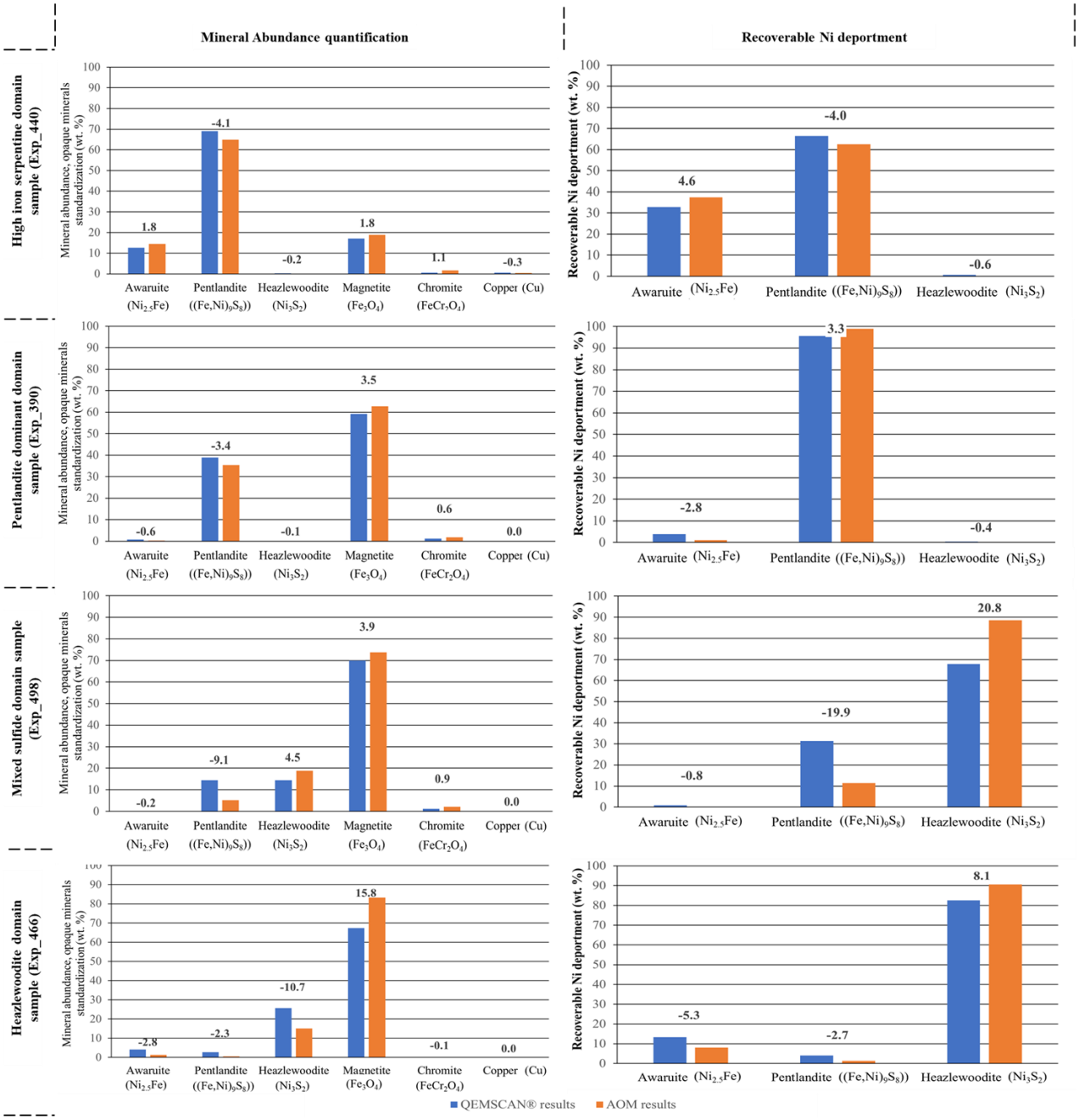


Figure F.9 Histograms illustrations of mineral abundance and related recoverable Ni deportment results of the comparative study for each sample studied (according to appendix F.D and appendix F.E). Blue histograms represent the QEMSCAN® results, orange histograms represent AOM results. The number above each set of bars represents the % difference of quantification between the two devices.

F.5.11 HIGH IRON SERPENTINE DOMAIN SAMPLE (EXP_440)

Generally, the identification of primary intercumulus pentlandite with coarse awaruite particles and fine-grained magnetite corresponded well between the mosaics provided by the AOM and the QEMSCAN® analysis (Figure F.10b, c). Several chromite particles at the top right of the sample (Figure F.10b) were identified during the AOM analysis; these locations corresponded instead to olivine particles in the mineralogical mapping image provided by the QEMSCAN® (Figure F.10). The transparent gangue classification on the mosaic image from the AOM analysis was operated on the pixels that corresponded to the sample resin.

First, the difference in gangue mineral abundance obtained between the two analyses was less than 1 wt. % (Appendix F.D). The comparative results for opaque minerals standardized quantification provided very similar mineral abundances between the two devices with a difference of less than 5 wt. % for each opaque mineral (Appendix F.D, Figure F.9). The AOM analysis underestimated the pentlandite by 4.1 wt. % (Appendix F.D, Figure F.9). The recoverable Ni content computation (Appendix F.E) was very close between the devices with a difference of less than 0.3 wt. %. The difference in the Ni-bearing mineral abundance discussed above (underestimation of pentlandite and slight overestimation of awaruite and magnetite) impacted the Ni deportment results: the AOM overestimated the awaruite by 4.6 wt. % and underestimated pentlandite by 4.0 wt. % (Appendix F.D, Figure F.9).

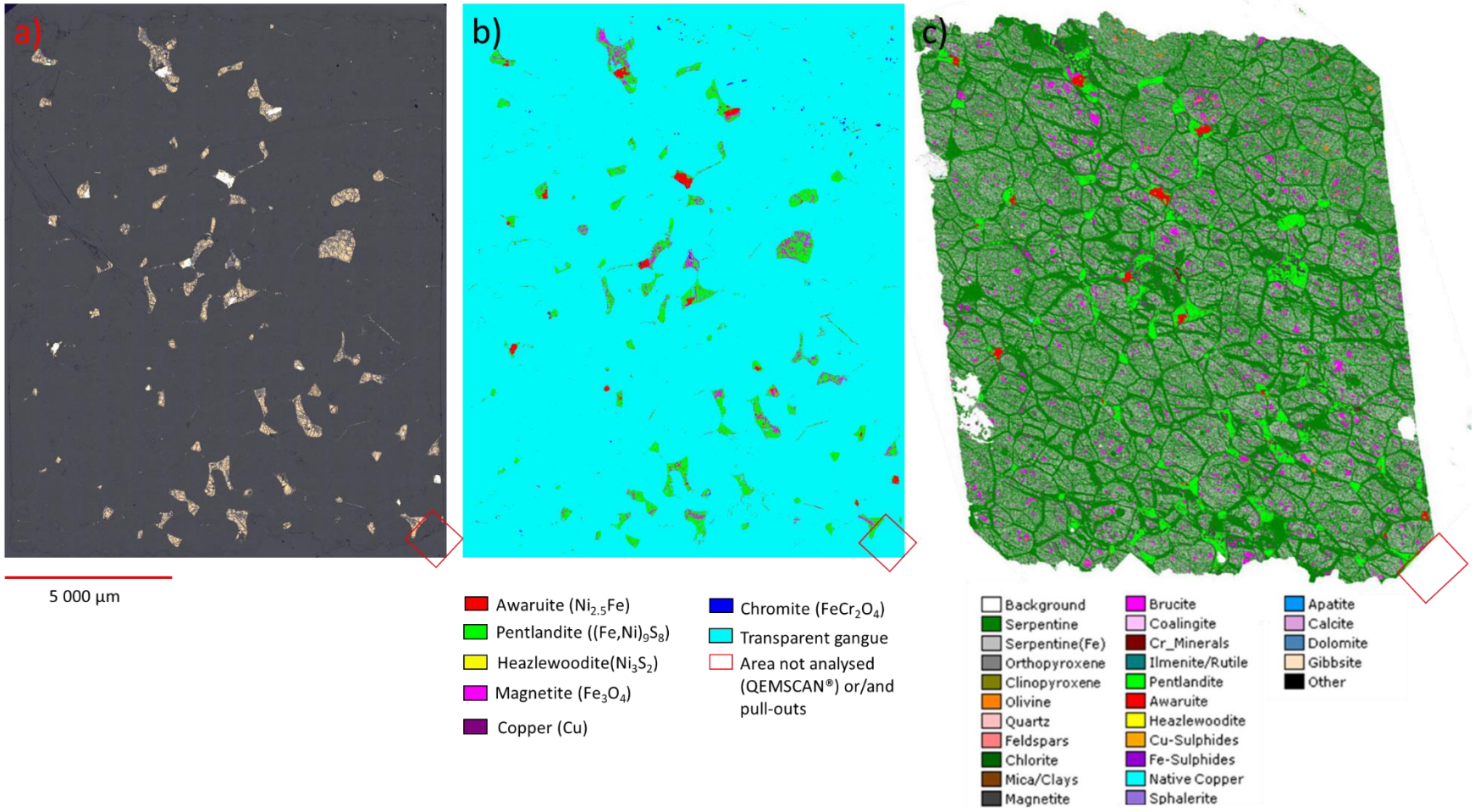


Figure F.10 Mosaic images of the high iron serpentine domain sample (Exp_440): a) mosaic image in reflected plane-polarized light performed by Clemex Vision PE®, b) final classified mosaic image (mineralogical mapping) performed by Clemex Vision PE®, and c) mosaic image of mineralogical mapping obtained by QEMSCAN® analysis (red boxes indicate some areas not analysis by the QEMSCAN®).

F.5.2 PENTLANDITE DOMINANT DOMAIN (EXP_390)

Similar to the high iron serpentine domain sample, the identification of the primary intercumulus blebs of pentlandite and magnetite between the mosaics provided by the AOM and the QEMSCAN® analysis corresponded. The pentlandite particles detected by the AOM (Figure F.11b) were generally finer than the pentlandite particles detected by the mineralogical mapping image from the QEMSCAN® analysis (Figure F.11c). It may be noted that a coarse particle located in the upper centre of the sample (orange circle in Figure F.11) identified as pentlandite by the QEMSCAN® was classified as a chromite particle by the AOM. According to the mosaic image in reflected plane-polarized light (Figure F.11a), this specific particle presented a very low reflectance, which the AOM attributed as chromite. Figure F.11c shows several large areas of the sample that were not analyzed by the QEMSCAN® (top left and lower right of the sample) but were analyzed by the AOM. According to the Figure F.11a, b, these areas included some intercumulus blebs of pentlandite and magnetite. Furthermore, a large area located in the lower left of the sample corresponded to resin and was identified as gangue minerals by the AOM.

The difference in transparent gangue quantification between the devices was 2.3 wt. % (Appendix F.D). The comparative results for the sample provided very similar mineral abundances between the two devices (Appendix F.D, Figure F.9). The mean differences showed a slight overestimation of the magnetite and a slight underestimation of the pentlandite by the AOM (more than 3 wt. %) compared to the QEMSCAN® results (Appendix F.D, Figure F.9). The other main difference was the underestimation of awaruite by the AOM, with a difference of 0.5 wt. % (Appendix F.D). These slight differences in mineral abundance quantification between the two devices had little impact on the recoverable Ni content computation (Appendix F.E). The recoverable Ni content computation was marginally underestimated by the AOM compared to the QEMSCAN® results, with a difference of less than 0.5 wt. % (Appendix F.E). The difference in the Ni-bearing minerals discussed previously resulted in the slight underestimation of awaruite (less than 3 wt. %) and the slight overestimation of pentlandite (more than 3 wt. %) by the AOM analysis for the comparative study of the recoverable Ni deportment performed on the sample (Appendix F.E, Figure F.9). Nevertheless, the comparative results between the two devices generally provided a difference in the mineral quantification of less than 5 wt. % (Figure F.9) and consequently proved that AOM was efficient for performing mineral identification.

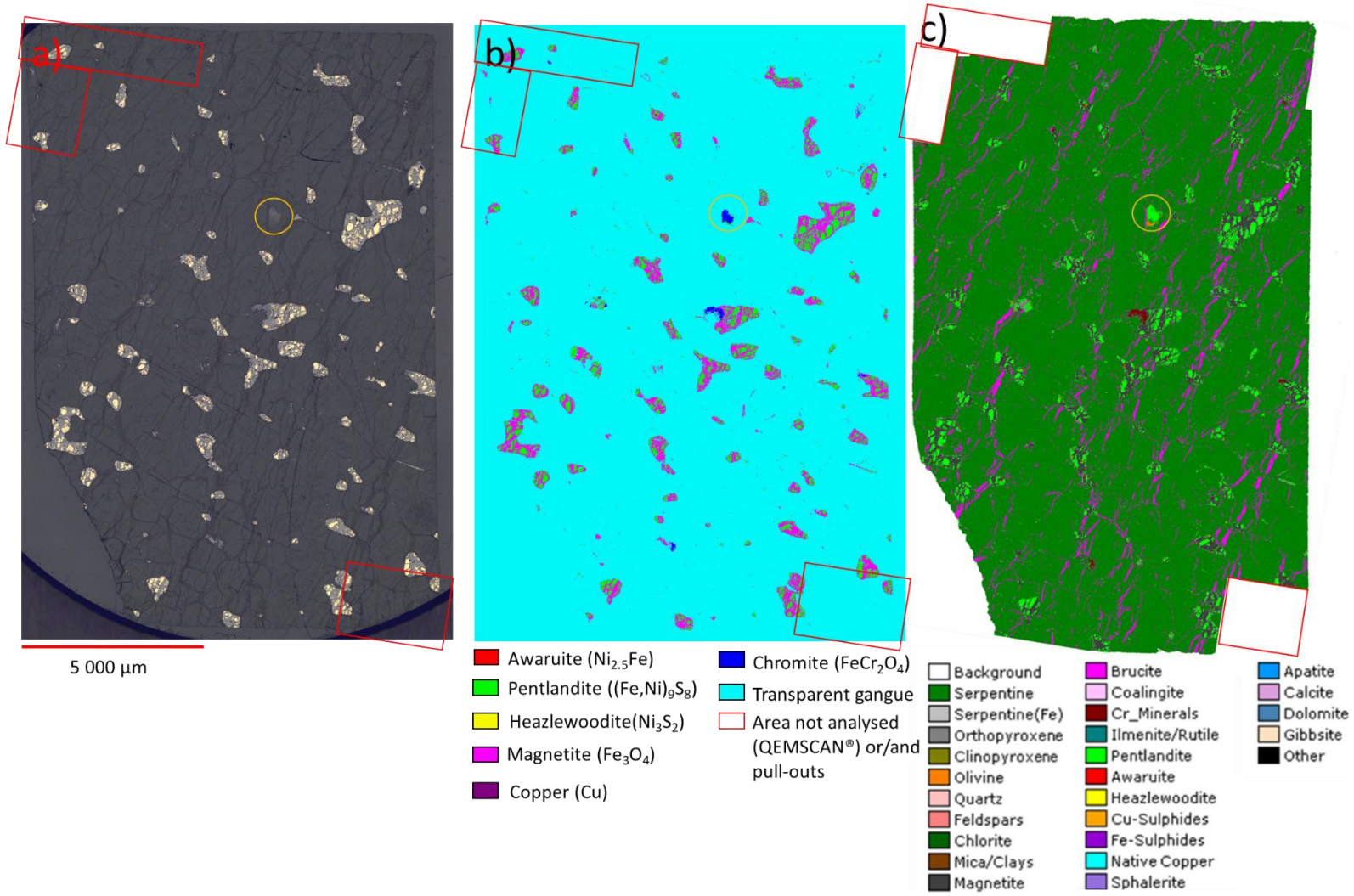


Figure F.11 Mosaic images of pentlandite dominant domain sample (Exp_390): a) mosaic image in reflected plane-polarized light performed by Clemex Vision PE®, b) final classified mosaic image (mineralogical mapping) performed by Clemex Vision PE®, and c) mosaic image of mineralogical mapping obtained by QEMSCAN® analysis (red boxes indicate some areas not analysis by the QEMSCAN®; orange circle indicates a visible mineralogical misclassification by the AOM).

F.5.3 MIXED SULFIDE DOMAIN (EXP_498)

The mosaic images of the mixed sulfide domain sample (Exp_498) show that the identification of intercumulus composed of mixed Ni sulfide and magnetite corresponded well between the AOM and the QEMSCAN® (Figure F.12). The particle size of the Ni-bearing sulfides are finer on the mineralogical mapping image of the AOM (Figure F.12b) compared to that provided by the QEMSCAN® (Figure F.12c). However, a more detailed comparison revealed that many Ni-bearing sulfide particles (pentlandite and heazlewoodite) did not correspond between the mineralogical mapping provided by the AOM (Figure F.12b) and the QEMSCAN® (Figure F.12c). Furthermore, the mosaic image in reflected plane-polarized light (Figure F.12a) shows polishing pull-outs on some intercumulus, which revealed areas with lower reflectance. These pull-outs caused several mineralogical misclassifications in the AOM analysis (indicated by the red boxes in Figure F.12). Consequently, these specific areas were identified as transparent gangue and/or chromite by the AOM. In addition, the AOM overestimated the transparent gangue identification for resin pixels located in the top left and down right of the sample (Figure F.12).

These mineralogical mapping comparison features cause the main differences in the mineralogical quantification between the two devices. The comparative results for mineral abundance in the mixed sulfide domain sample show that the AOM slightly overestimated the magnetite (less than 4 wt. %) and the heazlewoodite (around 4.5 wt. %) (Appendix F.D, Figure F.9). However, the most significant difference in mineralogical quantification between the AOM and the QEMSCAN® was the pentlandite, where the AOM greatly overestimated by 9.1 wt. % (Figure F.9). Despite these very different comparative mineralogical quantification results, the recoverable Ni content computations between the two devices were similar, with a difference of less than 0.5% (Appendix F.E). However, the misclassification of Ni-bearing sulfides provided by the AOM had a large impact on the recoverable Ni deportment calculation compared to the QEMSCAN® results. The AOM greatly overestimated the heazlewoodite contribution to the recoverable Ni deportment results by 20.8 wt. % compared to the QEMSCAN® results (Appendix F.E, Figure F.9).

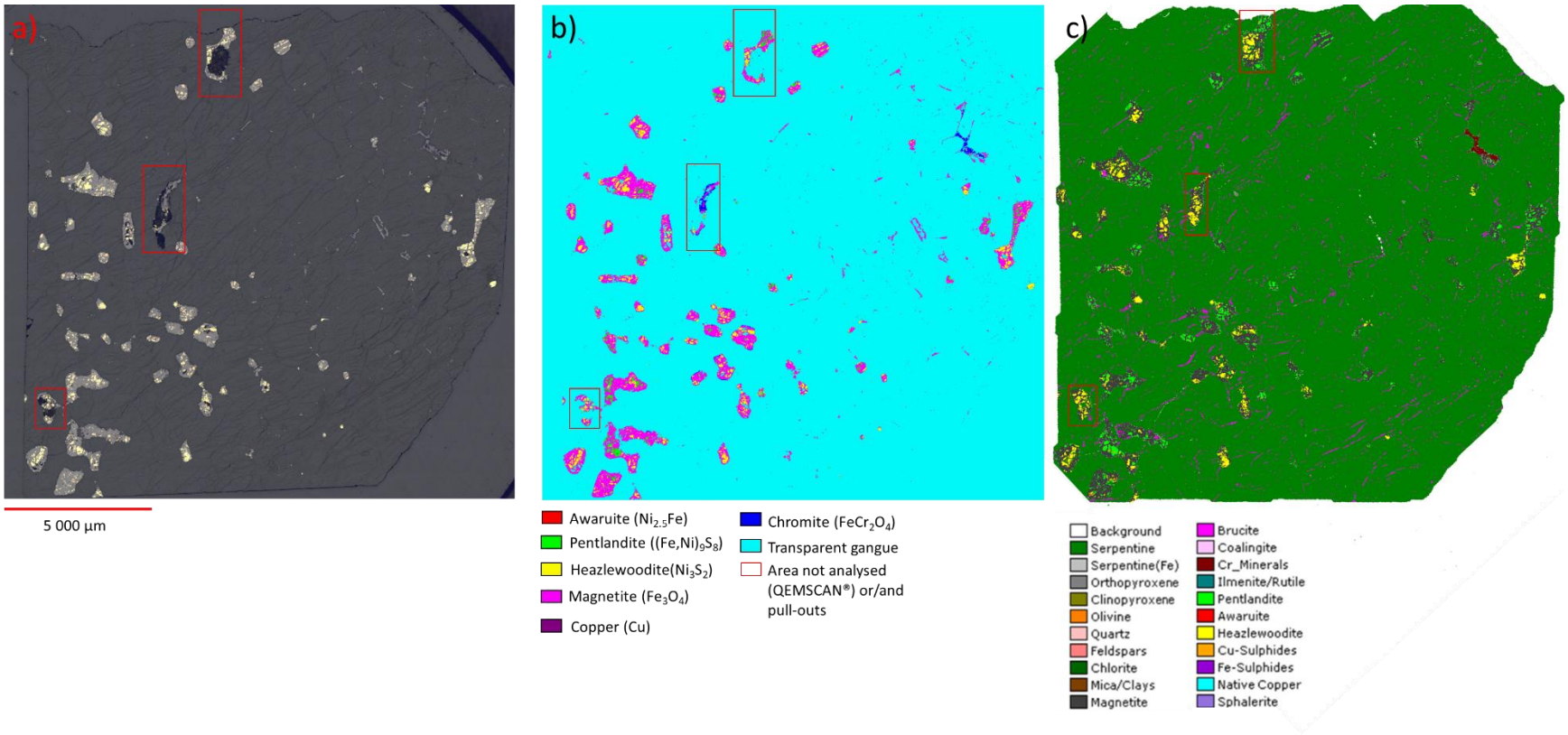


Figure F.12 Mosaic images of the mixed sulfide domain sample (Exp_498): a) mosaic image in reflected plane-polarized light performed by Clemex Vision PE®, b) final classified mosaic image (mineralogical mapping) performed by Clemex Vision PE®, and c) mosaic image of mineralogical mapping provided by QEMSCAN® analysis (red boxes indicate some areas not analysis by the QEMSCAN® and/or visible pull-outs of the sample).

F.5.4 HEAZLEWOODITE DOMINANT DOMAIN (EXP_446)

Generally, the identification of the intercumulus where heazlewoodite and magnetite occurred corresponded well between the mosaic images. However, it is important to note that the heazlewoodite particles were finer in the classified image mosaic from the AOM (Figure F.13b) than in those provided by the QEMSCAN® device (Figure F.13c). In addition, a detailed examination of the mineralogical mapping image from the QEMSCAN® showed that several pixels attributed as pentlandite systematically occurred in the intercumulus of the sample (Figure F.13c), which did not occur in the mineralogical mapping image from the AOM (Figure F.13b). Moreover, several areas of the sample where intercumulus of magnetite and heazlewoodite occurred were not analyzed by the QEMSCAN® (red boxes in Figure F.13).

The AOM significantly overestimated the magnetite by 16 wt. % compared to the QEMSCAN® device (Appendix F.D, Figure F.9). Furthermore, the AOM underestimated the heazlewoodite quantification by 10.9 wt. %, the pentlandite quantification by 2.8 wt. % and awaruite by 2.8 wt. % (Appendix F.D, Figure F.9). The large difference in the mineral abundance quantification also led to a difference in y recoverable Ni content and Ni deportment computation between the two devices (Appendix F.E). The AOM overestimated the Ni content by 1.41 % compared to the QEMSCAN® results. In the same way, the recoverable Ni deportment results show that the AOM overestimated the heazlewoodite (around 8 wt. %) and slightly underestimated the awaruite (5.3 wt. %) and pentlandite (2.7 wt%) (Appendix F.E, Figure F.9).

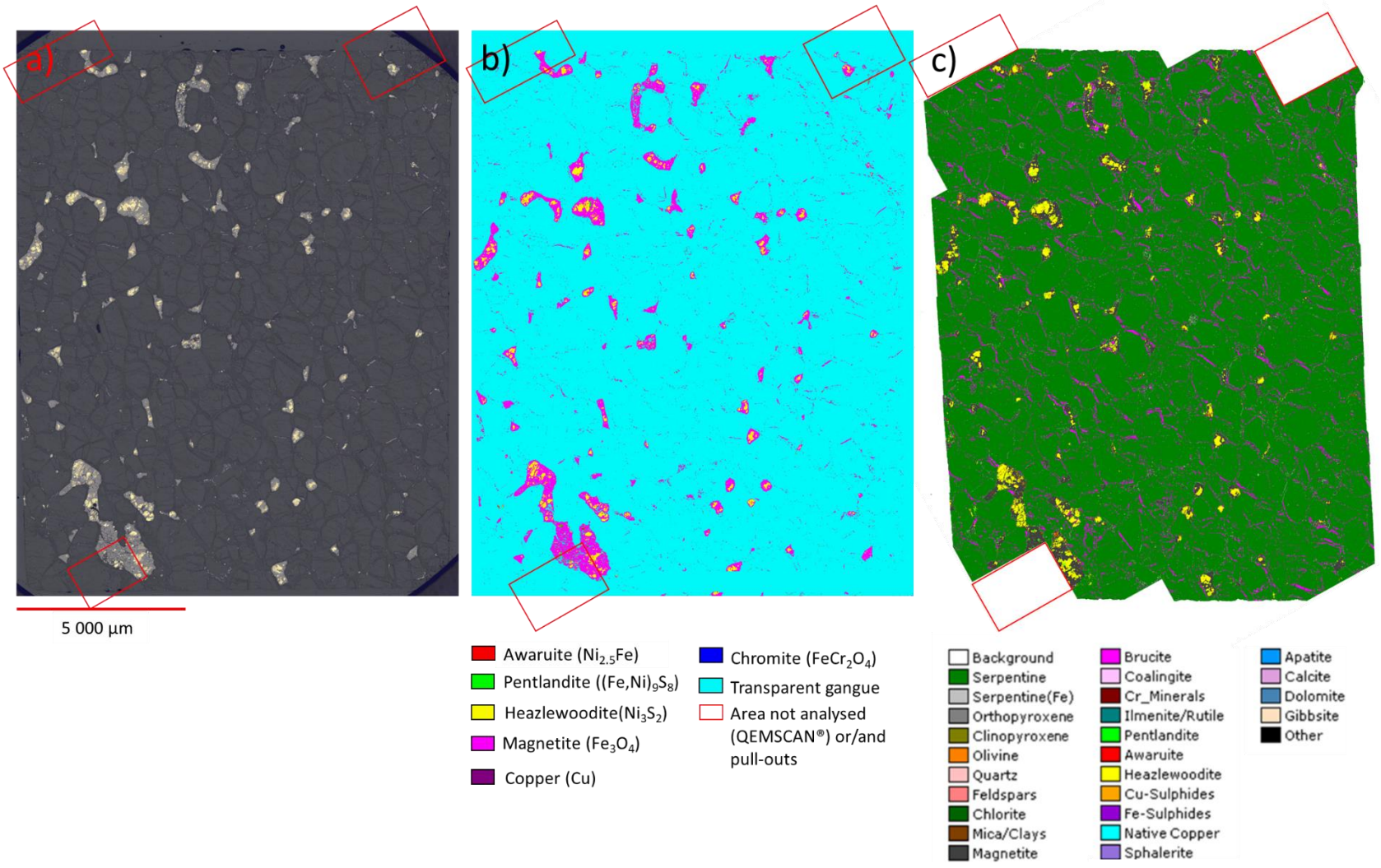


Figure F.13 Mosaic images of the heazlewoodite dominant domain sample (Exp_466): a) mosaic image in reflected plane-polarized light performed by Clemex Vision PE®, b) final classified mosaic image (mineralogical mapping) performed by Clemex Vision PE®, and c) mosaic image of mineralogical mapping provided by QEMSCAN® analysis (red boxes indicate some areas not analysis by the QEMSCAN®).

F.5.5 GEOMETALLURGICAL DOMAIN ATTRIBUTION

The geometallurgical approach used in the feasibility study for the Dumont project (Staples et al., 2019) is to define several geometallurgical domains within the orebody to predict metallurgical recovery performance. These domains are defined by the following mineralogical quantification: the abundance of Fe-serpentine and the Hz/Pn mineralogical ratio. The aim of this section is to verify that the AOM analysis conducted on each representative geometallurgical domain sample attributes the same geometallurgical domain as the QEMSCAN® analysis. Table F.4 shows the geometallurgical domain attribution of each sample according to the determined mineral abundance and the resulting mineralogical ratios provided by the two devices.

Despite the difference in mineralogical quantification results discussed previously, both devices attributed the same geometallurgical domain based on the mineralogical ratio Hz/Pn with the same order of magnitude. However, the AOM did not attribute the high iron serpentine sample (Exp_440) to the correct geometallurgical domain.

Table F.4 Geometallurgical domain attribution of samples in this study according to the mineralogical ratio provided by QEMSCAN® and the AOM.

Sample / Mineralogical abundance-ratio	**QEMSCAN® results**				**AOM results**			
	High iron serpentine (Exp_440)	**Pentlandite dominant (Exp_390)**	**Mixed sulfide (Exp_498)**	**Heazlewoodite dominant (Exp_446)**	**High iron serpentine (Exp_440)**	**Pentlandite dominant (Exp_390)**	**Mixed sulfide (Exp_498)**	**Heazlewoodite dominant (Exp_446)**
Fe-serpentine (wt%)	> 14	< 14	< 14	< 14	N/A	N/A	N/A	N/A
Aw/Pn	0.18	0.02	0.01	1.50	0.22	0.01	0.00	2.78
Aw/Hz	50.50	9.00	0.01	0.16	8456.16	147.12	0.00	0.09
Aw/Mt	0.74	0.01	2.51E-03	0.06	0.77	2.84E-03	6.79E-06	0.02
Mt/Pn	0.25	1.52	4.86	24.53	0.29	1.77	14.06	174.89
Hz/Pn	3.63E-03	2.08E-03	1.00	9.34	2.63E-05	3.42E-05	3.60	31.53
Geometallurgical domain attribution	High iron serpentine	Pentlandite dominant	Mixed sulfide	Heazlewoodite dominant	Pentlandite dominant	Pentlandite dominant	Mixed sulfide	Heazlewoodite dominant

F.6 DISCUSSION

In this section, several factors are discussed regarding the explanation of the difference between the results obtained by the two automated devices as described in the previous section. Table F.5 proposes the contribution of these factors on the main differences in mineral abundance quantification (according to the opaque minerals standardization). It can be challenging to quantify the contribution of each of the different factors discussed to the final results. Each feature difference between the two automated devices contributes to the final difference in results obtained particularly on the final recoverable Ni content and deportment computation.

Table F.5 Proposed contributions of all factors discussed explaining the difference of quantification results between the QEMSCAN® and AOM analysis on the samples studied. The overestimation (O) and underestimation (U) mineral quantification given for each point and related sample are always given by the AOM results compared to the QEMSCAN® except if mentioned.

Sample/discussion factors	High iron serpentine (Exp_440)	Pentlandite dominant (Exp_390)	Mixed sulfide (Exp_498)	Heazlewoodite dominant (Exp_446)
Spectroscopy principle	Several chromite grains detections (O 1.1 wt. %).	Coarse chromite grain detection (O 0.6 wt. %).	-	O particle size of magnetite (O 15.8 wt. %), U particle size of heazlewoodite and (U 10.7 wt. %), errored pentlandite pixel identification by the QEMSCAN® (O 2.3 wt. %).
Image resolution dissimilarity	Smaller grains of magnetite (O 1.8 wt. %).	Finer pentlandite grains and coarser magnetite grains (U 3.4 wt. %, O 3.5 wt. %, respectively).	Coarser magnetite grains (O 3.5 wt. %).	Coarser magnetite grains (O 15.8 wt. %), finer heazlewoodite and awaruite grain (U 10.7 wt. % and 2.8 wt. % respectively).
Chromatic aberration artefact	-	-	Misclassification of Ni-bearing sulfide (pentlandite U of 9.1 wt. %, heazlewoodite O of 4.5 wt. %).	-
Sample preparation artefacts	-	Large area where intercumulus blebs occur not analyzed by the QEMSCAN® but by the AOM.	Polishing pull-outs on the intercumulus blebs (chromite O of 0.9 wt. % and transparent gangue O of 2.2 wt. %).	Large area where intercumulus blebs occur not analyzed by the QEMSCAN® but by the AOM.

