

Note technique TN-101

Performances de Mesure de PhotonAssay™ pour l'Or dans des Échantillons de Minerai

Préparation des échantillons et comparaisons
avec la pyroanalyse

Résumé

L'or présente des défis analytiques particuliers, car il est extrait à des concentrations très faibles, est souvent réparti de manière très irrégulière et peut être difficile à échantillonner en raison de sa malléabilité et de sa résistance à la pulvérisation. Les méthodes traditionnelles telles que la pyroanalyse et la lixiviation au cyanure sont exigeantes en main-d'œuvre, relativement lentes et nécessitent l'utilisation de réactifs toxiques ou caustiques.

PhotonAssay™ propose une méthode novatrice pour l'analyse rapide, automatique et non destructive de l'or et d'autres métaux dans des échantillons minéraux. En utilisant des rayons X de haute puissance pour activer et mesurer les atomes d'or présents, cette technique permet une véritable analyse complète d'échantillons volumineux (généralement 500 g) et n'est pas sensible à la forme chimique ou physique du matériau analysé.

Dans ce rapport, nous explorons l'application de PhotonAssay™ à la mesure de la teneur en or d'échantillons minéraux réels provenant d'exploitations australiennes et internationales. Au total, près de 12 000 mesures ont été effectuées sur environ 2 000 matériaux distincts.

Ce rapport aborde trois questions principales :

- La méthode PhotonAssay™ fournit-elle des résultats comparables à ceux de la pyroanalyse, largement acceptée et considérée comme la norme dans l'industrie ?
- Dans quelle mesure la précision de la méthode PhotonAssay™ est-elle influencée par les différents protocoles de préparation des échantillons ?
- Quel niveau de préparation des échantillons est-il nécessaire pour que PhotonAssay™ atteigne des niveaux de précision similaires ou supérieurs à ceux de la méthode de pyroanalyse conventionnelle ?

Nous constatons que les résultats d'analyse obtenus à l'aide de PhotonAssay™ sur des carottes de forage, des échantillons de forage à circulation inverse et des rejets grossiers broyés à une taille maximale de 2 à 3 mm présentent une forte corrélation avec ceux obtenus par pyroanalyse. Des tests statistiques suggèrent que les deux techniques d'analyse peuvent être utilisées de manière interchangeable au cours d'un programme de forage.

L'analyse de la répétabilité des mesures PhotonAssay™ réalisées à partir de multiples aliquotes prélevées sur des matériaux de différentes tailles maximales, pour un éventail de sites de forage et de types de gisements, indique que les erreurs combinées d'échantillonnage et d'instrumentation pour PhotonAssay™ sur des minerais concassés d'une taille maximale de 2 à 3 mm sont généralement comparables à celles obtenues par pyroanalyse sur des échantillons pulvérisés.

En analysant un échantillon dont la masse est dix fois supérieure à celle utilisée pour une pyroanalyse traditionnelle, la variance d'échantillonnage est souvent réduite, ce qui apporte un avantage immédiat aux géologues. Cela permet de simplifier le protocole de préparation des échantillons, ce qui se traduit par des économies immédiates en termes de coûts et de temps.



Sommaire

Résumé	i
Sommaire.....	ii
Introduction.....	1
Validation de la méthode PhotonAssay™ sur des matériaux de référence certifiés	3
Comparaison entre PhotonAssay™ et la pyroanalyse : programme d'essais en usine	5
Comparaison entre le PhotonAssay™ et la pyroanalyse : programme d'essais de Perth	8
Analyse d'aliquotes identiques à l'aide du PhotonAssay™ et de la pyroanalyse.....	9
Comparaison des analyses effectuées sur différentes aliquotes d'échantillon.....	12
Évaluation de la répétabilité de la méthode PhotonAssay™ et de la pyroanalyse.....	15
Conclusions	18
Remerciements	18
Références et lectures complémentaires.....	19
Annexe – Théorie de l'Échantillonnage pour les minerais aurifères	20
Introduction.....	20
Impact de la réduction de la taille des particules.....	22
Application à des échantillons plus volumineux.....	24
Analyse des erreurs d'échantillonnage de PhotonAssay™ dans le cadre de la Théorie de l'Échantillonnage	25



Introduction

La méthode PhotonAssay™ de Chrysos offre une alternative aux méthodes chimiques traditionnelles pour la mesure de la teneur en or dans les minerais. PhotonAssay™ utilise des rayons X à haute énergie et haute puissance pour activer les atomes d'or à l'intérieur d'échantillons volumineux, d'une masse typique de 500 g. Les échantillons sont placés dans des bocal en plastique scellés et munis d'un code-barres, dans lesquels ils restent tout au long du processus d'analyse. Les rayons gamma émis par l'or activé, ayant une énergie caractéristique, sont mesurés et comptés afin d'estimer la teneur en or de l'échantillon. La méthode prend 2 à 3 minutes, est non destructive et entièrement automatisée. Les hautes énergies des rayons X de la source et des rayons gamma d'activation leur confèrent un fort pouvoir de pénétration, ce qui signifie que la totalité de la masse de l'échantillon est analysée.

La pyroanalyse est la méthode traditionnelle la plus répandue et la plus reconnue pour l'analyse de l'or. De petites aliquotes de matière, généralement comprises entre 20 et 50 g, sont mélangées à un fondant contenant du plomb et d'autres réactifs, puis sont chauffées dans un four. L'échantillon et le fondant réagissent et fondent, formant une couche de plomb fondu qui, dans l'idéal, contient tout l'or de l'échantillon, ainsi qu'une couche de scories vitreuses. Après refroidissement, le plomb et le verre sont séparés. Le plomb contenant l'or est ensuite refondu dans une coupelle semi-poreuse ; le plomb est absorbé et il reste un granulé métallique contenant l'or. Ce granulé est soit pesé directement, soit dissous dans de l'acide, et la solution obtenue est analysée par spectrométrie d'absorption atomique (AAS), spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES) ou spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) afin de déterminer la concentration en or.

Des études antérieures portant sur les performances de la méthode PhotonAssay™ ont utilisé des matériaux de référence certifiés (CRM), dont la teneur en or a été déterminée avec précision à l'aide d'essais interlaboratoires de pyroanalyse. Les CRM sont préparés pour être hautement homogènes et permettent ainsi une évaluation directe de la précision instrumentale d'une technique d'analyse. Ces essais ont démontré une excellente concordance entre le PhotonAssay™ et la pyroanalyse, ainsi que l'insensibilité de la méthode PhotonAssay™ au type de matrice et à la composition chimique de l'échantillon.

Dans ce rapport, nous nous concentrons sur une comparaison entre les méthodes de PhotonAssay™ et de pyroanalyse appliquées à de « réels » matériaux, provenant d'exploitations minières australiennes et internationales. Nous étudions l'impact de la taille des particules sur les erreurs instrumentales et d'échantillonnage, et si la masse plus importante d'échantillon utilisée avec la méthode PhotonAssay™ permet de simplifier la préparation des échantillons sans compromettre la précision.

Le corps du rapport est organisé comme suit :

- Tout d'abord, nous résumons brièvement les essais réalisés sur des matériaux de référence certifiés qui établissent les performances analytiques de la méthode PhotonAssay™.

- Puis, nous présentons des comparaisons directes entre les déterminations de la teneur en or par pyroanalyse et par PhotonAssay™ pour des échantillons provenant d'exploitations australiennes et internationales.
- Nous évaluons ensuite les erreurs de répétabilité expérimentales (précisions) tant pour la pyroanalyse que pour le PhotonAssay™, ce qui permet de quantifier les erreurs d'échantillonnage et les erreurs instrumentales.
- Enfin, nous présentons des conclusions sur l'efficacité des différentes techniques de préparation des échantillons pour la méthode PhotonAssay™.

Dans une annexe, nous présentons brièvement certains éléments fondamentaux de la Théorie de l'Échantillonnage de l'or et analysons nos erreurs d'échantillonnage mesurées dans le cadre de la Théorie de l'Échantillonnage.



Validation de la méthode PhotonAssay™ sur des matériaux de référence certifiés

Des essais approfondis de la méthode PhotonAssay™ sur des matériaux de référence certifiés (CRM) ont été réalisés.

Les CRM sont des matériaux fabriqués qui ont été préparés pour être extrêmement homogènes. La teneur en or et en autres éléments de ces matériaux est établie avec précision par une analyse interlaboratoire, dans le cadre de laquelle des échantillons sont envoyés à un grand nombre de laboratoires d'analyse. Après élimination statistique des résultats aberrants, la teneur certifiée est calculée à partir de la moyenne des résultats fournis par les différents laboratoires participants.

Une gamme de services commerciaux d'analyse de l'or est actuellement proposée sur le système Chrysos PA1408X. Dans le cadre du service d'analyse standard de l'or (SGA), chaque échantillon est soumis à deux cycles d'analyse, ce qui permet d'atteindre un débit de 72 analyses par heure. Des mesures répétées sur des échantillons blancs, réalisées pendant au moins six mois de fonctionnement sur chaque unité déployée, ont démontré une limite de détection inférieure à 3 sigma d'environ 0,01 ppm. Le matériau blanc contient des teneurs très faibles en uranium, en thorium et en baryum. Des teneurs élevées en ces éléments augmentent le bruit de fond des rayons gamma sous le signal de l'or et entraînent une augmentation de la limite de détection. Par conséquent, la limite de détection à 3 sigma observée pour les minerais d'or présentant des concentrations typiques de ces éléments est d'environ 0,025 ppm. La précision (1 écart-type) à une concentration en or de 1 ppm est de 4 %, et s'améliore pour atteindre 2,5 % à des concentrations de 10 ppm et au-delà.

Les résultats d'une étude de faisabilité menée sur la première unité de Chrysos PA1408X située à Perth sont présentés dans les Figures 1 et 2. Une série de 90 CRM provenant de quatre fournisseurs a été analysée, chaque bocal ayant fait l'objet d'au moins 6 analyses en deux cycles. La Figure 1 présente une comparaison entre les teneurs déterminées par PhotonAssay™ et les teneurs certifiées pour ces échantillons. Le R^2 de cette comparaison est de 0,9996.



