POLYPUBLIE
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Développement d'une méthode de prédiction cinétique du drainage neutre contaminé avec agent complexant: application au projet minier blackrock
Auteur: Author:	Maude Lévesque Michaud
Date:	2016
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Lévesque Michaud, M. (2016). Développement d'une méthode de prédiction cinétique du drainage neutre contaminé avec agent complexant: application au projet minier blackrock [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/2274/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/2274/
Directeurs de recherche: Advisors:	Benoît Plante, & Bruno Bussière
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

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE DE PRÉDICTION CINÉTIQUE DU DRAINAGE NEUTRE CONTAMINÉ AVEC AGENT COMPLEXANT : APPLICATION AU PROJET MINIER BLACKROCK

MAUDE LÉVESQUE MICHAUD

DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE MINÉRAL)

JUILLET 2016

© Maude Lévesque Michaud, 2016.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

Ce mémoire intitulé :

DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE DE PRÉDICTION CINÉTIQUE DU DRAINAGE NEUTRE CONTAMINÉ AVEC AGENT COMPLEXANT : APPLICATION AU PROJET MINIER BLACKROCK

présenté par : LÉVESQUE MICHAUD Maude

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

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

M. PABST Thomas, Ph. D., président

M. PLANTE Benoît, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. BUSSIÈRE Bruno, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. MERMILLOD-BLONDIN Raphaël, Ph. D., membre

DÉDICACE

À tous ceux et celles que j'aime

et qui m'ont soutenue durant cette étape de ma vie,

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur, Benoît Plante, qui m'a acceptée comme étudiante et a trouvé un projet de recherche qui correspondait à mes intérêts. Je crois que notre collaboration et nos échanges géologie versus chimie ont été très profitables, et je suis honorée d'être parmi tes premières étudiantes. Je remercie également mon co-directeur, Bruno Bussière, sans qui je n'aurais peut-être même pas envisagé d'aller étudier à Rouyn-Noranda. Ton aide a été précieuse à des moments cruciaux du projet. Un gros merci également à tous les professeurs et professionnels de recherche que j'ai rencontré tout au long de mon parcours, tout particulièrement Hassan Bouzahzah et Carmen Mihaela Neculita avec qui j'aurais pu avoir des discussions pendant des heures.

Je ne peux pas passer sous silence l'aide inconditionnelle de tous les employés de l'URSTM. Je ne vous nommerai pas tous, car vous avez tous été présents à un moment ou un autre de mon passage à l'UQAT et vous saurez vous reconnaître. Et ainsi, je n'oublie personne. La fin de ma maîtrise est un deuil de ne plus travailler avec vous au labo, mais je vais trouver des raisons pour repasser vous voir. Je remercie aussi tous les étudiants qui m'ont dépannée pour mes essais de laboratoire lorsque je devais m'absenter : Richard Bassolé, Véronique Lord, Gary Schudel et Mohamed Edahbi. Merci aussi à Babacar Kandji et Aurélie Chopard qui m'ont aidé au labo.

Je tiens ensuite à remercier le monde de Chibougamau travaillant pour Métaux BlackRock. J'ai été très bien accueillie dans vos bureaux. Un merci tout particulier à Jacqueline Leroux qui s'est chargée de superviser mes travaux en milieu de pratique, et à Marcel St-Jean sans qui j'aurais été bien mal prise sur le terrain. Merci aussi à Richard St-Jean, Steve Simard et Gilles Boudreault qui ont été présents durant mon séjour à Chibougamau. Merci à la compagnie Métaux BlackRock, qui a soutenu financièrement mon projet en collaboration avec le CRSNG et le FRQNT par la remise d'une bourse en milieu de pratique BMP Innovation.

Une mention toute spéciale est dédiée à Ann Lamontagne. Elle m'a fait découvrir l'environnement minier et la géochimie alors que je n'avais d'yeux que pour l'exploration minière. Elle m'a ensuite encouragée à retourner aux études dans ce domaine, tout en sachant qu'elle allait me perdre pour quelques années. Son support est incommensurable.

Merci à mes amies et amis qui m’ont si bien accueillie en Abitibi, notamment Joannie et Vincent. J’ai eu l’occasion de rencontrer et mieux connaître des personnes exceptionnelles avec qui j’ai passé des moments inoubliables : Marie-Pier, Joséphine, Fannie, Louis-Philippe et Gabrielle, et j’en passe car la liste pourrait être longue. Une pensée pour mes amies et amis à Québec (et ailleurs dans la province) que j’ai moins vus durant ces dernières années, mais avec qui c’est toujours comme si on s’était vu la veille. Merci à tout le monde qui se sont déplacés pour mon mariage, car ce fut un incroyable témoignage d’amour de votre part et cela m’a donné beaucoup de courage.

Je remercie aussi toute ma famille et belle-famille, dont certains se demandent encore si je vais finir d’étudier un jour. La confiance qu’ils démontrent en moi me rend plus forte. Mes très chers parents, Line et Donald (quoique je leur en veule un peu d’être partis rester à Ste-Flavie alors que moi je partais à Rouyn-Noranda, nous séparant ainsi par 13 h de route), merci simplement pour tout.

Et finalement, le dernier et non le moindre, mon mari/chum/copain/conjoint et meilleur ami, mon cher Loulou. Je t’aime et merci pour tout le soutien que tu m’apportes.

RÉSUMÉ

La prédiction du drainage minier est une étape primordiale lors de la conception des infrastructures de surface sur un site minier. La plupart des tests de prédiction utilisés par l'industrie ne sont pas adaptés pour la détection de drainage neutre contaminé (DNC), car ce type de contamination est souvent associé à un effet de délai ne pouvant pas être contrôlé par les essais cinétiques conventionnels, ou qui nécessitent alors des essais sur une très longue période de temps. Des nouvelles méthodes de prédiction nécessitent donc d'être développées afin de répondre à cette problématique, ainsi qu'aux besoins de l'industrie dont les résultats des tests doivent être obtenus relativement rapidement.

Ce projet de recherche porte sur une méthode présentement en développement qui consiste à ajouter un agent complexant dans l'eau de rinçage des essais cinétiques. Les puissantes propriétés de chélation des agents complexants forcent les métaux à créer des complexes stables et solubles, et empêchent la sorption de ceux-ci par les autres minéraux. Les métaux générés par les rejets miniers peuvent ainsi être détectés dans les analyses de qualités d'eau des lixiviats. Les résultats obtenus permettent d'établir un portrait sur le potentiel de génération de métaux advenant qu'il n'y ait aucune sorption, ou que celle-ci soit saturée. Les objectifs de ce projet de recherche consistent donc à effectuer des essais cinétiques en ajoutant un agent complexant dans la solution utilisée pour les rinçages, et à déterminer un agent complexant optimal à une concentration appropriée pour ce type d'essai. Plus spécifiquement, des objectifs ont été fixés quant à la sélection des échantillons et la méthode d'échantillonnage, la caractérisation des échantillons, l'évaluation du comportement géochimique lors d'essais cinétiques contrôles ou modifiés par l'ajout d'un agent complexant, et l'évaluation de l'effet d'échelle entre des essais de laboratoire et des essais *in situ*.

Le projet s'est déroulé en collaboration avec la compagnie Métaux BlackRock (MBR). Les échantillons ont été prélevés sur le site du projet BlackRock situé à Chibougamau. Il s'agit d'un gisement de fer, vanadium et titane dont la compagnie prévoit l'extraction par le minage de deux fosses à ciel ouvert. En tout, 6 échantillons ont été sélectionnés : 4 échantillons composites de roches stériles prélevées dans les carottes de forage, 1 échantillon de minerai de basse teneur prélevé dans un échantillon en vrac, et 1 échantillon de résidus miniers provenant des essais métallurgiques à l'échelle d'usine-pilote.

Des tests de caractérisation physique, chimique et minéralogique ont été effectués sur tous les échantillons. En général, ceux-ci contiennent peu de sulfures (< 0,3 %) et la minéralogie se compose principalement d'épidote, de chlorite, de plagioclase, d'amphibole, de mica, de quartz, ainsi que de magnétite et d'ilménite pour l'échantillon de minerai. Les sulfures identifiés sont la pyrite, la pyrrhotite et la chalcopyrite. Des traces de Co et de Ni ont parfois été détectés dans des grains de pyrite et de pyrrhotite. Aucun grain de sphalérite n'a été identifié, mais ce minéral est susceptible d'être la source de la faible quantité de Zn présent dans les échantillons. Les carbonates sont présents sous forme de calcite et représentent entre 1,85 et 3,58 % des échantillons, à l'exception de l'échantillon de minerai qui ne contient pas de carbonates. Quant à l'échantillon de résidus miniers, le carbonate identifié est plutôt de l'ankérite (2,25 %), un minéral d'altération fréquemment rencontré dans ce type de roches. Les analyses chimiques, dont le bilan acide-base, indiquent que les échantillons sont potentiellement non-générateurs d'acide. Les concentrations en métaux sont aussi relativement faibles : 64-304 mg/kg Co, 54-149 mg/kg Cu, 178-368 mg/kg Ni, et < 55-246 mg/kg Zn.

Les essais cinétiques modifiés ont été réalisés en ajoutant un agent complexant dans la solution utilisée pour les rinçages. La concentration utilisée est de 0,01 mol/L et correspond à 10 fois la concentration totale moyenne des cations analysés dans les lixiviats des essais contrôles. Des essais ont été faits avec l'EDTA, et d'autres avec l'acide citrique. Un suivi a été effectué pour les métaux dont les concentrations étaient supérieures aux limites de détection, soit Co, Cu, Mn, Ni et Zn. Les essais avec l'EDTA ont démontré que cet agent complexant est efficace afin de complexer tous ces métaux. L'acide citrique s'est également révélé efficace pour complexer le Co, Cu, Mn et Ni. Les résultats pour le Zn n'ont pas été concluants avec l'acide citrique, car les concentrations étaient semblables à celles obtenues lors des essais contrôles. Les résultats pour les cations majeurs (Al, Ca, Fe et Mg) ont également été suivis, car ceux-ci peuvent être en compétition avec les métaux lors des réactions de complexation. Avec l'EDTA, tous ces éléments forment des complexes. Des calculs d'équilibre thermodynamique suggèrent que l'EDTA forme préférentiellement des complexes avec le Ca, mais que cette réaction n'entre pas en compétition avec la complexation des métaux. En effet, plus de 99 % de ceux-ci sont complexés avec l'EDTA (selon les calculs d'équilibre thermodynamique réalisés avec le logiciel Vminteq). La compétition se produit plutôt avec la complexation du Mg et Al. Lors des essais avec l'acide citrique, il a été démontré qu'il y a complexation du Ca, Fe et Mg, mais à des concentrations plus

faibles qu'avec l'EDTA. Les calculs d'équilibre thermodynamique suggèrent qu'il n'y a pas de complexation entre l'acide citrique et l'Al. La quantité d'agent complexant en solution serait excédentaire, et il n'y aurait donc pas de compétition pour la complexation des métaux dans ces conditions.

Les taux de lixiviation du S et du Fe, exprimés sous forme molaire, ont été comparés aux taux théoriques associés à l'oxydation des sulfures (S/Fe = 1 pour la pyrrhotite, et S/Fe = 2 pour la pyrite et la chalcopyrite). Les taux sont similaires pour les échantillons de stériles, autant avec l'EDTA qu'avec l'acide citrique. Il y a toutefois un excès en Fe dans les lixiviats provenant des essais avec l'échantillon de minerai. Une dissolution de minéraux, comme les oxydes de fer, est suspectée afin d'expliquer les concentrations plus élevées en Fe. Quant à l'échantillon de résidus miniers, les taux correspondent à ceux de l'oxydation des sulfures pour l'essai avec l'EDTA. Une lacune en Fe est toutefois présente lors de l'essai avec l'acide citrique et pourrait être justifiée par une précipitation secondaire sous forme d'hydroxyde de fer. Les taux de lixiviation en S ont également été comparés entre eux. Les taux sont toujours plus élevés avec l'ajout d'agent complexant que lors des essais contrôles. Ainsi, la présence d'un agent complexant en solution empêcherait la passivation des grains de sulfures. Puisque les taux sont plus élevés avec l'EDTA qu'avec l'acide citrique, il est suspecté que l'acide citrique puisse tout de même permettre une passivation partielle des grains de sulfures.

Les résultats des essais effectués *in situ* ont permis d'identifier un effet d'échelle avec les essais réalisés au laboratoire en mini-cellule d'altération. Les données cumulées ont permis de calculer les taux de lixiviation du S et du Ca, qui ont été normalisées soit en fonction du volume, ou en fonction de la surface spécifique. Dans les deux cas, le ratio Ca/S du facteur labo/*in situ* oscille entre 4,4 et 11 et indique donc une surestimation de la lixiviation du Ca en laboratoire par rapport aux résultats obtenus sur le terrain.

Les perspectives d'utiliser un agent complexant dans des essais cinétiques pour la prédiction du DNC sont très prometteuses. Cette méthode nécessite encore des travaux, et des tests doivent encore être effectués. Des recommandations sont émises afin de raffiner les essais avec l'acide citrique. D'autres portent sur les différentes variantes devant être étudiées davantage, telles que l'impact des agents complexants sur la dissolution de différentes catégories de minéraux, la distribution granulométrique des échantillons, et l'effet d'échelle des essais modifiés.

ABSTRACT

Prediction of mine drainage is an important step for the design of surface infrastructure at a mine site. Most tests used by the industry are not suitable for the prediction of contaminated neutral drainage (CND), because this type of contamination can be related to a delay effect that cannot be controlled by conventional kinetic tests, or that require testing over a long period of time. Therefore new prediction methods need to be developed to address this issue and to meet the requests of the industry where the test results must be obtained relatively quickly.

This research project involves a method under development which consists in adding a chelating agent in the rinse water of kinetic tests. Chelating agents have very strong chelating properties and form soluble and stable complexes with metals. By this complexation, chelating agents prevent the sorption of metals at the surface of other minerals. Thus, the metals released from mine wastes can be detected in the water quality analysis of leachates. A global interpretation about metal leaching can be obtained by these results where there is no sorption, or in the case of sorption saturation. The aim of the research project consists in achieving kinetic test with different chelating agent of appropriate concentration in the rinse solution. More specifically, the objectives were set for the selection the samples and the sampling method, the sample characterization, the assessment of geochemical behavior during control and modified kinetic tests, and the evaluation of scale effect between laboratory tests and *in situ* tests.

The project was conducted in collaboration with the company BlackRock Metals (BRM). The samples were taken from the BlackRock project site located in Chibougamau. It is an iron, vanadium and titanium deposit that the company plans to extract the ore by the mining of two open pits. A total of 6 samples were selected: 4 composite samples of waste rocks taken from drill core, 1 low-grade ore sample taken from a bulk sample, and 1 sample of tailings from metallurgical tests done at the pilot-plant scale.

Physical, chemical and mineralogical characterization tests were performed on all samples. The content of sulphides was generally low (< 0.3 %) and the mineralogy consists mainly of epidote, chlorite, plagioclase, amphibole, mica, quartz, and also magnetite and ilmenite in the ore sample. The identified sulphides were pyrite, pyrrhotite and chalcopyrite. Sometimes, traces of Co and Ni were detected in pyrite and pyrrhotite. No sphalerite was identified, but this mineral is likely to be the source of the small amount of Zn in the samples. Carbonates were present as calcite and

represented between 1.85 % and 3.58 % of the samples, except for the ore sample that did not contain carbonate. For the tailings sample, the carbonate was present as ankerite (2.25 %) which is a common alteration mineral in this type of rocks. The chemical analyses, including acid-base accounting, indicated that the samples were potentially non-acid generating. Metal concentrations were also relatively low: 64-304 mg/kg Co, 54-149 mg/kg Cu, 178-368 mg/kg Ni, and < 55-246 mg/kg Zn.

Modified kinetic tests were performed by adding a chelating agent in the rinse solution. The concentration used was 0.01 mol/L, which was 10 times the mean total cation concentrations in the leachates of the control tests. Tests were performed with EDTA or citric acid. Follow-up was conducted for metal with concentrations above limits of detection, which are Co, Cu, Mn, Ni and Zn. Tests with EDTA showed that this chelating agent was effective to complex all of these metals. Citric acid was also proved to be effective for complexing Co, Cu, Mn and Ni. Results were inconclusive for Zn with citric acid, since the concentrations were similar to the ones obtained with the control tests. Follow-up of major cations (Al, Ca, Fe and Mg) was also conducted since they could compete with metals in the complexation reactions. All these elements were complexed with EDTA. Thermodynamic equilibrium calculations suggested that EDTA forms at first complexes with Ca, but this reaction did not compete with metal complexation. Indeed more than 99 % of metals were complexed with EDTA (as suggested by thermodynamic equilibrium calculations performed with Vminteq software). The competition occurred rather with the complexation of Mg and Al. Tests using citric acid demonstrated that there was complexation of Ca, Fe and Mg, but at lower concentrations that EDTA. Thermodynamic equilibrium calculations suggested that there was no complexation between citric acid and Al. The amount of chelating agent in the solution was in excess and there would be no competition for the complexation of metals in these conditions.

The leaching rate of S and Fe, expressed in molar units, were compared to the theoretical rates related to sulphide oxidation (S/Fe = 1 for pyrrhotite, and S/Fe = 2 for pyrite and chalcopyrite). Rates were similar for samples of waste rocks, as well with EDTA as with citric acid. However, there was an excess of Fe in the leachates from tests with the ore sample. Dissolution of minerals, such as iron oxides, was suspected to explain the higher concentrations of Fe. For the sample of tailings, the rates matched those of the sulphide oxidation for the test with EDTA. However, a lack of Fe was present when testing with citric acid and may be justified by secondary

precipitation of iron hydroxide. The leaching rates of S were also compared with one another. The rates were always higher with the addition of a chelating agent than during control tests. Thus, the presence of a chelating agent in solution could prevent the passivation of sulphides. Since the rates were higher with EDTA than with citric acid, it was suspected that citric acid could allow a partial passivation of sulphides.

A scale effect was identified between *in situ* tests and the ones performed in laboratory with weathering cells. Cumulative data were used to evaluate the leaching rate of S and Ca, normalized by volume or by specific surface area. In both cases, the Ca/S ratio from the factor lab/*in situ* varied between 4.4 and 11, and therefore indicated an overestimation of the leaching of Ca in the tests conducted in laboratory against the results obtained in field tests.

Prospects of using a chelating agent in kinetic test for the prediction of CND are very promising. This method still requires work and tests have yet to be done. Recommendations are made to refine testing with citric acid. Others are focused on the different variants that to be studied further, as the impact of chelating agents on the dissolution of different types of minerals, the particle size distribution of the samples and investigations about scale effect of modified tests.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ VI

ABSTRACT IX

TABLE DES MATIÈRES XII

LISTE DES TABLEAUX XVI

LISTE DES FIGURES XXI

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXIX

LISTE DES ANNEXES XXXV

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Mise en contexte et problématique 1

1.2 Objectifs de l'étude 3

1.3 Structure du mémoire 4

CHAPITRE 2 REVUE CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE 6

2.1 Agents complexants 6

2.1.1 Définitions et description 6

2.1.2 Principaux types 9

2.1.2.1 Acide polyaminocarboxylique (APC) 9

2.1.2.2 Acide phosphonique 11

2.1.2.3 Acide citrique 13

2.1.2.4 Acide oxalique 14

2.1.2.5 Substances humiques 14

2.1.3 Constante de stabilité 15

2.1.4 Utilisations des agents complexants 17

2.1.4.1 Décontamination des sols 19

2.1.4.2 Phytoremédiation 34

2.1.4.3 Extraction des métaux 36
2.1.4.4 Séquestration du carbone 37
2.1.4.5 Prédiction du drainage minier 40
2.2 Essais de laboratoire 41
2.2.1 Descriptions des types d'essais cinétiques 41
2.2.1.1 Mini-cellule d'altération 42
2.2.1.2 Cellule humide 43
2.2.1.3 Colonne de laboratoire 45
2.2.1.4 Cellule de terrain 47
2.2.2 Comparaison entre les différents types d'essais cinétiques 48
2.2.3 Autres considérations 51
2.3 Description du projet Métaux BlackRock 53
2.3.1 Localisation, accessibilité et infrastructures 53
2.3.2 Topographie, végétation et climat 55
2.3.3 Historique des travaux effectués par Métaux BlackRock 55
2.3.4 Géologie 57
2.3.4.1 Géologie régionale 57
2.3.4.2 Géologie locale 57
2.3.4.3 Géologie du Complexe du Lac Doré 60
2.3.4.4 Gîtes de fer-titane dans une intrusion mafique litée 63
2.3.5 Géochimie 64
CHAPITRE 3 ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES 67
3.1 Démarche d'échantillonnage 67
3.1.1 Stériles miniers (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D) 67
3.1.1.1 Interprétation des données géologiques et géochimiques 68
3.1.1.2 Sélection des intervalles 72
3.1.2 Minerai (LG-E) 75
3.1.3 Résidus miniers (TL-F) 75
3.1.4 Préparation des échantillons 76
3.2 Caractérisation des échantillons 78
3.2.1 Caractérisation physique 78

3.2.2 Caractérisation chimique 79
3.2.3 Caractérisation minéralogique 81
3.3 Essais cinétiques 82
3.3.1 Mini-cellules d'altération 83
3.3.2 Cellule humide 84
3.3.3 Essais cinétiques en barils *in situ* 86
3.3.4 Analyses de qualités d'eau 89
3.3.5 Sélection des agents complexants 90

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : DEVELOPMENT OF A MODIFIED KINETIC TEST USING EDTA AND CITRIC ACID FOR THE PREDICTION OF CONTAMINATED NEUTRAL DRAINAGE 92

4.1 Abstract 92
4.2 Introduction 93
4.3 Materials and methods 95
4.3.1 Materials selection and preparation 95
4.3.2 Materials characterization 96
4.3.3 Kinetic tests 98
4.3.4 Chelating agent preparation 98
4.4 Results 99
4.4.1 Chemical, physical and mineralogical characterization 99
4.4.2 Water quality of leachates 102
4.5 Discussion 107
4.5.1 Release rates 107
4.5.2 Effect of EDTA and citric acid 110
4.6 Conclusions 112
4.7 Acknowledgements 113
4.8 References 113

CHAPITRE 5 DISCUSSION 121

5.1 Prédiction du drainage minier 121
5.2 Résidus miniers 123

5.2.1 Caractérisations physiques, chimiques et minéralogiques 124
5.2.2 Résultats et interprétation 125
5.2.2.1 Données ponctuelles 125
5.2.2.2 Données cumulées 129
5.3 Essais in situ et effet d'échelle 131
5.3.1 Paramètres 132
5.3.2 Résultats et effet d'échelle 132
5.3.2.1 Données ponctuelles 132
5.3.2.2 Données normalisées cumulées et taux de lixiviation 137
CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 143
6.1 Conclusions 143
6.2 Recommandations 145
RÉFÉRENCES 148
ANNEXES 161

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux APC 10

Tableau 2.2 : Caractéristiques des principaux acides phosphoniques 12

Tableau 2.3 : Constantes de stabilité (logK) successives pour les complexes du NTA et cuivre .. 15

Tableau 2.4 : Constantes de stabilité (logK) 16

Tableau 2.5 : Agents complexants utilisés en décontamination des sols 22

Tableau 2.6 : Concentrations totales en métaux extraits par phytoremédiation 35

Tableau 2.7 : Sommaire des différents types d'essais cinétiques 49

Tableau 2.8 : Synthèse avantages et inconvénients des différents types d'essais cinétiques 50

Tableau 2.9 : pH_{pzc} de quelques minéraux 52

Tableau 2.10 : Sommaire des forages et échantillons analysés compris dans l'étude de faisabilité 56

Tableau 2.11 : Proportion des stériles et nombre d'échantillons prélevés par lithologie 64

Tableau 2.12 : Sommaire des échantillons lixiviables 66

Tableau 3.1 : Programme de caractérisation des échantillons 78

Tableau 4.1 : Stability constants of EDTA and citric acid with Al, Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb and Zn ions (at 25°C for μ=0.1 M) 95

Tableau 4.2 : Lithology of waste rock and ore samples 96

Tableau 4.3 : Chemical composition and physical properties of the studied materials 100

Tableau 4.4 : Mineralogical composition of the studied materials 101

Tableau 4.5 : Release rates of sulphur and iron for the control and modified cells 108

Tableau 5.1 : Caractérisations physiques et chimiques de l'échantillon TL-F 124

Tableau 5.2 : Caractérisation minéralogique de l'échantillon TL-F 125

Tableau 5.3 : Paramètres des essais cinétiques 132

Tableau 5.4 : Paramètres et ratio liquide/solide pour les essais en laboratoire 139

Tableau 5.5 : Paramètres et ratio liquide/solide pour les essais *in situ* 139

Tableau 5.6 : Taux de lixiviation normalisés selon la masse 140

Tableau 5.7 : Taux de lixiviation normalisés selon le volume 140

Tableau 5.8 : Taux de lixiviation normalisés selon la surface spécifique 141

Tableau B.1 : Légende des descriptions géologiques 164

Tableau B.2 : Descriptions de l'échantillon WR-A 165

Tableau B.3 : Descriptions de l'échantillon WR-B 171

Tableau B.4 : Descriptions de l'échantillon WR-C 177

Tableau B.5 : Descriptions de l'échantillon WR-D 183

Tableau D.1 : Densité relative 218

Tableau D.2 : Surface spécifique 218

Tableau D.3 : Paramètres granulométriques des essais au laboratoire 218

Tableau D.4 : Soufre et carbone 220

Tableau D.5 : Potentiel de neutralisation 220

Tableau D.6 : Multi-éléments par ICP-AES 221

Tableau D.7 : Multi-éléments par FRX 222

Tableau D.8 : Composition minéralogique après réconciliation avec les données chimiques.....223

Tableau D.9 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-A 227

Tableau D.10 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-B 228

Tableau D.11 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-C 229

Tableau D.12 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-D 230

Tableau D.13 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon LG-E 231

Tableau D.14 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon TL-F 232

Tableau E.1 : Essai WR-A Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité).....234

Tableau E.2 : Essai WR-A Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....235

Tableau E.3 : Essai WR-B Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité).....237

Tableau E.4 : Essai WR-B Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....238

Tableau E.5 : Essai WR-C Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité).....240

Tableau E.6 : Essai WR-C Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....241

Tableau E.7 : Essai WR-D Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité).....243

Tableau E.8 : Essai WR-D Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....244

Tableau E.9 : Essai LG-E Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité) 246

Tableau E.10 : Essai LG-E Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 247

Tableau E.11 : Essai TL-F Contrôle (date, volume, pH, conductivité, acidité et alcalinité) 249

Tableau E.12 : Essai TL-F Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....250

Tableau E.13 : Essai WR-A EDTA (date, volume, pH et conductivité).....252

Tableau E.14 : Essai WR-A EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 253

Tableau E.15 : Essai WR-A EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats).....254

Tableau E.16 : Essai WR-B EDTA (date, volume, pH et conductivité).....255

Tableau E.17 : Essai WR-B EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 256

Tableau E.18 : Essai WR-B EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 257

Tableau E.19 : Essai WR-C EDTA (date, volume, pH et conductivité).....258

Tableau E.20 : Essai WR-C EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 259

Tableau E.21 : Essai WR-C EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 260

Tableau E.22 : Essai WR-D EDTA (date, volume, pH et conductivité).....261

Tableau E.23 : Essai WR-D EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 262

Tableau E.24 : Essai WR-D EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats).....263

Tableau E.25 : Essai LG-E EDTA (date, volume, pH et conductivité) 264

Tableau E.26 : Essai LG-E EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....265

Tableau E.27 : Essai LG-E EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats).....266

Tableau E.28 : Essai TL-F EDTA (date, volume, pH et conductivité).....267

Tableau E.29 : Essai TL-F EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 268

Tableau E.30 : Essai TL-F EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 269

Tableau E.31 : Essai WR-A Acide citrique (date, volume, pH et conductivité).....270

Tableau E.32 : Essai WR-A Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 271

Tableau E.33 : Essai WR-A Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats).....272

Tableau E.34 : Essai WR-B Acide citrique (date, volume, pH et conductivité).....273

Tableau E.35 : Essai WR-B Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 274

Tableau E.36 : Essai WR-B Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 275

Tableau E.37 : Essai WR-C Acide citrique (date, volume, pH et conductivité).....276

Tableau E.38 : Essai WR-C Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 277

Tableau E.39 : Essai WR-C Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 278

Tableau E.40 : Essai WR-D Acide citrique (date, volume, pH et conductivité).....279

Tableau E.41 : Essai WR-D Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 280

Tableau E.42 : Essai WR-D Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats).....281

Tableau E.43 : Essai LG-E Acide citrique (date, volume, pH et conductivité) 282

Tableau E.44 : Essai LG-E Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....283

Tableau E.45 : Essai LG-E Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 284

Tableau E.46 : Essai TL-F Acide citrique (date, volume, pH et conductivité).....285

Tableau E.47 : Essai TL-F Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 286

Tableau E.48 : Essai TL-F Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats) 287

Tableau E.49 : Essais *in situ* (date, pH, conductivité, acidité et alcalinité) 288

Tableau E.50 : Essai WR-A *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....290

Tableau E.51 : Essai WR-B *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 291

Tableau E.52 : Essai WR-C *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats) 292

Tableau E.53 : Essai WR-D *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....293

Tableau E.54 : Essai LG-E *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats).....294

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Complexe formé d'EDTA avec un ion de calcium 8

Figure 2.2 : Pourcentage de distribution des formes de protonation d'agents complexants 9

Figure 2.3 : Structure moléculaire et représentation 3D de l'acide citrique 13

Figure 2.4 : Structure moléculaire et représentation 3D de l'acide oxalique 14

Figure 2.5 : Nombre cumulatif de publications sur l'utilisation des agents complexants 18

Figure 2.6 : Domaines de recherche selon le nombre de publication sur les agents complexants.18

Figure 2.7 : Schéma de lixiviation des sols *in situ* par injection (A), irrigation (B) et aspersion (C) 19

Figure 2.8 : Schéma de lixiviation des sols *ex situ* dans un réacteur 20

Figure 2.9 : Schéma de lavage des sols *ex situ* de lixiviation en tas ou en colonne.....20

Figure 2.10 : Efficacité d'extraction du Cu, Cr et As 24

Figure 2.11 : Changement de la distribution du Cu, Cr et As du sol traité 25

Figure 2.12 : Efficacité d'extraction de l'EDTA 0,01 M et l'oxalate 0,1 M 26

Figure 2.13 : Profils des concentrations en Cu, Zn et Pb après l'extraction avec l'EDDS 28

Figure 2.14 : Extraction des métaux par rinçage avec l'EDTA.....30

Figure 2.15 : Enlèvement des éléments du sol par rinçage avec l'EDTA 31

Figure 2.16 : Efficacité d'extraction des métaux en fonction du pH.....32

Figure 2.17 : Distribution comparative des métaux avant et après l'essai d'extraction.....33

Figure 2.18 : Impacts des agents complexants sur le contenu en uranium des pousses et racines 36

Figure 2.19 : Dissolution du diopside dans des solutions contenant des ligands organiques 39

Figure 2.20 : Photographie d'un montage de mini-cellules d'altération.....42

Figure 2.21 : Schéma résumant les essais en mini-cellule d'altération 43

Figure 2.22 : Photographie d'un essai en cellule humide 44

Figure 2.23 : Schémas d'une cellule humide pour des stériles (A) ou des résidus (B).....44

Figure 2.24 : Photographie d'un essai en colonne.....46

Figure 2.25 : Schéma d'un essai en colonne.....46

Figure 2.26 : Photographie d'une cellule de terrain.....47

Figure 2.27 : Schéma d'une cellule de terrain.....48

Figure 2.28 : Solubilité de certains hydroxydes métalliques à 25°C.....51

Figure 2.29 : Relation entre le pH_{pzc} et la capacité de sorption.....52

Figure 2.30 : Localisation du projet MBR.....54

Figure 2.31 : Provinces géologiques.....58

Figure 2.32 : Géologie du projet minier Métaux BlackRock.....59

Figure 2.33 : Colonne stratigraphique de la région de Chibougamau.....60

Figure 2.34 : Stratigraphie du Complexe du Lac Doré.....62

Figure 2.35 : Stratigraphie du projet MBR.....63

Figure 3.1 : Étapes de la démarche d'échantillonnage.....67

Figure 3.2 : Entreposage des carottes de forage sur le site MBR.....68

Figure 3.3 : Étape 1 de l'interprétation des données.....70

Figure 3.4 : Étape 2 de l'interprétation des données.....70

Figure 3.5 : Étape 3 de l'interprétation des données.....71

Figure 3.6 : Étape 4 de l'interprétation des données.....71

Figure 3.7 : Étape 5 de l'interprétation des données.....72

Figure 3.8 : Blocs 1 à 5 situés sur la fosse Armitage.....73

Figure 3.9 : Blocs 6 à 10 situés sur la fosse Sud-Ouest.....74

Figure 3.10 : Schéma du protocole de préparation des échantillons.....77

Figure 3.11 : Entonnoir Büchner.....84

Figure 3.12 : Mini-cellules d'altération 84

Figure 3.13 : Cellule humide 85

Figure 3.14 : Schéma d'un essai en baril (essai *in situ*) 87

Figure 3.15 : Site de la tour de télécommunications 88

Figure 3.16 : Essais cinétiques en baril 88

Figure 4.1 : Mineralogical associations of sulphide from sample WR-B observed by SEM-EDS: **a** free and attached sulphide, and **b** attached and included sulphide (PO: pyrrhotite; PY: pyrite; CL: chlorite; AM: amphibole; QZ: quartz; FK: K-feldspar; IL: ilmenite; TI: titanite) 102

Figure 4.2 : Water quality of leachates for the control weathering cells: **a** pH, **b** Electrical conductivity, **c** Alkalinity, **d** Al, **e** Ca, **f** Mg, **g** Mn, and **h** S 103

Figure 4.3 : Water quality of leachates of sample WR-A: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn 105

Figure 4.4 : Water quality of leachates of sample LG-E: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn 106

Figure 4.5 : pH from the modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells 107

Figure 4.6 : Normalized cumulative Fe concentrations versus normalized cumulative S concentrations for modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells 109

Figure 4.7 : Normalized cumulative Ca loadings versus normalized cumulative Mn loadings for the modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells 110

Figure 4.8 : Water quality of leachates of sample WR-B: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn 118

Figure 4.9 : Water quality of leachates of sample WR-C: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn 119

Figure 4.10 : Water quality of leachates of sample WR-D: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn 120

Figure 5.1 : Bilan acide-base 122

Figure 5.2 : Courbes d'oxydation-neutralisation (A: roches stériles; B: minerai et résidus miniers) 123

Figure 5.3 : pH en fonction du temps.....126

Figure 5.4 : Concentrations en Co, Cu, Ni et Zn.....127

Figure 5.5 : Concentrations en Al, Ca, Fe, Mg, Mn et S.....128

Figure 5.6 : Concentrations en S (cumulées et normalisées) en fonction des concentrations en Fe (cumulées et normalisées) 130

Figure 5.7 : Données ponctuelles – pH (A: laboratoire; B: *in situ*) 133

Figure 5.8 : Données ponctuelles – Conductivité électrique (A: laboratoire; B: *in situ*).....134

Figure 5.9 : Données ponctuelles – Alcalinité (A: laboratoire; B: *in situ*).....134

Figure 5.10 : Données ponctuelles – Calcium (A: laboratoire; B: *in situ*).....135

Figure 5.11 : Données ponctuelles – Magnésium (A: laboratoire; B: *in situ*) 136

Figure 5.12 : Données ponctuelles – Soufre (A: laboratoire; B: *in situ*).....137

Figure 5.13 : Données cumulées normalisées selon la masse – Calcium (A: laboratoire; B: *in situ*) 138

Figure 5.14 : Données cumulées normalisées selon la masse – Soufre (A: laboratoire; B: *in situ*) 138

Figure B.1 : Intervalle MLM14-A-01 (WR-A-01).....166

Figure B.2 : Intervalle MLM14-A-02 (WR-A-02).....166

Figure B.3 : Intervalle MLM14-A-03 (WR-A-03).....167

Figure B.4 : Intervalle MLM14-A-04 (WR-A-04).....167

Figure B.5 : Intervalle MLM14-A-05 (WR-A-05).....168

Figure B.6 : Intervalle MLM14-A-06 (WR-A-06).....168

Figure B.7 : Intervalle MLM14-A-07 (WR-A-07).....169

Figure B.8 : Intervalle MLM14-A-08 (WR-A-08).....169

Figure B.9 : Intervalle MLM14-A-09 (WR-A-09).....170

Figure B.10 : Intervalle MLM14-A-10 (WR-A-10).....170

Figure B.11 : Intervalle MLM14-B-01 (WR-B-01).....172

Figure B.12 : Intervalle MLM14-B-02 (WR-B-02).....172

Figure B.13 : Intervalle MLM14-B-03 (WR-B-03).....173

Figure B.14 : Intervalle MLM14-B-04 (WR-B-04).....173

Figure B.15 : Intervalle MLM14-B-05 (WR-B-05).....174

Figure B.16 : Intervalle MLM14-B-06 (WR-B-06).....174

Figure B.17 : Intervalle MLM14-B-07 (WR-B-07).....175

Figure B.18 : Intervalle MLM14-B-08 (WR-B-08).....175

Figure B.19 : Intervalle MLM14-B-09 (WR-B-09).....176

Figure B.20 : Intervalle MLM14-B-10 (WR-B-10).....176

Figure B.21 : Intervalle MLM14-C-01 (WR-C-01).....178

Figure B.22 : Intervalle MLM14-C-02 (WR-C-02).....178

Figure B.23 : Intervalle MLM14-C-03 (WR-C-03).....179

Figure B.24 : Intervalle MLM14-C-04 (WR-C-04).....179

Figure B.25 : Intervalle MLM14-C-05 (WR-C-05).....180

Figure B.26 : Intervalle MLM14-C-06 (WR-C-06).....180

Figure B.27 : Intervalle MLM14-C-07 (WR-C-07).....181

Figure B.28 : Intervalle MLM14-C-08 (WR-C-08).....181

Figure B.29 : Intervalle MLM14-C-09 (WR-C-09).....182

Figure B.30 : Intervalle MLM14-C-10 (WR-C-10).....182

Figure B.31 : Intervalle MLM14-D-01 (WR-D-01).....184

Figure B.32 : Intervalle MLM14-D-02 (WR-D-02).....184

Figure B.33 : Intervalle MLM14-D-03 (WR-D-03).....185

Figure B.34 : Intervalle MLM14-D-04 (WR-D-04).....185

Figure B.35 : Intervalle MLM14-D-05 (WR-D-05).....186

Figure B.36 : Intervalle MLM14-D-06 (WR-D-06).....186

Figure B.37 : Intervalle MLM14-D-07 (WR-D-07).....187

Figure B.38 : Intervalle MLM14-D-08 (WR-D-08).....187

Figure B.39 : Intervalle MLM14-D-09 (WR-D-09).....188

Figure B.40 : Intervalle MLM14-D-10 (WR-D-10).....188

Figure C.1 : Plan de surface de la fosse Armitage 190

Figure C.2 : Fosse Armitage – Section 200 mètres.....191

Figure C.3 : Fosse Armitage – Section 400 mètres.....192

Figure C.4 : Fosse Armitage – Section 500 mètres.....193

Figure C.5 : Fosse Armitage – Section 800 mètres.....194

Figure C.6 : Fosse Armitage – Section 1000 mètres.....195

Figure C.7 : Fosse Armitage – Section 1200 mètres.....196

Figure C.8 : Fosse Armitage – Section 1600 mètres.....197

Figure C.9 : Fosse Armitage – Section 1900 mètres.....198

Figure C.10 : Fosse Armitage – Section 2000 mètres.....199

Figure C.11 : Fosse Armitage – Section 2200 mètres.....200

Figure C.12 : Fosse Armitage – Section 2700 mètres.....201

Figure C.13 : Fosse Armitage – Section 2800 mètres.....202

Figure C.14 : Plan de surface de la fosse Sud-Ouest 203

Figure C.15 : Fosse Sud-Ouest – Section 100 mètres 204

Figure C.16 : Fosse Sud-Ouest – Section 200 mètres 205

Figure C.17 : Fosse Sud-Ouest – Section 400 mètres 206

Figure C.18 : Fosse Sud-Ouest – Section 800 mètres 207

Figure C.19 : Fosse Sud-Ouest – Section 900 mètres 208

Figure C.20 : Fosse Sud-Ouest – Section 1200 mètres 209

Figure C.21 : Fosse Sud-Ouest – Section 1500 mètres 210

Figure C.22 : Fosse Sud-Ouest – Section 1600 mètres 211

Figure C.23 : Fosse Sud-Ouest – Section 1800 mètres 212

Figure C.24 : Fosse Sud-Ouest – Section 2000 mètres 213

Figure C.25 : Fosse Sud-Ouest – Section 2100 mètres 214

Figure C.26 : Fosse Sud-Ouest – Section 2200 mètres 215

Figure C.27 : Fosse Sud-Ouest – Section 2400 mètres 216

Figure C.28 : Fosse Sud-Ouest – Section 2500 mètres 217

Figure D.1 : Courbes granulométriques des essais au laboratoire 219

Figure D.2 : Courbes granulométriques des essais *in situ*.....219

Figure D.3 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-A.....224

Figure D.4 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-B.....224

Figure D.5 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-C.....225

Figure D.6 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-D.....225

Figure D.7 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon LG-E 226

Figure D.8 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon TL-F 226

Figure D.9 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-A (A : microscope optique ; B : MEB) 227

Figure D.10 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-B (A : microscope optique ; B : MEB) 228

Figure D.11 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-C (A : microscope optique ; B : MEB) 229

Figure D.12 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-D (A : microscope optique ; B : MEB) 230

Figure D.13 : Observations microscopiques de l'échantillon LG-E (A : microscope optique ; B : MEB) 231

Figure D.14 : Observations microscopiques de l'échantillon TL-F (A : microscope optique ; B : MEB) 232

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

µg	Microgramme
µm	Micromètre
ρ	Densité
a_m	Surface spécifique totale
Ag	Argent
Al	Aluminium
APC	Acide polyaminocarboxylique
As	Arsenic
ASTM	American Society for Testing and Materials
Au	Or
B	Bore
Ba	Baryum
Be	Béryllium
Bi	Bismuth
C	Carbone
c_i	Fraction de particules
C_{tot}	Carbone total
Ca	Calcium
$CaCO_3$	Calcite
CCA	Arséniate de chrome et de cuivre
Cd	Cadmium
CEAEQ	Centre d’expertise en analyse environnementale du Québec
Cl	Chlore

cm	Centimètre
Co	Cobalt
CO_2	Gaz carbonique
CO_3^{2-}	Carbonate
Cr	Chrome
Cu	Cuivre
d_i	Diamètre moyen
DMA	Drainage minier acide
DNC	Drainage neutre contaminé (*CND : Contaminated neutral drainage*)
DRX	Diffractométrie de rayons X
DTPA	Acide diéthylène triamine penta-acétique
DTPMP	Acide diéthylène triamine penta-méthylène phosphonique
e.g.	Par exemple *(exempli gratia)*
EDDG	Acide éthylène diamine-N,N'-diglutarique
EDDM	Acide éthylène diamine-N,N'-dimalonique
EDDS	Acide éthylène diamine-N,N'-disuccinique
EDTA	Acide éthylène diamine tétra-acétique
EDTMP	Acide éthylène diamine tétra-méthylène phosphonique
et al.	Et les autres personnes *(et alii)*
Fe	Fer
FRX	Fluorescence de rayons-x
g	Gramme
g/cm^3	Gramme par centimètre cube
GLDA	Acide L-glutamique-N,N-diacétique

G_s	Gravité spécifique ou densité relative
h	Heure
H^+	Proton ou ion hydrogène
HCl	Acide chlorhydrique
HEDP	Acide hydroxyéthane diphosphonique
HEIDA/EDG	Acide hydroxy-éthyl-imino-diacétique
Hg	Mercure
HIDS	Acide 3-hydroxy-2,2-imino-disuccinique
HNO_3	Acide nitrique
HPO	Huiles lourdes (*heavy petroleum oil*)
H_2SO_4	Acide sulfurique
i.e.	C'est-à-dire *(id est)*
ICP-AES	Spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif
ICP-MS	Spectrométrie de masse par plasma à couplage inductif
IDS	Acide imino-disuccinique
K	Potassium
K_d	Constante de dissociation
K_f	Constante de stabilité
kg	Kilogramme
L	Litre
Li	Lithium
LOD	Limite de détection (*limit of detection*)
LSR	Ratio liquide/solide
m	Mètre

M	Molarité ou concentration molaire (équivalent à mol/L)
MBR	Métaux BlackRock (*BRM : BlackRock Metals*)
MDDEP	Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs
MEB	Microscope électronique à balayage
MEND	Mine Environment Neutral Drainage (*NEDEM : Programme de neutralisation des eaux de drainage dans l'environnement minier*)
Mg	Magnésium
MGDA	Acide méthyl-glycine diacétique
ml	Millilitre
mm	Millimètre
mM	Millimolarité (équivalent à mmol/L)
mmol	Millimole
Mn	Manganèse
Mo	Molybdène
mol	Mole
MRN	Ministère des Ressources Naturelles
NA	Non applicable
Na	Sodium
NaOH	Hydroxyde de sodium
Nb	Niobium
n.d.	Non déterminé
Ni	Nickel
NTA	Acide nitrilo-triacétique
NTMP	Acide nitrilo-triméthylène phosphonique
OH^-	Ion hydroxyde

P	Phosphore
PA	Potentiel d'acidification (*AP : acid-generating potential*)
Pb	Plomb
Pd	Palladium
PDA	Acide pyridine-2,6-dicarboxylique
PN	Potentiel de neutralisation (*NP : neutralization potential*)
PNN	Potentiel net de neutralisation (*NNP : net neutralization potential*)
ppb	Partie par milliard
ppm	Partie par million
PPSRTC	Politique de protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés
Rb	Rubidium
RESIE	Critère de résurgence dans les eaux de surface ou infiltration dans les égouts
S	Soufre
$S_{sulfate}$	Soufre contenu dans les sulfates
$S_{sulfure}$	Soufre contenu dans les sulfures
S_{tot}	Soufre total
Sb	Antimoine
Se	Sélénium
Si	Silicium
Sn	Étain
SO_4^{2-}	Sulfate
Sr	Strontium
S.S.A.	Surface spécifique
TDS	Acide 3,6-dioxa-octane-1,2,4,5,7,8-hexacarboxylique

Te	Tellure
Ti	Titane
UQAT	Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue
V	Vanadium
W	Tungstène
Zn	Zinc
Zr	Zircon
/j	Par jour
/sem	Par semaine
<	Plus petit que
>	Plus grand que
[L]	Concentration du ligand
[M]	Concentration de l’ion central
[ML]	Concentration du complexe

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Protocoles de terrain 161

Annexe B – Échantillons de roches stériles 164

Annexe C – Plans de surface et sections de forage 189

Annexe D – Résultats complémentaires de caractérisations des matériaux.....218

Annexe E – Résultats des essais cinétiques 233

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte et problématique

Des mines sont exploitées depuis très longtemps afin d'en extraire du minerai, c'est-à-dire des roches avec un potentiel économique. Toutefois, afin d'obtenir ce minerai, il faut extraire la roche et la traiter. Ces étapes produisent des rejets miniers appelés stériles et résidus. Les stériles sont les roches sans potentiel économique qui sont extraites afin d'atteindre le minerai. Le volume de stériles générés est beaucoup plus important lorsque l'exploitation est effectuée à ciel ouvert. Cette méthode de minage implique l'excavation d'une fosse et toutes les roches non économiques doivent être retirées afin d'atteindre le minerai. Le volume de stériles est moins important dans le cas des mines souterraines, car il est alors plus facile de limiter la quantité de roches stériles à extraire en allant récupérer les zones minéralisées. Les résidus miniers sont, quant à eux, les rejets issus du traitement du minerai au concentrateur. Afin d'entreposer ces différents types de rejets, des infrastructures sont mises en place sur les sites miniers : halde à stériles et parcs à résidus. Ces infrastructures doivent respecter de nombreux critères afin de prévenir des problèmes de stabilité physique et/ou chimique. Des méthodes de gestion ont été développés afin d'améliorer ces critères, telles que la densification des résidus, la désulfuration, l'utilisation des résidus dans les recouvrements ou encore la co-disposition des résidus avec les stériles (Bussière, 2007). Pour planifier la gestion des rejets, il est essentiel de bien les caractériser physiquement et chimiquement. Plusieurs essais existent à partir d'échantillons obtenus lors de la mise en valeur d'un gisement, par exemple les carottes de roche forées lors de la phase de définition du gisement, ou des échantillonnages en vrac destinés à des essais de métallurgie. Il est donc possible d'obtenir beaucoup d'informations sur les propriétés des matériaux, avant même que la mine ne soit en opération, et toutes ces étapes entrent dans le domaine de la prédiction. Plus particulièrement, il est question de prédiction de la qualité du drainage minier lorsque les essais servent à prédire les propriétés physico-chimiques des lixiviats générés par la circulation de l'eau à travers les rejets miniers.

Lorsque les rejets contiennent des sulfures, il peut être question de drainage minier acide (DMA) ou de drainage neutre contaminé (DNC). Le DMA est causé par l'oxydation des sulfures, au contact avec l'eau et l'air, causant une diminution du pH et libérant des métaux et des sulfates

(*e.g.*. Aubertin *et al.*, 2002; Blowes *et al.*, 2003; Bussière, 2007). Les eaux minières sont alors caractérisées par un pH faible et des concentrations en métaux et sulfates très élevées. Les essais de prédiction permettent d'évaluer le potentiel de génération d'acide des matériaux selon les réactions d'oxydation des sulfures et de neutralisation d'acide qui se produiront. De façon générale, l'acidité est produite par l'oxydation des sulfures, souvent de la pyrite et de la pyrrhotite, et peut être neutralisée par la dissolution de minéraux neutralisants comme les carbonates et les silicates. Les carbonates n'ont pas tous la même capacité de neutralisation, qui varie entre autres selon leurs taux de réactivité. Certains carbonates, comme la sidérite, ne sont pas considérés comme des minéraux neutralisants car la portion d'acidité neutralisée par ceux-ci est annulée par l'acidité générée lors de la réaction d'hydrolyse du fer contenu dans ces minéraux. La participation de silicates dans les réactions de neutralisation est aussi importante, mais elle demeure faible comparativement aux carbonates en raison de leurs plus faibles cinétiques de dissolution (Bouzahzah *et al.*, 2014a; Frostad *et al.*, 2002). Lorsque le potentiel de neutralisation est dominant sur le potentiel d'acidification, il peut tout de même y avoir des concentrations en métaux élevées. Il s'agit alors de DNC puisque le pH des eaux minières est proche de la neutralité. Le DNC peut se produire lorsque la neutralisation est suffisamment efficace pour éviter un cas de DMA, mais que certains métaux (*e.g.* As, Mo, Ni, Sn, Zn) restent en solution et ne sont pas tous précipités (MEND, 2004). La lixiviation en métaux peut aussi être produite par l'oxydation de sulfures qui ne génèrent pas d'acide, par exemple la sphalérite. Certains métaux peuvent également être solubles à des pH neutres, tels que le nickel (Ni) et le zinc (Zn).

Un autre phénomène accompagne parfois le DNC, soit la sorption des métaux dissous à la surface des autres minéraux. Un effet de délai peut donc avoir lieu, car la sorption retient les métaux dissous et il y a génération de métaux uniquement lorsque les sites de sorption sont saturés. Le DNC peut aussi être causé par une légère diminution du pH demeurant près de la neutralité mais permettant de rendre certains minéraux solubles. Les essais de prédiction sont bien adaptés pour les cas de DMA, mais ils ne tiennent présentement pas compte de l'effet de délai pouvant être causé par la sorption (Plante *et al.*, 2011a). Des techniques novatrices sont présentement en développement afin de pallier à cette lacune.

1.2 Objectifs de l'étude

Afin de résoudre cette problématique, il faut donc développer des méthodes de prédiction mieux adaptées au DNC. Une d'entre elles consiste à ajouter un agent complexant dans l'eau de rinçage des essais cinétiques afin d'empêcher la sorption et la précipitation des métaux dissous générés par les rejets miniers. Le présent projet de recherche consiste donc à contribuer au développement de cette méthode en répondant aux objectifs généraux suivants :

- Effectuer des essais cinétiques en modifiant la composition de la solution utilisée pour les rinçages par l'ajout d'un agent complexant.
- Trouver un agent complexant optimal et la concentration appropriée pour ce type d'essai, afin de permettre la complexation des métaux dissous tout en n'augmentant pas la dissolution des minéraux.

Pour cette étude, les matériaux utilisés proviennent du projet minier Métaux BlackRock (MBR). Ce projet n'est pas encore en opération, et il est donc tout à fait approprié pour des études de prédiction. Les futurs stériles et résidus miniers sont caractérisés comme étant non potentiellement générateurs de DMA (BBA, 2013). Il convient alors d'effectuer des essais pouvant prédire le potentiel de DNC. Afin de bien répondre aux objectifs généraux tout en intégrant les caractéristiques du projet minier, quelques objectifs spécifiques ont également été définis :

1. Compilation des informations géologiques sur le gisement et les roches encaissantes afin de déterminer les unités lithologiques à échantillonner.
2. Sélection et préparation des échantillons sur le terrain à partir de carottes de forage afin de monter des essais cinétiques en barils.
3. Caractérisation de chaque échantillon par des méthodes physiques, chimiques et minéralogiques, incluant la détermination des principaux contaminants potentiels.
4. Évaluation du comportement géochimique de chaque échantillon par des essais cinétiques témoins et avec agent complexant au laboratoire.
5. Évaluation de l'effet d'échelle entre les essais témoins en laboratoire et les essais en barils sur le terrain (*in situ*).