Sample/discussion factors	High iron serpentine (Exp_440)	Pentlandite dominant (Exp_390)	Mixed sulfide (Exp_498)	Heazlewoodite dominant (Exp_446)
Transparent gangue detection	AOM pattern analysis fit well with the drill core piece sample (slightly O gangue transparent of 0.8 wt. %)	Significant part of the sample identified as gangue transparent mineral correspond to resin sample (down left part) gives the O gangue transparent of 2.3 wt. %.	Significant part of the sample identified as gangue transparent mineral correspond to resin sample (top right and down right parts) gives the O gangue transparent of 2.2 wt. %.	AOM pattern analysis fit well with the drill core piece sample (slightly. O transparent gangue of 1.5 wt. %)
Identification of Fe-serpentine for geometallurgical domain attribution	Misattribution of the geometallurgical domain due to the non-detection of Fe-serpentine by the AOM	-	-	-
Recoverable Ni content and deportment	Similar results with difference less than 0.5 % of recoverable Ni content and less than 5 wt. % of recoverable Ni deportment.	Similar results with difference less than 0.5 % of recoverable Ni content and less than 5 wt. % of recoverable Ni deportment.	Similar incidental recoverable Ni content. Chromatic aberration giving the differences on recoverable Ni deportment computation (pentlandite U of 19.9 wt. % and heazlewoodite O of 20.7 wt. %)	Resolution image and spectroscopy technique difference give the important computation results differences (O recoverable Ni content of 1.4 wt. %; awaruite U of 5.3 wt. %, pentlandite U of 2.7 wt. % and O heazlewoodite of 8.1 wt. %).

F.6.1 SPECTROSCOPY PRINCIPLE

The QEMSCAN® performs depth EDS spectroscopy (1 to 5 µm) to identify minerals on the sample while the AOM performs a surface analysis (e.g. Goldstein et al., 2017). Combined with polishing preparation of samples and observing the image mosaic in reflected plane-polarized light of some samples studied (Exp_440, Figure F.10a; Exp_390, Figure F.11a), some mineral grains may not fully occur on the sample surface and may be partially masked by thin skins of other minerals: the related reflectance surface produced a similar grey thresholding value as chromite and are not well identified by multispectral imaging analysis of the AOM. Whereas the QEMSCAN® correctly identifies these minerals grains due to its deeper-penetrating analysis. This difference of spectroscopy between the two automated devices explains some mineralogical misclassification of chromite grains observed in the mentioned samples (Exp_440, Figure F.10; Exp_390, Figure F.11; Table F.5).

Especially for the heazlewoodite dominant sample (Exp_446; section F.5.4, Figure F.13), this spectroscopy technique difference also explains the systematic detection of pentlandite pixels and coarser heazlewoodite grains into the intercumulus blebs of the sample. According to the mosaic image in reflected plane-polarized light (Figure F.13a), there are no coarse heazlewoodite grains and fine pentlandite grains in the intercumulus of the sample. This argument proves that the AOM is more accurate than the QEMSCAN® device. In fact, the sample presents fine inclusions/exsolution of heazlewoodite in the magnetite intercumulus (Figure F.4d). This texture gives an overestimation of the particle size of the heazlewoodite due to the image resolution (section F.6.2) and the deeper-penetrating spectroscopy used to perform the mineralogical identification by the QEMSCAN® device (explaining the underestimation of heazlewoodite and overestimation of magnetite quantification by the AOM). In addition, the systematic detection of pentlandite pixels comes from a microanalysis artefact performed by the QEMSCAN®. The fine exsolution of heazlewoodite does not give enough material during the deep-penetrating analysis giving false EDS information from the around minerals (magnetite). This effect gives an error pentlandite mineralogical identification pixel provided by the QEMSCAN® in the intercumulus blebs of the sample giving the underestimation of pentlandite (2.3 wt. %, Table F.5) by the AOM (e.g. Goldstein et al., 2017).

F.6.2 IMAGE RESOLUTION DISSIMILARITY

For all the samples studied, it has been noted in the result section that all intercumulus blebs of sulfide and oxide mineral localization between the mineralogical mapping mosaics provided by both automated devices correspond. However, it has been also observed that, for all studied samples, many recoverable Ni-bearing mineral grains (awaruite, pentlandite, heazlewoodite) appear generally finer on the mineralogical mapping provided by the AOM compared to the QEMSCAN® device. Observing the related mosaic image in reflected plane-polarized light of all samples studied, the particle size of the opaque minerals from the AOM analysis is more precise than the QEMSCAN® analysis. This discrepancy is attributed to the image resolution dissimilarity between the AOM and the QEMSCAN® (0.5 versus 10 µm per pixel, respectively). This difference of resolution image is due to the point counting analysis between the two devices. The QEMSCAN® counted less pixels analysed with a step of 10 pixels per microanalysis (provided by the field scan analysis mode performed) given a resolution of 10 µm per pixel (Plas and Tobi, 1965). The AOM counted more pixels with a finer magnification of 100x given a resolution of 0.5 µm per pixel. At these analysis conditions, the AOM tends to be more precise than the QEMSCAN® device with superior detection of small grains on the samples studied.

This difference of resolution explains the differences of mineral quantification by the AOM compared to the QEMSCAN® analysis in the samples studied given by the Table F.5, Appendix F.D and Figure F.9.

F.6.3 CHROMATIC ABERRATION ARTEFACT

For the mixed sulfide domain sample (Exp_498; section F.5.2), it has been observed that many sulfide grains (pentlandite and heazlewoodite) into the intercumulus blebs do not correspond to the two automated device analysis. This last misclassification between pentlandite and heazlewoodite is attributed to a chromatic aberration that occurred during the optical multispectral image analysis conducted by the Clemex Vision PE® software routine (Pirard, 2004; Pirard et al., 2008; Jaimes Contreras et al., 2010; Heilbronner and Barrett, 2014; Leroy and Pirard, 2019). A shift of sulfide grain pixels between the shorter wavelength image (UV-image at 365 nm) and the longer wavelength (e.g., 585 nm) appeared. During the multispectral image stacking, the thresholding value matches could not provide a correct detection of sulfide grain pixels (Figure

F.14). This lack of thresholding value matches led to a poor mineralogical discrimination between pentlandite and heazlewoodite grains during the Boolean classification operation. The resulting misclassification occurred particularly when pentlandite and heazlewoodite grains appeared adjacent to one another in the same intercumulus, such as in the mixed sulfide domain sample (Exp_498). For example, the chromatic aberration shift moved the thresholding value pixel of heazlewoodite at the longer wavelength (585 nm) toward the pentlandite grain at the shorter wavelength (365 nm). This shift provided enough thresholding value pixel match for heazlewoodite identification on the pentlandite grain; the Boolean classification operation tended to incorrectly identify the pentlandite grain as heazlewoodite.

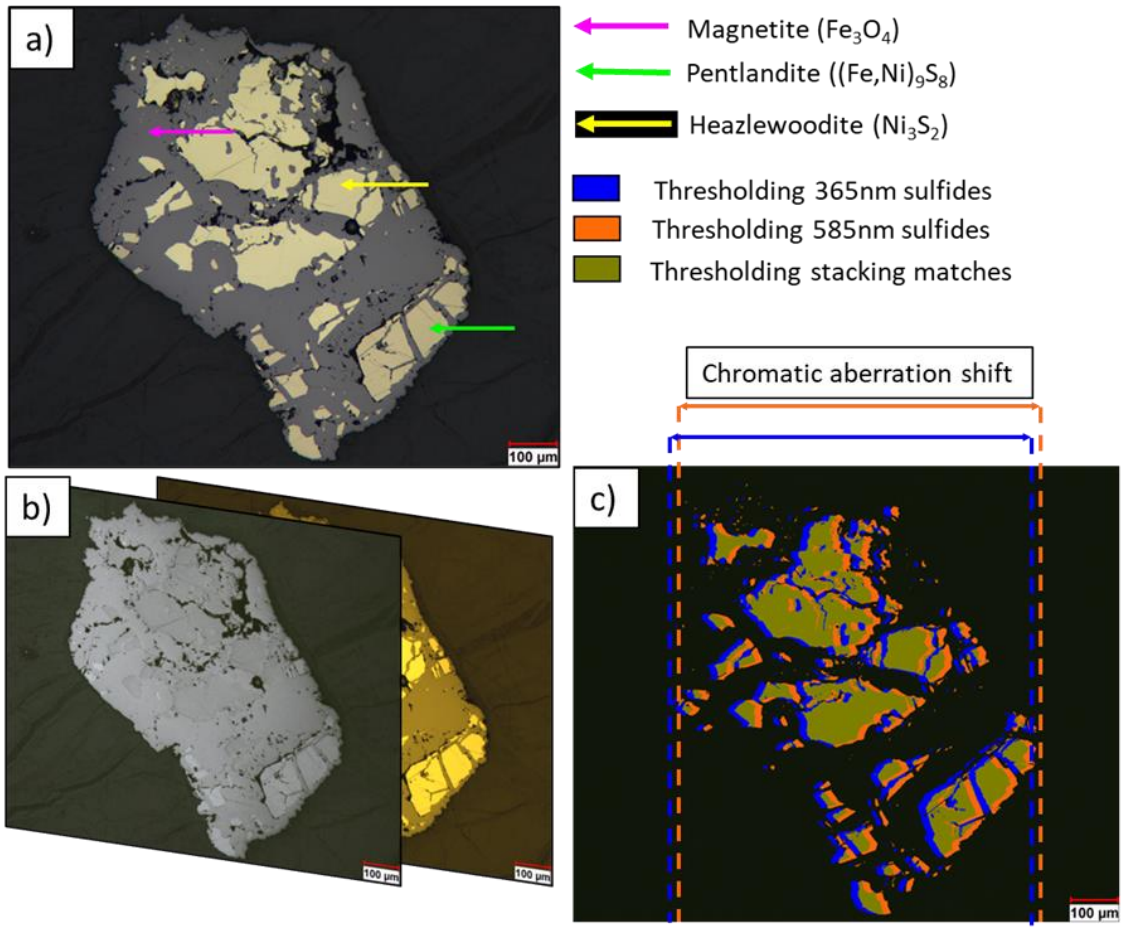


Figure F.14 Chromatic aberration shift occurring in the mixed sulfide domain sample (Exp_498): a) example of intercumulus where pentlandite and heazlewoodite grains occurred, b) multispectral images obtained at 365 nm and 585 nm, and c) chromatic aberration shift occurring during the stacking of the sulfide pixel thresholding, providing poor sulfide pixel detection.

The mean difference in the mineralogical quantification of sulfide minerals on the mentioned sample by the AOM (Table F.5) is explained by the misclassification issue from the chromatic aberration of the multispectral image described.

The key quantification difference between the two automated devices indicates a poor effectiveness of the AOM to perform an adequate mineralogical identification particularly on the mixed sulfide domain sample (Exp_498). The chromatic aberration and the polishing quality of the sample are attributed to this misclassification of Ni-bearing sulfides. The chromatic aberration can be solved by including a systematic shift from one wavelength to the next in the routine; similar to that suggested by Pirard (2004). New spectral images where this chromatic aberration does not occur during the optical multispectral image analysis and where the difference in reflectance between pentlandite and heazlewoodite is sufficient to perform an adequate discrimination (a 405 nm spectral image is proposed instead of 365 nm) is also suggested. Consequently, the AOM system needs to be improved to be as efficient as the QEMSCAN® device for use with the mixed sulfide domain sample (Exp_498).

F.6.4 SAMPLE PREPARATION ARTEFACTS

For all the samples studied, the mineralogical mapping mosaic images provided by the QEMSCAN® device shows several large areas of the sample that were not analyzed but analyzed by the AOM. Especially for the samples Exp_390 (section F.5.2) and Exp_446 (section F.5.4), these areas, indicated by red boxes in the related mosaic images (Figure F.11, Figure F.13), include some intercumulus blebs of sulfide and magnetite. These major differences between the mineralogical mapping images imply some difference in the mineralogical quantification between the two devices described.

Furthermore, it has been noted that the mixed sulfide domain sample (Exp_498; section F.12) presents several polishing pull-outs on the intercumulus blebs on the sample (red boxes in Figure F.12). These pull-outs, given by the polishing operation between the two analyses, have revealed areas with lower reflectance for the AOM. As a result of this sample preparation artefact, the automated device erroneously identified several areas as containing gangue minerals and/or chromite, leading to mineralogical misclassifications in the AOM analysis. This specific artefact explains the overestimation of chromite (0.9 wt. %) and transparent gangue (2.2 wt. %) given by the AOM results compared to QEMSCAN® results on this sample (Table F.5, Appendix F.D).

F.6.5 TRANSPARENT GANGUE DETECTION

The AOM cannot discriminate the resin pixels from the transparent gangue minerals during the multispectral mineralogical identification performed (Pirard, 2004; Neumann and Stanley, 2008; López-Benito et al., 2020; De Castro et al., 2022a). The AOM analysis was limited to the drill core piece shape of the studied sample, the eventual overestimation of transparent gangue by the AOM was thus limited. Consequently, all samples studied present a systematic overestimation of transparent gangue minerals by the AOM. Only the high iron serpentine domain (Exp_440) and heazlewoodite dominant domain (Exp_466) samples have a slight overestimation of transparent gangue minerals (Appendix F.D) compared to QEMSCAN® analysis. However, the rectangular pattern shape operated by the AOM did not well fit with the current shape of the drill core pieces from the other samples (Figure F.11a, Exp_390; Figure F.12a, Exp_498). Some significant parts of these related samples (down left part of the Exp_390 sample and top right and down right part of the Exp_498 sample) correspond to the polished section resin and not to the piece of the drill core well analysed by the QEMSCAN® identified as background (Figure F.11a, Exp_390; Figure F.12a, Exp_498). The AOM have thus identified these areas as transparent gangue and explain the greater overestimation of the transparent gangue abundance by the device for these related samples (Table F.5). This issue, such as the other factors discussed in this present section, has also contributed to the difference of mineral abundance quantification results and the related recoverable Ni content and deportment computation obtained between the two automated devices.

F.6.6 IDENTIFICATION OF FE-SERPENTINE FOR GEOMETALLURGICAL DOMAIN ATTRIBUTION

The high iron serpentine geometallurgical domain sample (Exp_440) is the single sample whose geometallurgical domain attribution is incorrect according to mineralogical ratio computation obtained by the AOM compared to QEMSCAN® results (section F.5.1). This misattribution occurred because the definition of the geometallurgical domain also uses the Fe-serpentine abundance during the attribution. Samples with Fe-serpentine abundance > 14 wt. % were attributed to the high iron serpentine domain. The QEMSCAN® results provided Fe-serpentine abundance determinations in the studied samples, which were used to attribute these sample to the correct domain. The AOM did not discriminate between the different gangue

minerals during the analysis (section F.4.2). Consequently, the mineral abundance provided by the AOM could not be used to attribute the correct geometallurgical domain for this sample.

Although the AOM lacked the ability to provide a precise Fe-serpentine quantification, other opaque mineral abundance ratios may be useful in defining this domain. The high iron serpentine sample was characterized by the significant presence of pentlandite in the intercumulus with coarse awaruite grains and fine magnetite grains. The high iron serpentine domain sample was thus characterized by an Aw/Mt ratio between 0.5 and 1 (Table F.4), whereas the other samples had a ratio ≤ 0.01. Consequently, further study is proposed to determine if this Aw/Mt ratio relationship holds for the rest of the Dumont mineralogical dataset and could potentially be used in addition to the Hz/Pn ratio for the geometallurgical domain attribution by AOM.

F.6.7 RECOVERABLE NI CONTENT AND DEPORTMENT

For Exp_440 and Exp_390 samples, the results of recoverable Ni content and deportment results is still very close between the two devices (with less than 0.5 wt. % of difference for recoverable Ni content and 5 wt. % of difference for recoverable Ni deportment (Figure F.9, Appendix F.E). The difference mentioned is linked to the difference of spectroscopy technique, resolution image and sample preparation artefacts discussed previously between the devices which impacted the Ni content and Ni deportment computation results. It is highlighting the effectiveness of the AOM to provide precise mineralogical quantification for these samples.

The chromatic aberration discussed previously giving the misclassification occurred in the mixed sulfides domain sample (Exp_498) has a large impact on the recoverable Ni deportment comparative computation results (Table F.5). Despite this huge recoverable Ni deportment difference, the recoverable Ni content computation is still similar between the two automated devices (with a difference of only 0.3 %). This close result seems to be incidental for this specific sample: the estimations of minerals and methods seem to cancel each other giving this inconsistent similar recoverable Ni content.

Regarding the heazlewoodite dominant domain sample (Exp_446), the large difference in the mineral abundance quantification obtained also led to a difference in recoverable Ni content and deportment computation between the two devices (Table F.5). The AOM's overestimation of 1.4 wt. % recoverable Ni content is a result of the disparities between the resolution image and

spectroscopy techniques used in different devices, as previously discussed. Similarly, the variations in recoverable Ni deportment between heazlewoodite, awaruite, and pentlandite (Table F.5) can also be attributed to differences in the automated devices' capabilities.

The recoverable Ni content and deportment results for each sample have been computed according to mineral abundance results obtained by the devices and the theoretical Ni content of the recoverable Ni-bearing minerals occurring in the samples studied (section F.4.3). The QEMSCAN® device can provide the Ni deportment quantification during analysis (e.g. Butcher et al., 2000; Gottlieb, 2008) including the Ni-bearing such as the transparent gangue silicate occurring in the Dumont deposit (section F.4.3). However, the QEMSCAN® analysis mode performed for this present study did not provide the Ni quantification hosted by the silicate; but since the ideal composition for these minerals is known, this Ni quantification can be back computed. Consequently, this present study only focused on the recoverable Ni quantification based on mineralogical computation to compare the two automated devices results. Ultimately, for the production setting context of the Dumont operations, the microscopic mineralogical quantification tool (whether QEMSCAN® or AOM) needs to connect with the total Ni assay on the same samples analysed to discriminate the unrecoverable Ni versus the recoverable Ni. The QEMSCAN® can provide this information of elemental deportment (e.g. Butcher et al., 2000; Gottlieb, 2008). Regarding the AOM, a geochemical analysis made on a parallel and additional sample according to an adequate sampling method (De Castro et al., 2022b) can be performed with the AOM analysis. The difference of the total Ni quantification provided by the geochemical analysis combined with the recoverable Ni quantification provided by the AOM with a mineralogical computation allows obtaining the unrecoverable Ni content of the related sample.

F.6.8 TIME OF ANALYSIS AND NI ANALYSIS VALIDATION

The multispectral mineralogical identification and quantification procedure using the OAM can currently be performed in ~3 hours per sample with a higher resolution compared to QEMSCAN® analysis performed. This includes ~10 min of multispectral image acquisition per wavelength and ~3 hours to perform the mineralogical identification/quantification routine per sample. The QEMSCAN® mode used for the studied samples (field scan mode) allows performing mineralogical characterization in 3 hours (Ayling et al., 2012; Staples et al., 2019). Consequently, the AOM allows performing mineralogical characterization with a same approximate time analysis

as the QEMSCAN® but with higher resolution. Current work is focused on shortening the processing time for the AOM through further automation and algorithm optimization.

Regarding the geometallurgical domaining method developed for the Dumont mine project based on mineral grades, a more representative milled sample can also be analysed with a bulk mineral analysis mode (i.e. BMA mode) in less than ~1 hour (Gottlieb et al., 2000). The obtained reliable data can be validated with parallel chemistry analysis (such as already mentioned in section F.6.7). A milled sample analysis is also possible by the AOM even though the device cannot discriminate transparent gangue from the resin (Pirard, 2004; Neumann and Stanley, 2008; López-Benito et al., 2020; De Castro et al., 2022a). The AOM can provide opaque minerals quantification allowing the Hz/Pn computation for the geometallurgical attribution approach of Dumont project mine except for the high iron serpentine domain as discussed in section F.6.6 where the Fe-serpentine (transparent gangue mineral) quantification is necessary. It has been proposed to use different opaque mineral ratio for this geometallurgical domain attribution (i.e., Aw/Mt, section F.6.6) to solve this issue. Nevertheless, the impossibility of the AOM to discriminate transparent gangue grains from the resin on milled sample leads to biased mineralogical quantification (such as recoverable Ni content and deportment) because the results provided are standardized according to the opaque minerals quantification. Further current work is focused on solving this ongoing issue of transparent gangue detection by the AOM device.

F.7 CONCLUSIONS

This work has described a comparative study of two automated mineralogical determination methods for the quantification of opaque mineral phases on polished sectios of Dumont project ores for geometallurgical characterization. The study found that AOM was effective in quantifying opaque minerals, and the results obtained from the four studied samples on both devices were similar. The differences observed were attributed to (1) spectroscopy, (2) image resolution disparities between the devices, (3) chromatic aberration (4) variations in polishing quality, and (5) the AOM's inability to differentiate transparent gangue from sample resin.

However, AOM provided poor mineralogical classification between Ni-bearing sulfide minerals, particularly when they occur in the intercumulus of the sample, such as in the case of the mixed sulfide sample (Exp_498) due to chromatic aberration artefacts. To better differentiate between Ni-bearing sulfides (pentlandite and heazlewoodite) during multispectral image analysis using AOM,

additional visible wavelengths should be explored (e.g., 405 nm instead of the 365 nm wavelength). Furthermore, to properly attribute the high iron serpentine domain using AOM for geometallurgical purposes, a new mineralogical ratio between awaruite and magnetite (Aw/Mt) has been recommended. Further validation of AOM should be done through chemical analysis with mineralogical reconciliation to account for all Ni phases, including non-recoverable Ni hosted by silicates. Moreover, more work is needed to evaluate the cost effectiveness of using a "site-specific" calibrated AOM on a commercial production basis for geometallurgical domaining, mine planning, and grade control purposes.

APPENDIX F.A DEFINITIONS OF GEOLOGIC TERMS FROM BACKGROUND PART.

Dunite: ultramafic igneous rock dominated by essential olivine (>90% volume), often with accessory clinopyroxene, orthopyroxene, spinel, ilmenite, and magnetite. Dunite is usually coarse- to medium grained and is peridotite.

Gabbro: mafic intrusive coarse-grained rock with allotriomorphic texture. Gabbros contain low silicon (+/- quartz or alkali feldspar) and essentially of ferromagnesian minerals with pyroxene, amphibole, +/- olivine.

Greenstone belt: zones of variably metamorphosed mafic to ultramafic volcanic sequences with associated sedimentary rocks that occur within Archaean and Proterozoic cratons between granite and gneiss bodies.

Intercumulus: a term to describe the components of the crystal accumulation.

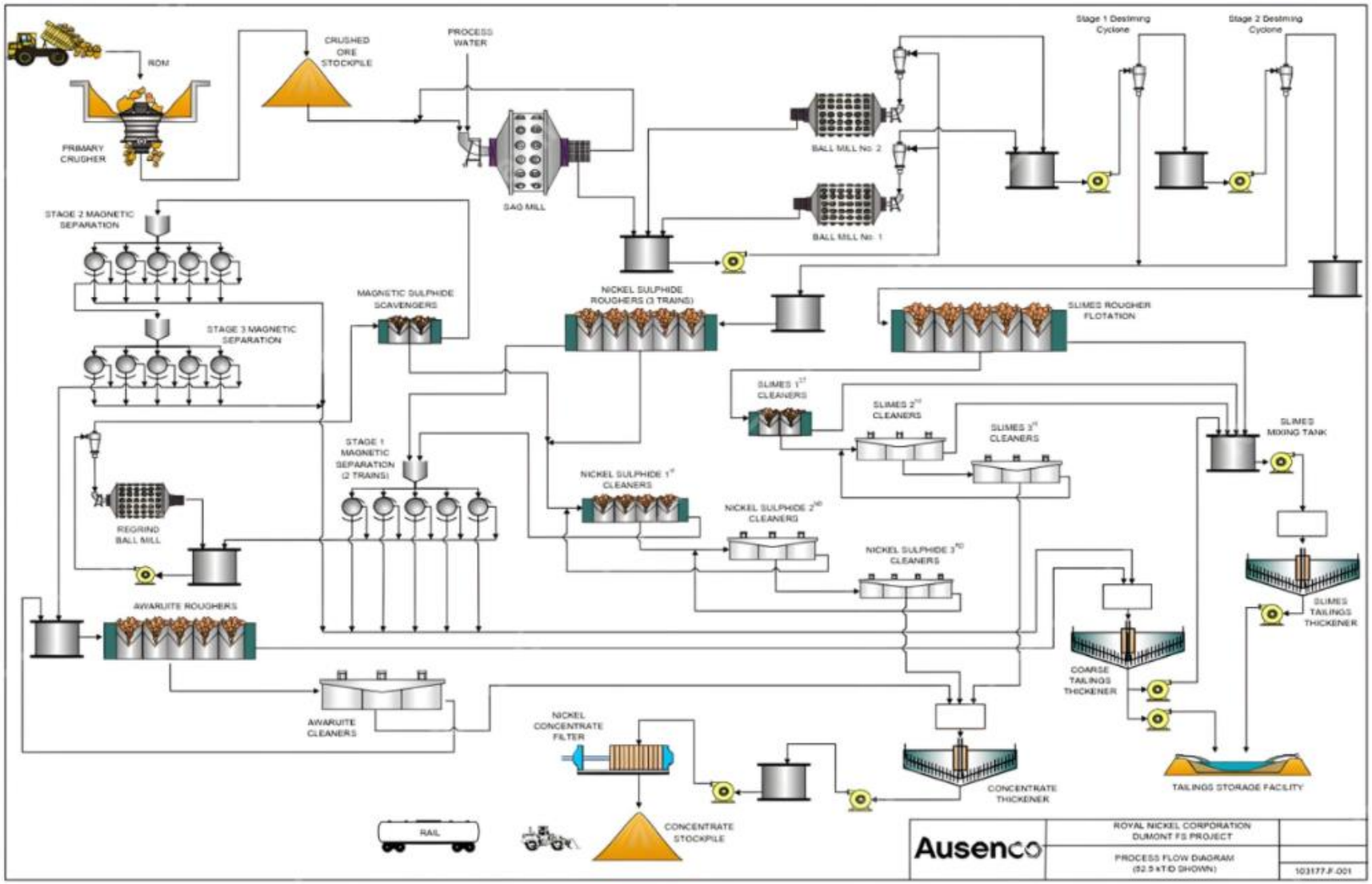
Paragenesis: the sequence in which the minerals are formed into a geological formation.

Peridotite: ultramafic, dense, and coarse-grained igneous rock contains less than 45% silica and consisting mostly of the silicate minerals olivine and pyroxene.

Protolith: original, unmetamorphosed rock from which a given metamorphic rock is formed.

Ultramafic: an igneous rock with extremely low silica composition, composed mainly of olivine and pyroxene. Ultramafic rocks contain a very low amount of silica and are common in the mantle.

APPENDIX F.B DUMONT PROCESS PLANT SCHEMATIC; FROM STAPLES ET AL. (2019).



APPENDIX F.C SPECIFIC GRAVITY (WITH WATER DENSITY REFERENCE MATERIAL AT 4 °C) AND AVERAGE NI CONTENT OF THE OPAQUE MINERALS PRESENT IN THE STUDIED SAMPLES USED IN THE COMPARATIVE STUDY METHOD; ACCORDING TO SCIORTINO ET AL. (2015); STAPLES ET AL. (2019).

The two numbers for the pentlandite mineral refer to the two populations of pentlandite throughout the deposit where the low average Ni content corresponds to the high iron serpentine domain sample and the higher value corresponds to the others geometallurgical domains.

Minerals	Specific gravity	Average Ni content (wt. % Ni)
Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	8	72.8
Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	4.8	27.0/33.2
Heazlewoodite (Ni_3S_2)	5.8	72.0
Magnetite (Fe_3O_4)	5.1	-
Chromite ($FeCr_2O_4$)	4.8	-
Copper (Cu)	8.9	-
Transparent gangue	2.8	-

APPENDIX F.D MINERALOGICAL ABUNDANCE QUANTIFICATION PROVIDED BY BOTH QEMSCAN® AND AOM AND COMPARATIVE RESULTS FOR THE STUDIED SAMPLES.

Sample	Minerals	QEMSCAN® results (wt. %)		AOM results (wt. %)		Comparative results (wt.%)	
		No standardization	Opaque minerals standardization	No standardization	Opaque minerals standardization	No standardization	Opaque minerals standardization
High iron Serpentine domain sample (Exp_440)	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	1.0	12.6	1.0	14.4	0.0	1.8
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	5.5	69.0	4.6	64.9	-0.9	-4.1
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0	-0.2
	Magnetite (Fe_3O_4)	1.4	17.0	1.3	18.8	0.0	1.8
	Chromite ($FeCr_2O_4$)	0.0	0.5	0.1	1.6	0.1	1.1
	Copper (Cu)	0.1	0.6	0.0	0.3	0.0	-0.3
	Total opaque minerals	8.0	100.0	7.2	100.0	-0.8	-
	Total transparent gangue	92.0	-	92.8	-	0.8	-
	Total minerals	100.0	-	100.0	-	-	-
Pentlandite dominant domain sample (Exp_390)	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.1	0.7	0.0	0.2	-0.1	-0.6
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	4.8	38.9	3.6	35.4	-1.2	-3.4
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	-0.1
	Magnetite (Fe_3O_4)	7.3	59.2	6.3	62.7	-1.0	3.5
	Chromite ($FeCr_2O_4$)	0.1	1.1	0.2	1.8	0.0	0.6
	Copper (Cu)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	Total opaque minerals	12.4	100.0	10.1	100.0	-2.3	-
	Total transparent gangue	87.7	-	89.9	-	2.3	-
	Total minerals	100.0	-	100.0	-	-	-

Sample	Minerals	QEMSCAN® results (wt. %)		AOM results (wt. %)		Comparative results (wt.%)	
		No standardization	Opaque minerals standardization	No standardization	Opaque minerals standardization	No standardization	Opaque minerals standardization
Mixed sulfide domain sample (Exp_498)	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	-0.2
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	1.6	14.4	0.5	5.2	-1.2	-9.1
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	1.6	14.4	1.7	18.9	0.1	4.5
	Magnetite (Fe_3O_4)	8.0	69.9	6.8	73.8	-1.2	3.9
	Chromite ($FeCr_2O_4$)	0.1	1.2	0.2	2.1	0.1	0.9
	Copper (Cu)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	Total opaque minerals	11.4	100.0	9.2	100.0	-2.2	-
	Total transparent gangue	88.6	-	90.8	-	2.2	-
	Total minerals	100.0	-	100.0	-	-	-
Heazlewoodite domain sample (Exp_466)	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.5	4.1	0.1	1.3	-0.3	-2.8
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	0.3	2.7	0.0	0.5	-0.3	-2.3
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	3.0	25.7	1.5	15.0	-1.5	-10.7
	Magnetite (Fe_3O_4)	7.9	67.4	8.4	83.2	0.5	15.8
	Chromite ($FeCr_2O_4$)	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	-0.1
	Copper (Cu)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	Total opaque minerals	11.7	100.0	10.1	100.0	-1.6	-
	Total transparent gangue	88.4	-	89.9	-	1.6	-
	Total minerals	100.0	-	100.0	-	-	-

APPENDIX F.E. RECOVERABLE NI CONTENT AND RECOVERABLE NI DEPORTMENT PROVIDED BY BOTH QEMSCAN® AND AOM AND COMPARATIVE RESULTS FOR THE SAMPLES STUDIED.