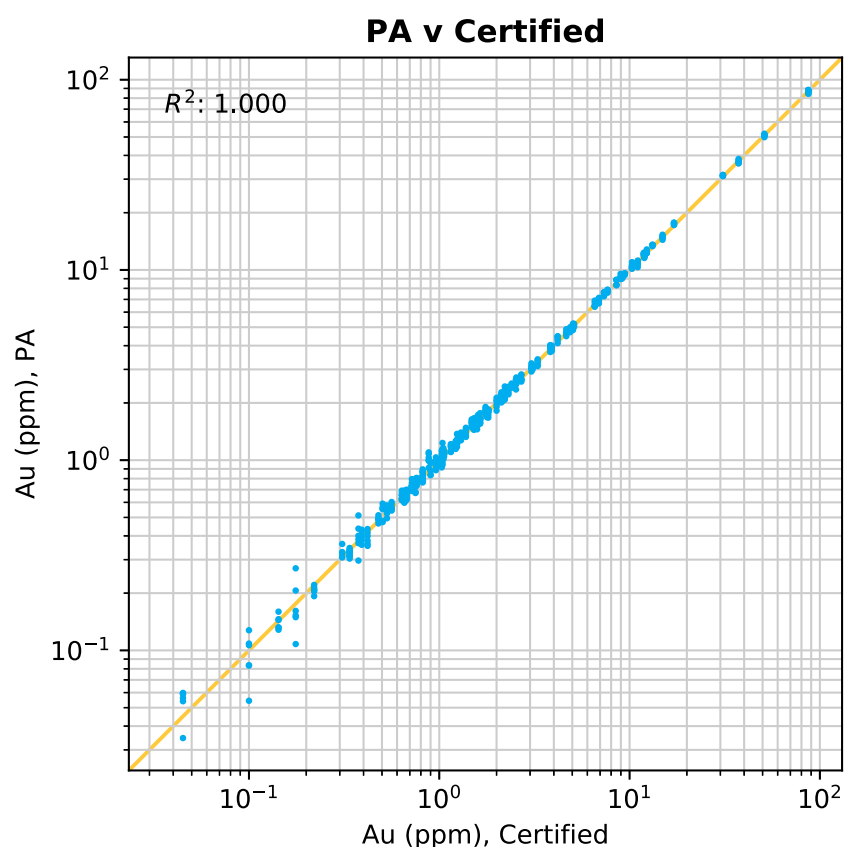


Figure 1. Comparaison des teneurs en or, déterminées par PhotonAssay™ (axe des ordonnées) et des teneurs de référence certifiées (axe des abscisses) pour 92 échantillons de référence mesurés à l'aide du système PhotonAssay™ en service à Perth, en Australie-Occidentale.

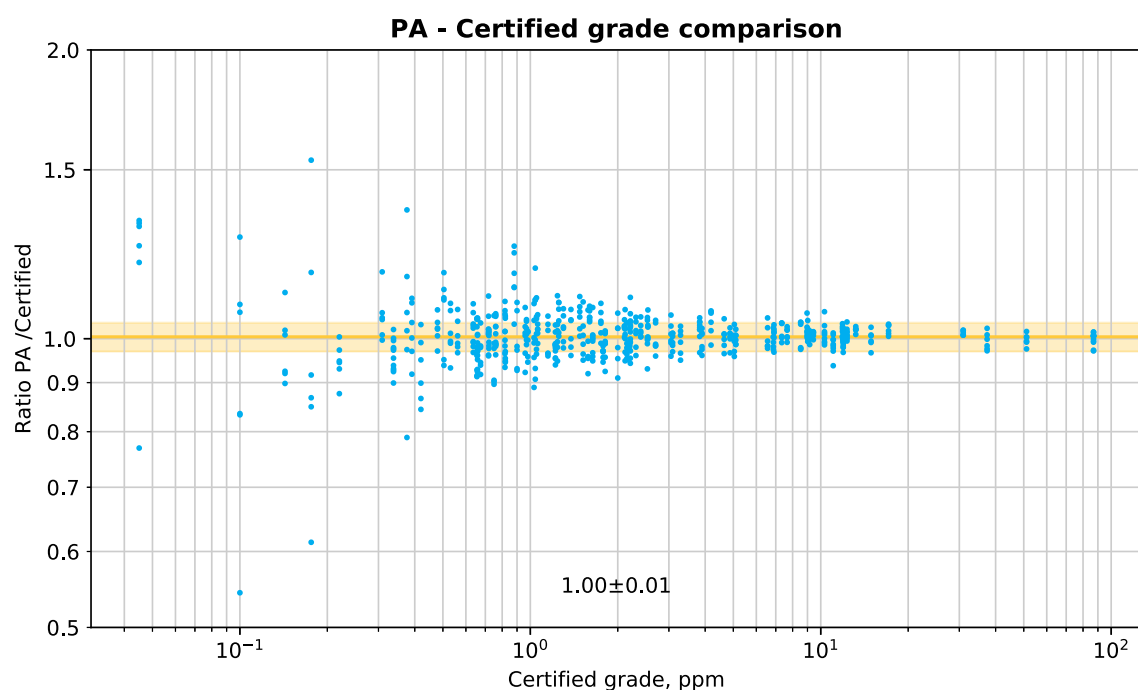


Figure 2. Graphique de Tukey des rapports moyens comparant les teneurs obtenues par PhotonAssay™ et par pyroanalyse pour la série de matériaux de référence. Le rapport des teneurs appariées est représenté en fonction de la teneur moyenne de l'échantillon, déterminée à partir de la moyenne des deux méthodes. La bande jaune indique le rapport moyen et la variation du rapport des teneurs (± 1 écart-type) en moyenne sur l'ensemble des échantillons.

Le rapport moyen pondéré par le logarithme des rapports de teneur est proche de l'unité, ce qui indique que les méthodes par PhotonAssay™ et par pyroanalyse peuvent être utilisées de manière interchangeable. L'écart-type des rapports de teneur entre la méthode PhotonAssay™ et la méthode par pyroanalyse est de 3,5 %. En supposant une contribution négligeable de l'erreur d'échantillonnage ou de l'incertitude du fabricant, cet écart fournit une estimation de l'erreur de l'instrument PhotonAssay™.

La Figure 3 présente un graphique de répétabilité (graphique de performance du processus) pour un CRM à haute teneur mesuré 150 fois au cours de quelques mois d'exploitation, de janvier à août 2020.

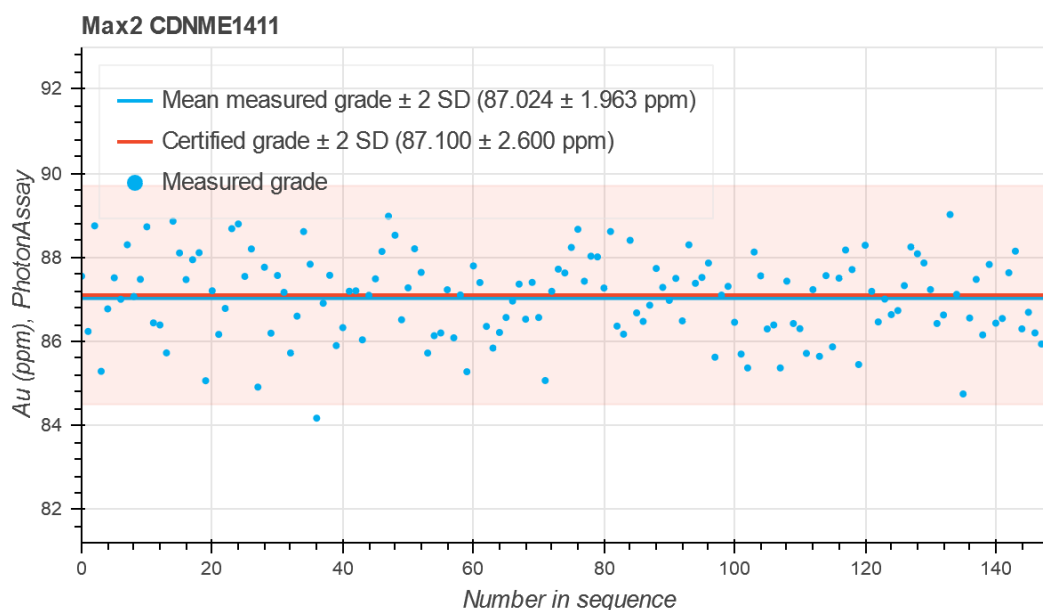


Figure 3. Graphique de performance du processus pour le CRM à haute teneur CDNME1411 (teneur en or de 87,1 ppm). Les deux limites d'écart-type, déterminées à partir des informations sur l'écart-type de la pyroanalyse fournies par le fournisseur du CRM, sont représentées par la bande ombrée.

Le graphique représente les mesures individuelles de la teneur en or en fonction du numéro de mesure. La zone ombrée en rouge indique les limites de ± 2 écarts-types pour les mesures de pyroanalyse communiquées par le fabricant du CRM, telles que déterminées à partir de comparaisons interlaboratoires. La teneur moyenne certifiée par pyroanalyse et la teneur moyenne déterminée par PhotonAssay™ sont représentées respectivement par des lignes rouges et bleues.

Toutes les mesures se situent dans une fourchette de $\pm 2,5$ écarts-types par rapport à la valeur moyenne obtenue par PhotonAssay™, ce qui témoigne de la stabilité et de la répétabilité du processus de mesure. L'écart-type de la méthode PhotonAssay™ est légèrement inférieur à celui rapporté pour les mesures par pyroanalyse, une observation qui vaut généralement pour les CRM dont la teneur est de l'ordre de quelques ppm ou supérieure. Pour des teneurs inférieures à 1-2 ppm, la précision de la méthode PhotonAssay™ est généralement similaire, voire inférieure, à celle de la pyroanalyse en raison de la limite de détection plus élevée de la technique PhotonAssay™.

Comparaison entre PhotonAssay™ et la pyroanalyse : programme d'essais en usine

La méthode la plus simple et la plus directe pour évaluer les performances de PhotonAssay™ sur des minerais réels consiste à comparer les résultats à ceux d'une méthode d'analyse existante largement utilisée et reconnue, à savoir la pyroanalyse. Une évaluation préliminaire a été réalisée lors des premiers essais en usine du premier système PhotonAssay™, à partir de matériaux fournis par des producteurs d'or issus de diverses exploitations minières australiennes et internationales.

Le programme d'essais en usine a été organisé et mené par le personnel de Chrysos. Des séries d'échantillons ont été demandées tant à de grands producteurs d'or internationaux qu'à de petites entreprises australiennes. Les participants au programme d'essais ont été invités à fournir environ 50 échantillons d'une masse de 1 kg, issus de matériaux choisis à leur discrétion.

L'interprétation de ces critères a varié considérablement, et les séries d'échantillons reçues comprenaient généralement entre 20 et plusieurs centaines d'échantillons, dont les masses allaient d'environ 0,5 kg à plusieurs kilogrammes. Les matériaux reçus allaient de poudres finement broyées (y compris des matériaux de référence) à des roches grossières, et comprenaient des minerais, des stériles et des matériaux de traitement (voir Figure 4). Au total, environ 1 500 aliquotes d'échantillons ont été préparées et analysées.



Figure 4. Échantillons utilisés dans le programme d'essais en usine, placés dans des récipients standard de 100 mm de diamètre ; fragments grossiers (à gauche) et pulpes de traitement séchées (à droite). Les couvercles ont été retirés pour montrer le contenu.

En règle générale, les matériaux ont été échantillonnés tels qu'ils ont été reçus, jusqu'à épuisement, dans des récipients d'échantillonnage standard PhotonAssay™, qui ont ensuite été scellés et munis d'un code-barres. Le nombre de bocaux utilisés a été adapté à la quantité de chaque échantillon.

Tous les échantillons ont fait l'objet d'analyses à l'aveugle et les résultats ont été envoyés aux entreprises participantes. Ces dernières ont organisé des analyses conventionnelles des

échantillons et ont ensuite fourni ces résultats à Chrysos afin de les comparer avec ceux obtenus par PhotonAssay™.