1.3 Structure du mémoire

Le projet de recherche effectué dans le cadre de ce mémoire de maîtrise est divisé en six chapitres. La présente introduction, le chapitre 1, a permis de situer le contexte général du projet et d'en définir les objectifs. Le chapitre 2 porte ensuite sur une revue de littérature critique et pertinente au projet de recherche. Ce chapitre vise à définir les principaux concepts nécessaires à la bonne compréhension du mémoire. Trois sujets distincts y sont abordés, soit les agents complexants (chapitre 2.1), les essais de laboratoire (chapitre 2.2) et le projet minier MBR (chapitre 2.3).

Le chapitre 3 présente les aspects méthodologiques du projet de recherche. Il est divisé en trois (3) sections principales. La première porte sur la démarche d'échantillonnage des stériles miniers, du minerai et des résidus miniers. Cette étape répond à deux objectifs spécifiques du projet (no. 1 et 2). Dans cette section, les points abordés sont le choix des échantillons, les données à partir desquelles ont été basés ces choix, et comment l'échantillonnage a été effectué, en incluant la préparation des échantillons. La seconde section présente les méthodes utilisées en laboratoire pour la caractérisation physique, chimique et minéralogique des échantillons. Ces étapes correspondent à l'objectif spécifique no. 3 du projet. Finalement, la dernière section de ce chapitre porte sur la description des essais cinétiques utilisés dans le cadre de ce projet, afin de répondre aux derniers objectifs spécifiques (no. 4 et 5).

Le chapitre 4 est un article ayant été soumis à la revue *Environmental Science and Pollution Research* en juin 2016. Il présente la problématique associée à la prédiction du DNC et les perspectives d'utiliser un agent complexant dans les essais cinétiques afin de répondre à cette problématique. L'article porte sur cinq (5) échantillons composites de rejets miniers : quatre (4) de roches stériles et un (1) de minerai à basse teneur. La méthodologie employée et les résultats de caractérisation physique, chimique et minéralogique sont présentés, suivis par les résultats d'essais cinétiques avec agent complexant obtenus lors d'essais en laboratoire. L'interprétation de ces résultats porte principalement sur l'évaluation du comportement géochimique des échantillons lors d'essais avec agent complexant.

Le chapitre 5 permet d'aborder d'autres aspects ayant été développés au cours de ce projet de recherche, et qui ne sont pas présentés au chapitre 4. Le chapitre se compose de trois sections. La première section traite de la prédiction du drainage minier pour ces échantillons. La seconde

section porte sur un échantillon de résidus miniers n'ayant pas été présenté au chapitre 4. Il a été choisi de traiter cet échantillon indépendamment en raison des différences au niveau de la méthodologie, de la provenance de l'échantillon et de ses propriétés physico-chimiques. Toutes ces différences ne permettaient pas d'effectuer de comparaison directe avec les autres échantillons. Les résultats de caractérisation et d'essais cinétiques pour l'échantillon de résidus miniers sont donc présentés dans cette section. Finalement, la troisième section du chapitre 5 traite des résultats obtenus lors des essais cinétiques *in situ* effectués sur le terrain. L'objectif de ces essais fut de comparer les résultats obtenus sur le terrain comparativement à ceux obtenus dans les essais témoins en laboratoire. Une évaluation de l'effet d'échelle fait donc l'objet de la dernière partie de cette section.

Finalement, le chapitre 6 porte sur les conclusions du projet et les recommandations émises suite à celui-ci. Les avancées quant au développement de cette méthode de prédiction du DNC sont présentées et de nouvelles voies de recherche en continuité du présent projet sont également proposées. À noter également que plusieurs annexes sont jointes à ce mémoire afin de permettre la consultation de données trop volumineuses pour faire partie du corps du mémoire.

Les principales contributions scientifiques de ce projet ont été présentées dans un article soumis à la revue *Environmental Science and Pollution Research*. Cet article correspond au chapitre 4 du présent mémoire. La référence complète de l'article est la suivante:

Lévesque Michaud, M., Plante, B., Bussière, B., Benzaazoua, M. (2016). Development of a Modified Kinetic Test Using EDTA and Citric Acid for the Prediction of Contaminated Neutral Drainage. Soumis à *Environmental Science and Pollution Research* en juin 2016.

Des affiches, portant sur l'ensemble du projet de recherche, ont également été réalisées dans le cadre du *Symposium sur l'environnement et les mines* tenu en juin 2015 à Rouyn-Noranda, et lors du *Congrès Québec Mines* en novembre 2015 à Québec.

CHAPITRE 2 REVUE CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE

Le domaine de la prédiction du comportement géochimique de rejets miniers implique plusieurs concepts géologiques et chimiques. Dans le cadre de ce projet de recherche, une importance a été accordée à certains aspects afin d'effectuer une revue de littérature pertinente au projet. En premier lieu, une section est consacrée aux agents complexants. La seconde section présente ensuite sommairement les différents types d'essais cinétiques pouvant être utilisés pour répondre aux objectifs du projet. Une sous-section porte sur d'autres considérations importantes aux travaux de laboratoire, telles que la solubilité des métaux et la sorption. Finalement, une dernière section porte sur la description du projet MBR dont les futurs rejets miniers ont été utilisés afin de réaliser ce projet.

2.1 Agents complexants

Afin de bien comprendre comment les agents complexants interagissent avec les autres éléments lors de réactions chimiques, il est primordial de bien définir ce qu'est un agent complexant. Pour cela, cette section se divise en trois parties. Tout d'abord, quelques définitions essentielles sont présentées, suivies par une description générale d'un agent complexant. Sont ensuite présentés différents types d'agents complexants couramment retrouvés dans la littérature, ainsi qu'une partie sur les constantes de stabilité. La dernière partie porte sur certaines utilisations des agents complexants et sur des comparaisons quant à l'efficacité de ceux-ci.

2.1.1 Définitions et description

Quelques définitions sont présentées afin de limiter le vocabulaire utilisé dans cette revue de littérature et de connaître les synonymes pouvant être retrouvés dans la littérature scientifique.

Complexation : Processus au cours duquel un ion simple est transformé en ion complexe (Ringbom, 1967).

Complexe : Un complexe est un édifice polyatomique constitué d'un atome ou d'un cation central auquel sont liés des molécules ou des ions appelés ligands ou coordinats (Scordia, 2006).

Ion central : L'ion central doit pouvoir accepter des doublets d'électrons (Scordia, 2006). *(Synonyme : atome central, cation central, ion métallique)*

Ligand : Un ligand est une molécule ou un ion possédant au moins un doublet d'électrons (Scordia, 2006). Un ligand lié à l'atome central par une seule liaison est un ligand monodentate (unidenté). Un ligand lié à l'atome central par plusieurs liaisons est un ligand polydentate (multidenté). Le nombre de liaisons simples formées par l'atome ou l'ion central avec les ligands est appelé indice de coordination (Scordia, 2006). *(Synonyme : coordinat)*

Agent complexant : Un agent complexant est un coordinat multidenté formant une structure cyclique (Ringbom, 1967). Il s'agit d'un composé ayant la propriété d'inactiver les ions métalliques en les rendant partie intégrante d'une structure cyclique centrale; le métal est rattaché par des liaisons de coordination avec deux ou plusieurs atomes non métalliques dans la même molécule (OQLF, 2012). *(Synonyme : chélatant, chélateur, agent de chélation)*

Chélation : Formation ou présence de liaisons ou autres forces attractives entre un atome central unique et deux ou plusieurs sites liants distincts d'un même ligand. L'entité moléculaire créée est un chélate (OQLF, 2012).

À l'aide des définitions précédentes, il est possible de constater que la chélation est un phénomène de complexation comportant un ligand particulier, soit un agent complexant. Puisque celui-ci forme plusieurs liaisons avec l'ion central, l'agent complexant agit comme une cage autour de l'ion central. De façon générale, la stabilité de ce type de complexe (ou chélate) est très élevée (Ringbom, 1967). Plus il y a de doublets d'électrons disponibles pour former des liaisons et plus la stabilité sera élevée, car la structure cyclique emprisonne davantage l'ion central. De plus, si un des doublets d'électrons se dissocie de l'ion central, le ligand est retenu par une autre paire d'électrons. Le premier doublet ne peut donc pas s'éloigner significativement de l'ion central et peut éventuellement se rabattre et se fixer de nouveau à l'ion central (Huheey *et al.*, 2000). La figure 2.1 montre un agent complexant, dans ce cas-ci l'acide éthylène diamine tétra-acétique (EDTA), et les liens que cette molécule peut créer avec un ion de calcium (Ca).

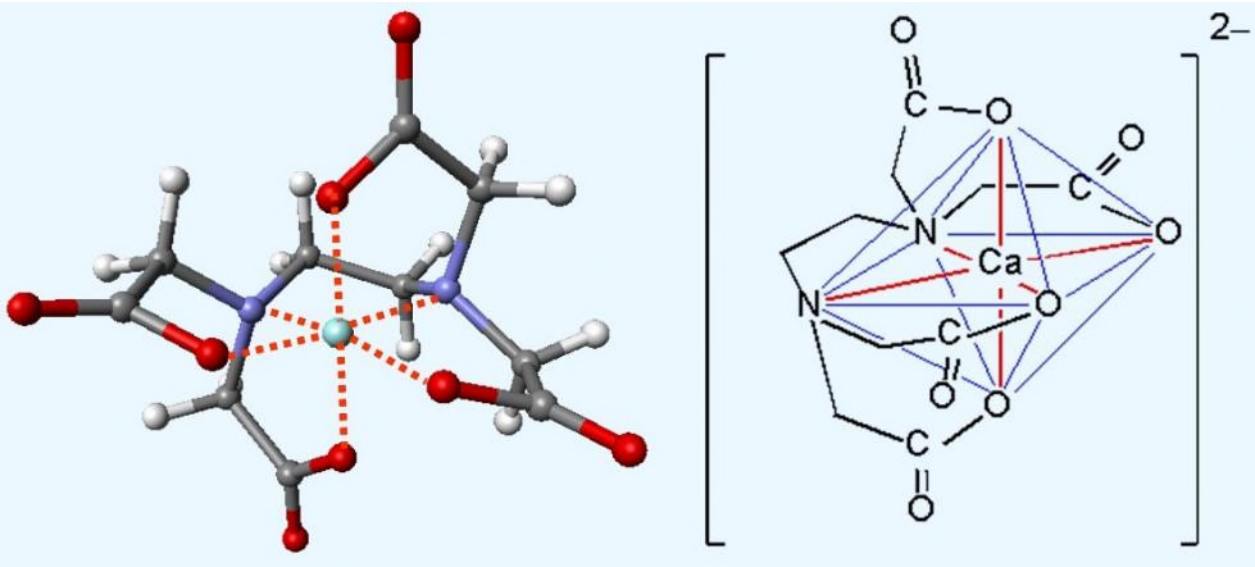


Figure 2.1 : Complexe formé d'EDTA avec un ion de calcium
(http://www.chempage.de/lexi/edta.htm)

L'ion central est souvent un élément de transition (Cu^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, etc.), mais il peut aussi s'agir de cations tels que Ca^{2+} et Mg^{2+} (Scordia, 2006). Il peut donc y avoir un phénomène de compétition entre la formation des différents complexes qui seront influencés par la disponibilité des ions et les constantes de stabilité des complexes.

La formation d'un complexe peut être influencée par différents facteurs, entre autres le pH et la température de la réaction, les concentrations molaires et les réactions compétitrices en milieu aqueux (Chauhan *et al.*, 2015). Un même ion central avec le même agent complexant peut donc former différents complexes. La formule chimique est du type M_nL et ils se forment (ou se décomposent) par étapes successives selon des équilibres successifs, chacun étant caractérisé par une constante de stabilité (ou de dissociation) (Labbé et Mexmain, 2001). Afin d'illustrer cette distribution, la figure 2.2 montre les différentes formes de protonation sous lesquelles peuvent se trouver quatre agents complexants selon différents pH en milieu aqueux. Ces quatre agents complexants sont respectivement l'acide 3,6-dioxa-octane-1,2,4,5,7,8-hexacarboxylique (TDS), l'EDTA, l'acide éthylène diamine-N,N'-disuccinique (EDDS) et l'acide diéthylène triamine penta-acétique (DTPA).

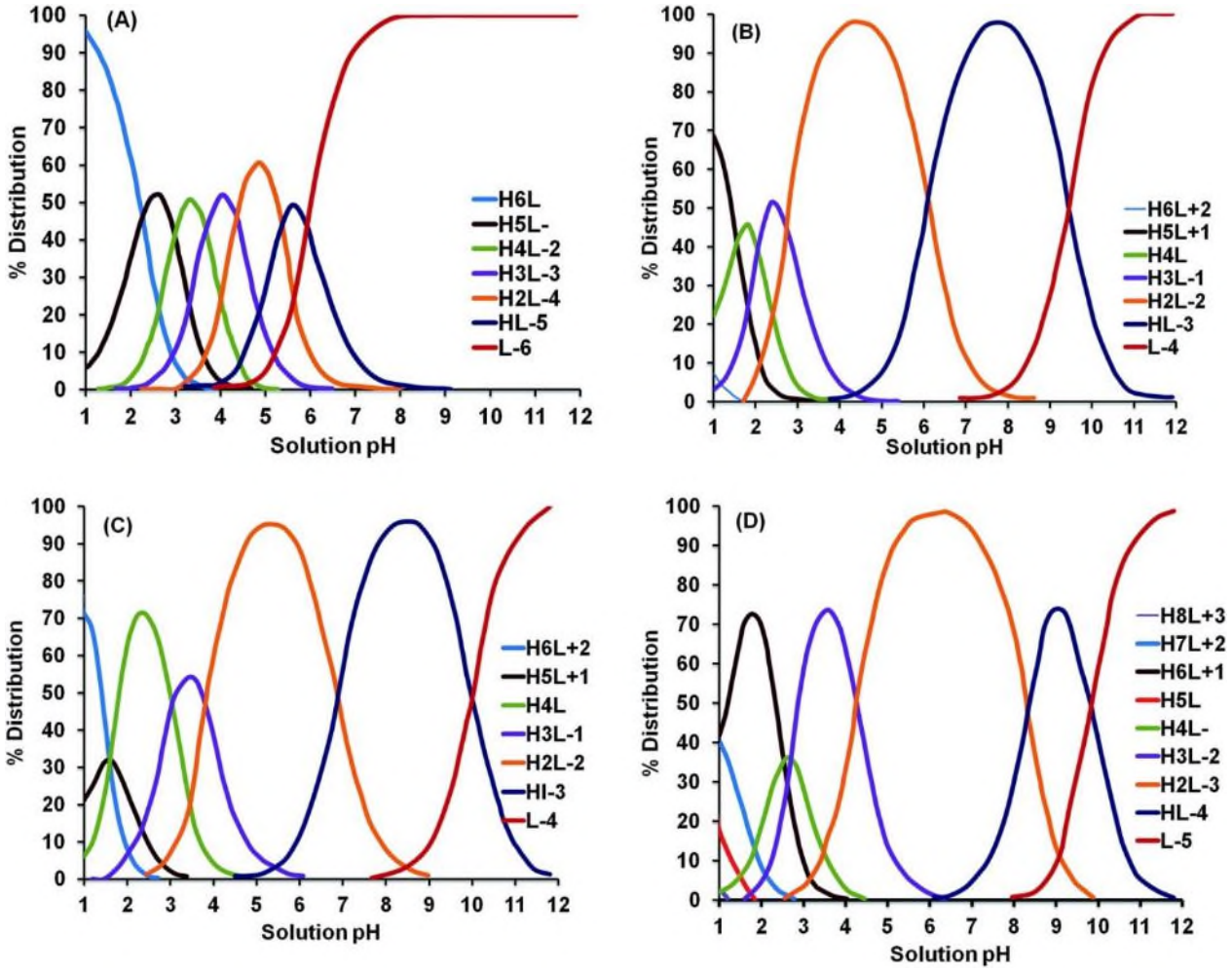


Figure 2.2 : Pourcentage de distribution des formes de protonation d'agents complexants (A) TDS, (B) EDTA, (C) EDDS et (D) DTA (tirée de Chauhan *et al.*, 2015)

2.1.2 Principaux types

2.1.2.1 Acide polyaminocarboxylique (APC)

La famille des acides polyaminocarboxyliques (APC) est celle contenant le plus grand nombre d'agents complexants, dont la plupart sont synthétiques. Leurs utilisations sont largement répandues en raison de leurs complexes qui sont très stables. Ils sont caractérisés par un ou plusieurs groupes amines ainsi que deux ou plusieurs groupes carboxyliques (Nowack et Vanbriesen, 2005). Leur structure leur permet de former des complexes 1 : 1, soit un ligand pour un cation (Knepper, 2003). Les plus connus sont l'acide nitrilo-triacétique (NTA) et l'EDTA. Leur fabrication industrielle a débuté en 1936 pour le NTA, suivi en 1939 pour l'EDTA

(Knepper, 2003). Bien que leurs capacités de chélation soient très avantageuses, ces deux agents complexants présentent des problèmes au niveau environnemental, soit par leur toxicité ou leur faible biodégradabilité (Pinto *et al.*, 2014). C'est pourquoi plusieurs dérivés de ces agents complexants ont été créés. Le tableau 2.1 présente les principaux APC retrouvés dans la littérature scientifique, accompagnés de leur formule chimique, de leur structure moléculaire et de leur masse molaire. Il est également précisé s'ils sont biodégradables ou non.

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux APC

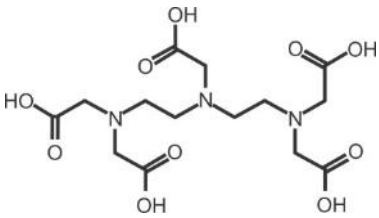
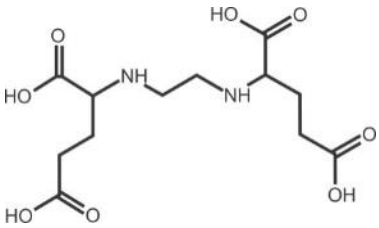
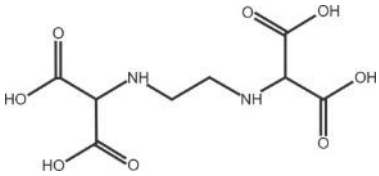
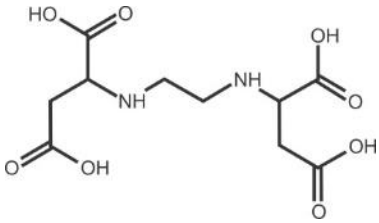
Acronyme	**Nom complet**	**Formule chimique**	**Structure moléculaire**	**Masse molaire (g/mol)**	**Biodégradable[a]**
DTPA	Acide diéthylène triamine penta-acétique (ou acide pentétique)	$C_{14}H_{23}N_3O_{10}$		393,35	Non
EDDG	Acide éthylène diamine-N,N'-diglutarique	$C_{12}H_{20}N_2O_8$		320,30	Oui
EDDM	Acide éthylène diamine-N,N'-dimalonique	$C_8H_{12}N_2O_8$		264,19	Oui
EDDS	Acide éthylène diamine-N,N'-disuccinique	$C_{10}H_{16}N_2O_8$		292,24	Oui

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux APC (suite)

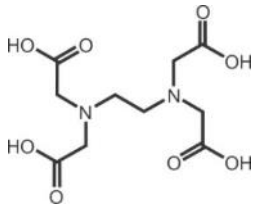
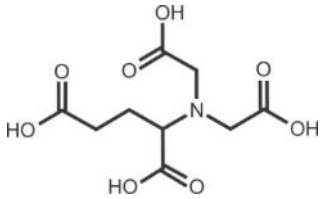
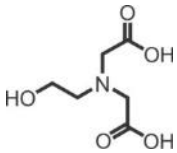
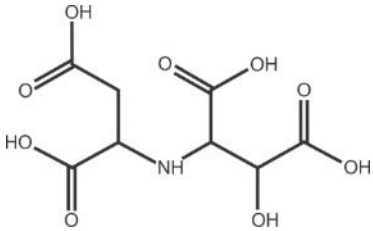
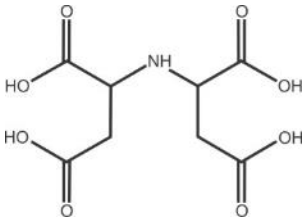
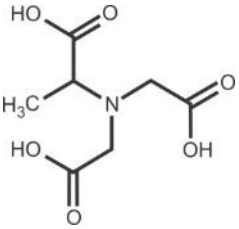
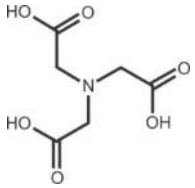
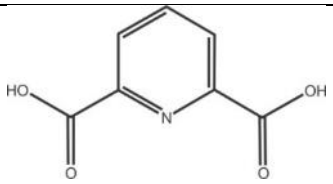
Acronyme	**Nom complet**	**Formule chimique**	**Structure moléculaire**	**Masse molaire (g/mol)**	**Biodégradable[a]**
EDTA	Acide éthylène diamine tétra-acétique	$C_{10}H_{16}N_2O_8$		292,24	Non
GLDA	Acide L-glutamique-N,N-diacétique	$C_9H_{13}NO_8$		263,20	Oui
HEIDA / EDG	Acide hydroxy-éthyl-imino-diacétique	$C_6H_{11}NO_5$		177,16	Oui
HIDS	Acide 3-hydroxy-2,2-imino-disuccinique	$C_8H_{11}NO_9$		265,17	Oui
IDS	Acide imino-disuccinique	$C_8H_{11}NO_8$		249,17	Oui
MGDA	Acide méthyl-glycine diacétique	$C_7H_{11}NO_6$		205,17	Oui

Tableau 2.1 : Caractéristiques des principaux APC (suite)

Acronyme	Nom complet	Formule chimique	Structure moléculaire	Masse molaire (g/mol)	Biodégradable[a]
NTA	Acide nitrilo-triacétique	$C_6H_9NO_6$		191,14	Oui (mais toxique)
PDA	Acide pyridine-2,6-dicarboxylique	$C_7H_5NO_4$		167,12	Oui

[a] Pinto *et al.* (2014)

2.1.2.2 Acide phosphonique

Les acides phosphoniques sont semblables aux APC sauf que les groupes carboxyliques sont remplacés par des groupes phosphoniques, soit C-PO$(OH)_2$ (Nowack et Vanbriesen, 2005). Ils sont davantage commercialisés sous leur forme de base conjuguée appelée phosphonate. De façon générale, il existe un acide phosphonique analogue à chaque APC : par exemple, l'acide éthylène diamine tétra-méthylène phosphonique (EDTMP) et l'EDTA. Les acides phosphoniques sont faiblement biodégradables (Pinto *et al.*, 2014). Le tableau 2.2 présente quelques acides phosphoniques et leurs caractéristiques.

Tableau 2.2 : Caractéristiques des principaux acides phosphoniques

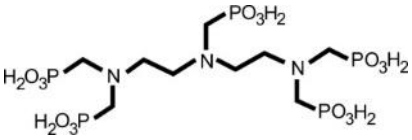
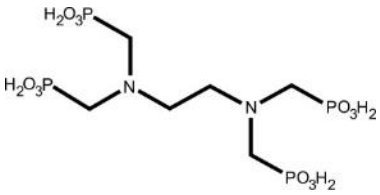
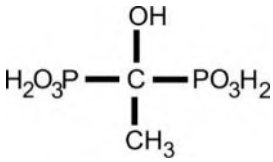
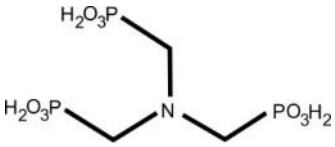
Acronyme	Nom complet	Formule chimique	Structure moléculaire	Masse molaire (g/mol)
DTPMP	Acide diéthylène triamine penta-méthylène phosphonique	$C_9H_{28}N_3O_{15}P_5$		418,33

Tableau 2.2 : Caractéristiques des principaux acides phosphoniques (suite)

Acronyme	**Nom complet**	**Formule chimique**	**Structure moléculaire**	**Masse molaire (g/mol)**
EDTMP	Acide éthylène diamine tétra-méthylène phosphonique	$C_6H_{20}N_2O_{12}P_4$		312,23
HEDP	Acide hydroxyéthane diphosphonique	$C_2H_8O_7P_2$		144,08
NTMP	Acide nitrilo-triméthylène phosphonique	$C_3H_{12}NO_9P_3$		206,13

2.1.2.3 Acide citrique

L'acide citrique est un agent complexant très commun, aussi connu sous le nom de sa base conjuguée, le citrate. Il est énormément utilisé comme additif alimentaire. D'origine naturelle, il a la propriété d'être rapidement biodégradable et non toxique (OECD, 2001). Il peut être extrait à partir d'agrumes; le jus de citron contient entre 5 et 8 % d'acide citrique. Il peut également être préparé industriellement par la fermentation de solutions sucrées naturelles telles que la mélasse (Budavari *et al.*, 1996). Il se compose uniquement de carbone, d'hydrogène et d'oxygène et sa formule chimique est $C_6H_8O_7$. Il détient les propriétés d'un agent complexant de par ses trois groupes carboxyliques (figure 2.3). Sa masse molaire est de 192,12 g/mol.

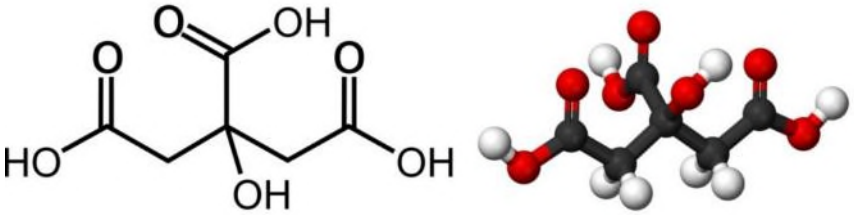


Figure 2.3 : Structure moléculaire et représentation 3D de l'acide citrique

2.1.2.4 Acide oxalique

L'acide oxalique est également réputé pour ses propriétés d'agent complexant. Il est toutefois moins puissant que les précédents puisqu'il possède seulement deux groupes carboxyliques (figure 2.4). Il est principalement utilisé comme agent de blanchiment ou comme antirouille et il est communément appelé sel d'oseille (OQLF, 2012). Sa forme de base conjuguée est l'oxalate. Sa formule chimique est $C_2H_2O_4$ et sa masse molaire est 90,03 g/mol.

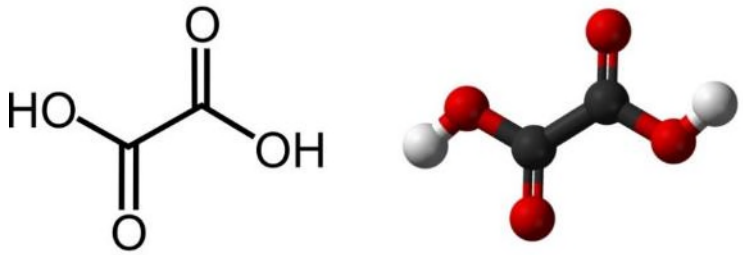


Figure 2.4 : Structure moléculaire et représentation 3D de l'acide oxalique

2.1.2.5 Substances humiques

Les substances humiques réfèrent à une catégorie de matériaux naturels provenant ou étant extraits des sols, des sédiments ou des eaux naturelles (Evangelou *et al.*, 2007). Il y a trois fractions : acide fulvique, acide humique et humine. Leurs structures sont analogues, mais elles se distinguent par le type et le nombre de groupes fonctionnels qui les composent. L'acide humique possède des groupes carboxyliques et phénoliques qui lui permettent de créer des complexes avec les ions métalliques (Hofrichter et Steinbüchel, 2001 [cité dans Evangelou *et al.*, 2007]). Il peut donc être utilisé comme agent complexant. Toutefois, sa structure peut contenir plusieurs composantes et la composition chimique exacte d'un acide humique varie selon son degré de biodégradation. Quant à l'acide fulvique, il est semblable à l'acide humique sauf qu'il possède généralement une masse moléculaire plus faible et il contient davantage d'oxygène. Il est possible d'obtenir des acides humiques et fulviques naturels par fractionnement des substances humiques (Braunschweig *et al.*, 2014). Des méthodes ont entre autres été développées par Aiken *et al.* (1979) et Wolf *et al.* (2004).

2.1.3 Constante de stabilité

La constante de stabilité (K_f) est une constante d'équilibre d'un complexe. Elle est aussi appelée constante de complexation ou constante de formation. Cette constante représente la stabilité d'un complexe (ML) par rapport à ses composantes, soit l'ion central (M) et le ligand (L). Il est aussi parfois question de constante de dissociation (K_d), qui représente la réaction inverse (Scordia, 2006). Ces constantes sont définies par les équations simplifiées suivantes, et de façon générale, elles sont exprimées sous forme logarithmique (logK). Les crochets [ ] indiquent qu'il s'agit des concentrations du complexe ([ML]), de l'ion central ([M]) et du ligand ([L]).

$$Réaction: \quad M + L \Leftrightarrow ML \qquad \textit{(équation 1)}$$

$$K_f = \frac{[ML]}{[M][L]} \qquad \textit{(équation 2)}$$

$$K_d = \frac{[M][L]}{[ML]} \qquad \textit{(équation 3)}$$

L'ion central peut également accepter plus d'un ligand. Chaque réaction est donc caractérisée par une constante de stabilité distincte (Zumdahl, 1999). La présence d'ions H^+ ou OH^- dans la solution a aussi un impact sur la constante de stabilité du complexe. Par exemple, plusieurs complexes peuvent être formés entre le cuivre et le NTA. La réaction de complexation n'est pas la même et une constante de stabilité est associée à chaque complexe (tableau 2.3).

Tableau 2.3 : Constantes de stabilité (logK) successives pour les complexes du NTA et cuivre

Réaction	**logK**
M + L ↔ ML	12,7
M + 2L ↔ ML_2	17,4
M + H + L ↔ MHL	14,3
M + L ↔ M(OH)L + H+	3,5

Martell et Smith (2004) (25°C et force ionique de 0,1 M); exemple tiré de Pinto *et al.* (2014)

Les constantes de stabilité indiquent quels complexes seront les plus stables, ou encore lesquels seront favorisés selon les ions métalliques présents en solution. Le tableau 2.4 présente les constantes de stabilité de nombreux complexes formés à partir d'agents complexants.

Tableau 2.4 : Constantes de stabilité (logK)

	Al^{3+}	**Ca^{2+}**	**Cd^{2+}**	**Co^{2+}**	**Cr^{3+}**	**Cu^{2+}**	**Fe^{2+}**	**Fe^{3+}**	**Mg^{2+}**	**Mn^{2+}**	**Ni^{2+}**	**Pb^{2+}**	**Zn^{2+}**
Acide citrique	11,7	3,5		4,4		6,1	3,2	11,85	2,8	3,2	4,8	4,08	4,5
Acide oxalique	7,26	3,0		4,7		6,3	>4,7	9,4	2,55	3,9	5,16		4,9
DTPA[a]	18,7[b]	10,8	19,0	19,3	22,1	21,1	16,0	27,3	9,0	15,5	20,2	18,9	18,3
DTPMP[b]		10,7				25,3			10,8	17,3			20,1
EDDG		2,59	8,8	10,62		15,0		15,7[c]	3,0	6,7	13,04	8,5	10,2
EDDM		5,1		12,2		15,9			4,93	8,45	14,5	11,4	11,1
EDDS		4,23	10,9	13,6[a]		18,36	12,0[b]	22,0	5,82	9,0[b]	17,05	12,7	13,4
EDTA	16,13	10,7	16,5	16,21	23,4[a]	18,78	14,3	25,7	8,69	13,56	18,56	18,0	16,5
EDTMP[b]		10,2				21,7			9,3	14,6			19,2
GLDA[d]		5,9[c]	10,31			13,03		15,2[c]	5,2[c]	7,6[c]	12,74	11,6	11,52
HEDP[b]		6,1						16,2	6,6		9,2		10,7
HEIDA		4,7	7,4			11,8		11,6	3,4	5,5		9,4	8,4
HIDS[d]		4,8[c]	7,58			12,58		15,0[c]		6,8[c]	11,3	10,21	9,76
IDS		6,7[b]	8,3			14,3[b]	8,2[b]	16,1[b]	6,0[b]	7,3[b]		9,8	13,0[b]
MGDA		7,0[b]	10,61			13,88	8,1[b]	16,5[b]	5,8[b]	8,4[b]	11,99	12,07	10,98
NTA	11,4[b]	6,41	9,76	10,6	>10[a]	12,68	8,84	15,87	5,41	7,44	11,26	11,48	10,45
PDA		4,4	6,4			9,1		10,9	2,3	5,0		8,7	6,4

Pour l'équilibre général M + L = ML (ratio ion central : ligand = 1:1) à 20 ou 25°C et force ionique de 0,1 M

Toutes les valeurs sont tirées de Martell et Smith (2004), à l'exception de celles spécialement identifiées.
[a] Chauhan *et al.* (2015)
[b] Knepper (2003)
[c] Pinto *et al.* (2014)
[d] Begum *et al.* (2012a)

2.1.4 Utilisations des agents complexants

L'utilisation d'agents complexants dans le milieu industriel est de plus en plus importante, car leurs propriétés sont de mieux en mieux connues. Plusieurs domaines industriels peuvent tirer avantage des phénomènes de complexation dans leurs procédés ou encore afin de remplacer certains produits plus dangereux ou plus dispendieux. Les agents complexants sont très variés et la création de nouveaux agents complexants biodégradables vient augmenter considérablement leur quantité. Ils sont utilisés dans plusieurs domaines, mais leur utilisation principale demeure les produits domestiques (par exemple des nettoyants), le traitement de l'eau et l'industrie des pâtes et papiers (Chauhan *et al.*, 2015). Certains agents complexants sont également utilisés pour la conservation des produits alimentaires, entre autres afin de préserver la saveur des aliments (Budavari *et al.*, 1996).

En parallèle à leur utilisation, la recherche concernant les agents complexants a débuté dans les années 1950 et n'a pas cessé d'augmenter depuis. La figure 2.5, modifiée de Chauhan *et al.* (2015), démontre la quantité cumulative de publications compilées sur Scopus en juillet 2014 traitant des agents complexants dans les domaines suivants : réactions chimiques, détoxification des métaux (médecine), extraction des métaux dans l'eau, effet des agents complexants sur l'environnement, décontamination des sols, extraction des métaux dans les plantes et extraction des métaux dans les déchets industriels. La figure 2.6, également modifiée de Chauhan *et al.* (2015), présente les différents domaines de recherche auxquels se rattachent ces articles.

Les domaines d'utilisation des agents complexants sont donc très nombreux. Le principe général demeure toutefois le même, soit créer des complexes solubles en milieu aqueux. Dans plusieurs domaines, l'objectif est de complexer les métaux, soit afin de les accumuler, soit de les éliminer. D'autres secteurs industriels s'intéressent davantage à la complexation du calcium, notamment pour le détartrage. Un intérêt pour les agents complexants biodégradables et non-toxiques est également de plus en plus prononcé afin que les eaux chargées en agents complexants ne soient pas nocives pour l'environnement.

Cette section de la revue de littérature consiste à présenter quelques applications où les agents complexants sont utilisés et l'apport de ceux-ci à ce domaine. Les applications ont été choisies en raison de l'interaction entre les agents complexants et la matière minérale.

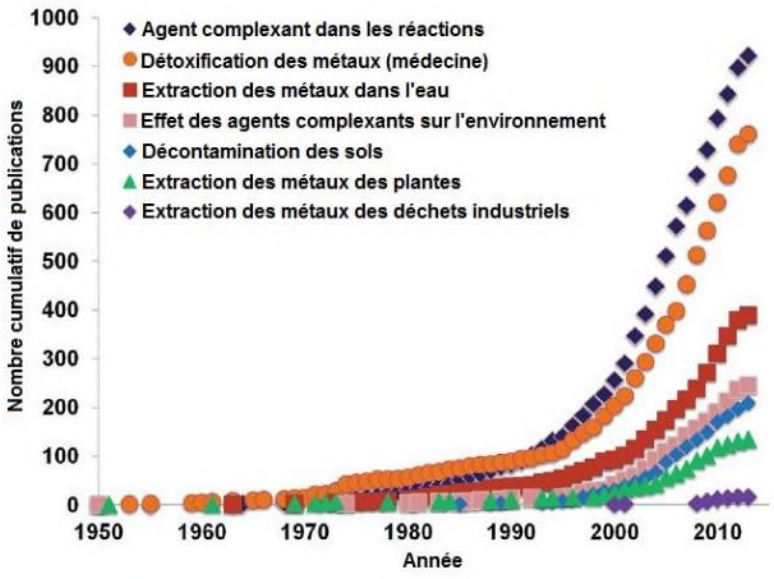


Figure 2.5 : Nombre cumulatif de publications sur l'utilisation des agents complexants (modifiée de Chauhan *et al.*, 2015)

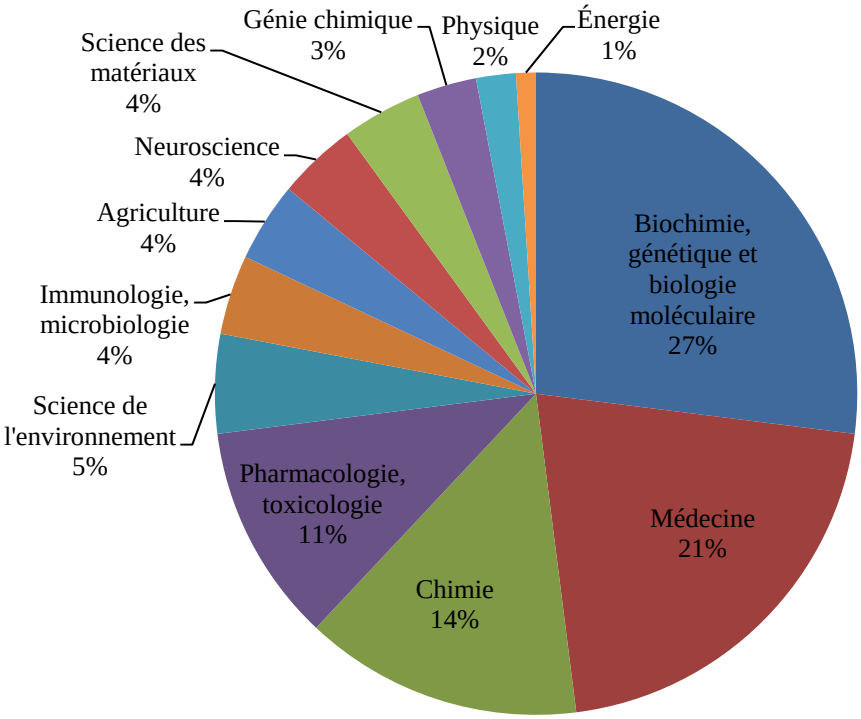


Figure 2.6 : Domaines de recherche selon le nombre de publication sur les agents complexants (modifiée de Chauhan *et al.*, 2015)

2.1.4.1 Décontamination des sols

Plusieurs méthodes existent afin de retirer les métaux traces des sols contaminés. On retrouve, entre autres, des technologies physiques telles que la concentration gravitaire, la séparation magnétique ou électromagnétique, ainsi que des technologies chimiques comme l'extraction par des acides ou des agents complexants (Dermont *et al.*, 2008). Les acides sont utilisés afin de dissoudre les carbonates et autres minéraux pouvant contenir les métaux. Les ions H^+ des acides se substituent ensuite aux cations métalliques dans le sol (Leštan *et al.*, 2008). Les agents complexants, quant à eux, récupèrent les ions métalliques afin de former des complexes solubles en milieu aqueux (Leštan *et al.*, 2008). L'avantage des agents complexants, comparativement aux acides, est qu'ils ont moins d'effets sur les propriétés physico-chimiques des sols et sont donc considérés comme étant moins dommageables pour l'environnement (Leštan *et al.*, 2008; Pinto *et al.*, 2014).

Des méthodes *in situ* et *ex situ* ont été développées pour le lavage des sols. Avec ces méthodes, il est très important de s'assurer de récupérer les eaux servant à décontaminer le sol, car les métaux seront contenus dans ces eaux et il faut éviter qu'elles ne se retrouvent dans l'environnement. Lorsque les propriétés hydrogéologiques du sol contaminé sont bien définies, il est possible de procéder *in situ* (figure 2.7).

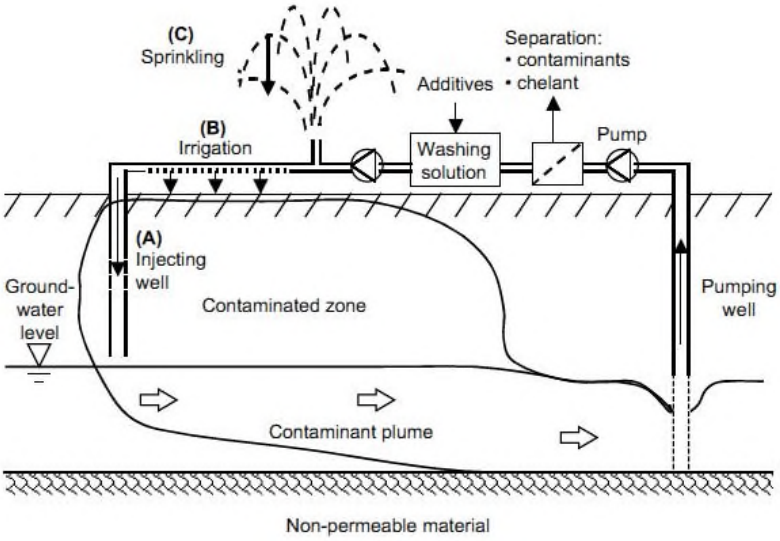


Figure 2.7 : Schéma de lixiviation des sols *in situ* par injection (A), irrigation (B) et aspersion (C) (tirée de Leštan *et al.*, 2008)

Sinon, des méthodes *ex situ* existent, où il faut transférer le sol dans un milieu où les écoulements d'eau seront contrôlés, par exemple en traitant le sol dans un réacteur (figure 2.8), ou par lixiviation en tas ou en colonne (figure 2.9).

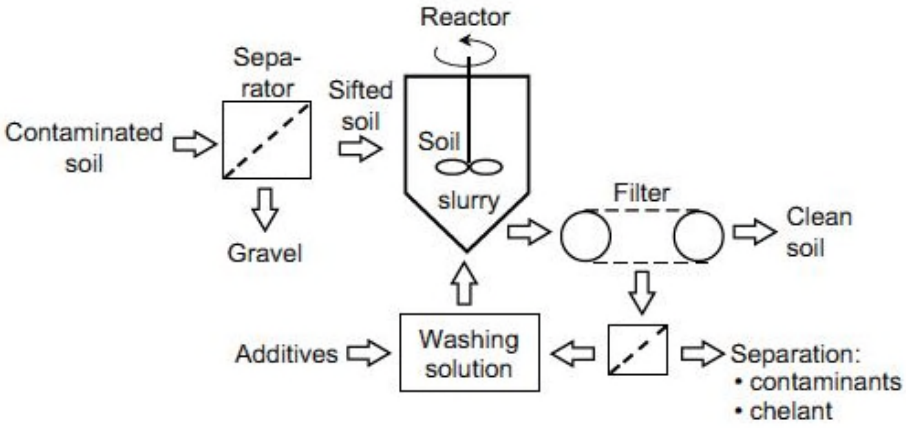


Figure 2.8 : Schéma de lixiviation des sols *ex situ* dans un réacteur
(tirée de Leštan *et al.*, 2008)

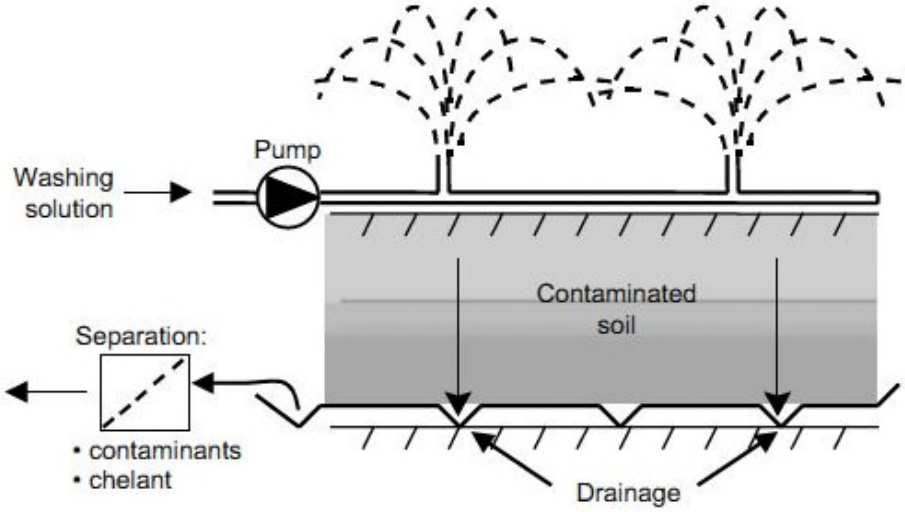


Figure 2.9 : Schéma de lavage des sols *ex situ* de lixiviation en tas ou en colonne
(tirée de Leštan *et al.*, 2008)

Le choix des agents complexants à utiliser repose sur plusieurs critères (Dermont *et al.*, 2008; Leštan *et al.*, 2008; Peters, 1999) :

- Capacité de former des complexes stables avec les métaux sur une large gamme de pH;
- Sélectivité pour certains métaux;
- Affinité de sorption faible des complexes métalliques par les surfaces minérales;
- Potentiel de récupération de l'agent complexant;
- Faible biodégradabilité dans le sol si l'agent complexant doit être recyclé pour être réutilisé;
- Faible toxicité et faible potentiel de nuire à l'environnement;
- Faible coût.

Avant d'appliquer une méthode de remédiation du sol à grande échelle, des essais en laboratoire sont effectués. Ils consistent généralement à des essais d'extraction où une petite quantité de sol est soumise à une lixiviation, répétée ou non, de solution contenant un agent complexant (*e.g.* Andrade *et al.*, 2007; Begum *et al.*, 2012b; Lim *et al.*, 2004; Tsang et Hartley, 2014). Plusieurs paramètres peuvent alors être modifiés, tels que la concentration molaire, le pH, la fréquence de rinçage, le ratio liquide/solide, la durée de contact (*e.g.* Kirpichtchikova *et al.*, 2006; Zou *et al.*, 2009). Un suivi des concentrations en métaux des sols initial et final est effectué, ainsi que sur les concentrations en métaux contenus dans les solutions après lixiviation. Des essais en colonne peuvent aussi être réalisés (*e.g.* Jean-Soro *et al.*, 2012; Lo *et al.*, 2011; Wasay *et al.*, 2001; Yan et Lo, 2012). La quantité de sol utilisé est alors plus grande et la durée de contact est généralement plus longue. Finalement, les propriétés des agents complexants et leurs interactions avec les métaux sont bien connus, et il est également possible de procéder à des modélisations (*e.g.* Jean *et al.*, 2007; Lawrence *et al.*, 2014; Zhang et Tsang, 2013).

Le tableau 2.5 présente un sommaire des agents complexants étudiés en décontamination des sols, les métaux ciblés pour chacun d'entre eux et quelques références citées en exemple. Chaque agent complexant est ensuite traité séparément où les résultats de certaines études sont présentées.

Tableau 2.5 : Agents complexants utilisés en décontamination des sols

Agent complexant	**Métaux**	**Références**
Acide citrique	Cd, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Zn	Peters (1999) Yun *et al.* (2015)
Acide humique	As, Cr, Cu, Ni	Tsang et Hartley (2014) Yan et Lo (2012)
Acide oxalique	As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mn, Pb, Zn	Qiu *et al.* (2010) Wasay *et al.* (2001)
DTPA	Cd, Cr, Cu, Hg, Mn, Pb, Zn	Lim *et al.* (2004) Wasay *et al.* (2001)
EDDS	As, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn	Kirpichtchikova *et al.* (2006) Tsang et Hartley (2014)
EDTA	As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Zn	Andrade *et al.* (2007) Begum *et al.* (2012a) Peters (1999) Zhang *et al.* (2013)
GLDA	As, Cd, Cu, Pb, Zn	Begum *et al.* (2012a) Begum *et al.* (2012b) Tsang et Hartley (2014)
HIDS	Cd, Cu, Pb, Zn	Begum *et al.* (2012a) Begum *et al.* (2012b)
MGDA	Cd, Cu, Ni, Pb, Zn	Begum *et al.* (2012b)
NTA	Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn	Lim *et al.* (2004) Peters (1999)

Acide citrique

L'acide citrique, ou sa base conjuguée le citrate, est couramment utilisé dans les essais sur la décontamination des sols. Ses complexes métalliques offrent une plus faible stabilité, mais il est également moins agressif pour former des complexes avec les autres cations compétitifs tels que Ca, Fe et Mg (Wasay *et al.*, 2001). Cela représente un avantage afin de préserver les nutriments dans le sol.

Kirpichtchikova *et al.* (2006) ont effectué des essais d'extraction à partir de sols contaminés en Zn (1103 mg/kg), Cu (290 mg/kg) et Pb (535 mg/kg). La concentration de la solution de citrate était de 0,1 M et le pH était ajusté à 5,5. Les résultats ont été pris en fonction du temps et du nombre de rinçages. Après un rinçage unique de 144 h avec la solution de citrate, 53 % Zn, 69 % Cu et 24 % Pb ont été enlevés. Lorsque 5 rinçages de 24 h, avec une solution nouvelle à chaque rinçage, ont été réalisés, les extractions ont été de 79 % Zn, 88 % Cu et 91 % Pb. Il est

donc démontré que le renouvellement de la solution est très efficace dans le cas du citrate pour ce cas précis. Une caractérisation minéralogique détaillée de l'échantillon de sol a également été effectuée afin d'identifier les minéraux sources du zinc (*e.g.* Fe-oxihydroxide, phosphate, phyllosilicate, willémite et gahnite).

Des essais similaires ont été effectués par Di Palma et Mecozzi (2007) où une solution d'acide citrique à 0,1 M a été utilisée avec différentes proportions du ratio liquide/solide. Le suivi a été effectué pour les concentrations en Pb, Zn et Cu sur une période de 144 h. Il a toutefois été constaté que les conditions de l'essai (pH entre 2,87 et 3,57) n'étaient pas optimales pour l'acide citrique, car il n'était pas possible d'extraire le plomb et le cuivre. La dissolution du fer semble avoir nuit à ces extractions.

Yun *et al.* (2015) ont aussi utilisé l'acide citrique afin de lixivier un sol contaminé artificiellement en Zn, Pb, pétrole et huiles lourdes (HPO). Les résultats d'extraction ont été de 85,6 % Zn, 62 % Pb et 31,6 % HPO. L'essai a été effectué dans un agitateur pendant une période de 24 h, à 25°C et avec une solution d'une concentration de 0,05 M. Les données qui ont été obtenues par modélisation ont permis d'avoir plus d'informations sur les processus impliqués lors de la lixiviation d'un sol contenant plusieurs contaminants.

Finalement, les études de Peters (1999) sur l'extraction des métaux de sols contaminés ont aussi impliqué l'acide citrique. Les essais ont été effectués sur deux sols différents et le suivi a été fait pour plusieurs métaux. L'efficacité d'extraction pour les sols 1 et 2 ont été de :

Sol 1 : Cd > Cu > Zn > Hg >> Pb ~ As > Cr ~ Fe

Sol 2 : Cd >> Cu >> Zn ~ Hg >> Pb ~ As ~ Cr > Fe

<u>Acide humique</u>

Les acides humiques peuvent être une alternative naturelle intéressante à l'utilisation d'agents complexants synthétiques. Certaines études caractérisent aussi la présence d'acides humiques dans le sol afin d'en mesurer l'impact sur l'extraction des métaux (*e.g.* Yan et Lo, 2012).

Les travaux de Tsang et Hartley (2014) ont porté sur la décontamination d'un sol contenant des arséniates de Cr et de Cu (CCA). Une extraction séquentielle a été effectuée sur l'échantillon de

sol afin de définir quelle fraction contient chaque contaminant (échangeable, carbonates, oxydes Fe-Mn, matière organique et sulfures, ou résiduelle). Les essais d'extraction ont été faits avec trois agents complexants (EDTA, EDDS et GLDA) ainsi que trois dérivés de substances humiques. La figure 2.10 présente l'efficacité d'extraction du Cu, du Cr et du As pour l'ensemble des fractions, tandis que la figure 2.11 présente le changement de la distribution des métaux pour chaque fraction, en mettant en comparaison les agents complexants et les acides humiques. Il y est démontré que l'efficacité des acides humiques comme agent complexant est beaucoup plus faible, mais qu'il peut tout de même y avoir un certain intérêt selon les métaux à extraire.