Sample	Recoverable minerals	QEMSCAN® results		AOM results		Comparative results	
		Ni_{recov} content (wt. %)	Recoverable Ni deportment (wt. %)	Ni_{recov} content (wt. %)	Recoverable Ni deportment (wt. %)	Ni_{recov} content (wt. %)	Recoverable Ni deportment (wt. %)
High iron Serpentine domain	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.7	32.9	0.8	37.5	0.0	4.6
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	1.5	66.5	1.3	62.5	-0.2	-4.0
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	0.0	0.6	0.0	0.0	0.0	-0.6
	Total/difference	2.2	100.0	2.0	100.0	-0.2	-
Pentlandite dominant domain	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.1	3.9	0.0	1.1	-0.1	-2.8
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	1.6	95.6	1.2	98.9	-0.4	3.3
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	0.0	0.4	0.0	0.0	0.0	-0.4
	Total/difference	1.7	100.0	1.2	100.0	-0.5	-
Mixed sulfide domain	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.0	0.8	0.0	0.0	0.0	-0.8
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	0.5	31.3	0.2	11.4	-0.4	-19.9
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	1.2	67.9	1.3	88.6	0.1	20.8
	Total/difference	1.7	100.0	1.4	100.0	-0.3	-
Heazlewoodite domain	Awaruite ($Ni_{2.5}Fe$)	0.3	13.4	0.1	8.1	-0.3	-5.3
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	0.1	4.1	0.0	1.3	-0.1	-2.7
	Heazlewoodite (Ni_3S_2)	2.2	82.5	1.1	90.6	-1.1	8.1
	Total/difference	2.6	100.0	1.2	100.0	-1.4	-

References

Ali, A., Chiang, Y. W., & Santos, R. M. (2022). X-ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals, 12*(2), 205. Retrieved from <Go to ISI>://WOS:000771006000001. doi:ARTN 205

Ayling, B., Rose, P., Petty, S., Zemach, E., & Drakos, P. (2012). *QEMSCAN (Quantitative evaluation of minerals by scanning electron microscopy): capability and application to fracture characterization in geothermal systems.* Paper presented at the Proc, Thirty-Seventh Workshop on Geotherm Reserv Eng. Stanford, California: Stanford University.

Bouzahzah, H., Califice, A., Benzaazoua, M., Mermillod-Blondin, R., & Pirard, E. (2008). *Modal analysis of mineral blends using optical image analysis versus X ray diffraction.* Paper presented at the Proceedings of International Congress for Applied Mineralogy ICAM08, Brisbane, Australia. AusIMM.

Brügmann, G., Naldrett, A., & Duke, J. (1990). The platinum-group element distribution in the Dumont sill, Quebec. Implications for the formation of Ni-sulfide mineralization. *Mineralogy and Petrology, 42*(1-4), 97-119.

Butcher, A., Helms, T., Gottlieb, P., Bateman, R., Ellis, S., & Johnson, N. (2000). *Advances in the quantification of gold deportment by QEMSCAN.* Paper presented at the Seventh Mill Operators Conference, Kalgoorlie, WA, AusIMM.

Castroviejo, R., Berrezueta, E., & Lastra, R. (2002). Microscopic digital image analysis of gold ores: a critical test of methodology, comparing reflected light and electron microscopy. *Minerals and Metallurgical Processing, 19*(2), 102-109.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

CMMP. (2021). Canada's critical minerals list 2021. *Canadian Minerals and Metals Plan*. Retrieved from https://www.nrcan.gc.ca/our-natural-resources/minerals-mining/critical-minerals/23414.

Criddle, A. J., & Stanley, C. J. (1993). *Quantitative data file for ore minerals*: Springer Science & Business Media.

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2022a). Automated mineralogical characterization using optical microscopy: Review and recommendations. *Minerals Engineering, 189*, 107896. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687522005064. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107896

De Castro, B., Marcotte, D., Chopard, A., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2022b). Technical note adaptation of Pierre's Gy theory of sampling for polished section preparation geared towards automated mineralogical analysis. *Minerals Engineering, 187*, 107795. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687522004058. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107795

Delarosbil, A. (2020). Arctic mining in Raglan. *Mining in the Arctic*, 29-42.

Delesse, A. E. O. J. (1866). Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches. *F. Savy*.

Donskoi, E., Hapugoda, S., Manuel, J. R., Poliakov, A., Peterson, M. J., Mali, H., Bückner, B., Honeyands, T., & Pownceby, M. I. (2021). Automated Optical Image Analysis of Iron Ore Sinter. *Minerals, 11*(6), 562. Retrieved from https://www.mdpi.com/2075-163X/11/6/562.

Donskoi, E., Manuel, J., Austin, P., Poliakov, A., Peterson, M., & Hapugoda, S. (2011). Comparative study of iron ore characterisation by optical image analysis and QEMSCAN (TM).

Donskoi, E., Manuel, J., Hapugoda, S., Poliakov, A., Raynlyn, T., Austin, P., & Peterson, M. (2020). Automated optical image analysis of goethitic iron ores. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 1-11.

Donskoi, E., Poliakov, A., Manuel, J. R., Peterson, M., & Hapugoda, S. (2015). Novel developments in optical image analysis for iron ore, sinter and coke characterisation. *Applied Earth Science, 124*(4), 227-244. Retrieved from https://doi.org/10.1179/1743275815Y.0000000013. doi:10.1179/1743275815Y.0000000013

Duke, J. (1986). *Petrology and economic geology of the Dumont sill: an Archean intrusion of komatiitic affinity in northwestern Quebec*: Geological Survey of Canada.

Eckstrand, O. (1975). The Dumont serpentinite; a model for control of nickeliferous opaque mineral assemblages by alteration reactions in ultramafic rocks. *Economic Geology, 70*(1), 183-201.

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*: Springer.

Gottlieb, P. (2008). *The Revolutionary Impact of Automated Mineralogy on Mining and Mineral Processing*.

Gottlieb, P., Wilkie, G., Sutherland, D., Ho-Tun, E., Suthers, S., Perera, K., Jenkins, B., Spencer, S., Butcher, A., & Rayner, J. (2000). Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications. *JOM, 52*(4), 24-25. Retrieved from https://doi.org/10.1007/s11837-000-0126-9. doi:10.1007/s11837-000-0126-9

Heilbronner, R., & Barrett, S. D. (2014). Image Analysis in Earth Sciences: Microstructures and Textures of Earth Materials. *Image Analysis in Earth Sciences*.

Jaimes Contreras, R. A., Pilawski, D., Califice, A., & Pirard, E. (2010). Quantitative Microtexture Analysis of Carbonate Rocks Using Bireflectance Imaging. *Proceedings IAMG 2010*.

Lane, G. R., Martin, C., & Pirard, E. (2008). Techniques and applications for predictive metallurgy and ore characterization using optical image analysis. *Minerals Engineering, 21*(7), 568-577. doi:10.1016/j.mineng.2007.11.009

Leroy, S., & Pirard, E. (2019). Mineral recognition of single particles in ore slurry samples by means of multispectral image processing. *Minerals Engineering, 132*, 228-237. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687518305521. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.12.009

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Magneto Investments, L. P. (2020). General presentation of the Nion nickel project. Retrieved from https://dumontnickel.com/wp-content/uploads/2021/05/Dumont-Nickel-Presentation-July-2020-FR-1.pdf.

Neumann, R., & Stanley, C. (2008). *Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins: implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy.* Paper presented at the INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY.

Pirard, E. (2004). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(02), 323-333. doi:10.1180/0026461046820189

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy*.

Plas, L. v. d., & Tobi, A. C. (1965). A chart for judging the reliability of point counting results. *American Journal of Science, 263*(1), 87-90. doi:10.2475/ajs.263.1.87

Sciortino, M., Muinonen, J., Korczak, J., & St-Jean, A. (2013). *Geometallurgical modelling of the Dumont deposit.* Paper presented at the Second AUSIMM International Geometallurgy Conference, Brisbane, Australia.

Sciortino, M., Mungall, J. E., & Muinonen, J. (2015). Generation of High-Ni sulfide and alloy phases during serpentinization of dunite in the Dumont sill, Quebec. *Economic Geology, 110*(3), 733-761.

Staples, L., Zwirz, T., Lépine, J.-M., Penswick, D., Scott, C., Protupilac, C., murphy, B., Bertrand, V., Mailloux, M., Tran, V., Lutti, J., & Latulippe, S. (2019). Technical Report on the Dumont Nickel Project, Launay and Trécesson Townships, Quebec, Canada. Retrieved from https://dumontnickel.com/wp-content/uploads/2021/02/Dumont-Ni-Project-43-101-dec-2019.pdf.

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Michelle Sciortino:** Writing – review & editing. **Alger St-Jean:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** review & editing. **Brian Bélisle:** Conceptualization, Methodology. **Robert Cloutier:** Conceptualization, Methodology.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

Highlights

- The Ni-mineral paragenesis of Dumont deposit requires a geometallurgical approach.
- Automated mineralogical characterization is necessary for the Dumont Project mine.
- A comparative study of QEMSCAN® and automated optical microscope (AOM) is provided.
- AOM gives precise mineralogical characterization for geometallurgical purposes.
- Further work using the AOM on several samples needs to be investigated.

ANNEXE G ARTICLE 6 : AUTOMATED MINERALOGICAL CHARACTERIZATION USING OPTICAL MICROSCOPY: RECOMMENDATIONS FOR APPLICATIONS IN A GEOMETALLURGICAL CONTEXT

Cet article est soumis à la revue *Minerals Engineering* le 12 décembre 2022 et est en cours de révision.

Benjamin De Castro[a], Mostafa Benzaazoua[a,b], Aurélie Chopard[c], Benoît Plante[a]

[a] Research Institute on Mine and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445, boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, J9X 5E4, Québec, Canada,

[b] Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Mining Environment & Circular Economy, Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco,

[c] Agnico Eagle Mines Ltd, 10 200 route de Preissac, Rouyn-Noranda, J0Y 1C0, Québec, Canada.

Abstract

Geometallurgy has recently become an important approach in the mining industry where mineralogical characterization is an essential issue. Automated scanning electron microscopy is the common mineralogical technique used to collect geometallurgical data. Due to important novelties, reflected automated optical microscopy could represent an affordable alternative to perform these essential qualitative and quantitative mineralogical characterizations. Nevertheless, there is still a need to fill a gap in terms of applications of automated optical microscopy in a geometallurgical context. Based on a literature review, as well as current experiences, the present paper recommends several methodologies using automated optical microscopy for geometallurgical purposes in the context of a polymetallic sulfide/gold ore deposit. The main stages of mine projects (exploration/geology, feasibility/geometallurgical program, operation/production, and mining waste management) will be illustrated. Automated optical microscopy allows relevant mineralogical data to be obtained at the early stages of a mining project and operational mineralogy to be integrated into flowsheet processes, while remaining cost effective and saving time. Many examples that illustrate mineralogical quantification by automated optical microscopy are provided

for each mine cycle stage, which support the geometallurgical and geoenvironmental domain ("geomet") definition of a deposit.

Keywords: optical microscopy, automated mineralogy, geometallurgy.

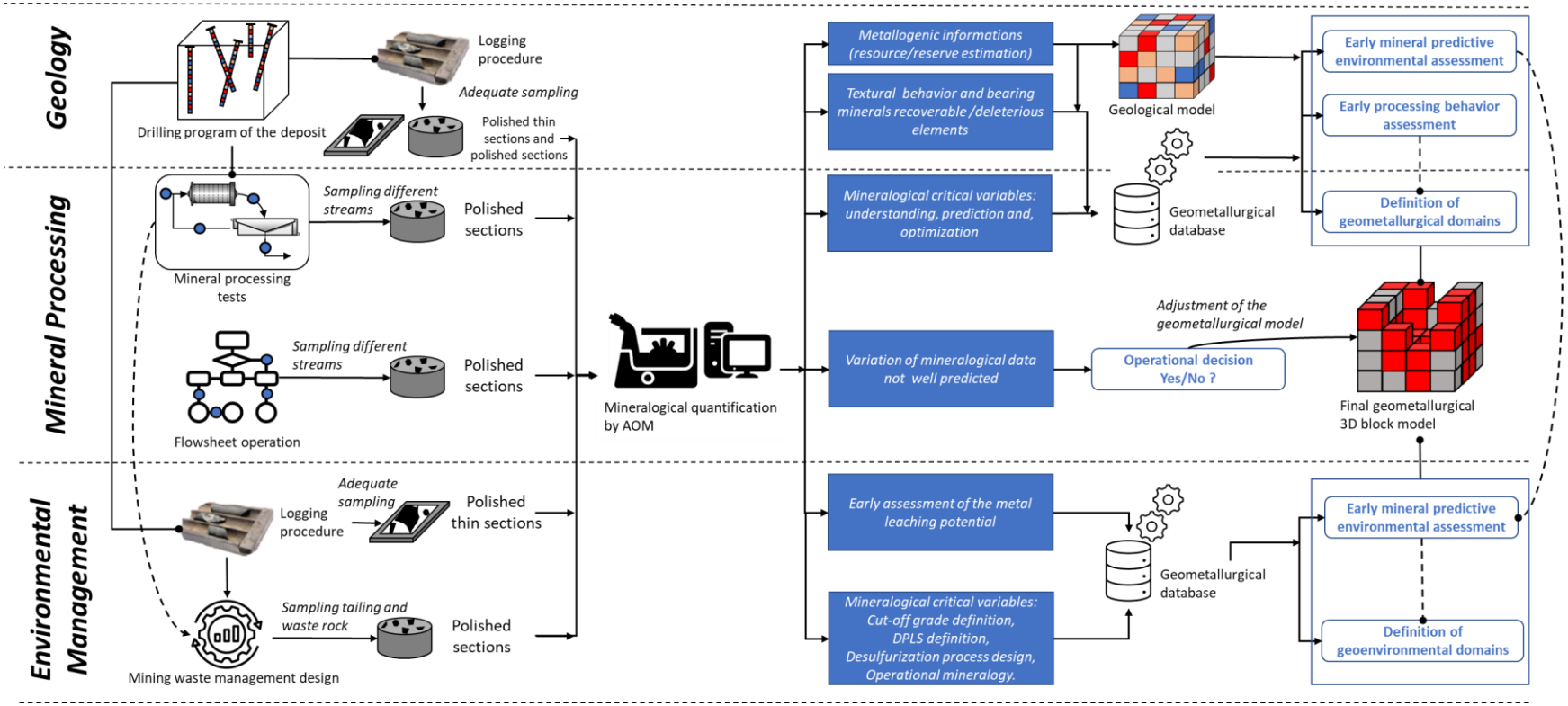


Figure G.1 Graphical abstract of the recommended applications of automated optical microscopy in the mine departments.

G.1 INTRODUCTION

Geometallurgy refers to the link between geology, downstream processes (mineral processing and process metallurgy), and environmental management (Kittler et al., 2011; Lamberg, 2011; Vann et al., 2011; Bridge et al., 2014; Dominy and O'Connor, 2016; Dominy et al., 2018). The aim is to integrate the variability of a deposit to reduce operational risk and improve/optimize mine and production planning for better managerial decisions (Turner-Saad, 2010; Dominy and O'Connor, 2016; McKay et al., 2016; Lishchuk et al., 2020). To do so, the variability of the deposit properties is determined by geometallurgical tests (including mineral processing tests and environmental prediction tests) during a geometallurgical program. Mineralogical characterization is becoming an essential part of geometallurgical approaches by providing data to build geometallurgical models and increase the net present value of a mine project (Hoal et al., 2013; Leichliter, 2013; Lund and Lamberg, 2014; Bueno et al., 2015). Indeed, mineralogical characterization contributes to the knowledge of many aspects of the mine cycle (exploration/feasibility, operation, and environment) e.g., (Kormos et al., 2010; Hunt and Berry, 2017; Brough et al., 2019; Koch et al., 2019; Lishchuk et al., 2020; Guseva et al., 2021; Dachri et al., 2022) and constitutes a common communication language between the various department of a mine (geology, exploitation, mineral processing, and mining waste management) e.g., (ICAM, 2002; Lotter, 2011; Hoal et al., 2013; Pérez-Barnuevo et al., 2018) (Figure G.2).

Automated scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) (e.g., QEMSCAN® system, TIMA® system) is a common technique used to perform mineralogical analysis for geometallurgical tests (Zhou, 2013; van den Boogaart and Tolosana-Delgado, 2018; Michaux and O'Connor, 2020). The mineralogical quantifications (e.g., mineral composition, mineral liberation) determined by these types of systems with image analysis often provide the key properties (critical variables) of a deposit to determine a functional geometallurgical model (Turner-Saad, 2010; Leichliter, 2013; Lund and Lamberg, 2014; Bueno et al., 2015).

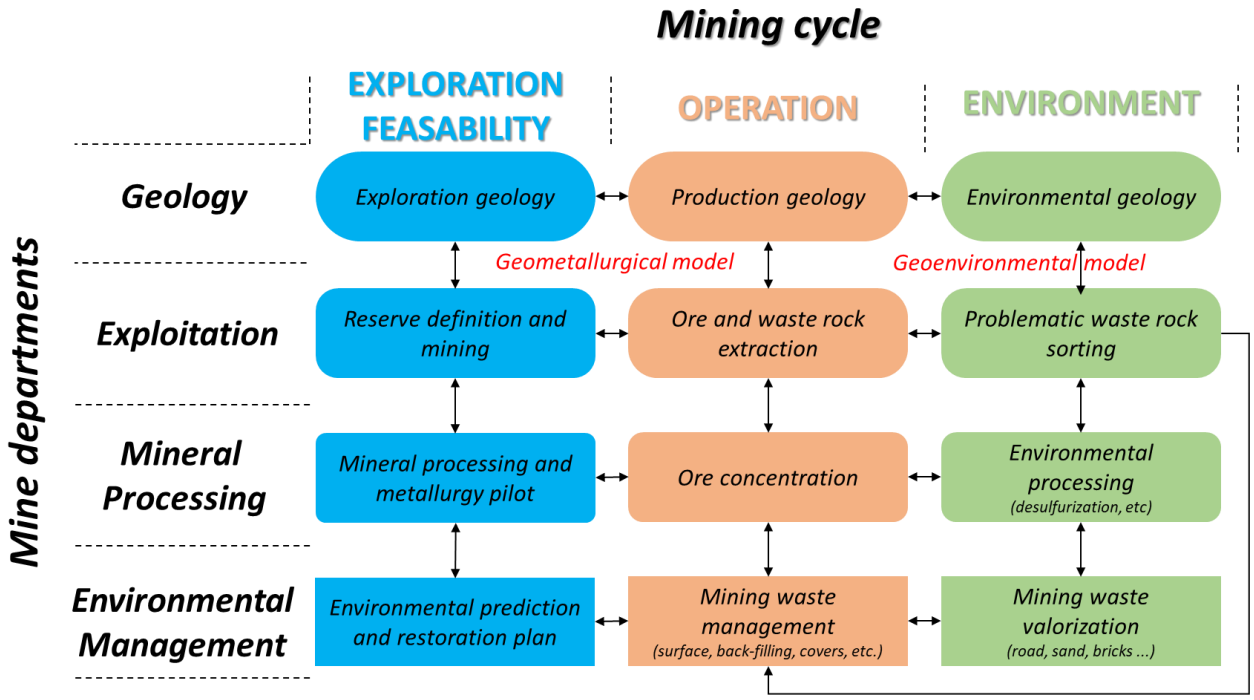


Figure G.2 Relevance of applied mineralogy in the mining cycle and the different mine departments; adapted from Benzaazoua and Bussière (2018).

Automated reflected light optical microscopy (AOM) is an alternative microscopic technique to automated SEM-EDS systems to perform automated mineralogical characterization (Petruk, 2000; Castroviejo et al., 2010; Pirard, 2018; Chopard et al., 2019b; López-Benito et al., 2020). AOM uses spectral reflectance measurements of particles in comparison with a reference spectral mineral reflectance database to identify minerals (Pirard and Bertholet, 2000; Pirard et al., 2008; López-Benito et al., 2020). Considering the mineralogy-based characterization with SEM-EDS systems requires an approach that is both cost-intensive and time-consuming, AOM could be a way to obtain mineralogical data for geometallurgical purposes in an early-stage mine project at a lower capital cost. However, few studies have proposed application cases for the AOM device, particularly in a geometallurgical context; many of those studies have proposed the technique for downstream process performance modelling (Donskoi et al., 2007; Donskoi et al., 2008; Donskoi et al., 2016), interpreting the recovery results (Evrard and Pirard, 2013), or in an exploration context (Berrezueta et al., 2016).

To address the lack of AOM applications in a geometallurgical context, the aim of this present paper is to suggest ways to integrate this device during mineralogical characterization. These

methodologies are a direct reply to the recommendations proposed in the following paper from the same authors: “Automated Mineralogical Characterization using Optical Microscopy: Review and Recommendations” (De Castro et al., 2022). Different stages of the mine’s cycle (exploration/geology, feasibility/geometallurgical program, operation/production, and mining waste management) are used to illustrate this specific goal, summarized in three main aspects of a mine: geology/exploration, mineral processing, and mining waste management. A typical example of a polymetallic sulfide/gold ore deposit is used to illustrate the proposed applications of AOM. The recommended methods particularly focus on opaque mineral characterization (pyrite, pyrrhotite, arsenopyrite, chalcopyrite, bornite, galena, sphalerite, gold, gersdorffite) and its texture (granulo-mineralogy, liberation, association).

G.2 OPTICAL MICROSCOPY DURING GEOLOGY/EXPLORATION

During the exploration phase, drilling cores are systematically studied by geologists (logging) to identify mineralized zones, lithologies, rock textures, or alterations, among others. Within mining companies, this logging process is mainly qualitative. Databases of geological information are often set up by exploration teams, especially for the metallogenic understanding of the deposit. However, these data could provide basic information for mineral processing development (Picot and Johan, 1977; Jébrak and Marcoux, 2008) and environmental management (Vermette, 2018; MELCC, 2020). This metallogenic knowledge is underused for the advanced characterization stages of the mining cycle (pre-feasibility studies). At the exploration stage, which is mainly descriptive, geologists begin to define various potential ores from the drill cores considered as relevant (tracer minerals, pathways, occurrences of economic mineralization, typical lithology/alteration bearing economic elements, etc.). This descriptive information can constitute an early geometallurgical database for future exploitation. Chemical analysis is typically carried out on the potential ore part of drill cores, especially to determine the content of recoverable elements (Au, Ag, Cu, Zn, Pb, Ni, etc.). Chemical quantification is often used for geological modelling and resource estimation.

To perform chemical analysis, the drill core samples are systematically ground to around P_{80} = 2 mm, often called the lab reject. It is recommended to first perform the mineralogical characterization by AOM on these lab rejects according to adequate sampling. This first mineralogical characterization will confirm the mineral species present in the mineralization

identified during the logging process in maintaining the rock texture. Furthermore, parallel to the chemical analysis and this first mineralogical analysis by AOM, it is recommended to grind the lab reject to a powder form (around P_{80} = 75 µm). In the same way, a second adequate sampling could be performed to apply a second mineralogical characterization by AOM. Detailed evaluation of the mineral composition and texture can constitute a further methodical step of understanding the establishment of a deposit in this powder form (paragenetic study). The following mineralogical characterization will allow the identification obtained on the lab rejects to be confirmed and the minerals bearing recoverable elements (e.g., free gold, chalcopyrite or bornite as main host Cu minerals, sphalerite for Zn minerals, galena for Pb minerals) and deleterious elements (e.g., sulphide minerals for S, arsenopyrite, gersdorffite for As, pyrite, pyrrhotite for Fe) to be quantified. Moreover, both mineralogical characterizations provided by the two different particle sizes would provide initial information about the variation in textural behavior of mineral particles by texture quantification (granulo-mineralogy, mineral liberation, mineralogical associations). This textural behavior provides an understanding of how mineral quantification changes according to a given fragmentation. This early assessment of potential ores is crucial for mineral processing challenges for the future mining project e.g., (Petruk, 2000; Bulatovic, 2003; Pease et al., 2006; Cropp et al., 2013; Bradshaw, 2014; Wills and Finch, 2016).

In addition, it is recommended to increase the number of elements to be analyzed on the potential ores sampled (e.g., C, S, As, Hg, Sb, Se, Si, Al). Combined with mineralogical quantification provided by AOM, this further chemical analysis provides more relevant information:

- a metal leaching assessment of potential ore samples can be provided e.g., (Parbhakar-Fox et al., 2018; Vermette, 2018; Chopard et al., 2019a);
- an efficient mineralogical reconciliation can be computed (Bouzahzah, 2013; Chopard et al., 2019a); and
- the acid-generating potential and the neutralization potential can be evaluated by performing both chemical and mineralogical static tests (Plante et al., 2012; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al., 2013; Elghali et al., 2018).

This information gathered early in the mining project will help to better anticipate the geoenvironmental challenges of the future mine. In section G.4, more applications with OM are recommended for mining waste management purposes.

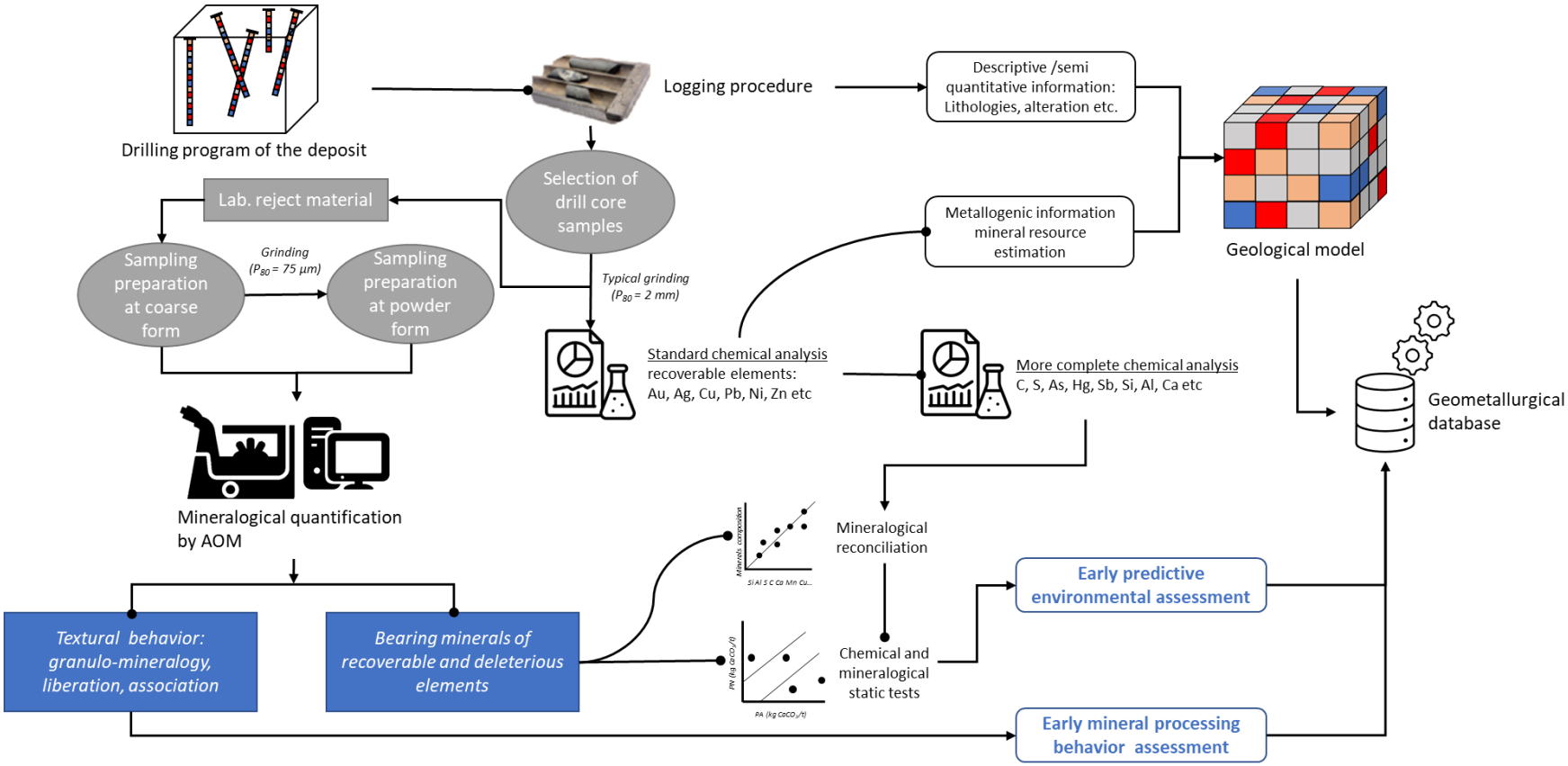


Figure G.3 Contributions of AOM associated with a standard procedure made at the mineral exploration stage.

G.3 OPTICAL MICROSCOPY FOR MINERAL PROCESSING

G.3.1 INTEGRATION OF AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY DURING PROJECT DEVELOPMENT

After the mineral exploration stage, a geological model of the orebody is developed. Based on the geological model, a geometallurgical matrix is defined, which guides sampling and compositing each geological domain for the geometallurgical program. The main part of the geometallurgical program is the geological domain characterization, including mineralogical characterization and mineral processing tests (Lamberg, 2011; Zhou, 2013; Bueno et al., 2015). Each sample (drill cores or composites) should represent the orebody, and the quantification provided by the characterization provides a large amount of data. This data is then processed and integrated into the geological model to include the distribution and the variation of mineralogical and mineral processing parameters within the orebody (geometallurgical database). According to the common characterization results, critical variables (from the geometallurgical database) are defined to cluster the common mineral processing performance of geological domains into several geometallurgical domains. A geometallurgical 3D block model of the deposit is thus developed. From the geometallurgical model, many aspects of the mine can be determined: flowsheet development, mine planning, plan design and optimization, and production prediction.

The critical variables are often mineralogical parameters provided by an automated mineralogy device (automated SEM-EDS) that guide the geometallurgical domain definition (Baumgartner et al., 2011; Hoal et al., 2013; Leichliter, 2013; Lund et al., 2015; Dominy et al., 2018; Lang et al., 2018). These mineralogical parameters influence the recovery performance of mineral processing tests (e.g., particle size of target minerals, host mineral of gold particles, particle size of sulfide minerals, mineral-bearing copper variation—chalcopyrite versus bornite, original texture of the ore). It is recommended here to integrate AOM for the mineralogical characterization part of the geometallurgical program and the definition of critical variables (as mineralogical parameters). During mineral processing tests, the AOM constitutes a support for material characterization and results interpretation. A mineralogical quantification performed by AOM on feed, concentrate, and tail material for each stream of the process (gravity, flotation, cyanidation, etc.) is recommended. The mineralogical quantification provided, such as textural quantification, allows understanding,

prediction, and optimization of upstream processing performance (Runge et al., 2003; Donskoi et al., 2008; Cropp et al., 2013; Bradshaw, 2014). Furthermore, the early mineralogical characterization of the orebody already added in the geometallurgical database during the mineral exploration stage can be reused for the geometallurgical program (section G.2) during project development studies. Figure G.4 shows how to integrate AOM in the development of geometallurgical models. It is important to notice that AOM constitutes one of the first affordable technique to perform a rough mineralogical characterization for the purposes suggested in this section. The usual mineralogical characterization (e.g., automated SEM-EDS) is often applied to a few selected samples. AOM performs mineralogical characterization at a lower cost allowing numerous samples to be characterized from all geological domains and improving the accuracy of the characterization. Nevertheless, if more precise mineralogical quantification is necessary for more investigations or/and for quality control, automated SEM-EDS or other techniques (e.g., X-ray diffraction) should always be considered but for fewer samples (e.g., precise gangue mineral composition, precise gold deportment), reducing the cost of characterization.