Figure 5 présente une comparaison des résultats obtenus par PhotonAssay™ et par pyroanalyse pour deux séries d'échantillons présentant des caractéristiques contrastées. Dans les deux cas, les mesures par PhotonAssay™ et par pyroanalyse ont été effectuées sur des aliquotes d'échantillons différentes, ce qui signifie que les comparaisons de résultats tiennent compte à la fois des erreurs instrumentales et des erreurs d'échantillonnage.

Les échantillons provenant du gisement A ont été fournis sous forme de poudre finement broyée. Ils proviennent d'une exploitation aurifère péruvienne à ciel ouvert de grande envergure, présentant une minéralisation finement disséminée. Environ 1 kg de chacun des 22 échantillons a été fourni, soit une quantité suffisante pour remplir 2 à 4 bocal Chrysos. Les échantillons ont également été analysés par pyroanalyse, avec 4 mesures répétées.

Les échantillons provenant du gisement B ont été fournis sous forme de fragments de roche. Ils provenaient d'une mine souterraine à haute teneur située dans l'État de Victoria, en Australie. Le gisement contient une quantité importante d'or grossier et visible. Environ 0,5 kg de chacun des 103 échantillons a été reçu, soit une quantité suffisante pour préparer un seul bocal à partir de chaque échantillon. Les échantillons ont été analysés séparément par pyroanalyse (charges de 25 g et 50 g) et par pyroanalyse sur tamis.

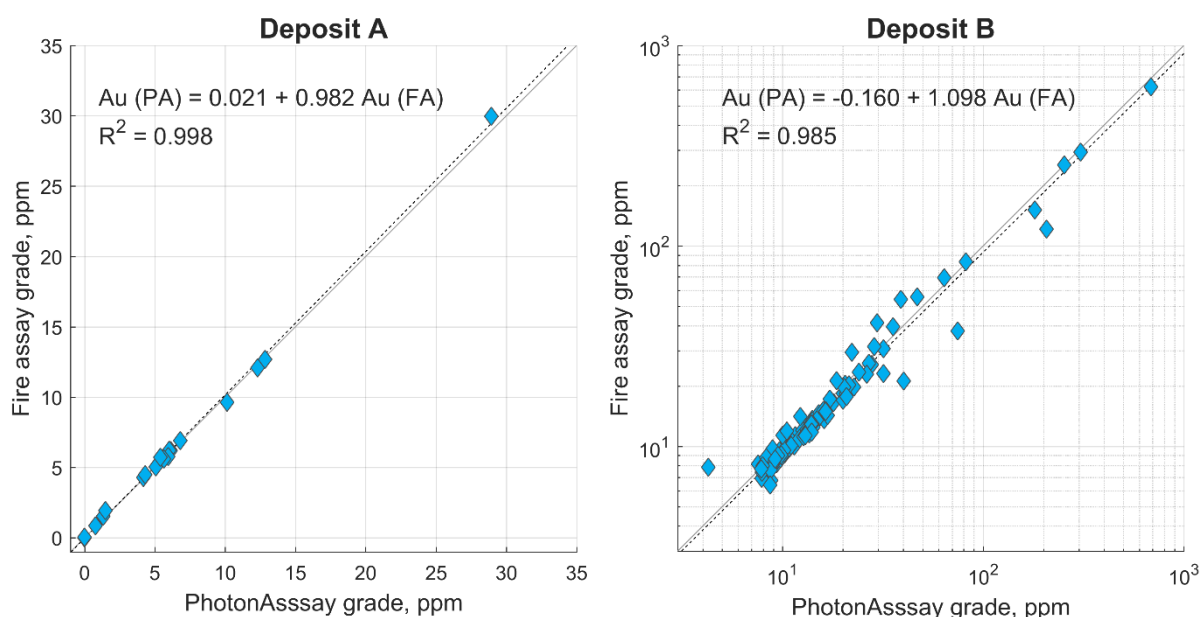


Figure 5. Comparaison des résultats du PhotonAssay™ et de la pyroanalyse pour des échantillons provenant de gisements au Pérou (A) et à Victoria, en Australie (B).

Le graphique de gauche de la Figure 5 compare les résultats obtenus par PhotonAssay™ et par pyroanalyse pour le gisement péruvien. Les teneurs en or mesurées par PhotonAssay™ correspondent à la moyenne des résultats obtenus à partir de 2 à 4 bocal préparés à partir de chaque échantillon, tandis que les résultats de la pyroanalyse correspondent à la moyenne des 4 mesures répétées. La corrélation entre ces deux méthodes d'analyse est extrêmement bonne. Le graphique de droite de la Figure 5 compare les résultats obtenus par PhotonAssay™

et par pyroanalyse sur tamis pour le gisement de Victoria. Compte tenu de la large gamme de concentrations que couvre cet ensemble d'échantillons, dont les valeurs vont de quelques ppm à près de 700 ppm, une échelle logarithmique est utilisée pour ce graphique.

En raison de la difficulté à échantillonner ce matériau, la dispersion entre les deux méthodes d'analyse est nettement plus importante, mais la corrélation globale reste forte. La concordance entre les résultats du PhotonAssay™ et ceux obtenus par pyroanalyse sur échantillons tamisés ($R^2 = 0,985$) est meilleure que celle observée avec les pyroanalyses traditionnelles de 25 g et 50 g ($R^2 = 0,946$ et $R^2 = 0,951$ respectivement), ce qui indique que l'utilisation d'une masse d'échantillon plus importante est particulièrement avantageuse pour ce gisement.

Ces deux séries d'échantillons ont été sélectionnées pour illustrer l'éventail des niveaux de concordance observés entre la méthode PhotonAssay™ et la pyroanalyse. Des niveaux de concordance similaires ont été observés pour les autres échantillons étudiés au cours du programme d'essais en usine, ce qui indique que la méthode PhotonAssay™ est globalement adaptée à l'analyse d'un large éventail de types de gisements.

Comparaison entre le PhotonAssay™ et la pyroanalyse : programme d'essais de Perth

Une fois l'unité PhotonAssay™ installée et mise en service à Perth, un programme d'essais approfondi a été élaboré et mené en collaboration avec le personnel de MinAnalytical Laboratory Services à Perth, en Australie-Occidentale. Les échantillons provenaient de diverses exploitations aurifères australiennes et les effets des différents protocoles de préparation des échantillons et d'échantillonnage ont été étudiés en détail.

Les échantillons provenaient de 10 sites de forage différents en Australie, exploités par 7 sociétés distinctes. Au total, plus de 10 000 aliquotes ont été préparées à partir de plus de 1 200 échantillons bruts uniques.

Les échantillons ont été séchés dès leur réception lorsque cela était nécessaire, puis préparés de différentes manières par concassage et pulvérisation afin d'étudier l'impact de différentes tailles maximales de particules sur les erreurs d'échantillonnage et la précision des analyses. Des aliquotes destinées à l'analyse par PhotonAssay™ ont été prélevées à partir des matériaux préparés présentant jusqu'à quatre tailles maximales de particules différentes :

- échantillons « RAW », préparés à partir du matériau tel qu'il a été reçu ;
- granulométrie maximale de 15 mm, le matériau tel que reçu ayant été passé dans un concasseur à mâchoires ;
- granulométrie maximale de 2-3 mm, obtenue en passant le matériau de fraction de 15 mm dans un concasseur Boyd ;
- granulométrie maximale de 75 µm, préparée par pulvérisation du matériau de fraction de 2-3 mm à l'aide d'un broyeur LM5.

Une quantité suffisante de matériau a été prélevée pour remplir un bocal PhotonAssay™ standard de 320 ml. La masse de ces aliquotes varie généralement entre 500 et 600 g pour les



matériaux bruts, concassés à 15 mm et à 2-3 mm, et à 350 g pour les matériaux pulvérisés. Les aliquotes destinées à la pyroanalyse, utilisées pour les mesures comparatives, ont toujours été prélevées à partir de matériau pulvérisé de 75 μm .

Deux types principaux d'échantillons ont été reçus : des carottes de forage (DC) et des déblais de roche issus de la circulation inverse (RC). Certains matériaux ont également été fournis sous forme de rejets d'une taille maximale de 2 à 3 mm provenant d'échantillons préparés dans d'autres laboratoires. Figure 6 et Figure 7 illustrent les matériaux DC et RC tels qu'ils ont été reçus, puis après préparation et chargement dans les bocal d'échantillonnage PhotonAssay™.

Différents protocoles de préparation et d'échantillonnage ont été mis au point afin d'étudier divers aspects des performances de la technologie PhotonAssay™. Ceux-ci sont décrits plus en détail ci-dessous.



Figure 6. (À gauche) Échantillons de carottes séchés dans des plateaux. (À droite) Bocal « PhotonAssay™ » contenant le matériau de la carotte après concassage jusqu'à une granulométrie maximale d'environ 2 à 3 mm. (Crédit photo de la carotte : MinAnalytical Laboratory Services.)



Figure 7. (À gauche) Plateaux de déblais issus d'un forage RC. (À droite) Bocaux PhotonAssay™ contenant des échantillons de carottes après concassage à une granulométrie maximale d'environ 2 à 3 mm. (Crédit photo des plateaux de déblais : MinAnalytical Laboratory Services.)

Analyse d'aliquotes identiques à l'aide du PhotonAssay™ et de la pyroanalyse

Comme PhotonAssay™ est une méthode d'analyse non destructive qui ne modifie ni physiquement ni chimiquement l'échantillon, il est possible d'effectuer plusieurs mesures à partir d'une même aliquote physique. Cela permet d'éviter ou de minimiser les problèmes liés au prélèvement de différentes aliquotes à partir d'un échantillon brut d'origine.

Des échantillons provenant de l'un des sites de forage ont été sélectionnés et soumis au protocole d'échantillonnage et de mesure suivant :

- Le matériau a été concassé jusqu'à obtenir une granulométrie maximale de 2 à 3 mm ;
- Deux aliquotes (environ 500 g) ont été prélevées et analysées par PhotonAssay™ ;
- Le matériau de chaque bocal PhotonAssay™ a été prélevé séparément, broyé à 75 microns, transvasé dans deux¹ bocaux et réanalysé à l'aide de PhotonAssay™ ;
- Une quantité suffisante de matériau pulvérisé a été prélevée dans chaque bocal pour effectuer une pyroanalyse.

Ce protocole permet d'effectuer des comparaisons directes entre les analyses par PhotonAssay™ réalisées sur des échantillons dont la taille maximale est de 2 à 3 mm et de 75 microns, ainsi qu'entre les analyses par PhotonAssay™ et par pyroanalyse. Figure 8 présente ces comparaisons, en représentant graphiquement le rapport entre deux déterminations de la teneur en or pour chaque échantillon en fonction de la teneur déterminée par pyroanalyse.

¹ Le broyage réduit la densité apparente effective du minerai, ce qui signifie qu'il faut deux bocaux d'échantillonnage pour contenir une quantité de matière qui tenait auparavant dans un seul bocal.