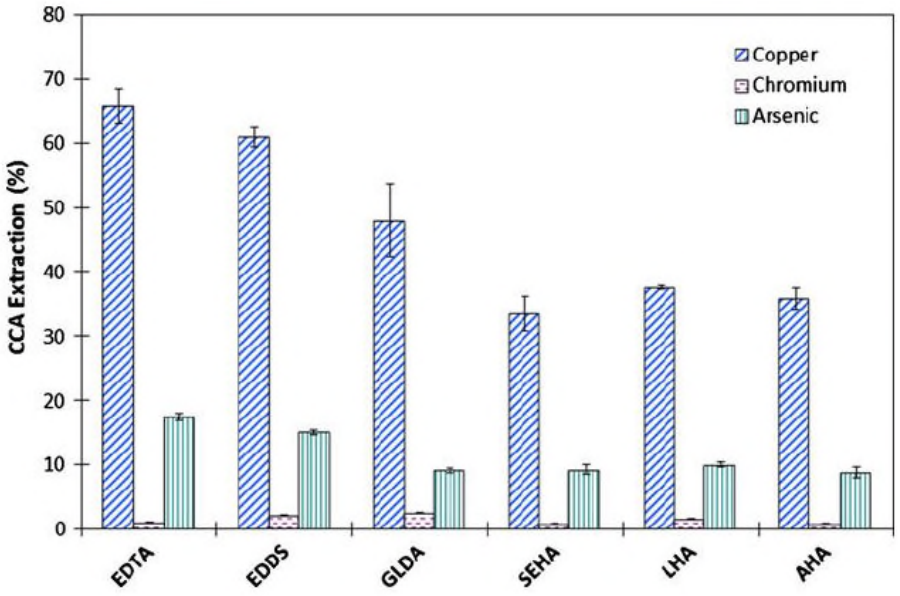


Figure 2.10 : Efficacité d'extraction du Cu, Cr et As
(tirée de Tsang et Hartley, 2014)

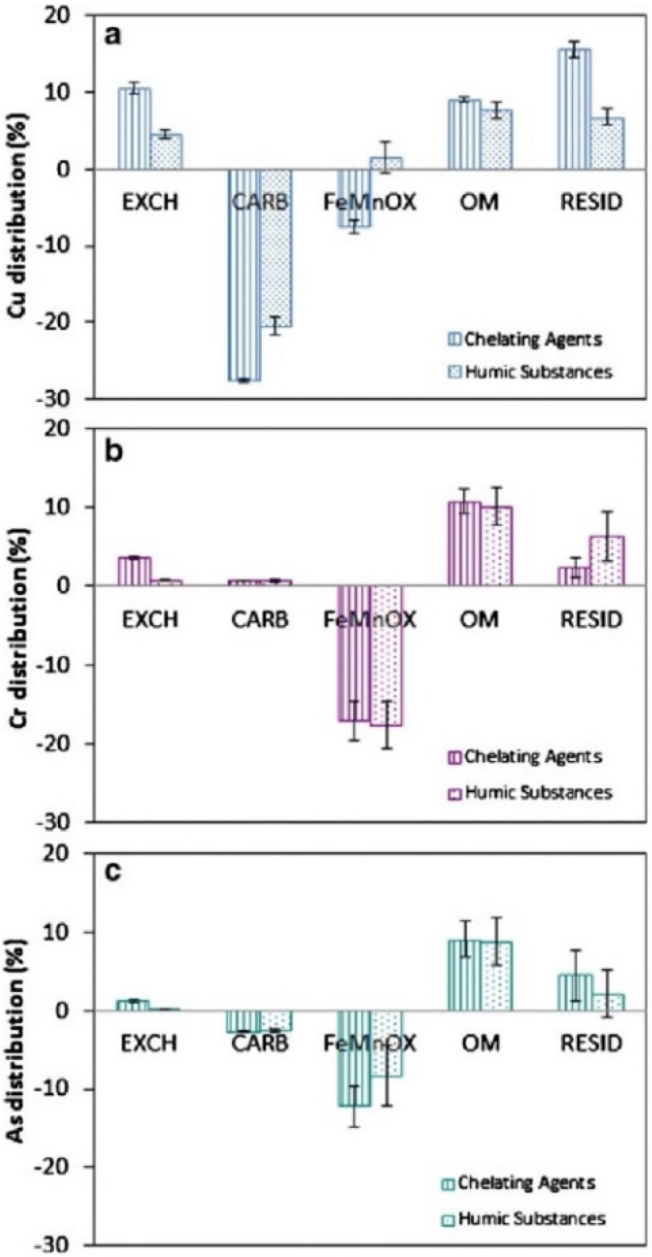


Figure 2.11 : Changement de la distribution du Cu, Cr et As du sol traité
(tirée de Tsang et Hartley, 2014)

<u>Acide oxalique</u>

L'acide oxalique, ou l'oxalate, est souvent utilisé en décontamination des sols afin d'extraire les métaux sous forme anionique, principalement l'arsenic, et aussi parfois le chrome. L'oxalate est tout de même efficace aussi avec les métaux sous forme cationique. Dans leurs travaux, Qiu *et al.*

(2010) ont utilisé l'oxalate (0,1 M) en combinaison avec l'EDTA (0,01 M) afin d'optimiser la lixiviation des sols contaminés. La figure 2.12 présente les résultats obtenus en utilisant chaque solution indépendamment. L'oxalate a été efficace pour extraire plusieurs métaux : As, Cd, Cu et Zn. Toutefois, le Pb n'a pas pu être retiré, car l'oxalate a formé un précipité d'oxalate de plomb faiblement soluble.

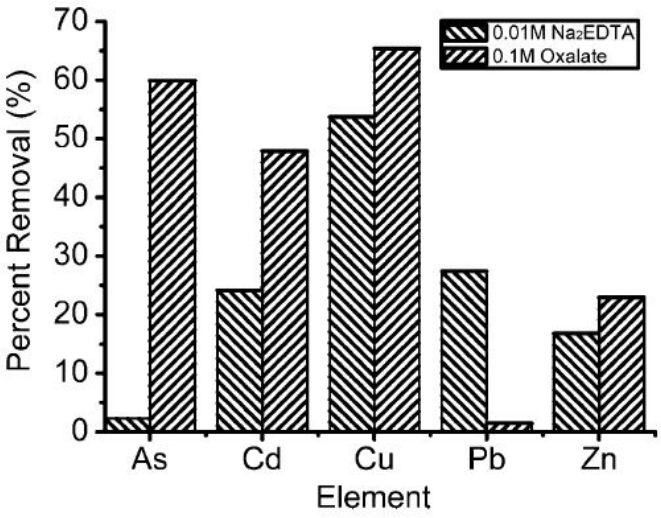


Figure 2.12 : Efficacité d'extraction de l'EDTA 0,01 M et l'oxalate 0,1 M pour un ratio liquide/solide de 20 et un temps de contact de 24 h (tirée de Qiu *et al.*, 2010)

Il a aussi été démontré que l'extraction de As corrélait avec les concentrations en Al et en Fe dans la solution finale. Ainsi, la présence de As dans ce sol serait associée aux oxydes, car l'oxalate favorise davantage leur dissolution (Qiu *et al.*, 2010).

Tout comme avec l'acide citrique, Peters (1999) a soumis deux sols à une lixiviation avec une solution d'oxalate. Les efficacités d'extraction pour différents métaux se déclinent comme suit :

Sol 1 : Cu ~ Hg > Cd > Zn ~ As > Cr ~ Fe > Pb

Sol 2 : Hg >> Cu > Cd > Zn ~ As > Cr ~ Fe > Pb

DTPA

Le DTPA peut être utilisé comme alternative à l'EDTA. Les constantes de stabilité des complexes métalliques avec le DTPA sont légèrement supérieures à celles de l'EDTA. Les expériences réalisées démontrent toutefois que les métaux sont extraits des sols contaminés avec un même ordre de grandeur. Wasay *et al.* (2001) ont utilisé le DTPA et l'EDTA comme agents complexants et ont obtenu des résultats similaires quant à l'extraction du Pb, du Cd, du Cu et du Zn (efficacité entre 93 et 97 %). Le DTPA n'est toutefois pas efficace pour extraire le Hg. La concentration de DTPA utilisée était de 0,1 M et le pH a été ajusté à 5,5.

Lim *et al.* (2004) ont également utilisé le DTPA comme agent complexant dans leurs essais en décontamination des sols. Les métaux ciblés étaient le Pb, le Cd et le Cr. Il a été démontré que le DTPA à une concentration de 0,005 M est très efficace pour extraire le Pb et le Cd dans un intervalle de temps rapide. L'extraction du Cr demande quant à elle plus de temps ou une concentration de DTPA plus élevée.

EDDS

L'EDDS est un agent complexant biodégradable et son utilisation est de plus en plus favorisée en décontamination des sols, puisqu'il présente moins de risques pour l'environnement. Plusieurs études ont utilisé l'EDDS afin de comparer son efficacité d'extraction avec celle de l'EDTA. Par exemple, Tsang et Hartley (2014) ont utilisé l'EDTA, l'EDDS, le GLDA et les acides humiques. Les résultats sont présentés sur la figure 2.10 de la section sur les acides humiques pour l'EDDS. Son efficacité pour extraire le Cu, le Cr et le As est donc du même ordre de grandeur que l'EDTA, quoique légèrement inférieure.

Hauser *et al.* (2005) ont utilisé l'EDDS afin d'effectuer des essais d'extraction en colonne du Cu, du Zn et du Pb à partir de trois sols contaminés. Il a été démontré que le temps de contact d'une durée plus longue dans la colonne causait une lente dissolution des oxydes de fer et donc la formation de complexes de fer avec l'EDDS. Les profils de concentrations (figure 2.13) montrent aussi que le Cu et le Pb sont davantage extraits au sommet de la colonne et sont déposés au fond. Cette variation pourrait provenir de la biodégradation des complexes métalliques durant la

migration de la solution d'EDDS. Les concentrations en Zn sont toutefois constantes sur tout le profil de la colonne.

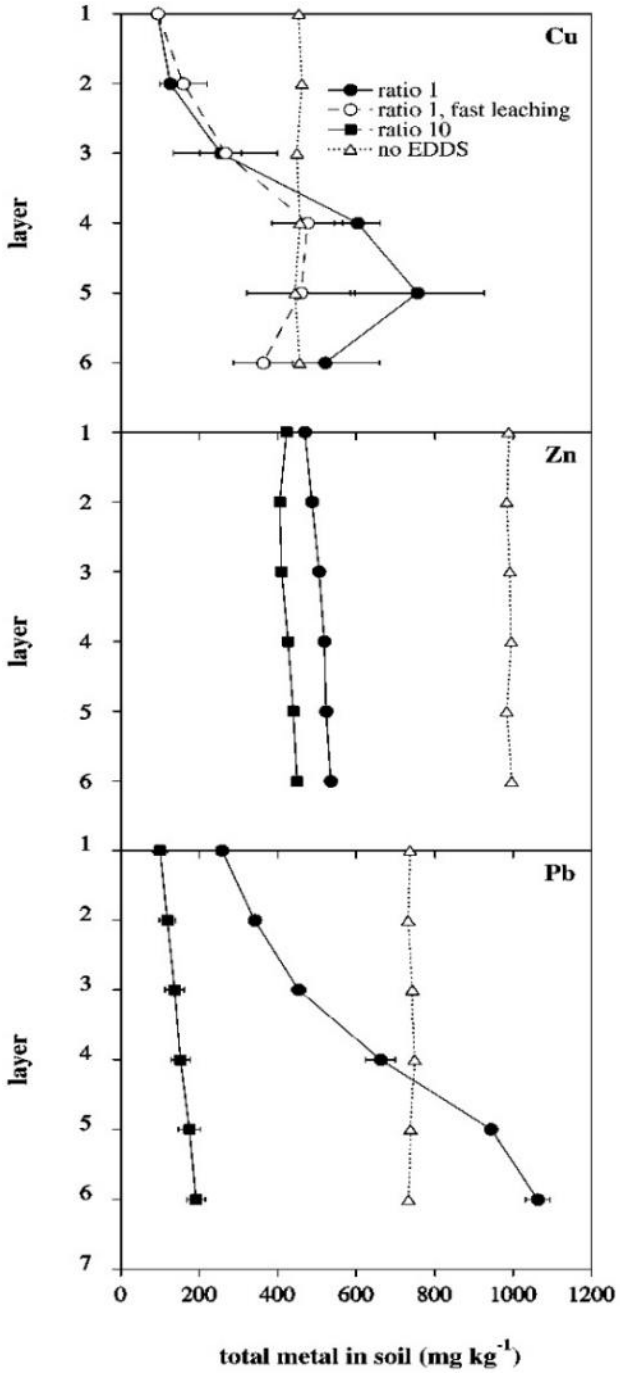


Figure 2.13 : Profils des concentrations en Cu, Zn et Pb après l'extraction avec l'EDDS (tirée de Hauser *et al.*, 2005)

EDTA

L'EDTA est l'agent complexant le plus utilisé en décontamination des sols. Les constantes de stabilité de ses complexes métalliques sont très élevées et, bien qu'il ne soit pas biodégradable, cela peut être un avantage pour les industries qui désirent le récupérer. Les travaux de Voglar et Leštan (2012) ont d'ailleurs porté sur la récupération de l'EDTA suite à son utilisation pour la décontamination des sols. La tendance porte toutefois à pencher davantage vers les agents complexants biodégradables, mais l'EDTA est souvent utilisé comme comparatif pour ces études (voir figures 2.10 et 2.12). Il y a donc énormément d'informations dans la littérature sur l'efficacité d'extraction de l'EDTA avec plusieurs métaux. Par exemple, Andrade *et al.* (2007) ont effectué des essais d'extraction en variant la concentration de la solution d'EDTA, ainsi que le ratio liquide/solide. Le suivi a été fait sur plusieurs métaux et éléments : Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S et Zn. De façon générale, l'efficacité d'extraction augmente avec la concentration en EDTA dans la solution. Il a aussi été démontré que des rinçages supplémentaires sans agent complexant continuaient d'extraire des métaux, sans doute en raison de la présence d'EDTA résiduel dans le sol.

Zhang *et al.* (2013) ont aussi réalisé des essais en modifiant la concentration d'EDTA dans la solution de lixiviation (5, 10 et 20 mM). Les résultats obtenus démontrent que le Pb et le Zn sont extraits très rapidement à concentration plus élevée, mais qu'une concentration plus faible obtient des meilleures efficacités d'extraction à long terme. L'extraction est plus continue pour le Cr, le Cu et le Ni et corrèle avec l'extraction de Al, de Fe, de Mg et de Mn. La dissolution des oxydes par l'EDTA pourrait donc expliquer l'extraction continue de ces métaux. Les figures 2.14 et 2.15 présentent les résultats obtenus par Zhang *et al.* (2013) dans le cadre de cette étude.

L'étude de Peters (1999) a également permis de comparer l'efficacité d'extraction des métaux avec l'EDTA. Les résultats sont les suivants :

Sol 1 : Cu > Zn > Pb ~ Hg > Cd >> Cr > As ~ Fe

Sol 2 : Cu > Pb ~ Zn > Cd ~ Hg >> Cr ~ Fe ~ As

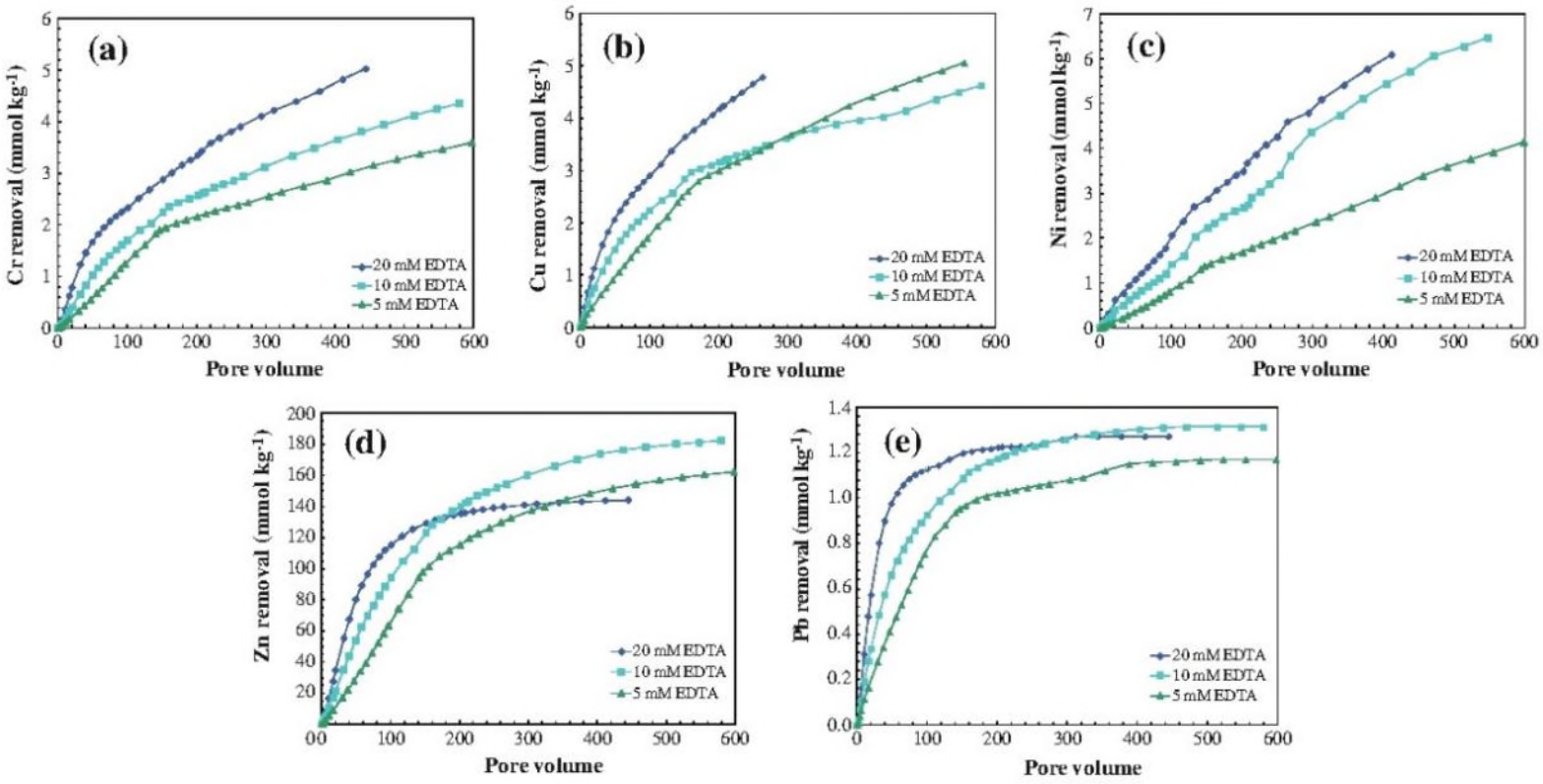


Figure 2.14 : Extraction des métaux par rinçage avec l'EDTA

(tirée de Zhang *et al.*, 2013)

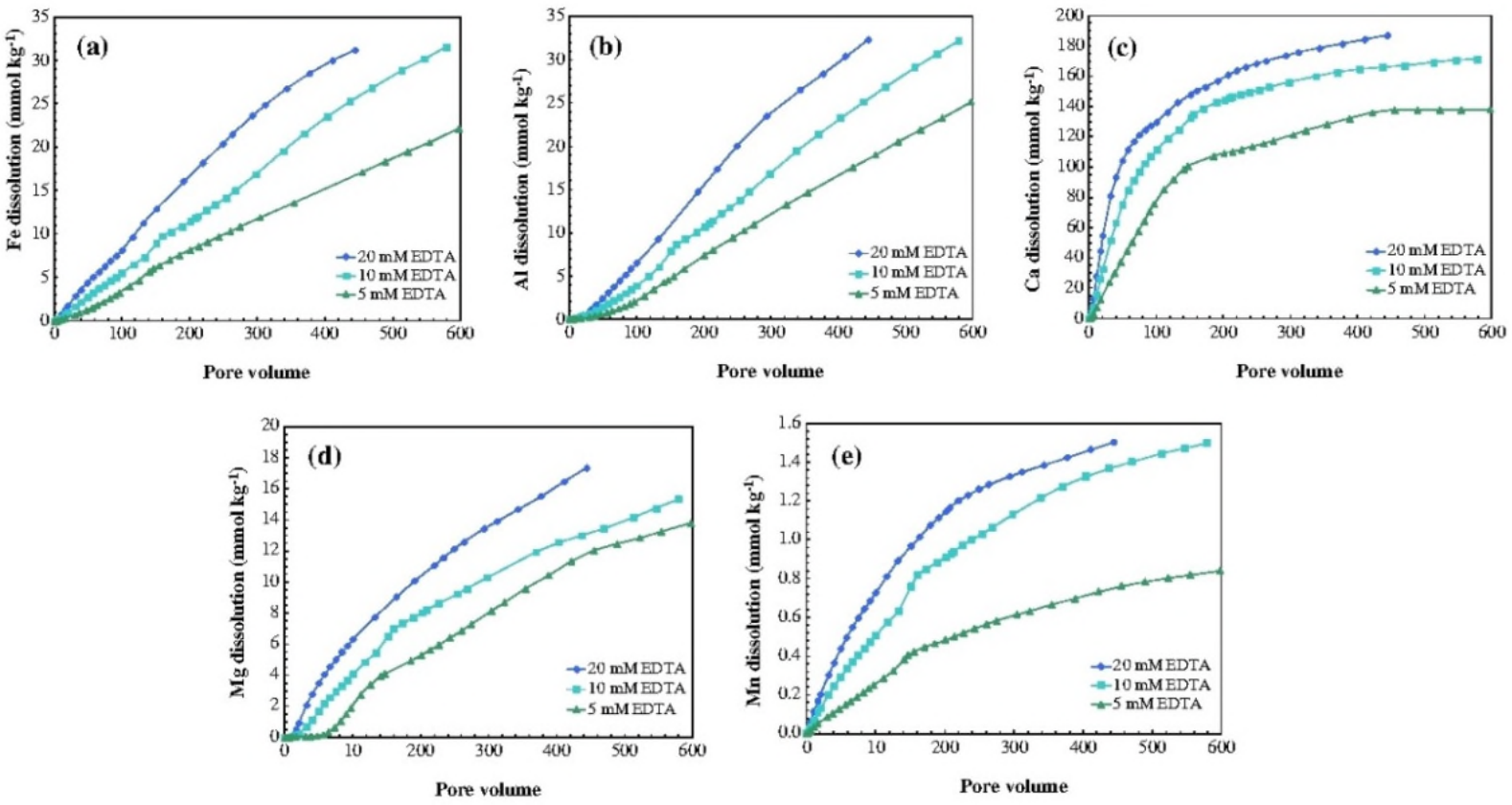


Figure 2.15 : Enlèvement des éléments du sol par rinçage avec l'EDTA

(tirée de Zhang *et al.*, 2013)

GLDA, HIDS et MGDA

Le GLDA, l'HIDS et le MGDA sont trois agents complexants biodégradables. Ils ont fait l'objet de recherches pour leur utilisation afin de décontaminer les sols par Begum *et al.* (2012b). Un autre APC biodégradable, l'IDSA, a également été testé dans cette étude. Les résultats ont été comparés avec ceux obtenus à partir d'extraction avec l'EDTA et l'EDDS. La figure 2.16 présente les résultats obtenus par Begum *et al.* (2012b) quant à l'extraction de Cd, de Cu, de Ni, de Pb et de Zn. Les essais ont été effectués à différents pH (4, 7 et 10). L'objectif était de déterminer quel agent complexant biodégradable est optimal pour décontaminer les sols, selon les métaux visés et les conditions de pH en place.

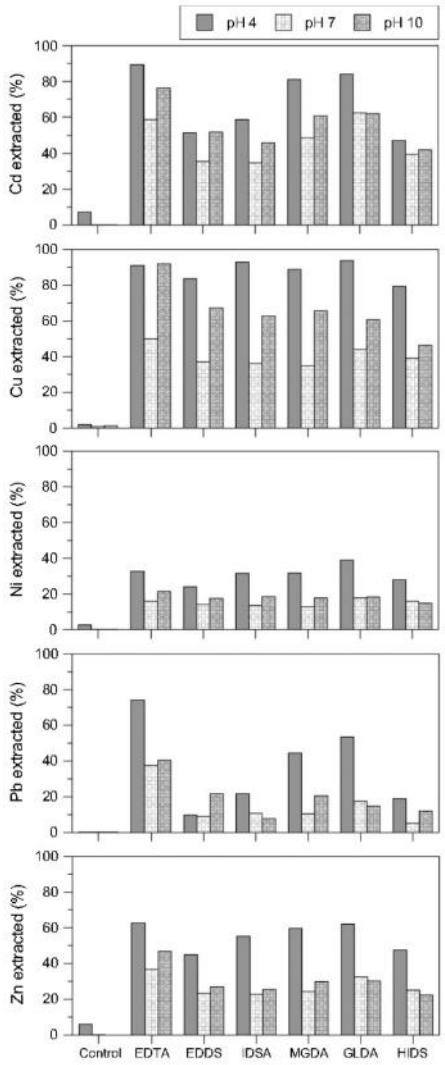


Figure 2.16 : Efficacité d'extraction des métaux en fonction du pH

(tirée de Begum *et al.*, 2012b)

La figure 2.17 montre la distribution des métaux suite aux essais selon les différentes fractions définies par une extraction séquentielle. Il est alors possible de déterminer de quelle fraction proviennent les métaux qui ont été extraits durant l'essai. Selon Begum *et al.* (2012b), il a été conclu que le GLDA possède le meilleur potentiel pour décontaminer les sols comparativement aux autres agents complexants biodégradables testés.

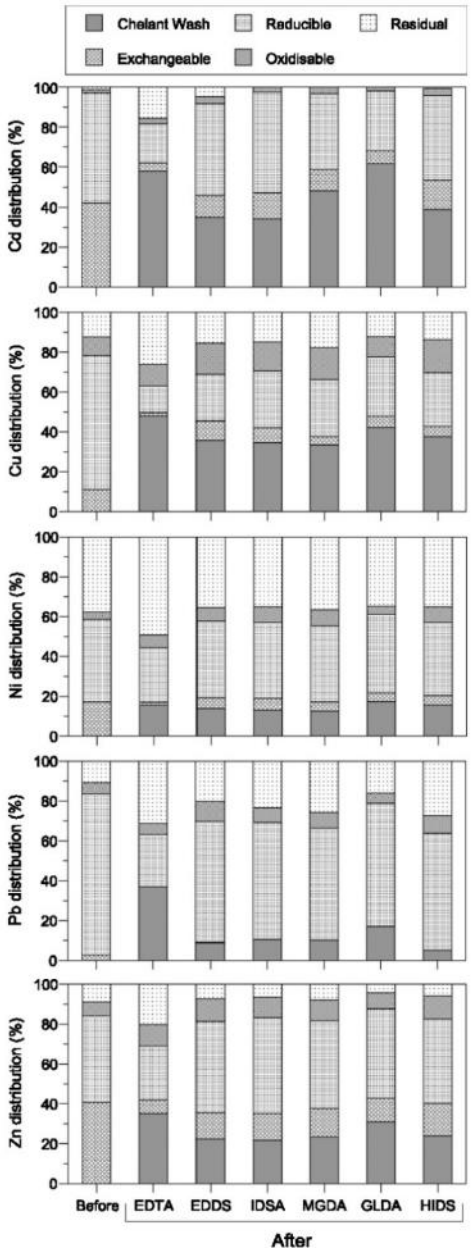


Figure 2.17 : Distribution comparative des métaux avant et après l'essai d'extraction (tirée de Begum *et al.*, 2012b)

NTA

Le NTA, tout comme l'EDTA, fait partie des premiers agents complexants utilisés pour la décontamination des sols. Toutefois, son utilisation est de moins en moins fréquente, car il présente des risques pour la santé des êtres vivants par sa toxicité et son effet cancérigène (Pinto *et al.*, 2014). Bien que ses capacités d'extraction soient excellentes, son utilisation demeure controversée. Pour fin de comparaison, Peters (1999) a utilisé le NTA pour lixivier les deux échantillons de sols et l'ordre d'efficacité d'extraction est la suivante :

Sol 1 : Pb > Zn ~ Cu > Cd >> Hg > Cr ~ Fe > As

Sol 2 : Pb > Cu > Cd ~ Zn ~ Hg >> Cr > As ~ Fe

2.1.4.2 Phytoremédiation

Les agents complexants peuvent être utilisés pour décontaminer les sols par lixiviation, mais une autre méthode impliquant des plantes peut aussi être appliquée. Il s'agit de phytoremédiation, aussi appelée phytoextraction. Cette méthode consiste à planter dans les sols contaminés des espèces pouvant accumuler les métaux. Les métaux sont captés par les racines et se concentrent dans celles-ci ou dans les pousses (De Araújo et Do Nascimento, 2010). Il suffit ensuite de récolter les plantes pour recueillir les métaux qui étaient auparavant contenus dans le sol. L'utilisation d'agents complexants en phytoremédiation permet d'augmenter la solubilité des métaux. Ils ont toutefois aussi un effet sur la viabilité de la biomasse. Les concentrations doivent être suffisantes pour complexer les métaux et les rendre solubles pour qu'ils puissent être concentrés dans les plantes, mais si les concentrations sont trop élevées, les agents complexants viendront nuire à la croissance de la plante et la méthode perdra de son efficacité.

Shahid *et al.* (2014) présentent une synthèse des travaux effectués avec l'EDTA pour la phytoremédiation. Les effets favorables d'utiliser l'EDTA sont entre autres démontrés par une augmentation significative de la mobilité des métaux grâce à une augmentation de leur solubilité. Toutefois, des effets néfastes sont aussi exposés suite à une toxicité provoquée par l'accumulation de complexes métalliques avec l'EDTA dans les plantes.

L'utilisation d'EDTA et d'acide citrique pour la phytoremédiation a été étudié par Chaturvedi *et al.* (2015). Le sol contaminé consiste dans ce cas-ci en des résidus miniers provenant d'une exploitation de minerai de fer et il contient plusieurs métaux traces. Les essais ont été effectués

avec des concentrations d'EDTA ou d'acide citrique de 0,05, 0,10 et 1,5 mM. Les métaux analysés sont le Fe, le Cu, le Zn, le Ni, le Cr, le Cd et le Pb. Le tableau 2.6 présente les concentrations totales en métaux extraites dans les plantes dans l'échantillon contrôle, celui avec ajout d'acide citrique et celui avec ajout d'EDTA pour une concentration de 0,05 mM. Une augmentation de la concentration a permis d'extraire davantage de métaux, mais la concentration de 0,05 mM est jugée suffisante afin de ne pas trop affecter la biomasse.

Tableau 2.6 : Concentrations totales en métaux extraits par phytoremédiation (Chaturvedi *et al.*, 2015)

Échantillon	**Fe (µg/g)**	**Cu (µg/g)**	**Zn (µg/g)**	**Ni (µg/g)**	**Cr (µg/g)**	**Cd (µg/g)**	**Pb (µg/g)**
Contrôle	175,34	118,72	110,51	2,5	21,9	1,026	10,2
Acide citrique	184,17	161,94	157,69	4,41	26,17	1,79	20,79
EDTA	187,04	176,12	172,85	5,44	28,46	2,254	22,14

Bien que les concentrations soient supérieures avec l'EDTA, il a toutefois été recommandé de favoriser l'acide citrique en raison de la réduction de biomasse causée par l'EDTA. L'impact final sera plus favorable avec l'acide citrique.

Finalement, la phytoremédiation a également été développée pour extraire l'uranium des sols contaminés (Duquène *et al.*, 2009; Jagetiya et Sharma, 2013). La figure 2.18 montre les résultats obtenus en comparant l'uranium accumulé dans les pousses et dans les racines selon l'utilisation de quatre agents complexants différents (acide citrique, EDTA, acide oxalique et NTA). Il a été démontré que la concentration optimale, tous agents complexants confondus, était de 2,5 mmol/kg tandis qu'une concentration de 12,5 mmol/kg entraînait une perte majeure de la biomasse.

En conclusion, l'utilisation d'agents complexants permet d'augmenter l'efficacité de la phytoremédiation, mais ils doivent être dosés prudemment afin d'éviter les effets nocifs qu'ils pourraient avoir sur les plantes.

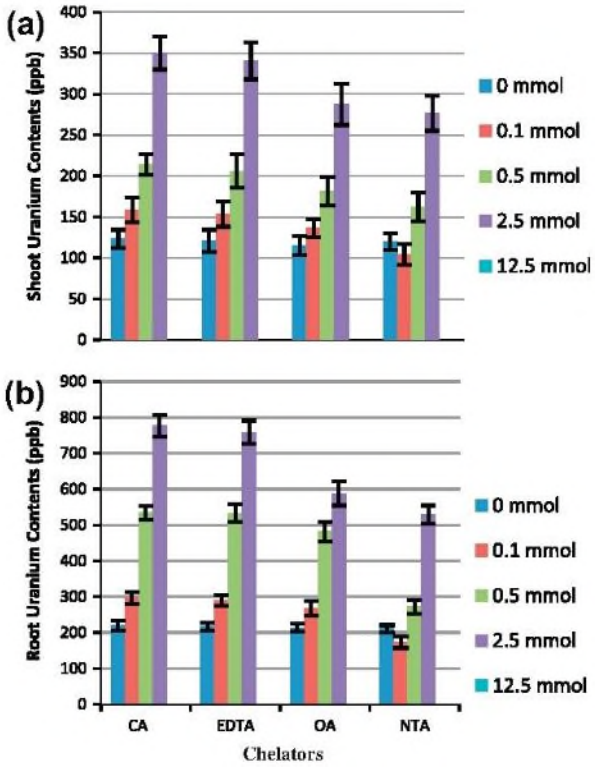


Figure 2.18 : Impacts des agents complexants sur le contenu en uranium des pousses et racines (tirée de Jagetiya et Sharma, 2013)

2.1.4.3 Extraction des métaux

Les utilisations précédentes servent surtout à éliminer les métaux d'un milieu où ils sont indésirables. Il est néanmoins possible d'utiliser les agents complexants afin d'extraire les métaux pour les valoriser. Il pourrait, en effet, être possible de substituer les acides utilisés pour extraire les métaux de certains minerais par des agents complexants. Ces méthodes d'extraction à l'acide sont utilisées surtout pour les dépôts de bauxite (Al) ou les latérites (Ni). Un bon exemple porte sur l'extraction du Ni contenu dans des saprolites en Indonésie en utilisant de l'acide citrique (Astuti *et al.*, 2016). Des essais ont été effectués avec de l'acide citrique et de l'acide oxalique afin de remplacer les acides forts utilisés dans ces procédés, par exemple l'acide sulfurique. Il a été démontré que l'acide citrique était performant afin d'extraire le Ni contenu dans la serpentine, mais peu efficace pour le Ni contenu dans la goethite. Quant à l'acide oxalique, les résultats sont peu concluants puisqu'il y a eu formation d'un précipité d'oxalate de Ni. Il a donc été recommandé de poursuivre les études avec l'acide citrique puisque son

utilisation comporte moins de risques environnementaux que l'acide sulfurique. Des méthodes utilisant l'EDTA ont aussi étudiées (*e.g.* Scheckel et Sparks, 2001) afin d'extraire le Ni contenu dans des sols. Les résultats ont été concluants puisque le Ni est présent sous forme de précipités sorbés à la surface d'autres minéraux et donc facilement extractibles avec l'EDTA dans ces conditions.

Dans un autre ordre d'idée, les agents complexants peuvent aussi être utilisés en laboratoire afin d'extraire les métaux traces. Ces extractions permettent d'évaluer la disponibilité des métaux. Plusieurs types d'extraction existent, mais plusieurs d'entre elles demandent des conditions de pH strictes, un ratio liquide/solide élevé et/ou nécessitent de nombreuses étapes. Garrabrants et Kosson (2000) ont déterminé qu'il était possible d'effectuer une seule extraction avec une solution d'EDTA dont les conditions optimales sont une concentration de 50 mM, un ratio liquide/solide de 100 ml par gramme et un temps de contact de 48 h. La plage de pH dans laquelle l'EDTA crée des complexes avec les métaux est également beaucoup plus flexible. Cette méthode n'est pas proposée pour remplacer l'extraction séquentielle, mais plutôt comme complément d'informations rapide sur la disponibilité des métaux.

Une autre étude portant sur l'extraction de métaux a été réalisée par Cappuyns (2012). Des essais ont été effectués afin d'évaluer l'efficacité d'extraction de l'EDTA et de l'acide acétique comparativement aux concentrations totales contenues dans les échantillons de sédiments alluviaux. Puisque l'EDTA dissout rapidement les carbonates et plus lentement les oxydes et la matière organique, il est estimé qu'une extraction simple avec cet agent complexant peut donner des résultats similaires aux nombreuses étapes de l'extraction séquentielle. Il n'est toutefois pas possible de déterminer l'origine des métaux, puisqu'il s'agit d'une seule extraction, et ce type d'extraction ne permet pas d'obtenir des informations directes sur la biodisponibilité des métaux. Les résultats obtenus permettent d'avoir des données rapidement sur la composition en métaux d'un échantillon lorsqu'un simple balayage est exigé.

2.1.4.4 Séquestration du carbone

Plusieurs méthodes ont été développées afin de séquestrer le carbone. Une d'entre elles consiste à utiliser le gaz carbonique (CO_2) présent dans l'atmosphère afin de précipiter des carbonates. Certains minéraux sont favorables à ces réactions de carbonatation, entre autres des silicates de

magnésium. Un bon exemple est la dissolution de la forstérite (Mg_2SiO_4), formant de la magnésite ($MgCO_3$), tel que démontré dans l'équation suivante (Declercq *et al.*, 2013):

$$Mg_2SiO_{4(s)} + 2CO_2 + 2H_2O = 2MgCO_{3(s)} + H_4SiO_{4(aq)} \qquad \textit{(équation 4)}$$

Des recherches ont été effectuées (*e.g.* Declercq *et al.*, 2013; Golubev *et al.*, 2006; Golubev et Pokrovsky, 2006) afin d'utiliser des agents complexants comme catalyseurs pour accélérer la dissolution des silicates impliquées dans les réactions. Les travaux de Declercq *et al.* (2013) se sont concentrés sur la dissolution de la forstérite. Ce minéral est une olivine contenue dans les roches ultramafiques et présente un bon potentiel pour la séquestration du carbone. Les agents complexants utilisés sont pour la plupart des ligands organiques. Il s'agit de l'acétate, de l'oxalate, du citrate, de l'EDTA, du glucamate, du gluconate, du malonate, de l'aspartate, du tartrate, du malate, de l'alginate, du salycilate et de l'humate. Les résultats n'ont pas démontré d'augmentation significative du taux de dissolution de la forstérite, et les essais, qui ont été effectués à un pH d'environ 3, n'ont pas permis d'évaluer la carbonatation de ce minéral, car il n'était pas possible de précipiter de carbonates à un tel pH. D'autres travaux ont plutôt porté sur la dissolution de la smectite (Golubev *et al.*, 2006) et du diopside (Golubev et Pokrovsky, 2006) pour la séquestration du carbone. La smectite contient de la montmorillonite, qui est un silicate magnésien en feuillets, et le diopside est un silicate calcique magnésien. Les essais ont permis d'évaluer le taux de dissolution à différents pH, avec des durées variables, ainsi qu'avec plusieurs ligands organiques comme catalyseurs. Neuf ligands organiques ont été utilisés pour la montmorillonite : acétate, oxalate, citrate, EDTA, alginate, glucuronate, acide 3,4-dihydroxybenzoïque (3,4-DHBA), gluconate et glucosamine, à des concentrations variant entre 10^{-5} et 0,03 M (Golubev *et al.*, 2006). Il a été démontré que les ligands les plus efficaces à un pH près de la neutralité ont été, dans l'ordre, l'EDTA, le 3,4-DHBA, le citrate et l'oxalate. Les autres ligands ont plutôt eu un effet inhibiteur sur la dissolution de la montmorillonite. Toutefois, les concentrations nécessaires à favoriser la réaction sont plus élevées que celles pouvant être retrouvées dans la nature. L'effet des ligands organiques afin de favoriser la séquestration du carbone par la dissolution de la montmorillonite contenue dans la smectite serait donc faible dans la nature. Dans l'étude portant sur la dissolution du diopside (Golubev et Pokrovsky, 2006), les neuf mêmes ligands organiques ont été utilisés. Le taux de dissolution a été augmenté avec

l'usage d'EDTA, de citrate, d'oxalate, d'acétate, de gluconate et de 3,4-DHBA. L'alginate et la glucosamine n'ont pas eu d'effet, tandis que le glucuronate a légèrement diminué le taux de dissolution. La figure 2.19 présente des résultats obtenus suite à ces essais, où il est possible de constater que les augmentations du taux de dissolution se produisent lorsque la concentration du ligand augmente. Les augmentations significatives se produisent à des concentrations généralement supérieures à celles présentes dans la nature (Golubev et Pokrovsky, 2006).

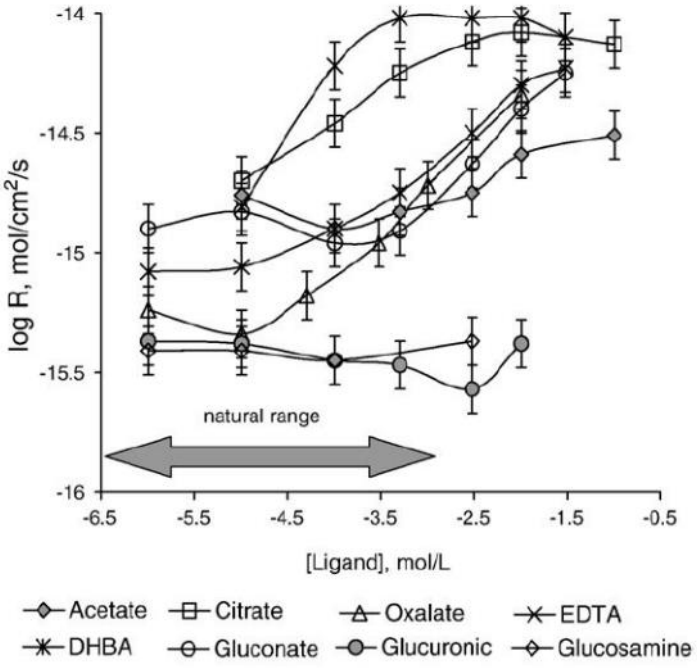


Figure 2.19 : Dissolution du diopside dans des solutions contenant des ligands organiques à 25°C, I = 0,01 M et 5,3 < pH < 7,0 (tiré de Golubev et Pokrovsky, 2006)

Ces études ont démontré que des agents complexants pouvaient être utilisés afin d'augmenter la dissolution de minéraux pouvant séquestrer le carbone. Toutefois, l'objectif est d'accélérer ces réactions en conditions naturelles et les concentrations nécessaires pour augmenter significativement le taux de dissolution sont trop élevées pour être retrouvées dans la nature. L'utilisation d'agents complexants a donc été démontrée en laboratoire, mais pourra difficilement être transférée à plus grande échelle ou de façon naturelle.

2.1.4.5 Prédiction du drainage minier

Il a été démontré précédemment que les agents complexants sont souvent utilisés afin de former des complexes métalliques aqueux. Sous forme aqueuse, il est alors possible d'extraire les métaux, par exemple, de sols contaminés. Dans le milieu minier, il est plus souvent cherché à conserver les métaux sous forme solide afin d'éviter la contamination des eaux de drainage sur le site minier. Il y a toutefois un intérêt pour l'utilisation des agents complexants dans le domaine de la prédiction du drainage minier, plus particulièrement le DNC.

En effet, il a été démontré par Plante *et al.* (2015) que les essais cinétiques existants ne sont pas toujours efficaces afin de détecter des cas de DNC où un effet de délai est présent en raison de la sorption des métaux par d'autres minéraux. Afin de contrer la sorption, l'eau déionisée habituellement utilisée comme eau de rinçage dans les essais cinétiques a donc été remplacée par une solution d'EDTA à 0,03 M. En utilisant cette solution, les métaux dissous lors de l'essai forment préférablement des complexes avec l'EDTA plutôt que d'être sorbés à la surface des autres minéraux ou de précipiter sous forme de minéraux secondaires (Plante *et al.*, 2015). Les métaux demeurent donc sous forme aqueuse et font partie de l'eau de lixiviat extraite puis analysée suite à l'essai.

Toutefois, la présence d'agents complexants en solution, comme l'EDTA, crée un environnement réducteur qui peut alors dissoudre les oxydes (Borghi *et al.*, 1989). Ainsi, les métaux traces associés aux oxydes et hydroxydes pourraient être libérés en solution et surestimer les concentrations réelles lixiviables en conditions naturelles. Afin d'identifier ce phénomène, il est possible d'effectuer des corrélations avec les éléments majeurs associés aux oxydes également libérés en solution, tels que Fe ou Al. Une caractérisation minéralogique des échantillons peut aussi être effectuée afin de bien identifier les sources des métaux et de détecter les altérations sur des minéraux causées par le contact avec la solution d'agent complexant. Dans l'étude de Plante *et al.* (2015), il a été possible d'identifier, grâce à des observations au microscope électronique à balayage (MEB), une dissolution des hydroxydes de fer formant des bordures autour des grains de sulfures passivés antérieurement aux essais effectués.

2.2 Essais de laboratoire

Plusieurs essais de laboratoire existent afin de répondre aux besoins en prédiction du drainage minier. Ils sont classés en deux catégories principales : statique et cinétique. Les essais statiques sont relativement rapides et permettent d'obtenir des résultats quant au potentiel de génération d'acide et de lixiviation en métaux (*e.g.* Bouzahzah *et al.*, 2014a). Les essais cinétiques intègrent quant à eux une variante temporelle et permettent donc de caractériser l'évolution de la qualité des eaux de drainage en fonction du temps (*e.g.* Bouzahzah *et al.*, 2014a; MEND, 2009; Villeneuve *et al.*, 2003). Les essais cinétiques contrôlés en laboratoire permettent de simuler une altération accélérée des rejets miniers (*e.g.* Bouzahzah *et al.*, 2014a). Comparativement aux essais statiques, les essais cinétiques fournissent des informations sur les taux des réactions d'oxydation et de neutralisation, ainsi que sur les éventuelles réactions de précipitation secondaire (*e.g.* Bouzahzah *et al.*, 2014a). L'objectif de cette section est de présenter sommairement différents types d'essais cinétiques pouvant être utilisés pour ce projet de recherche. Il s'agit principalement de comparer les avantages et inconvénients de chaque méthode afin d'aider à la sélection de la méthode la plus appropriée pour ce projet. La dernière sous-section porte sur la solubilité des métaux et la sorption qui sont des aspects importants à considérer dans le cadre du projet.

2.2.1 Descriptions des types d'essais cinétiques

Les essais cinétiques, bien que réalisés à différentes échelles, s'effectuent selon le même principe général. Un échantillon de stériles ou de résidus miniers, d'une granulométrie définie selon le type d'essai, est soumis à des cycles de rinçage réguliers (laboratoire) ou irréguliers (terrain). L'eau de rinçage ruisselle à travers l'échantillon et l'eau résultante, appelée lixiviat, est récoltée à la base du montage. Ce cycle est répété à de multiples reprises sur une période de temps déterminée ou non, tout dépendant des objectifs recherchés. Un suivi est effectué sur les lixiviats en effectuant des analyses des paramètres physico-chimiques tels que pH, conductivité électrique, potentiel d'oxydoréduction, acidité, alcalinité et concentrations des métaux et espèces en solution. Les paragraphes qui suivent résument quatre méthodes d'essais cinétiques : mini-cellule d'altération, cellule humide, colonne de laboratoire et cellule de terrain.

2.2.1.1 Mini-cellule d'altération

L'essai est basé sur les travaux de Cruz *et al.* (2001) et a été modifié suite aux travaux de Villeneuve (2004) et Bouzahzah *et al.* (2014b). La mini-cellule d'altération est montée à l'aide d'un entonnoir Büchner en céramique déposé sur un support (figure 2.20). Un erlenmeyer à vide est mis sous l'entonnoir afin de récolter le lixiviat. Cette méthode peut être appliquée autant pour des échantillons de stériles miniers que pour des résidus miniers. La granulométrie des échantillons est relativement fine : par exemple, < 500 µm (Plante *et al.*, 2011b) ou < 4,75 mm (Éthier, 2011). Une masse de 67 g est mise dans l'entonnoir afin d'obtenir une mince couche de matériaux. L'agressivité de cet essai est suspectée d'être attribuable, entre autres, à la faible épaisseur d'échantillon (Villeneuve, 2004). Les rinçages sont bihebdomadaires, et le temps de contact est de 3-4 h (Bouzahzah *et al.*, 2014b; Villeneuve, 2004). L'échantillon est laissé à l'air ambiant entre les rinçages pour sécher. Le montage peut aussi être mis dans un habitacle à humidité contrôlée afin d'optimiser la réactivité des rejets (Bouzahzah *et al.*, 2014a). Les rinçages sont effectués avec un volume de 50 ml d'eau déionisée. Le ratio liquide/solide de cet essai est donc de 1,5 ml/g/sem. Ce type d'essai cinétique est surtout choisi lorsque la quantité d'échantillon est limitée et/ou que les résultats doivent être obtenus rapidement (Bouzahzah *et al.*, 2014a). Le schéma de la figure 2.21 résume l'essai en mini-cellule d'altération.

Figure 2.20 : Photographie d'un montage de mini-cellules d'altération
(tirée de Villeneuve, 2004)

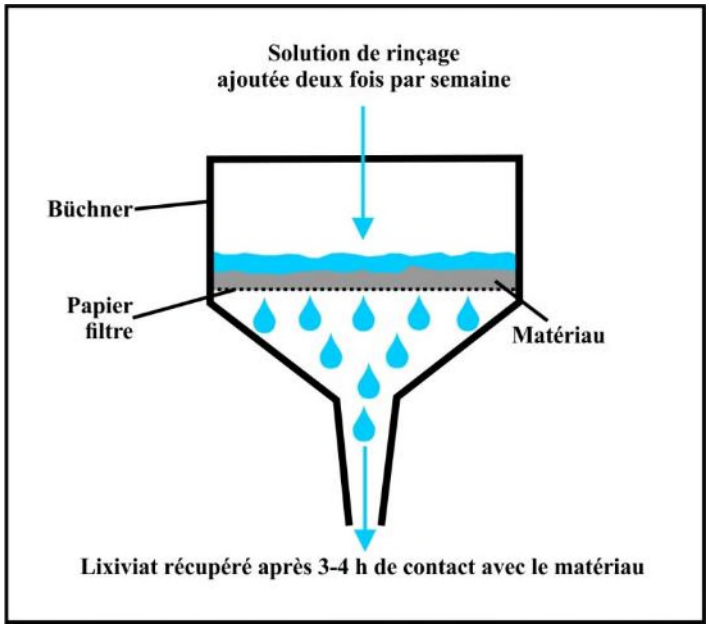


Figure 2.21 : Schéma résumant les essais en mini-cellule d'altération
(modifiée de Éthier, 2011)

2.2.1.2 Cellule humide

La cellule humide est un essai normé par l'American Society for Testing and Materials (ASTM, 2013). Un protocole de cellule d'altération a tout d'abord été développé par Sobek *et al.* (1978) adapté sur les travaux de Caruccio (1967). Les travaux de Morin et Hutt (2001) ont aussi permis le développement d'un protocole d'essai en cellule humide. L'essai a toutefois été accrédité par l'ASTM en 1996 et a connu quelques révisions et modifications depuis cette date (ASTM, 2013). La méthode a été créée afin d'établir des conditions de réactions bien contrôlées et d'obtenir des résultats reproductibles d'un laboratoire à l'autre (*e.g.* Bouzahzah *et al.*, 2015; Villeneuve, 2004; White III et Lapakko, 2000). Le protocole décrit les dimensions de la cellule à utiliser, la préparation et la mise en place du matériel, ainsi que les cycles de l'essai. Chaque cycle est hebdomadaire : un rinçage par inondation ou percolation est effectué le jour 1, suivi de 3 jours d'air sec puis de 3 jours d'air humide. Le lixiviat ayant circulé à travers le matériel est récolté à la base afin d'être analysé. L'échantillon est généralement de 1 kg et chaque rinçage est de 1 L. Le ratio liquide/solide pour cet essai est donc de 1 mL/g/sem. La figure 2.22 est un exemple d'essai de laboratoire en cellule humide pour un échantillon de stériles tandis que la figure 2.23 présente les schémas de cellule humide pour un échantillon de stériles et de résidus.