The following examples are provided to illustrate how the mineralogical characterization provided by AOM during the exploration stage can help mineral processing studies:

- the particle size and liberation of the bearing minerals of the recoverable elements (Au, Cu, Pb, Zn, etc.) provided by the textural characterization is essential for designing an optimal comminution process (Veasey and Wills, 1991; Sousa et al., 2018; Guldris Leon et al., 2020);
- the mineralogical composition and variation in minerals bearing recoverable elements can constitute a guide for the selection of froth flotation type to be tested as a priority—normal, reverse, selective, or bulk flotation; and
- according to the mineral associations' quantification, gold minerals could be preferentially included in coarse sulphide particles—a classification process test can be thus first considered before a more efficient fragmentation to release the gold mineral to achieve efficient recovery rates.

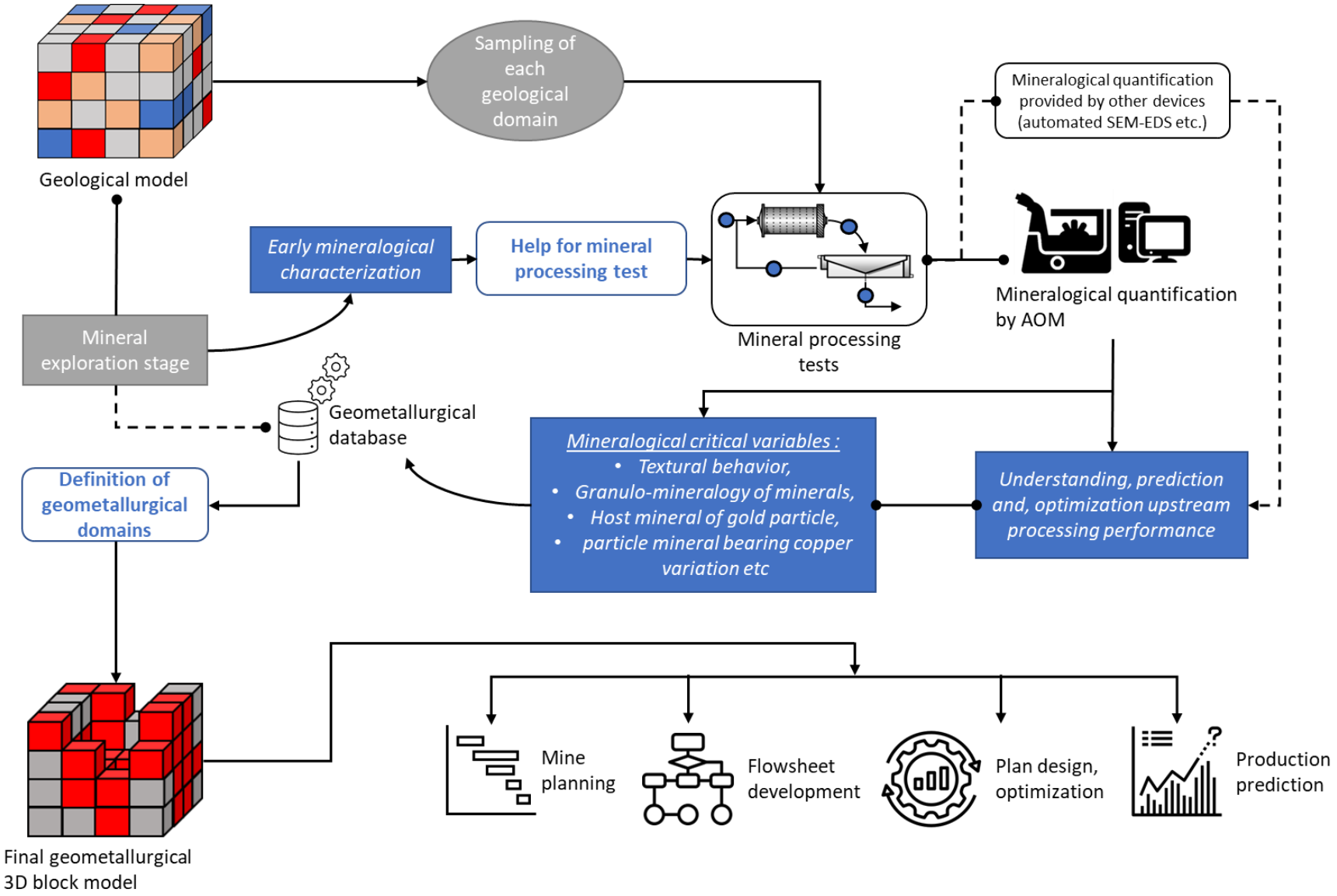


Figure G.4 Integration of AOM for geometallurgical model development during project development.

G.3.2 AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY DURING OPERATION (OPERATIONAL MINERALOGY)

After the project development studies, the project moves to the next stage—operation—with the start-up of the flowsheet designed during the studies with the help of the geometallurgical program. Thanks to the geometallurgical block model, the production stage is intended to be optimized and planned through an effective management/prediction of technical and operational risks.

However, the flowsheet design may not be well adjusted during the first step of the production stage and some problems that were not (or not well) predicted may occur. For example, a gap between the predicted and the actual recovery rate could be observed. If this gap continues or is substantial enough that the internal return rate is not reached, both a quick and appropriate diagnostic of the flowsheet (also called troubleshooting) needs to be performed and operational decisions need to be taken to decrease the operational expenditures and increase the value produced. After this urgent diagnostic, operational mineralogy will allow routine mineralogy to be conducted on the different streams and products of the mineral processing flowsheet. The mineralogical quantification provides the relevant data for operational decision-making (Brough et al., 2019) and provides additional data to the ones commonly used (e.g., recovery rates) in the decision-making process for production optimization. AOM could provide dynamic mineralogy data integrated in the process performance. Furthermore, operational mineralogy will constitute an update as reconciliation data for an existing geometallurgical model.

Figure G.5 provides examples of where it is possible to integrate AOM into mineral processing circuits to optimize production with the associated appropriate operational decision. As an example, a routine verification provided by AOM can be carried out on the feed after each comminution stage (crushing, grinding, etc.) or classification steps. The aim is to check whether the optimal liberation of the main minerals bearing the recoverable elements (targeted minerals) determined by the geometallurgical program is reached. If the liberation of the targeted minerals is not reached, the actual processed feed has an unexpected textural variability that was not foreseen by the geometallurgical model. An additional fragmentation step in the comminution process of the actual flowsheet could be considered e.g. (Underle et al., 1997; Pease et al., 2006). Another example: several flotation cells are often set up for each mineral to be valued in a sulfide ore deposit

flowsheet. A mineralogical quantification realized on flotation feed, concentrate, and tail samples can also be carried out to verify if the target minerals are recovered at the expected recovery rates. Quantification of additional mineralogical parameters provided by AOM such as granulo-mineralogy and degrees of liberation can give clues about the reasons why the flotation circuit did not reach the expected recovery rate (e.g., target mineral liberation and/or particle size not reached, variation of the mean mineral bearing the element to be valued). An appropriate parameter change on the flotation cells could thus be implemented (froth flotation parameters change, an additional fragmentation, additional scavenger flotation cell, etc.) e.g., (Lotter et al., 2011; Bradshaw et al., 2012; Cropp et al., 2013; Bahrami et al., 2019).

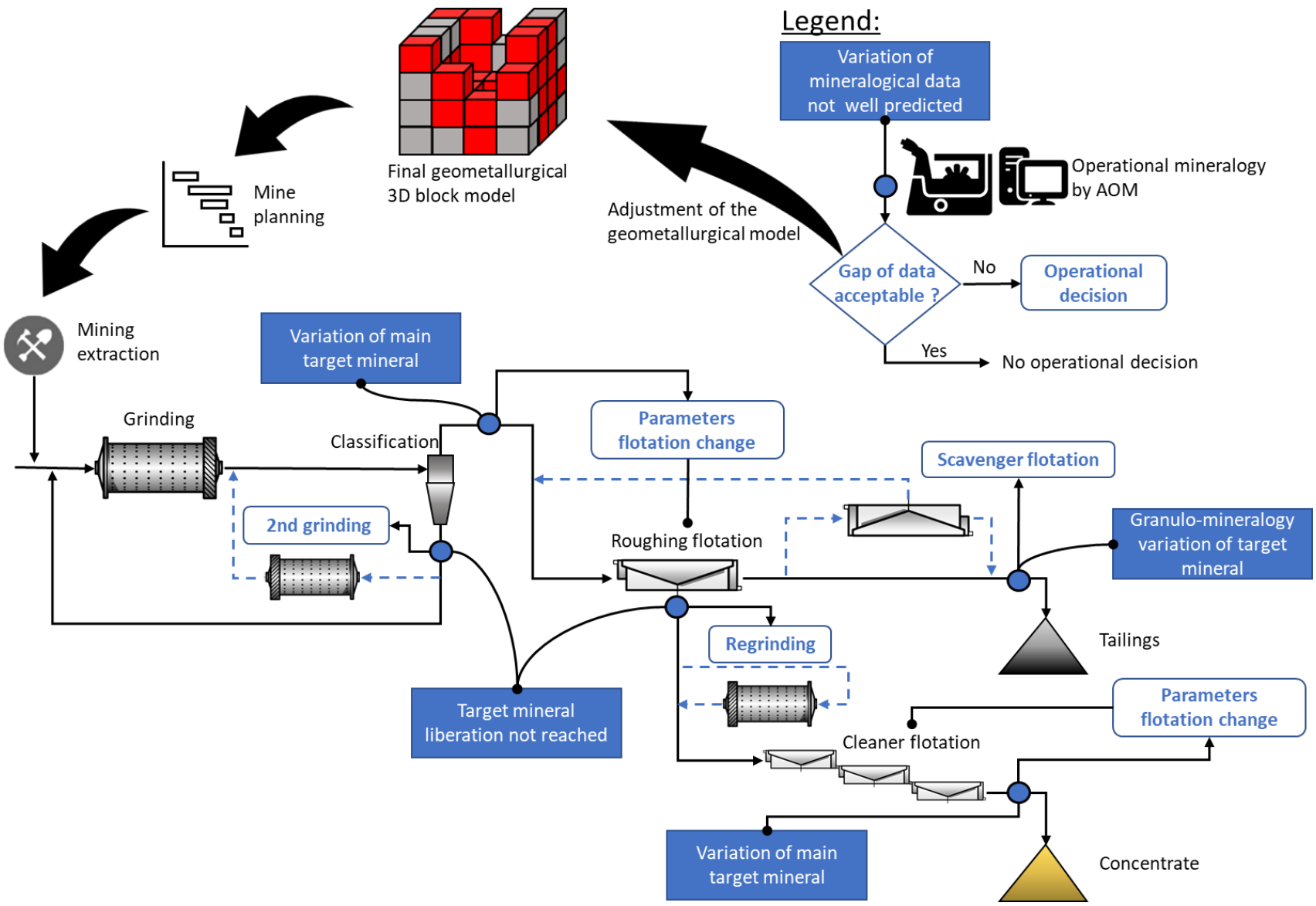


Figure G.5 Examples of AOM integration into circuits to optimize ore processing.

G.4 OPTICAL MICROSCOPY APPLICATIONS FOR MINING WASTE MANAGEMENT

Acid rock drainage and metal leaching (ARDML) is one of the principal environmental problems that occurs during mining operation of polymetallic sulfide/gold deposits. ARDML is a natural phenomenon that occurs when sulphide minerals oxidize on contact with air and water. This oxidation acidifies the water through the production of H^+ ions and the acidic water leaches metal elements (Fe, Cu, Pb, Ni, etc.) and metalloids (e.g., As and Sb) present in the sulfides.

Mining waste management includes several practices to alleviate/control ARDML issues from mining projects. One of the best practices recommended for mining companies is the prevention and the prediction of potential environmental issues at the early stage of a mining project, known as upstream mining waste management (Benzaazoua et al., 2008; Elghali et al., 2018; Amar et al., 2020; Toubri et al., 2021). The aim is to propose an appropriate integrated mining waste management practice into the mine planning.

The prediction of ARDML can be achieved through the realization and interpretation of several static and kinetic tests (Aubertin et al., 2002; Plante et al., 2012; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al., 2013; Elghali et al., 2018). To produce a better prediction of both the acid-generating and metal leaching (ML) potential of mining wastes, an accurate mineralogical quantification of the phases involved in the reactions must be provided (Lapakko, 1994; Plumlee, 1999; Bussière et al., 2005; Biver and Shotyk, 2012; Bouzahzah et al., 2013; Dold, 2017). OM could help mining companies obtain affordable mineralogical characterization for assisting in mining waste management. This section proposes different approaches to include OM and mineralogical data provided by the device for upstream mining waste management.

G.4.1 EARLY ASSESSMENT OF THE METAL LEACHING POTENTIAL OF A MATERIAL BY OPTICAL MICROSCOPY

Chemical elements contained in mining effluents originate from minerals, and therefore those minerals constitute the main sources of ML (Akcil and Koldas, 2006; Brown and Calas, 2011). The reactivity of sulfides to oxidation depends on the mineral, but also on its environment (Kwong, 1993; Cruz et al., 2001). Indeed, from a sulfide mineral to another, the oxidation reaction,

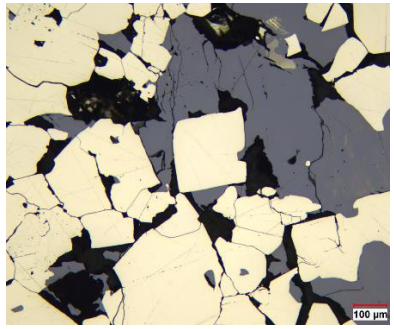
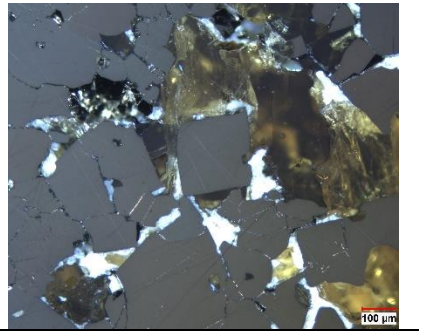
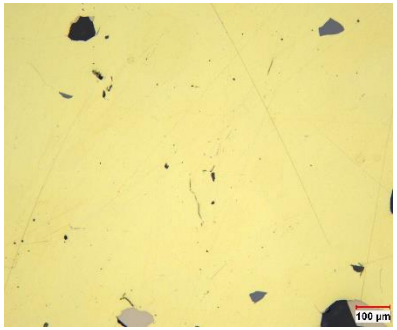
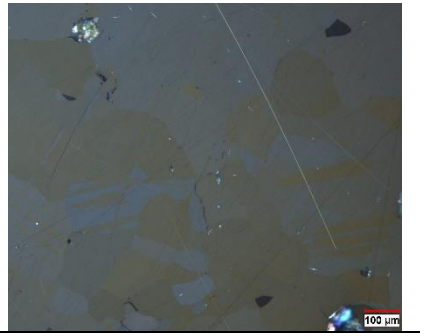
including the ML, can change (Lapakko, 1994; Plumlee, 1999; Bussière et al., 2005; Biver and Shotyk, 2012; Bouzahzah et al., 2013; Dold, 2017). Mineralogical characterization of the material can make it possible to determine the mineralogical state of ML and therefore determine its geochemical behavior during dissolution, which controls the nature of mining effluents (Parbhakar-Fox et al., 2013; Bouzahzah et al., 2014; Chopard et al., 2019a).

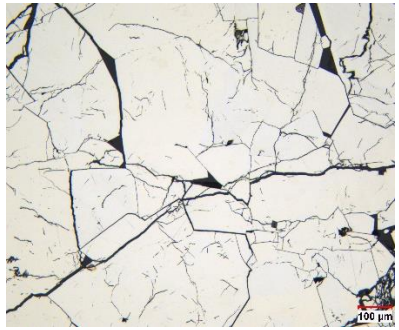
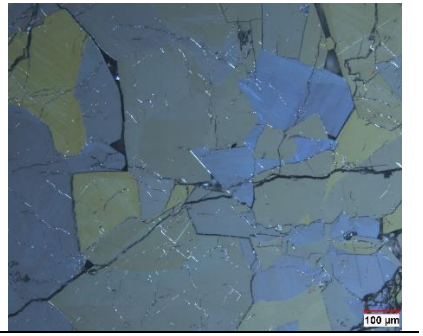
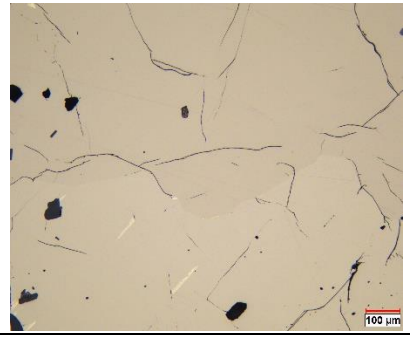
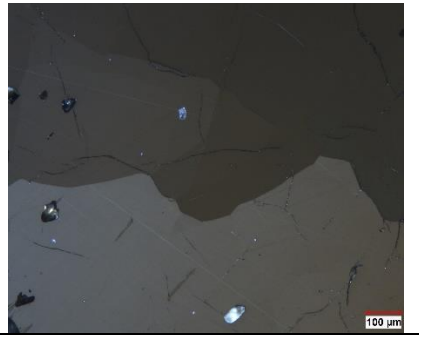
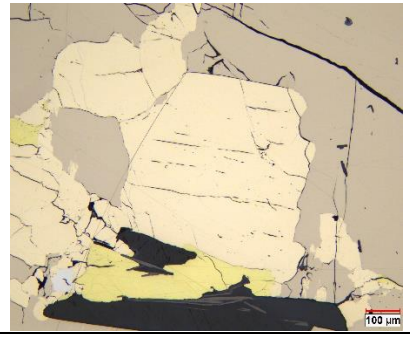
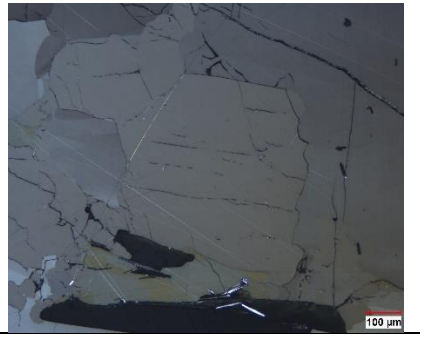
The approach suggested in this section is to determine an early ML potential of a sample through simple manual mineralogical inspection by reflected light OM. It is recommended to use an easy and qualitative approach applicable by an operator without using an expensive device. The proposed methodology may be performed on samples prepared as polished sections and/or polished thin sections. These support studies are generally prepared for a paragenetic study of the orebody by the mineral exploration team. Consequently, the proposed assessment of the ML potential can be made at the mineral exploration stage of a mining project during this paragenetic study.

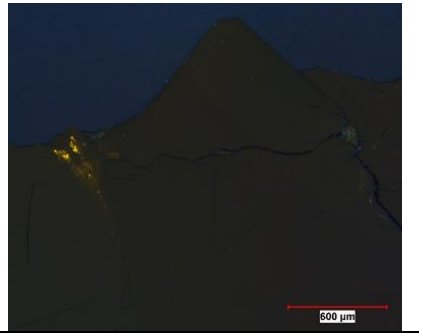
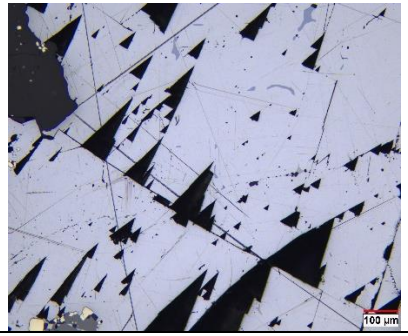
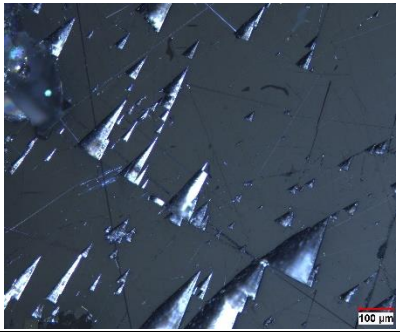
The methodology focuses on selected ML commonly founded in mining effluents from polymetallic and gold mine: As, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn, and opaque minerals bearing these elements e.g., (Akcil and Koldas, 2006; Abdul-Wahab and Marikar, 2012; Fashola et al., 2016; Kefeni et al., 2017). It will assume there is no apriorism regarding the mineralogical content of the sample except the mineralogical information provided by the mineral exploration team. The logical diagram to apply the suggested approach is presented in Figure G.6. The methodology consists of several steps:

1. A list of most common minerals bearing the ML elements is generated.
2. Optical properties determined in reflected, plane-polarized light (PPL) and reflected crossed polars light (CPL) mode will then allow identification of these minerals according to Picot and Johan (1977).
3. The identification of these specific minerals is conducted.

Table G.1 Most common minerals bearing leachable metals mostly founded in polymetallic and gold effluents mine and their optical properties provided by Picot and Johan (1977).

Mineral	**Chemical formula and contaminant element(s)**	**Optical properties for relevant identification**	**PPL microscopic optical image**	**CPL microscopic optical image**
Pyrite	FeS_2 Fe, Ni, As	PPL: white with specific cubic shape, high hardness; systematic zoned for nickeliferous pyrite. CPL: isotropic. Micro-analysis necessary to confirm the arseniferous and nickeliferous variety.		
Chalcopyrite	$CuFeS_2$ Cu, Fe	PPL: typical yellow colour. CPL: typical polysynthetic crystal twins.		

Mineral	Chemical formula and contaminant element(s)	Optical properties for relevant identification	PPL microscopic optical image	CPL microscopic optical image
Arsenopyrite	FeAsS Fe, As	PPL: distinctive white colour with yellow tip, lozenge shape. CPL: blue-tinted anisotropy to green brown and dark brown, distinctive hourglass crystal twin.		
Pyrrhotite	Fe(1-x)S, 0<x<0,17 Fe, Ni	PPL: distinctive pinkish, pleochroic. CPL: anisotropic in bluish hues. Microanalysis necessary to confirm the nickeliferous variety.		
Pentlandite	$(Ni, Fe)_9S_8$ Fe, Ni	PPL: octahedral cleavage, alteration in nickeliferous pyrite, exsolutions in flames, frequent associations with pyrrhotite, less polished hardness than pyrite. CPL: isotropic		

Mineral	Chemical formula and contaminant element(s)	Optical properties for relevant identification	PPL microscopic optical image	CPL microscopic optical image
Sphalerite	(Zn, Fe)S Zn, Fe	PPL: typical gray colour with low reflectance. CPL: isotropic with distinctive red/yellow internal reflections (depending on the Fe content).		
Galena	PbS Pb	PPL: high reflectance and typical triangular tearing. CPL: isotropic.		

4. According to the minerals identified and the bearing metals, a qualitative list of ML potential that occurs in the sample can be produced.

Table G.1 lists the most common mineral bearing the metal elements focused.

During the OM characterization procedure, some opaque minerals might not be well identified by the operator. A mismatching of optical properties could prove the presence of less common minerals. If some opaque minerals remain unidentified, the following step is taken:

5. According to a new list of less common minerals bearing valuable elements provided by appendix G.A, the operator can reapply step 2 of the methodology. The goal is that the operator can identify all the opaque minerals in the sample to obtain a complete assessment of the ML potential.

To help the identification of the less common minerals, their optical properties were grouped according to the ML potential content in appendix G.A and the associated metallogenic context. The first common minerals identified by the procedure can help the identification of other less common minerals with its common ML potential (e.g., the identification of arsenopyrite may suggest another less common As-bearing mineral in the sample such as gersdorffite). Furthermore, the knowledge of the metallogenic context of the samples analyzed constitutes a guide to the operator to first check the less common minerals with the same metallogenic context formation as the common ones.

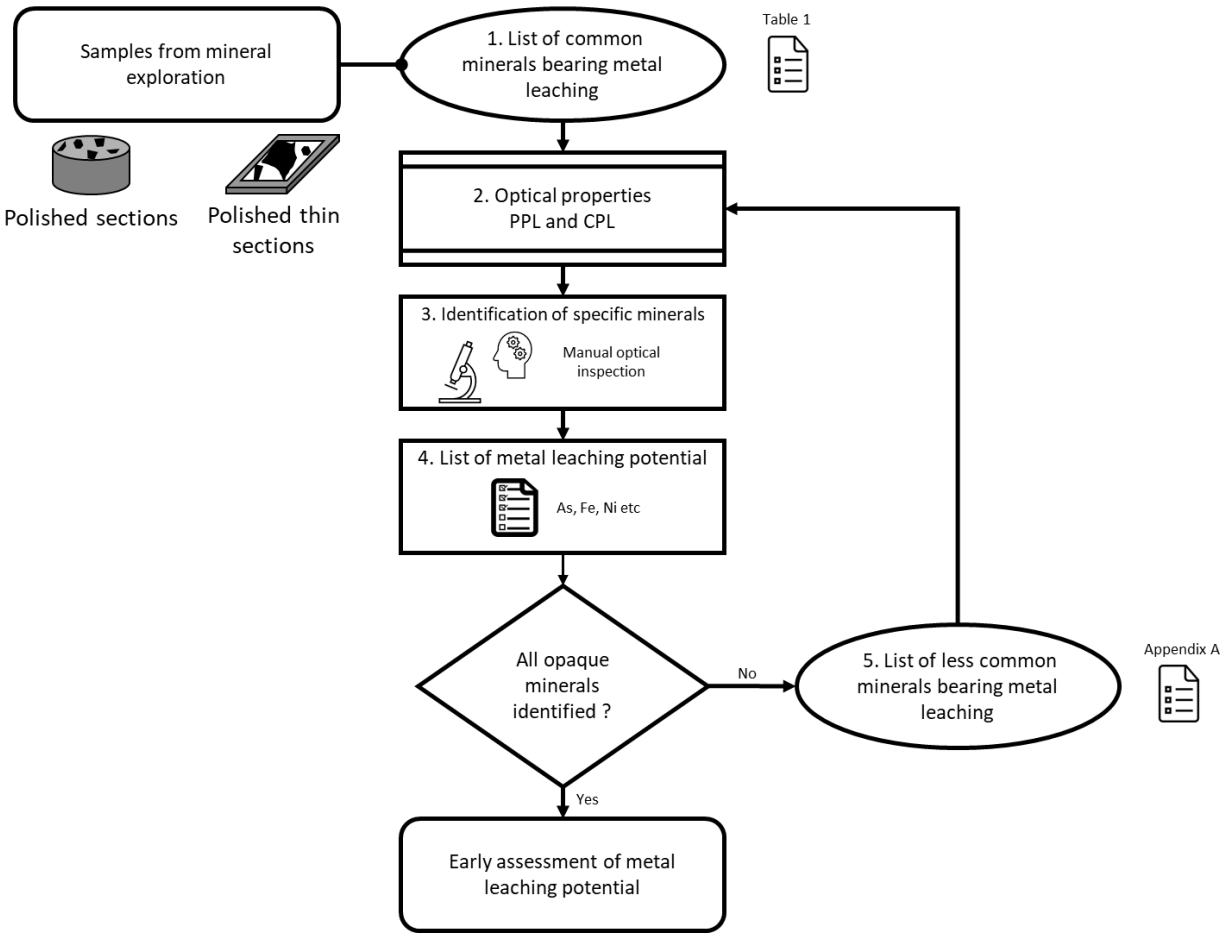


Figure G.6 Logical diagram for the application of the recommended approach to determine an early assessment of metal leaching potential by manual optical inspection.

The recommended methodology could have several limits:

- the manual OM approach may be a long and tedious task and require some operator experience;
- the implication of chemical microanalysis provide by SEM-EDS seems to be necessary to confirm the contaminant element content of some minerals—a mineralogical identification by simple optical properties inspection with OM is often inadequate (e.g., arseniferous pyrite); and

- some optical properties could be very difficult to determine for a sample where the particle size is fine, such as particle shape, mineralogical associations, crystal twinning, and isotropy/anisotropy—a sample preparation in the coarse form as recommended in section G.4.2.1 is suggested.

The recommended methodology provides a qualitative environmental assessment by manual OM. It is important to mention that to obtain an accurate ML potential assessment, chemical analysis and/or further mineralogical characterization provided by other devices (multi-technique approach) is necessary (as proposed in the methodology developed by Chopard et al. (2019a)). Mineralogical reconciliation combined with both static and kinetic tests of the sample is still recommended when performing an upstream ML prediction. The manual OM methodology recommended here could constitute an early first step to estimate the environmental geochemical risk.

G.4.2 DESIGN OF MINING WASTE MANAGEMENT PRACTICES BY AUTOMATED OPTICAL MICROSCOPY

The mineralogical characterization provided by AOM during a geometallurgical program can also be used to identify new critical variables for the design and application of mining waste management practices. In this section, some examples are provided to show how mineralogical critical variables provided by AOM could support the geoenvironmental management of a mining project. It focuses on the design/determination of the following mining waste management practices:

- the cut-off grade to define if each block from the geometallurgical 3D block model is ore or waste rock;
- the diameter of physical locking of sulfides for waste rock management;
- the geoenvironmental domain definition of tailings and associated appropriate management;
- the design of an environmental desulfurization process; and

- the integration of operational mineralogy for mining waste management.

Figure G.7 summarizes examples of appropriate mining waste management determined using AOM.

The cut-off grade:

The cut-off grade is a common feature in the mining industry to distinguish ore from waste rock within a mineral deposit. An optimized cut-off grade maximizes the net present value of a mine project. The cut-off grade is usually defined by the minimum net present value needed from a block from the geometallurgical 3D block model to be economically mined. A block above the cut-off grade is sent directly to the processing plant (or temporarily stored), whereas a block with a net present value below the cut-off grade is considered as waste rock and does not yield a profit for the mine (Bascetin and Nieto, 2007; Asad et al., 2016; Ahmadi, 2018).

The cut-off grade is determined during mine design and includes many technical (e.g., mining capacity, processing plant, distribution of the ore within the deposit) and economical parameters (e.g., metal prices, mining cost) (Asad et al., 2016). These parameters may vary over the life of the mine and during the planned production. The most up-to-date advanced cut-off grade calculation is based on a dynamic model that includes recovery prediction systems as inputs (Whittle and Vassiliev, 1998; Johnson et al., 2011; Asad et al., 2016; Moosavi and Gholamnejad, 2016).

Mineralogical parameters are included in cut-off grade model inputs, such as:

- the variation of mineral grade and mineral species bearing recoverable elements (e.g., bornite vs. chalcopyrite for Cu minerals, gold mineral species) (Lane, 1988; Osanloo and Ataei, 2003); and
- the liberation of these minerals to check if the liberation is reached according to the planned processing plant: development of a stochastic liberation model to support the recovery prediction system (Whittle and Vassiliev, 1998; Whittle and Wooller, 1999; Wooler, 2001).

It is recommended that AOM be used to quantify these mineralogical parameters (already provided during the geometallurgical program as critical variables) to support the technical parameters needed for the cut-off grade model calculation.