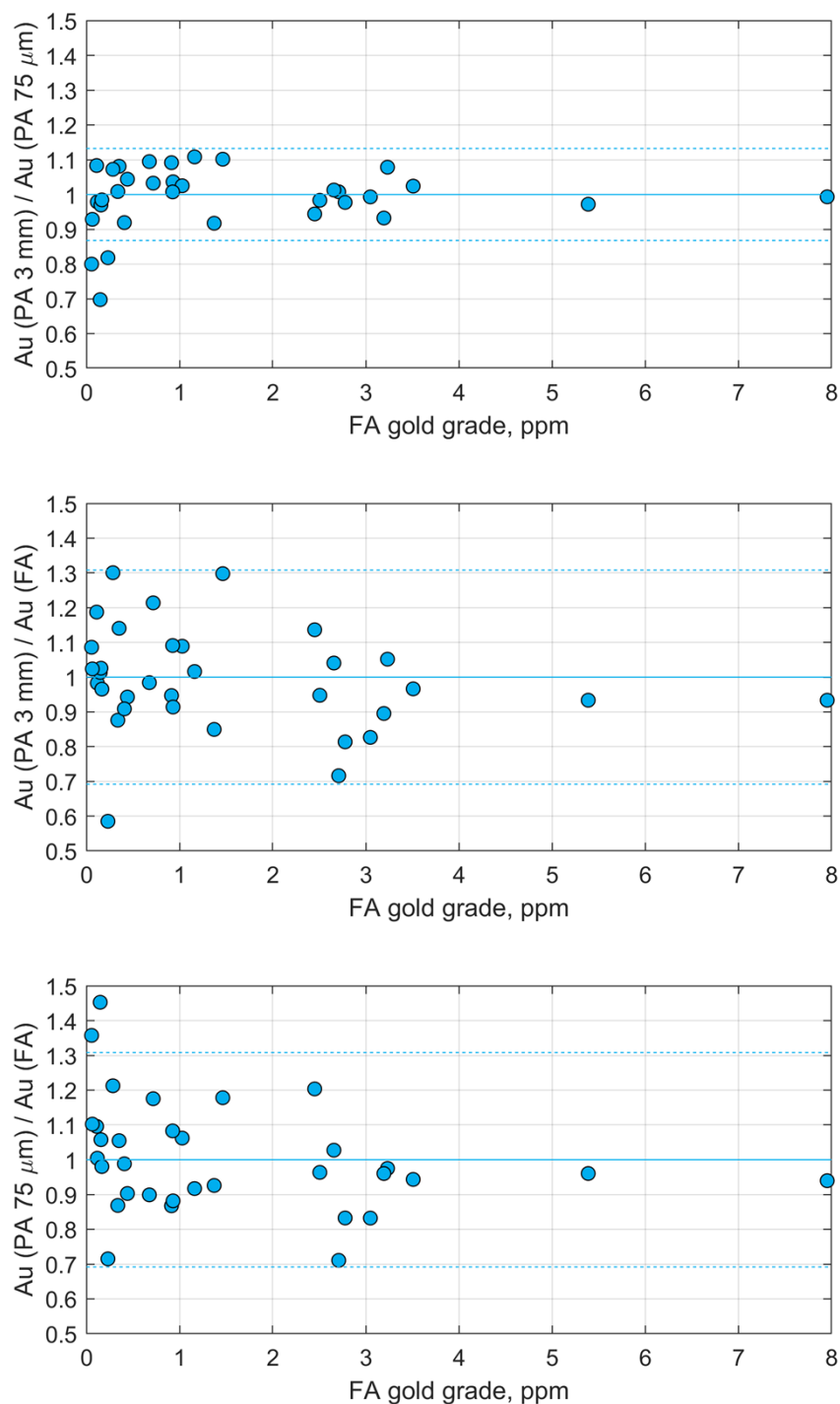


Figure 8. Comparaison des analyses par PhotonAssay™ et par pyroanalyse réalisées sur la même aliquote de matériau. (En haut) Rapport entre les résultats PhotonAssay™ obtenus sur du minéral de taille maximale de 3 mm et sur le même matériau après broyage à 75 microns. (Au milieu) Rapport entre les résultats PhotonAssay™ (taille maximale de 3 mm) et ceux de la pyroanalyse. (En bas) Rapport entre les résultats obtenus par PhotonAssay™ (fraction de 75 microns) et ceux obtenus par pyroanalyse. Les lignes pleines et pointillées indiquent respectivement le rapport unitaire et les limites de ± 2 écarts-types.

Le graphique du haut compare les résultats obtenus par PhotonAssay™ pour des échantillons d'une granulométrie maximale de 3 mm et de 75 microns. Les données relatives à la granulométrie maximale de 3 mm correspondent à la moyenne des mesures effectuées sur les deux aliquotes prélevées sur chaque échantillon ; celles relatives à la granulométrie maximale

de 75 microns correspondent à la moyenne des mesures effectuées sur les 4 aliquotes obtenues après broyage. La différence relative moyenne entre les deux mesures est d'environ 6 % (1 écart-type), principalement due à l'erreur instrumentale pour les échantillons à faible teneur (concentration en Au < 0,5 ppm). La valeur moyenne du rapport de teneur, $0,992 \pm 0,016$, est compatible avec l'unité.

Le graphique du milieu compare les résultats obtenus par PhotonAssay™ à partir de matière d'une granulométrie maximale de 3 mm à ceux obtenus par pyroanalyse. Les données issues de la pyroanalyse correspondent à la moyenne des résultats obtenus pour les 4 échantillons prélevés dans les bocalux contenant la matière pulvérisée. On observe une plus grande dispersion dans le rapport des teneurs des échantillons, d'environ 15 % (1 écart-type). La comparaison des quatre mesures par pyroanalyse réalisées sur chaque échantillon d'origine indique que la dispersion du rapport PhotonAssay™/pyroanalyse est principalement due au prélèvement de petites aliquotes (50 g) destinées à la pyroanalyse à partir d'aliquotes PhotonAssay™ beaucoup plus importantes. Les lignes pointillées indiquent les erreurs d'échantillonnage estimées à ± 2 écarts-types. Là encore, la valeur moyenne du rapport de teneur ($0,991 \pm 0,026$) est proche de l'unité.

Enfin, le graphique du bas compare les résultats déterminés par PhotonAssay™ à partir de matière pulvérisée (granulométrie maximale de 75 microns) à ceux obtenus par pyroanalyse. On observe une dispersion similaire, avec un écart-type de 16 %, qui est là encore principalement due à l'échantillonnage des aliquotes destinées à la pyroanalyse à partir de l'échantillon PhotonAssay™ plus volumineux. La valeur moyenne du rapport de teneur est de $1,004 \pm 0,028$.

Ces résultats indiquent que l'analyse par PhotonAssay™ n'est pas influencée par la taille maximale des particules de l'échantillon dans une plage comprise entre 75 microns et 2 à 3 mm. De plus, les résultats obtenus par PhotonAssay™ concordent bien avec ceux obtenus par la méthode de la pyroanalyse. La dispersion des rapports entre les teneurs déterminées par PhotonAssay™ et par pyroanalyse s'explique principalement par les erreurs introduites lors du prélèvement des aliquotes destinées à la pyroanalyse à partir des échantillons PhotonAssay™ plus volumineux.

Comparaison des analyses effectuées sur différentes aliquotes d'échantillon

Après avoir vérifié la cohérence des techniques PhotonAssay™ et de la pyroanalyse lorsqu'elles sont appliquées à des aliquotes d'échantillons identiques, des mesures supplémentaires ont été effectuées sur différentes aliquotes prélevées à partir d'un grand échantillon brut. Cela a permis de conserver tous les échantillons PhotonAssay™ en vue d'une future réanalyse si nécessaire.

Les matériaux provenant des 10 sites de forage ont été préparés et échantillonnés selon le protocole suivant. À partir de chaque échantillon brut d'origine, des aliquotes PhotonAssay™ dupliquées ont été prélevées sur le matériau tel que reçu (dont la taille maximale nominale était de 20 mm), sur le matériau concassé à 15 mm à l'aide d'un concasseur à mâchoires, sur le matériau concassé à 2-3 mm à l'aide d'un concasseur Boyd, et sur le matériau pulvérisé à 75 μm à l'aide d'un broyeur LM5. Par ailleurs, des aliquotes de 50 g ont également été prélevées



sur le matériau pulvérisé en vue d'une analyse par pyroanalyse. Figure 9 résume le protocole d'échantillonnage.

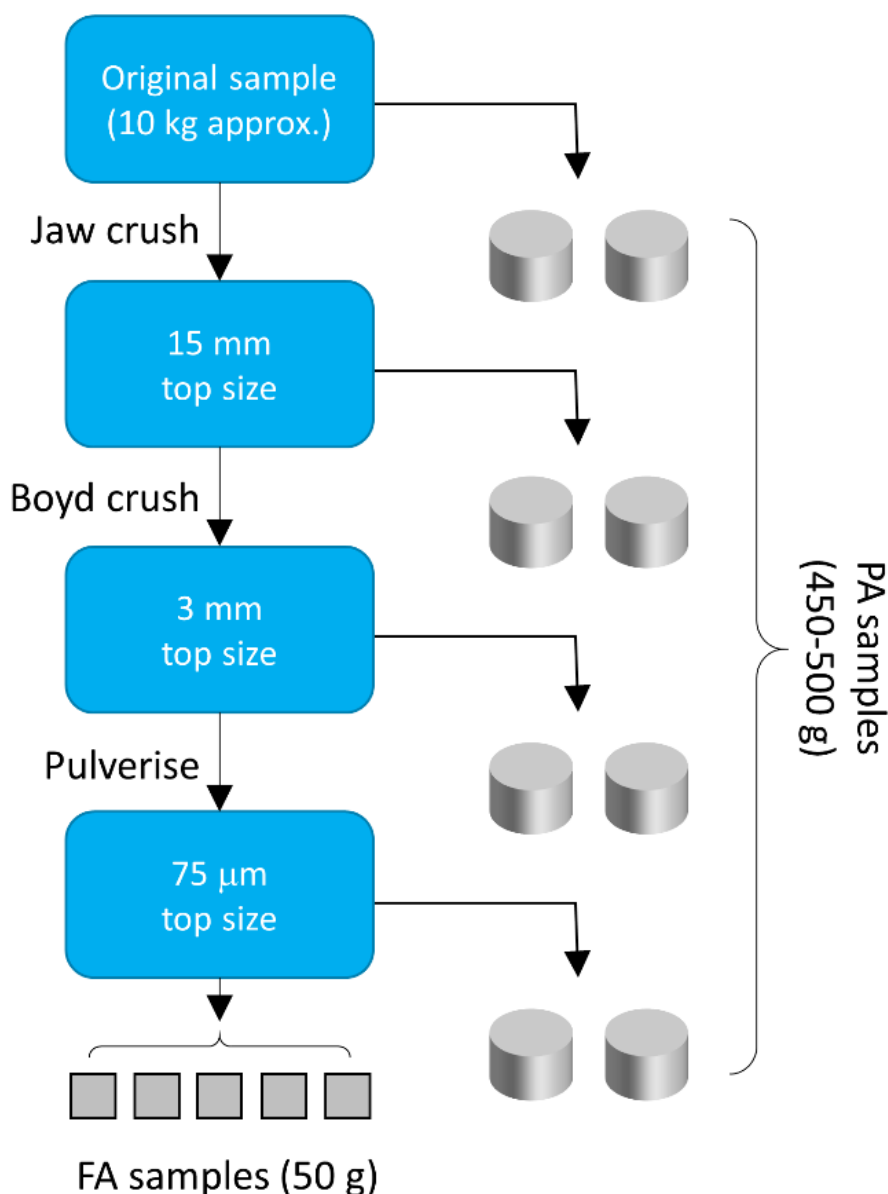


Figure 9. Schéma d'échantillonnage utilisé pour la détermination de l'erreur de répétabilité des méthodes PhotonAssay™ et de la pyroanalyse.