Figure 2.22 : Photographie d'un essai en cellule humide

(tirée de Villeneuve, 2004)

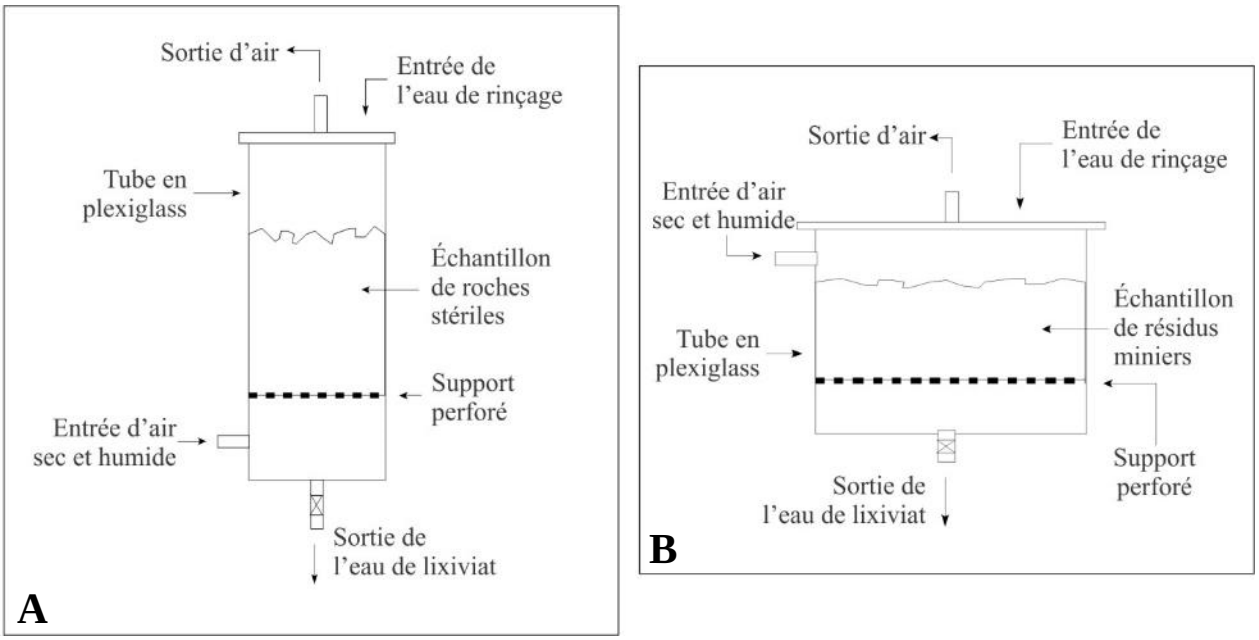


Figure 2.23 : Schémas d'une cellule humide pour des stériles (A) ou des résidus (B)

(modifiée de MEND, 2009)

2.2.1.3 Colonne de laboratoire

Les essais en colonne sont utilisés depuis le début des années 1990 (MEND, 1991). Comparativement à la cellule humide, l'essai en colonne ne fait pas l'objet d'une norme accréditée. Plusieurs de ses paramètres sont alors variables, dont le diamètre de la colonne et sa hauteur. Il est possible d'adapter les paramètres aux besoins de l'essai. Le niveau de complexité peut aussi être ajusté, par exemple en remplaçant la plaque perforée au fond de la colonne par une céramique poreuse qui permet de contrôler le niveau phréatique dans la colonne (Bouzahzah *et al.*, 2014a). Il est aussi possible d'ajouter des sondes, comme celles pour mesurer la teneur en eau ou la succion, à des niveaux bien définis. Les colonnes sont souvent utilisées pour simuler des scénarios de restauration (Bouzahzah *et al.*, 2014a; Demers *et al.*, 2008; Bussière *et al.*, 2004). Bien que ce type d'essai ne soit pas normé, il a été démontré par Demers *et al.* (2011) que les résultats obtenus sont fiables et reproductibles lorsqu'une méthodologie rigoureuse est mise en place. Les essais en colonne se déroulent généralement sur une période plus longue que les essais en mini-cellule d'altération ou en cellule humide, et les rinçages sont souvent mensuels. Le montage d'un essai en colonne peut aussi être effectué pour des tests de prédiction (Benzaazoua *et al.*, 2004; Plante *et al.*, 2014). Le ratio liquide/solide se rapproche davantage des conditions naturelles sur le terrain (Plante *et al.*, 2014). Il est aussi possible d'effectuer des essais en colonnes *in situ* en utilisant des barils de 200 L. L'essai est alors soumis aux conditions météorologiques du site minier (précipitation, évaporation, gel-dégel), ou il peut être accéléré par des arrosages planifiés (Bouzahzah *et al.*, 2014a). Les figures 2.24 et 2.25 présentent la photographie et le schéma correspond d'un essai de prédiction en colonne.

Figure 2.24 : Photographie d'un essai en colonne
(tirée de Éthier, 2011)

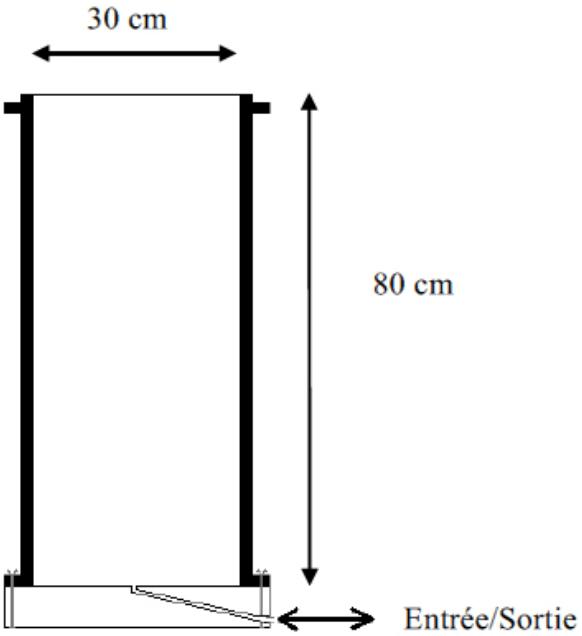


Figure 2.25 : Schéma d'un essai en colonne
(tirée de Éthier, 2011)

2.2.1.4 Cellule de terrain

Les cellules de terrain, aussi appelées parcelles de terrain, sont les essais cinétiques les plus difficiles à mettre en place, car ils sont plus dispendieux en raison de la machinerie lourde nécessaire pour les construire. L'objectif de ce type d'essai est d'évaluer le comportement géochimique des lixiviats obtenus à partir d'un empilement *in situ*, et ainsi soumis aux conditions les plus proches possible des conditions auxquelles seront soumis les sites d'entreposage (Bouzahzah *et al.*, 2014a). Bien qu'il soit possible d'arroser les cellules de terrain, les essais sont généralement laissés au gré des précipitations. Les dimensions d'une cellule de terrain sont de l'ordre de quelques mètres carrés et peuvent atteindre une masse de plusieurs dizaines à quelques centaines de tonnes (Bouzahzah *et al.*, 2014a; Plante *et al.*, 2014; Pépin, 2009). Le montage de base consiste à installer une géomembrane avec un drain au fond, puis à déposer les rejets miniers par-dessus la géomembrane. Des couches de sable géochimiquement inerte peuvent être mises en place afin de protéger la géomembrane, notamment dans le cas d'une cellule remplie de stériles miniers qui risquent de déchirer la géomembrane et ainsi permettre des infiltrations ou des fuites. La figure 2.26 montre un exemple de cellule de terrain constituée d'un empilement de stériles miniers. Le schéma correspondant à cette cellule est présenté à la figure 2.27. Les cellules de terrain sont aussi utilisées afin de simuler des scénarios de restauration en intégrant plusieurs couches au modèle (*e.g.* Bussière *et al.*, 2007).

Figure 2.26 : Photographie d'une cellule de terrain
(tirée de Demers *et al.*, 2013)

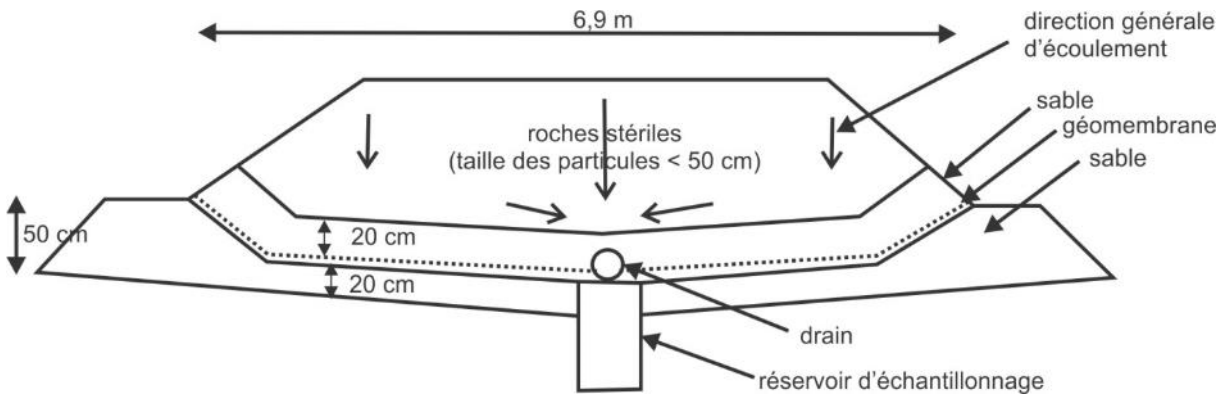


Figure 2.27 : Schéma d'une cellule de terrain

(modifiée de Demers *et al.*, 2013)

2.2.2 Comparaison entre les différents types d'essais cinétiques

Les sections précédentes ont permis d'exposer les principaux types d'essais cinétiques pouvant être utilisés en prédiction du drainage minier. Un résumé de ces méthodes est présenté dans le tableau 2.7. Les avantages et inconvénients de chaque méthode sont ensuite mis en comparaison dans le tableau 2.8.

Tableau 2.7 : Sommaire des différents types d'essais cinétiques

(modifié de Bouzahzah *et al.*, 2014a)

	Mini-cellule d'altération	**Cellule humide**	**Colonne de laboratoire**	**Cellule de terrain**
Montage	➢ Büchner de 10 cm de diamètre ➢ 67 g de rejet déposé sec dans le Büchner, au-dessus d'un filtre de 0,45 µm	➢ Cellules en Plexiglas ➢ 1 kg de rejets mis en place secs ➢ Deux dimensions de cellules existent : – Pour les stériles Diamètre = 10,2 cm Hauteur = 20,3 cm – Pour les rejets de concentrateur Diamètre = 20,3 cm Hauteur = 10,2 cm	➢ Colonnes : 14 cm diamètre ➢ Hauteur de la colonne variable selon les objectifs de l'étude (0,7 à 2 m) : recouvrement mono ou multicouches, ennoiement ➢ Mise en place des rejets humides ➢ Plaque en céramique sous l'échantillon pour simuler une nappe phréatique (profondeur variable selon les objectifs de l'étude)	➢ Taille des parcelles est variable (10 à 30 m^2) ➢ Généralement placée à des endroits retirés loin des perturbations qui peuvent être liées à la circulation de la machinerie lourde près des installations minières ➢ Poids des rejets est de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines de tonnes
Rinçage	➢ Rinçage avec 50 ml d'eau déionisée (2 fois par semaine)	➢ Rinçage avec 500 ml ou 1 L d'eau déionisée	➢ Rinçage avec 2 L d'eau déionisée	➢ Au gré des précipitations
Cycles de l'essai	➢ Rinçage le 1er jour ➢ 2 jours à l'air libre ➢ Rinçage le 3e jour ➢ 3 jours à l'air libre	➢ Rinçage le 1er jour ➢ 3 jours d'air sec ➢ 3 jours d'air saturé en humidité	➢ Rinçage mensuel	➢ Cycles de mouillage-séchage dépendent de la météorologie du site minier
Durée de l'essai	➢ Variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude	➢ Variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude	➢ Variable : de 10 à 12 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude	➢ Variable selon les objectifs de l'étude

Tableau 2.8 : Synthèse avantages et inconvénients des différents types d'essais cinétiques (modifié de Bouzahzah *et al.*, 2014a)

Type d'essai cinétique	**Mini-cellule d'altération**	**Cellule humide**	**Colonne de laboratoire**	**Cellule de terrain**
Avantages				
Facilité de mise en œuvre	●	●	●	
Essai reconnu au Canada		●	●	●
Facilité de produire des essais sur un grand nombre d'échantillons	●	●		
Les effets microbiologiques peuvent être pris en compte par inoculation et suivi des populations	●	●	●	
Permet de faire le test sur une granulométrie étalée de l'échantillon		●	●	●
Simule des scénarios de restauration : recouvrement, amendement, ennoiement			●	●
Simule les modes de dépôt saturé et non saturé			●	●
Accélération des taux de réaction	●	●	●	
Respecte les conditions de dépôt *in situ*		●	●	●
Possibilité de faire des essais de consommation d'oxygène		●	●	
L'essai nécessite peu d'échantillon	●	●		
Inconvénients				
Long délai d'exécution de l'essai		●	●	●
Coûts élevés		●	●	●
Complexité de mise en œuvre			●	●
Méthode peu utilisée ou documentée	●			
Les taux de production d'acidité et d'alcalinité peuvent être influencés par la passivation et la précipitation de minéraux secondaires		●	●	●
Permet d'évaluer les changements chimiques et minéralogiques en fonction de la profondeur (profil)			●	
Essai non recommandé pour un grand nombre d'échantillons		●	●	●

2.2.3 Autres considérations

Certains aspects géochimiques sont importants à mentionner dans le cadre de ce projet de recherche. La problématique concerne la prédiction de DNC. Comme le nom l'indique, le DNC se produit dans la zone de neutralité du pH, typiquement entre 6,0 et 9,5. Dans ces conditions, ce ne sont pas tous les métaux qui sont solubles. Les principaux contaminants retrouvés dans les cas de DNC sont : As, Sb, Cd, Co, Mn, Mo, Ni, Pb et Zn (Éthier, 2011). La source de ces éléments peut être un minéral les contenant dans sa formule chimique respective (*e.g.* pentlandite pour le Ni, arsénopyrite pour le As), ou encore sous forme d'impuretés dans un autre minéral (*e.g.* pyrite ou pyrrhotite). La concentration dans l'eau d'un métal ou d'un métalloïde va dépendre de différents types de réactions : acide-base, oxydation et réduction, précipitation et dissolution, adsorption et désorption, hydrolyse et hydratation, et complexation inorganique et organique (Mattigod *et al.*, 1981). Des études ont porté sur la solubilité des métaux sous certaines formes, par exemple comme hydroxydes métalliques tel que présenté à la figure 2.28. Cette figure montre l'activité chimique des ions métalliques selon le pH. En général, les métaux sont plus solubles aux pH faibles et élevés, mais certains atteignent leur minimum de solubilité en dehors des zones de neutralité (*e.g.* $Ni(OH)_2$).

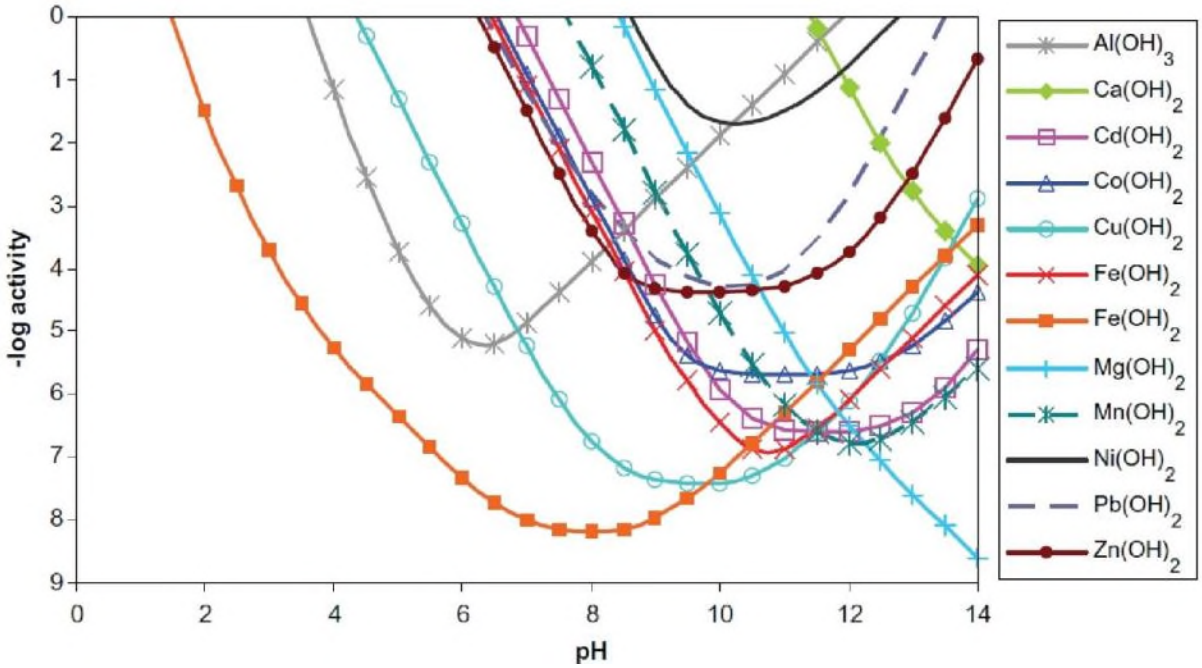


Figure 2.28 : Solubilité de certains hydroxydes métalliques à 25°C

(tirée de Cravotta III, 2008)

Certains cas de DNC contenant des concentrations en Ni supérieures aux normes ont été étudiés et semblent être contrôlés par des phénomènes de sorption et/ou de précipitation avec les hydroxydes de fer (*e.g.* Gunsinger *et al.*, 2006; Heikkinen et Räisänen, 2008; Heikkinen *et al.*, 2009; Holmström *et al.*, 2001; Johnson *et al.*, 2000; McGregor *et al.*, 1998; Plante *et al.*, 2011a). Dans le cas de la mine du Lac Tio (DNC associé au Ni), les phénomènes de sorption de surface cause même un effet de délai dû au potentiel de rétention du Ni par certains minéraux de la gangue (*e.g.* Pépin, 2009; Plante *et al.*, 2010; Plante *et al.*, 2011a). La sorption est un terme générique utilisé pour désigner différents phénomènes : adsorption (en surface), absorption (à l'intérieur), et échange ionique. Les matériaux peuvent donc être caractérisés par les capacités de sorption ou les capacités d'échange cationique (CEC).

La capacité de sorption des minéraux sorbants est principalement dépendante du pH_{pzc}, tel que démontré à la figure 2.29. Le pH_{pzc} est le pH au point de charge nulle (*zero net charge*) et le tableau 2.9 présente le pH_{pzc} de quelques minéraux (Appelo et Postma, 1996 [cité dans Plante, 2014]).

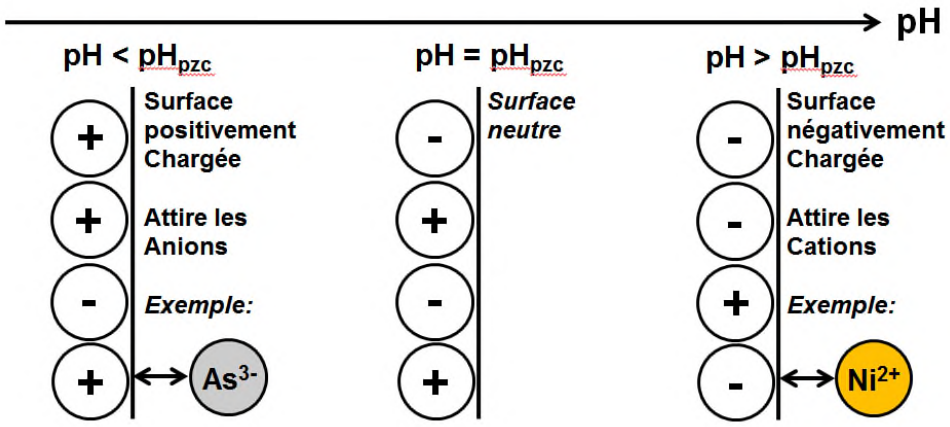


Figure 2.29 : Relation entre le pH_{pzc} et la capacité de sorption
(tirée de Plante, 2014)

Tableau 2.9 : pH_{pzc} de quelques minéraux

Minéral	**pH_{pzc}**	**Minéral**	**pH_{pzc}**	**Minéral**	**pH_{pzc}**
Kaolinite	4,6	Hématite, α-Fe_2O_3	8,5	Rutile	5,8
Montmorillonite	< 2,5	Goethite, α-FeOOH	7,3	Quartz	2,9
γ-Al_2O_3	8,5	$Fe(OH)_3$	8,5	Calcite	9,5

Les matériaux possédant une bonne capacité de sorption sont entre autres les minéraux argileux (*e.g.* phyllosilicates), les oxyhydroxydes et la matière organique (Plante, 2014). D'autres minéraux, tels que les silicates et carbonates, peuvent aussi avoir des capacités de sorption significatives. Il est donc rare de retrouver dans la nature des matériaux géologiques ayant une capacité de sorption complètement nulle.

Les capacités de sorption et d'échange ionique sont limitées. C'est lorsque ces capacités sont saturées que les métaux, ou métalloïdes, ne sont plus sorbés. Les matériaux possèdent alors un potentiel de rétention en métaux, et advenant que les concentrations en métaux soient suffisamment élevées, du DNC pourrait être généré avec un effet de délai.

2.3 Description du projet Métaux BlackRock

Le projet MBR vise l'exploitation d'une mine à ciel ouvert afin d'en extraire du fer, du vanadium et du titane. La compagnie prévoit aussi la construction d'un complexe industriel pour extraire et transformer le minerai. Le potentiel économique pour deux fosses, Sud-Ouest et Armitage, a déjà été démontré lors d'une étude de faisabilité (BBA, 2013). La propriété couvre la majeure partie sud de la formation géologique du Complexe du Lac Doré et des secteurs autres que ceux mentionnés ci-haut recèlent un potentiel intéressant pour ce type de minerai.

2.3.1 Localisation, accessibilité et infrastructures

Le projet MBR est situé à environ 30 km au sud-est de la municipalité de Chibougamau (60 km par la route). La propriété fait partie des cantons Lemoine, Rinfret et Dollier. Le secteur englobe la municipalité de Chibougamau, une partie de la municipalité de la Baie James et de la municipalité régionale de Comté du Domaine-du-Roy, ainsi que de la municipalité de Chapais et des communautés Cries Oujé-Bougoumou et Mistissini.

Le projet MBR est accessible à partir de la route pavée 167 qui relie Chibougamau à St-Félicien. Il faut ensuite emprunter la route forestière 210 dont l'entrée est située au km 200 de la route 167. Cette route est aussi appelée « Chemin de la mine Lemoine » ou « Chemin Gagnon Frères ». Un réseau de chemins forestiers permet ensuite d'accéder à différents secteurs de la propriété. La figure 2.30 présente la localisation régionale de la propriété ainsi que les infrastructures à proximité du site.

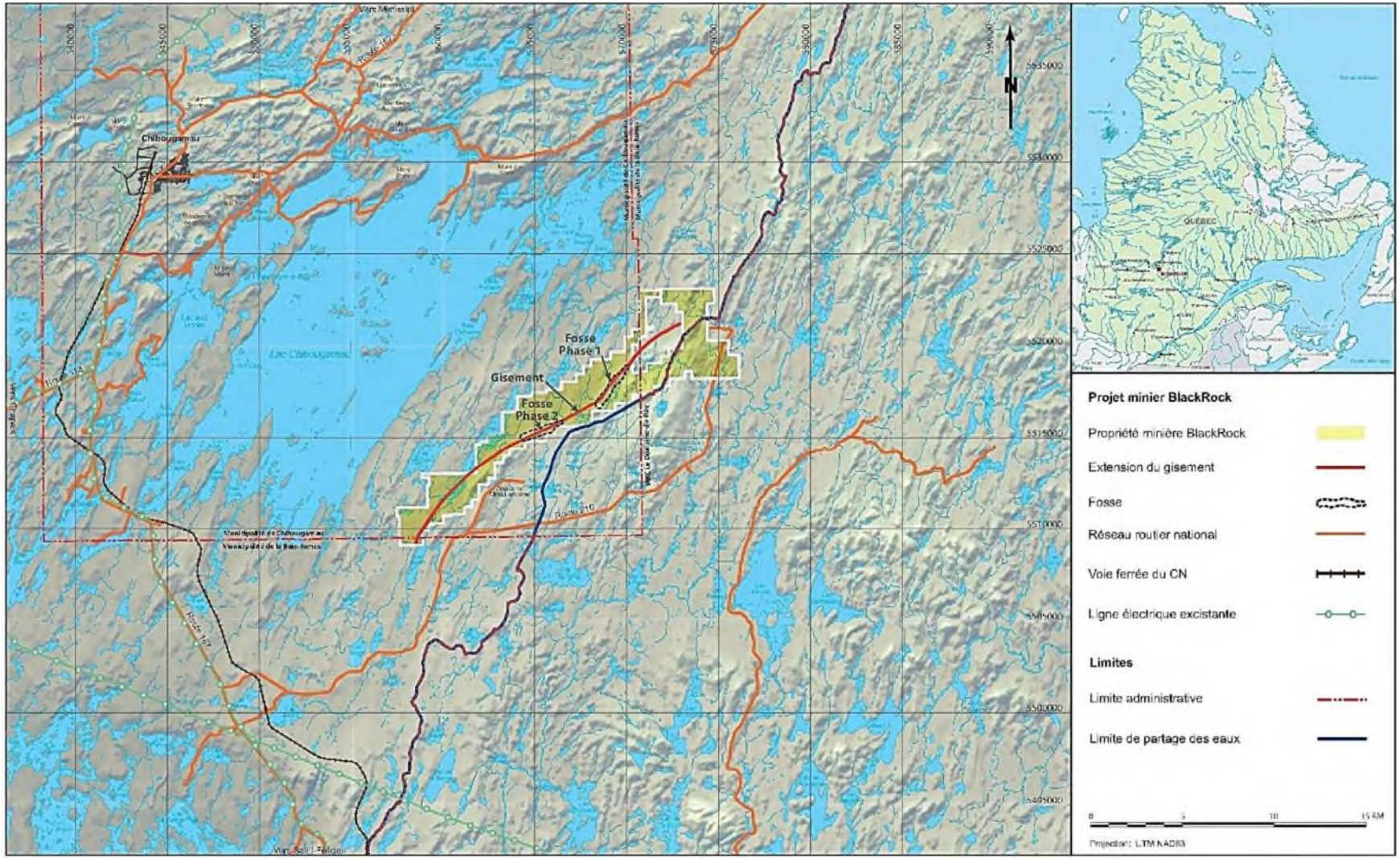


Figure 2.30 : Localisation du projet MBR

(tirée de Entraco, 2011)

2.3.2 Topographie, végétation et climat

Le secteur du projet est vallonné et l'amplitude du relief est faible. Le point le plus élevé se situe à 533 m, et la surface du lac Chibougamau, au nord-ouest de la propriété, est à 378 m. Le secteur du projet suit une crête orientée du sud-ouest vers le nord-est et qui correspond aux unités rocheuses minéralisées. La couverture de dépôts meubles est quasi continue à l'exception de certaines zones où le socle rocheux affleure en surface.

La végétation est caractéristique du domaine bioclimatique de la pessière noire à mousses (Métaux BlackRock, 2014). Ces forêts sont généralement denses et les épinettes noires y dominent. Les autres espèces principales sont le sapin, le peuplier faux-tremble, le peuplier baumier, le mélèze, le pin gris, le bouleau à papier et l'épinette blanche. Une grande partie du secteur a été affectée par des coupes forestières au courant des trois dernières décennies. Il s'agit donc pour la plupart de jeunes forêts de résineux ou de forêts mixtes en régénération. Des terrains humides, riches en matières organiques, sont également présents.

La zone du projet chevauche la ligne de partage des eaux entre le bassin versant de la Baie-James (lac Chibougamau, rivières Villefagnan et Armitage) et celui du fleuve St-Laurent (lac Jean et rivière Boisvert). Les principaux plans d'eau du secteur sont les lacs Armitage, Bernadette et Jean.

Le climat de la région est subpolaire et subhumide de type continental. La température moyenne maximale est de 15°C (juillet) et le minimum moyen est de -20°C (janvier). Le gel et la neige sont généralement présents de la fin octobre jusqu'au mois de mai. Les précipitations totales annuelles sont de 961,4 mm, soit 659,7 mm de pluie et 301,7 mm équivalent de neige (Métaux BlackRock, 2014). Les vents dominants proviennent du nord-ouest, de l'est et de sud à sud-ouest. La vitesse moyenne est de 10,9 km/h et les rafales peuvent atteindre des vitesses de plus de 100 km/h.

2.3.3 Historique des travaux effectués par Métaux BlackRock

Les premiers travaux d'exploration autour du gisement de magnétite de la région de Chibougamau ont été effectués par la compagnie Dominion Gulf (Allard, 1967; Castonguay et Olivier, 1977). En 2008, la compagnie Métaux BlackRock a acquis 100 % des intérêts sur 17 des

24 km de la zone minéralisée et elle a réalisé plusieurs travaux d'exploration sur le projet (Entraco, 2011) :

- levé magnétométrique aéroporté et topographie numérique couvrant la totalité de la Zone Sud-Ouest (17 km x 1 km);
- compilation des données historiques;
- cartographie des minéralisations à magnétite-ilménite (17 km x 500 m);
- remise en état du réseau d'accès routier qui couvre la Zone Sud-Ouest;
- décapage (650 m, 3 tranchées sur la Zone Sud-Ouest);
- cartographie des tranchées;
- échantillonnage en rainure;
- forages au diamant;
- essais minéralogiques et métallurgiques chez COREM et chez SGS;
- estimation des ressources;
- étude d'impact sur l'environnement et le milieu social;
- évaluation des solutions de rechange pour l'entreposage des déchets miniers.

Une étude de faisabilité a été complétée en septembre 2013 quant à la production de concentrés de magnétite et d'ilménite (BBA, 2013). L'étude porte sur l'exploitation de deux fosses (Sud-Ouest et Armitage). Le tableau 2.10 présente les données utilisées pour l'étude de faisabilité.

Tableau 2.10 : Sommaire des forages et échantillons analysés compris dans l'étude de faisabilité (BBA, 2013)

	Sud-Ouest	**Armitage**	**Total**
# Forages	102	102	204
Mètres forés	23 200	22 600	45 800
Nombre d'échantillons	4 344	3 980	8 324
Analyse *Satmagan*	4 092	3 932	8 024
Analyse *Roche totale*	3 713	3 943	7 656
Analyse *Davis Tube*	802	776	1 578
Analyse *Densité*	676	774	1 450
Mètres analysés avec la technologie *Photonic Knowledge*	22 987	19 662	42 649

2.3.4 Géologie

2.3.4.1 Géologie régionale

Le projet MBR fait partie de la province géologique du Supérieur qui est la plus ancienne et la plus vaste des provinces du Bouclier canadien (figure 2.31). Les roches sont d'âge précambrien et sont recouvertes d'une épaisseur variable de sédiments glaciaires datant du Quaternaire (Daigneault et Allard, 1990). Cette province géologique se compose principalement de roches volcano-sédimentaires et ignées. On y retrouve une alternance de bandes gneissiques et de bandes de roches vertes dans un alignement général de direction est-ouest. Le métamorphisme est au faciès des schistes verts, atteignant le faciès des amphibolites à proximité de quelques intrusions et du Front du Grenville (Daigneault et Allard, 1990). La propriété se situe à la bordure est de la bande nord de la sous-province de l'Abitibi, soit la bande Matagami-Chibougamau qui se distingue des autres bandes de roches vertes par la présence de grands complexes stratiformes.

2.3.4.2 Géologie locale

La propriété est localisée à l'intérieur du district minier de Chibougamau. Cette région a fait l'objet de nombreux travaux géologiques et plusieurs mines ont été en opération dans ce secteur. La figure 2.32 présente la carte géologique de la région de Chibougamau avec les contours de la zone du projet. Selon Gobeil et Racicot (1983), la région est composée de roches d'âge archéen constituées d'assemblages volcaniques et sédimentaires qui sont recoupés par des intrusions ultramafiques à felsiques. Le métamorphisme est du faciès des schistes verts et parfois des amphibolites. Les unités sont fortement plissées et subverticales. Des unités sédimentaires d'âge protérozoïque reposent à l'horizontale sur le socle archéen. Toutes ces unités sont recoupées par des dykes de diabase. Les unités volcano-sédimentaires ont été séparées en deux groupes : le Groupe de Roy (à la base) et le Groupe d'Opémisca (au sommet) (Allard *et al.*, 1979). Les roches volcaniques composent principalement le Groupe de Roy tandis que les roches sédimentaires dominent dans le Groupe d'Opémisca.

La figure 2.33 présente la colonne stratigraphique de la région de Chibougamau (Daigneault et Allard, 1990).

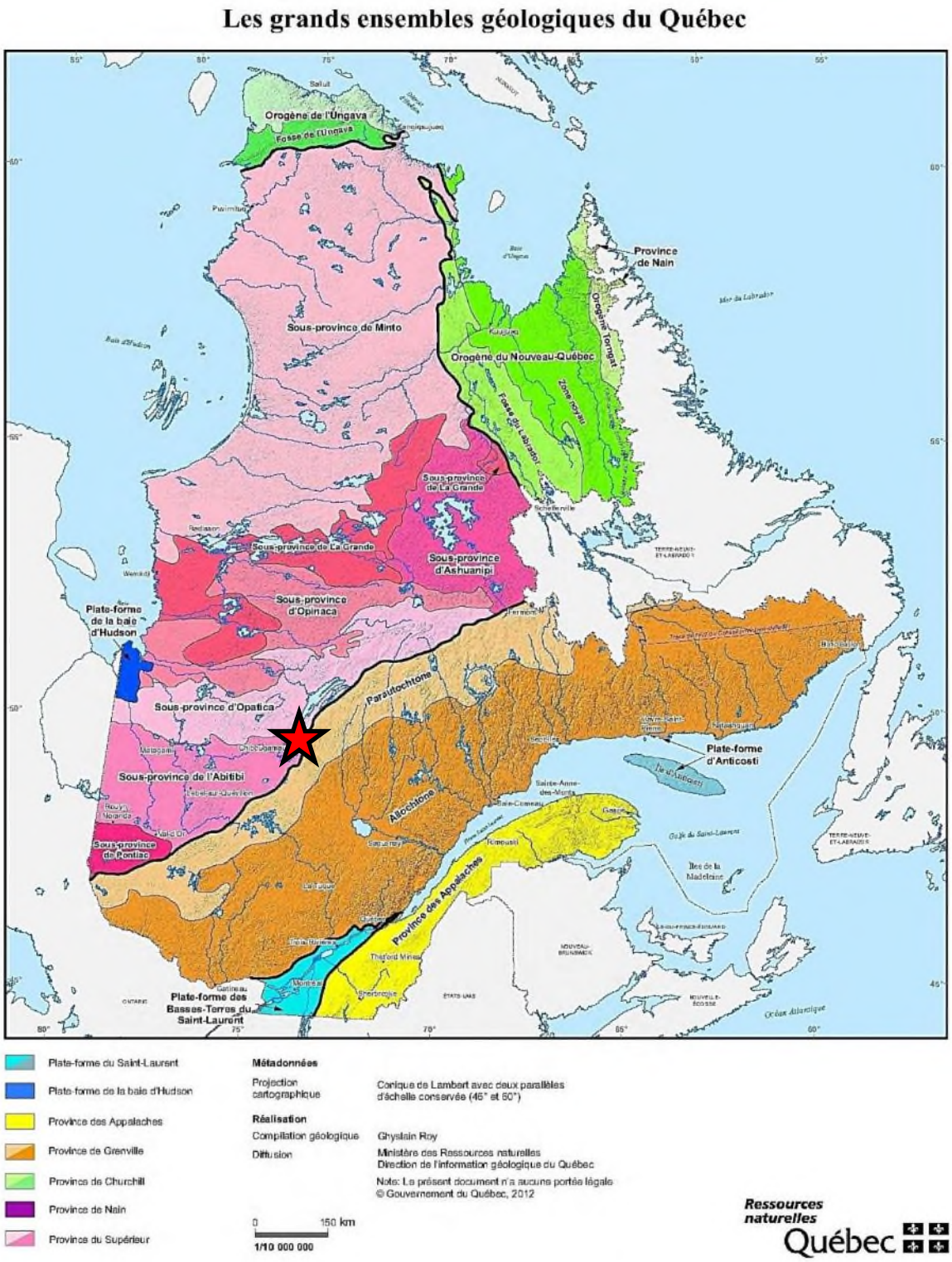


Figure 2.31 : Provinces géologiques

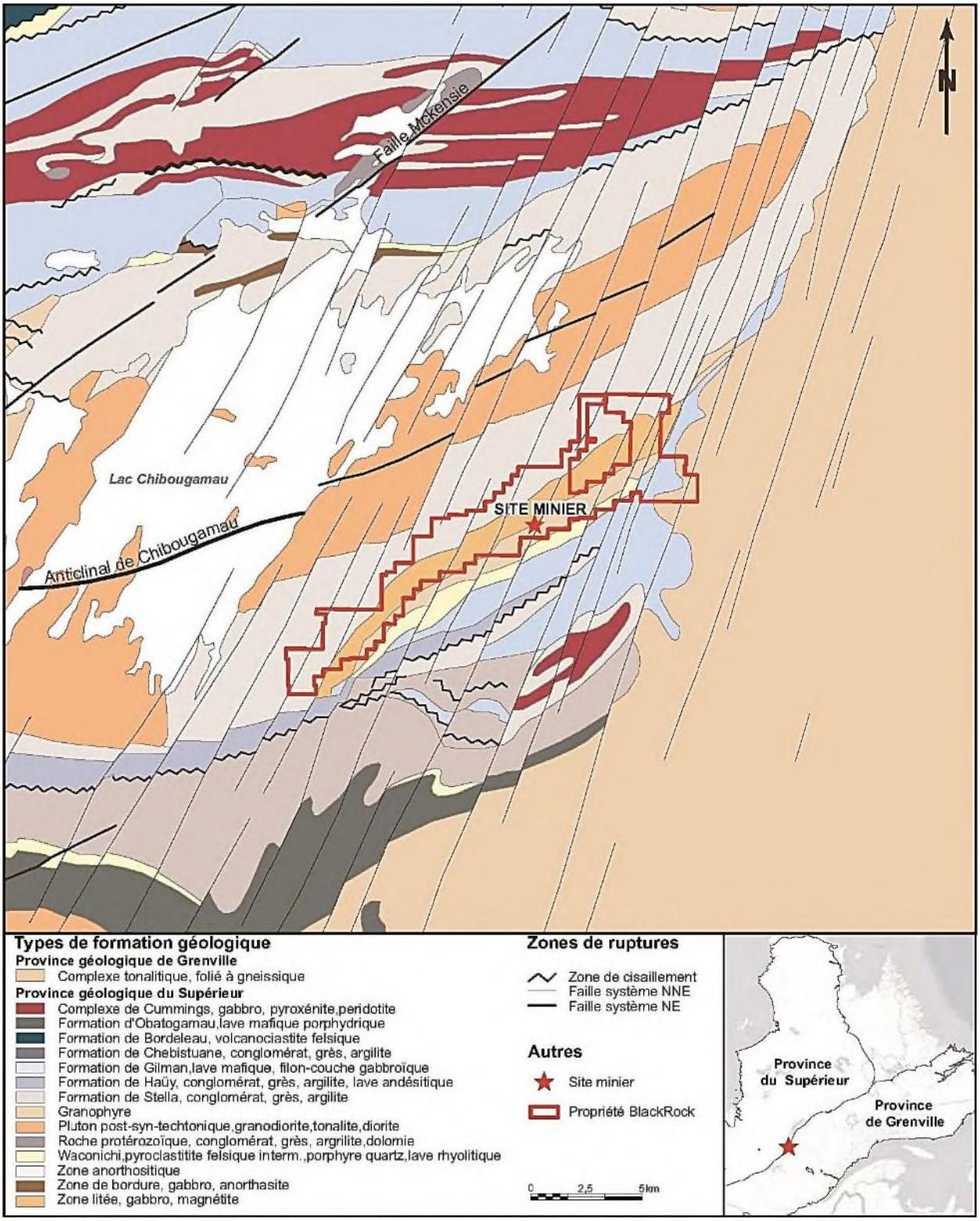


Figure 2.32 : Géologie du projet minier Métaux BlackRock

(tirée de Entraco, 2011)

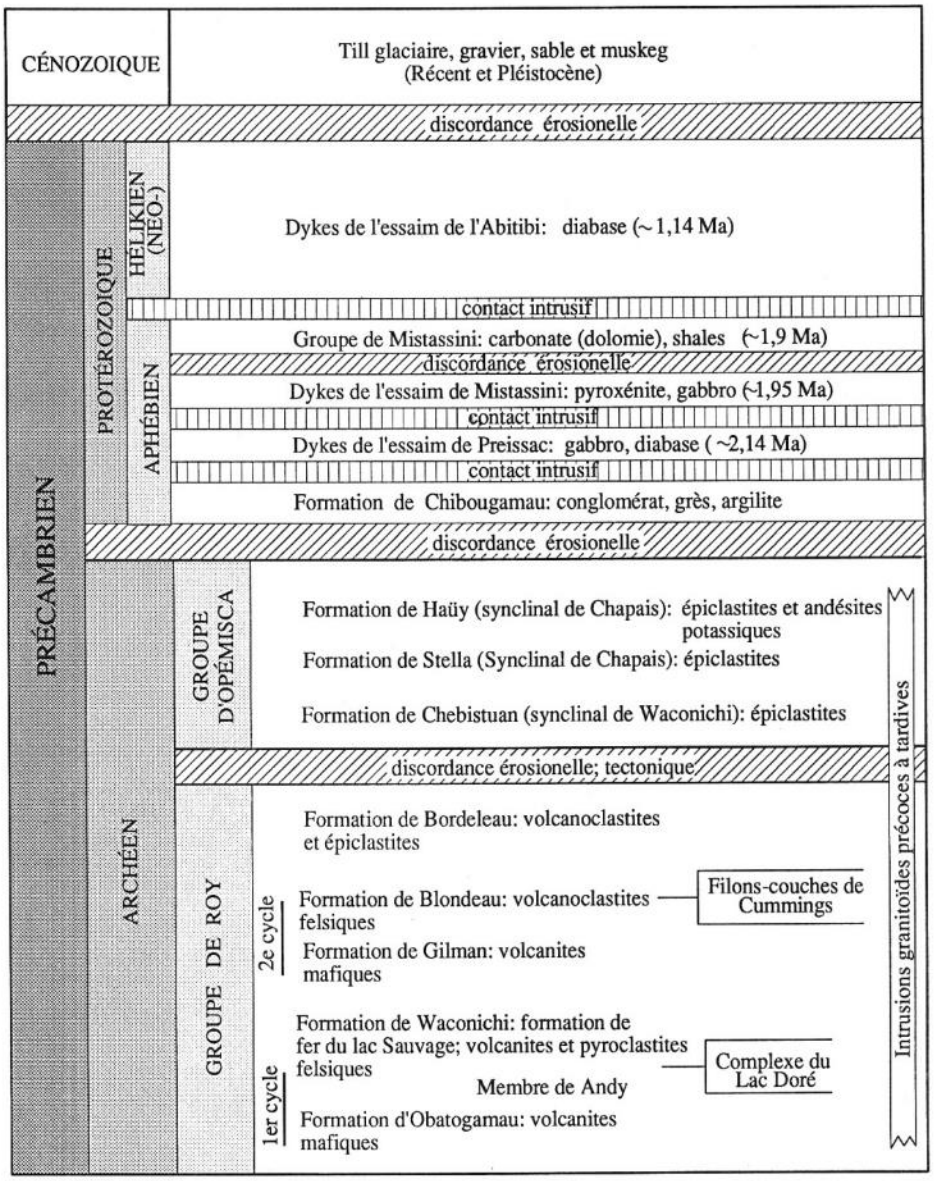


Figure 2.33 : Colonne stratigraphique de la région de Chibougamau
(tirée de Daigneault et Allard, 1990)

2.3.4.3 Géologie du Complexe du Lac Doré

Le projet MBR est situé dans le Complexe du Lac Doré, entre la Formation de Waconichi et la Formation d'Obatogamau. Ce complexe, de type Bushveld, comprend quatre zones : anorthositique, litée, granophyrique et bordure supérieure (Gobeil et Racicot, 1983). Plusieurs dépôts aurifères et cuprifères ont été exploités dans la zone anorthositique du complexe. Toutefois, le projet minier MBR se situe plutôt dans la zone litée du complexe. Cette zone est

composée d'une alternance de couches de pyroxénite, de gabbro et d'anorthosite. Les unités de pyroxénite et de gabbro sont riches en fer, vanadium et titane, présents sous forme d'oxydes. Le complexe a été affecté par le pli anticlinal qui traverse le lac Chibougamau, et on retrouve donc la même répétition d'unités sur deux flancs, appelés flanc nord et flanc sud. La propriété se situe dans le flanc sud.

Selon Chown *et al.* (1998), la série litée est bien développée sur les deux flancs du complexe. Cinq zones ont été identifiées sur le flanc sud, soit trois phases riches en oxydes (P1, P2, P3) et deux phases similaires à la zone anorthositique (A1, A2). Un gîte de vanadium (65 Mt à 31,27 % Fe et 0,05 % V_2O_5) est contenu dans un horizon de magnétitite de la zone P1 à la base de la série litée. La zone P2 est similaire à la P1, mais est toutefois marquée par une augmentation des teneurs en titane et une diminution des teneurs en vanadium. La zone P2 est principalement composée de ferrogabbro et de magnétitite. Quant à la zone P3, elle est plutôt constituée de ferropyroxénite interlitée avec de minces couches de ferrogabbro.

La figure 2.34 résume la stratigraphie du complexe telle que décrite ci-dessus. Lors de ses travaux, Métaux BlackRock a modifié la nomenclature des unités à l'aide des analyses géochimiques, de la cartographie de surface et des modélisations en 3D. La nouvelle stratigraphie utilisée par Métaux BlackRock est présentée à la figure 2.35.

	Flanc sud du complexe			Flanc nord du complexe				
				Partie occidentale			Partie orientale	
	ZONES	SOUS-ZONES	LITHOLOGIE	ZONES	SOUS-ZONES	LITHOLOGIE	ZONES	LITHOLOGIES
SÉRIE SUPÉRIEURE	BORDURE GRANOPHYRE		Gabbro Anorthosite gabbroïque	BORDURE GRANOPHYRE		Gabbro Diabase Anorthosite gabbroïque	BORDURE	Ferropyroxénite Gabbro anorthosique
SÉRIE LITÉE				FERRODIORITE S.1.	F_3 F_2 F_1	Ferrodiorite (s.s.) Ferrogabbro Ferropyroxénite	FERRODUNITE* S. 1.	Ferrodunite (s.s.) Ferrodunite à magnétite Ferropéridotite Ferropyroxénite
	ZONES LITÉES P_3	*À quartz* *À apatite et ilménite* *À ilménite et ferrosilicates*	Ferropyroxénite Ferrogabbro	ZONES LITÉES NP_3		Ferropyroxénite à quartz		
	A_2		Anothosite gabbroïque					
	P_2		Magnétitite Ferropyroxénite Ferrogabbro	NP_2		Ferropyroxénite à apatite & ilménite		
	A_1		Anothosite gabbroïque					
	P_1		Magnétitite Ferropyroxénite Ferrogabbro	NP_1		Ferrogabbro à magnétite		
SÉRIE INFÉRIEURE	ANORTHOSIQUE s.1.	*Magnétitique*	Gabbro Gabbro anorthosique Anorthosite noritique Anorthosite (s.s.) Ferrogabbro Ferropyroxénite à magnétite	ANORTHOSIQUE S.1.	*Péridotitique*	Gabbro Gabbro anorthosique Anorthosite noritique Anorthosite (s.s.)	ANORTHOSIQUE S.1.	Gabbro Gabbro anorthosique Anorthosite noritique Anorthosite (s.s.)

* Roche non litée qui affleure au Mont du Sorcier et au lac Robert

Figure 2.34 : Stratigraphie du Complexe du Lac Doré

(tirée de Daigneault et Allard, 1990)

	Girard Allard Unit	BLACKROCK nomenclature	TiO2/10*V2O5	SAT%/TiO2	S %	Cr2O3 %	Dominant Lithology	Maximum Mineralized Thickness (m)	Comment 1	Comment 2
GRANOPHYRE ZONE							Soda Granophyre		High Iron content as silicates	
LAYERED ZONE	P3						Ferro-pyroxenite		Quartz Bearing	
									10-20% apatite	Apatite rich
		(upper) TITAN					Ferro-pyroxenite	54	Upper contact not well defined by sampling at this time. 10-20% ilmenite Finely laminated and fine grained.	MgO > 4.7% Al2O3 < 13.5%
		TITAN (cap)	> 3.0	1:1 to 1:2+	> 0.2 to 0.5	NONE			Basal portion with magnetitite bands.	
	A2						Gabbroic Anorthosite		Minor Qtz ; 1 cm feldspar	
	P2	ULS	2.0 to 3.0	<2:1	> 0.2 to 0.5	0.02 to 0.05	Ferrogabbro	60	Upper : Pyroxenite and magnetitite	The relatively low SAT%/TiO2 along with elevated S% and MnO2 ratio are key identifier
									Lower : Gabbro anorthositic gabbro	
	A1						Gabbroic Anorthosite			
	P1	MCS	1.5 to 2.0	3:1 to 2:1	0.1 to 0.2	0.06 to 0.09	Magnetitite	42	BlackRock breaks this unit based on grade; the upper portion of the Allard P1 is assigned to ULS in this scheme.	Breakout based on continuous high grade SAT% with mid-values on SAT%/TiO2. Transitional between BCS and ULS.
ANORTHOSITE ZONE	P0	BCS	1.0 to 1.5	3:1 and 1:1	<0.1	0.10 to 0.43	Anorthositic Gabbro	75	Magnetitite and magnetite rich layers in the top 150m of basal anorthosite zone. The true bottom of this mineralization has not been fully defined by assay at this time.	Spikes in Cr2O3 are diagonstic along with Sat%/TiO2 and TiO2/V10 ratios
							Anorthosite			

Figure 2.35 : Stratigraphie du projet MBR

(BBA, 2013)

2.3.4.4 Gîtes de fer-titane dans une intrusion mafique litée

Le dépôt du projet MBR est un gisement d'oxydes de Fe-Ti-V associés à un complexe magmatique stratiforme aussi appelé complexe igné-lité. La genèse de ce type de dépôt est liée aux processus de cristallisation fractionnée où se décantent par ségrégation magmatique des horizons riches en oxydes (surtout Fe et Ti) au sein de grandes intrusions mafiques (Métaux BlackRock, 2012). Le minerai se compose principalement de magnétite vanadifère, de

titanomagnétite et d'ilménite. Ce type de gîte, associé à des intrusions mafiques et anorthositiques, est trouvé principalement dans la province géologique du Grenville. Toutefois, le gîte du complexe du lac Doré se situe dans la province du Supérieur et est d'âge archéen, amenant donc certaines particularités à ce gîte comparativement aux autres gîtes de fer-titane exploités au Québec. Il se compare davantage aux gîtes de Muskox, du Bushveld ou de la Rivière Bell.

2.3.5 Géochimie

Une caractérisation géochimique des stériles et résidus miniers du projet MBR a été réalisée par Lamont expert-conseil en mai 2013 (Lamont, 2013). Les principales unités lithologiques qui composeront les rejets miniers sont de l'anorthosite, du leucogabbro, du gabbro, de la pyroxénite et du diabase. Les unités minéralisées sont plutôt composées de ferrogabbro. Le tableau 2.11 présente les proportions de stériles estimées par Métaux BlackRock, ainsi que le nombre d'échantillons prélevés dans chaque unité pour la caractérisation. Les échantillons proviennent de carottes de forage.

Tableau 2.11 : Proportion des stériles et nombre d'échantillons prélevés par lithologie (tiré de Lamont, 2013)

Lithologie	**Pourcentage de stériles**	**Nombre d'échantillons**	**Pourcentage d'échantillon**
Leucogabbro	25 %	18	18 %
Gabbro	20 %	24	24 %
Anorthosite	28 %	32	31 %
Pyroxénite	20 %	14	14 %
Diabase	7 %	13	13 %
Total stériles	**100 %**	**101**	**100 %**
Ferrogabbro (minerai)		13	

Les résidus miniers proviennent, quant à eux, des essais métallurgiques. Afin d'être représentatif des futurs résidus, deux échantillons ont été prélevés, soit un échantillon de résidus grossiers et un échantillon de résidus fins.

Les échantillons de stériles et de minerai ont été soumis aux essais suivants :

- Potentiel de génération d'acide (M.A.B.A.)
- Analyse de roche totale (Fluorescence par diffraction X)
- Métaux traces (MA.200 – Mét. 1.2)
- Lixiviation statique TCLP

Les échantillons de résidus miniers ont été soumis aux essais suivants :

- Potentiel de génération d'acide (MA.110-ACISOL 1.0.)
- Analyse de roche totale (Fluorescence par diffraction X)
- Métaux traces (MA.200 – Mét. 1.2)
- Lixiviation statique TCLP
- Essais en cellules humides

Les résultats obtenus ont démontré que les échantillons de stériles et de résidus miniers sont non potentiellement générateurs d'acide selon les critères de la Directive 019 (MDDEP, 2012). Quatre échantillons sur les 13 de minerais ont quant à eux démontré un potentiel à générer de l'acide selon les mêmes critères. Selon d'autres critères, par exemple ceux du MEND (2009), ces échantillons se situent plutôt dans la zone d'incertitude.

Lors des analyses en métaux traces, des dépassements du critère A de la Politique de Protection des Sols et Réhabilitation des Terrains Contaminés (PPSRTC) (MDDEP, 1998) ont été observés pour au moins un échantillon en As, en Cr, en Co, en Cu, en Mn, en Ni et en Zn. Les échantillons ont donc tous été soumis à un essai de lixiviation TCLP. Aucun dépassement du critère C de la PPSRTC n'a été observé.

Afin d'être défini comme lixiviable selon la Directive 019, un résidu doit dépasser, pour un paramètre donné, le critère A de la PPSRTC pour la concentration sur les solides (métaux traces) et le critère de résurgence dans les eaux de surface ou infiltration dans les égouts (RESIE) de la PPSRTC pour la concentration dans le lixiviat suite à l'essai TCLP. Selon cette définition, un

certain pourcentage des échantillons testés sont lixiviables. Le tableau 2.12 présente un sommaire des résultats obtenus.