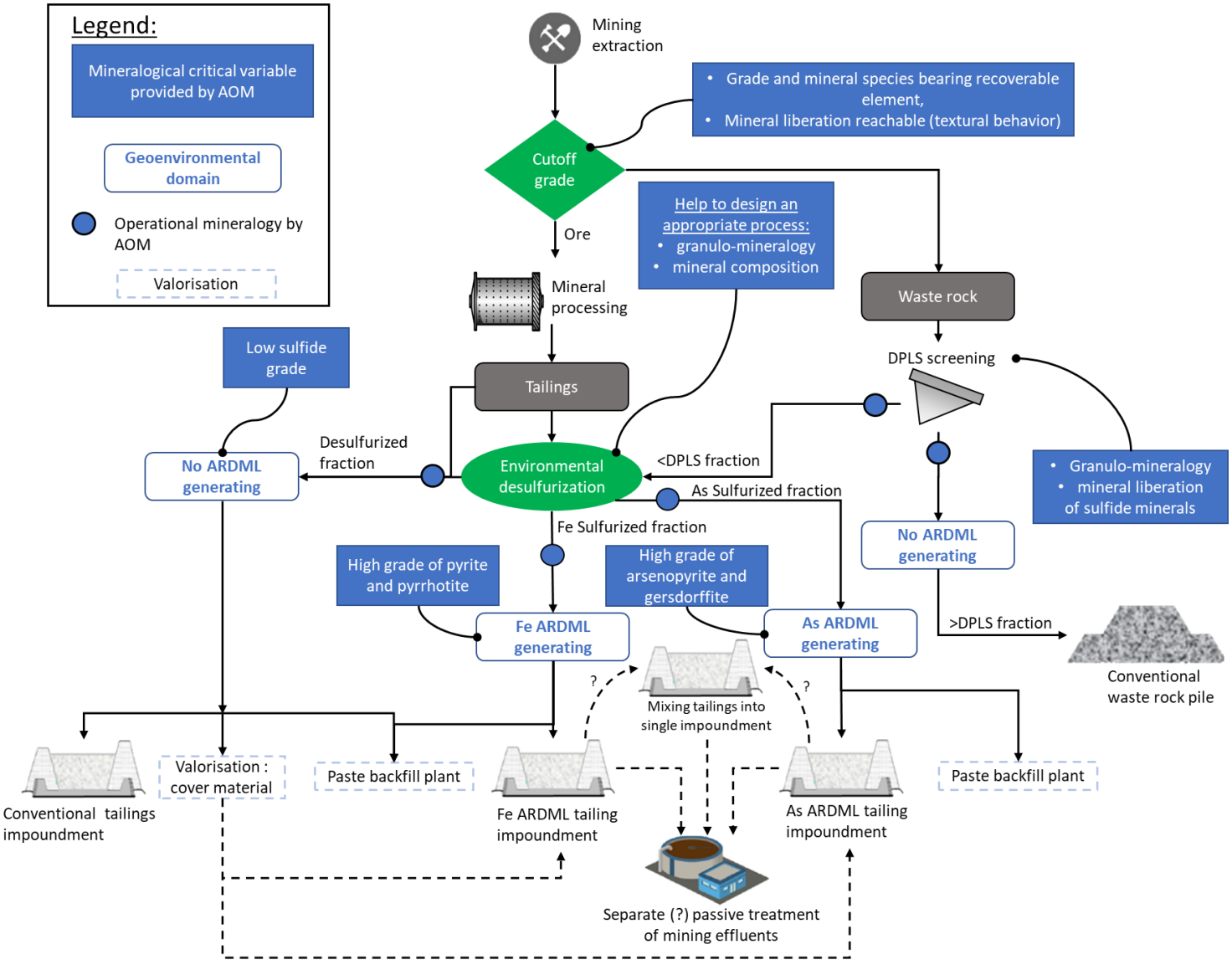


Figure G.7 Examples of geoenvironmental domains and appropriate mining waste management methods determined with the help of AOM (modified from Ait-Khouia et al. (2021)).

The diameter of physical locking of sulfides for waste rock management:

The “diameter of physical locking of sulfides” (DPLS) represents the particle size of waste rock above which sulfides have an adequate liberation degree to be less available to react and generate less or no ARDML (Elghali et al., 2018; Amar et al., 2021). The methodology to determine DPLS includes both geochemical tests and mineralogical quantification provided by automated mineralogy SEM-EDS devices.

AOM could constitute an alternative device to quantify the granulo-mineralogy and liberation degrees of sulfide minerals recommended for DPLS determination (Elghali et al., 2018; Amar et al., 2021). Consequently, the DPLS determined by AOM could constitute a mineralogical critical variable for suitable waste rock management practice.

For example, a systematic screening as proposed by Ait-Khouia et al. (2021) according to DPLS determination allows waste rock material to be separated into two fractions: a fine reactive fraction below the DPLS and the coarsest non-reactive fraction above the DPLS. This integrated waste management practice allows a decrease in the quantity of waste rock material that has no ARDML issues. The reactive fine fraction (<DPLS fraction) according to its potential ARML generation can be managed adequately as tailings (as explained below), while the non-reactive coarser fraction (>DPLS fraction) could undergo conventional waste rock management (Elghali et al., 2018; Amar et al., 2020; Amar et al., 2021).

Geoenvironmental domains of tailings and associated appropriate management:

The geometallurgical domain definition approach may be modified for environmental issues of a mining project: determination of a geoenvironmental model according to geoenvironmental domaining (Fox et al., 2017; Jackson et al., 2018; Parbhakar-Fox et al., 2018). During mineral processing tests in the geometallurgical program, it is recommended to perform ARDML prediction. ARDML prediction includes both static and kinetic tests where accurate mineralogical characterization is essential, including mineral composition (Plante et al., 2012; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al., 2013; Jackson et al., 2018; Parbhakar-Fox et al., 2018; Chopard et al., 2019a) and mineral liberation (Elghali et al., 2018). The AOM characterization performed on the generated tailings can support these ARDML predictions. Furthermore, according to the defined

mineral processing performance, the mineralogical content of the generated tailings could be modelled.

The recommended method is to cluster the common environmental behavior of tailings generated from the geological domains (common ARDML prediction results such as the acid-generating potential and the nature of ML) into several geoenvironmental domains. The mineralogical parameters quantification provided by AOM constitutes the critical variables that define these geoenvironmental domains. In the same way as in section G 2.1, AOM represents an affordable technique that allows mineralogical characterization to be performed on numerous samples, improving the accuracy of the geoenvironmental domains definition. As illustrated in Figure G.7, the following examples of geoenvironmental domains are provided with the associated mineralogical critical variables:

- a domain that generates no ARDML corresponds to an absence or low sulfide mineral grade;
- an Fe ARDML-generating domain corresponds to a high grade of pyrite and pyrrhotite; and
- an As ARDML-generating domain corresponds to a high grade of arsenopyrite and/or gersdorffite.

According to these examples of defined geoenvironmental domains, an optimal management of these tailings can be carried out at the design level of the mine project to better anticipate environmental issues during operation. As illustrated in Figure G.7, the tailings produced can be managed using the following examples:

- the tailings can be stored at the surface in different tailings impoundments according to the ARDML generating issues (one conventional tailings impoundment for the non ARDML-generating tailings, a second for the Fe ARDML-generating tailings, and a third for the As ARDML-generating tailings);

- a valorized approach for these tailings can also be considered, such as a cover material to prevent and control ARDML in a tailings impoundment with As/Fe ML e.g. (Demers et al., 2008; Rey et al., 2016; Lessard et al., 2018), or as cemented paste backfill e.g., (Benzaazoua et al., 1999; Benzaazoua et al., 2008); and
- for the tailing impoundments with Fe/As ARDML issues, an adequate and separate passive treatment of mining effluents could be considered for each tailings impoundment e.g., (Duncan, 2010; Sekula et al., 2018; Jouini et al., 2020; Neculita et al., 2021) and/or an appropriate impoundment design such as a water cover or multi-cover materials e.g., (Aubertin et al., 2002; Bussière et al., 2005; Bussière and Guittonny, 2020).

Regarding the proposed management of the tailings impoundments with different ARDML issues, it could be more economically profitable to mix the different ARDML-generating tailings (as suggested in Figure G.7). The construction, management, monitoring, and adequate mining effluent treatment of two separate tailings impoundments could represent higher costs for the mine than mixing the tailings into a single impoundment. Both approaches could have advantages and drawbacks. As an example, an adequate mining effluent treatment can be proposed for a single type of tailings with various contaminants and ARDML issues (Fernandez-Rojo et al., 2017; Le Pape et al., 2017; Battaglia-Brunet et al., 2021). For an As ARDML-generating tailing, a specific As mining effluent treatment can be thus preferentially proposed (Wang, 2003; Coudert et al., 2020; Berezowsky et al., 2021). It is suggested to evaluate the best adapted practice on a case-by-case basis.

Design of a desulfurization process:

Environmental desulfurization is an integrated mining waste management approach aimed to decrease the volume of mining waste with environmental issues (ARDML generation) (Benzaazoua et al., 2000; Benzaazoua et al., 2008; Benzaazoua et al., 2017; Amar et al., 2020; Ait-Khouia et al., 2021). Environmental desulfurization allows the management of two types of fractions from the tailings or/and waste rock after a screening process according to the defined DPLS: i) a smaller volume of reactive fractions that generate ARDML through the presence of a

high sulfide grade (sulfurized fractions), and ii) a large volume of non-reactive fractions that have a low sulfide minerals grade (desulfurized fractions).

The effectiveness of an appropriate desulfurization process depends on many factors, including the mineralogical composition, texture (liberation degree and mineralogical association), and particle size distribution (granulo-mineralogy) of the mining waste considered (Ait-Khouia et al., 2021). Therefore, it is recommended to use the mineralogical characterization provided by AOM on different tailings to help with the design of an appropriate desulfurization process.

To improve the desulfurization process, it is recommended that a combination of several techniques be performed, including flotation (Ait-Khouia et al., 2021). A centrifugal gravimetric concentrator is recommended for tailings with fine particles generated by the mineral processing plant because this desulfurization process is particularly efficient for tailings with particle size <20 µm (Ait-Khouia et al., 2021). For the wide particle size distribution often present in waste rock (such as the <DPLS fraction), it is recommended to proceed to sieve or classification techniques (Ait-Khouia et al., 2021). Furthermore, a selective flotation is recommended to obtain two types of concentrations of sulfides/tailings:

- a concentration of pyrite and pyrrhotite minerals corresponding to tailings with Fe ARDML generation; and
- a concentration of arsenopyrite and gersdorffite minerals corresponding to tailings with As ARDML generation.

As illustrated in Figure G.7, these different types of tailings may be managed separately or mixed with a mining waste management practice mentioned in the previous section. The desulfurized fraction could be managed in the manner of tailings with no ARDML potential.

Integration of operational mineralogy for mining waste management:

Furthermore, and as suggested in section G.3.2, an operational mineralogical quantification provided by AOM can also be integrated in the mining waste management. As illustrated in Figure G.7, a routine verification can be carried out during the DPLS screening and environmental desulfurization process. The aim is:

- for the screening process, to ensure that both appropriate liberation and size distribution of sulfide minerals are reached simultaneously on the reactive and non-reactive fraction according to the determined DPLS; and
- for the environmental desulfurization process, to ensure that the tailings generated are directed to the appropriate tailings impoundment according to the provided sulfide grade quantification (pyrite, pyrrhotite, arsenopyrite, gersdorffite) and planned mining production.

If the previous goals have not been reached according to AOM characterization, appropriate operational decisions need to be made, such as, modifying the tailings flux toward the appropriate tailings impoundment, adjusting the DPLS process (grain size of the screening process) and/or the desulfurization process. These proposed upstream mining waste management methods provide advantages for the mine project:

- separate the several environmental issues generated by the mine into different tailings impoundments to perform adequate mining waste management, if this approach is economically pertinent;
- decrease as much as possible the volume of ARDML-generating waste to optimize surface storage requirements and decrease the operational cost of monitoring; and
- propose some valorized approaches to integrate tailings management into the mining project.

G.5 CONCLUSIONS

Few studies have been published regarding concrete applications of AOM in a mining context. However, many authors from the field of AOM claim that the technique is suitable for direct applications for geometallurgy purposes (Berry et al., 2008; Pirard et al., 2008; Castroviejo et al., 2009; Hunt et al., 2011; Berrezueta et al., 2016; López-Benito et al., 2020). In response tothe

scarcity of related studies, this present paper has proposed several ways to integrate AOM in many aspects of a mine based on the concept of geometallurgy:

- for mineral exploration;
- for mineral processing, including during project development (and during geometallurgical programs) and operation (operational mineralogy); and
- for mining waste management.

An important aspect highlighted in the applications proposed in this paper is that AOM can provide affordable information on the mineralogical and textural features of a given material (ore, concentrate, waste rock, tailings) compared to automated SEM-EDS systems. The lower capital and operational cost of AOM allows its use at an early stage of a mining project, as suggested in sections G.2 and G.4.1.

The mineralogical information generated provides relevant features of the characterized material to define both the geometallurgical and geoenvironmental domains of a mining project. First, the mineralogical quantification by AOM provides an important contribution to better predict the ore behavior within the mineral processing plant. This aspect allows process performance to be modelled, and therefore helps to optimize and design a suitable processing plant during the geometallurgical tests of a geometallurgical program (section G.3.1). Furthermore, it was proposed that AOM could be used as a suitable technique to perform operational mineralogy (section G.3.2) through the mineral processing flowsheet. In the same way as for the mineral processing aspect, AOM can also provide relevant mineralogical quantification to predict the environmental behavior (ARDML generation) of the mining waste generated during mine operation. According to this information, a qualitative ML assessment methodology using manual OM was provided for the early stage of a mining project (section G.4.1) and several suitable mining waste management options were proposed (section G.4.2).

For both mineral processing and environmental aspects of a geometallurgical approach, AOM remains a suitable technique, among many other mineralogical techniques (e.g., X-ray diffraction, SEM-EDS). The complementarity of each technique is essential to perform a robust mineralogical characterization for geometallurgical purposes.

All the applications recommended in this present paper were provided as examples according to the context of a typical polymetallic sulfide/gold ore deposit and are theoretical. These recommendations can be a first guideline for a concrete case study and need to be adjusted depending on the deposit.

APPENDIX G.A LESS COMMON CONTAMINANT ELEMENT-BEARING MINERALS TO PERFORM STEP 5 OF THE APPROACH PROPOSED IN SECTION G.4.1

Table G.A.1: List of less common As-bearing minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Cobaltite	(Co,Fe)AsS	High temperature hydrothermal deposits often in contact with metamorphic rocks.	PPL: white to pink colour, strong hardness and very often automorphic. CPL: weak anisotropy and complex crystal twins.
Enargite	Cu_3AsS_4	Medium-temperature hydrothermal veins and late phase in low temperature deposits.	PPL: medium reflectance and distinctive pink-brown colour. CPL: distinctive very colourful anisotropy.
Löllingite	$FeAs_2$	Mesothermal deposits associated with other minerals of calcite and sulfides.	Very close to arsenopyrite. PPL: in frequent inclusion in arsenopyrite if not distinctive and automorphic zoning. CPL: distinctive star crystal twins.
Tennantite (gray copper)	$Cu_{11}FeAs_4S_{13}$	Hydrothermal veins in contact with metamorphic rocks.	Distinctive minerals of As and Sb. PPL: average reflectance, good polishing. CPL: proportional internal reflections in connection with this arsenic variety of gray copper.
Nickeline	NiAs	Ag, Cu, and Ni veins with arsenide and sulfide minerals.	PPL: strong orange reflective power. CPL: anisotropy in blue-green tones.
Rammelsbergite	$NiAs_2$	Ni and Co veins formed at medium temperature.	PPL: strong white reflective power. CPL: bright blue hues to be purplish and polysynthetic crystal twins.
Gersdorffite	NiAsS	Hydrothermal veins formed at medium temperature	PPL: lower reflectance than skutterudite and ullmanite with less marked cleavages and generally less zoned. Phase associated with antimony or arsenate minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Skutterudite	(Ni,Co)As	Ni-Co hydrothermal veins formed at high temperature.	PPL: stronger reflectance than gersdorffite and ullmanite without visible cleavages with frequent zoning.

Table G.A.2: List of less common Cu-bearing minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Native copper	Cu	Often at the top of a sulfide vein and volcanic rocks.	PPL: very strong reflecting power, distinctive red or pink-red colour, association with very frequent cuprite.
Chalcocite	Cu_2S	Secondary mineral in the oxidized zones of Cu sulfide deposits (from late mineralization).	PPL: typical lamellar structure. CPL: weak and clear orange-brown anisotropy; associations with another Cu sulfides.
Digenite	Cu_9S_5	Typical Cu hydrothermal deposit mineral (from late mineralization).	PPL: bluish colour, medium reflectance, and typical octahedral cleavage.
Covellite	CuS	Secondary mineral of copper deposit oxidation zone.	PPL: distinctive frank blue colour and very distinctive pleochroism. CPL: distinctive extreme anisotropy.
Bornite	Cu_5FeS_4	Cu-bearing veins and generally disseminated in magmatic intrusions (from late mineralization).	PPL: distinctive pink-brown colour. CPL: weak anisotropy and polysynthetic crystal twins.
Enargite	Cu_3AsS_4	Medium-temperature hydrothermal veins and late phase in low temperature deposits.	PPL: medium reflectance and distinctive pink-brown colour. CPL: distinctive very colourful anisotropy.
Tennantite/tetrahedrite (gray copper)	See table G.A.1		

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Cuprite	Cu_2O	Oxidized zone of copper deposits.	PPL: distinctive bluish-gray colour. CPL: coloured anisotropy with generalized internal reflections; frequent association with native copper.

Table G.A.3: List of less common Ni-bearing minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Nickeline	See table G.A.1		
Rammelsbergite			
Gersdorffite			
Skutterudite			
Millerite	NiS	Mafic to ultramafic magmatism (Ni-Cu-platinum group element deposits), crystallization in dolomite and limestone cavities.	PPL: light yellow with clear pale yellow to pale yellow-brown pleochroism, often acicular form. CPL: bright yellow hues.
Breithauptite	NiSb	Hydrothermal calcite veins, Co-Ni-Ag deposit.	PPL: very characteristic pink-mauve colour
Ulmannite	NiSbS	Ni and Co veins formed at medium temperature.	PPL: lower reflectance than skutterudite and greater than gersdorffite without cleavages, phase associated with antimony or arsenic minerals.

Table G.A.4: List of less common Pb-bearing minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Boulangerite	$Pb_5Sb_4S_{11}$	Hydrothermal veins at medium and high temperature.	PPL: systematic fibrous form, cleavage parallel to the fibers and in fine inclusion in the galena, white colour with very strong pleochroism. CPL: strong, but not very distinctive anisotropy; may be confused with other Pb sulfatoantimonides.
Jamesonite	$Pb_4FeSb_6S_{14}$	Advanced hydrothermal phase in Pb-Ag-Zn veins at low and moderate temperatures.	Properties very close to boulangerite. APL: polysynthetic twins allowing identifying it.
Bournonite	$CuPbSbS_3$	From hydrothermal at moderate temperature.	PPL: white colour with greenish tinge. CPL: crystal twins in distinctive parquet floors.

Table G.A.5: List of less common Zn-bearing minerals.

Mineral	Chemical formula	General metallogenic context	Optical properties for relevant identification
Wurtzite	ZnS	Ubiquitous mineral.	Very close to its sphalerite polymorph but can be distinguished by its very fibrous morphology in PPL or under CPL by its strong anisotropy.
Gahnite	$ZnAl_2O_4$	Sphalerite metamorphism product.	Systematic association with sphalerite. PPL: gray colour with very low reflectance. CPL: isotropic with very abundant internal green reflections characteristic.

References

Abdul-Wahab, S., & Marikar, F. (2012). The environmental impact of gold mines: pollution by heavy metals. *Open Engineering, 2*(2), 304-313. Retrieved from https://doi.org/10.2478/s13531-011-0052-3. doi:doi:10.2478/s13531-011-0052-3

Ahmadi, M. R. (2018). Cutoff grade optimization based on maximizing net present value using a computer model. *Journal of Sustainable Mining, 17*(2), 68-75. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2300396017301386. doi:https://doi.org/10.1016/j.jsm.2018.04.002

Ait-Khouia, Y., Benzaazoua, M., & Demers, I. (2021). Environmental desulfurization of mine wastes using various mineral processing techniques: Recent advances and opportunities. *Minerals Engineering, 174*, 107225. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687521004544. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107225

Akcil, A., & Koldas, S. (2006). Acid Mine Drainage (AMD): Causes, treatment and case studies. *Journal of Cleaner Production, 14*(12-13), 1139-1145.

Amar, H., Benzaazoua, M., Edahbi, M., Villeneuve, M., Joly, M.-A., & Elghali, A. (2021). Reprocessing feasibility of polymetallic waste rock for cleaner and sustainable mining. *Journal of Geochemical Exploration, 220*, 106683.

Amar, H., Benzaazoua, M., Elghali, A., Bussière, B., & Duclos, M. (2020). Upstream environmental desulphurisation and valorisation of waste rocks as a sustainable AMD management approach. *Journal of Geochemical Exploration*, 106555.

Asad, M. W. A., Qureshi, M. A., & Jang, H. (2016). A review of cut-off grade policy models for open pit mining operations. *Resources Policy, 49*, 142-152. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030142071630023X. doi:https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2016.05.005

Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers. *Presses Internationales de Polytechnique, Corporation de l'École Polytechnique de Montréal, Montréal*.

Bahrami, A., Mirmohammadi, M., Ghorbani, Y., Kazemi, F., Abdollahi, M., & Danesh, A. (2019). Process mineralogy as a key factor affecting the flotation kinetics of copper sulfide minerals. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 26*(4), 430-439. Retrieved from https://doi.org/10.1007/s12613-019-1733-9. doi:10.1007/s12613-019-1733-9

Bascetin, A., & Nieto, A. (2007). Determination of optimal cut-off grade policy to optimize NPV using a new approach with optimization factor. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy, 107*(2), 87-94.

Battaglia-Brunet, F., Casiot, C., Fernandez-Rojo, L., Hery, M., Le Pape, P., Tris, H., . . . Joulian, C. (2021). Laboratory-scale bio-treatment of real arsenic-rich acid mine drainage. *Water, Air, & Soil Pollution, 232*(8), 1-16.

Baumgartner, R., Dusci, M., Gressier, J., Trueman, A., Poos, S., Brittan, M., & Mayta, P. (2011). *Building a geometallurgical model for early-stage project development-a case study from*

the Canahuire epithermal Au-cu-Ag deposit, Southern Peru. Paper presented at the The First AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Taha, Y., Kormos, L., Kabombo, D., Lessard, F., . . . Kongolo, M. (2017). Integrated environmental management of pyrrhotite tailings at Raglan Mine: Part 1 challenges of desulphurization process and reactivity prediction. *Journal of Cleaner Production, 162*, 86-95. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652617311046. doi:https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.05.161

Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2018). Les géologues dans la remédiation minière. *Bulletin de la Société Géologique de France, 201*. Retrieved from https://geosoc.fr/boutique-en-ligne/le-qu%C3%A9bec-la-g%C3%A9ologie-en-grand-format-pdf-detail.pdf?tmpl=component.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É., & Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulphurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. *Minerals Engineering, 21*(4), 330-340. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687507003536. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.11.012

Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J., & Marion, P. (2000). Environmental desulphurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *International Journal of Mineral Processing, 60*(1), 57-74.

Benzaazoua, M., Ouellet, J., Servant, S., Newman, P., & Verburg, R. (1999). Cementitious backfill with high sulfur content Physical, chemical, and mineralogical characterization. *Cement and Concrete Research, 29*(5), 719-725. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000888469900023X. doi:https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00023-X

Berezowsky, R., Skayman, P., & Ji, J. (2021). Method for reducing arsenic content in arsenic-bearing gold material. In: Google Patents.

Berrezueta, E., Ordóñez-Casado, B., Bonilla, W., Banda, R., Castroviejo, R., Carrión, P., & Puglla, S. (2016). Ore Petrography Using Optical Image Analysis: Application to Zaruma-Portovelo Deposit (Ecuador). *Geosciences, 6*(2), 30. doi:10.3390/geosciences6020030

Berry, R., Walters, S., & McMahon, C. (2008). Automated mineral identification by optical microscopy. *Australasian Institute of Mining and Metallurgy Publication Series*, 91-94.

Biver, M., & Shotyk, W. (2012). Stibnite (Sb2S3) oxidative dissolution kinetics from pH 1 to 11. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 79*, 127-139.

Bouzahzah, H. (2013). *Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide.* Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue,

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Plante, B. (2014a). Prediction of acid mine drainage: importance of mineralogy and the test protocols for static and kinetic tests. *Mine Water and the Environment, 33*(1), 54-65.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Plante, B. (2014b). Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. *Déchets Sciences et Techniques Techniques, 66*, 14-31.

Bradshaw, D. J. (2014). The role of 'process mineralogy' in improving the process performance of complex sulphide ores. *IMPC 2014, XXVII* 25.

Bradshaw, D. J., Triffett, B., & Kashuba, D. (2012). The Role of Process Mineralogy in Identifying the Cause of the Low Recovery of Chalcopyrite at KUCC. 73-80. doi:10.1007/978-3-642-27682-8_10

Bridge, R., Brosig, D., Lozano, C., & Laurila, H. (2014). Geometallurgy: an underutilised technology. *Can. Inst. Mining, Metall. Pet., 33*, 81-87.

Brough, C., Strongman, J., Fletcher, J., Zając, M., Garside, R., Garner, C., & Rose, L. (2019). *Operational mineralogy: an overview of key practices in sample analysis, sample preparation and statistics*.

Brown, G. E., & Calas, G. (2011). Environmental mineralogy – Understanding element behavior in ecosystems. *Comptes Rendus Geoscience, 343*(2), 90-112. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1631071311000046. doi:https://doi.org/10.1016/j.crte.2010.12.005

Bueno, M., Foggiatto, B., & Lane, G. (2015). *Geometallurgy applied in comminution to minimize design risks.* Paper presented at the Sixth international conference on semi-autogenous high press. Grinding technology.

Bulatovic, S. (2003). Evaluation of alternative reagent schemes for the flotation of platinum group minerals from various ores. *Minerals Engineering, 16*(10), 931-939.

Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R., & Benzaazoua, M. (2005). *Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées.* Paper presented at the Symposium 2005 sur l'environnement et les mines.

Bussière, B., & Guittonny, M. (2020). *Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*: CRC Press.

Castroviejo, R., Brea, C., Pérez-Barnuevo, L., Catalina, J. C., Segundo, F., Bernhard, H. J., & Pirard, E. (2009). Using computer vision for microscopic identification of ores with reflected light: Preliminary results. *In Proceedings of the 10th biennial SGA Meeting, Smart Science for exploration and Mining, Townsville, Australia*, pp. 682–684.

Castroviejo, R., Catalina, J., Bernhardt, H., Pirard, E., Segundo, F., Brea, C., & Pérez-Barnuevo, L. (2010). *A fully automated system for multispectral ore microscopy.* Paper presented at the 20th General Meeting of the International Mineralogical Association.

Chopard, Marion, P., Royer, J.-J., Taza, R., Bouzahzah, H., & Benzaazoua, M. (2019a). *Automated sulfides quantification by multispectral optical microscopy* (Vol. 131).

Chopard, A., Marion, P., Mermillod-Blondin, R., Plante, B., & Benzaazoua, M. (2019b). Environmental Impact of Mine Exploitation: An Early Predictive Methodology Based on Ore Mineralogy and Contaminant Speciation. *Minerals, 9*(7), 397. Retrieved from https://www.mdpi.com/2075-163X/9/7/397.

Coudert, L., Bondu, R., Rakotonimaro, T., Rosa, E., Guittonny, M., & Neculita, C. (2020). Treatment of As-rich mine effluents and produced residues stability: Current knowledge and research priorities for gold mining. *Journal of Hazardous Materials, 386*, 121920.

Cropp, A., Goodall, W., & Bradshaw, D. (2013). *The influence of textural variation and gangue mineralogy on recovery of copper by flotation from porphyry ore–a review*. Paper presented at the The Second AusIMM International Geometallurgy Conference.

Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M., & González, I. (2001). Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. *Applied Geochemistry, 16*(7-8), 803-819.

Dachri, K., Naji, K., Nouar, K., Benzakour, I., Ouzaouit, K., Badri, M., . . . Hibti, M. (2022). Mineralogical approach-A tool for geometallurgical prediction of Tizert copper deposit (Ighrem inlier, Anti-Atlas, Morocco). *Journal of Mining and Environment, 13*(1), 33-51. Retrieved from http://jme.shahroodut.ac.ir/article_2377_0bab52505291a0e0eeb29e63bdfee7e3.pdf. doi:10.22044/jme.2022.11576.2144

De Castro, B., Benzaazoua, M., Chopard, A., & Plante, B. (2022). Automated Mineralogical Characterization using Optical Microscopy: Review and Recommendations. *Manuscript submitted for publication Minerals Engineering Journal*.

Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., & Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering, 21*(4), 317-329. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089268750700324X. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.11.006

Dold, B. (2017). Acid rock drainage prediction: A critical review. *Journal of Geochemical Exploration, 172*, 120-132. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0375674216302333. doi:https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2016.09.014

Dominy, O'Connor, & Parbhakar-Fox. (2018). *Geometallurgy - A Route to More Resilient Mine Operations* (Vol. 8).

Dominy, S. C., & O'Connor, L. (2016). Geometallurgy-beyond conception. *Proceedings of the International Geometallurgy Conference*, 3-10. Retrieved from https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85047954349&partnerID=40&md5=7c761389b5bda082ca4499c9603b47d9.

Donskoi, E., Poliakov, A., Holmes, R., Suthers, S., Ware, N., Manuel, J., & Clout, J. (2016). Iron ore textural information is the key for prediction of downstream process performance. *Minerals Engineering, 86*, 10-23. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089268751530128X. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.11.009

Donskoi, E., Suthers, S., Campbell, J., & Raynlyn, T. (2008). Modelling and optimization of hydrocyclone for iron ore fines beneficiation—using optical image analysis and iron ore texture classification. *International Journal of Mineral Processing, 87*(3-4), 106-119.

Donskoi, E., Suthers, S. P., Fradd, S. B., Young, J. M., Campbell, J. J., Raynlyn, T. D., & Clout, J. M. F. (2007). Utilization of optical image analysis and automatic texture classification for iron ore particle characterisation. *Minerals Engineering, 20*(5), 461-471. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687506003190. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.12.005

Duncan, W. F. A. (2010). *Long term operation of engineered anaerobic bioreactors and wetland cells treating zinc, arsenic and cadmium in seepage: results, longevity, cost and design issues.*

Elghali, A., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Bussière, B., & Villarraga-Gómez, H. (2018). *Determination of the available acid-generating potential of waste rock, part I: Mineralogical approach*.

Evrard, M., & Pirard, E. (2013). *Tracking of critical minerals/elements using multispectral quantitative analysis: the case of Chelopech (Bulgaria).* Paper presented at the Fourth International Symposium: Mineral resources and Mine development.

Fashola, M. O., Ngole-Jeme, V. M., & Babalola, O. O. (2016). Heavy Metal Pollution from Gold Mines: Environmental Effects and Bacterial Strategies for Resistance. *Int J Environ Res Public Health, 13*(11). doi:10.3390/ijerph13111047

Fernandez-Rojo, L., Héry, M., Le Pape, P., Braungardt, C., Desoeuvre, A., Torres, E., . . . Delpoux, S. (2017). Biological attenuation of arsenic and iron in a continuous flow bioreactor treating acid mine drainage (AMD). *Water research, 123*, 594-606.

Fox, N., Parbhakar-Fox, A., Moltzen, J., Feig, S., Goemann, K., & Huntington, J. (2017). Applications of hyperspectral mineralogy for geoenvironmental characterisation. *Minerals Engineering, 107*, 63-77. doi:10.1016/j.mineng.2016.11.008

Guldris Leon, L., Hogmalm, K. J., & Bengtsson, M. (2020). Understanding mineral liberation during crushing using grade-by-size analysis—a case study of the penuota sn-ta mineralization, spain. *Minerals, 10*(2), 164.

Guseva, O., Opitz, A. K. B., Broadhurst, J. L., Harrison, S. T. L., & Becker, M. (2021). Characterisation and prediction of acid rock drainage potential in waste rock: Value of integrating quantitative mineralogical and textural measurements. *Minerals Engineering, 163*, 106750. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687520305707. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106750

Hoal, K. O., Woodhead, J., & Smith, K. S. (2013). *The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.* Paper presented at the The Second AUSIMM International Geometallurgy Conference.

Hunt, J., & Berry, R. (2017). Geological contributions to geometallurgy: a review. *Geoscience Canada, 44*(3), 103-118.

Hunt, J., Berry, R., & Bradshaw, D. (2011). Characterising chalcopyrite liberation and flotation potential: Examples from an IOCG deposit. *Minerals Engineering, 24*(12), 1271-1276. doi:10.1016/j.mineng.2011.04.016

ICAM. (2002). Amended Constition of International Commission on Applied Mineralogy at Göttingen, Germany, July 2000.