En règle générale, lorsque le volume de matière fournie le permettait, deux aliquotes PhotonAssay™ ont été préparées à partir de chaque échantillon pour chaque granulométrie. Cinq aliquotes destinées à la pyroanalyse ont été prélevées sur la matière pulvérisée finale et analysées pour chaque échantillon.

Figure 10 illustre la corrélation entre les mesures par pyroanalyse et celles par PhotonAssay™ pour deux séries d'échantillons types préparées respectivement à partir de carottes de forage et de matériaux issus de forage à circulation inverse. Dans les deux cas, les mesures par PhotonAssay™ ont été réalisées sur des aliquotes dont la taille maximale était de 2 à 3 mm.

La corrélation entre les résultats obtenus à l'aide des deux méthodes d'analyse est très forte ($R^2 > 0,99$), tant pour les carottes de forage que pour les matériaux de forage à circulation inverse.

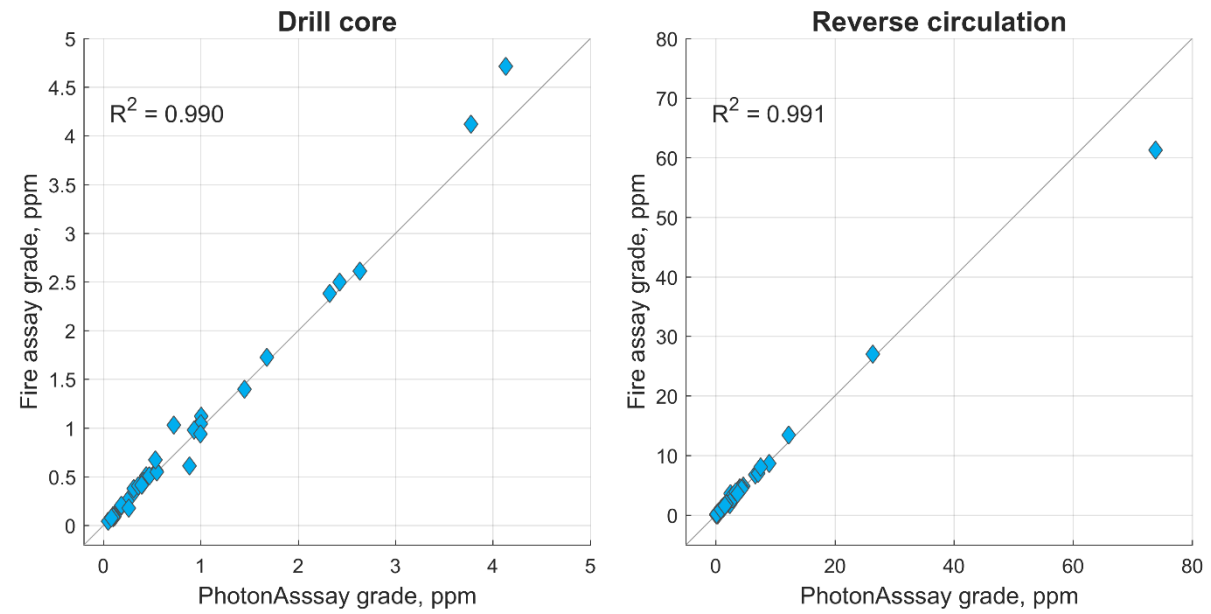


Figure 10. Graphiques de corrélation entre l'analyse par pyroanalyse et PhotonAssay™ pour les échantillons de carottes de forage (à gauche) et les échantillons de forage à circulation inverse (à droite). Les données PhotonAssay™ correspondent à la moyenne des mesures effectuées sur deux aliquotes d'une granulométrie maximale de 2 à 3 mm. Les données de pyroanalyse correspondent à la moyenne des mesures effectuées sur cinq aliquotes.

Tableau 1 résume les corrélations entre les résultats obtenus par la méthode PhotonAssay™ et ceux obtenus par pyroanalyse pour les 10 sites de forage dont les échantillons ont été reçus. Deux sites de forage (désignés A et C dans le Tableau 1) ont présenté des résultats statistiquement différents et très variables pour les échantillons bruts (RAW) et les échantillons dont la taille maximale est de 15 mm. Cependant, les résultats obtenus par PhotonAssay™ à partir d'échantillons dont la taille maximale est de 2 à 3 mm et de 75 µm ont systématiquement montré une très bonne concordance avec les mesures par pyroanalyse.

Tableau 1. Corrélations (valeurs de R^2 ajustées multipliées par 100) entre les mesures de teneur en or par pyroanalyse et par PhotonAssay™ pour des séries d'échantillons prélevés sur 10 sites de forage australiens.

Site de forage*	Type d'échantillon**	Fraction granulométrique des aliquotes PhotonAssay™			
		RAW	15 mm	2-3 mm	75 µm
A	RC	79,4	81	97,8	96,7
B	RC	NR	NR	NR	99,1
C	DC	NR	13,1	85,1	98,9
D	Umpire	NR	NR	88,3	98,3
E	DC	NR	98,2	99,1	99,8
F	RC	97,8	98,6	98	99,2
G	RC	99,9	99,2	99,7	99,9



H	DC	NR	95,4	98,6	NR
I	DC	NR	NR	97,1	99,8
J	Umpire	NR	NR	82,4	NR

* Les codes des sites de forage ont été modifiés de manière aléatoire dans le présent rapport afin de préserver l'anonymat du client.

**RC = forage à circulation inverse ; DC = carotte de forage ; Umpire = rejets de 2 à 3 mm provenant d'un autre laboratoire.

Figure 11 propose une présentation alternative des résultats des carottes de forage indiqués dans le graphique de gauche de la Figure 10, montrant la répartition des teneurs mesurées obtenues à l'aide de la méthode PhotonAssay™ sur des aliquotes brutes, de 15 mm, de 2 à 3 mm et de 75 µm (taille maximale), ainsi qu'à l'aide de la pyroanalyse.

Les résultats obtenus à l'aide des différentes méthodes d'analyse ont été soumis à deux tests statistiques : un test t de Student classique et un test de Tukey-Kramer. Bien que plus largement utilisé, le test t de Student repose sur des hypothèses concernant les ensembles de données qui peuvent ne pas être vérifiées dans la pratique, notamment que les valeurs des données sont distribuées normalement et que les différentes méthodes d'analyse aboutissent à des écarts-types similaires. Le test de Tukey-Kramer n'exige pas que ces hypothèses soient vérifiées pour être considéré comme valide. Les résultats des deux tests indiquent qu'il n'existe aucune différence statistiquement significative entre les différentes méthodes d'analyse.

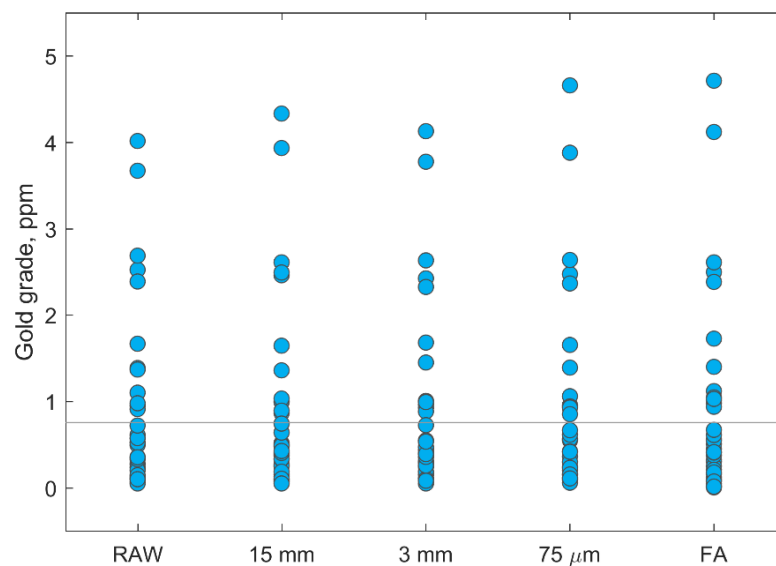


Figure 11. Répartition des teneurs en or mesurées par PhotonAssay™ sur différentes fractions granulométriques (RAW, 15 mm, 3 mm et 75 microns) et par pyroanalyse sur des échantillons de 75 microns. La ligne horizontale indique la teneur moyenne.

Tableau 2 résume les moyennes et les variances des distributions de teneurs pour 4 sites de forage RC et 4 sites de forage DC en Australie, telles que déterminées par pyroanalyse et PhotonAssay™ sur des aliquotes de taille maximale de 2 à 3 mm. On observe une excellente concordance, aucune différence statistiquement significative n'ayant été constatée entre les résultats d'analyse obtenus à l'aide des deux méthodes. En particulier, la comparaison des

teneurs moyennes observées à l'aide des deux techniques indique qu'il n'existe aucun biais systématique entre les résultats du PhotonAssay™ et ceux de la pyroanalyse.

Évaluation de la répétabilité de la méthode PhotonAssay™ et de la pyroanalyse

Les résultats présentés dans la section précédente démontrent que la méthode PhotonAssay™ fournit des résultats d'analyse de l'or qui concordent bien avec ceux obtenus par pyroanalyse. De plus, la qualité de la concordance s'améliore à mesure que la taille des particules des échantillons PhotonAssay™ diminue.

Tableau 2. Moyennes et variances des distributions de teneurs en or mesurées par PhotonAssay™ et par pyroanalyse pour 4 séries d'échantillons de circulation inverse et 4 séries d'échantillons de carottes de forage prélevés sur des sites de forage australiens.

Site de forage*	Type d'échantillon**	Pyroanalyse (75 µm)			PhotonAssay™ (2-3 mm)		
		N	Moyenne	Variance	N	Moyenne	Variance
A	RC	36	4,39	9,2	36	4,35	8,3
B	RC	75	2,99	15,8	75	3,02	15,4
C	RC	56	1,40	2,4	56	1,40	2,1
D	RC	35	6,60	158,0	35	6,72	176,6
E	DC	37	0,89	1,2	37	0,87	1,1
F	DC	81	3,04	55,7	81	3,18	78,3
G	DC	53	4,62	110,9	53	4,66	98,4
H	DC	20	3,97	14,9	20	3,84	14,1

* Les codes des sites de forage sont modifiés de manière aléatoire dans le présent rapport afin de préserver l'anonymat du client.