Tableau 2.12 : Sommaire des échantillons lixiviables
(tiré de Lamont, 2013)

Type d'échantillon	**Nombre d'échantillons prélevés**	**Métaux dépassant le critère « A » sur les solides et le critère RESIE sur le lixiviat (TCLP)**	**Nombre et pourcentage d'échantillons lixiviables**
Leucogabbro	18	Cr (4), Cu (1)	4 (22%)
Gabbro	24	Cr (3), Cu (4), Zn (1)	8 (33%)
Anorthosite	32	Cr (9), Cu (4), Zn (1)	13 (41%)
Pyroxénite	14	Cu (2), Zn (1)	3 (21%)
Diabase	13	Cr (2), Cu (3)	4 (31%)
TOTAL stériles	**101**		**32 (32%)**
Ferrogabbro (minerai)	13	Cr (1), Cu (1), Zn (3)	4
Résidus fins	1	Zn (1)	
Résidus grossiers	1	Zn (1)	

Les essais cinétiques en cellules humides effectués sur les deux échantillons de résidus miniers ont démontré que les résidus sont non potentiellement générateurs d'acides et non potentiellement lixiviables.

CHAPITRE 3 ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES

Une grande importance est accordée à la méthodologie employée pour ce projet de recherche. Le chapitre 3 est donc consacré à la description des différents aspects méthodologiques. Il se divise en trois sections. La première section explique la démarche effectuée lors de l'échantillonnage des roches stériles, du minerai et des résidus miniers. La préparation des échantillons est également abordée dans cette section. La section suivante porte sur les méthodes employées pour les caractérisations physiques, chimiques et minéralogiques. Finalement, la troisième et dernière section de ce chapitre porte sur la méthodologie des essais cinétiques spécifiquement réalisés dans le cadre de ce projet de recherche. Les explications quant à la sélection des agents complexants et de leur concentration sont fournies à la fin de cette section portant sur les essais cinétiques.

3.1 Démarche d'échantillonnage

3.1.1 Stériles miniers (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D)

Afin de réaliser ce projet de recherche, la première tâche a été de procéder à un échantillonnage représentatif des futurs stériles miniers du projet MBR. Elle a été effectuée avec l'aide d'un géologue et du personnel technique de la compagnie MBR. Les étapes de la démarche d'échantillonnage sont résumées à la figure 3.1 et sont décrites dans les sous-sections qui suivent. Une dernière sous-section porte sur la préparation des échantillons.

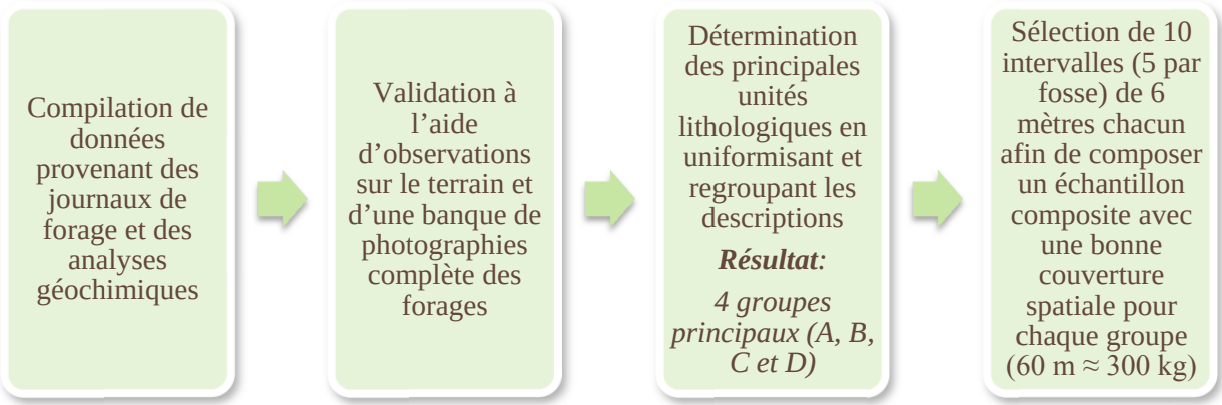


Figure 3.1 : Étapes de la démarche d'échantillonnage

3.1.1.1 Interprétation des données géologiques et géochimiques

Le projet MBR a fait l'objet de plusieurs travaux d'exploration dans le passé, tout particulièrement depuis 2008. Plusieurs forages de définition ont été effectués dans les deux gisements (Sud-Ouest et Armitage) afin d'obtenir des estimés de ressources pour l'étude de faisabilité. Toutes les données cumulées lors de ces campagnes ont été rendues disponibles pour le projet de recherche. Ces données ont été essentielles à l'atteinte des objectifs concernant la sélection des échantillons pour les essais cinétiques. La compagnie MBR a également offert la possibilité d'échantillonner directement dans les carottes de forage et de prélever l'entièreté des carottes de roches stériles nécessaires pour le projet de recherche.

Les carothèques (figure 3.2), accessibles sur le site de MBR, contiennent un total de 163 forages : 82 du gisement Sud-Ouest et 81 du gisement Armitage. En tout, une longueur d'environ 40 000 m est entreposée dans ces supports. Des forages historiques et géotechniques, de condamnation, et d'un échantillonnage en vrac (*bulk*) étaient aussi disponibles sur le site, mais plus difficilement accessibles n'étant pas rangés dans les carothèques. Ces forages n'ont donc pas été utilisés pour les fins de ce projet.

Figure 3.2 : Entreposage des carottes de forage sur le site MBR

Avant de se rendre sur le site pour procéder à l'échantillonnage, un travail préliminaire à partir des données compilées sous format informatique a été nécessaire. La base de données contient les informations suivantes :

- 163 journaux de descriptions de forage (couramment appelés *logs* par les géologues);
- Bases de données d'analyses géochimiques (8 324 analyses *Satmagan*, 7 656 analyses *Roche totale*, 1 578 analyses *Davis Tube*, 1 450 analyses de densité);
- Plans de surface et sections de forage espacées aux 100 m pour chaque gisement;
- Photographies des 163 forages.

Pour ce projet, les analyses *Roche totale* ont été celles les plus utilisées. Les analyses *Satmagan* et *Davis Tube* permettent surtout de caractériser le minerai, et ne sont pas essentielles à la caractérisation des roches stériles. La démarche quant à l'interprétation des données géologiques et géochimiques s'est effectuée selon les étapes suivantes :

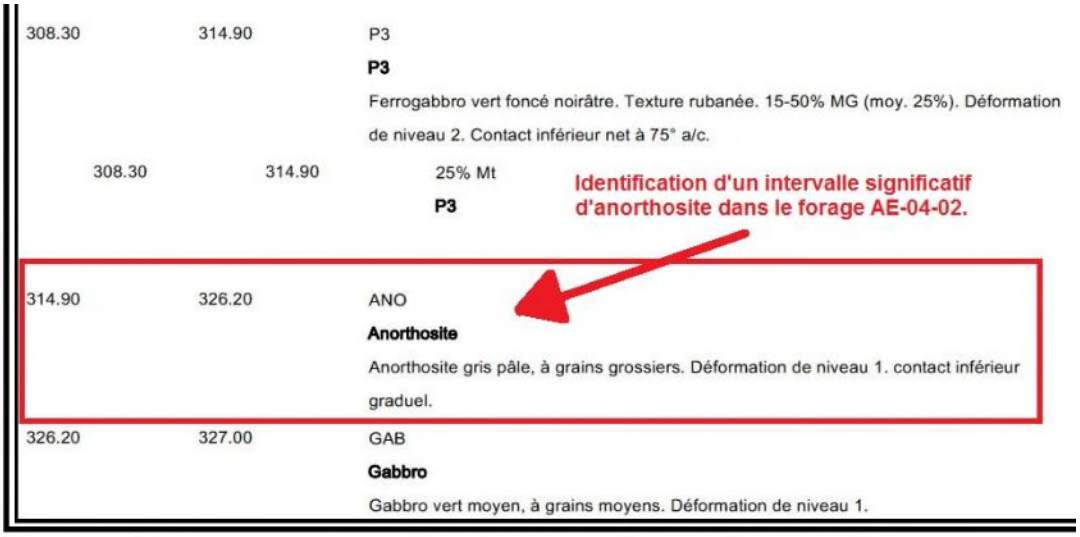
1) Identification des intervalles significatifs[1] de roches stériles dans les journaux de forage;
2) Consultation des photographies pour valider des observations géologiques;
3) Division des roches stériles en trois zones : FW (*footwall* pour éponte inférieure); HW (*hanging wall* pour éponte supérieure) et INT (internes pour représenter les roches stériles incluses entre les unités minéralisées);
4) Repérage des échantillons ayant été pris dans les intervalles identifiés à l'étape 1;
5) Identification des unités lithologiques composant majoritairement les roches stériles pour chaque zone et validation de l'homogénéité des unités à l'aide des analyses géochimiques.

Ces étapes ont permis de créer 3 groupes de roches stériles principales : anorthosite de l'éponte inférieure (WR-A), pyroxénite de l'éponte supérieur (WR-B) et anorthosites des unités internes (WR-C). Les unités lithologiques des gisements Sud-Ouest et Armitage sont en continuité d'un gisement à l'autre et il n'a donc pas été nécessaire de créer des groupes différents pour chaque

---

[1] À noter qu'un intervalle est jugé significatif lorsque la longueur est supérieure à 3 m, en cohérence avec le plan de minage qui se compose de blocs d'une épaisseur de 3 m.

gisement. Un 4e groupe de roches stériles a aussi été créé (WR-D). Celui-ci englobe tous les types d'intrusions tardives identifiées dans les journaux de forage, principalement des unités de diabase, de diorite et de gabbro. Ce groupe n'est pas homogène géochimiquement, puisque les intrusions n'ont pas toutes la même composition minéralogique. Toutefois, ce groupe a été jugé nécessaire à la caractérisation, car il représente les unités marginales des gisements qui feront aussi partie des futurs stériles. Les figures 3.3 à 3.7 présentent un exemple de chaque étape à partir d'un intervalle d'anorthosite du forage AE-04-02.



Projet : Blackrock

Figure 3.3 : Étape 1 de l'interprétation des données

Figure 3.4 : Étape 2 de l'interprétation des données

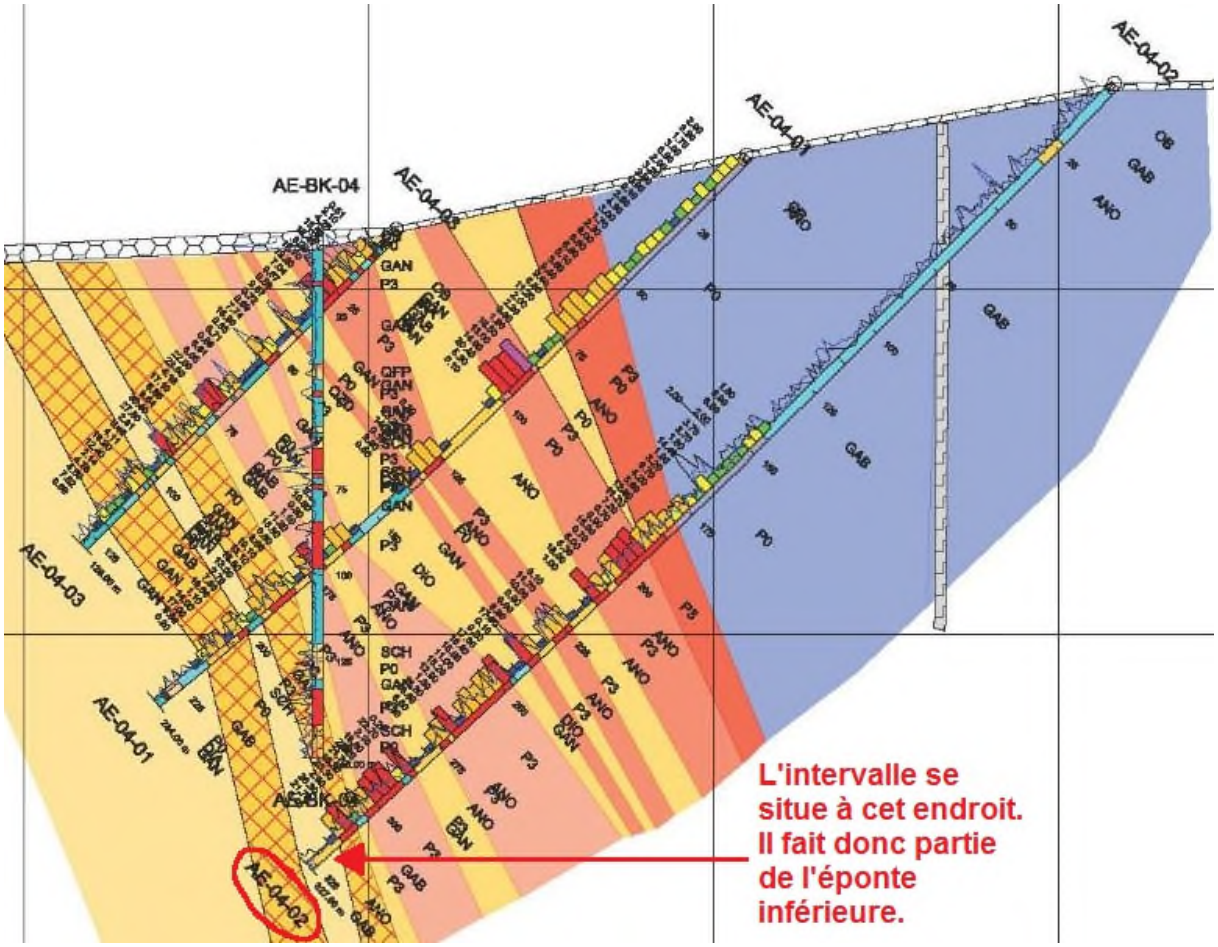


Figure 3.5 : Étape 3 de l'interprétation des données

	A	B	C	D	E	F	G	I	J	L	M
1	Projet	Sondage	De	À	Nº d'échantillon	SAT (%)	Fe2O3 (%)	TiO2 (%)	V2O5 (%)	S (%)	SiO2 (%)
443	Blackrock	AE-04-02	294	297	28038	23.2	44.53	8.83	0.62	0.28	20.79
444	Blackrock	AE-04-02	297	300	28039	21.7	44.11	8.17	0.55	0.2	21.54
445	Blackrock	AE-04-02	300	303	28041	16.3	36.85	6.78	0.5	0.16	26.37
446	Blackrock	AE-04-02	303	306	28042	23.3	43.48	7.49	0.57	0.22	22.62
447	Blackrock	AE-04-02	306	309	28043	2.5	18.22	2.59	0.19	0.13	39.06
448	Blackrock	AE-04-02	309	312	28044	26.3	47.57	8.84	0.7	0.13	19.76
449	Blackrock	AE-04-02	312	315	28045	21.7	42.4	7.44	0.58	0.15	22.68
450	Blackrock	AE-04-02	315	318	28046	0.4	3.18	0.18	0.02	-0.01	45.57
451	Blackrock	AE-04-03	6.9	9	60515	0.51	12.01	1.03	0.03	0.26	47.19
452	Blackrock	AE-04-03	9	12	60516	9.1	30.8	5.93	0.27	0.58	33
453	Blackrock	AE-04-03	12	15	60517	4.25	23.81	3.76	0.16	0.28	40.03

Il y a l'échantillon 28046 qui a déjà été analysé dans cet intervalle.

Figure 3.6 : Étape 4 de l'interprétation des données

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	K	L	N	O
1	Projet	Sondage	De	À	Nº d'échantillon	Unité	Zone	SAT (%)	Fe2O3 (%)	TiO2 (%)	V2O5 (%)	S (%)	SiO2 (%)
15	Blackrock	AE-03-01	216	219	60723	ANO	FW	0.95	7.99	0.59	0.04	0.01	47.07
16	Blackrock	AE-04-02	315	318	28046	ANO	FW	0.4	3.18	0.18	0.02	0.01	45.57
17	Blackrock	AE-04-03	96	99	60547	ANO	FW	0.45	3.11	0.13	0.02	0.01	44.94
18	Blackrock	AE-18-01	225	228	28233	ANO	FW	0.2	11.05	1.64	0.14	0.08	42.36
19	Blackrock	AE-18-01	228	231	28234	ANO	FW	0.2	8.97	0.91	0.09	0.07	40.7
20	Blackrock	AE-18-01	222	225	28232	ANO	FW	0.1	12.24	1.6	0.13	0.05	41.14
21	Blackrock	AE-18-02	315	318	27523	ANO	FW	1	12.84	1.27	0.1	0.1	42.2
22	Blackrock	AE-20-03	102	103	10394	ANO	FW						
23	Blackrock	AE-28-02	273	276	21865	ANO	FW	0.5	10.49	1.36	0.1	0.07	43.03
24	Blackrock	AE-28-02	294	297	21872	ANO	FW	0.4	12.31	1.06	0.09	0.16	44.52
25	Blackrock	SW-01-02	381	384	677118	ANO	FW	5.2					
26	Blackrock	SW-01-02	360	363	677109	ANO	FW	1.17					
27	Blackrock	SW-01-03	168	171	56782	ANO	FW	4.4	17.34	2.5	0.2	0.2	38.76
28	Blackrock	SW-02-02	372	375	677447	ANO	FW	3.36	16.72	2.31	0.19	0.1	42.46

L'échantillon 28046 est regroupé avec tous les autres échantillons ayant aussi été prélevés dans des intervalles d'anorthosite (ANO) dans la zone de l'éponte inférieure (FW).

Figure 3.7 : Étape 5 de l'interprétation des données

3.1.1.2 Sélection des intervalles

Une fois que les différentes zones ont été ciblées et que des intervalles significatifs ont été définis pour chacune, il a fallu déterminer comment les échantillons allaient être sélectionnés. Tout d'abord, une estimation de la masse nécessaire pour les essais en barils (240 kg) a été calculée à l'aide d'une densité moyenne de 3 g/cm^3 pour les roches stériles. Du matériel supplémentaire (60 kg) a également été prévu pour les essais en laboratoire et la caractérisation des échantillons. Ainsi, la masse de carottes de forage nécessaires pour chaque échantillon correspond à une longueur de 60 m. Afin de couvrir l'ensemble des fosses projetées, il a été choisi de prélever 10 intervalles de 6 m chacun pour créer des échantillons composites (WR-A, WR-B, WR-C et WR-D). Pour cela, chacune des fosses a été divisée en cinq blocs (figures 3.8 et 3.9), pour un total de 10 blocs, dans lesquels 2 intervalles par bloc ont été présélectionnés pour chaque échantillon composite. En tout, 80 intervalles ont donc été présélectionnés. La position de chacun d'entre eux a été validée sur les sections de forage afin de s'assurer que les intervalles soient positionnés à l'intérieur de la fosse projetée. Un certain niveau de tolérance a été accepté pour les intervalles situés à l'extérieur lorsque ceux-ci faisaient partie de la même unité lithologique qu'aux parois de la fosse.

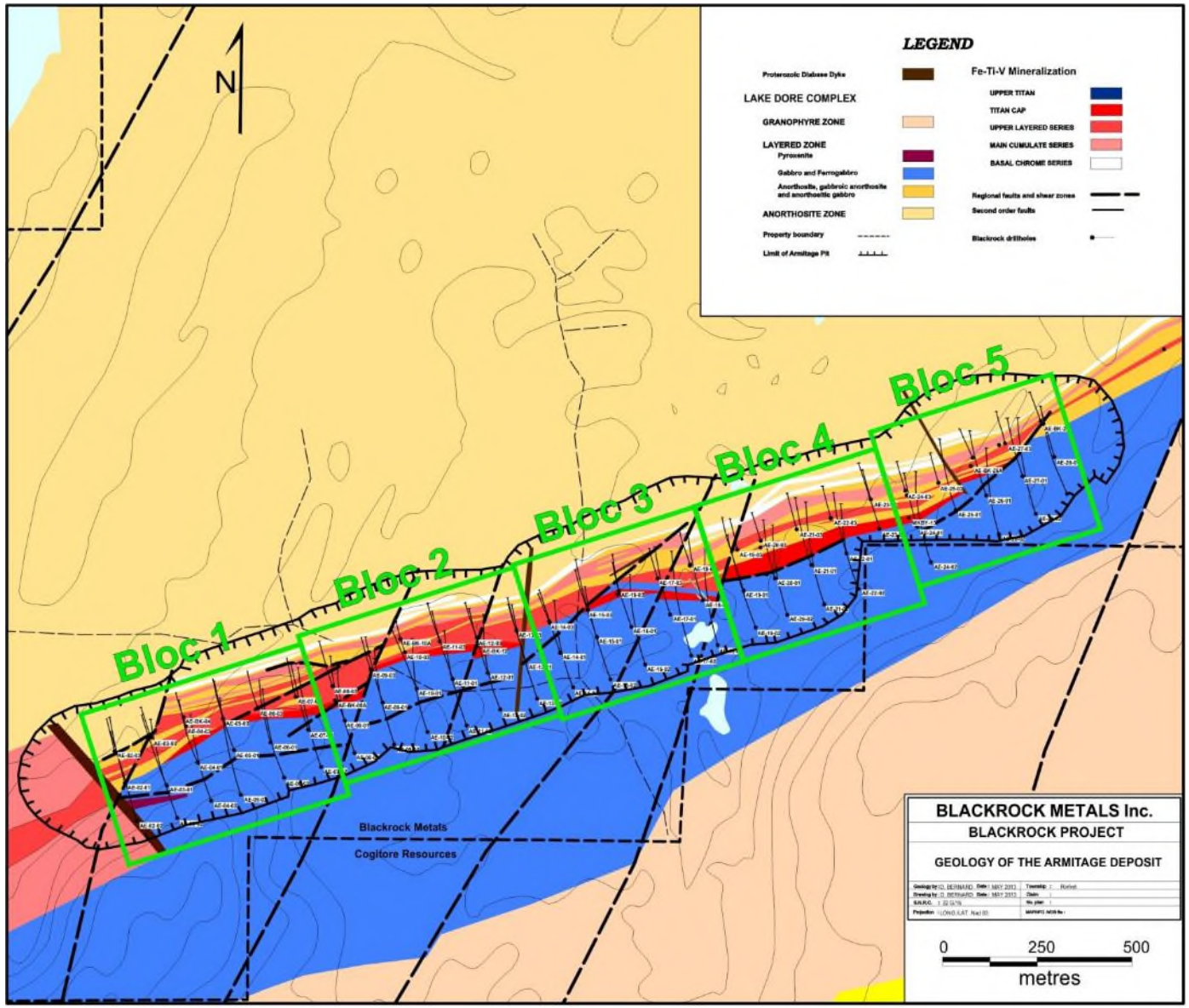


Figure 3.8 : Blocs 1 à 5 situés sur la fosse Armitage

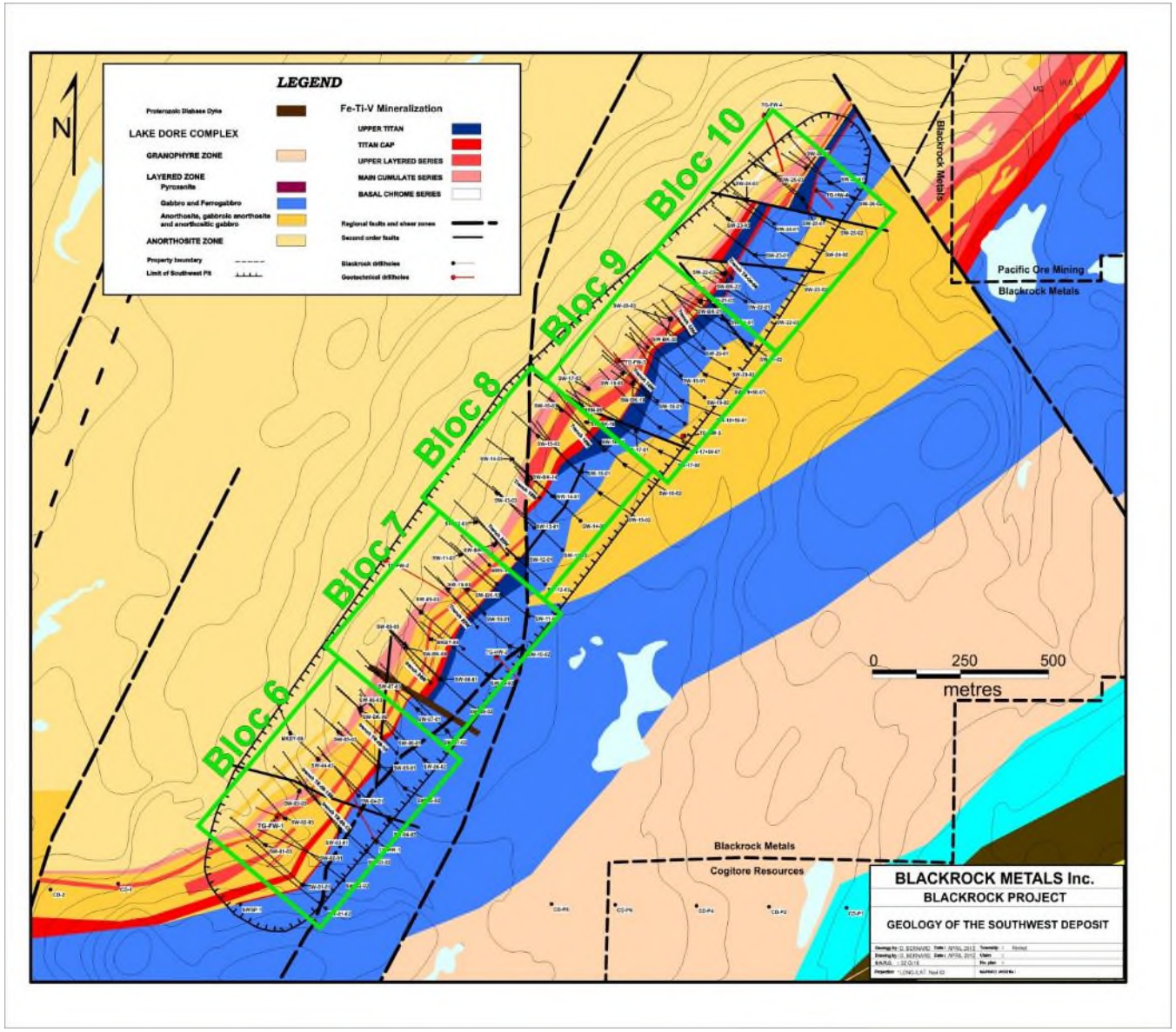


Figure 3.9 : Blocs 6 à 10 situés sur la fosse Sud-Ouest

La suite de l'échantillonnage a été effectuée sur le site des carothèques. Les deux intervalles présélectionnés ont été observés sur le terrain afin d'en sélectionner un seul par bloc, soit celui le plus approprié, tant au niveau du projet de recherche que pour la pérennité des informations géologiques du projet MBR. Certains facteurs ont donc aussi été considérés : par exemple, ne pas prélever de carottes de forage aux contacts entre deux unités lithologiques différentes, ou encore ne pas prélever les carottes de forage laissées comme témoin des analyses géochimiques antérieures. Une fois cet exercice accompli, les 40 intervalles sélectionnés ont été décrits, photographiés et échantillonnés. Le protocole appliqué lors de l'échantillonnage est joint à l'annexe A. Certaines étapes de ce protocole sont reprises plus en détails dans la section suivante portant sur la préparation des échantillons. Les descriptions complètes des intervalles échantillonnés, ainsi que les photographies, sont fournies dans l'annexe B. L'annexe C contient les plans de surface et les sections de forage avec les positions de chaque intervalle échantillonné.

3.1.2 Minerai (LG-E)

En plus des échantillons de stériles miniers, il a été choisi de prélever un échantillon de minerai à basse teneur (Zone BCS). L'objectif est de caractériser un matériau pouvant être entreposé temporairement sur le site minier avant d'être acheminé au concentrateur. Lors de travaux précédents réalisés par la compagnie MBR, des échantillons en vrac (*bulk*) ont été pris dans les différentes zones minéralisées du projet afin d'être utilisés pour les tests métallurgiques. Ceux-ci ont été obtenus en effectuant des tranchées dynamitées. Un surplus avait été généré lors du dynamitage, et il a donc été possible de s'en servir pour y prélever la quantité nécessaire au projet de recherche. Les surplus étaient entreposés dans des poches de jute identifiées par zone minéralisée et numéro de tranchée.

3.1.3 Résidus miniers (TL-F)

Les résidus miniers ont été fournis par la compagnie MBR. Ceux-ci proviennent des rejets produits lors des tests de métallurgie en usine-pilote. Les procédés de séparation du minerai impliquent, entre autres, une séparation magnétique pour extraire la magnétite vanadifère et la titanomagnétite, puis un circuit de flottation pour l'ilménite. L'échantillon de résidus miniers est composé de rejets générés à différentes phases des procédés, et il est donc représentatif des résidus finaux qui seront envoyés dans le futur parc à résidus.

3.1.4 Préparation des échantillons

Pour les échantillons de roches stériles, étant donné que la majorité du matériel échantillonné devait servir aux essais en barils, il a été choisi de préparer les échantillons sur le terrain afin d'éviter le transport d'une grande quantité de matériel et les frais de laboratoire associés. Les objectifs de la préparation ont été les suivants : casser les carottes de forage à une longueur < 80 mm; conserver les particules fines générées lors du cassage; bien homogénéiser les échantillons. Toutes les étapes sont décrites dans le protocole d'échantillonnage et de préparation fourni à l'annexe A. En résumé, les carottes de forage ont été cassées à l'aide d'une masse au-dessus d'une bâche, mélangées sur cette dernière, puis homogénéisées à l'aide de seaux. Un échantillon au complet représente 10 seaux de 20 L. Pour l'échantillon de minerai, il a été prélevé tel quel parmi l'échantillon en vrac. Afin d'être uniforme avec les échantillons de stériles miniers, les morceaux de roches > 80 mm ont été mis de côté. Toutes les autres fractions granulométriques < 80 mm ont donc été prises pour constituer cet échantillon, réparties également dans 10 seaux. Pour les deux types d'échantillons (stériles et minerai), les roches contenues dans 8 seaux ont servies à remplir le baril pour l'essai cinétique *in situ*, et les 2 autres seaux ont été apportés au laboratoire de l'UQAT pour procéder aux caractérisations et aux essais cinétiques de laboratoire.

Au laboratoire, les échantillons ont tout d'abord été tamisés afin d'obtenir la granulométrie des échantillons *in situ*. Un seau par échantillon a été entreposé comme témoin des essais *in situ*. Le matériel contenu dans le second seau (environ 30 kg) a été passé dans un concasseur à mâchoires pour obtenir une granulométrie < 10 mm. L'échantillon a ensuite été homogénéisé à l'aide d'un séparateur rotatif. Une portion d'environ 6,7 kg a ensuite été circulée dans un concasseur à rouleaux pour obtenir une granulométrie < 2 mm. Cette portion a été homogénéisée de nouveau avec un séparateur à chutes, puis divisée afin de conserver des fractions < 2 mm pour les essais cinétiques, la flottation et certains tests de caractérisation physique et minéralogique. Une fraction d'environ 150 g a finalement été pulvérisée pour obtenir une granulométrie < 0,75 mm pour des tests de caractérisation chimique, physique et minéralogique. Toutes ces étapes de préparation sont résumées dans le schéma de la figure 3.10. L'échantillon de résidus miniers, déjà broyé lors des procédés métallurgiques, n'a été soumis à aucun concassage ou broyage. Lors de la réception de celui-ci au laboratoire, il a été homogénéisé à l'aide d'un séparateur à chutes, puis distribué comme les autres échantillons pour les différents tests de caractérisation.

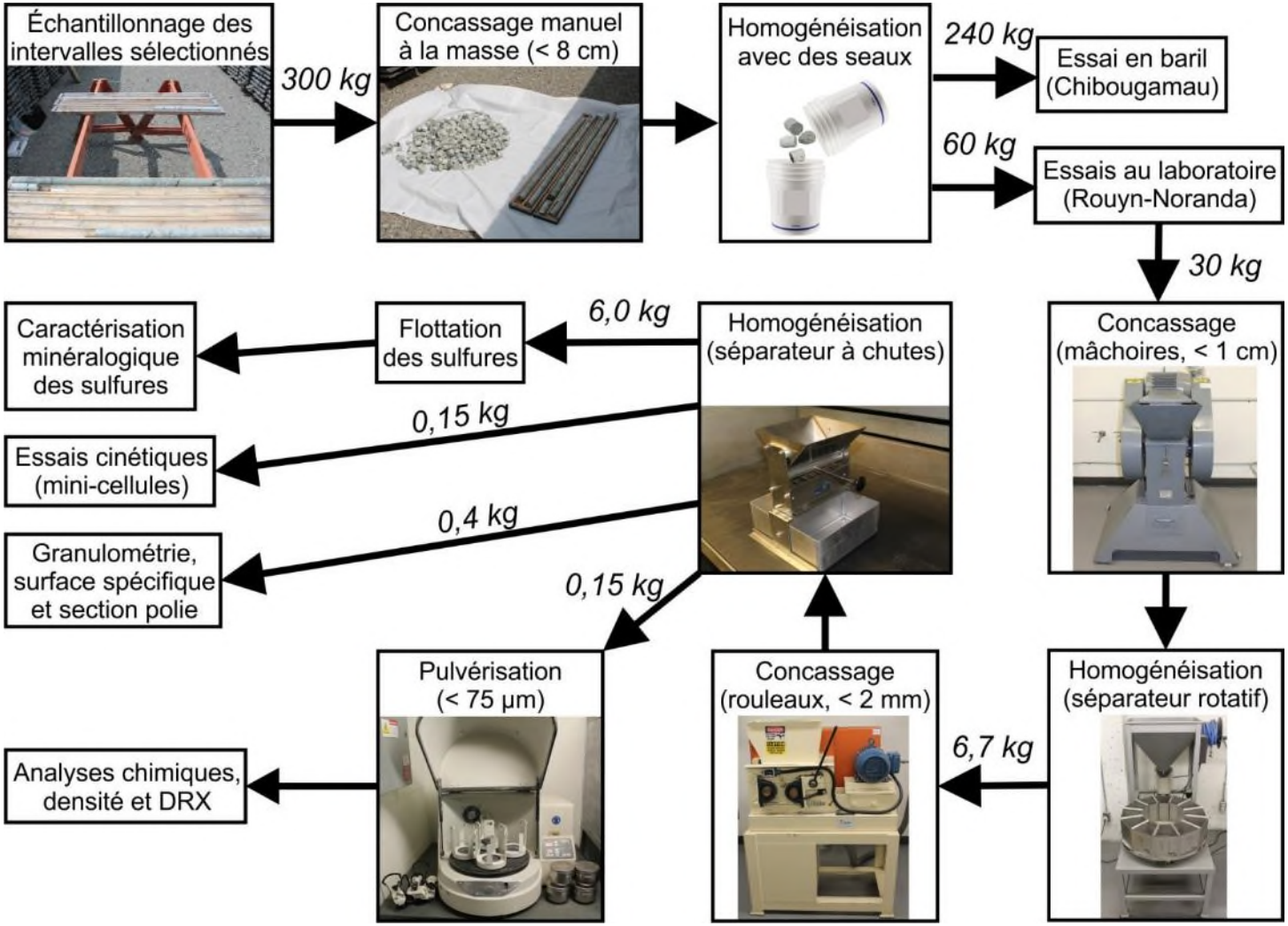


Figure 3.10 : Schéma du protocole de préparation des échantillons

3.2 Caractérisation des échantillons

Tous les échantillons ont été soumis au même programme de caractérisation. Les analyses ont été effectuées au laboratoire de l'UQAT. Elles se divisent en trois catégories : physique, chimique et minéralogique. Le tableau 3.1 présente les analyses effectuées, et chacune d'entre elles sont décrites plus précisément dans les sous-sections qui suivent. Tous les résultats sont présentés dans l'annexe D. À noter que certaines abréviations sont utilisées dans le tableau, mais les termes complets sont définis dans les descriptions.

Tableau 3.1 : Programme de caractérisation des échantillons

Physique	**Chimique**	**Minéralogique**
Distribution granulométrique	Multi-éléments (ICP-AES et fluorescence de rayons-x)	Microscopie optique (brut et concentré de sulfures)
Densité relative	Soufre et carbone (four à induction)	MEB-EDS (brut et concentré de sulfures)
Surface spécifique	Sulfates et potentiel de neutralisation (Sobek modifié)	Diffractométrie de rayons-x

3.2.1 Caractérisation physique

La distribution granulométrique des échantillons mis en place dans les essais *in situ* a été déterminée uniquement par tamisage en raison de la granulométrie grossière des échantillons. Puisque le diamètre d'une carotte de forage complète est de 47,6 mm (dimension de forage NQ), il est assumé que 100 % de la masse est passante au tamis 50 mm. La distribution granulométrique a ensuite été mesurée avec des tamis permettant de définir les fractions allant de 500 µm à 50 mm. Pour les échantillons soumis aux essais en mini-cellule d'altération et cellule humide, la distribution granulométrique a été déterminée par tamisage pour les fractions > 150 µm. Un granulomètre laser Malvern Mastersizer a été utilisé pour définir la distribution granulométrique des fractions < 150 µm (Merkus, 2009). Puisque le granulomètre laser donne des résultats en pourcentage volumique, et le tamisage des résultats en pourcentage massique, il a été

supposé que la densité relative était la même pour chaque fraction, et les résultats du granulomètre laser ont été convertis en pourcentage massique.

La surface spécifique a été déterminée pour les échantillons des essais *in situ* (< 80 mm) et pour les échantillons des essais au laboratoire (< 2 mm). Pour les échantillons plus grossiers contenus dans les essais en barils, celle-ci a été estimée à l'aide d'une formule adaptée pour les matériaux granulaires (Chapuis et Légaré, 1992). Cette formule tient compte de la distribution granulométrique de l'échantillon et attribue une surface spécifique à chaque fraction granulométrique.

$$a_m = (6/\rho) \sum c_i / d_i \qquad \textit{(équation 5)}$$

Dans cette formule, a_m est la surface spécifique totale; ρ est la densité; c_i est la fraction de particules d'un diamètre moyen d_i.

Pour les échantillons en laboratoire ayant une granulométrie plus fine, il a été possible de mesurer la surface spécifique à l'aide d'un analyseur Micromeritics Gimini III 2375. Cet appareil permet de déterminer la surface spécifique de l'échantillon par adsorption d'hélium selon l'interprétation BET (Brunauer, Emmett et Teller, 1938) en mesurant la différence de pression de gaz dans un tube contenant l'échantillon et un autre tube vide servant de référence.

La densité relative a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Micromeritics Accupyc 1330, selon la norme ASTM D4892 (ASTM, 2014). Une masse connue et précise de l'échantillon pulvérisé est mise dans l'appareil, et celui-ci permet de déterminer le volume de l'échantillon. La densité relative est ainsi définie grâce à cet appareil. La caractérisation des échantillons quant à la densité relative est la même peu importe le type d'essai cinétique effectué ensuite avec celui-ci.

3.2.2 Caractérisation chimique

Plusieurs analyses chimiques ont été effectuées pour la caractérisation. Ces analyses ont toutes été effectuées à partir d'échantillons pulvérisés.

Tout d'abord, une aliquote de l'échantillon a été soumise à une digestion multi-acide (HNO_3/Br_2/HF/HCl) puis analysée par spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-AES). Le modèle de l'appareil ICP-AES est un Perkin Elmer Optima 3100 RL. Cette analyse permet d'obtenir les concentrations en mg/kg pour 24 éléments : aluminium (Al),

arsenic (As), baryum (Ba), béryllium (Be), bismuth (Bi), calcium (Ca), cadmium (Cd), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), potassium (K), magnésium (Mg), manganèse (Mn), molybdène (Mo), nickel (Ni), plomb (Pb), soufre (S), antimoine (Sb), sélénium (Se), étain (Sn), titane (Ti) et zinc (Zn). Les échantillons ont aussi été soumis à une analyse multi-éléments à l'aide d'un appareil portatif de fluorescence de rayons-x (FRX) Thermo Scientific Niton. Cet appareil permet d'obtenir des concentrations en ppm pour 34 éléments : argent (Ag), aluminium (Al), arsenic (As), or (Au), baryum (Ba), bismuth (Bi), calcium (Ca), cadmium (Cd), chlore (Cl), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), potassium (K), magnésium (Mg), manganèse (Mn), molybdène (Mo), niobium (Nb), nickel (Ni), phosphore (P), plomb (Pb), palladium (Pd), rubidium (Rb), soufre (S), antimoine (Sb), sélénium (Se), silicium (Si), étain (Sn), strontium (Sr), titane (Ti), vanadium (V), tungstène (W), zinc (Zn) et zirconium (Zr). Avec cet appareil, il est possible d'effectuer des analyses non-destructives, car il suffit simplement de déposer une fraction de l'échantillon pulvérisé dans une capsule, faire la lecture, puis récupérer l'échantillon. La comparaison entre les deux méthodes était principalement à vocation expérimentale afin de valider si les analyses FRX pouvaient remplacer les analyses ICP-AES qui sont beaucoup plus longues, destructives et demandent davantage de manipulation. Bien que rapides et non destructives, la précision de l'appareil FRX n'est pas aussi élevée que les analyses à l'ICP-AES, et seuls les résultats obtenus à l'ICP-AES ont été utilisés dans ce projet.

Ensuite, le soufre total (S_{tot}) et le carbone total (C_{tot}) ont été analysés à partir d'un four à induction ELTRA CS-2000 couplée à un analyseur infrarouge. À noter que cette analyse est plus précise pour le soufre que celle à l'ICP-AES, et que les données utilisées pour le soufre sont donc celles obtenues au four à induction. Le C_{tot} est représentatif du C inorganique contenu dans l'échantillon, puisqu'il n'y a pas de C associé à la présence de graphite ou de diamant dans ces échantillons. De plus, puisqu'il s'agit d'échantillon de roche métamorphique, la quantité de C organique pouvant être présent est considéré comme négligeable. Quant au S_{tot}, une analyse des sulfates par extraction à l'acide chlorhydrique (HCl) a été effectuée, adaptée selon Sobek *et al.* (1978). Une lecture de la solution résultante suite à l'extraction est faite à l'aide de l'ICP-AES. Suite à l'analyse des sulfates, il est donc possible de déduire cette fraction de soufre contenu dans les sulfates ($S_{sulfate}$) du S_{tot} afin de connaître la fraction de soufre contenu dans les sulfures ($S_{sulfure}$).

Finalement, la dernière caractérisation chimique est le bilan acide-base selon le protocole de Lawrence et Wang (1997). Le potentiel de génération d'acide, ou d'acidification (PA), est calculé en assumant que toute la quantité de $S_{sulfure}$ présent dans l'échantillon est sous forme de pyrite susceptible d'être oxydée et de générer de l'acide. Le PA est converti en équivalent calcite, exprimé en kg $CaCO_3$/t, en multipliant le $S_{sulfure}$ par un facteur de 31,25. Le potentiel de neutralisation (PN) est analysé au laboratoire par la méthode de Sobek *et al.* (1978) modifié par Lawrence et Wang (1997). Cet essai, d'une durée de 24 h, soumet une aliquote de l'échantillon à des additions de HCl puis la solution résultante est titrée afin de déterminer la quantité d'acide excédentaire. Il est ensuite possible de calculer le PN de l'échantillon. Le résultat est exprimé en kg $CaCO_3$/t. Des paramètres tels que le potentiel net de neutralisation (PNN) ou le ratio PN/PA peuvent ensuite être calculés pour fins de comparaison avec des critères lors de l'interprétation des résultats. Le PNN se calcule en soustrayant le PA du PN (PNN = PN – PA) et le ratio PN/PA est la division du PN par le PA.

3.2.3 Caractérisation minéralogique

Différents types de caractérisation minéralogique ont été effectués afin de définir la composition minéralogique globale des échantillons. Dans le cadre de ce projet de recherche, une attention particulière est accordée aux sulfures puisqu'ils contiennent souvent les métaux pouvant causer des contaminations reliés à la génération de DNC, par exemple la chalcopyrite qui contient du cuivre, la sphalérite qui contient du zinc, ou encore la pentlandite qui contient du nickel. Lors des analyses chimiques qui ont été effectuées avant les caractérisations minéralogiques, il a été constaté que les échantillons contenaient peu de $S_{sulfure}$. Afin de faciliter la tâche d'identification des sulfures, une étape a été ajoutée, soit la flottation des sulfures. Un concentré de sulfures a donc été séparé pour chaque échantillon par un procédé de flottation classique (activant : $CuSO_4$; collecteur : PAX 90 %; moussant : MIBC), et les analyses minéralogiques ont été effectuées sur les échantillons bruts et sur les concentrés de sulfures (à l'exception de la diffractométrie de rayons-X, ou DRX). Le pourcentage de récupération des sulfures par flottation a varié entre 63 et 87 %.

Chaque échantillon a été préparé sous forme de section polie dans une résine de carbone. Des observations au microscope optique en lumière réfléchie ont tout d'abord été réalisées afin d'effectuer une première reconnaissance de minéraux grâce à leurs propriétés optiques. Le

microscope optique en lumière réfléchie permet d'identifier principalement les sulfures et les oxydes. Les sections polies ont ensuite été soumises à des observations au microscope électronique à balayage couplée à un spectromètre à énergie dispersive (MEB-EDS). Le modèle du MEB est un Hitachi S-3500 N et celui de la sonde EDS est un Oxford X-Max 20 mm^2 silicon drift detector (SDD). La sonde EDS permet d'effectuer des microanalyses à des localisations très précises et les résultats sont exprimés en éléments chimiques. Il est donc nécessaire d'associer les résultats obtenus avec les minéraux correspondants selon leur composition chimique. La limite de détection des éléments est d'environ 0,1 à 0,5 % à l'échelle d'un grain.

Finalement, les échantillons ont aussi été soumis à des analyses au DRX. Une aliquote de l'échantillon est prélevée afin d'être réduite à une granulométrie très fine (< 10 µm) à l'aide d'un pulvériseur McCrone Micronizing Mill. Le DRX, un Bruker AXS Advance D8 équipé d'une cathode en cuivre, permet ensuite la détection des différentes phases minérales. Les données sont interprétées à l'aide du logiciel DiffracPlus EVA v.3.1 pour l'identification des minéraux, puis d'un traitement selon la méthode Rietveld (Rietveld, 1993) à l'aide du logiciel TOPAS v.4.2 pour la quantification des minéraux.

Une fois les caractérisations minéralogiques et chimiques complétées, les données sont réconciliées afin d'obtenir les meilleures interprétations possibles quant à la composition minéralogique des échantillons. Les résultats finaux présentés dans cette étude tiennent compte de ces réconciliations minéralogiques.

3.3 Essais cinétiques

Cette section présente la méthodologie au cœur du projet de recherche. Trois types d'essais cinétiques ont été retenus afin de répondre à différents besoins : mini-cellule d'altération, cellule humide et essai *in situ* en baril. Suite à la description de chaque type d'essais effectués, une sous-section porte sur la caractérisation des échantillons liquides (lixiviats). Le choix des agents complexants utilisés dans les essais modifiés, leur concentration et leur préparation sont présentés à la fin de cette section.

3.3.1 Mini-cellules d'altération

Les mini-cellules d'altération (Cruz *et al.*, 2001; Bouzahzah *et al.*, 2014b; Plante *et al.*, 2015) ont été utilisées pour les essais cinétiques avec les échantillons de roches stériles et de minerai. En tout, 5 cellules contrôles (témoins) et 10 cellules modifiées ont été réalisées. Les essais contrôles ont été effectués en premier, du 16 mars au 22 septembre 2015, tandis que les essais modifiés se sont déroulés du 20 octobre 2016 au 21 janvier 2016. La mini-cellule d'altération présente la particularité d'être un essai plus agressif que celui en cellule humide (Villeneuve *et al.*, 2009; Bouzahzah *et al.*, 2014a; Plante *et al.*, 2015). Puisqu'il nécessite une petite masse d'échantillon, il est aussi avantageux lorsque les matériaux à tester ne sont pas disponibles en grande quantité. Ce type d'essai a toutefois été retenu en raison de l'agressivité permettant d'obtenir une stabilité des résultats géochimiques plus rapidement.

Une mini-cellule d'altération consiste en un entonnoir Büchner (figure 3.11) de 100 mm de diamètre dans lequel est déposé un échantillon de 67 g. Avant de placer l'échantillon, un filtre de 0,45 µm est mis au fond de l'entonnoir et est maintenu en place à l'aide de graisse de silicone pour éviter les écoulements préférentiels sur les parois de l'entonnoir. L'entonnoir est déposé sur un support conçu spécialement pour ce type d'essai. L'échantillon est ensuite rincé deux fois par semaine (généralement le lundi et le jeudi) avec 50 ml d'eau déionisée pour les essais contrôles, ou 50 ml d'une solution aqueuse contenant un agent complexant pour les essais modifiés. Le ratio liquide/solide est d'environ 1,5 L/kg/sem. Lors du rinçage, l'eau demeure en contact avec l'échantillon pendant 4 h avant d'être collectée dans un erlenmeyer à vide permettant d'exercer une succion à l'aide d'une pompe pour récupérer l'eau. Entre chaque rinçage, l'échantillon est exposé à l'air ambiant, lui permettant ainsi de sécher complètement. Les deux lixiviats collectés durant la semaine pour chaque échantillon sont combinés ensemble pour effectuer une seule analyse par semaine (si 5 échantillons, alors 5 analyses). La durée des essais a été déterminée selon les résultats géochimiques obtenus au fur et à mesure des essais afin de n'interrompre les essais qu'une fois les résultats stabilisés. Cette durée a été de 27 semaines pour les cellules contrôles et de 13 semaines pour les essais modifiés. Le montage final des 5 mini-cellules d'altération pour les essais contrôles est montré à la figure 3.12.

Figure 3.11 : Entonnoir Büchner

Figure 3.12 : Mini-cellules d'altération

3.3.2 Cellule humide

L'échantillon de résidus miniers (TL-F) a été soumis à des essais cinétiques en cellules humides plutôt qu'en mini-cellules d'altération. Au total, trois (3) essais en cellules humides ont été effectués : 1 essai témoin (cellule-contrôle), 1 essai modifié avec l'EDTA (cellule-EDTA) et 1 essai modifié avec l'acide citrique (cellule-AC). Les essais ont été effectués conformément au protocole ASTM D5744-13 (ASTM, 2013). Pour des résidus miniers, la norme recommande

l'utilisation de cellules en Plexiglas d'un diamètre interne de 20,3 cm et d'une hauteur de 10,2 cm. La cellule doit avoir une entrée d'air au sommet et une sortie à la base pour les lixiviats. Un échantillon sec de 1 kg est placé sur une plaque perforée, préalablement recouverte par deux couches de géotextiles afin de limiter la perte des particules fines. Les géotextiles sont maintenus en place à l'aide de graisse à base de silicone afin d'éviter l'écoulement préférentiel sur les parois internes de la cellule. L'essai consiste ensuite à soumettre l'échantillon à des cycles hebdomadaires de séchage-mouillage : 3 jours d'air sec, 3 jours d'air humide, et un rinçage à la 7e journée. Le rinçage est effectué avec 1 L d'eau déionisée pour la cellule-contrôle, ou 1 L de solution contenant respectivement 0,01 M d'EDTA pour la cellule-EDTA ou 0,01 M d'acide citrique pour la cellule-AC. Après un minimum de 3 h de contact, le lixiviat est récolté en exerçant une pression d'air positive au sommet de la cellule. La durée de l'essai fut de 27 semaines pour la cellule-contrôle, et de 13 semaines pour les cellules modifiées. Ils se sont déroulés conjointement avec ceux effectués en mini-cellules d'altération, et ont été interrompus une fois les résultats géochimiques stabilisés. La figure 3.13 montre le montage final d'une cellule humide utilisée au laboratoire.