Jackson, L., Parbhakar-Fox, A., Fox, N., Meffre, S., Cooke, D. R., Harris, A., & Savinova, E. (2018). *Integrating hyperspectral analysis and mineral chemistry for geoenvironmental prediction.* Paper presented at the 11th International Conference on Acid Rock Drainage International Mine Water Association WISA Mine Water Division.

Jébrak, M., & Marcoux, É. (2008). *Géologie des ressources minérales*: Ministère des ressources naturelles et de la faune.

Johnson, P., Evatt, G., Duck, P., & Howell, S. (2011). The determination of a dynamic cut-off grade for the mining industry. In *Electrical engineering and applied computing* (pp. 391-403): Springer.

Jouini, M., Neculita, C. M., Genty, T., & Benzaazoua, M. (2020). Environmental behavior of metal-rich residues from the passive treatment of acid mine drainage. *Science of The Total Environment, 712*, 136541. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0048969720300516. doi:https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136541

Kefeni, K. K., Msagati, T. A. M., & Mamba, B. B. (2017). Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review. *Journal of Cleaner Production, 151*, 475-493. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652617305164. doi:https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.03.082

Kittler, P., Liebezeit, V., Ehrig, K., Macmillan, E., & Lower, C. (2011). *It seemed like a good idea at the time….'common mistakes in geometallurgy.* Paper presented at the First International AusIMM Geometallurgical Conference, Brisbane, Australia.

Koch, P.-H., Lund, C., & Rosenkranz, J. (2019). Automated drill core mineralogical characterization method for texture classification and modal mineralogy estimation for geometallurgy. *Minerals Engineering, 136*, 99-109. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687519301207. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.03.008

Kormos, L., Oliveira, J., Fragomeni, D., Whiteman, E., & Carrión De la Cruz, J. (2010). *Process diagnosis using quantitative mineralogy*. Paper presented at the Proceeding of the 42nd Annual Canadian Mineral Processors Conference.

Kwong, Y.-T. J. (1993). *Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective*: MEND.

Lamberg, P. (2011). Particles - The bridge between gelogy and metallurgy. 16.

Lane, K. F. (1988). The economic definition of ore: cut-off grades in theory and practice.

Lang, A. M., Aasly, K., & Ellefmo, S. L. (2018). Mineral characterization as a tool in the implementation of geometallurgy into industrial mineral mining. *Minerals Engineering, 116*, 114-122. doi:10.1016/j.mineng.2017.10.021

Lapakko, K. A. (1994). *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative.* Paper presented at the Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April.

Le Pape, P., Battaglia-Brunet, F., Parmentier, M., Joulian, C., Gassaud, C., Fernandez-Rojo, L., . . . Olivi, L. (2017). Complete removal of arsenic and zinc from a heavily contaminated acid mine drainage via an indigenous SRB consortium. *Journal of Hazardous Materials, 321*, 764-772.

Leichliter, S. E. (2013). *Gold deportment and geometallurgical recovery model for the La Colosa porphyry gold deposit, Columbia.* University of Tasmania,

Lessard, F., Bussière, B., Côté, J., Benzaazoua, M., Boulanger-Martel, V., & Marcoux, L. (2018). Integrated environmental management of pyrrhotite tailings at Raglan Mine: Part 2 desulphurized tailings as cover material. *Journal of Cleaner Production, 186*, 883-893. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652618307935. doi:https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.03.132

Lishchuk, V., Koch, P.-H., Ghorbani, Y., & Butcher, A. R. (2020). Towards integrated geometallurgical approach: Critical review of current practices and future trends. *Minerals Engineering, 145*, 106072. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687519304832. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106072

López-Benito, A., Catalina, J. C., Alarcón, D., Grunwald, Ú., Romero, P., & Castroviejo, R. (2020). Automated ore microscopy based on multispectral measurements of specular reflectance. I – A comparative study of some supervised classification techniques. *Minerals Engineering, 146*, 106136. doi:10.1016/j.mineng.2019.106136

Lotter, N., Kormos, L., Oliveira, J., Fragomeni, D., & Whiteman, E. (2011). Modern process mineralogy: two case studies. *Minerals Engineering, 24*(7), 638-650.

Lotter, N. O. (2011). Modern Process Mineralogy: An integrated multi-disciplined approach to flowsheeting. *Minerals Engineering, 24*, 1229-1237.

Lund, C., & Lamberg, P. (2014). Geometallurgy–a tool for better resource efficiency. *European geologist, 37*, 39-43.

Lund, C., Lamberg, P., & Lindberg, T. (2015). Development of a geometallurgical framework to quantify mineral textures for process prediction. *Minerals Engineering, 82*, 61-77. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687515001417. doi:https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.04.004

McKay, N., Vann, J., Ware, W., Morley, C., & Hodkiewicz, P. (2016). Strategic and tactical geometallurgy - A systematic process to add and sustain resource value. *Proceedings of the 3rd AUSIMM International Geometallurgy Conference*, 29-36. Retrieved from https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85021806135&partnerID=40&md5=9f110c05f1c1b8e359b43c56b5030b6d.

MELCC. (2020). Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai.

Michaux, S., & O'Connor, L. (2020). How to Set Up and Develop a Geometallurgical Program.

Moosavi, E., & Gholamnejad, J. (2016). Optimal extraction sequence modeling for open pit mining operation considering the dynamic cutoff grade. *Journal of Mining Science, 52*(5), 956-964.

Neculita, C. M., Zagury, G. J., & Bussière, B. (2021). 11 Passive Treatment of Acid Mine Drainage at the Reclamation Stage.

Osanloo, M., & Ataei, M. (2003). Using equivalent grade factors to find the optimum cut-off grades of multiple metal deposits. *Minerals Engineering, 16*(8), 771-776. Retrieved from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0892687503001638. doi:https://doi.org/10.1016/S0892-6875(03)00163-8

Parbhakar-Fox, A., Fox, N., Jackson, L., & Cornelius, R. (2018). *Forecasting Geoenvironmental Risks: Integrated Applications of Mineralogical and Chemical Data* (Vol. 8).

Parbhakar-Fox, A., Lottermoser, B., & Bradshaw, D. (2013). Evaluating waste rock mineralogy and microtexture during kinetic testing for improved acid rock drainage prediction. *Minerals Engineering, 52*, 111-124. doi:10.1016/j.mineng.2013.04.022

Pease, J., Curry, D., Barns, K., Young, M., & Rule, C. (2006). *Transforming flowsheet design with inert grinding–the IsaMill.* Paper presented at the 38th Annual Canadian Mineral Processors Conference.

Pérez-Barnuevo, Lévesque, S., & Bazin, C. (2018). Drill core texture as geometallurgical indicator for the Mont-Wright iron ore deposit (Quebec, Canada). *Minerals Engineering, 122*, 130-141. doi:10.1016/j.mineng.2018.03.020

Petruk, W. (2000). Applied mineralogy in the mining industry. *Acces online via Elsevier*.

Picot, P., & Johan, Z. (1977). *Atlas des mineraux metalliques*. Retrieved from

Pirard, E. (2004). Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine, 68*(02), 323-333. doi:10.1180/0026461046820189

Pirard, E., Bernhardt, H. J., Catalina Hernández, J. C., Brea, C., Segundo, F., & Castroviejo Bolibar, R. (2008). *From spectrophotometry to multispectral imaging of ore minerals in visible and near infrared (VNIR) microscopy*.

Pirard, E., & Bertholet, V. (2000). Segmentation of multispectral images in optical metallography. *Revue de Métallurgie-Sciences et Génie des Matériaux*, 219-227.

Plante, B., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2012). Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration, 114*, 57-69. Retrieved from http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0375674211002305. doi:https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2011.12.003

Plumlee, G. S. (1999). The environmental Geology of Mineral Deposits. *Society of Economic Geologists,, chapitre 3*, 71-116.

Rey, N. J., Demers, I., Bussière, B., Mbonimpa, M., & Lortie, S. (2016). Field experiments to test the elevated water table concept combined with a desulfurized tailings cover layer. In *Geo-Chicago 2016* (pp. 289-298).

Runge, K., Franzidis, J., & Manlapig, E. (2003). *A study of the flotation characteristics of different mineralogical classes in different streams of an industrial circuit.* Paper presented at the Proceedings of XXII International Mineral Processing Congress.

Sekula, P., Hiller, E., Šottník, P., Jurkovič, Ľ., Klimko, T., & Vozár, J. (2018). Removal of antimony and arsenic from circum-neutral mine drainage in Poproč, Slovakia: a field treatment system using low-cost iron-based material. *Environmental Earth Sciences, 77*(13), 1-14.

Sousa, R., Simons, B., Bru, K., de Sousa, A. B., Rollinson, G., Andersen, J., . . . Leite, M. M. (2018). Use of mineral liberation quantitative data to assess separation efficiency in mineral processing–Some case studies. *Minerals Engineering, 127*, 134-142.

Toubri, Y., Demers, I., Poirier, A., Pépin, G., Gosselin, M.-C., & Beier, N. A. (2021). Merging 3D geological modeling and stochastic simulation to foster waste rock upstream management. *Journal of Geochemical Exploration, 224*, 106739.

Turner-Saad, G. (2010). Vision for a risk adverse integrated Geometallurgy Framework. *Proceedings of the 42nd Annual Canadian Mineral Processors*.

Underle, U., Woodall, P., Duffy, M., & Johnson, N. (1997). Stirred mill technology for regrinding McArthur River and Mount Isa zinc/lead ores. *Proceedings of XX IMPC—Aachen*, 21-26.

Van Den Boogaart, K. G., & Tolosana-Delgado, R. (2018). Predictive Geometallurgy: An Interdisciplinary Key Challenge for Mathematical Geosciences. In B. S. Daya Sagar, Q. Cheng, & F. Agterberg (Eds.), *Handbook of Mathematical Geosciences: Fifty Years of IAMG* (pp. 673-686). Cham: Springer International Publishing.

Vann, J., Jackson, J., Coward, S., & Dunham, S. (2011). The geomet curve–a model for implementation of geometallurgy. *First AusIMM International Geometallurgy*, 1-10.

Veasey, T., & Wills, B. (1991). Review of methods of improving mineral liberation. *Minerals Engineering, 4*(7-11), 747-752.

Vermette, D. (2018). *Approche de caractérisation géoenvironnementale axée sur l'utilisation des concepts géométallurgiques.* Ecole Polytechnique, Montreal (Canada),

Wang, Q. (2003). Striving for a Sustainable Mining Industry: Arsenic Control through an Integrated Approach. *TECHNICAL BULLETIN, 2003*(17), 17.

Whittle, D., & Vassiliev, P. (1998). *Synthesis of Stochastic Recovery Prediction and Cut-off Optimization.* Paper presented at the Mine to Mill Conference.

Whittle, D., & Wooller, R. (1999). Maximising the economic performance of your comminution circuit through cut-off optimization. *International Journal of Surface Mining, Reclamation and Environment, 13*(4), 147-153. Retrieved from https://doi.org/10.1080/09208119908944240. doi:10.1080/09208119908944240

Wills, B. A., & Finch, J. (2015). *Wills' mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery*: Butterworth-Heinemann.

Wooler, R. (2001). Cut-off grades beyond the mine–optimising mill throughput. Mineral. Resour. Ore Reserve Estim. *AusIMM Guide Good Pract., Australas. Inst. Min. Metall*, 459-468.

Zhou, J. (2013). Gold Geometallurgy and Its Application. *Gold Science and Technology, 21*(5), 76-80. Retrieved from (Zhou).

CRediT authorship contribution statement

Benjamin De Castro: Writing – original draft. **Mostafa Benzaazoua:** Writing – review & editing. **Aurélie Chopard:** Writing – review & editing. **Benoît Plante:** Conceptualization – review & editing.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

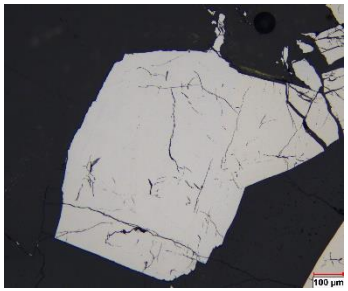
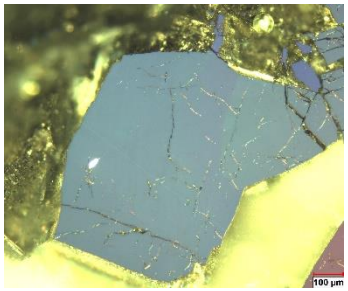
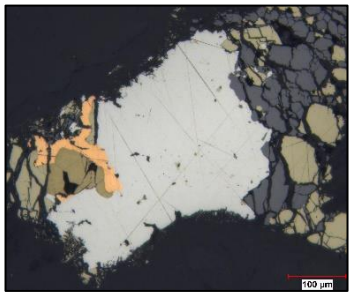
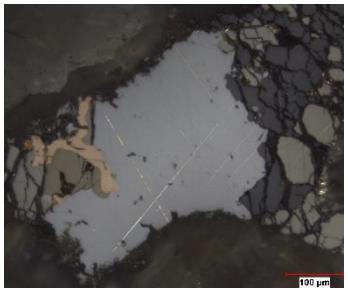
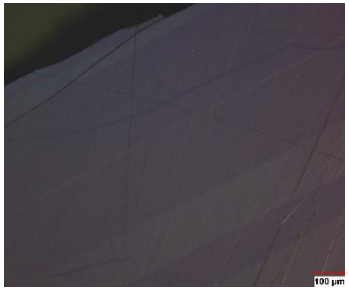
Acknowledgements

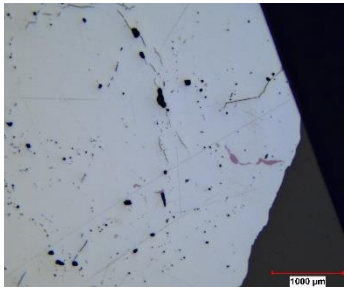
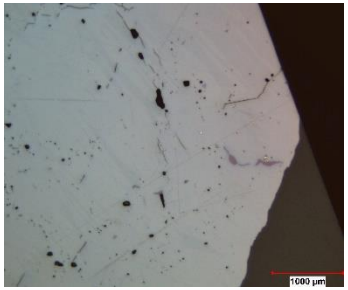
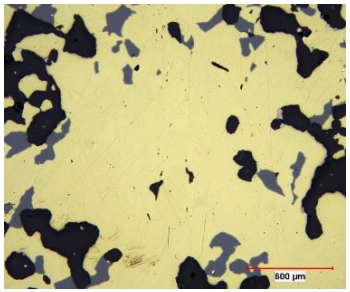
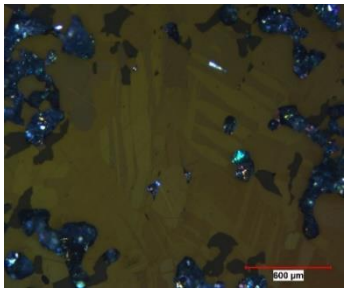
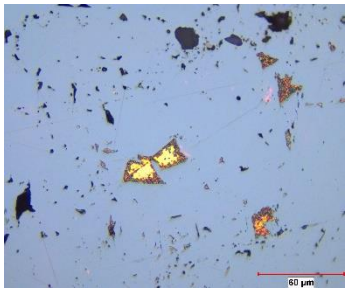
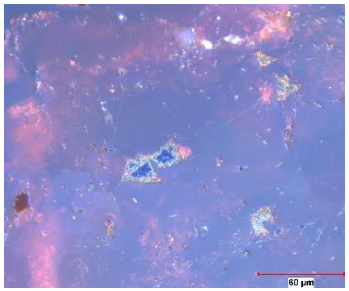
The authors thank their partner Clemex Technologies Inc who provided the funding for this study.

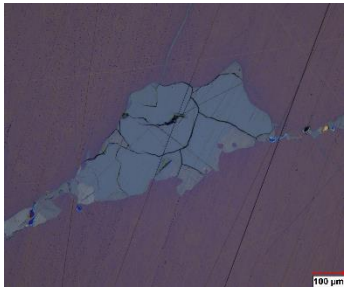
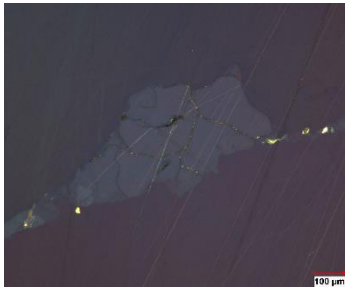
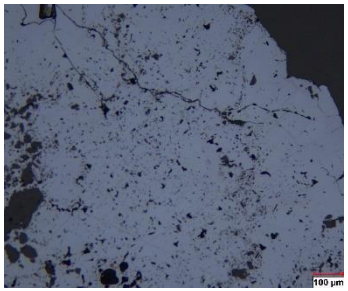
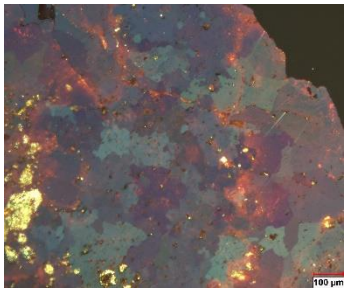
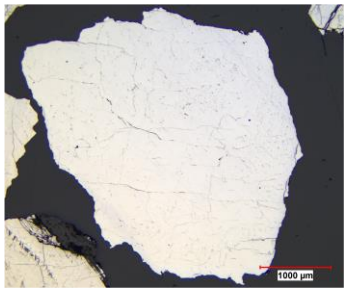
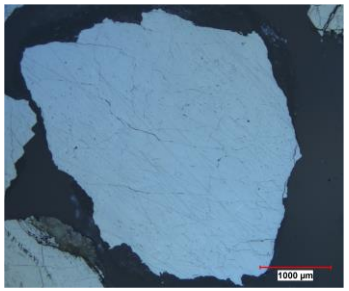
Highlights

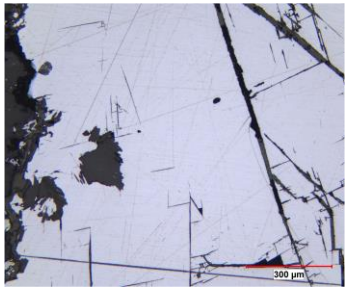
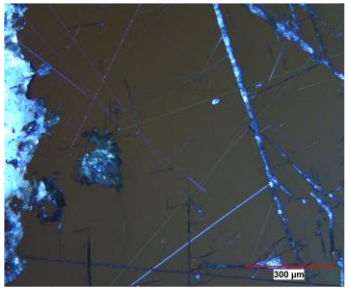
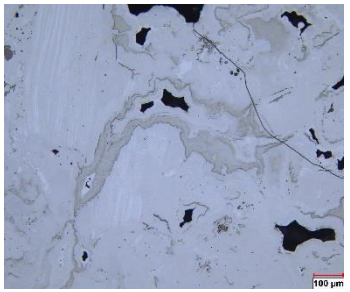
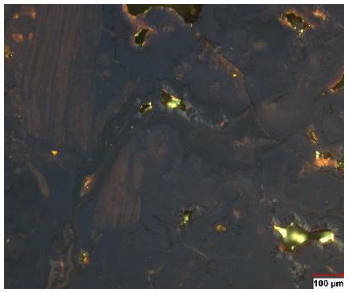
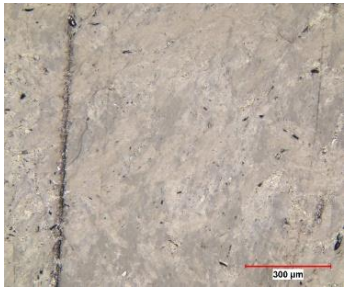
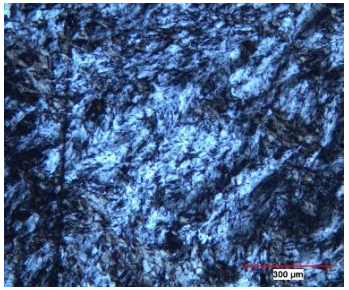
- Few application studies of automated optical microscope (AOM) have been proposed.
- AOM is an affordable alternative technique for geometallurgical purposes.
- Several recommended integrations of AOM in geometallurgical context are provided.
- AOM can support the geometallurgical/environmental domain definition.

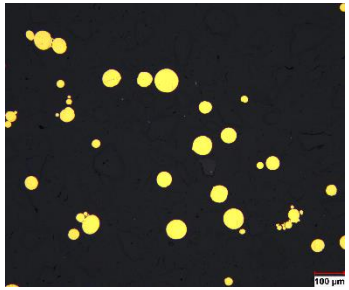
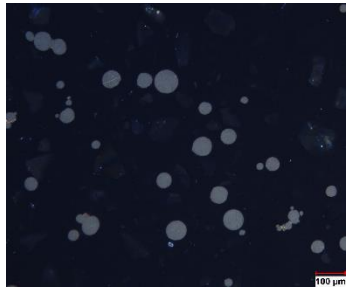
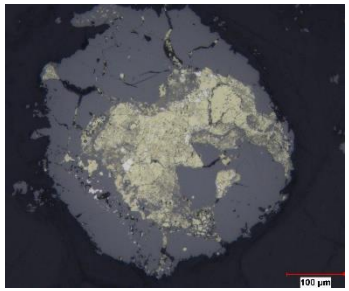
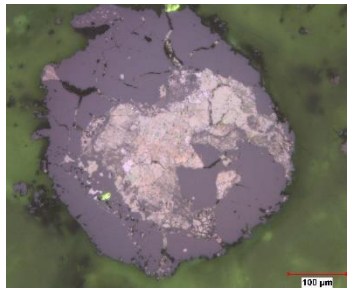
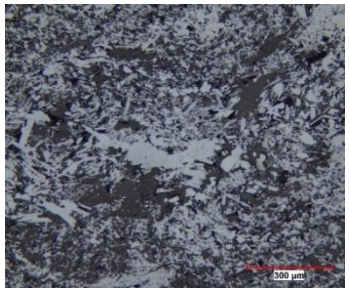
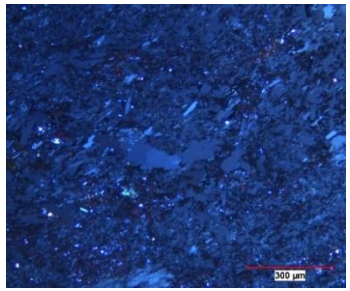
ANNEXE H LISTE DES MINÉRAUX ÉTUDIÉS ET RÉSULTATS DE L'ÉVALUATION DE PURETÉ POUR LES TRAVAUX DE LA SECTION 4.1 (XRD: X-RAY DIFFRACTION, PPL: PLANE-POLARIZED LIGHT, CPL: CROSSED POLARIZED LIGHT)

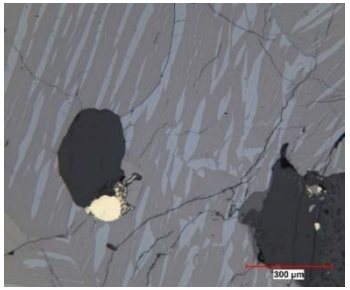
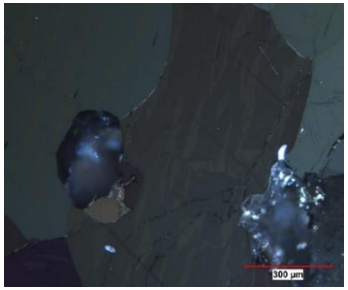
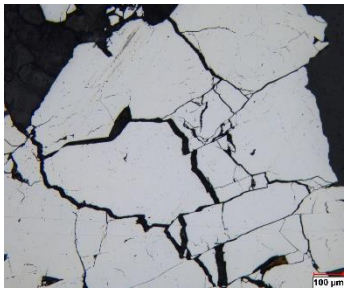
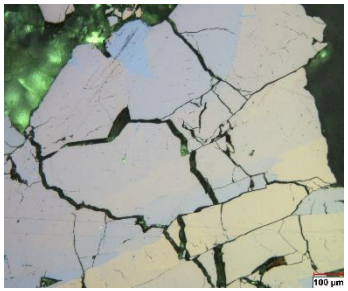
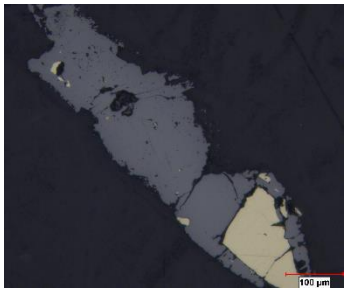
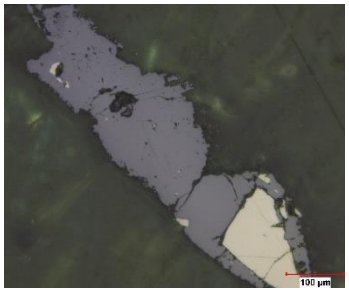
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Arsenopyrite	$AsFeS_2$	PPL: distinctive white color with yellow tip, lozenge shape. CLP: blue-tinted anisotropy to green brown and dark brown, distinctive hourglass crystal twin	55.82% (28.16 % quartz, 16.02% phlogopite) Optical visualization confirmation.		
Awaruite	$Ni_{2.5}Fe$	PPL: white, high reflectance. CLP: isotropic.	From Dumont-Ni ore sample.		
Bornite	Cu_5FeS_4	PPL: distinctive pink-brown color. PPL: weak anisotropy and polysynthetic crystal twins.	99.78% (0.22 % covellite) Optical visualization confirmation with the presence of fine pyrite inclusions.		

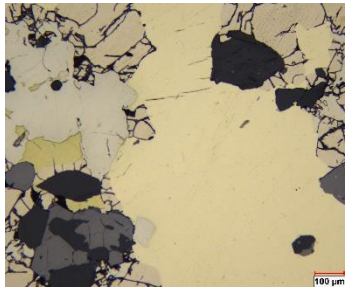
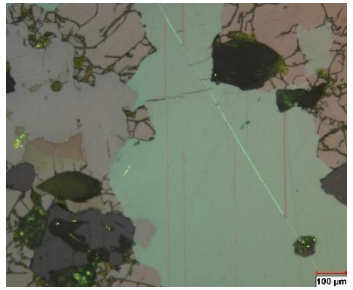
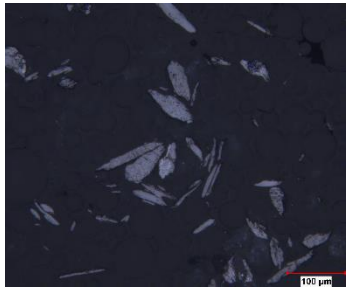
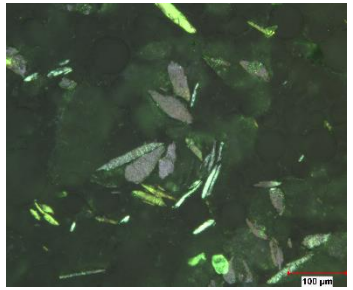
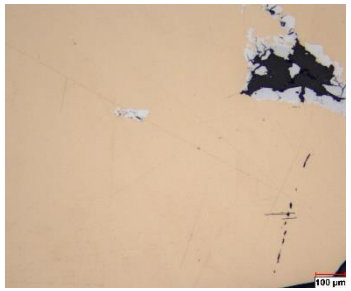
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Chalcocite	Cu_2S	PPL: white or grey-white color with bluish tint, easily scratched CLP: weak and clear orange-brown anisotropy.	84.40% (15.10 % djurleite, 0.5 % pyrrhotite) Optical visualization confirmation.		
Chalcopyrite	$CuFeS_2$	PPL: typical yellow color. CLP: typical polysynthetic crystal twins.	88.37%, (6.29 % quartz, 3.11% sphalerite, 2.22% pyrrhotite). Optical visualization confirmation with few arsenopyrite inclusions.		
Copper (native)	Cu	PPL: distinctive red or pink-red color, very strong reflecting power. CLP: isotropic.	From cuprite sample.		

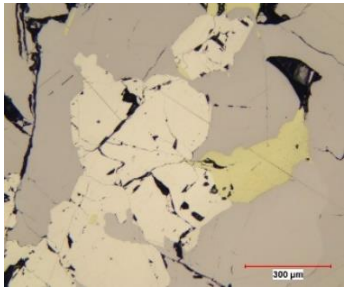
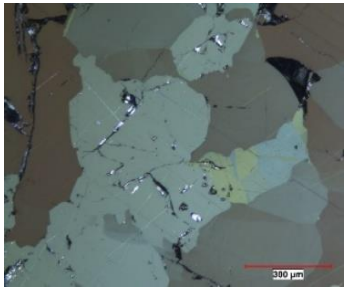
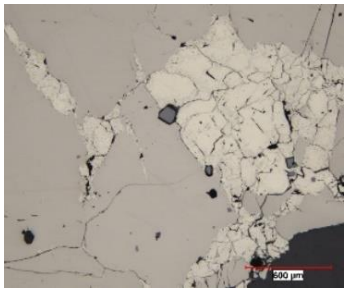
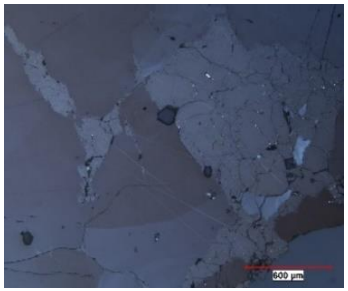
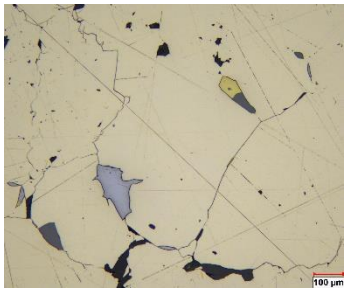
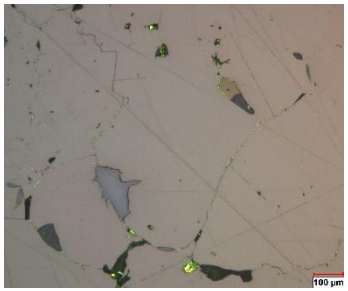
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Covellite	CuS	PPL: distinctive frank blue color and very distinctive pleochroism to white color. CLP: distinctive extreme anisotropy.	From bornite sample.		
Cuprite	Cu_2O	PPL: distinctive bluish-gray color. CLP: colored anisotropy with generalized internal reflections.	69.23% (24.62% quartz) Optical visualization confirmation with presence of native copper inclusions.		
Gersdorffite	NiAsS	PPL: white color with lower reflectance than skutterudite and ullmannite with less marked cleavages and generally less zoned. CLP: isotropic	100% Optical visualization confirmation with presence of fine nickeline particles.		

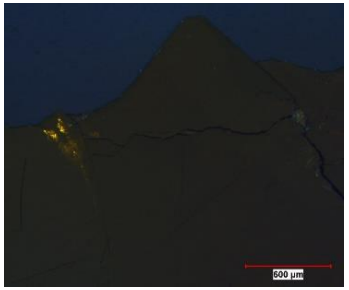
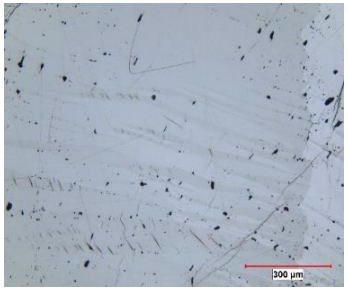
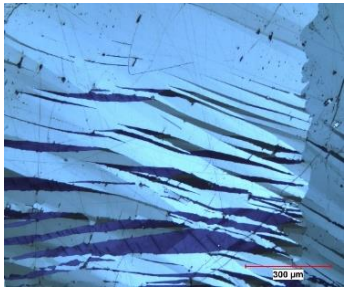
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Galena	PbS	PPL: high reflectance and typical triangular tearing. CLP: isotropic.	100% Optical visualization confirmation.		
Goethite	FeO(OH)	PPL: white-gray color with bluish tip, weak pleochroism; low reflectivity, colloform shape. CLP: clear anisotropy of lighter bluish tones with decreasing nicols, red, orange, yellowish internal reflections	100% Optical visualization confirmation.		
Graphite	C	PPL: gray-brown color with very strong pleochroism from gray-brown-yellow to dark gray; very low reflectivity. CLP: very anisotropic with very bright yellow hues but poor colored.	100% Optical visualization confirmation.		

Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Gold	Au	PPL: typical intense yellow color, extreme reflectance. CLP: isotropic.	From gold standard for chemical analysis.		
Heazlewoodite	Ni_3S_2	PPL: yellow clear, medium reflectance. CLP: high anisotropic with characteristic purple color	From Dumont-Ni ore sample.		
Hematite	Fe_2O_3	PPL: white to grey-white color; low pleochroism; medium reflectance. CLP: clear greenish-gray anisotropy; frequent red internal reflections	87.55 % (12.45 % muscovite). Optical visualization confirmation.		

Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Ilmenite	$FeTiO_3$	PPL: grey color with a very clear brownish hue with very clear pleochroism, low reflectivity. CLP: strong anisotropy but little colored (greenish grey)	70.98% (28.97% hematite). Optical visualization confirmation with presence of millerite and silicate inclusions.		
Löllingite	FeAs2	PPL: white color. CLP: strong anisotropy with blue and brownish hues; common starry crystal twins.	100% Optical visualization confirmation		
Magnetite	Fe_3O_4	PPL: grey, low reflectance. CLP: isotropic	From Dumont-Ni ore sample.		

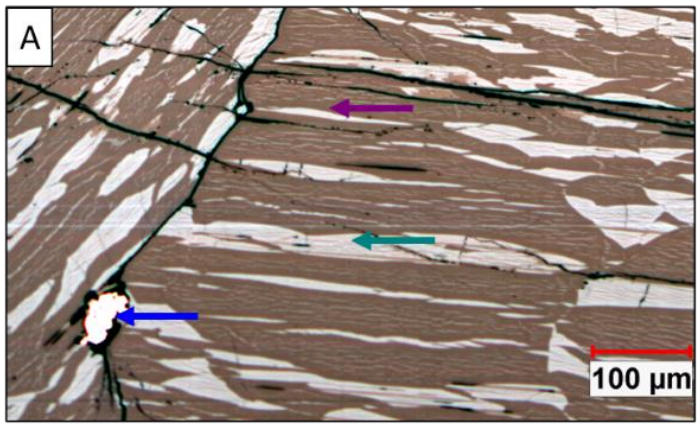
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Millerite	NiS	PPL: light yellow with clear pale yellow to pale yellow brown pleochroism. CLP: bright yellow to blue hues.	37.50% (38.74% pyrite, 2.32% chalcopyrite, 3.13% chromite-Mg, 11.33% pentlandite, 6.98%, pentlandite-Co). Optical visualization confirmation.		
Molybdenite	MoS	PPL: white color with very strong pleochroism (white to gray); quite strong reflectivity; twisted lamellar structure with cleavage. CLP: very strong anisotropy with white tint to pink.	100% Optical visualization confirmation.		
Nickeline	NiAs	PPL: characteristic orange color with high reflective power. CLP: bright blue hues to be purplish and polysynthetic crystal twins.	From gersdorffite sample.		

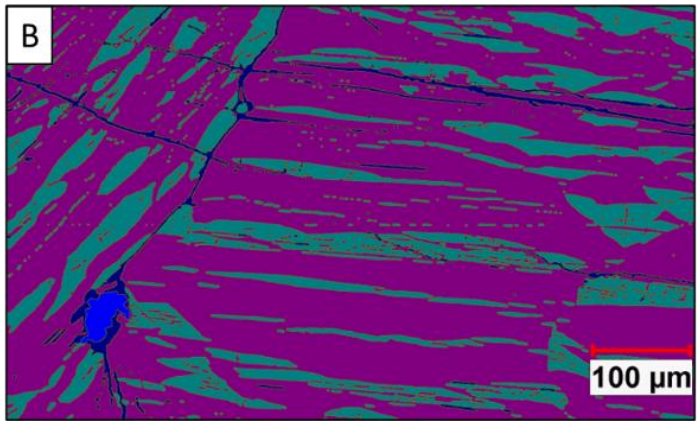
Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Pentlandite	$(Fe,Ni)_9S_8$	PPL: creamy white color (less yellowish than pyrite); high reflectivity. CLP: isotropic	68.37% (31.63% pentlandite-Co). Optical visualization confirmation with chalcopyrite inclusions.		
Pyrrhotite	$Fe_{(1-x)}S$, $0<x<0,17$	PPL: distinctive brown color, pleochroic. CLP: anisotropic in bluish hues.	82.89% (17.11% pentlandite). Optical visualization confirmation with fine sphalerite inclusions.		
Pyrite	FeS_2	PPL: white with specific cubic shape, high hardness. CLP: isotropic.	100% Optical visualization confirmation with fine chalcopyrite, sphalerite and galena inclusions.		

Mineral	Formula	Optical properties	Original purity (XRD analysis) and optical inspection	Optical reflected light image illustration	
				PPL	CLP
Sphalerite	ZnS	PPL: typical gray colour with low reflectance. CLP: isotropic with distinctive red/yellow internal reflections	100% Optical visualization confirmation.		
Stibine	Sb_2S_3	PPL: white color with very strong pleochroism (white to gray); strong reflectivity. CLP: Intense anisotropy (bluish white gray changing to pinkish shades); more or less twisted polysynthetic crystal twins ending in point.	100% Optical visualization confirmation.		

ANNEXE I RÉSULTATS DES CLASSIFICATIONS MINÉRALOGIQUES HYPERSPECTRALES OPTIQUES OBTENUS ISSUS DES TRAVAUX DE LA SECTION 4.1

Chaque figure représente les résultats de classification obtenus selon la méthode d'imagerie hyperspectrale optique pour tous les échantillons étudiés. Chaque image donne l'image optique RGB initiale provenant du cube hyperspectrale brute de l'échantillon (A) et l'image classifiée obtenue (B) avec les courbes de réflectances des minéraux identifiées et les valeurs des SNG utilisées pour méthode de classification booléenne et les valeurs de SNG par longueurs d'onde utilisées avec la routine développée sous CVPE®.

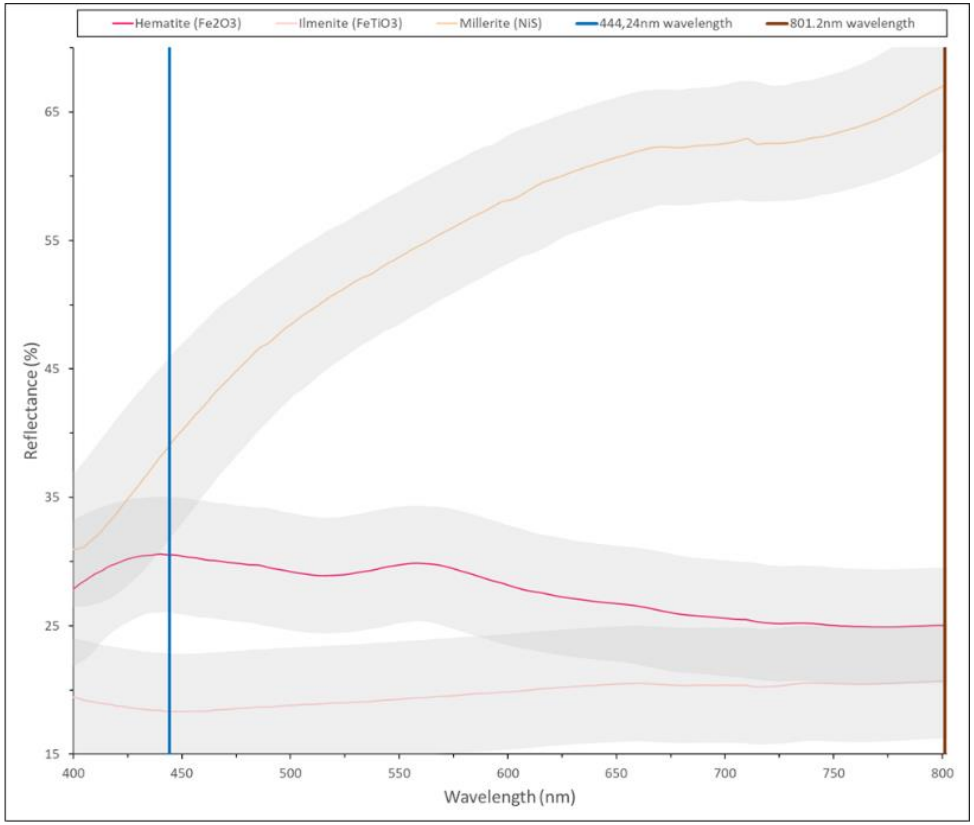




Legend:

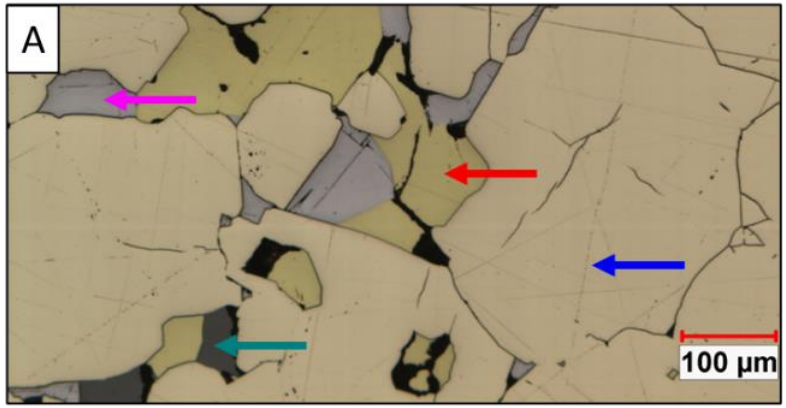
Hematite (Fe_2O_3) — Ilmenite ($FeTiO_3$)

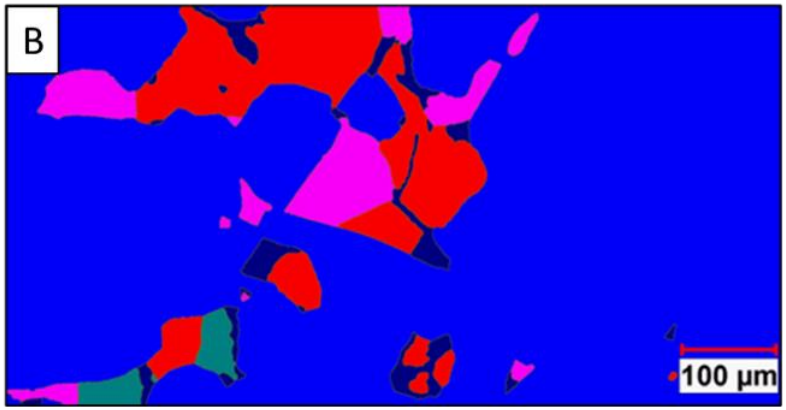
Millerite (NiS) — Transparent gangue / Hole

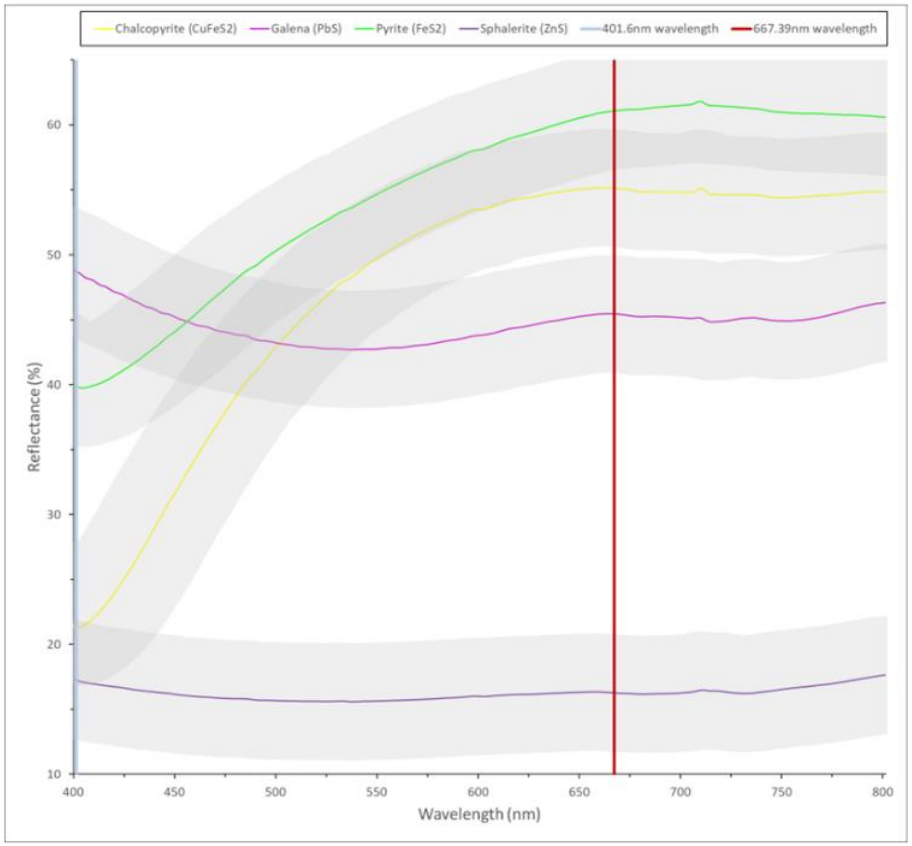


Sample Minerals (Formula)		Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		444.24 nm	801.2 nm	
Hemo-ilmenite sample	Millerite (NiS)	A = 241-255	E = 237-238	A + E
	Hematite (Fe_2O_3)	B = 183-241	F = 183-236	B + F
	Ilmenite ($FeTiO_3$)	C = 24-182	G = 24-182	C + G
	Transparent gangue / holes	D = 0-23	H = 0-23	D + H

Figure I.1 Échantillon d'hémo-ilménite grossier.





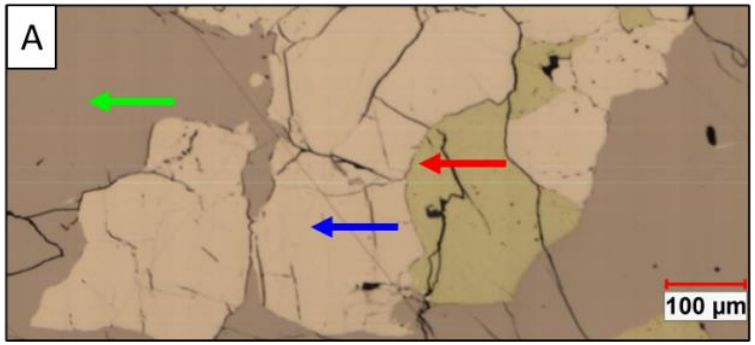


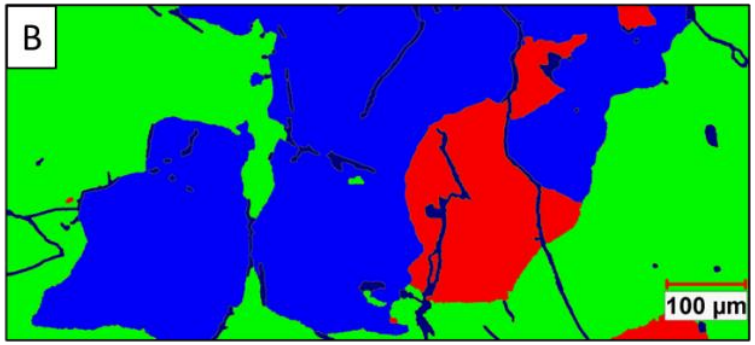
Legend:

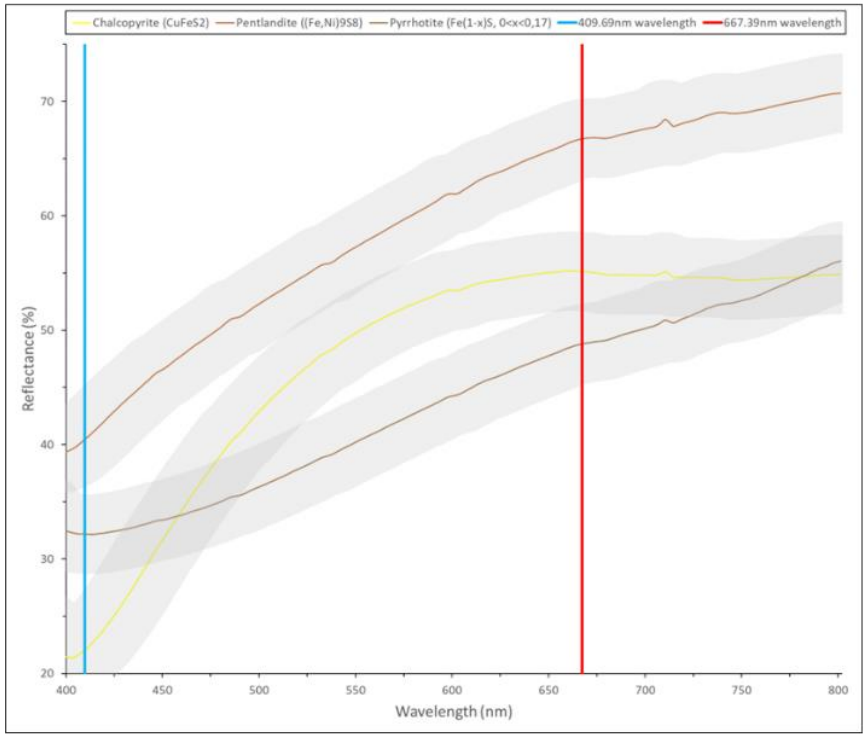
- Chalcopyrite ($CuFeS_2$)
- Pyrite (FeS_2)
- Sphalerite (ZnS)
- Galena (PbS)
- Transparent gangue / Hole

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	667.39 nm	
Pyrite sample	Pyrite (FeS_2)	A = 147-255	E = 221-255	A + E
	Galena (PbS)	B = 96-146	G = 79-187	B + G
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 47-95	F = 188-220	C + F
	Sphalerite (ZnS)		H = 21-78	C + H
	Transparent gangue / holes	D = 0-46	I = 0-20	D + I

Figure I.2 Échantillon de pyrite grossier.







Legend:

Chalcopyrite ($CuFeS_2$)

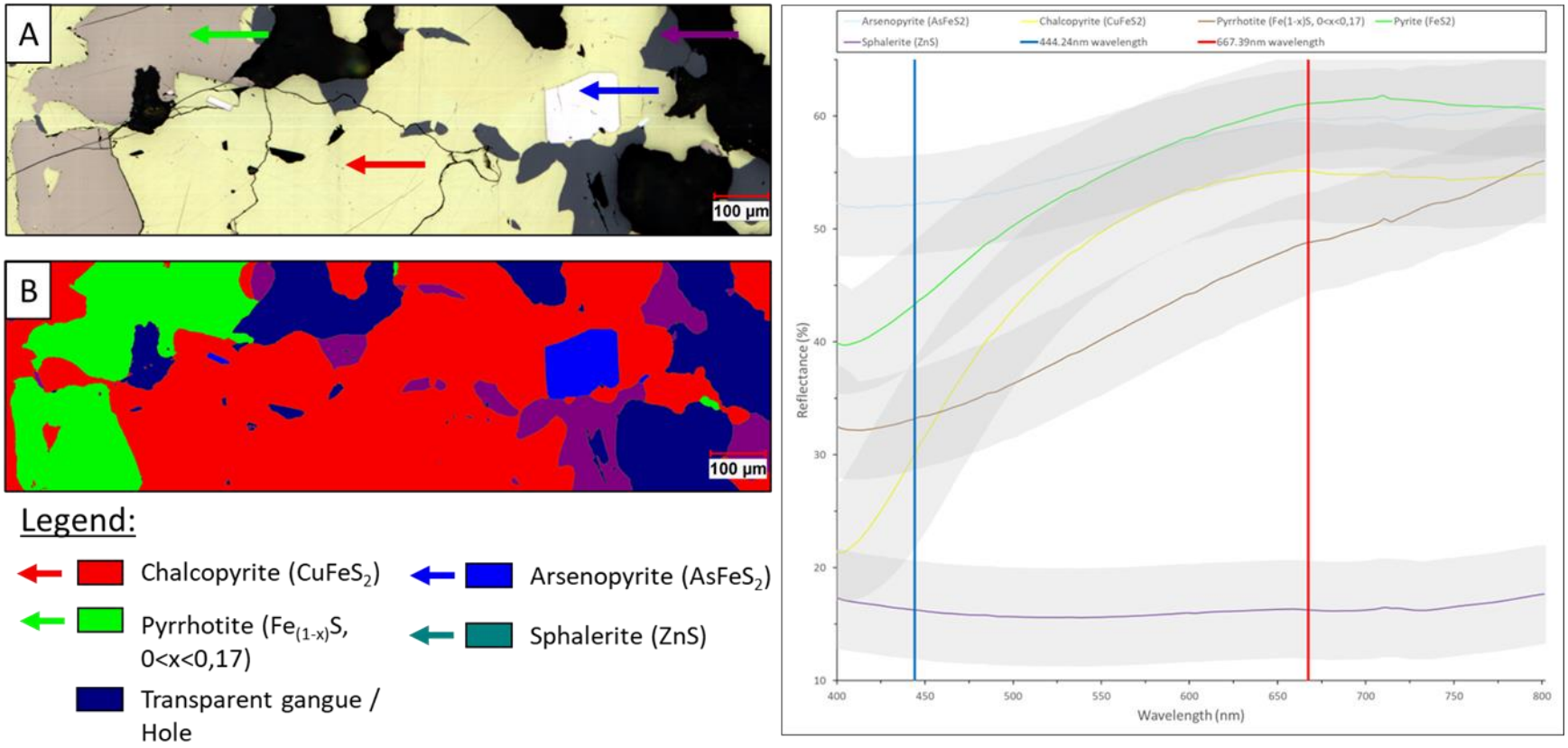
Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)

Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0,17)

Transparent gangue / Hole

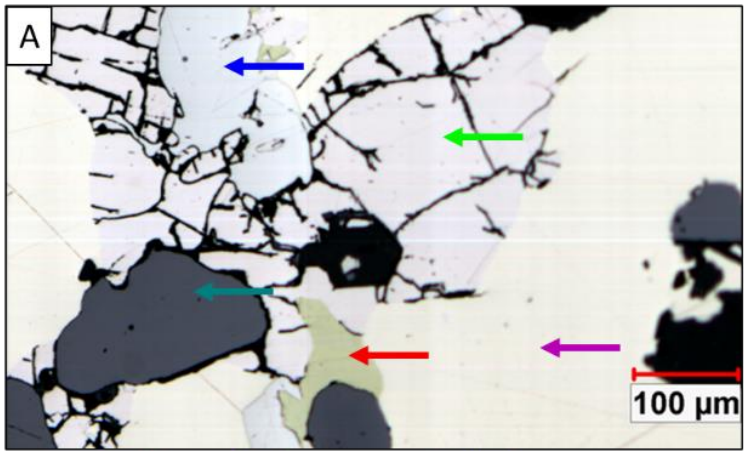
Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		409.69nm	667.39 nm	
Pentlandite sample	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)	A = 196-255	E = 199-255	A + E
	Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0.17)	B = 134-195	G = 130-198	B + G
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 47-133	F = 31-129	C + F
	Transparent gangue / holes	D = 0-46	H = 0-30	D + H

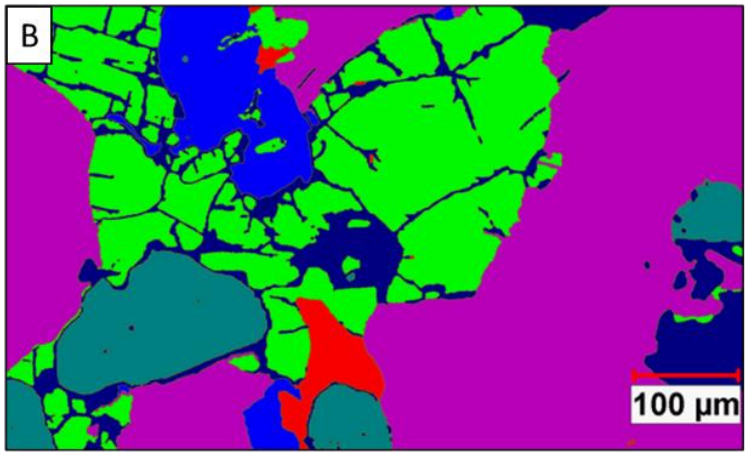
Figure I.3 Échantillon de pentlandite grossier.

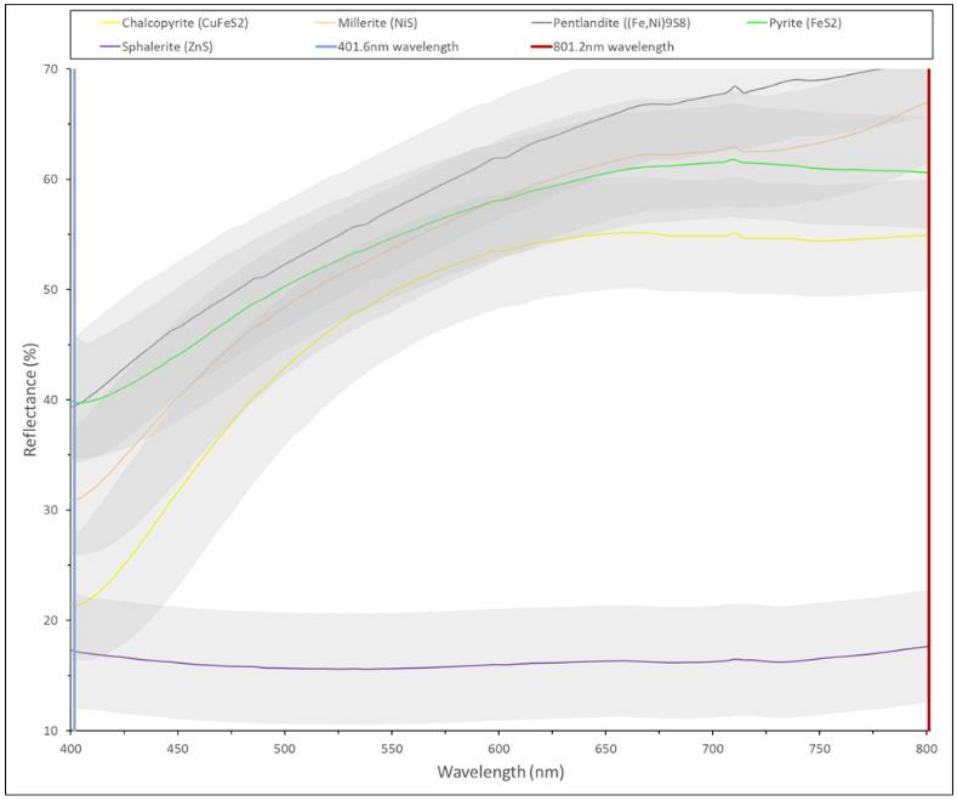


Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		444.24 nm	667.39 nm	
Chalcopyrite sample	Arsenopyrite ($AsFeS_2$)	A = 243-255	E = 211-255	A+E
	Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0.17)	B = 94-242	F = 89-210	B+F
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C =40 -93	E = 211-255	C + E
	Sphalerite (ZnS)		G =26 -88	C + G
	Transparent gangue / holes	D = 0-39	H = 0-27	D + H

Figure I.4 Échantillon de chalcopyrite grossier.





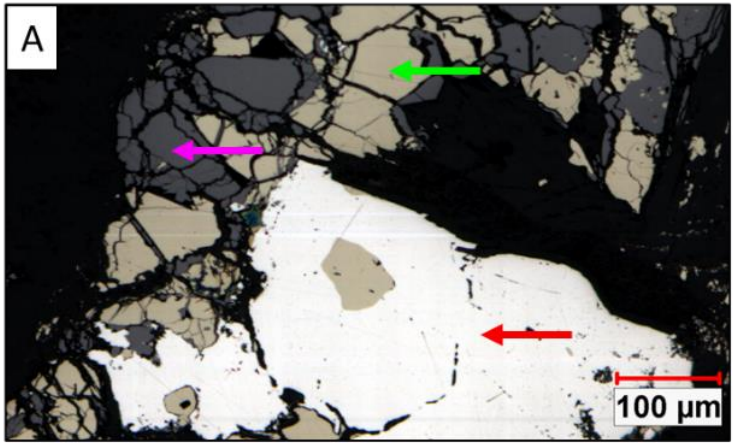


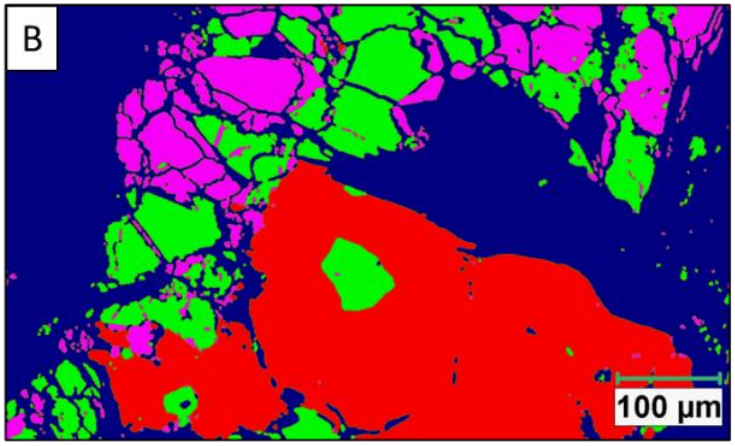
Legend:

- Pyrite (FeS_2)
- Chalcopyrite ($CuFeS_2$)
- Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)
- Sphalerite (ZnS)
- Millerite (NiS)
- Transparent gangue / Hole

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	801.2 nm	
Millerite sample	Pyrite (FeS_2)	A = 207-255	E = 186-222	A+E
	Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)		F = 223-255	A+F
	Millerite (NiS)	B = 136-207		B+F
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 31-135	G = 109-184	C+G
	Sphalerite (ZnS)		H = 29-108-	C+H
	Transparent gangue / holes	D = 0-30	I =0-28	D+I

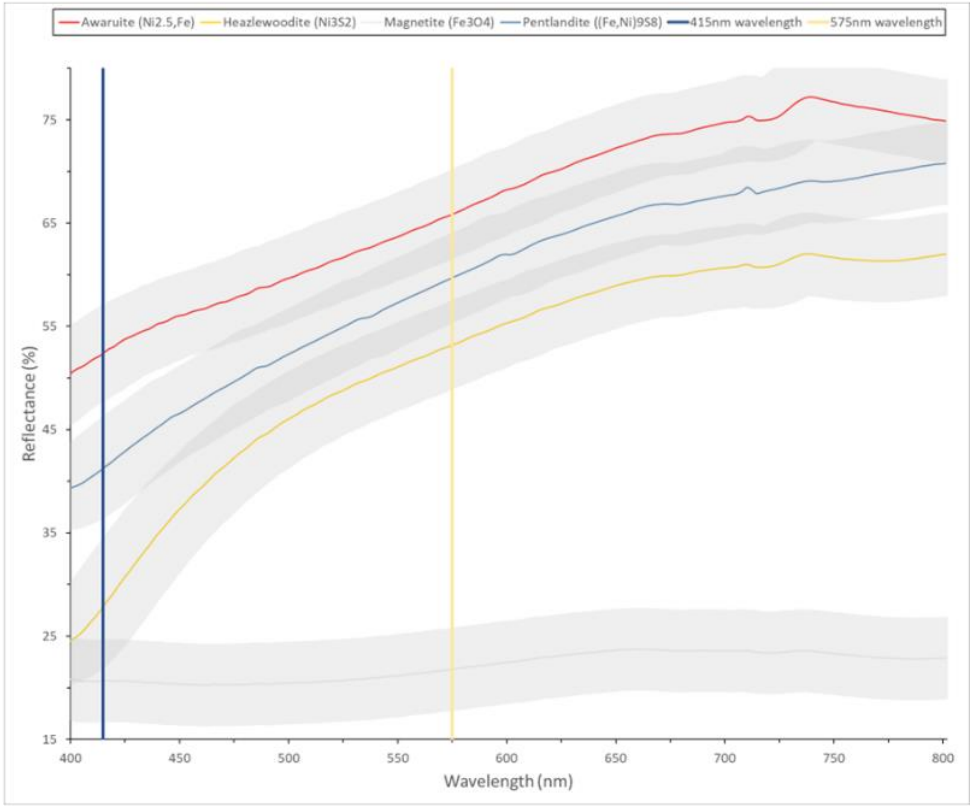
Figure I.5 Échantillon de millérite grossier.