**RC = forage à circulation inverse ; DC = carotte de forage ; Umpire = rejets de 2 à 3 mm provenant d'un autre laboratoire.

Ce que cette comparaison directe des deux mesures ne permet pas de faire, c'est de déterminer la source d'éventuels écarts, ou en d'autres termes, de distinguer les erreurs d'échantillonnage et d'analyse pour ces deux méthodes d'analyse.

La répétition des mesures sur un même échantillon constitue une approche permettant d'estimer l'ampleur de ces erreurs et leur dépendance vis-à-vis de la méthode de préparation des échantillons. Si plusieurs aliquotes de matériau sont préparées de manière indépendante et mesurées séparément, la comparaison des résultats d'analyse de ces aliquotes fournit une estimation des erreurs combinées d'échantillonnage et d'instrumentation.

Pour chaque série d'échantillons prélevés sur un site de forage, la valeur quadratique moyenne (RMS) de l'écart-type relatif de la teneur en or mesurée est calculée à la fois pour la pyroanalyse

et pour le PhotonAssay™; lorsque les données PhotonAssay™ ont été recueillies pour différentes tailles de particules, une valeur RMS de l'écart-type relatif est alors déterminée pour chacune d'entre elles. L'écart-type relatif est calculé en pourcentage de la teneur mesurée. La RMS de l'écart-type relatif fournit alors une estimation de l'erreur relative combinée d'échantillonnage et d'instrumentation pour les matériaux de la série. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3 pour les séries d'échantillons provenant de huit sites de forage distincts.

Les colonnes indiquent la valeur RMS des écarts-types relatifs pour les mesures PhotonAssay™ à quatre tailles de particules différentes, ainsi que pour les mesures standard par pyroanalyse sur 50 g. Les échantillons dont la teneur est inférieure à 0,1 ppm ont été exclus des calculs de l'écart-type et de la médiane, car les erreurs importantes liées aux échantillons à très faible teneur, proches de la limite de détection de l'instrument, dominent le calcul de la valeur RMS et masquent la tendance de répétabilité en fonction de la taille des particules.

Il convient de noter que toutes les aliquotes destinées à la pyroanalyse ont été prélevées dans le même récipient contenant le minerai pulvérisé. Ainsi, la variation entre les résultats de ces aliquotes reflète les erreurs liées à l'échantillonnage du minerai pulvérisé, mais pas les erreurs d'échantillonnage « en amont » résultant des processus antérieurs de concassage et de fractionnement utilisés pour obtenir une masse d'échantillon adaptée à la pulvérisation. Les valeurs de l'écart-type relatif de la pyroanalyse présentées constituent une limite inférieure de la répétabilité totale de la pyroanalyse.

Tableau 3. Erreurs moyennes de répétabilité (contributions liées à l'échantillonnage et à l'instrumentation) pour des séries d'échantillons prélevés sur 8 sites de forage australiens où des mesures PhotonAssay™ ont été effectuées à partir de matériaux présentant au moins deux tailles maximales de particules différentes. L'écart-type relatif en pourcentage (moyenne quadratique) est indiqué pour les mesures PhotonAssay™ avec différentes tailles maximales de particules dans les aliquotes, ainsi que pour les mesures par pyroanalyse (estimation basse, sans tenir compte des erreurs d'échantillonnage lors du concassage et du fractionnement). Le nombre d'échantillons d'origine est indiqué entre parenthèses.

Site de forage*	Teneur médiane	PhotonAssay™ RMS RSD				Pyroanalyse RMS RSD
		RAW	15 mm	2-3 mm	75 µm	75 µm
A	2,9 ppm	13 % (37)	15 % (37)	18 % (59)	5 % (37)	9 % (59)
B	0,6 ppm	10 % (34)	8 % (34)	9 % (34)	7 % (35)	6 % (35)
C	4,0 ppm	NR	45 % (198)	21 % (198)	12 % (8)	14 % (198)
D	3,3 ppm	NR	NR	7 % (62)	NR	5 % (80)
E	1,4 ppm	12 % (56)	9 % (55)	7 % (56)	5 % (56)	10 % (56)
F	6,9 ppm	5 % (5)	9 % (35)	6 % (35)	4 % (33)	8 % (35)
G	4,1 ppm	NR	31 % (32)	17 % (31)	NR	29 % (32)
H	3,1 ppm	NR	NR	18 % (40)	19 % (39)	21 % (41)

* Les codes des sites de forage ont été modifiés de manière aléatoire dans le présent rapport afin de préserver l'anonymat des clients.

Bien que les estimations de l'écart-type moyen (RMS) des écarts-types relatifs soient elles-mêmes sujettes à des fluctuations statistiques, en particulier pour les sites de forage où relativement peu d'échantillons ont été analysés pour une taille de particules donnée, la tendance générale des données est raisonnablement claire : la répétabilité des mesures PhotonAssay™ s'améliore à mesure que la taille maximale des particules diminue. Les huit sites de forage représentent différentes exploitations présentant une géologie et une répartition de l'or variables. Par conséquent, il n'y a pas de variation systématique de la répétabilité en fonction de la teneur médiane en or.

Pour six des huit sites de forage considérés, les erreurs de répétabilité de la méthode PhotonAssay™ obtenues à partir d'aliquotes de 500 g avec une taille maximale des particules de 2 à 3 mm sont comparables, voire meilleures, que les erreurs de répétabilité obtenues à partir d'aliquotes de 50 g par pyroanalyse. Pour les sites de forage A et C, on constate une amélioration significative de la répétabilité lorsque la taille maximale des particules de l'aliquote est réduite de 2-3 mm à 75 µm ; pour ces matériaux, une réduction de la taille maximale des particules en dessous de 2-3 mm sera probablement nécessaire pour obtenir des erreurs d'échantillonnage comparables entre le PhotonAssay™ et la pyroanalyse.

Une analyse plus détaillée de ces données est présentée en annexe, où la diminution de l'erreur de répétabilité en fonction de la taille maximale des particules est étudiée dans le cadre de la Théorie de l'Échantillonnage.

Conclusions

Des mesures comparatives de teneur ont été réalisées à l'aide de PhotonAssay™ et de la méthode par pyroanalyse sur des séries de matériaux provenant d'exploitations aurifères australiennes et internationales. Environ 1 500 aliquotes ont été mesurées lors des essais en usine du premier appareil PhotonAssay™, et 10 000 aliquotes supplémentaires ont été préparées et mesurées après l'installation sur le site de MinAnalytical Laboratory Services à Perth.

Une excellente corrélation est observée entre les mesures effectuées à l'aide des deux méthodes d'analyse, ce qui indique que PhotonAssay™ génère des résultats d'analyse cohérents avec ceux déterminés à l'aide de la méthode de la pyroanalyse, largement acceptée.

Une étude détaillée a été menée afin d'évaluer les effets de différents protocoles de préparation des échantillons. Pour la plupart des sites de forage étudiés, les matériaux issus de la circulation inverse et des carottes de forage peuvent être préparés de manière adéquate en broyant le matériau reçu jusqu'à une taille maximale de particules de 2 à 3 mm, puis en prélevant une aliquote pour PhotonAssay™ d'une masse typique de 500 g. Pour deux des sites de forage, une réduction supplémentaire de la taille des particules sera probablement nécessaire afin d'obtenir des erreurs d'échantillonnage comparables à celles de la méthode de la pyroanalyse, qui utilise des matériaux pulvérisés jusqu'à une taille maximale de 75 microns.

À la lumière des résultats déjà publiés comparant la méthode PhotonAssay™ à la méthode par pyroanalyse sur des matériaux de référence certifiés, nous constatons que la méthode PhotonAssay™ est parfaitement adaptée à l'analyse de routine de la teneur en or dans les échantillons de forage et les matériaux de traitement.

Remerciements

Chrysos tient à remercier le personnel de MinAnalytical Laboratory Services pour sa contribution substantielle au développement et à la réalisation de l'évaluation de PhotonAssay™ à Perth, ainsi que pour son aide dans le traitement et l'analyse des données.



Références et lectures complémentaires

Fallon, M., Rowley E., Du Plessis E., et al. "Confirming the Sampling, Sample Preparation and Assaying Protocols Used at Two Yilgarn Gold Deposits", Sampling Conference, 2012, p1-16.

François-Bongarçon, D. "Sampling in the Mining Industry Theory and Practice", Volume1: Course Notes, University of Witwatersrand, 1995.

François-Bongarçon, D. "Gy's Formula: Conclusions of a New Phase of Research" Australian Association of Geoscientists Proceedings, 1998, 22.

François-Bongarçon, D. and Gy P.M. "The most common error in applying 'Gy's Formula' in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor" JSAIMM, 2002, 102, p475-480.

Gy, P.M. "The sampling of broken ores--A review of principles and practice", Geological, Mining, and Metallurgical Sapling, 1973, p194-205.

Gy, P.M. "Sampling of Particulate Materials: Theory and Practice", Second Revised Edition, Elsevier, 1982.

Lyman, G. J., Rovertson, I. G., and Day T. "The Simple Facts about Sampling Gold Ores" AUSIMM Operators' Conference, 2016, p1-14.

Minitt, R.C.A, Rice, P.M., and Spangenberg, C. "Part 1: Understanding the components of the fundamental sampling error: a key to good sampling practice", JSAIMM, 2007, 107, p505-511.

Minitt, R.C.A, Rice, P.M., and Spangenberg, C. "Part 2: Experimental calibration of sampling parameters K and alpha for Gy's formula by the sampling tree method", JSAIMM, 2007, 107, p513-518.

Minnitt, R.C.A and Assibey-Bonsu, W. "A comparison between the duplicate series analysis method and the heterogeneity test as methods for calculating sampling constants, K and alpha" JSAIMM, 2010, 110, p251-268.

Tickner et al, "Improving the sensitivity and accuracy of gamma activation analysis for the rapid determination of gold in mineral ores", Appl. Rad. Iso 122, 2017, pp28-36.



Annexe – Théorie de l'Échantillonnage pour les minerais aurifères

Introduction

Les échantillons envoyés pour analyse depuis les sites d'extraction ou de traitement de l'or ne représentent qu'une infime fraction de l'ensemble du matériau. De même, les échantillons reçus par le laboratoire d'analyse – pesant généralement plusieurs kilogrammes – doivent être réduits à une aliquote analytique adaptée à la méthode d'analyse chimique utilisée.

Nous nous concentrons exclusivement sur la deuxième étape du processus d'échantillonnage, à savoir le prélèvement de l'aliquote analytique à partir de l'ensemble des échantillons reçus par un laboratoire d'analyse. Les méthodes utilisées pour l'échantillonnage sur le terrain du matériau d'origine ne relèvent pas du champ d'application du présent rapport.

Le processus d'échantillonnage utilisé pour prélever l'aliquote analytique doit répondre à deux exigences :

- Il doit être *impartial*, ce qui signifie qu'en moyenne, la composition de l'aliquote doit correspondre à celle de l'échantillon global ; et
- il doit présenter *une faible variance*, ce qui signifie que la variation de la composition de l'aliquote par rapport à la moyenne attendue doit être aussi faible que raisonnablement possible.