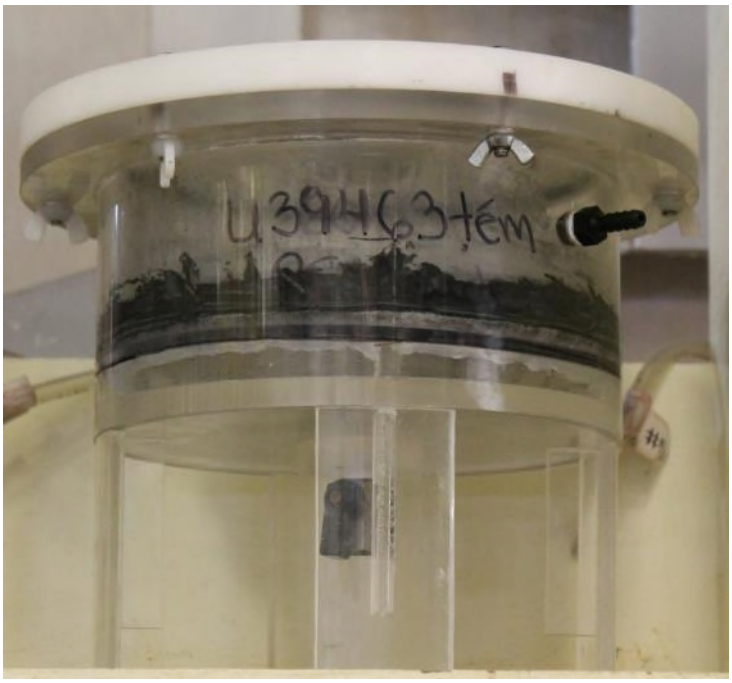


Figure 3.13 : Cellule humide

3.3.3 Essais cinétiques en barils *in situ*

Les échantillons de stériles miniers et de minerai ont été soumis à des essais cinétiques en barils *in situ*. Étant donné que la quantité de résidus miniers était limitée, il n'a pas été possible de monter un essai *in situ* avec ceux-ci. Les essais ont été effectués à l'aide de barils en plastique de 40 gallons (environ 180 L) n'ayant pas été en contact avec des substances pouvant contaminer les eaux lors des essais (par exemple des huiles ou hydrocarbures). Lors du montage, une sortie a été percée à la base du baril, à laquelle a été placé un embout protégé avec un géotextile. La mise en place du géotextile permet de limiter la perte des particules fines qui demeurent alors dans le baril. Une couche de sable de silice est déposée dans le fond de chaque baril afin d'éviter qu'un morceau de roche ne vienne obstruer la sortie. Du sable de silice est utilisé afin ne pas influencer le comportement géochimique de l'essai, puisque la réactivité du quartz est très faible et que ce dernier est considéré inerte (Sverdrup, 1990). Il est donc important de choisir du matériel à haute pureté en quartz. Les roches composant l'échantillon sont ensuite déposées dans le baril. Le sommet du baril doit demeurer ouvert. Le baril est alors utilisé comme une grosse cellule (ou colonne) : l'eau de rinçage est l'eau des précipitations naturelles, celle-ci circule à travers l'échantillon, puis un lixiviat est collecté à la base du baril. Afin de collecter ce lixiviat, un contenant en plastique de 20 L est connecté à la sortie du baril. Ce dernier est protégé, en plus de son couvercle, par une toile en plastique. Il est très important que le lixiviat ne soit pas contaminé, ou dilué, par les eaux de précipitations. Il faut aussi éviter la contamination par la poussière, car ces essais, situés à l'extérieur, sont beaucoup plus exposés au soulèvement des poussières par le vent. Un schéma résumant ce type d'essai *in situ* est présenté à la figure 3.14.

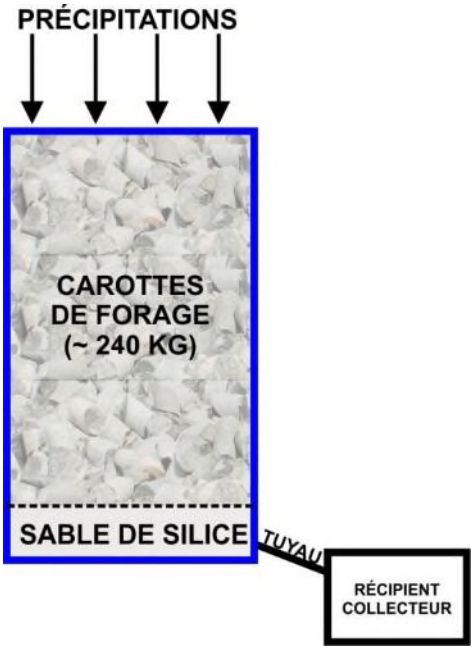


Figure 3.14 : Schéma d'un essai en baril (essai *in situ*)

Avant de monter les essais, il a été primordial de choisir un emplacement sur le site où les barils ne viendraient pas nuire aux travaux de la compagnie pour, au minimum, la durée du projet de recherche. L'endroit déterminé comme étant le plus approprié est situé à l'intérieur des clôtures entourant la tour de télécommunication (figure 3.15). Cette infrastructure est fixe et l'accès y est cadenassé, limitant ainsi les possibilités de vandalisme. La présence de clôtures limite aussi l'accès aux animaux pouvant abîmer les essais. La figure 3.16 montre les cinq essais *in situ* une fois l'installation complétée.

Figure 3.15 : Site de la tour de télécommunications

Figure 3.16 : Essais cinétiques en baril

Les essais ont été montés à la fin du mois d'août 2014. Exceptionnellement, le mois de septembre a été très sec et il n'y a eu aucune précipitation pendant 3 semaines. Puisque ce type d'essai est dépendant des précipitations, aucun échantillon n'a pu être collecté durant cette période. Il a été possible de valider que l'écoulement de l'eau s'effectuait convenablement au courant du mois d'octobre, juste avant le gel. Les barils sont demeurés exposés durant l'hiver. La période d'échantillonnage, dont les résultats sont présentés dans cette étude, s'est déroulée de juin à octobre 2015, pour un total de 8 échantillons de lixiviats par baril. La fréquence d'échantillonnage a été ajustée selon les précipitations.

Les échantillons de lixiviats ont été collectés par l'auteure de ce mémoire ou par un/une employé/e de la compagnie MBR. Le protocole détaillé est fourni à l'annexe A. Les lixiviats ont ensuite été analysés au laboratoire de l'UQAT à Rouyn-Noranda. Lorsque ce fut possible, des lectures de pH ont également été prises directement sur le terrain. Il a toutefois été constaté que la différence entre ces lectures et celles prises au laboratoire plus tard était très faible, et les données de pH mesurées au laboratoire ont été conservées même si elles dépassaient le délai de conservation habituel de 24 h (CEAEQ, 2012).

3.3.4 Analyses de qualités d'eau

Les lixiviats générés par les différents types d'essais cinétiques ont tous été analysés pour les mêmes paramètres au laboratoire de l'UQAT : pH, conductivité électrique, alcalinité, acidité et les espèces en solution (métaux dissous). Seule l'acidité n'a pas été mesurée pour les lixiviats de mini-cellules, puisque le volume généré chaque semaine n'était pas suffisant pour mesurer à la fois l'alcalinité et l'acidité. Les mesures d'alcalinité ont donc été privilégiées. À noter également que l'alcalinité et l'acidité n'ont pas été mesurées pour les essais modifiées, en raison de l'influence des agents complexants sur les qualités d'eau des solutions. Tous les résultats de qualités d'eau sont compilés sous forme de tableaux à l'annexe E.

La masse de chaque échantillon de lixiviat a premièrement été mesurée afin de connaître le volume de lixiviat collecté. Il est supposé que 1 g d'eau = 1 ml d'eau. Une aliquote de 10 ml est ensuite prélevée afin d'être analysée pour les espèces en solution à l'ICP-AES (Perkin Elmer Optima 3100 RL). Cette fraction est filtrée à travers un filtre de 0,45 µm puis acidifiée avec de l'acide nitrique (HNO_3) pour atteindre une concentration de 2 % HNO_3. Ceci permet d'assurer la préservation de l'échantillon. Les lixiviats collectés lors des essais modifiés n'ont toutefois pas eu

besoin d'être acidifiés puisque la présence de l'agent complexant permet déjà la préservation de l'échantillon liquide. Les échantillons des essais modifiés ont également été analysés par spectrométrie de masse par plasma à couplage inductif (ICP-MS) (Agilent 7700x). Les limites de détection de cet appareil sont plus faibles qu'avec l'ICP-AES et les données obtenues ont été utilisées lorsque nécessaire. Toutefois, la plupart des analyses proviennent des lectures avec l'ICP-AES, car la comparaison avec les qualités d'eau des lixiviats des essais contrôles (n'ayant pas été pu être analysés à l'ICP-MS pour des raisons techniques) devenaient alors difficiles quand les résultats obtenus étaient sous la limite de détection de l'ICP-AES. Au total, les résultats pour 28 éléments sont présentés dans les tableaux de l'annexe E. Les éléments analysés sont : aluminium (Al), arsenic (As), bore (B), baryum (Ba), béryllium (Be), bismuth (Bi), calcium (Ca), cadmium (Cd), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), potassium (K), lithium (Li), magnésium (Mg), manganèse (Mn), molybdène (Mo), sodium (Na), nickel (Ni), plomb (Pb), soufre total (S_{tot}), antimoine (Sb), sélénium (Se), silicium (Si), strontium (Sr), tellure (Te), titane (Ti) et zinc (Zn).

Le pH et la conductivité électrique des lixiviats ont été mesurés à l'aide d'électrodes, d'un pH-mètre Thermo Scientific Orion 3 star et d'un conductimètre Oakton. Les électrodes ont été préalablement calibrées avant chaque série d'analyses. L'alcalinité et l'acidité ont été déterminées à l'aide d'un titreur automatique de modèle Metrohm Titrino Plus 870 KF. Le pH final ciblé lors des mesures d'alcalinité a été de 4,5, et celui pour l'acidité de 8,3 (APHA, 1995). De l'acide sulfurique (H_2SO_4) a été utilisé pour l'alcalinité, et de l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour l'acidité.

Finalement, les données obtenues ont permis d'effectuer des calculs d'équilibre thermodynamique à l'aide du logiciel Vminteq v.3.0 (USEPA, 1999). Ces calculs fournissent des informations quant à la forme des espèces présentes en solution et sur les indices de saturation des phases minérales secondaires susceptibles de précipiter.

3.3.5 Sélection des agents complexants

Deux types d'agents complexants ont été retenus pour les essais cinétiques modifiés : l'EDTA et l'acide citrique. L'EDTA a été sélectionné en raison de ses capacités de complexation très fortes (*e.g.* Andrade *et al.*, 2007; Cappuyns, 2012; Leštan *et al.*, 2008; Peters, 1999; Pinto *et al.*, 2014; Zhang *et al.*, 2013), et en se basant sur les méthodes utilisées dans l'étude de Plante *et al.* (2015).

Les applications de l'EDTA sur le terrain sont toutefois limitées, car il est faiblement biodégradable et toxique pour les écosystèmes aquatiques (Yun et al, 2015; Plante *et al.*, 2015). L'acide citrique a donc aussi été sélectionné, car il présente de bonnes capacités de complexation et est moins toxique (Peters, 1999; Wasay *et al.*, 2001; Yun *et al.*, 2015). L'utilisation d'un agent complexant moins agressif que l'EDTA pourrait aussi limiter la dissolution de certains minéraux comme des hydroxydes, tel que soulevé dans l'étude de Plante *et al.* (2015).

La solution d'EDTA a été préparée à partir d'un sel disodique dihydrate d'EDTA ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$). Un sel de citrate sodique dihydrate ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) a été utilisé pour la solution d'acide citrique. La concentration a été déterminée à l'aide des résultats obtenus lors des essais contrôles selon l'approche de Plante *et al.* (2015). Cette méthode consiste à utiliser une concentration 10 fois plus élevée que la concentration totale moyenne des cations analysés dans les lixiviats des essais contrôles. Ainsi, avec cette concentration, la solution d'agent complexant devrait permettre la complexation de tous les métaux en solution et un excès d'agent complexant devrait demeurer dans les lixiviats. Cette approche permet d'éliminer l'effet de compétition par la complexation des cations majeurs comme le Ca. Pour tous les essais modifiés, la concentration de la solution d'agent complexant a donc été fixée à 0,01 mol/L. Le pH des solutions a également été ajusté à 7,5 (avec du NaOH ou du HNO_3) afin de correspondre aux pH des essais contrôles.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : DEVELOPMENT OF A MODIFIED KINETIC TEST USING EDTA AND CITRIC ACID FOR THE PREDICTION OF CONTAMINATED NEUTRAL DRAINAGE

Ce chapitre présente le manuscrit d'un article scientifique soumis à la revue *Environmental Science and Pollution Research* en juin 2016[2]. Cet article vise à présenter les résultats des essais cinétiques contrôles et modifiés effectués en mini-cellules d'altération avec les échantillons de stériles miniers et de minerai. La méthodologie employée et les résultats de caractérisation de ces échantillons font également partie de cet article.

4.1 Abstract

Predicting the quality of mine drainage is a very important step in the management of mine wastes. A variety of useful tools is available for acid mine drainage (AMD), but new tests must be developed to improve the accuracy of predictions for contaminated neutral drainage (CND), or metal leaching. This study was performed using 0.01 M EDTA and citric acid in the leaching solutions of kinetic tests on waste rocks and low-grade ore from the BlackRock project. Results showed an increase in metal (Co, Cu, Mn, Ni, and Zn) concentrations in the leachates, except for Zn with citric acid. Several major cations (Al, Ca and Mg) were also chelated by EDTA, but did not appear to be in competition with metal chelation because the chelating agent was present in excess in the kinetic test leachates. Ca and Mg were also chelated by citric acid, but Al was not. The release rate of iron was compared to the release rate of total sulphur in the leachates. For the waste rock samples, these release rates corresponded to the dissolution of sulphides. For the low-grade ore sample, the release rate of iron was higher and likely associated with the dissolution of iron oxides. Further studies will be needed to explore how the selection and concentration of specific chelating agents for use in modified kinetic tests must be adjusted depending on the mineralogy of the samples.

Keywords: Kinetic test, prediction, EDTA, citric acid, chelating agent, waste rock, low-grade ore

---

[2] Lévesque Michaud, M., Plante, B., Bussière, B. et Benzaazoua, M. (2016). Development of a modified kinetic test using EDTA and citric acid for the prediction of contaminated neutral drainage. Soumis à Environmental Science and Pollution Research en juin 2016.

4.2 Introduction

The primary objectives of mining activities are essentially to extract ore from the ground and to produce concentrates of valuable metals and minerals. At the same time, mining operations generate waste rocks and tailings as a by-product of mineral extraction and processing. These mine wastes are stored at the mine site and can be a source of contamination for waters in the surrounding environment. Acid mine drainage (AMD) occurs when sulphide minerals contained in the mine waste react with water and oxygen to generate drainage characterized by low pH and high concentrations of dissolved metals and sulphate (Blowes *et al.* 2003; Bussière 2007). Concentrations of dissolved metals which exceed regulated levels for mine drainage waters can also occur at near-neutral pH values; this mine drainage is called contaminated neutral drainage (CND). Nicholson *et al.* (MEND 2004) asserted that several processes can contribute to the formation of CND: (1) the mine wastes have enough neutralization potential to consume the acidity generated by sulphide oxidation, but some metals remain in solution; (2) some metals, like arsenic, can be leached without acid generation, or some metals, like nickel and zinc, can be soluble at near-neutral pH.

During the development of a mining project, it is very important to make accurate predictions of future mine water quality. Various AMD prediction tests are available to evaluate long-term mine drainage quality (e.g., MEND 1993; Lawrence and Wang 1997; Villeneuve *et al.* 2003; Plante *et al.* 2011; Bouzahzah *et al.* 2014); however, Plante *et al.* (2011) demonstrated that these tests may not be suitable for CND. The effects of scale between laboratory and field results can sometimes be significant, and are attributable to differences in: liquid to solid ratios (LSR), temperatures, or grain-size distributions (Evans *et al.* 2006; Sapsford *et al.* 2009; Plante *et al.* 2015). Sorption and secondary precipitation, which may control the release of metals in CND, are also difficult processes to assess with current tests. Some metals, such as Ni, can be affected by the retention potential of waste rocks through surface sorption phenomena (Plante *et al.* 2010); i.e., the surfaces of minerals may gradually saturate over time and the behavior of these metals can be difficult to assess through kinetic testing. Thus, this study tries to overcome one of the difficulties in CND prediction related to sorption phenomena and secondary precipitation by using a modified kinetic test in which the leaching solution contains a chelating agent, as recommended by Plante *et al.* (2015).

Chelation is a complexation reaction between a central ion and a particular ligand, termed a chelating agent. The stability of these complexes is generally very high (Ringbom 1967). The formation of these complexes can be influenced by factors such as pH, temperature, concentration, and competitive reactions (Chauhan *et al.* 2015). The use of chelating agents for soil decontamination is well documented (e.g., Peters 1999; Dermont *et al.* 2008; Leštan *et al.* 2008; Zhang *et al.* 2013). The major factors in the selection of a chelating agent for metal extraction are (Peters 1999; Dermont *et al.* 2008; Leštan *et al.* 2008): (1) capacity to form highly stable complexes over a wide pH range; (2) selectivity for some metals; (3) low sorption affinity on soil surfaces; (4) possibility of being recycled for reuse; (5) low biodegradability if reuse is needed; (6) low toxicity and environment-friendly; and (7) low cost. Polyaminocarboxylic acids, such as ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), are characterized by one or more amine groups and two or more carboxylic groups (Nowack and Vanbriesen 2005). Because of its highly stable complexes and low biodegradability, EDTA is the most commonly used chelating agent used for soil decontamination. Citric acid (CA) is also used, but its complexes are generally less stable than those of EDTA (Wasay *et al.* 2001). A study by Chaturvedi *et al.* (2015) on phytoremediation demonstrated that the addition of EDTA in the process can cause a reduction in biomass; thus, given its lower impact on biomass, the use of citric acid may be advantageous over EDTA in certain scenarios.

The use of a chelating agent solution in kinetic testing was suggested in order to inhibit sorption phenomena. Plante *et al.* (2015) used EDTA in kinetic tests to predict Ni leaching from waste rocks samples. The addition of EDTA in the leaching water was found to inhibit sorption phenomena but it also increased the dissolution of some minerals such as hydroxides. This is likely because the presence of EDTA in solution can create more reducing conditions which would promote the dissolution of minerals like oxides and hydroxides (Borghi *et al.* 1989; Plante *et al.* 2015).

EDTA and citric acid were selected as chelating agents during the weathering cell tests. EDTA was chosen for its strong capacity to complex metals (e.g., Peters 1999; Andrade *et al.* 2007; Leštan *et al.* 2008; Cappuyns 2012; Zhang *et al.* 2013; Pinto *et al.* 2014), and based on the work of Plante *et al.* (2015). The field application of EDTA is limited due to its low biodegradability and high toxicity in aquatic ecosystems (Plante *et al.* 2015; Yun *et al.* 2015). Thus, citric acid was selected as an alternative because of its strong chelating properties and lower toxicity (Peters

1999; Wasay *et al.* 2001; Yun *et al.* 2015). The use of a chelating agent less aggressive than EDTA could also mitigate the undesirable dissolution of oxide and hydroxide minerals (Plante *et al.* 2015). The stability constants of complexes between metals or cations and EDTA and citric acid are presented in Table 4.1.

Tableau 4.1 : Stability constants of EDTA and citric acid with Al, Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb and Zn ions (at 25°C for μ=0.1 M)

	Al^{3+}	Ca^{2+}	Cd^{2+}	Co^{2+}	Cu^{2+}	Fe^{2+}	Fe^{3+}	Mg^{2+}	Mn^{2+}	Ni^{2+}	Pb^{2+}	Zn^{2+}
Citric acid	11.7	3.5		4.4	6.1	3.2	11.85	2.8	3.2	4.8	4.08	4.5
EDTA	16.13	10.7	16.5	16.21	18.78	14.3	25.7	8.69	13.56	18.56	18.0	16.5

Values from NIST Database (Martell and Smith, 2004)

The main goals of this study are to test an alternative chelating agent (i.e., citric acid) on slightly-reactive materials (that are expected to show sorption phenomena), and to develop a modified kinetic test that is adapted specifically to CND. This study describes the selection and characterization of the materials used in the experiments, as well as the testing of control and modified weathering cells in the laboratory and their interpretation.

4.3 Materials and methods

4.3.1 Materials selection and preparation

This study was performed on materials from a mine site located near Chibougamau in the province of Québec (Canada). The site, BlackRock, is an iron, vanadium, and titanium deposit that is part of the Lac Doré Complex (LDC), which is located at the eastern edge of the Archean Superior Province within the Canadian Shield. The LDC is composed of thick sequences of anorthosite overlaid by a layered sequence which contains vanadiferous magnetite interlayered with ferrogabbro and ferropyroxenite (BlackRock Metals 2013). It was formed during the arc-magmatic and collisional stages of orogenesis (2.727 Ga), and was affected by low-grade thermal effects along the accretion contact with the Grenville Province (1.1 Ga; BlackRock Metals 2013). An alteration by greenschist-facies metamorphism is indicated by the characteristic mineralogical assemblage of epidote, chlorite, actinolite, albite, and quartz (Deer *et al.* 1992). BlackRock

Metals is currently planning to mine two open pits (Southwest and Armitage) in order to produce high-quality magnetite and ilmenite concentrates.

Five different materials were selected for this study: four composite samples of waste rocks (WR-A, WR-B, WR-C and WR-D) and one sample of low-grade ore (LG-E). The waste rocks were sampled from exploration drill cores of the major geological units that are representative of future waste rock piles (Table 4.2). Each sample was composed of ten intervals (five in each projected pit) of 6 m in order to get a good spatial distribution across the deposit. Approximately 250 kg of core samples were crushed in the field with a hammer (over a tarpaulin) to < 8 cm for the field barrel tests (not presented here). The crushed core samples were homogenized using shovels and 20 L buckets, and 60 kg was taken for laboratory tests and characterizations. For the laboratory tests, the samples were further crushed to < 2 mm with a jaw crusher (primary) and a roll crusher (secondary). This size particle was chosen to be smaller than the size recommended for a humidity cell test (i.e. 6.3 mm; ASTM 2013) because the mass used in a weathering cell is smaller, and because a greater surface of contact was desired in order to increase the reactivity of the materials. Samples were homogenized and divided using a riffle splitter. The same process was applied to the low-grade ore sample, which was sampled from a bulk sample instead of drill cores. The low-grade unit, named BCS (Basal Chrome Series), was selected in anticipation of a temporary low-grade ore pile during operations.

Tableau 4.2 : Lithology of waste rock and ore samples

Samples	Lithology
WR-A	Anorthosite: footwall of the deposit
WR-B	Pyroxenite: hanging wall of the deposit
WR-C	Anorthosite: layers between mineralisation
WR-D	Diabase, diorite, gabbro: late intrusions
LG-E	Fe-V-Ti ferrogabbro

4.3.2 Materials characterization

The samples were characterized for their physical, chemical, and mineralogical properties. The grain size distribution was determined by sieving for the > 150 µm fractions, and by a Malvern Mastersizer laser particle size analyzer for the < 150 µm fractions (Merkus 2009). The specific

gravity (G_s) was measured with a Micromeritics Accupyc 1330 helium pycnometer following ASTM standard method D4892 (ASTM 2014), while the specific surface area (S.S.A.) of the < 2 mm fraction was determined with a Micromeritics specific surface analyzer.

The mineralogical compositions were estimated using a combination of optical microscopy (OM), scanning electron microcopy (Hitachi S-3500 N) coupled with an energy-dispersive spectrometer (SEM-EDS, Oxford X-Max 20 mm^2 silicon drift detector), and X-ray diffraction (XRD, Bruker AXS Advance D8 with a copper cathode). Polished sections of the samples were prepared for microscopic observations. In addition, polished sections of sulphide concentrates were also prepared for each sample to get a greatest amount of sulphide for mineralogical purposes. These concentrates were obtained by a conventional small-scale flotation using an activator (copper sulfate) and a collector (potassium amylxanthate, or PAX). Flotation batches of 2 kg were needed for each sample to get enough sulphide in the concentrates for microscopic observations. The XRD data was interpreted using the DiffracPlus EVA software (v.3.1) to identify the mineral species; while a Rietveld refinement (Rietveld 1993) using the TOPAS software (v.4.2) was used for quantification. Mineral reconciliations were estimated using mineralogical and chemical characterizations.

The chemical composition of the samples was analyzed with a Perkin Elmer Optima 3100 RL ICP-AES following a multi-acid ($HNO_3/Br_2/HF/HCl$) digestion of a pulverized aliquot. The total sulphur and carbon contents were analyzed by an induction furnace (ELTRA CS-2000) coupled with an infrared analyzer. The sulphate content was determined using a 40 % HCl extraction (Sobek *et al.* 1978) and analysis by ICP-AES. Sulphide content was obtained by subtracting sulphate from the total sulphur ($S_{sulphide} = S_{total} - S_{sulphate}$). Acid-base accounting (ABA) was performed using the protocol described by Lawrence and Wang (1997). The AP was calculated by assuming that all the sulphide sulphur occurred as pyrite that will oxidize and generate acidity, and converted to calcite equivalents (kg $CaCO_3$/t) by multiplying by a factor of 31.25. The neutralization potential (NP) was measured using the Lawrence and Wang (1997) modified Sobek *et al.* (1978) method. In this method, the NP is determined by HCl additions followed by back-titration to an endpoint pH of 8.3. The NP results are expressed as kg $CaCO_3$/t. The net neutralization potential (NNP) (NNP = NP – AP) and the NP/AP ratio were calculated for interpretation purposes.

4.3.3 Kinetic tests

Weathering cells (Cruz *et al.* 2001; Bouzahzah *et al.* 2014; Plante *et al.* 2015) were used for the waste rocks and ore samples (five control tests and ten modified tests). These tests have the advantage of being slightly more aggressive than the humidity cell test while also requiring less sample (Villeneuve *et al.* 2009; Bouzahzah *et al.* 2014; Plante *et al.* 2015). This makes weathering cells a particularly appropriate tool in the case of an exploration-phase project where only drill cores are available. The weathering cells consisted of a 100 mm diameter Büchner funnel containing 67 g (dry weight) of sample on a 0.45 µm filter paper maintained in place with silicone-based vacuum grease to avoid preferential flow on the funnels' sides. The samples were leached twice a week with 50 mL of deionized water (control cells) or 50 mL solution containing a chelating agent (modified cells). The LSR is 1.5 L/kg/week. Leaching typically occurred on Mondays and Thursdays, and the samples were exposed to ambient air between leachings. The leachates were collected in an Erlenmeyer filtering flask by applying suction after 4 hours of contact with the sample. The two weekly leachates were combined for analysis. The weathering tests were run until stabilization of the geochemical parameters was attained (27 weeks for the control cells and 13 weeks for the modified cells). The leachates were weighed and characterized with electrodes for pH and conductivity. Metal and sulphate concentrations were analyzed by ICP-AES after filtration through a 0.45 µm syringe filter and preservation with 2 % HNO_3. The elements analyzed were Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, S_{tot}, Sb, Se, Si, Sr, Te, Ti and Zn. Some elements from the leachates of modified cell were also analyzed by ICP-MS (Agilent 7700x) because of its lowest limits of detection: As, B, Be, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Pb, Se, Te, Ti and Zn. The leachates from the modified cells did not need to be acidified since the chelating agent acted as a preservative. The alkalinity of the leachates from the control tests was determined through titration with H_2SO_4 (Metrohm Titrino Plus 870 KF) to a pH of 4.5 (APHA 1995). Thermodynamic equilibrium calculations were performed using the geochemical data from the modified cells in Vminteq v.3.0 (USEPA 1999).

4.3.4 Chelating agent preparation

The EDTA solutions were prepared with EDTA disodium dihydrate salt ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) and citric acid solutions were prepared with sodium citrate dihydrate ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$). The chelating agent concentrations (0.01 M) were chosen based on the results of the control kinetic

tests, which were started before the modified tests. The chelating agent concentration was set at ten times the mean total cation concentrations obtained in the leachates from the control tests in order to have an excess of the chelating agents in the leachates, as suggested by Plante *et al.* (2015). The pH of both chelating solutions was adjusted to 7.5 prior to use to be closer to the pH of the control tests.

4.4 Results

4.4.1 Chemical, physical and mineralogical characterization

The chemical and physical characteristics of the waste rock and ore samples are summarized in Table 4.3.The chemical compositions of the waste rock samples were quite similar and varied from 5.27 to 9.33 wt% Al, 3.42 to 7.10 wt% Ca, 7.18 to 16.7 wt% Fe, 0.82 to 2.96 wt% Mg and 1.1 to 2.66 wt% Ti. Fe, Mg, and Ti concentrations were greater in sample WR-B due to the higher content of mafic gangue minerals. The main chemical composition of the ore sample (LG-E) was 40.8 wt% Fe, 5.59 wt% Ti, 4.98 wt% Al, 2.38 wt% Ca, and 1.64 wt% Mg. Across all samples, the trace metal concentrations varied from 6 to 31 mg/kg for Cd, 64 to 277 mg/kg for Co, 360 to 1181 mg/kg for Cr, 54 to 116 mg/kg for Cu, 524 to 2184 mg/kg for Mn, 42 to 88 mg/kg for Mo, 178 to 368 mg/kg for Ni, 147 to 406 mg/kg for Pb, < 5 to 31 mg/kg for Sb, 22 to 56 mg/kg for Se, < 5 to 130 mg/kg for Sn, and < 55 to 108 mg/kg for Zn. For every metal but Mn and Se, the highest concentrations were found in the ore sample (LG-E). The total carbon level was below the detection limit for the ore sample (LG-E), and it varied between 0.22 and 0.43 wt% for the waste rock samples. The total carbon is representative of inorganic carbon because organic carbon and graphitic carbon were not present in the samples. The total sulphur was the same as sulphide sulphur because no sulphate phases were detected in the samples. The sulphur levels varied from 0.043 to 0.162 wt%. The neutralization potential (NP) of waste rock samples was between 18.6 and 36.7 kg $CaCO_3$/t and the acidification potential (AP) ranged from 1.36 to 5.05 kg $CaCO_3$/t. The NNP values of samples WR-A and WR-C were in the uncertainty zone, which was defined by SRK (1989) as ± 20 kg $CaCO_3$/t, but were definitively above the Price criterion for the NP/AP ratio (MEND 2009). This criterion defines a sample as potentially-acid-generating (PAG) below 1, uncertain between 1 and 2, and not potentially-acid-generating (NPAG) above 2. Values of NNP and NP/AP of samples WR-B and WR-D were both in the

NPAG range. The ore sample LG-E had low NP (1.4 kg $CaCO_3$/t) and AP (1.78 kg $CaCO_3$/t) values, which corresponds to the uncertainty zone for the NNP criterion and within the PAG zone for the NP/AP criterion. In addition, the materials all contained < 0.3% S and are, therefore, considered unlikely to generate AMD (Price *et al.* 1997).

The physical characteristics of the waste rock samples were comparable, with specific gravities between 2.95 and 3.19 g/cm^3, S.S.A. from 0.247 to 0.335 m^2/g, and similar particle size distributions (as indicated by D_{10} values between 0.120 and 0.149 mm and D_{90} values between 1.73 and 1.79 mm). The physical characteristics of the ore sample differed from the waste rocks and could be explained by variations in the sampling method (i.e., bulk sampling for the ore and drill core sampling for the waste rock). The particle size distribution was smaller (D_{10} of 0.073 mm and D_{90} of 1.68 mm) and the S.S.A. was higher (0.535 m^2/g) than the waste rock samples. The specific gravity (3.89 g/cm^3) also differed and is likely attributable to the higher content of ore minerals, such as magnetite and ilmenite, which are denser than gangue minerals.

Tableau 4.3 : Chemical composition and physical properties of the studied materials

Parameter	WR-A	WR-B	WR-C	WR-D	LG-E
Al (wt%)	9.33	5.27	8.70	5.30	4.98
C_{total} (wt%)	0.22	0.28	0.26	0.43	< 0.05
Ca (wt%)	5.88	6.43	7.10	3.42	2.38
Fe (wt%)	7.31	16.7	7.18	7.34	40.8
Mg (wt%)	0.82	2.96	1.40	0.92	1.64
S_{total} (wt%)	0.043	0.150	0.162	0.100	0.057
$S_{sulphate}$ (wt%)	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
$S_{sulphide}$ (wt%)	0.043	0.150	0.162	0.100	0.057
Ti (wt%)	1.10	2.66	1.30	1.30	5.59
As (mg/kg)	< 5	< 5	< 5	< 5	7
Bi (mg/kg)	< 30	< 30	< 30	< 30	< 30
Cd (mg/kg)	9	15	9	6	31
Co (mg/kg)	64	136	69	68	277
Cr (mg/kg)	400	371	410	360	1181
Cu (mg/kg)	54	65	71	75	116
Mn (mg/kg)	524	2184	674	791	1681
Mo (mg/kg)	55	63	55	42	88
Ni (mg/kg)	194	199	178	197	368
Pb (mg/kg)	185	248	184	147	406
Sb (mg/kg)	31	< 5	29	31	< 5
Se (mg/kg)	52	46	56	28	22
Sn (mg/kg)	< 5	130	85	15	18
Zn (mg/kg)	< 55	< 55	< 55	< 55	108

Tableau 4.3 : Chemical composition and physical properties of the studied materials (suite)

Parameter	WR-A	WR-B	WR-C	WR-D	LG-E
NP (kg $CaCO_3$/t)	18.6	26.5	23.2	36.7	1.4
AP (kg $CaCO_3$/t)	1.36	4.70	5.05	3.14	1.78
NNP (kg $CaCO_3$/t)	17.2	21.8	18.1	33.6	-0.3
NP/AP	13.7	5.6	4.6	11.7	0.8
G_s (g/cm^3)	3.03	3.19	3.03	2.95	3.89
S.S.A. (m^2/g)	0.324	0.335	0.247	0.272	0.535
D_{10} (mm)	0.123	0.120	0.149	0.123	0.073
D_{50} (mm)	0.860	0.914	0.917	0.870	0.734
D_{90} (mm)	1.74	1.79	1.75	1.73	1.68

The mineralogical compositions of the samples (Table 4.4) were similar because they are all from the same geological formation. The only sulphides identified were pyrite, pyrrhotite, and chalcopyrite. Trace metal impurities, such as Co and Ni, were detected by SEM-EDS in some of the pyrite and pyrrhotite particles. Sulphides were present with different mineral associations: free, attached to, or included in other minerals. Figure 4.1 displays an example of free (4.1a), attached (4.1a-4.1b), and included (4.1b) sulphides identified with SEM-EDS on sample WR-B. The main carbonate present was calcite, sometimes showing detectable Mn under the SEM-EDS analyses. All samples were mainly comprised of plagioclase (albite), chlorite (chamosite and/or clinochlore), epidote (clinozoisite), amphibole (actinolite), mica (muscovite, phlogopite, and/or paragonite), quartz, magnetite, and ilmenite. The high proportions of epidote in the anorthosite samples (WR-A and WR-C) likely came from the epidotization of anorthite.

Tableau 4.4 : Mineralogical composition of the studied materials

Mineral (wt.%)	WR-A	WR-B	WR-C	WR-D	LG-E
Albite	31.6	13.5	31.5	36.0	10.7
Amphibole		55.6	2.93	8.81	
Calcite	1.85	2.33	2.17	3.58	
Chalcopyrite	0.017	0.020	0.028	0.025	0.045
Chlorite	12.2	9.66	12.6	9.64	19.6
Epidote	36.7	7.20	34.9	19.3	19.9
Ilmenite	0.24	3.13		1.14	17.7
Magnetite	1.38		0.86	0.72	30.3
Mica	11.3		5.84	7.17	
Pyrite	0.063	0.050	0.20	0.085	0.050
Pyrrhotite		0.27	0.090	0.085	0.010
Quartz	4.63	7.35	8.86	11.03	1.67
Titanite		0.90		2.39	

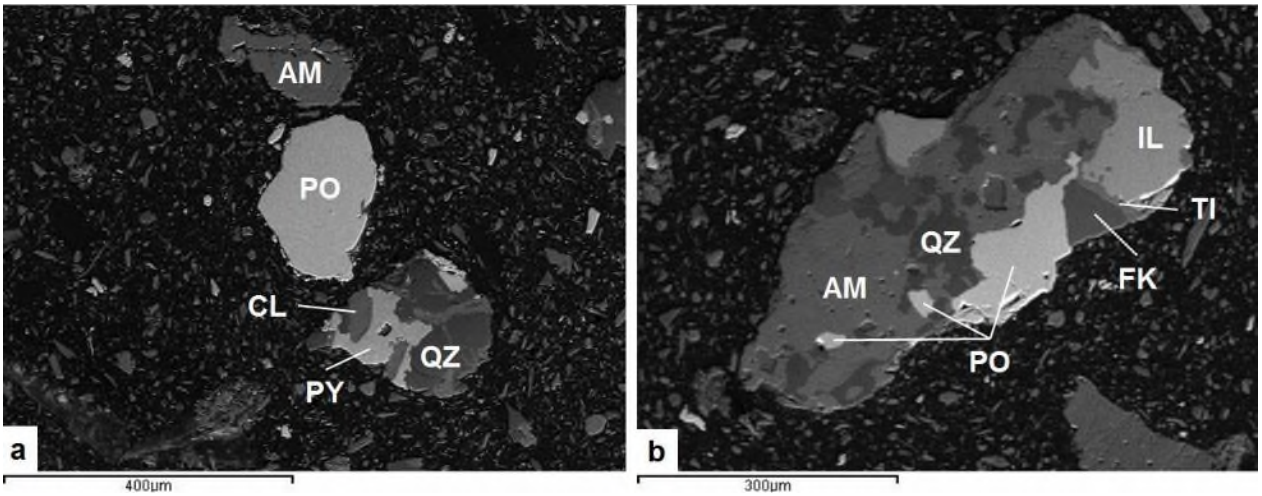


Figure 4.1 : Mineralogical associations of sulphide from sample WR-B observed by SEM-EDS: **a** free and attached sulphide, and **b** attached and included sulphide (PO: pyrrhotite; PY: pyrite; CL: chlorite; AM: amphibole; QZ: quartz; FK: K-feldspar; IL: ilmenite; TI: titanite)

4.4.2 Water quality of leachates

The values of pH, electrical conductivity, alkalinity, Al, Ca, Mg, Mn and S from all control cells are shown versus time in Figure 4.2. The other elements (e.g., As, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pb, and Zn) are not presented for the control cells because their values were almost always below the detection limit. The geochemical behaviors of the waste rock samples were similar and no marked shift was observed during the tests. The pH values varied from 7.15 to 8.39, electrical conductivity from 24 to 91 µS/cm, alkalinity from 16 to 48 mg $CaCO_3$/L, Al from 0.019 to 0.405 mg/L, Ca from 6 to 17 mg/L, Mg from 0.1 to 2.5 mg/L, Mn from 0.002 to 0.038 mg/L, and S from 0.2 to 4.0 mg/L. The only notable difference occurred after approximately 130 days in sample WR-B where a decrease of electrical conductivity, alkalinity, and Ca values was observed. This was likely associated with the depletion or passivation of a mineral phase which was leaching Ca. The results of the ore sample (LG-E) were generally lower (pH of 6.65-7.87, electrical conductivity of 7-27 µS/cm, alkalinity of 5-13 mg $CaCO_3$/L, < 0.007-0.036 mg/L Al, 0.6-3.2 mg/L Ca, < 0.002-0.015 mg/L Mn, < 0.09-4.1 mg/L S), except for Mg which was in the same range (0.2-1.6 mg/L). The sources of Mg were primarily silicates, such as chlorite, which was present in all of the studied samples.

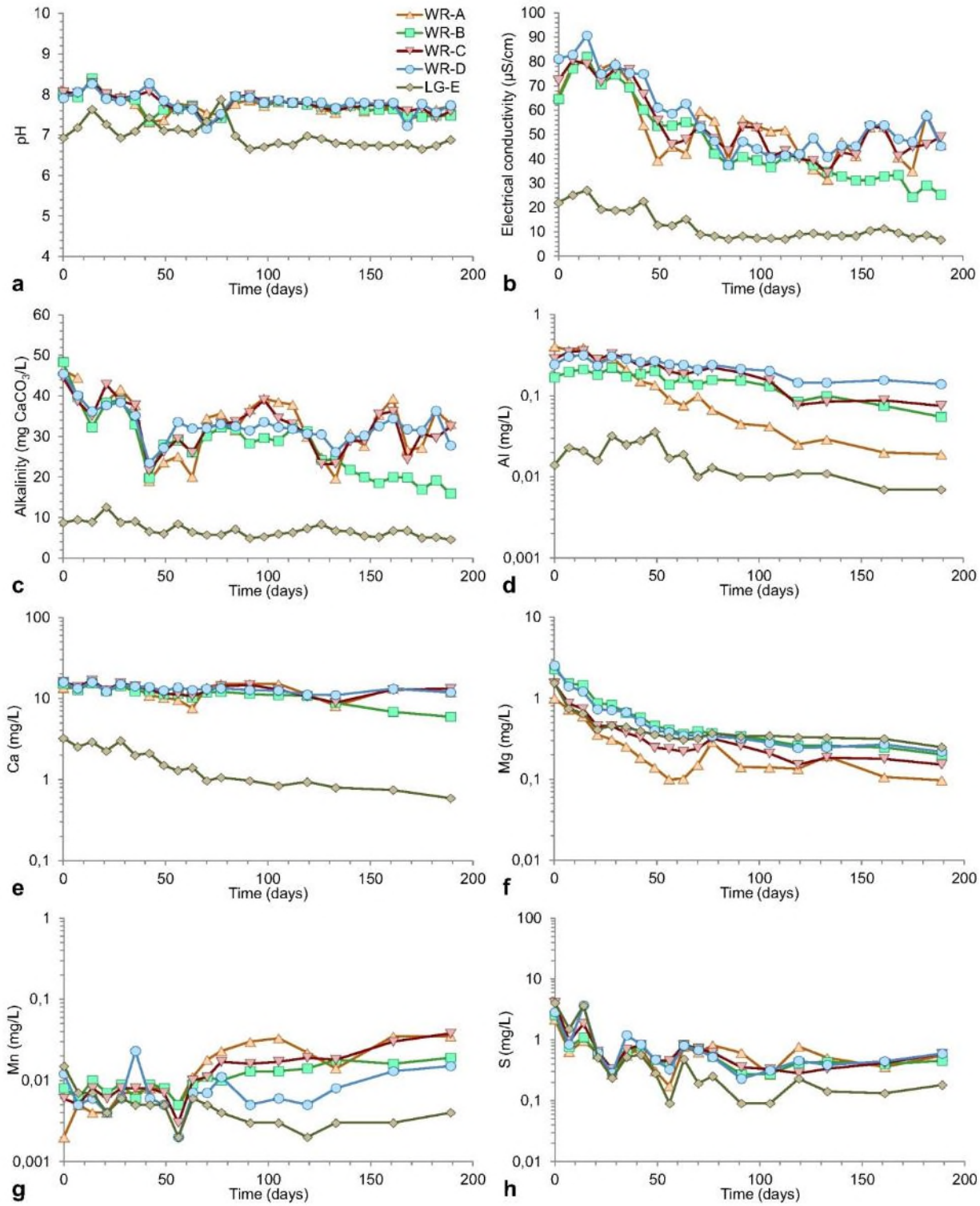


Figure 4.2 : Water quality of leachates for the control weathering cells: **a** pH, **b** Electrical conductivity, **c** Alkalinity, **d** Al, **e** Ca, **f** Mg, **g** Mn, and **h** S

Two modified weathering cells were set up for each sample (i.e., 10 modified cells in total), one cell was rinsed using an EDTA solution (EDTA-cells) and the other using a citric acid solution (CA-cells) as the leaching media. The results of the water quality analyses (S, Fe, Ca, Mg, Co, Cu, Mn, Ni, and Zn) for samples WR-A and LG-E are shown in Figures 4.3 and 4.4, respectively; each plot displays data from the control cell, EDTA-cell, and CA-cell. The geochemical behavior of sample WR-A was typical of all other waste rock samples and is the only one discussed in this section; the results of the other samples are provided as an Online Resource[3]. The EDTA-cell and the CA-cell showed higher concentrations of every element in the leachates as compared to the control cell, except for Zn in the CA-cell, which was the lowest and will be discussed later. The concentrations in leachates from the EDTA-cell were significantly higher than those of the CA-cell: Ca, Co, Mn, and S values were 2 to 6 times higher using EDTA; Cu, Fe, Mg, and Ni values were 2 times higher; and Zn values were more than 30 times higher. The pH values (Figure 4.5) were in the same range for all waste rock samples (WR-A to WR-D) with EDTA (8.04-8.83) and CA (8.64-9.73). The same trend was observed with the ore sample (LG-E) but with lower values (EDTA-cell: 7.29-7.72; CA-cell: 7.52-7.77). Recall that the pH of each solution was ajusted to 7.5 prior to each rinse. The electrical conductivity and alkalinity were not followed because these parameters were influenced by the chelating agents in the leachates.

[3] Voir les figures 4.8 à 4.10 à la fin du chapitre.

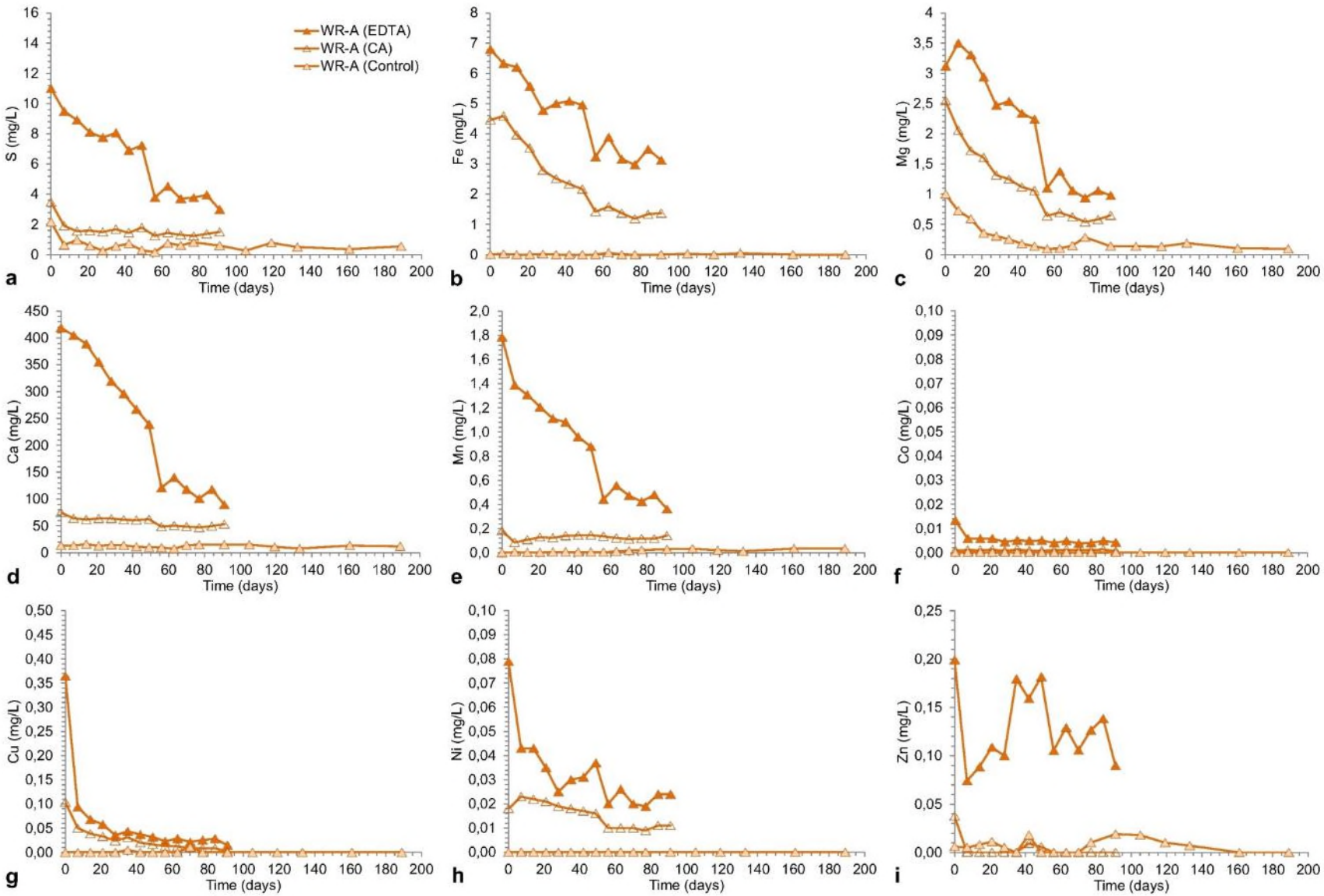


Figure 4.3 : Water quality of leachates of sample WR-A: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn

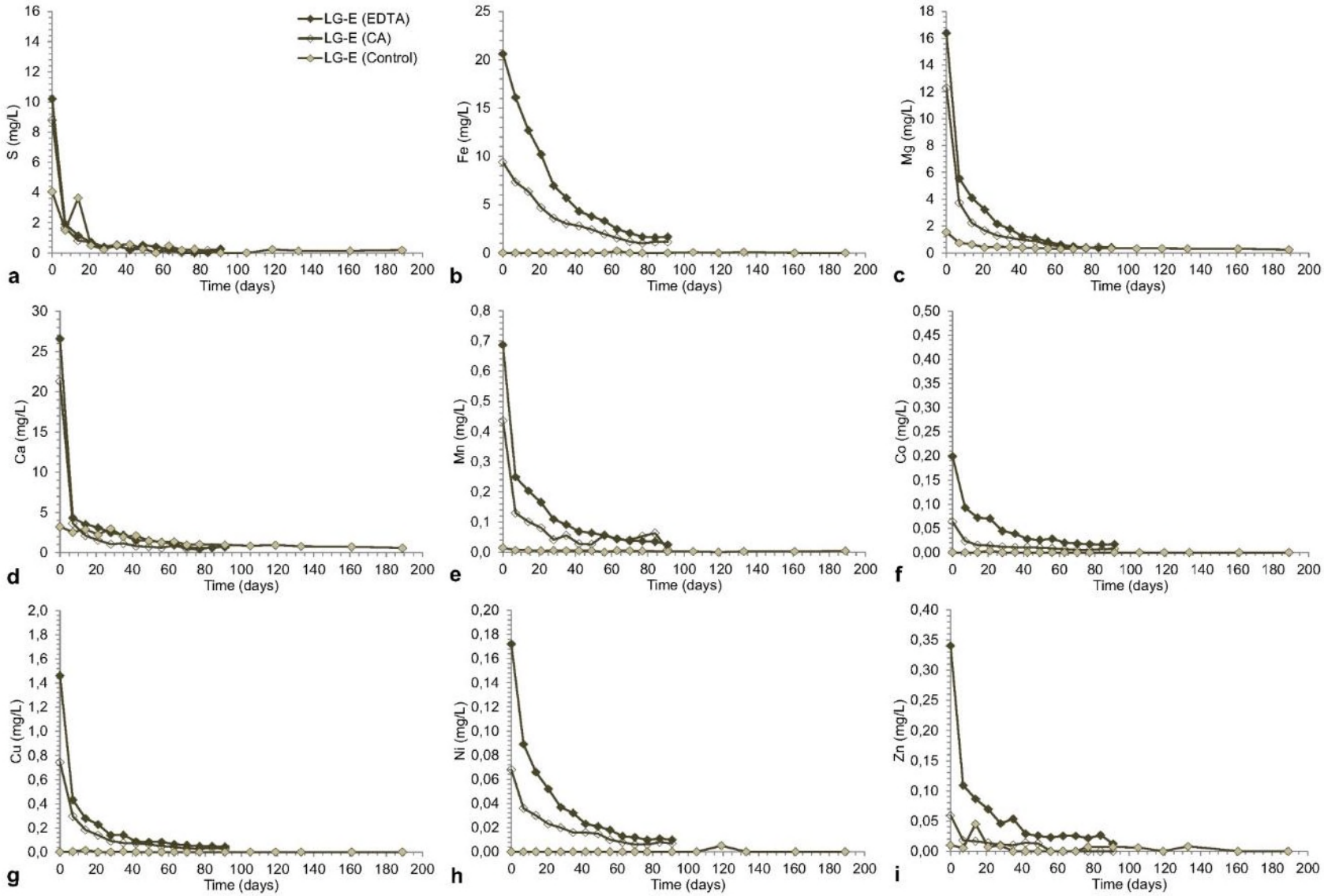


Figure 4.4 : Water quality of leachates of sample LG-E: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn

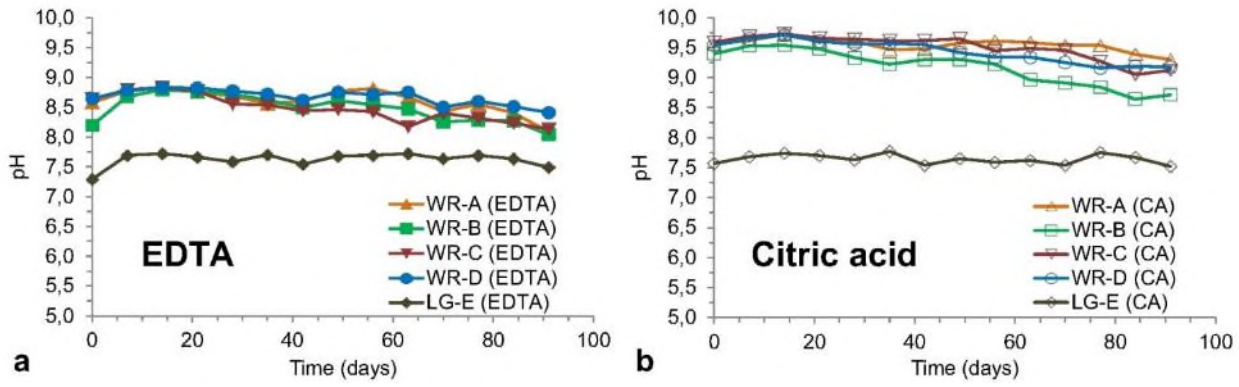


Figure 4.5 : pH from the modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells

4.5 Discussion

4.5.1 Release rates

The main objective of this study was to identify a chelating agent that does not overestimate metal release by dissolving minerals other than the ones dissolving in a control test. It is assumed that the major contributor to metal concentrations in mine drainage waters is the oxidation of sulphides and the subsequent response of neutralizing minerals (Blowes *et al.* 2003). The sulphides present in the samples used in this study were pyrite, pyrrhotite, and chalcopyrite, and there were no sulphate minerals detected. Thus, the release rate, or rate at which an element or species is driven away from a unit mass of rock per unit time (Sapsford *et al.* 2009; Plante *et al.* 2011), of total sulphur was entirely associated with the dissolution of sulphides. The Fe and S release rates for the control cells, EDTA-cells and CA-cells are shown in Table 4.5, normalized to sample mass (mmol/kg/day) and specific surface area (mmol/m^2/day). Although the S.S.A. of sample LG-E is higher than for the other samples, normalizing the release rates to the S.S.A. values shows different release rates; thus, the differences in release rates was not due only to the different S.S.A. of the samples. The S release rates of the CA-cells were close (0.9 to 4 times) to those of the control cells, while those of the EDTA-cells were up to 10 times (2.0 to 10 times) higher than the control cells. Additionally, the release rates of iron and sulphur, which are displayed in Table 4.5, were 1.5 to 3 times higher with EDTA than citric acid. This suggests that EDTA either increases the oxidation of sulphides, and the release of metals present within these minerals, or inhibits its passivation; however, Plante *et al.* (2015) suggested that the oxidation of sulphides was not increased by the presence of EDTA in kinetic test leachates. Instead, EDTA

likely inhibits the passivation of sulphide particles by preventing the formation of new iron oxyhydroxides, and increasing dissolution of the iron oxyhydroxides which are already present on previously-weathered sulphide particles. In the present study, the sulphides were devoid of oxyhydroxide coatings in the initial samples. Thus, the difference between the release rates obtained with EDTA and CA was not related to depassivation of the surfaces with EDTA; the higher release rates obtained with EDTA were likely caused by a partial passivation during CA leaching. The low concentrations of sulphide minerals in the tested materials, as well as the small quantity of sample used in each cell, did not allow for verification of the sulphide passivation upon dismantlement of the cells.