Legend:

- Awaruite (Ni_{2-3}, Fe)
- Pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$)
- Magnetite (Fe_3O_4)
- Transparent gangue / Hole



Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		415 nm	575 nm	
Dumont Ni Ores	Awaruite (Ni2-3,Fe)	A =255-250	F =255-246	A+F
	Pentlandite ((Fe,Ni)9S8)	B =249-240	G =245-172	B+G
	Heazlewoodite (Ni3S2)	C =239-187		C+G
	Magnetite (Fe3O4)	D =186-84	H =171-32	D+H
	Transparent gangue / holes	E =83-0	I = 0-31	E+I

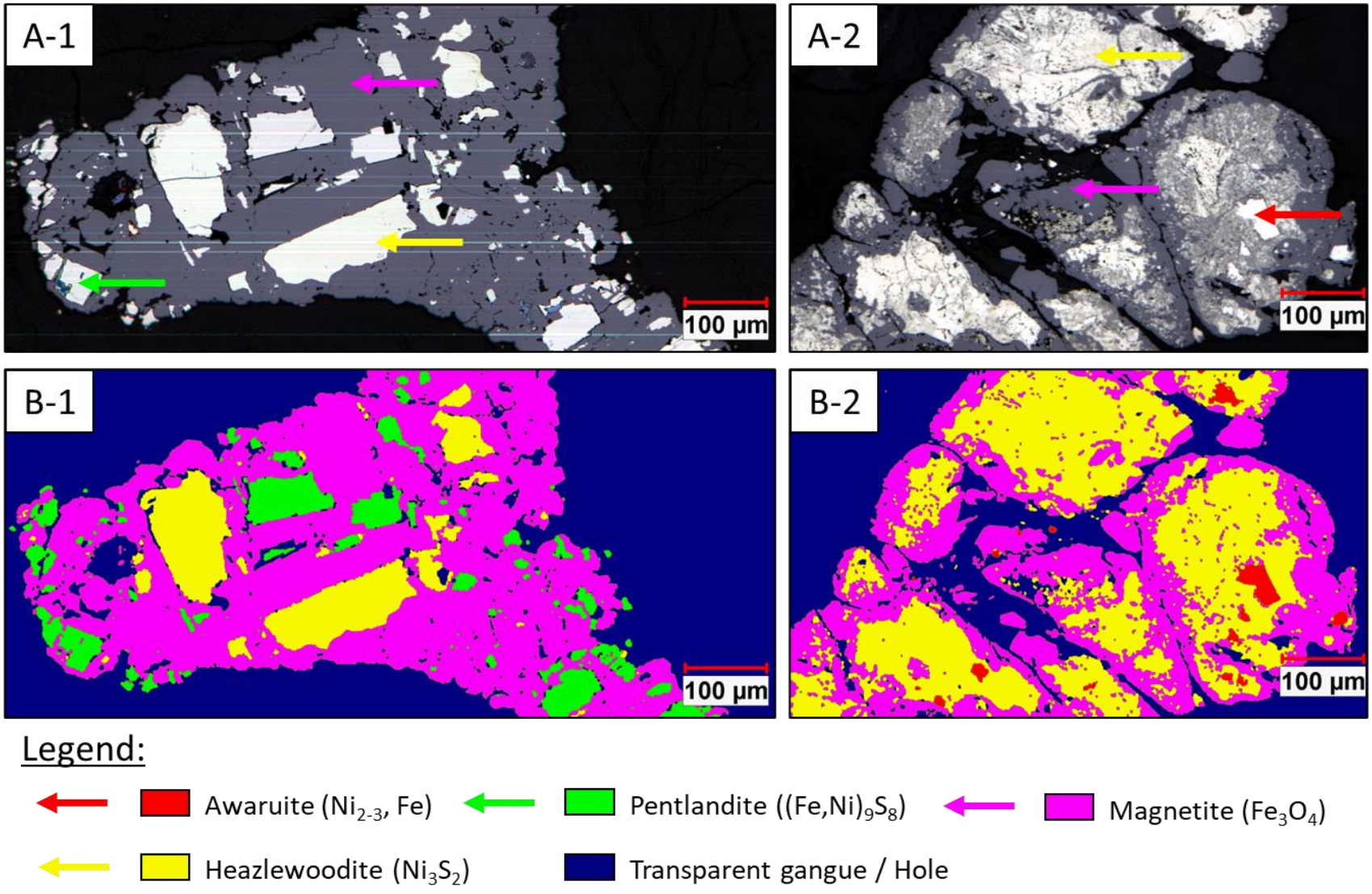
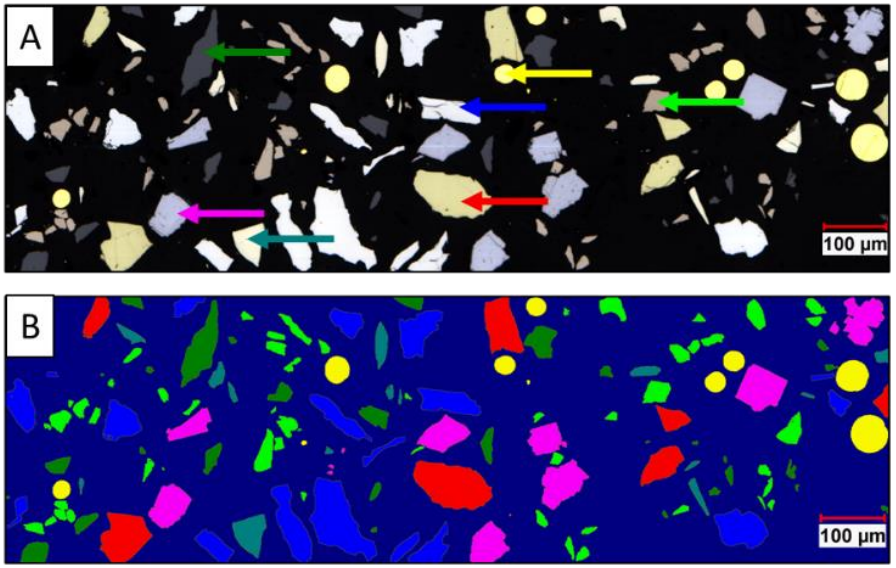
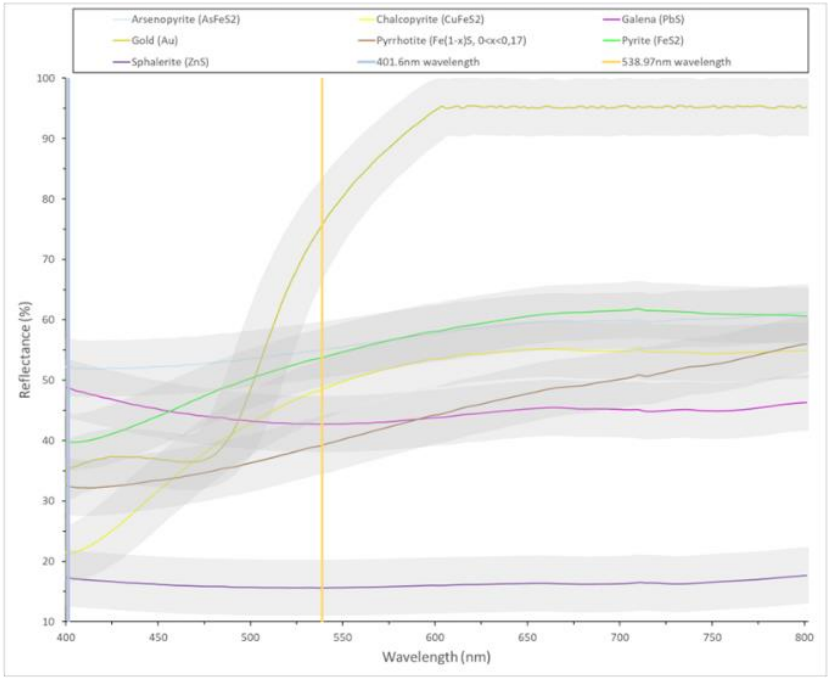


Figure I.6 Échantillons de minerai du projet Dumont Nickel.



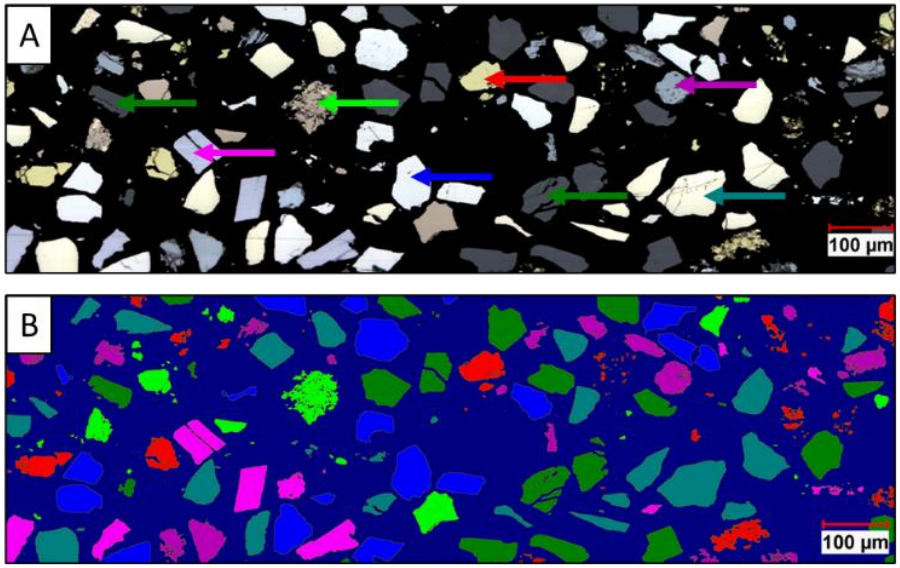


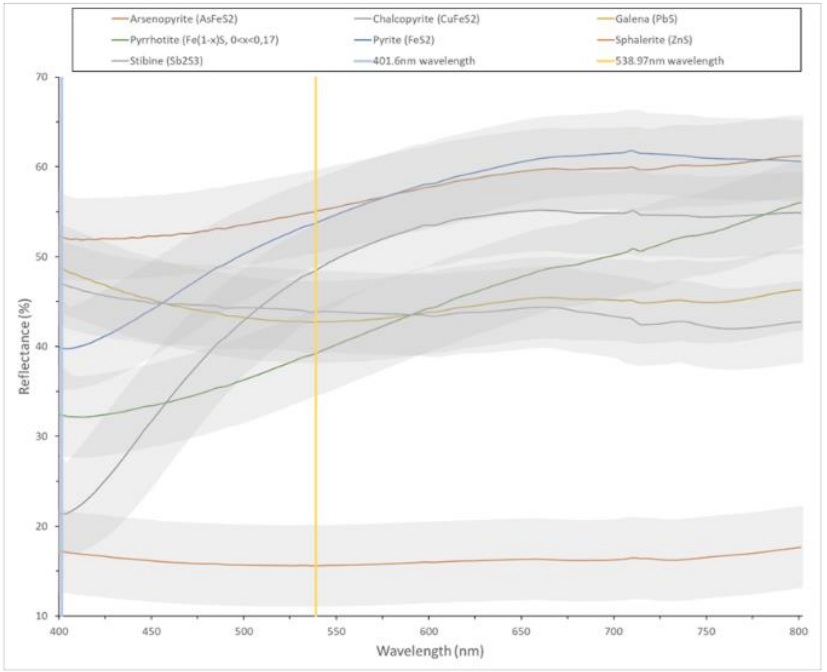
Legend:

- Arsenopyrite ($AsFeS_2$)
- Chalcopyrite ($CuFeS_2$)
- Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0,17)
- Galena (PbS)
- Gold (Au)
- Pyrite (FeS_2)
- Sphalerite (ZnS)
- Transparent gangue / Hole / Matrix

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	538.97 nm	
Standard sulfides 1	Arsenopyrite ($AsFeS_2$)	A = 195-255	F = 229-251	A+F
	Galena (PbS)		H = 179-205	A+H
	Gold (Au)	B = 116-194	E = 252-255	B+E
	Pyrite (FeS_2)		F = 229-251	B+F
	Pyrrhotite (($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0,17)		I = 105-178	B+I
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 40-115	G = 206-228	C+G
	Sphalerite (ZnS)		J = 35-104	C+J
	Transparent gangue / holes	D = 0-39	K = 0-34	D+K

Figure I.7 Échantillon de standard de sulfures 1.



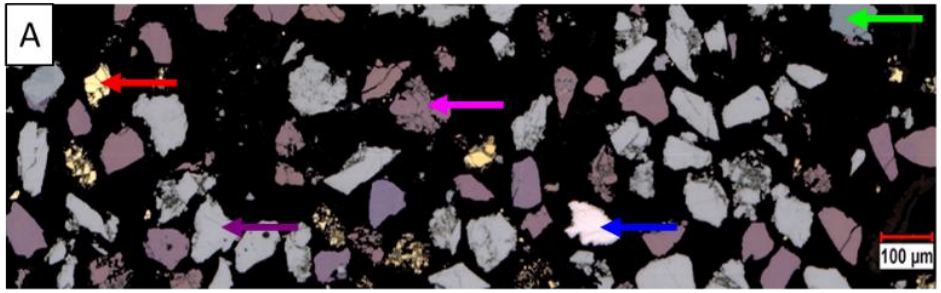


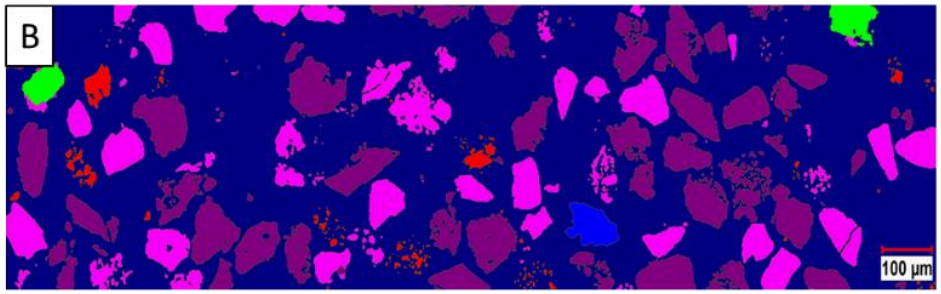
Legend:

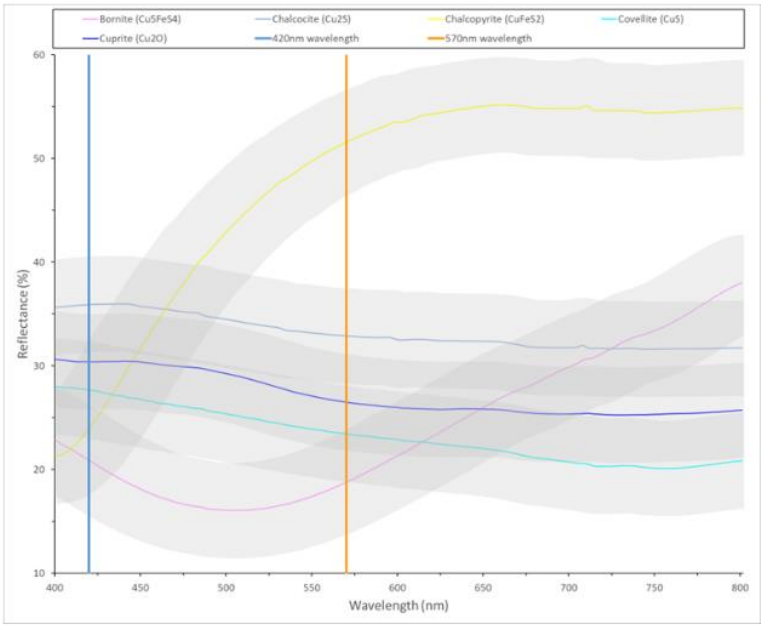
- Arsenopyrite ($AsFeS_2$)
- Chalcopyrite ($CuFeS_2$)
- Pyrrhotite ($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0,17)
- Galena (PbS)
- Stibine (Sb_2S_3)
- Pyrite (FeS_2)
- Sphalerite (ZnS)
- Transparent gangue / Hole / Matrix

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		401.6 nm	538.97 nm	
Standard sulfides 2	Arsenopyrite ($AsFeS_2$)	A = 224-255	F = 255-255	A+F
	Galena (PbS)		G = 184-244	A+G
	Stibine (Sb_2S_3)	B = 170-223	H = 99-183	B+H
	Pyrite (FeS_2)		F = 255-255	B+F
	Pyrrhotite (($Fe_{(1-x)}S$, 0<x<0,17)	C = 115-170	H = 99-183	C+H
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	D = 40-114	G = 184-244	D+G
	Sphalerite (ZnS)		I = 45-98	D+I
	Transparent gangue / holes	E = 0-39	J = 0-44	E+J

Figure I.8 Échantillon de standard de sulfures 2.





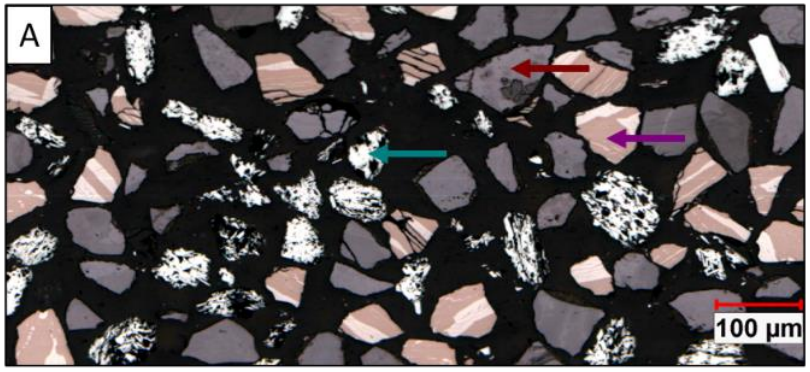


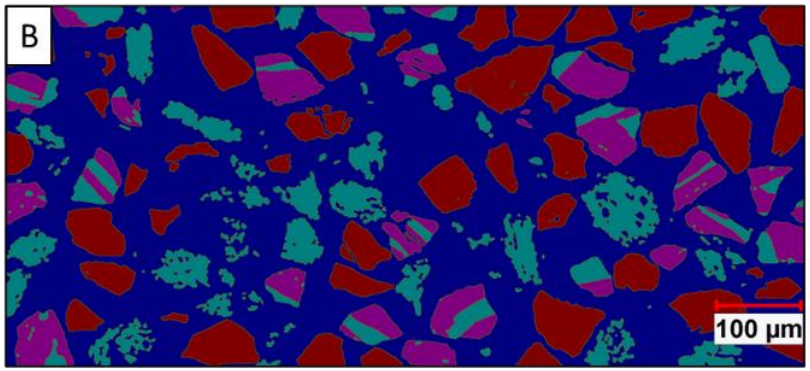
Legend:

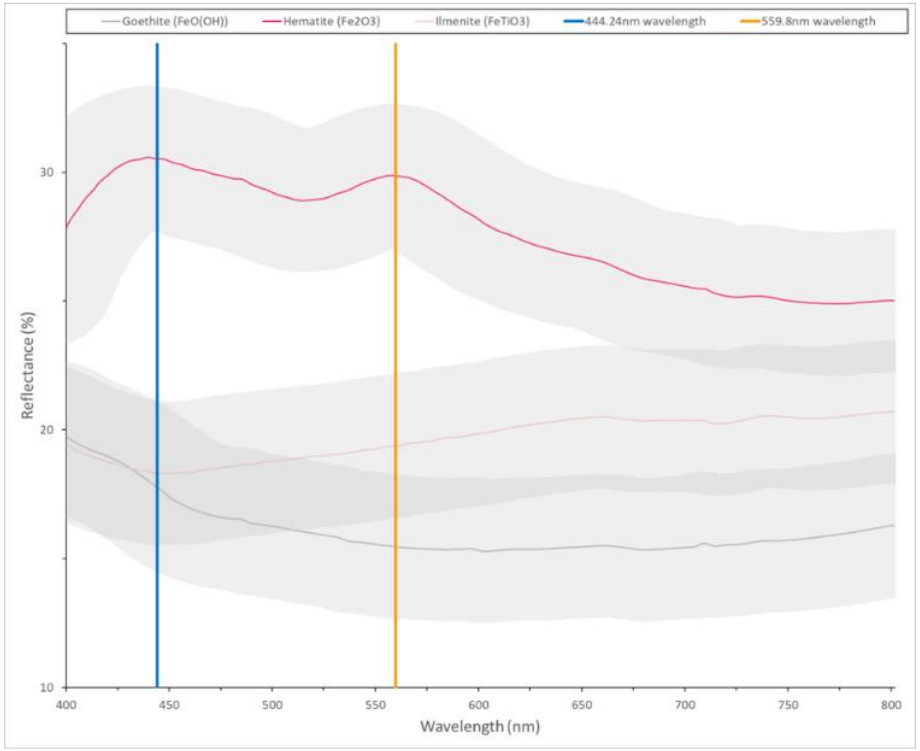
- Chalcocite (Cu_2S)
- Chalcopyrite ($CuFeS_2$)
- Covellite (Cus)
- Bornite (Cu_5FeS_4)
- Cuprite (Cu_2O)
- Transparent gangue / Hole / Matrix

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		420 nm	570 nm	
Standard Cu	Chalcocite (Cu_2S)	A = 121-228	E = 109-247	A+E
	Cuprite (Cu_2O)	B = 77-120	F = 74-108	B+F
	Covellite (CuS)		G = 60-73	B+G
	Chalcopyrite ($CuFeS_2$)	C = 31-76	E = 109-247	C+E
	Bornite (Cu_5FeS_4)		H = 44-59	C+H
	Transparent gangue / holes	D = 0-30	I = 0-43	D+I

Figure I.9 Échantillons de standard minéraux de Cu.





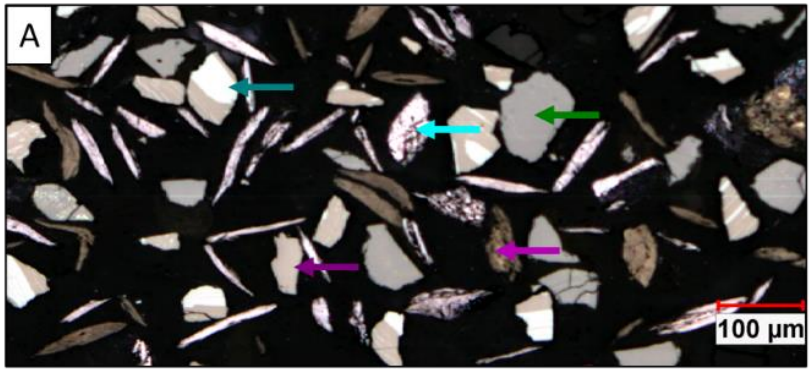


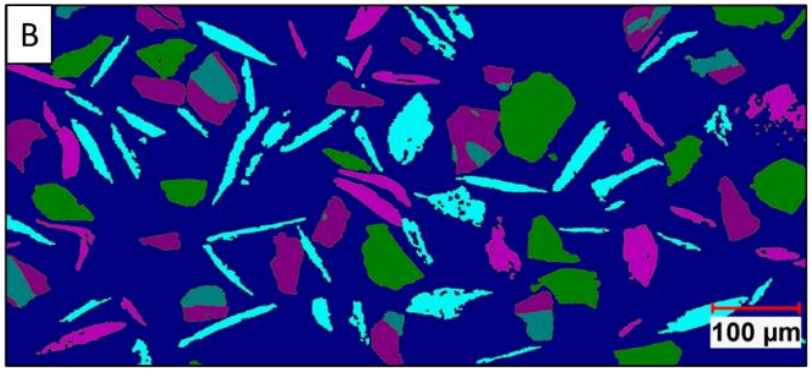
Legend:

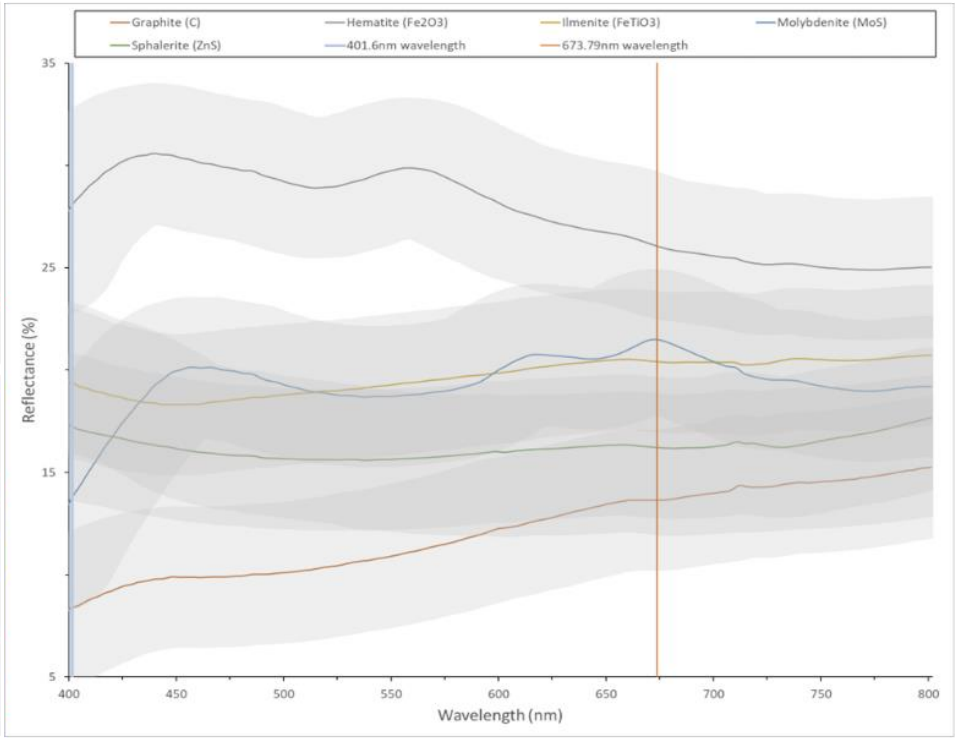
- Hematite (Fe_2O_3)
- Ilmenite ($FeTiO_3$)
- Goethite (FeO(OH))
- Transparent gangue / Hole / Matrix

Sample	Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
		444.24 nm	559.8 nm	
Standard Oxides	Hematite (Fe_2O_3)	A = 183-255	D = 188-255	A+D
	Ilmenite ($FeTiO_3$)	B = 25-184	E = 138-187	B+E
	Goethite (FeO(OH))		F = 40-137	B+F
	Transparent gangue / holes	C = 0-24	G = 0-39	C+G

Figure I.10 Échantillons de standard d'oxydes.







Legend:

- Hematite (Fe_2O_3)
- Ilmenite ($FeTiO_3$)
- Sphalerite (ZnS)
- Molybdenite (MoS_2)
- Graphite (C)
- Transparent gangue / Hole / Matrix

Sample		Minerals (Formula)	Wavelength Grey Thresholding intervals		Boolean segmentation formula
			401.6 nm	673.79 nm	
Standard low reflectance		Hematite (Fe_2O_3)	A = 245-255	E = 229-255	A+E
		Molybdenite (MoS_2)			B+E
		Ilmenite ($FeTiO_3$)	B = 159-244	F = 194-229	B+F
		Sphalerite (ZnS)		G = 157-192	B+G
		Graphite (C)	C = 40-157	H = 49-156	C+H
		Transparent gangue / holes	D = 0-39	I = 0-48	D+I

Figure I.11 Échantillon de standard de minéraux à réflectance faible.

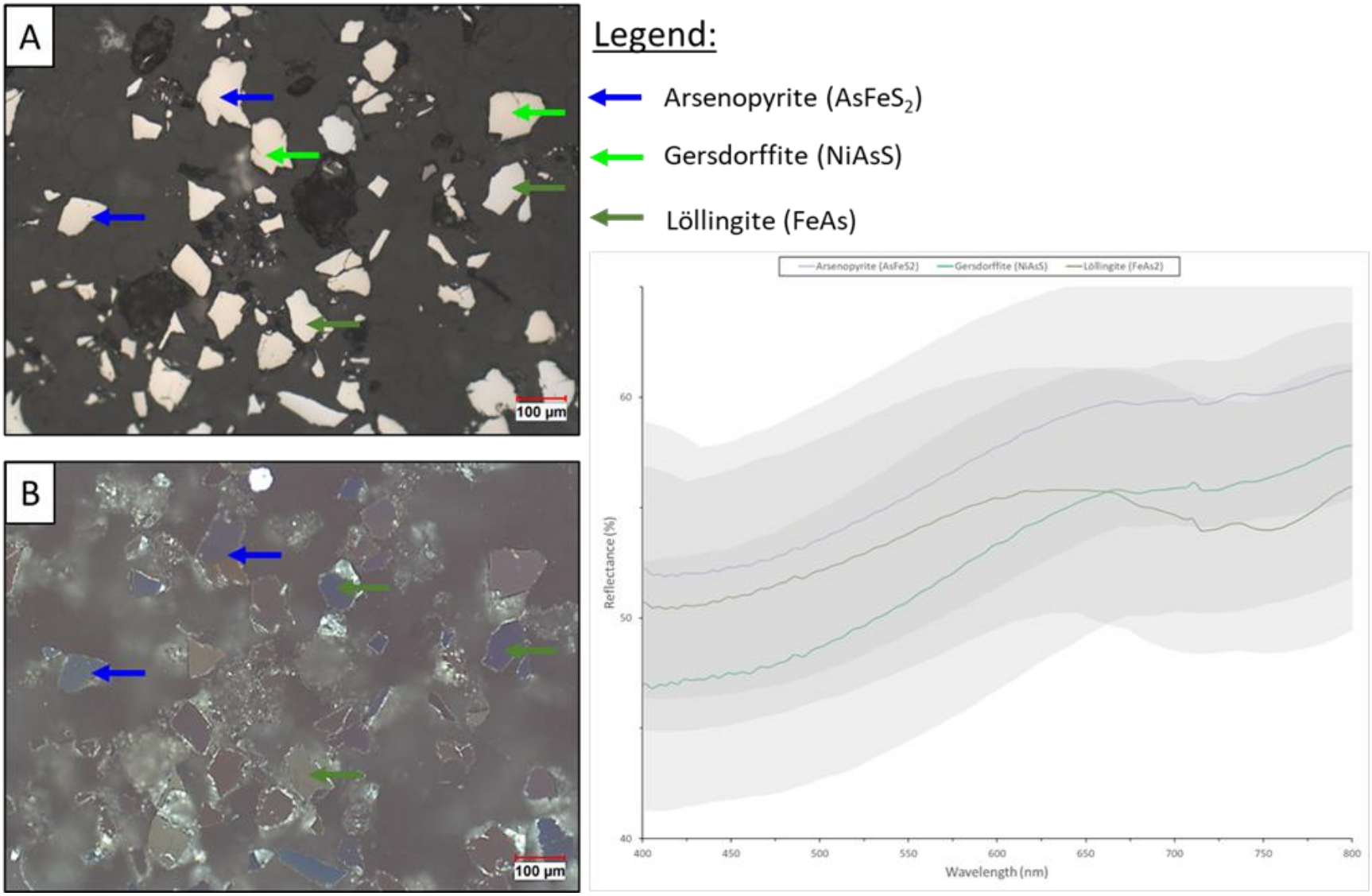


Figure I.12 Échantillon de standard de minéraux d'As dont la procédure de classification minéralogique a échoué.