Les principes régissant la réalisation d'un échantillonnage impartial sont bien établis. Étant donné que les phases minérales aurifères et stériles peuvent présenter des propriétés physiques différentes, telles que la densité, la dureté, la granulométrie, etc., les méthodes et l'équipement utilisés pour réduire le volume de l'échantillon ne doivent pas dépendre de ces paramètres.

La variation aléatoire de la composition de l'aliquote peut être paramétrée en termes d'écart-type (σ) de la distribution des compositions que l'on obtiendrait si un grand nombre d'aliquotes étaient prélevées et mesurées. Il est souvent plus pratique de travailler en termes de variance, définie comme le carré de l'écart-type.

L'équation fondamentale d'échantillonnage (Gy, 1973 et 1982) stipule que la variance (v) associée au prélèvement d'une aliquote de masse M_L à partir d'un échantillon de masse M_S dont la teneur en or est a , est donnée par la formule suivante :

$$\frac{v}{a^2} = \left(\frac{\sigma}{a}\right)^2 = k_s \left(\frac{1}{M_L} - \frac{1}{M_S}\right) \quad (1)$$

Ici, k_s est la constante d'échantillonnage qui dépend principalement de la distribution des masses des particules d'or dans le matériau échantillonné.

Dans le cas d'or finement disséminé, composé de nombreuses petites particules, la valeur de k_s est faible (Figure 12a). Dans la limite où l'or est réparti uniformément dans l'échantillon, $k_s \rightarrow 0$ et toute aliquote est parfaitement représentative de l'échantillon global. À l'inverse, lorsque l'or se présente sous la forme d'un faible nombre de grosses pépites, la valeur de k_s est élevée et la variabilité aléatoire de la composition des aliquots sera importante (Figure 12b). La

constante d'échantillonnage k_s , qui a pour unité celle de la masse, peut être considérée approximativement comme la masse d'échantillon contenant en moyenne une particule d'or de taille typique.

Dans la pratique, la masse de l'aliquote M_L est généralement bien inférieure à la masse de l'échantillon global M_S . La variance d'échantillonnage varie alors inversement avec la masse de l'aliquote. Plus la masse de l'aliquote augmente, plus la variance d'échantillonnage diminue ; dans le cas limite où l'échantillon entier est utilisé comme aliquote analytique ($M_S = M_L$), la variance est évidemment nulle.

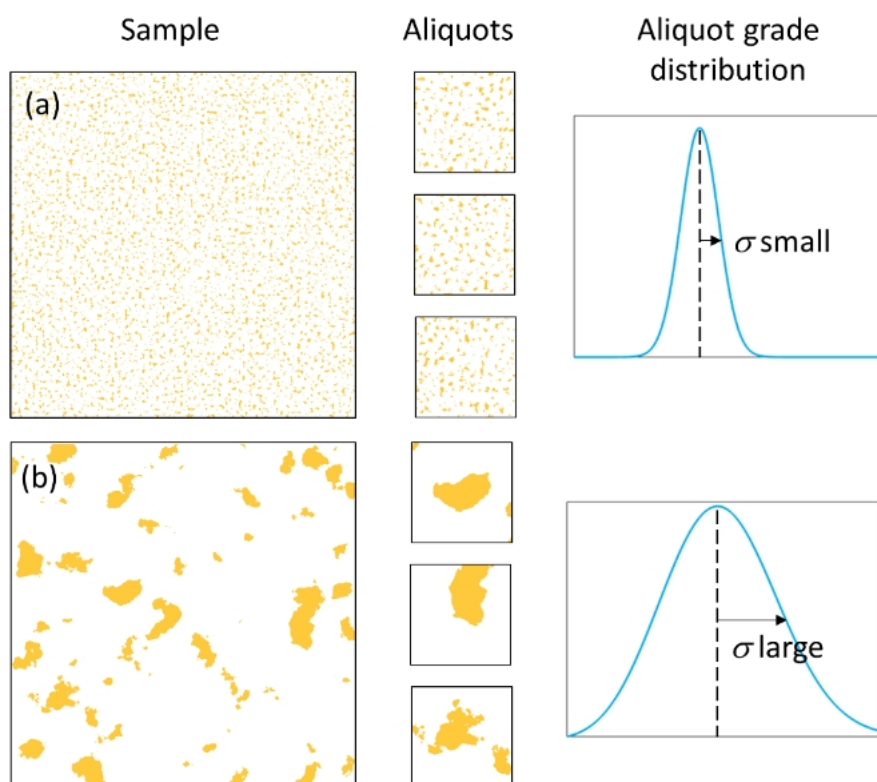


Figure 12. Illustration du prélèvement d'aliquotes à partir d'échantillons contenant de l'or finement disséminé (a) et de l'or grossièrement disséminé (b). Les distributions obtenues pour la teneur en or des aliquotes prélevées sont présentées à droite.

La Figure 13 représente l'évolution de l'écart-type de la distribution d'échantillonnage par aliquotes en fonction de la masse de l'aliquote pour une masse d'échantillon de 6 kg. L'écart-type est normalisé arbitrairement à l'unité pour une masse d'aliquote de 50 g.



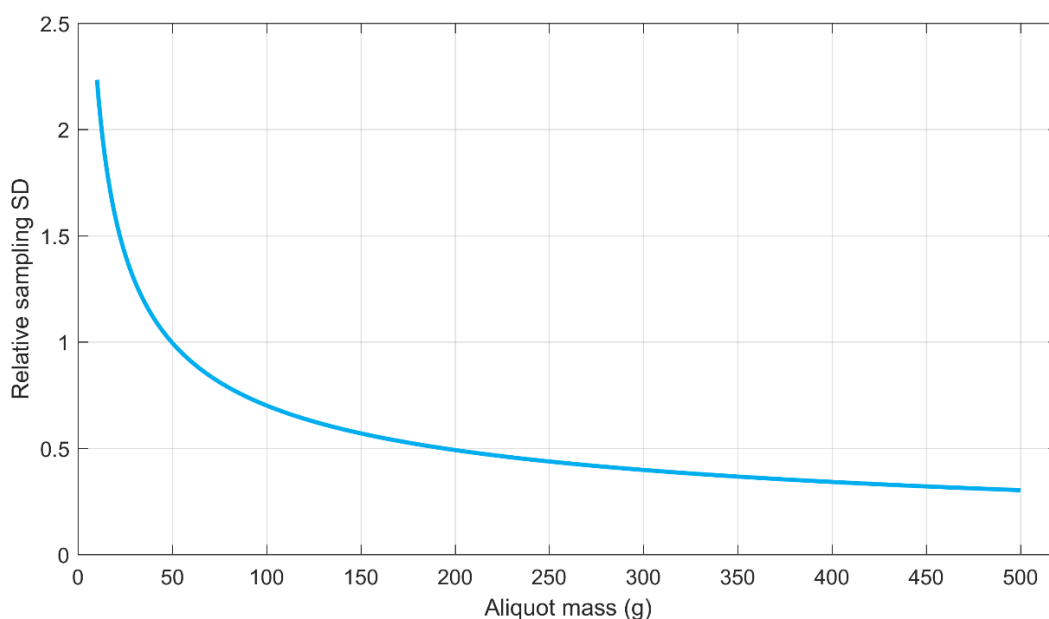


Figure 13. Variation de l'écart-type de la distribution de la teneur des aliquotes échantillonnées en fonction de la masse de l'aliquote.

Figure 13 montre que l'augmentation de la masse de l'aliquote de 50 g (valeur typique pour la pyroanalyse) à 500 g (valeur typique pour le PhotonAssay™) réduit l'erreur d'échantillonnage pour un matériau donné de plus d'un facteur 3, l'écart-type relatif passant de 1,0 à 0,30. Ce calcul part du principe que la même méthode de préparation d'échantillon est utilisée tant pour le PhotonAssay™ que pour la pyroanalyse.

Impact de la réduction de la taille des particules

Les échantillons reçus au laboratoire d'analyse en provenance de mines ou de programmes d'exploration ne se prêtent généralement pas à un échantillonnage direct pour la pyroanalyse. Le matériau peut se présenter sous la forme d'une carotte de forage, ou présenter une granulométrie trop importante pour permettre une réduction aisée en une aliquote de 50 g. Si l'or présent dans les échantillons est grossier, ou aggloméré en filons ou autres structures, la constante d'échantillonnage k_s peut également être trop élevée pour permettre un échantillonnage avec une variance raisonnable.

Pour surmonter ces difficultés, le matériau subit généralement une ou plusieurs étapes de réduction de la granulométrie. L'objectif de ces étapes est de réduire la granulométrie globale du matériau afin de faciliter le sous-échantillonnage et, si possible, de réduire la constante d'échantillonnage en diminuant la taille des particules d'or. En règle générale, pour la préparation d'aliquotes destinées à la pyroanalyse, le matériau peut être :

- concassé grossièrement jusqu'à une granulométrie d'environ 15 mm ;
- concassé finement jusqu'à obtenir une granulométrie dont 95 % passent au tamis de 2 à 3 mm, puis soumis à un sous-échantillonnage jusqu'à obtenir une masse d'environ 3 kg ;
- pulvérisé de manière à ce que 85 % des particules aient une taille inférieure à 75 µm, avant le prélèvement de l'aliquote finale de 50 g.

La question de savoir comment la constante d'échantillonnage k_s varie en fonction des différentes méthodes de préparation des échantillons – et en particulier, en fonction de la réduction de la taille maximale des particules du matériau – est complexe et fait l'objet de nombreux débats. Pierre Gy, largement reconnu comme l'un des fondateurs de la Théorie de l'Échantillonnage, a décrit l'échantillonnage comme « un processus aléatoire susceptible d'introduire des erreurs, comme c'est le cas en analyse chimique » (Gy, 1979).

La Théorie de l'Échantillonnage de Gy fournit une estimation de la constante d'échantillonnage pour un matériau donné lorsque des procédures d'échantillonnage correctes sont suivies, à savoir :

$$k_s = fglcd^3 \quad (2)$$

où f est le facteur de forme des particules (valeur typique de 0,5)

g est le facteur de plage granulométrique ou de granularité (généralement fixé à 0,25 pour les matériaux bruts et ceux dont la taille maximale est de 15 mm, à 0,5 pour ceux dont la taille maximale est de 2 à 3 mm, et à 0,75 pour les matériaux pulvérisés)

l est le facteur de libération

c est le facteur de composition minéralogique, donné approximativement par la densité du métal (19,3 g/cm³ pour l'or) divisée par la teneur de l'échantillon (par exemple 10⁻⁶ pour un échantillon à 1 ppm)

d est la taille typique des particules

Tous les paramètres figurant du côté droit de l'équation (2) dépendent des masses, des compositions et des distributions granulométriques des particules échantillonnées, et constituent donc des propriétés intrinsèques du matériau échantillonné.

Une interprétation naïve de l'équation (2) suggérerait que la constante d'échantillonnage diminue proportionnellement au cube du diamètre des particules ; ainsi, réduire la taille maximale des particules de l'échantillon de 2-3 mm à 75 µm devrait améliorer considérablement le processus d'échantillonnage.