Tableau 4.5 : Release rates of sulphur and iron for the control and modified cells

Sample	Control	EDTA		Citric acid	
	S (mmol/kg/day)	S (mmol/kg/day)	Fe (mmol/kg/day)	S (mmol/kg/day)	Fe (mmol/kg/day)
WR-A	2.6×10^{-3}	2.2×10^{-2}	1.1×10^{-2}	7.7×10^{-3}	4.3×10^{-3}
WR-B	2.5×10^{-3}	1.5×10^{-2}	1.5×10^{-2}	6.0×10^{-3}	4.3×10^{-3}
WR-C	2.6×10^{-3}	1.5×10^{-2}	6.2×10^{-3}	8.9×10^{-3}	4.2×10^{-3}
WR-D	2.7×10^{-3}	2.7×10^{-2}	1.0×10^{-2}	9.9×10^{-3}	6.1×10^{-3}
LG-E	8.8×10^{-4}	1.8×10^{-3}	5.5×10^{-3}	8.1×10^{-4}	3.7×10^{-3}
	(mmol/m^2/day)	(mmol/m^2/day)	(mmol/m^2/day)	(mmol/m^2/day)	(mmol/m^2/day)
WR-A	7.9×10^{-6}	6.7×10^{-5}	3.3×10^{-5}	2.4×10^{-5}	1.3×10^{-5}
WR-B	7.5×10^{-6}	4.3×10^{-5}	4.5×10^{-5}	1.8×10^{-5}	1.3×10^{-5}
WR-C	1.1×10^{-5}	6.2×10^{-5}	2.5×10^{-5}	3.6×10^{-5}	1.7×10^{-5}
WR-D	9.7×10^{-6}	9.9×10^{-5}	3.8×10^{-5}	3.6×10^{-5}	2.2×10^{-5}
LG-E	1.6×10^{-6}	3.3×10^{-6}	1.0×10^{-5}	1.5×10^{-6}	6.9×10^{-6}

The cumulative loadings of Fe versus S, normalized to the weight of the samples, are shown in Figure 4.6 for the modified cells (the control cells are not shown in Figure 4.6 because they did not leach Fe). The slopes for perfect stoichiometric pyrite/chalcopyrite (FeS_2 and $CuFeS_2$: 1 mole Fe for 2 moles S) and pyrrhotite (FeS: 1 mole Fe for 1 mole S) are also displayed. Figure 4.6 demonstrates that the waste rock samples fall roughly within the pyrite and pyrrhotite Fe/S ratios, which suggests that these elements were probably released as a result of the oxidation of these sulfide minerals. The low-grade ore sample (LG-E), however, leached Fe in excess of sulphides' stoichiometric ratio in both EDTA and CA solutions. Thus, given that it was previously demonstrated that EDTA promotes the dissolution of iron oxides and hydroxides

(Borghi *et al.* 1989; Plante *et al.* 2015), and that the ore sample was composed mainly of oxides (magnetite and ilmenite) and contained very low concentrations of sulphides, the excess Fe in the modified cells may be due to a partial dissolution of iron oxides. This would imply that the CA also dissolved iron oxides, but to a lesser extent. Multiple studies have previously demonstrated that citric acid may dissolve iron oxides and hydroxides, but with less efficiency than EDTA (e.g., Joseph *et al.* 1996; Liang *et al.* 2000).

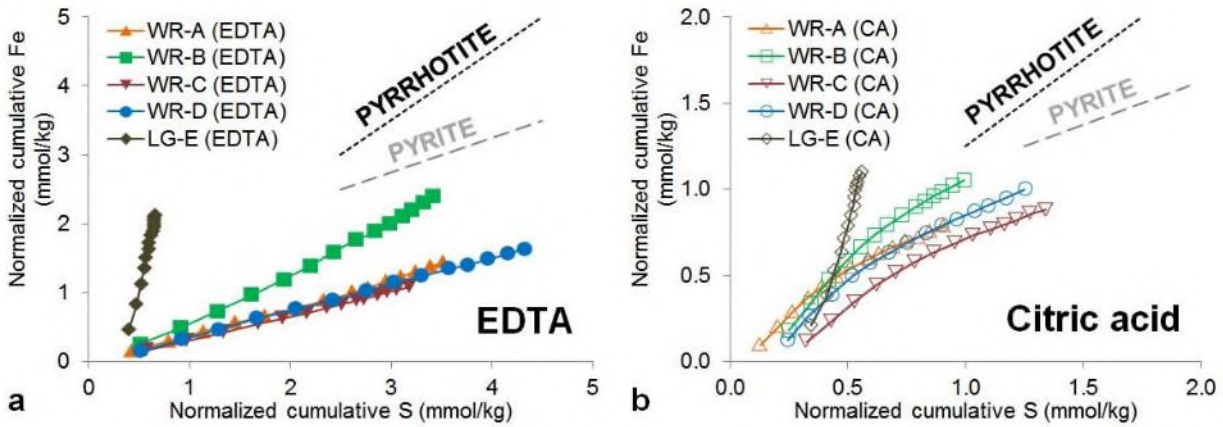


Figure 4.6 : Normalized cumulative Fe concentrations versus normalized cumulative S concentrations for modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells

The cumulative loadings of Ca versus Mn, normalized to the weight of samples, are shown in Figure 4.7 for the modified cells. Most of the Mn is assumed to be released by the dissolution of carbonates, such as calcite, in which traces of Mn were detected by SEM-EDS analysis. The slopes displayed in Figure 4.7 are supporting this hypothesis, since the ratio between Ca and Mn remained constant for all samples. The lower concentrations for the sample LG-E may be explained by the absence of carbonates in this sample. Geochemical behaviors of Ca and Mn were similar for samples WR-C and WR-D, which were sampled within two lithologies across the orebody; proportions of Mn in carbonates from these lithologies could then be quite similar. For the sample WR-B, other minerals could have contributed to the release of Mn, such as amphibole. At last, the sample WR-A had a similar mineralogical composition than the sample WR-C. It is suggested that the elementary composition of carbonates was not the same, and carbonates of the sample WR-A may contain less Mn. Chemical compositions of these samples also displayed a lower concentration of Mn in sample WR-A. Nevertheless, the fact that Ca and Mn releases were related suggests they both came from the same source minerals.

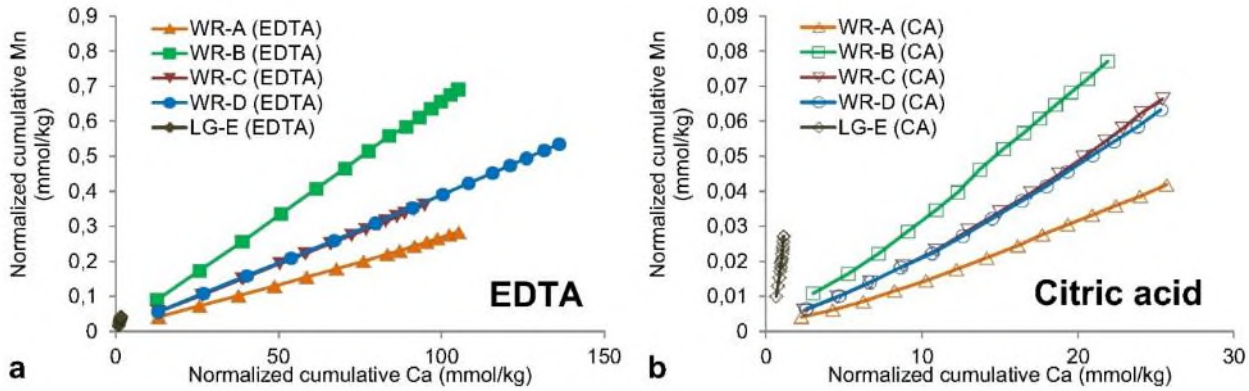


Figure 4.7 : Normalized cumulative Ca loadings versus normalized cumulative Mn loadings for the modified cells: **a** EDTA-cells, and **b** CA-cells

4.5.2 Effect of EDTA and citric acid

Overall, the tested samples showed a relatively low reactivity. The neutral pH values and the alkalinities of the control cells' leachates, as well as the low sulfide concentrations and the presence of a sufficient amount of neutralizing minerals, suggests that the samples are not acid-generating. Some oxides and hydroxides could precipitate at these high pH values, but the complexing strength of EDTA and CA should inhibit the precipitation of secondary minerals. Thermodynamic equilibrium calculations using Vminteq were performed in order to estimate the proportions of metals chelated by EDTA or CA, and to validate if there was an excess of chelating agent in the leachates. For the EDTA-cells, generally greater than 99 % of Co, Cu, Fe, Mn, Ni, and Zn were present as metal-EDTA complexes. According to the calculations, EDTA remained in excess as $HEDTA^{3-}$ after the 4th week for the waste rock samples. Over the first 3 weeks, most of the EDTA was complexed with Ca. This lack of available EDTA was observed to influence the complexation of Mg and Al, as significant proportions of uncomplexed Mg^{2+} and $Al(OH)^{4-}$ were present in the leachates. Even with this lack of available EDTA, the metals (Co, Cu, Fe, Mn, Ni, and Zn) all remained complexed with EDTA, suggesting that complexation with Ca was not so competitive that it inhibited metal complexation. For the ore sample (LG-E), free EDTA as $HEDTA^{3-}$ (> 75 %) was present from the first week onwards. This can be explained by the low initial concentration of Ca in leachates of this sample. For the CA-cells, more than 60 % of the chelating agent remained in excess as $citrate^{3-}$ for the entire period of testing. Generally, more than 99 % of Co, Cu, Fe, Mn, and Ni were present as citrate metallic complexes. Zn was

present as citrate complexes (> 90 %) and between 2 and 7 % as an aqueous zinc hydroxide ($Zn(OH)_2$). Al was not complexed with citrate and remained as $Al(OH)^{4-}$, except for the ore sample (LG-E) where more than 99 % of Al was present as a citrate complex. Ca and Mg were complexed with citrate at approximately 98 % and the balance (2 %) remained as free Ca^{2+} and Mg^{2+}. Complexation of Ca and Mg with CA was weaker than with EDTA, and showed less competition for the complexation of other cations.

Thermodynamic equilibrium calculations suggest that the EDTA and CA at the concentrations used in this study were adequate to meet the study's objectives, given that all of the targeted metals were present as chelating agent complexes and excess chelating agent remained in solution. These calculations also suggest that no metallic secondary minerals could precipitate in these conditions. However, the Fe and S release rates were 2 to 3 times greater when using EDTA (as discussed below), which suggests that some passivation occurred when using CA. The saturation indices of the oxyhydroxides were closer to saturation using CA (around -1) than using EDTA (around -6). Thus, the lower release rates obtained with the CA-cells may have been due to a partial passivation of the sulphides. Further investigations are needed to resolve this matter.

The results obtained with the modified cells illustrate the effect of chelating agents on the outcomes of kinetic tests. All cation concentrations were higher with EDTA. The same trend was observed with CA but the values were lower because the stability constants of CA complexes are lower than those of EDTA. Co and Ni were found in pyrite and pyrrhotite by SEM-EDS analysis, and their concentrations in the leachates were associated primarily with sulphide oxidation; Cu was directly associated with the oxidation of chalcopyrite, and Mn with the dissolution of carbonate. Zn concentrations were lower with CA than in the control cell. Thermodynamic calculations show that Zn was present as $Zn(OH)_2$ in the CA-cells. Even if this hydroxide is soluble according to the calculations, it is possible that Zn might form other species than citrate complexes, and precipitate under these conditions (pH > 8.5). An alternate hypothesis is that EDTA could be more aggressive than CA in dissolving Zn-bearing minerals; however, this would imply that, in this study, the conditions in the control cells were more favorable to Zn leaching than in the CA-cells. Zn was present in the solid samples at low concentrations (< 55 ppm) and the mineralogical tests done on these samples did not enable the identification of the zinc-bearing minerals. An oxide from the family of gahnite ($ZnAl_2O_4$) was sparsely present in the ore sample (LG-E), while sphalerite was not, although its presence cannot be ruled out. Further

investigations must be performed using CA to determine whether the Zn was a contaminant in the leachates. The metal concentrations in the samples from BlackRock Metals were very low, even for modified cells.

The primary objective of this study was to identify an appropriate chelating agent for modified kinetic testing. Results with both EDTA and citric acid demonstrated that chelation occurs during the weathering tests and inhibits sorption phenomena and secondary mineral precipitation, although some passivation of sulphides is suspected when using citric acid. The use of EDTA enhances the dissolution of iron oxyhydroxides (Plante *et al.* 2015), and further work will be required to minimize this effect. Additional testing with CA is needed to confirm its efficiency in complexing metals and inhibiting secondary precipitations.

4.6 Conclusions

This study aimed to contribute to the development of novel tools adapted specifically to CND prediction, by using a chelating agent in the leaching solution to inhibit sorption phenomena and precipitation of secondary minerals. EDTA and citric acid were selected for use in modified kinetic tests on four waste rock samples and one low-grade ore sample from the BlackRock project, and compared with control tests (using deionized water). Chemical and mineralogical characterizations, complemented by acid-base accounting, demonstrated that these samples are not potentially-acid-generating. During kinetic tests in control cells, pH values stabilized between 6.5 and 8.0, which confirmed the neutral drainage from these samples. The cation concentrations in the leachates using CA were lower than those using EDTA. The modified cells always leached higher concentrations than the control cells, except for Zn, which was lowest in the CA-cells. This could possibly be explained by the pH of the final leachates in the CA-cells which increased to ~ 8.5; at this pH some zinc hydroxides may have precipitated, thus removing Zn from solution. Decreasing the pH of the leaching solution might enhance Zn dissolution with CA.

Thermodynamic equilibrium calculations suggest that the cations in solution were completely associated with chelating agent complexes in the modified cells. The S and Fe release rates suggest that most of the Fe in solution came from sulphide oxidation for the waste rock samples, but an excess of Fe (with regards to the composition of the sulphide minerals) was leached out of the low-grade ore in the modified cells. This excess of Fe could be associated with the dissolution

of iron oxides like magnetite or ilmenite which were present in high concentrations in the ore sample. The cumulative Ca and Mn concentrations in the leachates suggested that the release of Mn is related to the dissolution of carbonates, which was promoted by the presence of a chelating agent in solution.

Further experiments must be performed before incorporating CA solutions into kinetic tests. Three areas are identified for further investigation of CA: (1) the influence of the initial pH of the leaching solution; (2) the effect of CA on the geochemical behavior of the minerals - testing synthetic samples of known mineralogical composition will allow for a deeper understanding; (3) the chelation of elements which form oxyanions, such as arsenic.

The concentration of any selected chelating agent in a leaching solution is also highly important to fine tune. Although the concentration used with the waste rocks in this study was found to be appropriate, the same concentration may have been too high for the low-grade ore sample (LG-E) and could have enhanced the dissolution of oxide minerals. Thus, it appears that the concentration of the chelating agent should be adjusted to the mineralogical composition of the samples. Finally, the proposed approach should also be tested using in situ kinetic tests such as field barrels or field cells. Overall, the use of chelating agents in kinetic testing is a promising approach that warrants further testing for validation.

4.7 Acknowledgements

The authors acknowledge the financial support of the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC), the Fonds de recherche du Québec – Nature et technologies (FRQNT), and BlackRock Metals through an Industrial Innovation Scholarship granted to the first author. The regional direction and employees of BlackRock Metals in Chibougamau are thanked for their technical support and assistance. The staff at URSTM, and many students at UQAT are also thanked for their help in the laboratory.

4.8 References

Andrade MD, Prasher SO, Hendershot WH (2007) Optimizing the molarity of a EDTA washing solution for saturated-soil remediation of trace metal contaminated soils. Environ Pollut 147:781-790

APHA (1995) Standard methods for the examination of water and wastewater. American Public Health Association, Washington DC

ASTM (2013) D5744-13e1: Standard test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell. ASTM International, West Conshohocken, PA, www.astm-org

ASTM (2014) D4892-14: Standard test method for density of solid pitch (Helium pycnometer method). ASTM International, West Conshohocken, PA, www.astm-org

BlackRock Metals (2013) Feasibility study for the production of magnetite & ilmenite concentrates from the Southwest & Armitage pits

Blowes DW, Ptacek CJ, Jambor JL, Weisener CG (2003) The geochemistry of acid mine drainage. In: Holland H.D., Turekian K.K. (Eds), Treatise on Geochemistry, Ch 9.05. Pergamon, Oxford, pp. 149–204

Borghi EB, Regazzoni AE, Maroto AJG, Blesa MA (1989) Reductive dissolution of magnetite by solutions containing EDTA and FeII. J Colloid Interf Sci 130:299-310

Bouzahzah H, Benzaazoua M, Bussière B, Plante B (2014) Prediction of acid mine drainage: Importance of mineralogy and the test protocols for static and kinetic tests. Mine Water Environ 33:54-65

Bussière B (2007) Colloquium 2004: Hydrogeotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geoenvironmental disposal approaches. Can Geotech J 44:1019-1052

Cappuyns V (2012) A critical evaluation of single extractions from the SMT program to determine trace element mobility in sediments. Appl Environ Soil Sci 2012(672914)

Chaturvedi N, Dhal NK, Patra HK (2015) EDTA and citric acid-mediated phytoextraction of heavy metals from iron ore tailings using Andrographis paniculata: a comparative study. Int J Min Reclam Environ 29:33-46

Chauhan G, Pant KK, Nigam KDP (2015) Chelation technology: A promising green approach for resource management and waste minimization. Env Sci Process Impact 17:12-40

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. Appl Geochem 16:803-819

Deer WA, Howie RA, Zussman J (1992) An introduction to the rock-forming minerals, 2nd Edition. Pearson Prentice Hall, London

Dermont G, Bergeron M, Mercier G, Richer-Laflèche M (2008) Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. J Hazard Mater 152:1-31

Evans KA, Watkins DC, Banwart SA (2006) Rate controls on the chemical weathering of natural polymineralic material. II. Rate-controlling mechanisms and mineral sources and sinks for element release from four UK mine sites, and implications for comparison of laboratory and field scale weathering studies. Appl Geochem 21:377-403

Joseph S, Visalakshi G, Venkateswaran G, Moorthy PN (1996) Dissolution of haematite in citric acid-EDTA-ascorbic acid mixtures. J Nucl Sci Technol 33:479-485

Lawrence RW, Wang Y (1997) Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. Proc 4th ICARD 1997:451-464

Leštan D, Luo CL, Li XD (2008) The use of chelating agents in the remediation of metal-contaminated soils: A review. Environ Pollut 153:3-13

Liang L, Hofmann A, Gu B (2000) Ligand-induced dissolution and release of ferrihydrite colloids. Geochim Cosmochim Ac 64:2027-2037

Martell AE, Smith RM (2004) NIST standard reference database 46 version 8.0, NIST critically selected stability constants of metal complexes database. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, USA

MEND (1993) Report 1.32.1: Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective. Natural Resources Canada, Ottawa, Canada

MEND (2004) Report 10.1: Review of water quality issues in neutral pH drainage: Examples and emerging priorities for the mining industry in Canada. Natural Resources Canada, Ottawa, Canada

MEND (2009) Report 1.20.1: Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geological materials. Natural Resources Canada, Ottawa, Canada

Merkus HG (2009) Particle size measurements: fundamentals, practice, quality. Particle Technology Series, Vol. 17. Springer Science & Business Media

Nowack B, Vanbriesen J (2005) Chelating agents in the environment. In: Nowack B & Vanbriesen J (eds.) Biogeochemistry of chelating agents. ACS Symposium Series, Washington DC, pp 1-18

Peters RW (1999) Chelant extraction of heavy metals from contaminated soils. J Hazard Mater 66:151-210

Pinto IS, Neto IF, Soares HVM (2014) Biodegradable chelating agents for industrial, domestic, and agricultural applications – a review. Environ Sci Pollut R 21:11893-11906

Plante B, Benzaazoua M, Bussière B, Biesinger MC, Pratt AR (2010) Study of Ni sorption onto Tio mine waste rock surfaces. Appl Geochem 25:1830-1844

Plante B, Benzaazoua M, Bussière B (2011) Predicting geochemical behaviour of waste rock with low acid generating potential using laboratory kinetic tests. Mine Water Environ 30:2-21

Plante B, Benzaazoua M, Bussière B, Kandji EHB, Chopard A, Bouzahzah H (2015) Use of EDTA in modified kinetic testing for contaminated drainage prediction from waste rocks: case of the Lac Tio mine. Environ Sci Pollut R 22:7882-7896

Price WA, Morin K, Hutt N (1997) Guidelines for the prediction of acid rock drainage and metal leaching for mines in British Columbia: Part II - Recommended procedures for static and kinetic testing. Proc 4th ICARD 1997:15-30

Rietveld HM (1993) The Rietveld method. Oxford University Press, Oxford, UK

Ringbom A (1967) Les complexes en chimie analytique : comment choisir rationnellement les meilleures méthodes d'analyse complexométrique. Dunod, Paris

Sapsford DJ, Bowell RJ, Dey M, Williams KP (2009) Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. Miner Eng 22:25-36

Sobek AA, Schuller WA, Freeman JR, Smith RW (1978) Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2–78-054. US Environmental Protection Agency, Washington DC, USA

SRK (1989) Draft acid rock drainage technical guide. BCAMD Task Force, 1

USEPA (1999) Visual MINTEQ, Metal speciation equilibrium model for surface and ground water version 3.0. http://vminteq.lwr.kth.se/. Accessed 22 October 2014

Villeneuve M, Bussière B, Benzaazoua M, Aubertin M, Monroy M (2003) The influence of kinetic test type on the geochemical response of low acid generating potential tailings. Proc Tailings and Mine Waste 3:269-279

Villeneuve M, Bussière B, Benzaazoua M, Aubertin M (2009) Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. Proc Securing the Future and 8th ICARD

Wasay SA, Barrington S, Tokunaga S (2001) Organic acids for the in situ remediation of soils polluted by heavy metals: Soil flushing in columns. Water Air Soil Poll 127:301-314

Yun SM, Kang CS, Kim J, Kim HS (2015) Evaluation of soil flushing of complex contaminated soil: An experimental and modeling simulation study. J Hazard Mater 287:429-437

Zhang W, Tsang DCW, Chen H, Huang L (2013) Remediation of an electroplating contaminated soil by EDTA flushing: Chromium release and soil dissolution. J Soils Sediments 13:354-363

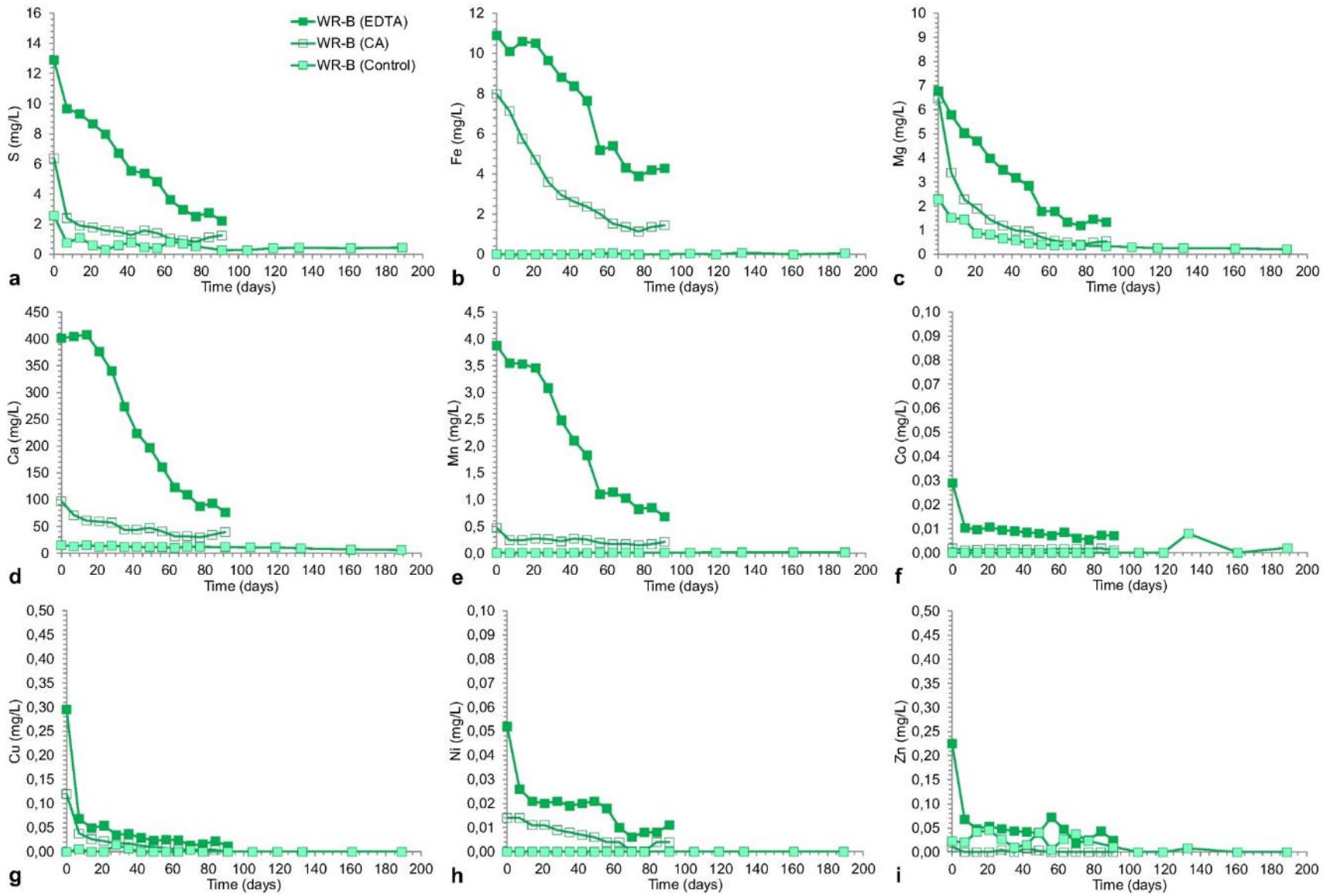


Figure 4.8 : Water quality of leachates of sample WR-B: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn

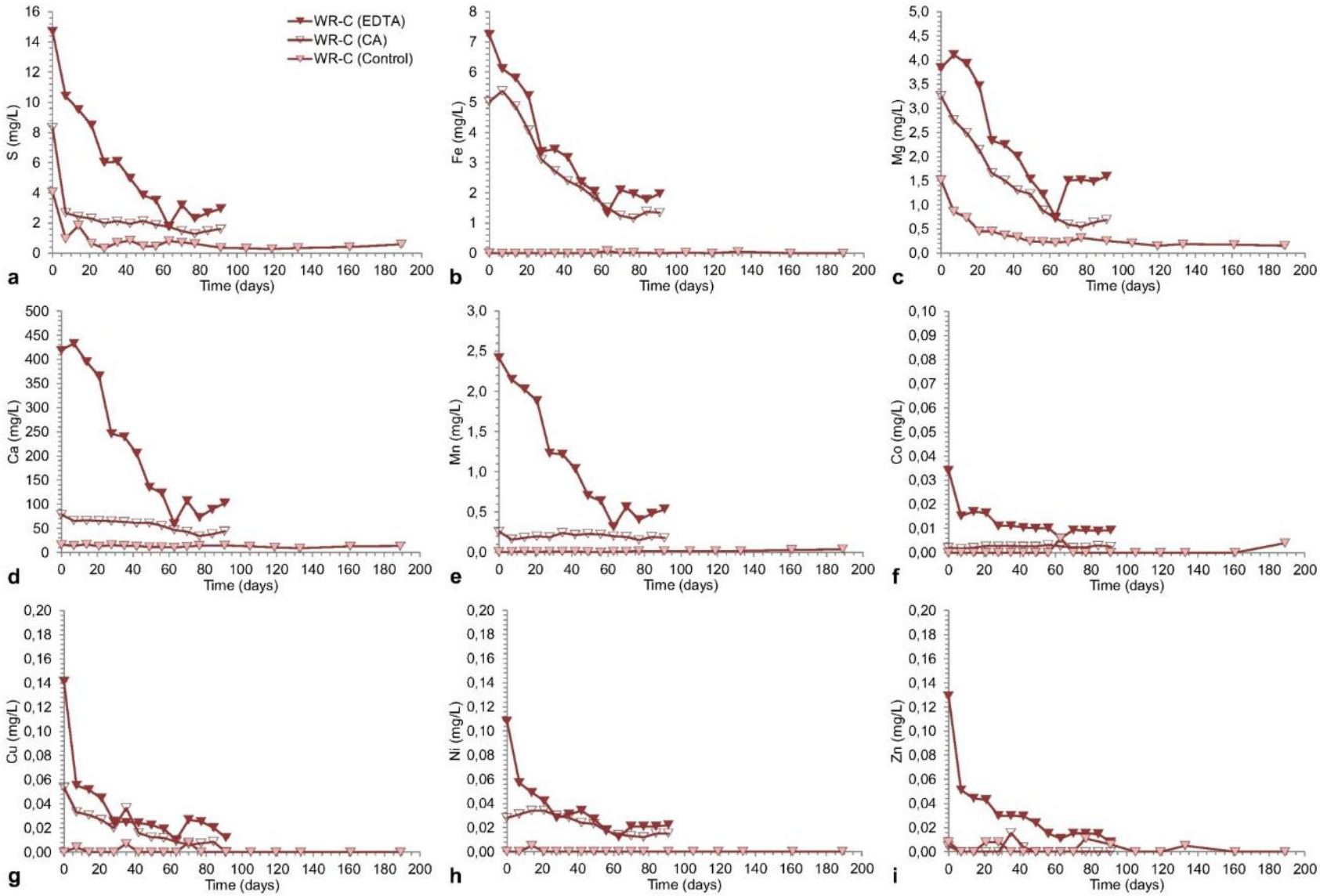


Figure 4.9 : Water quality of leachates of sample WR-C: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn

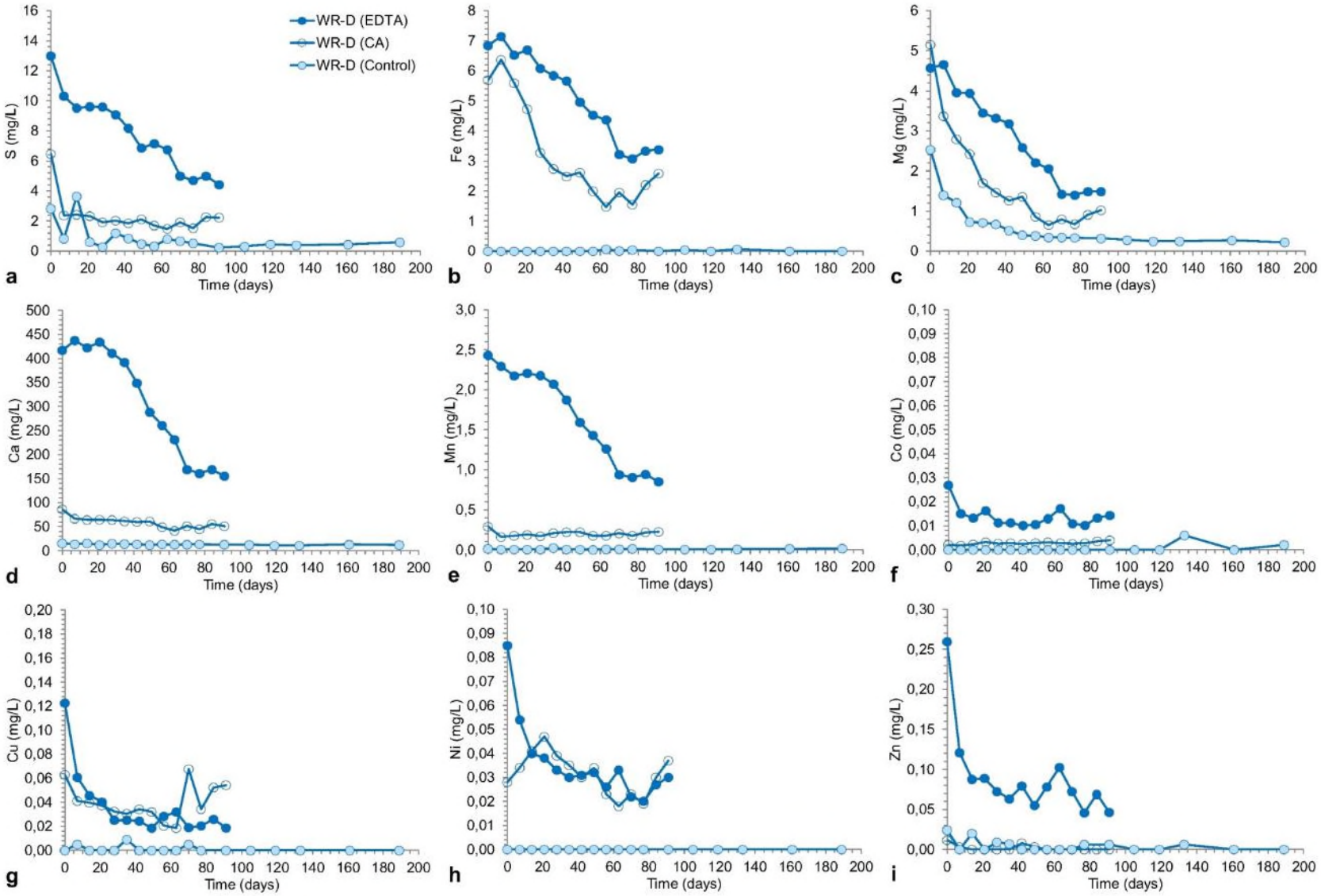


Figure 4.10 : Water quality of leachates of sample WR-D: **a** S, **b** Fe, **c** Mg, **d** Ca, **e** Mn, **f** Co, **g** Cu**, h** Ni**, and i** Zn

CHAPITRE 5 DISCUSSION

Les résultats présentés au chapitre précédent ont permis de décrire les comportements géochimiques d'essais cinétiques modifiés par l'ajout d'un agent complexant. Le chapitre 4 a toutefois été concentré sur les essais en mini-cellules d'altération effectués avec des échantillons de roches stériles et de minerai. D'autres essais cinétiques ont également été réalisés dans le cadre de ce projet de recherche et font l'objet du présent chapitre. Tout d'abord, la première section porte sur un retour sur les résultats quant à la prédiction du drainage minier. La seconde section porte ensuite sur les résultats obtenus avec un échantillon de résidus miniers dont les essais modifiés et l'essai contrôle ont été effectués dans des cellules humides. Finalement, une dernière section traite des essais *in situ* et de l'interprétation de l'effet d'échelle entre ces derniers et les essais contrôles effectués en mini-cellules d'altération au laboratoire.

5.1 Prédiction du drainage minier

Le thème faisant l'objet du chapitre 4 porte principalement sur la méthode de prédiction cinétique modifiée avec agent complexant, et le sujet de la prédiction dite davantage conventionnelle n'est pas particulièrement abordée. Bien qu'il ne s'agisse pas d'un des objectifs principaux du projet de recherche, il demeure tout de même intéressant de présenter les résultats obtenus.

Tout d'abord, le potentiel de génération d'acide peut être défini à l'aide d'un bilan acide-base. Ce bilan utilise les valeurs de potentiel de neutralisation (PN) obtenu à l'aide d'un essai au laboratoire (Sobek modifié selon Lawrence et Wang (1997)) et de potentiel d'acidification (PA) calculé à l'aide du pourcentage en S contenu dans les sulfures. Il est possible de calculer le potentiel net de neutralisation (PNN) en soustrayant le PA du PN, ainsi que le ratio PN/PA. Les critères présentement utilisés par l'industrie québécoise sont ceux de la Directive 019 (MDDEP, 2012) :

Critère 1 : si le % S < 0,3 % → Non-potentiellement générateur d'acide (NPGA)

Critère 2 : si le % S > 0,3 % et PNN < 20 → Potentiellement générateur d'acide (PGA)

OU si le % S > 0,3 % et PN/PA < 1 → Potentiellement générateur d'acide (PGA)

D'autres critères suggèrent toutefois une zone d'incertitude lorsque -20 < PNN < 20, ou lorsque 1 < PN/PA < 2. Les quatre échantillons de roches stériles, l'échantillon de minerai à basse teneur

et l'échantillon de résidus miniers ont été positionnés dans des graphiques présentant ces critères (figure 5.1). Selon les critères de la Directive 019, tous les échantillons se situent dans la zone NPGA puisque le % S est inférieur à 0,3 %. L'utilisation de ce critère est toutefois controversée dans la littérature, et il convient de valider les résultats avec d'autres essais pour les échantillons se situant près du critère ou dans la zone d'incertitude des critères PNN ou PN/PA (*e.g.* les échantillons LG-E et TL-F).

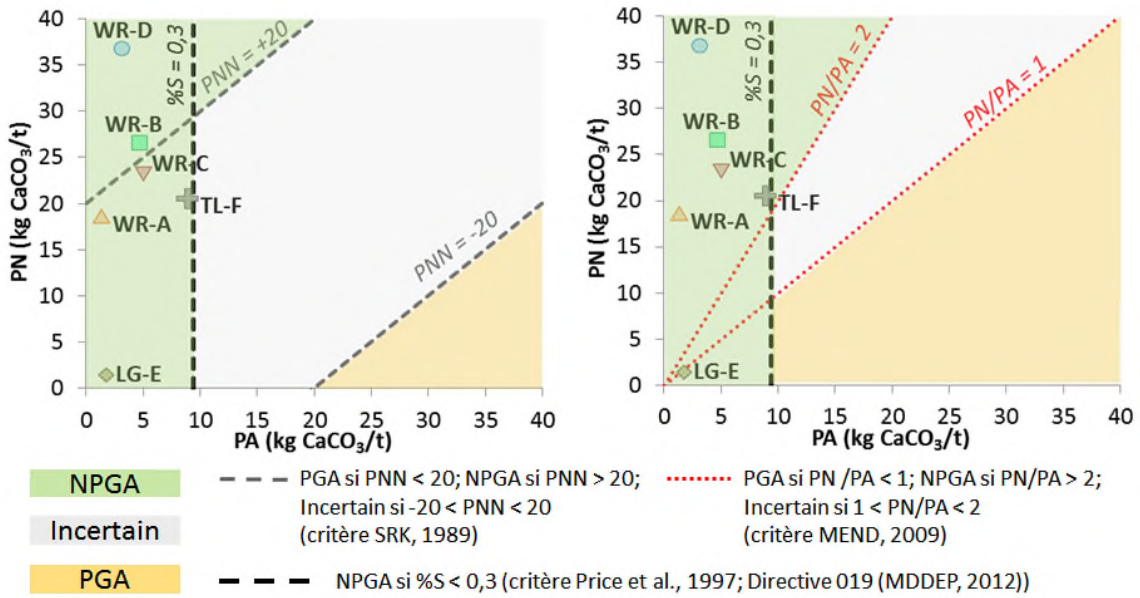


Figure 5.1 : Bilan acide-base

Les résultats obtenus lors essais cinétiques contrôles suggèrent qu'il n'y aurait pas de génération d'acide selon la durée des essais effectués, puisqu'il n'y a pas eu de diminution du pH observé. Il est aussi possible d'extrapoler ces résultats en calculant les concentrations cumulées normalisées du SO_4^{2-} (produit d'oxydation) et les concentrations cumulées normalisées du Ca^{2+} (produit de neutralisation) selon la méthode des courbes d'oxydation-neutralisation (Benzaazoua *et al.*, 2004). En comparant avec les concentrations initiales en S (converties en SO_4) et en Ca des échantillons, il est possible de déterminer laquelle de la source d'oxydation ou celle de neutralisation risque d'être épuisée en premier. Lorsque l'échantillon se situe au-dessus de la courbe, il est évalué NPGA. La figure 5.2 présente les résultats pour les échantillons de roches stériles (A) et les échantillons de minerai et résidus miniers (B). La conclusion tirée de ces graphiques suggèrent également que les échantillons seraient NPGA.

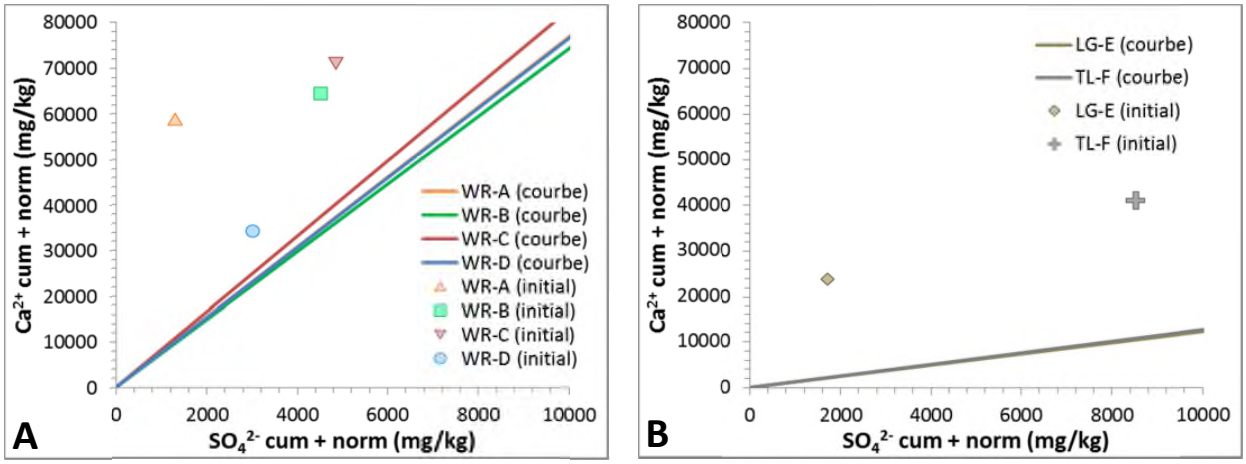


Figure 5.2 : Courbes d'oxydation-neutralisation (A: roches stériles; B: minerai et résidus miniers)

Les valeurs en métaux obtenus lors des essais cinétiques contrôles sont relativement faibles, et même souvent sous les limites de détection pour plusieurs métaux. Mais avant de statuer sur le potentiel de lixiviation en métaux, il serait intéressant d'effectuer d'autres essais de lixiviation afin de confirmer les données obtenus. Les conditions dans lesquelles sont effectués ces tests sont différentes, et ils pourraient permettre d'identifier des paramètres demandant une surveillance plus accrue. Bien que les essais cinétiques sont souvent reconnus comme étant plus proches des conditions réelles, ceux en mini-cellules d'altération utilisent un ratio liquide/solide très élevé et créent ainsi un effet de dilution. Il faut donc demeurer prudent avant d'affirmer que les échantillons testés ne présentent aucun risque quant à la lixiviation en métaux, et d'autres essais à plus grande échelle et avec un ratio liquide/solide plus faible pourraient permettre de valider les données obtenues lors des premiers essais.

5.2 Résidus miniers

La section 5.1 porte sur un échantillon de résidus miniers (TL-F) ayant été soumis aux mêmes caractérisations et essais cinétiques modifiés que les échantillons de roches stériles et de minerai traités au chapitre 4. Les essais cinétiques ont toutefois été effectués en cellule humide. Les propriétés physiques de l'échantillon ont également conduit à présenter les résultats indépendamment des autres tests, car ces différences ont eu un impact majeur sur le comportement géochimique de l'échantillon.

5.2.1 Caractérisations physiques, chimiques et minéralogiques

L'échantillon TL-F a été caractérisé suivant les méthodes décrites à la section 3.2. La composition chimique et minéralogique est semblable aux autres échantillons, mais les propriétés physiques diffèrent en raison de la granulométrie plus fine de cet échantillon. Les résultats de caractérisation physique et chimique des résidus miniers sont présentés dans le tableau 5.1, tandis que les résultats de la caractérisation minéralogique sont présentés dans le tableau 5.2.

Tableau 5.1 : Caractérisations physiques et chimiques de l'échantillon TL-F

Propriétés physiques	**TL-F**	**Composition chimique**	**TL-F**
		Al (%)	7,06
G_s (g/cm^3)	3,494	As (mg/kg)	< 5
		Bi (mg/kg)	< 30
S.S. (m^2/g)	0,9802	C_{total} (%)	0,27
		Ca (%)	4,10
D_{10} (mm)	0,010	Cd (mg/kg)	24
		Co (mg/kg)	304
D_{50} (mm)	0,061	Cr (mg/kg)	299
		Cu (mg/kg)	149
D_{90} (mm)	0,648	Fe (%)	25,1
		Mg (%)	2,26
		Mn (mg/kg)	1872
		Mo (mg/kg)	85
Bilan acide-base	**TL-F**	Ni (mg/kg)	220
		Pb (mg/kg)	362
PN (kg $CaCO_3$/t)	20,5	S_{total} (%)	0,284
		$S_{sulfate}$ (%)	n.d.
PA (kg $CaCO_3$/t)	8,88	$S_{sulfure}$ (%)	0,284
		Sb (mg/kg)	< 5
PNN (kg $CaCO_3$/t)	11,7	Se (mg/kg)	34
		Sn (mg/kg)	19
PN/PA	2,3	Ti (%)	6,83
		Zn (mg/kg)	246

Tableau 5.2 : Caractérisation minéralogique de l'échantillon TL-F

Minéral	**TL-F (%)**
Albite	13,3
Amphibole	8,80
Ankérite	2,25
Chalcopyrite	0,046
Chlorite	33,5
Épidote	17,8
Ilménite	14,7
Magnétite	6,37
Pyrite	0,27
Pyrrhotite	0,27
Quartz	2,72
Total	100,0

5.2.2 Résultats et interprétation

5.2.2.1 Données ponctuelles

L'alcalinité et l'acidité ont été mesurées pour les lixiviats de la cellule-contrôle. Les valeurs sont très constantes : alcalinité entre 35 et 53 mg $CaCO_3$/L (moyenne de 45 mg $CaCO_3$/L) et acidité entre 0 et 5,8 mg $CaCO_3$/L (moyenne de 2,3 mg $CaCO_3$/L). Les qualités d'eau générées contiennent donc beaucoup plus d'alcalinité que d'acidité. Cette propriété est reflétée dans les mesures de pH se situant entre 6,88 et 8,25. Les mesures de conductivité électrique se situent en moyenne autour de 100 µS/cm. Pour les essais en cellules modifiées, les mesures de conductivité électrique sont beaucoup plus élevés en raison de la présence d'agent complexant dans les solutions : généralement autour de 2 500 µS/cm pour la cellule-EDTA, et autour de 3 000 µS/cm pour la cellule-AC. Les pH mesurés tout au long des essais pour les 3 cellules sont présentés à la figure 5.3. Les augmentations pour les cellules modifiées sont similaires à celles observées dans les essais en mini-cellules d'altération (chapitre 4).

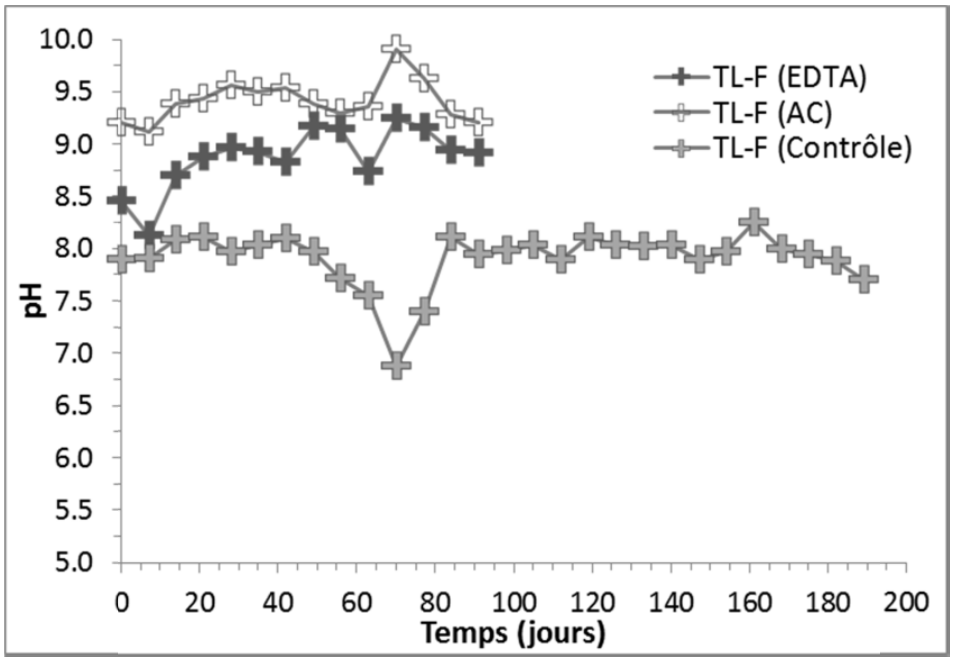


Figure 5.3 : pH en fonction du temps

Métaux

Les résultats de qualités d'eau obtenus pour les métaux (Co, Cu, Ni et Zn) sont présentés à la figure 5.4. La source des métaux est principalement associée aux sulfures. Cette association a été décrite dans le chapitre 4 pour les roches stériles et le minerai, et elle est aussi applicable pour l'échantillon de résidus miniers. Les métaux présentés sont ceux pour lesquels les valeurs se situent majoritairement au-dessus de la limite de détection lors des essais en cellules modifiées. La limite de détection de l'analyse par ICP-AES pour chaque élément est ajoutée dans les graphiques, car certaines valeurs obtenues sont parfois sous cette limite et sont alors présentées directement sur la valeur de la limite de détection.

Le même comportement géochimique général s'observe pour tous les métaux, soit des concentrations plus élevées dans la cellule-EDTA. L'EDTA est donc performant pour complexer tous ces métaux, *i.e.* Co, Cu, Ni et Zn. Les qualités d'eau de la cellule-AC démontrent aussi des concentrations plus élevées que dans la cellule-contrôle pour le Co, Cu et le Ni, tandis que le Zn montre des concentrations semblables. Il y a donc aussi complexation du Co, Cu et Ni avec l'acide citrique, mais à une échelle plus faible qu'avec l'EDTA. La complexation du Zn avec l'acide citrique nécessite quant à elle davantage de tests, comme ce fut expliqué dans le chapitre 4, car le pH des lixiviats pourrait avoir favorisé la précipitation d'hydroxydes de zinc.

Des caractérisations minéralogiques plus approfondies sur les matériaux post-démantèlement pourraient également fournir plus d'informations sur ce point.

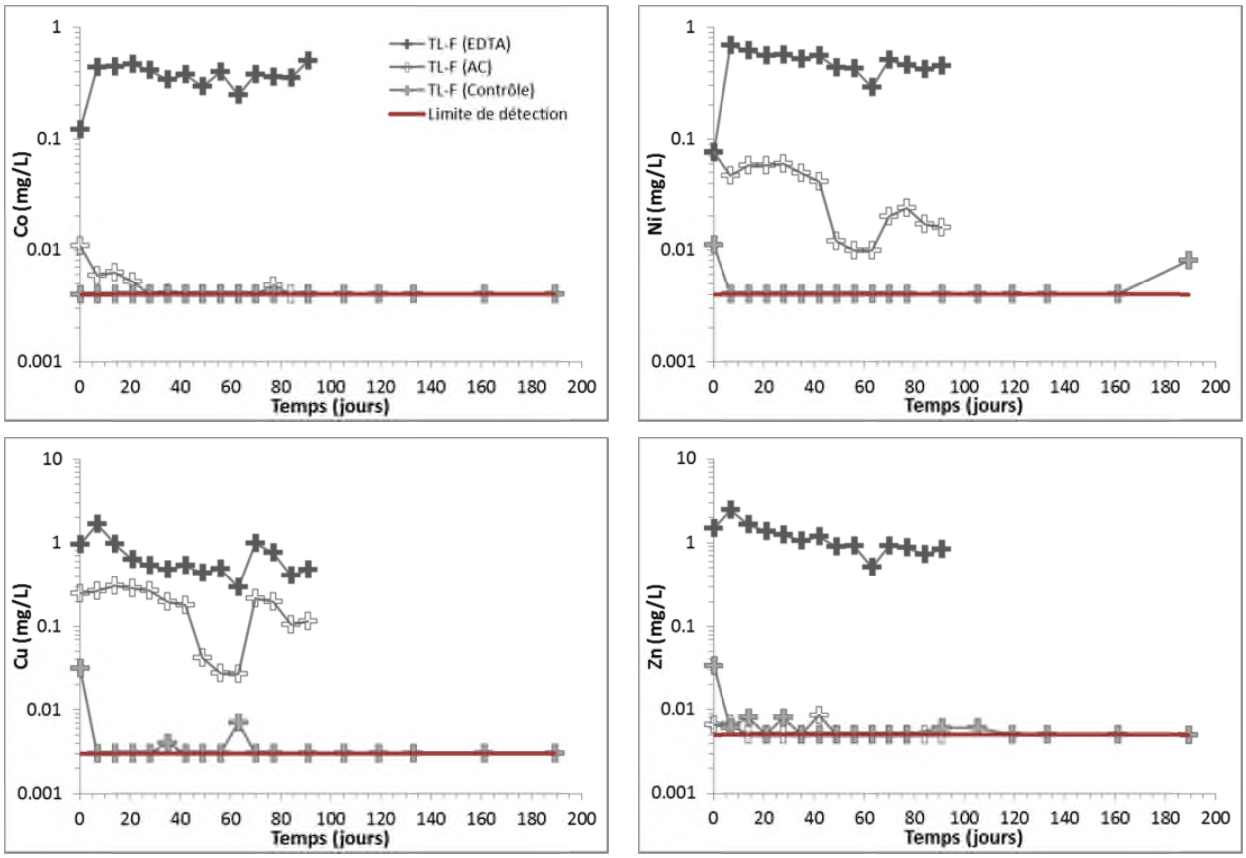


Figure 5.4 : Concentrations en Co, Cu, Ni et Zn

<u>Éléments majeurs</u>

La figure 5.5 présente les résultats en Al, Ca, Fe, Mg, Mn et S. Le Mn est présenté dans cette catégorie, car il est parfois substitué au Fe dans les oxydes, silicates et carbonates, comparativement aux autres métaux qui sont associés aux sulfures.