Cependant, comme l'ont souligné François-Bongarçon & Gy (2002), le facteur de libération dépend lui-même fortement de la taille des particules. Ce facteur varie entre 0 et 1 et indique si le procédé utilisé pour réduire la taille des particules du matériau en vrac est également capable de « libérer » ou de séparer les particules d'or de leur gangue. Lorsque la taille maximale des particules du matériau est importante par rapport à la « distance de libération » – c'est-à-dire la distance typique entre les particules d'or –, la réduction de cette taille maximale a un effet relativement faible sur la constante d'échantillonnage. En revanche, lorsque la taille maximale des particules du matériau est plus petite, la réduction de la taille des particules tend à séparer les particules d'or les unes des autres et réduit la constante d'échantillonnage.

Divers modèles ont été proposés pour le facteur de libération (voir par exemple Gy, 1982) ; nous adoptons ici le modèle empirique simple de François-Bongarçon (1992) et écrivons



$$l = \left(\frac{d_l}{d}\right)^b \quad (3)$$

où d_l (la distance de libération) et b sont des paramètres empiriques à déterminer.

En combinant les équations (1), (2) et (3), on obtient

$$\frac{v}{a^2} = \left(\frac{\sigma}{a}\right)^2 = K \left(\frac{1}{M_L} - \frac{1}{M_S}\right) d^\alpha \quad (4)$$

où K est une constante unique qui intègre les contributions de f , g , c et d_l , et $\alpha = 3 - b$ rend compte de la variation de l'erreur d'échantillonnage en fonction de la taille maximale des particules du matériau. Un programme expérimental est alors nécessaire pour déterminer les valeurs de K et α pour un gisement donné.

À cette fin, nous suivons la méthode de l'arbre d'échantillonnage décrite par Minnitt et al. (2007). Cela consiste à analyser des aliquotes répliquées présentant différentes tailles maximales afin de déterminer leur teneur en or, à déduire la variance en fonction de la taille maximale, puis à ajuster les résultats pour déterminer les deux valeurs des paramètres. Idéalement, les échantillons volumineux sont fractionnés et analysés en plusieurs étapes, en commençant par le matériau tel qu'il a été reçu, puis en descendant par paliers de granulométrie de 15 mm, 2-3 mm et 75 μ m. Les valeurs ajustées de K et de α peuvent ensuite être utilisées pour déterminer l'erreur d'échantillonnage fondamentale pour toute granulométrie arbitraire d'un gisement minéral donné, ou bien pour déterminer la masse de l'échantillon ou de l'aliquote nécessaire pour atteindre une précision d'échantillonnage donnée.

Même si cette méthode est généralement utilisée pour déterminer les masses requises pour l'échantillonnage initial en mine, elle peut également servir à évaluer les erreurs liées à l'échantillonnage lors de l'application de différentes techniques d'analyse en laboratoire. Lyman (2016) suggère que la Théorie de l'Échantillonnage peut fournir des informations allant jusqu'à la taille d'une aliquote de laboratoire type.

Application à des échantillons plus volumineux

La possibilité de mesurer des échantillons plus volumineux que l'aliquote standard de 50 g pour la pyroanalyse a déjà été explorée. Par exemple, Lyman (2016) présente les résultats obtenus sur des échantillons provenant de deux gisements différents ; il constate que la réduction de la taille maximale des particules à 2-3 mm ramène la constante d'échantillonnage d'environ 40 g pour le matériau tel que reçu à environ 1-2 g. Pour une aliquote de 500 g, cela conduirait à une erreur d'échantillonnage (1 écart-type) d'environ 4 à 6 % en valeur relative.

Sur la base de ces résultats, Lyman propose un procédé de « pulvérisation et lixiviation », dans lequel des échantillons de 1 kg sont simultanément pulvérisés et lixiviés en les faisant tourner dans un broyeur spécial, en présence d'une solution de lixiviation et de corps de broyage. La solution de lixiviation est analysée par spectrométrie d'absorption atomique à flamme (FAAS) et tout or non lixivié restant en phase solide peut être analysé par pyroanalyse classique.

Le procédé de lixiviation au cyanure (ou cyanuration de l'or), mis au point pour la première fois en 1783, est bien maîtrisé et constitue une méthode fiable pour l'extraction de l'or. Cependant,



les sels de cyanure sont extrêmement toxiques et le procédé de broyage et de lixiviation génère des déchets importants. Il nécessite également un processus en deux étapes – la lixiviation suivie d’une pyroanalyse – pour obtenir une estimation quantitative de la teneur totale en or.

La méthode PhotonAssay™ offre une approche alternative pour mesurer de grandes aliquotes qui permet d’éviter ces difficultés.

Analyse des erreurs d’échantillonnage de PhotonAssay™ dans le cadre de la Théorie de l’Échantillonnage

Afin de mieux comprendre la dépendance des erreurs d’échantillonnage à la méthode de préparation des échantillons, une étude plus détaillée a été menée à partir de quatre des dix séries d’échantillons provenant de différents sites de forage en Australie-Occidentale, en Nouvelle-Galles du Sud et en Australie-Méridionale.

Pour les échantillons PhotonAssay™, l’écart-type relatif (RSD) de la teneur en or mesurée a été calculé pour chaque paire d’échantillons dupliqués prélevés à différentes tailles maximales de particules, avec une teneur moyenne supérieure à 0,5 ppm. Une correction a été appliquée pour tenir compte de l’erreur estimée de l’instrument, qui varie en fonction de la teneur en or. La valeur quadratique moyenne des résultats RSD corrigés a ensuite été calculée pour chaque taille maximale de particules et chaque série d’échantillons. Ces données fournissent une estimation de l’erreur d’échantillonnage en fonction de la taille maximale des particules et de la masse de l’aliquote.

En suivant la procédure décrite par Minnitt & Assibey-Bonsu (2010), on peut diviser l’équation 4 par le terme de masse et prendre les logarithmes pour obtenir :

$$\ln\left(\frac{M \cdot v}{a^2}\right) = \ln K + \alpha \ln d \quad (5)$$

Par conséquent, un graphique représentant la relation entre $y = \frac{M \cdot v}{a^2}$ et $x = \ln d$, où $M = \left(\frac{1}{M_L} - \frac{1}{M_S}\right)^{-1}$, devrait donner lieu à une droite dont la pente est α et l’ordonnée à l’origine $\ln K$, ce qui permet de déterminer facilement les valeurs de ces paramètres.

Figure 14 présente les résultats pour le site de forage A (36 échantillons). La réduction de la variance en fonction de la taille des particules est modeste, avec une pente de $\alpha = 0,6$. L’erreur d’échantillonnage déduite, calculée à partir de l’équation (5) pour une aliquote type de 500 g du PhotonAssay™ dont la taille maximale est de 2 à 3 mm, est d’environ 12 % ; l’erreur correspondante pour une aliquote de 50 g de la méthode par pyroanalyse dont la taille maximale est de 75 µm est de 14 %.

L’exercice a été répété pour les trois autres sites de forage participants à l’étude sur les arbres échantillons. Tableau 4 résume les résultats obtenus.

Tableau 4. Résultats des ajustements de log(variance pondérée par la masse) en fonction de log(taille des particules) pour quatre séries d’échantillons. L’erreur d’échantillonnage déduite (1 écart-type) pour des échantillons PhotonAssay™ typiques (500 g, taille maximale de 2 à 3 mm) et des échantillons typiques analysés par pyroanalyse (50 g, taille maximale de 75 mm) est également indiquée.

Site de forage*	α	K	Erreur d'échantillonnage par PhotonAssay (500 g)	Erreur d'échantillonnage par pyroanalyse (50 g)
A	0,6	14	12 %	14 %
B	0,8	2,7	5 %	4 %
C	0,6	5,7	7 %	7 %
D	0,7	3,6	6 %	5 %

* Les codes des sites de forage ont été modifiés de manière aléatoire dans le présent rapport afin de préserver l'anonymat du client.

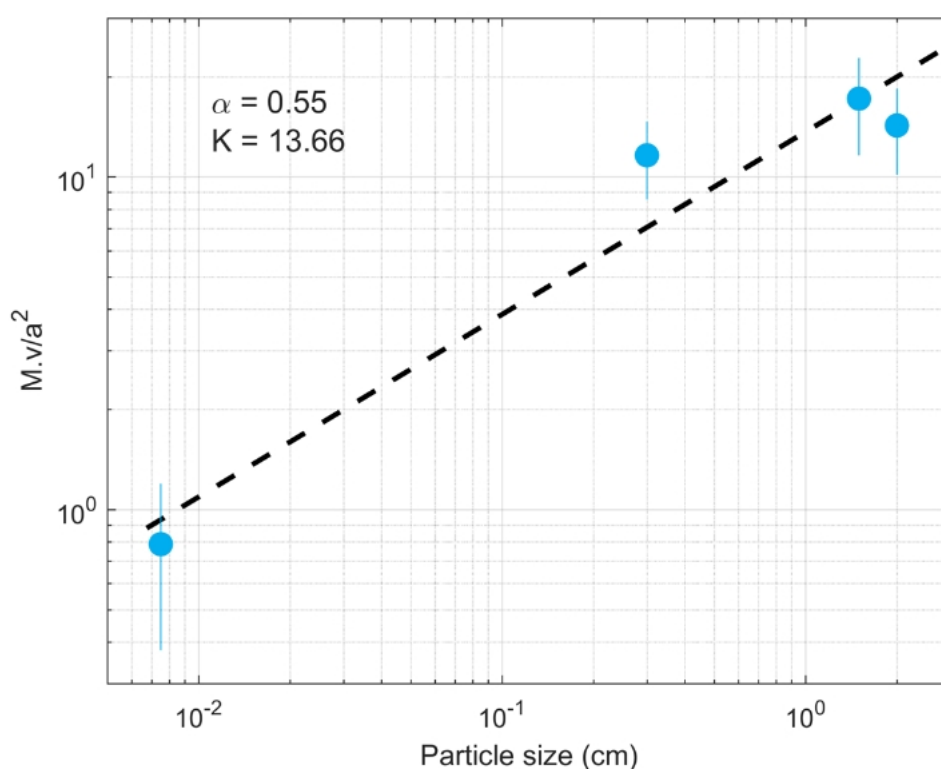


Figure 14. Graphique représentant la variance relative pondérée en masse en fonction de la taille des particules sur des échelles logarithmiques. Les paramètres d'échantillonnage α et K sont déterminés à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine $d = 1$ cm de la droite d'ajustement optimal (en pointillés).

Dans chaque cas, la réduction de l'erreur d'échantillonnage en fonction de la taille des particules est faible, avec des valeurs d' α comprises entre 0,6 et 0,8. Par conséquent, les erreurs d'échantillonnage pour des aliquotes de 500 g prélevées par PhotonAssay™ à une taille de particules de 2 à 3 mm sont généralement similaires à celles obtenues à l'aide d'aliquotes de 50 g prélevées par pyroanalyse avec une taille maximale de 75 μm .