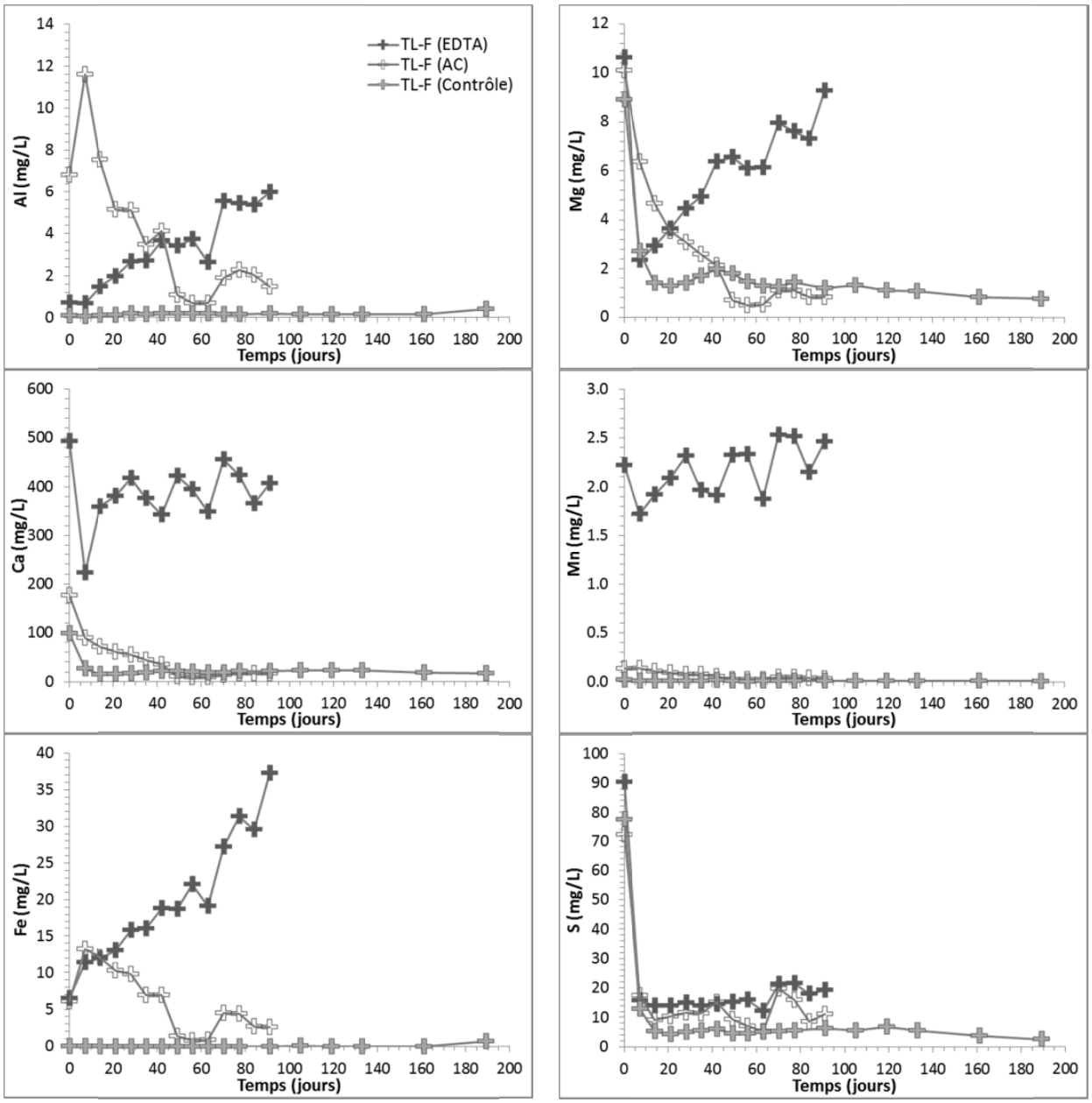


Figure 5.5 : Concentrations en Al, Ca, Fe, Mg, Mn et S

Tous ces éléments, excepté le S, sont réputés pour former des complexes avec l'EDTA. Les résultats obtenus confirment cette hypothèse, car les concentrations sont plus élevées dans la cellule-EDTA. On peut également constater que le S contenu dans les lixiviats de la cellule-EDTA est plus élevé que pour la cellule-AC et la cellule-contrôle. Il est intéressant d'observer, pour la cellule-EDTA, une augmentation marquée des concentrations en Al, Fe et Mg qui n'avait pas été relevée dans les essais présentés au chapitre 4. Ces trois éléments entrent dans la

composition principale de la chlorite. La caractérisation minéralogique a permis de déduire que la chlorite, présente à 33,5 % dans l'échantillon, est de la famille de la chamosite, dont la formule chimique est $(Fe,Mg)_5Al(AlSi_3O_{10})(OH)_8$. Il serait donc probable que la solution d'EDTA ait favorisé la dissolution des grains de chlorite. La granulométrie plus fine des résidus miniers peut avoir contribué à la libération de ce minéral comparativement aux essais en mini-cellules d'altération où la granulométrie était plus grossière. Il est aussi possible que les procédés de concentration du minerai aient affecté la structure cristalline de la chlorite et l'aient rendue plus vulnérable. Toutefois, ce phénomène n'est observé qu'avec l'EDTA, et non l'acide citrique. L'utilisation d'EDTA est donc une cause directe des résultats observés. Finalement, le Ca et le Mn présentent un comportement géochimique semblable à ceux des métaux, soit des concentrations beaucoup plus élevées avec l'EDTA, et légèrement plus élevées avec l'acide citrique.

5.2.2.2 Données cumulées

Les données cumulées et normalisées issues de ces essais cinétiques peuvent être utilisées afin d'estimer les taux de lixiviation. La normalisation est effectuée à partir du volume d'eau de lixiviat récoltée à chaque cycle et les concentrations sont ensuite cumulées. Tout d'abord, il est intéressant de comparer les valeurs obtenues en Fe et S (converties en concentrations molaires plutôt que massiques) avec les rapports stœchiométriques parfaits de la pyrite et de la pyrrhotite. La chalcopyrite n'a pas été retenue pour cette comparaison, car elle est présente en plus faible concentration et elle possède le même rapport S/Fe que la pyrite. La figure 5.6 présente les courbes obtenues pour les cellules EDTA et AC. Pour la cellule-EDTA, le taux de lixiviation du S est de 0,061 mmol/kg/j, et celui du Fe de 0,057, pour un rapport d'environ 1, qui pourrait correspondre au ratio stœchiométrique parfait de la pyrrhotite. Toutefois, il a été mentionné plus haut qu'une portion du Fe semblait provenir de la dissolution de la chlorite, et non seulement des sulfures. La portion de Fe provenant des sulfures serait donc plus faible et pourrait positionner le ratio S/Fe entre la pyrrhotite et la pyrite, ce qui correspond davantage aux observations minéralogiques. Quant à la cellule-AC, le taux de lixiviation du S est de 0,042 mmol/kg/j, et celui du Fe de 0,006, pour un rapport de 7. Il y a un excès de S qui ne permet pas de corréler les données avec un sulfure existant. Il est possible que, malgré la présence d'acide citrique, il y ait eu précipitation de minéraux secondaires contenant du Fe, tels que des hydroxydes de fer. Des

calculs d'équilibre thermodynamique à l'aide du logiciel Vminteq ont été effectués afin de répondre à cette question. Les résultats obtenus par modélisation démontrent que les hydroxydes de fer ne dépassent pas l'équilibre de l'indice de saturation, mais les valeurs se situent entre -1 et -0,5 pour les lixiviats contenant la solution d'acide citrique, comparativement à des valeurs d'environ -6 pour les lixiviats avec la solution d'EDTA. Un minéral est susceptible de précipiter lorsque cet indice est supérieur à 0. Les modélisations ne permettent donc pas de prouver que des hydroxydes de fer ont précipité, mais semblent indiquer que cette hypothèse pourrait être une bonne piste d'explications pour les résultats obtenus dans la cellule-AC. Des comparaisons avec d'autres logiciels de calculs d'équilibre thermodynamique et géochimique pourraient être effectuées afin d'approfondir la recherche sur ce point.

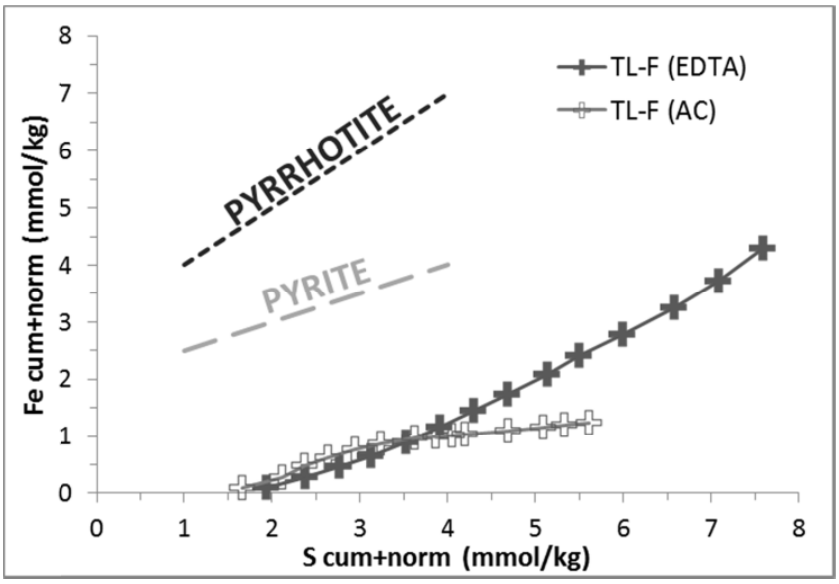


Figure 5.6 : Concentrations en S (cumulées et normalisées) en fonction des concentrations en Fe (cumulées et normalisées)

Ensuite, le taux de lixiviation du S est quatre fois plus élevé avec l'EDTA (0,061 mmol/kg/j) que lors de l'essai contrôle (0,015 mmol/kg/j). Le taux de lixiviation du S avec l'acide citrique est également plus élevé (0,042 mmol/kg/j), mais moins qu'avec l'EDTA. L'utilisation d'agent complexant pourrait donc empêcher la passivation des grains de sulfures, d'où l'effet d'une augmentation de l'oxydation des sulfures. Puisque les métaux sont généralement associés aux sulfures, il est cohérent que leurs concentrations soient également plus élevées lors de l'utilisation d'agents complexants. Davantage de recherches doivent être effectuées à ce sujet afin de définir si l'utilisation d'un agent complexant augmente l'oxydation des sulfures, ou ne fait que limiter la

précipitation de minéraux secondaires autour des grains de sulfures. L'objectif de cette étude consiste à limiter les phénomènes de sorption et de précipitation secondaire. L'utilisation d'agents complexants permet d'atteindre cet objectif, mais il faut demeurer prudent afin de ne pas augmenter l'oxydation naturelle des sulfures.

En résumé, les essais modifiés en cellules humides avec un échantillon de résidus miniers ont permis d'arriver sensiblement aux mêmes conclusions que les essais modifiés en mini-cellules d'altération présentés au chapitre 4. Les concentrations initiales plus élevées en sulfures et en métaux dans les résidus miniers ont aidé à obtenir des concentrations au-dessus de la limite de détection, mais les concentrations obtenues dans les lixiviats des cellules modifiées demeurent tout de même faibles. La différence entre les valeurs obtenues dans les cellules modifiées par rapport à la cellule-contrôle laisse supposer qu'il puisse y avoir un phénomène de sorption qui empêche la lixiviation de métaux lors de l'essai contrôle, ou encore que la passivation des sulfures se soit produit très rapidement lors de l'essai contrôle. Une différence majeure avec les essais en cellule humide a été observée quant aux concentrations en Al, Fe et Mg avec la cellule-EDTA. Les conditions de l'essai et la granulométrie de l'échantillon pourraient avoir influencé la dissolution de minéraux, tels que la chlorite, lorsque mis en contact avec la solution d'EDTA. Cette observation nécessite davantage de recherche et sera l'objet de recommandations dans le chapitre 6.

5.3 Essais in situ et effet d'échelle

Des essais cinétiques ont été réalisés sur le site du projet MBR. L'objectif de ces essais était d'obtenir des résultats à une échelle plus proche des conditions réelles de terrain, et de comparer ces résultats à ceux obtenus en laboratoire. Cinq échantillons ont été soumis à ces tests : WR-A (anorthosite de l'éponte inférieure), WR-B (pyroxénite de l'éponte supérieure), WR-C (anorthosite des unités internes), WR-D (intrusions tardives) et LG-E (minerai de basse teneur). La section 5.2 présente donc les résultats obtenus et une évaluation de l'effet d'échelle. Les résultats ont été comparés aux essais cinétiques effectués au laboratoire dans les mini-cellules d'altération pour les échantillons contrôles (ou témoins), *i.e.* les essais n'ayant pas été modifiés par l'utilisation d'agent complexant.

5.3.1 Paramètres

Afin de comparer les résultats obtenus sur le terrain et en laboratoire et d'évaluer l'effet d'échelle, il est important de rappeler les paramètres de chaque type d'essai. La masse utilisée dans une mini-cellule d'altération est de 67 g, alors que la masse dans un baril varie entre 240 et 360 kg. La granulométrie est < 2 mm pour les mini-cellules d'altération et < 80 mm pour les barils. La proportion de particules fines (< 500 µm) est très faible dans les essais en barils puisque le concassage a été effectué manuellement. Pour les mini-cellules d'altération, les rinçages sont effectués deux fois par semaine avec 50 ml d'eau déionisée. Pour les essais en barils, le rinçage s'effectue au gré des précipitations. Il a été estimé que le volume moyen par semaine est de 2,8 L par baril. Ces paramètres sont résumés dans le tableau 5.3.

Tableau 5.3 : Paramètres des essais cinétiques

Type d'essai	**Masse (kg)**	**Granulométrie (mm)**	**Volume d'eau de rinçage (L)**	**Fréquence des rinçages**
Mini-cellule d'altération	0,067	< 2	0,05	2 fois par semaine
In situ (baril)	240-360	< 80	Précipitations; Moyenne de 2,8 L par semaine	

5.3.2 Résultats et effet d'échelle

5.3.2.1 Données ponctuelles

Les qualités d'eau de lixiviats ont été analysées pour plusieurs paramètres, mais seuls ceux d'intérêt dont les résultats dépassent la limite de détection sont présentés dans cette section. Il s'agit du Ca, du Mg et du S. Les résultats de pH, de conductivité électrique et d'alcalinité sont aussi présentés. Les données ponctuelles sont souvent utilisées pour fins de comparaison avec les critères de règlements, politiques ou normes, telle la Directive 019 recommandée au Québec (MDDEP, 2012). Ces comparaisons ne font toutefois pas l'objet du présent projet de recherche.

<u>pH</u>

La figure 5.7 présente les mesures de pH effectuées sur les lixiviats des essais en laboratoire (A) et ceux des essais *in situ* (B). Les données sont très semblables avec les échantillons de roches

stériles (WR-A, WR-B, WR-C et WR-D) pour les deux échelles. Le pH se situe généralement entre 7,5 et 8,5. Quant à l'échantillon de minerai (LG-E), le pH se situe entre 6,5 et 7,0 pour les essais en laboratoire, mais plutôt entre 5,0 et 6,0 pour les essais *in situ*. Cette différence peut être attribuée à la source d'eau de rinçage, car l'eau de pluie contient davantage d'acidité que l'eau déionisée utilisée en laboratoire. L'eau de pluie a été analysée au courant de l'été 2015, et son pH était de 5,75 et son acidité de 2,16 mg $CaCO_3$/L. Ces mesures n'ont toutefois pas été prises en continu, alors il est impossible de comparer l'évolution des données de pH et d'acidité avec celles de l'eau de pluie. Étant donné la composition de l'échantillon LG-E, soit peu de minéraux acidifiants et peu de minéraux neutralisants, il est suggéré que l'échantillon soit peu réactif et que le pH des échantillons de lixiviats soient plutôt influencé par les propriétés physico-chimiques de l'eau utilisée lors des rinçages.

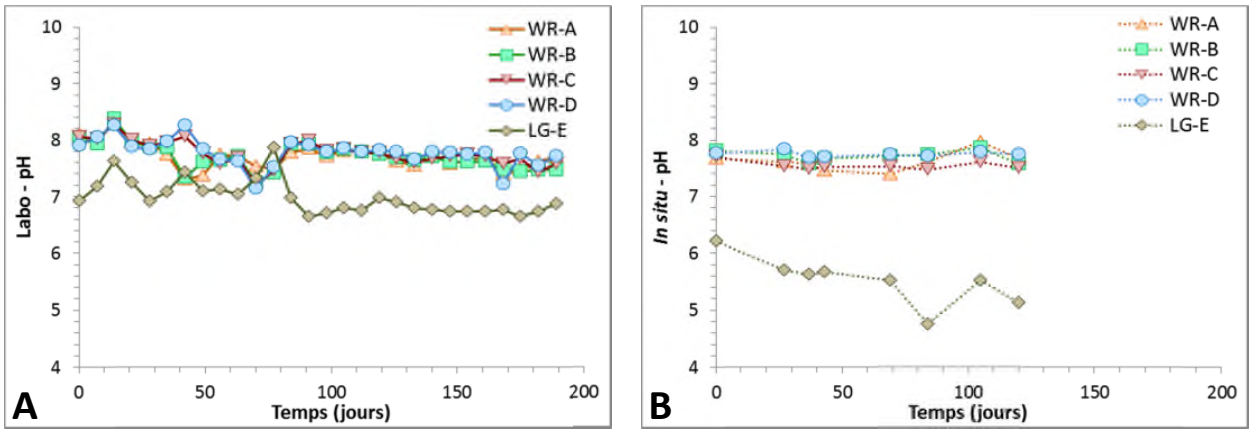


Figure 5.7 : Données ponctuelles – pH (A: laboratoire; B: *in situ*)

<u>Conductivité électrique</u>

La figure 5.8 présente les résultats de conductivité électrique. Ces données sont en général représentatives de la quantité d'ions en solution, car plus la conductivité est élevée et plus les concentrations en métaux et autres éléments dissous sont élevées. En laboratoire, l'échantillon LG-E présente une conductivité plus faible que les autres échantillons, tandis que sur le terrain les données sont semblables pour tous les échantillons. L'eau de pluie présente une conductivité de 4,79 µS/cm. Ce n'est donc pas l'eau de pluie qui est la source des ions en solution (et de la conductivité), mais bien la lixiviation des échantillons. Quant aux résultats en laboratoire, ceux-ci laissent supposer qu'un type de minéral sujet à une dissolution plus rapide, donc plus réactif, soit présent dans les roches stériles et absent dans le minerai. La meilleure hypothèse porte sur les

carbonates, soit plus précisément la calcite présente entre 1,8 et 3,6 % dans les roches stériles (tableau 4.4).

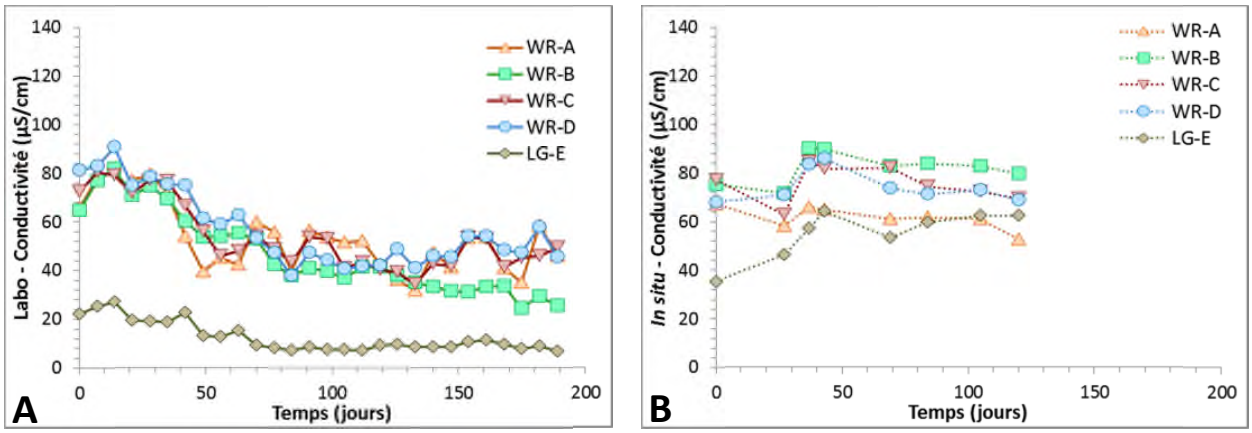


Figure 5.8 : Données ponctuelles – Conductivité électrique (A: laboratoire; B: *in situ*)

<u>Alcalinité</u>

L'alcalinité est la capacité d'accepter des protons (H^+) sans modification significative du pH. Une eau avec une alcalinité élevée peut donc neutraliser une certaine quantité d'acide, mais n'est pas forcément représentative d'une eau à pH élevée. Les valeurs obtenues pour les roches stériles sont semblables pour les deux types d'essais, et se situent généralement entre 20 et 40 mg $CaCO_3$/L (figure 5.9). Quant à l'échantillon de minerai, les valeurs d'alcalinité sont faibles (< 10 mg $CaCO_3$/L) et témoignent donc d'une eau avec une faible capacité de neutralisation. Cette information a d'ailleurs été confirmée lors de la caractérisation à partir du test de Sobek modifié (Lawrence et Wang, 1997), où le potentiel de neutralisation (PN) obtenu fut de 1,4 kg $CaCO_3$/t pour cet échantillon (tableau 4.3).

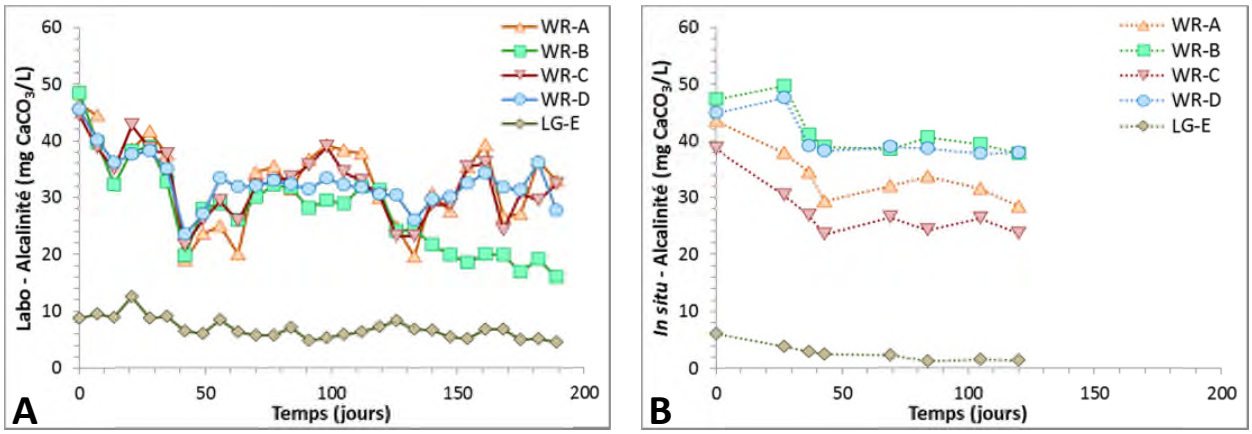


Figure 5.9 : Données ponctuelles – Alcalinité (A: laboratoire; B: *in situ*)

Calcium

Le Ca est un élément important dans tous les échantillons, allant de 2,38 à 7,10 % dans la composition chimique totale (tableau 4.3). Il se retrouve en majorité à l'intérieur de quatre minéraux: calcite, épidote, amphibole et titanite (tableau 4.4). La figure 5.10 présente l'évolution des concentrations ponctuelles de Ca, en fonction d'une échelle logarithmique. Les concentrations se situent généralement dans le même ordre de grandeur pour les deux types d'essais. L'échantillon LG-E présente toutefois des valeurs plus faibles au laboratoire, comparativement aux essais *in situ*.

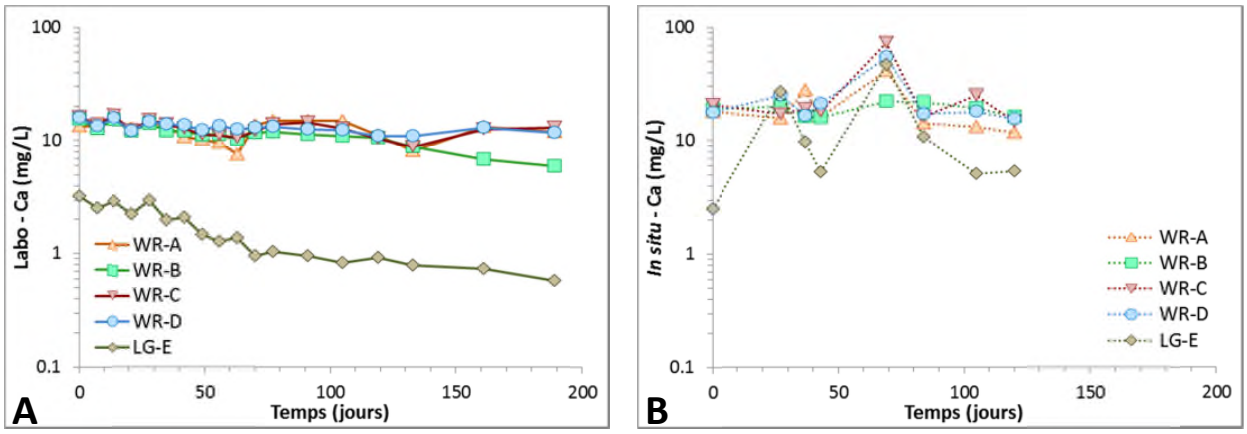


Figure 5.10 : Données ponctuelles – Calcium (A: laboratoire; B: *in situ*)

Magnésium

Le Mg est présent entre 0,82 et 2,96 % dans les échantillons sous forme d'amphibole et de chlorite (tableaux 4.3 et 4.4). Les données ponctuelles sont présentées à la figure 5.11. On remarque un effet d'échelle d'environ un ordre de grandeur supérieur pour les essais *in situ*. Certaines conditions présentes dans les essais *in situ* permettraient donc d'accentuer la dissolution de silicates tels que la chlorite. Puisque les conditions naturelles se rapprochent davantage des essais *in situ* que ceux de laboratoire, il est possible de supposer que l'apport de neutralisation fourni par certains silicates pourrait être sous-estimé lors des essais en laboratoire. Toutefois, il faut demeurer prudent avec cette supposition, car la contribution de ces silicates au potentiel de neutralisation n'a pas été étudiée dans le cadre de ce projet, et pourrait donc ne pas être significative comparativement à la contribution de la calcite. Cela est toutefois intéressant dans le cas d'un échantillon comme celui de minerai (LG-E) qui ne contient pas de carbonates.

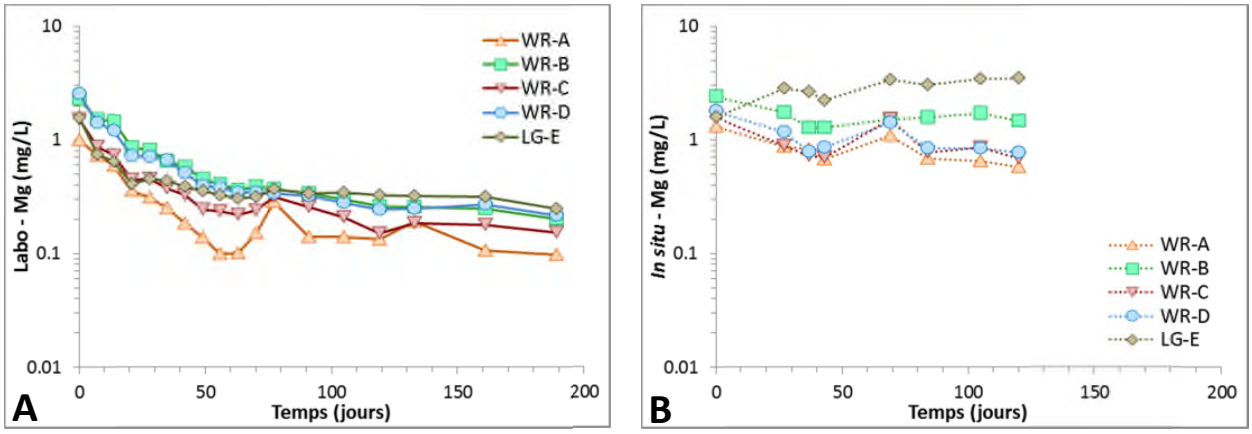


Figure 5.11 : Données ponctuelles – Magnésium (A: laboratoire; B: *in situ*)

Soufre

Les données ponctuelles de S sont présentées à la figure 5.12, en fonction d'une échelle logarithmique. Dans les lixiviats, le S est sous forme sulfate ou SO_4^{2-}, un produit de l'oxydation des sulfures. Un autre produit de cette réaction sont les ions H^+, responsables de l'augmentation de l'acidité de l'eau et de la baisse du pH une fois la capacité à neutraliser épuisée. Le suivi des concentrations en S est donc très important lors d'essais cinétiques. Dans les échantillons, le S est entièrement contenu dans des sulfures tels que la pyrite, la pyrrhotite et la chalcopyrite. La somme de tous ces sulfures représente entre 0,08 et 0,34 % (tableau 4.4). On remarque sur la figure 5.12 un effet d'échelle variant entre un et deux ordres de grandeur selon les échantillons. Les valeurs pour les échantillons WR-A, WR-B, WR-C et WR-D (roches stériles) sont stabilisées entre 0,1 et 1,0 mg/L pour les essais de laboratoire, et entre 1 et 10 mg/L pour les essais *in situ*. Quant à l'échantillon LG-E (minerai), les données d'essais en laboratoire sont stabilisées entre 0,1 et 0,5 mg/L comparativement à environ 10 mg/L pour les essais *in situ*, ce qui représente jusqu'à deux ordres de grandeur. Bien que supérieures dans les essais *in situ*, les données ponctuelles en S demeurent tout de même faibles en comparaison avec les valeurs atteignant quelques milliers de mg/L dans des cas de DMA intenses (Blowes *et al.*, 2003).

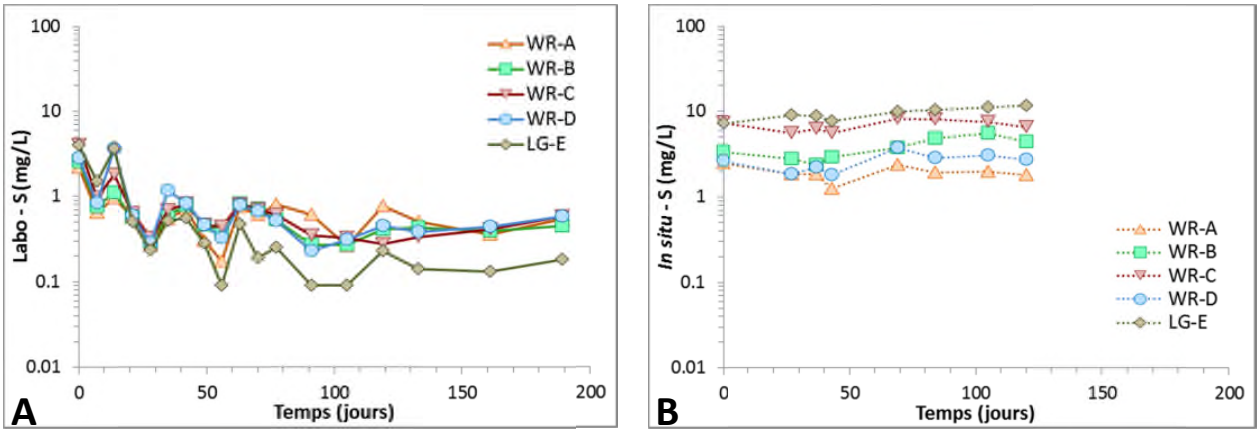


Figure 5.12 : Données ponctuelles – Soufre (A: laboratoire; B: *in situ*)

5.3.2.2 Données normalisées cumulées et taux de lixiviation

Les données ponctuelles sont aussi cumulées et normalisées afin d'évaluer l'effet d'échelle entre différents types d'essais. Pour cette étude, les données ont été comparées en normalisant en fonction de la masse, du volume, et de la surface spécifique. Seulement deux éléments ont été utilisés, soit le Ca et le S. Le Ca est représentatif des réactions de neutralisation par la calcite (et dans une quantité moindre de certains silicates), tandis que le S représente plutôt les réactions d'oxydation des sulfures. La comparaison à partir de ces deux éléments est également pertinente, puisque les valeurs sont généralement au-dessus de la limite de détection des analyses.

Les figures 5.13 et 5.14 présente respectivement les courbes cumulées normalisées du Ca et du S en fonction du temps. À partir de ces courbes, il a été possible d'obtenir les taux de lixiviation normalisés en fonction de la masse. Les taux ont été calculés à partir des données stabilisées, soit lorsque la pente est droite et qu'elle ne contient plus de point d'inflexion.

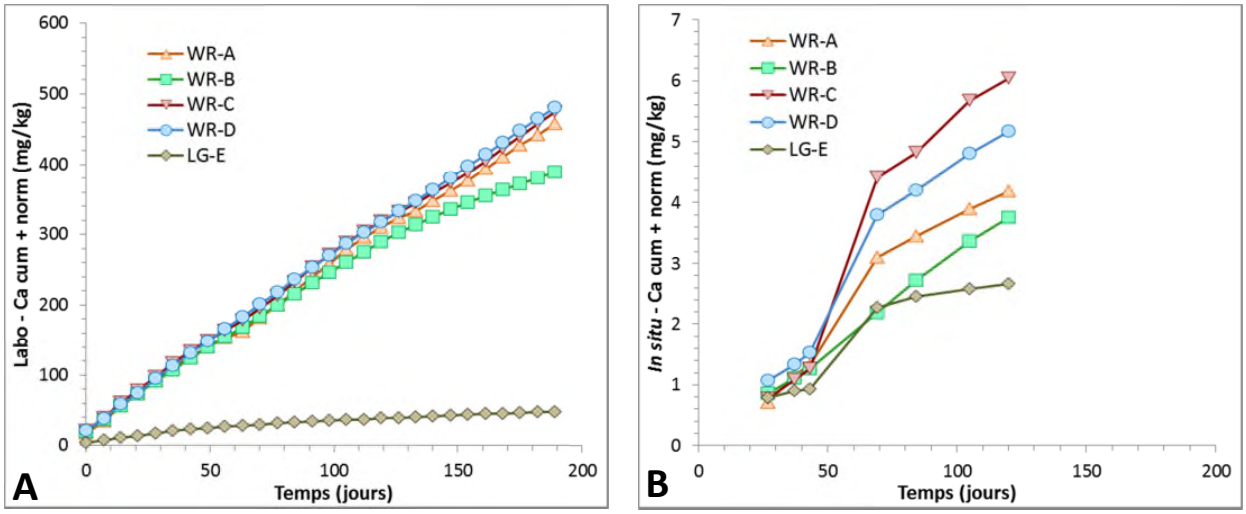


Figure 5.13 : Données cumulées normalisées selon la masse – Calcium (A: laboratoire; B: *in situ*)

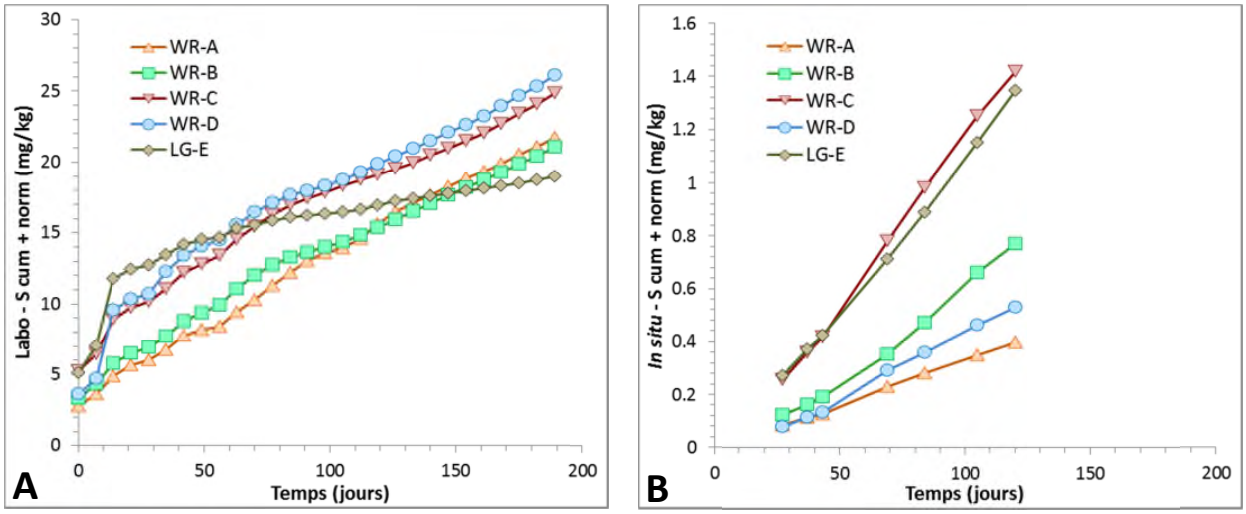


Figure 5.14 : Données cumulées normalisées selon la masse – Soufre (A: laboratoire; B: *in situ*)

Les données utilisées afin de normaliser en fonction du volume et de la surface spécifique, ainsi que les valeurs des ratios liquide/solide (LSR), sont fournies dans les tableaux 5.4 et 5.5. Pour les essais de laboratoire, le volume est calculé à partir de la masse mise dans la mini-cellule et des mesures de densités relatives, tandis que les surfaces spécifiques ont été mesurées au laboratoire (tableau 4.3). Pour les essais *in situ*, le volume varie entre 0,0795 et 0,0933 m^3. Quant à la surface spécifique, celle-ci a été estimée à l'aide d'une formule adaptée pour les matériaux granulaires (Chapuis et Légaré, 1992) telle que décrite à la section 3.2.1.

Tableau 5.4 : Paramètres et ratio liquide/solide pour les essais en laboratoire

Échantillon	**Densité (kg/m^3)**	**Masse (kg)**	**Volume (m^3)**	**Surface spécifique (m^2/kg)**	**LSR normalisé en fonction du volume ($L/m^3/j$)**	**LSR normalisé en fonction de la surface spécifique ($L/m^2/j$)**
WR-A	3033	0,067	$2,2 \times 10^{-5}$	324,4	647	$6,6 \times 10^{-4}$
WR-B	3185	0,067	$2,1 \times 10^{-5}$	334,5	679	$6,4 \times 10^{-4}$
WR-C	3027	0,067	$2,2 \times 10^{-5}$	246,7	645	$8,6 \times 10^{-4}$
WR-D	2945	0,067	$2,3 \times 10^{-5}$	272,3	628	$7,8 \times 10^{-4}$
LG-E	3887	0,067	$1,7 \times 10^{-5}$	534,6	829	$4,0 \times 10^{-4}$

Tableau 5.5 : Paramètres et ratio liquide/solide pour les essais *in situ*

Échantillon	**Densité (kg/m^3)**	**Masse (kg)**	**Volume (m^3)**	**Surface spécifique (m^2/kg)**	**LSR normalisé en fonction du volume ($L/m^3/j$)**	**LSR normalisé en fonction de la surface spécifique ($L/m^2/j$)**
WR-A	3033	241	0,080	0,0393	5,0	$4,2 \times 10^{-2}$
WR-B	3185	250	0,078	0,0421	5,1	$3,8 \times 10^{-2}$
WR-C	3027	241	0,080	0,0471	5,0	$3,5 \times 10^{-2}$
WR-D	2945	252	0,086	0,0588	4,7	$2,7 \times 10^{-2}$
LG-E	3887	363	0,093	0,2931	4,3	$3,8 \times 10^{-3}$

À partir des données cumulées normalisées, il est possible d'évaluer les taux de lixiviation du Ca et du S. Les taux obtenus, ainsi que le facteur entre les essais de laboratoire et les essais *in situ*, sont présentés dans les tableaux 5.6, 5.7 et 5.8.

Tableau 5.6 : Taux de lixiviation normalisés selon la masse

MASSE	**Ca (mg/kg/j)**			**S (mg/kg/j)**			**Ca/S**		
	Labo	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***
WR-A	2,32	0,022	107	0,082	0,003	24	28	6,3	4,5
WR-B	1,40	0,031	46	0,080	0,008	10	17	4,0	4,4
WR-C	2,36	0,033	71	0,084	0,013	6	28	2,6	11
WR-D	2,41	0,027	89	0,085	0,005	18	28	5,8	4,9
LG-E	0,18	0,007	24	0,028	0,012	2	6,3	0,6	10

Tableau 5.7 : Taux de lixiviation normalisés selon le volume

VOLUME	**Ca (mg/m^3/j)**			**S (mg/m^3/j)**			**Ca/S**		
	Labo	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***
WR-A	7023	65.5	107	249	10.4	24	28	6,3	4,5
WR-B	4447	97.6	46	256	24.5	10	17	4,0	4,4
WR-C	7131	100.8	71	254	39.5	6	28	2,6	11
WR-D	7110	80.3	89	251	13.8	18	28	5,8	4,9
LG-E	688	28.2	24	110	44.9	2	6,3	0,6	10

Tableau 5.8 : Taux de lixiviation normalisés selon la surface spécifique

SURFACE	**Ca (mg/m^2/j)**			**S (mg/m^2/j)**			**Ca/S**		
	Labo	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***	**Labo**	***in situ***	**Facteur Labo/*in situ***
WR-A	$7{,}1 \times 10^{-3}$	$5{,}5 \times 10^{-1}$	$1{,}3 \times 10^{-2}$	$2{,}5 \times 10^{-4}$	$8{,}7 \times 10^{-2}$	$2{,}9 \times 10^{-3}$	28	6,3	4,5
WR-B	$4{,}2 \times 10^{-3}$	$7{,}3 \times 10^{-1}$	$5{,}7 \times 10^{-3}$	$2{,}4 \times 10^{-4}$	$1{,}8 \times 10^{-1}$	$1{,}3 \times 10^{-3}$	17	4,0	4,4
WR-C	$9{,}5 \times 10^{-3}$	$7{,}1 \times 10^{-1}$	$1{,}3 \times 10^{-2}$	$3{,}4 \times 10^{-4}$	$2{,}8 \times 10^{-1}$	$1{,}2 \times 10^{-3}$	28	2,6	11
WR-D	$8{,}9 \times 10^{-3}$	$4{,}6 \times 10^{-1}$	$1{,}9 \times 10^{-2}$	$3{,}1 \times 10^{-4}$	$8{,}0 \times 10^{-2}$	$3{,}9 \times 10^{-3}$	28	5,8	4,9
LG-E	$3{,}3 \times 10^{-4}$	$2{,}5 \times 10^{-2}$	$1{,}3 \times 10^{-2}$	$5{,}3 \times 10^{-5}$	$3{,}9 \times 10^{-2}$	$1{,}3 \times 10^{-3}$	6,3	0,6	10

Pour le Ca normalisé selon la masse ou le volume, les taux de lixiviation sont de 24 à 107 plus élevés lors les essais en laboratoire. Pour le S, les facteurs varient entre 2 et 24 fois, toujours plus élevés pour les essais en laboratoire. Lorsque les données sont normalisées en fonction de la surface spécifique, la tendance s'inverse et les taux sont de 52 à 174 fois plus élevés pour le Ca, et de 255 à 815 fois plus élevés pour le S, et cela dans les essais *in situ*. Cette inversion est cohérente avec les valeurs de surface spécifique beaucoup plus élevées pour les essais en mini-cellules où la granulométrie est < 2 mm, alors que la fraction granulométrique < 2 mm dans les essais *in situ* est inférieure à 0,5 % de la masse totale pour les échantillons de roches stériles, et inférieure à 5 % pour l'échantillon de minerai. Peu importe la normalisation appliquée, le facteur du Ca/S oscille entre 4,4 et 11 pour tous les échantillons. Cela indique donc que les essais de laboratoire utilisés surestiment la dissolution des minéraux neutralisants et la lixiviation du Ca par rapport à la dissolution en réponse à l'oxydation des sulfures, un phénomène également observé dans le cas des stériles de la mine Lac Tio (Plante *et al.*, 2014).

En résumé, un effet d'échelle est présent entre les essais de laboratoire et les essais *in situ*, particulièrement lors de la comparaison des taux de lixiviation. Les principales caractéristiques qui influencent les essais sont la granulométrie des échantillons (et donc la surface spécifique) et le ratio liquide/solide : la granulométrie choisie a un impact direct sur la surface spécifique et sur la disponibilité des minéraux, alors que la quantité d'eau par rapport au solide a un impact sur leur dissolution. Des caractérisations minéralogiques ou chimiques de chaque fraction granulométrique pourraient être pertinentes afin de mieux décrire l'impact de la granulométrie, et donc du type d'essai, sur la réactivité des échantillons.

CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

6.1 Conclusions

La prédiction du DNC représente un défi pour l'industrie minière et des recherches sont menées afin de développer des méthodes adaptées à ce type de contamination. Dans certains types de rejets miniers, la génération de métaux peut être contrôlée par la sorption de ceux-ci par d'autres minéraux. Les sites de sorption ont toutefois une capacité limitée et, lorsque la saturation est atteinte, les métaux ne sont plus sorbés et se retrouvent dans les eaux de drainage. Il y a donc un délai avant la génération de métaux, et les essais de prédiction conventionnels ne permettent pas de tenir compte de cet effet de délai. La méthode présentée dans ce mémoire pourrait permettre de répondre à cette problématique. En ajoutant un agent complexant à l'eau de rinçage d'un essai cinétique, la sorption est inhibée puisque les métaux forment des complexes solubles et stables avec l'agent complexant. La méthode est en développement et nécessite des tests afin de déterminer un agent complexant adéquat, la concentration à utiliser dans les solutions de rinçage, et les conditions dans lesquelles doivent être réalisées les essais.

La présente étude s'est concentrée sur l'utilisation de deux agents complexants : l'EDTA et l'acide citrique, tous deux avec une concentration de 0,01 mol/L. Les essais en mini-cellule d'altération ont été effectués avec des échantillons de roches stériles et de minerai à basse teneur provenant du projet minier BlackRock situé à Chibougamau. Des essais en cellule humide ont également été réalisés avec un échantillon de résidu minier provenant du même projet. Des essais *in situ* ont été effectués sur le site du projet, mais l'objectif de ces essais fut plutôt de comparer l'effet d'échelle entre les essais de terrain et ceux de laboratoire. Les agents complexants n'ont pas été utilisés pour les essais *in situ*.

Lors des tests de caractérisation, il a été déterminé que les échantillons contiennent peu de sulfures (< 0,3 %) et que la minéralogie se compose principalement d'épidote, de chlorite, de plagioclase, d'amphibole, de mica, de quartz, ainsi que de magnétite et d'ilménite pour l'échantillon de minerai. Les sulfures identifiés sont la pyrite, la pyrrhotite et la chalcopyrite. Tous les échantillons, à l'exception de celui de minerai, contiennent des carbonates (calcite ou ankérite). Les analyses chimiques, dont le bilan acide-base, indiquent que les échantillons sont

potentiellement non-générateurs d'acide et que les concentrations en métaux sont aussi relativement faibles.

Les résultats des essais cinétiques obtenus au laboratoire ont été traités indépendamment selon le type d'essai. Pour ceux en mini-cellule d'altération, un suivi a été effectué sur les résultats en Ca, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, S et Zn. La tendance générale indique que les concentrations en métaux (Co, Cu, Mn, Ni et Zn) sont plus élevées en utilisant l'EDTA. L'acide citrique a également généré des concentrations plus élevées que lors des essais contrôles, à l'exception du Zn. Les valeurs de pH final plus élevées avec l'acide citrique portent à croire que le Zn aurait pu précipiter sous forme d'hydroxydes. Les concentrations en Ca, Fe, et Mg sont également de 2 à 6 fois plus élevées avec l'EDTA qu'avec l'acide citrique. Ces résultats sont représentatifs des capacités de complexation plus élevés de l'EDTA qu'avec l'acide citrique.

Les résultats obtenus avec les essais en cellule humide donnent des résultats similaires aux essais en mini-cellule d'altération. Toutefois, une augmentation des concentrations en Al, Fe et Mg a été relevée lors de ces essais. Cette augmentation pourrait être attribuée à la dissolution des grains de chlorite, soit en raison de la différence de granulométrie, ou de faiblesses dans le réseau cristallin de la chlorite créées lors des traitements métallurgiques, car il s'agit d'un échantillon de résidus miniers ayant subi plus de traitements que ceux des roches stériles ou de minerai.

Les taux de lixiviation du S et du Fe ont été calculés pour chaque essai. Pour les échantillons de roches stériles, autant lors des essais avec l'EDTA que ceux avec l'acide citrique, les ratios S/Fe sont semblables à ceux des sulfures présents et il est conclu que le S et le Fe présents dans les lixiviats proviennent bien de l'oxydation des sulfures. Cette correspondance n'a toutefois pas été possible pour l'échantillon de minerai, car les taux de lixiviation du Fe sont beaucoup plus élevés. La dissolution d'oxydes de fer tels que la magnétite ou l'ilménite, présents en grande quantité dans cet échantillon, est suspectée. L'absence de carbonates dans cet échantillon pourrait aussi expliquer le comportement géochimique différent. Quant à l'échantillon de résidus miniers, les taux de lixiviation correspondent à l'oxydation des sulfures pour l'essai avec l'EDTA. Avec l'acide citrique, il y a toutefois une lacune en Fe qui pourrait être associée à une précipitation du Fe sous forme d'hydroxydes.

Les taux de lixiviation du S ont aussi été comparés entre eux, car ils sont indicateurs de l'oxydation des sulfures. Les taux sont plus élevés avec l'utilisation d'agents complexants que

lors des essais contrôles. Ceci s'explique par la présence d'agents complexants en solution qui limitent la passivation des sulfures en empêchant la précipitation de minéraux secondaires. Les taux sont également plus élevés avec l'EDTA qu'avec l'acide citrique. Il est suspecté que l'acide citrique permettrait une passivation partielle des sulfures.

Un effet d'échelle a été démontré entre les essais en laboratoire et les essais *in situ*. Les taux de lixiviation du Ca et du S ont été comparés. Le ratio Ca/S est de 4,4 à 11 fois plus élevés lors des essais en laboratoire. Une surestimation de la lixiviation du Ca est donc produite en laboratoire. Les principaux facteurs qui influencent ces résultats sont la granulométrie des échantillons et le ratio liquide/solide des essais. Il n'a toutefois pas pu être vérifié si ce même effet d'échelle est présent avec l'utilisation d'agent complexant, car il n'a pas été possible d'effectuer d'essais modifiés avec ceux *in situ*.

6.2 Recommandations

Ce projet de recherche a permis de développer davantage les essais cinétiques modifiés par l'utilisation d'agent complexant afin de déterminer le potentiel de génération de DNC. Les essais ont été effectués sur plusieurs matériaux, et avec deux agents complexants différents (EDTA et acide citrique). Les résultats obtenus ont permis de cerner d'autres questionnements dans le développement de cette méthode qui pourront faire l'objet de recherches supplémentaires.

Plusieurs recommandations sont émises, autant pour des essais en laboratoire que *in situ*. Certaines portent spécifiquement sur l'utilisation d'acide citrique qui a démontré un potentiel intéressant lors de la présente étude :

- Diminuer le pH initial de la solution d'acide citrique afin de maintenir un pH qui ne se retrouve pas dans un intervalle où les hydroxydes sont susceptibles de précipiter.
- Tester l'acide citrique avec des matériaux contenant davantage de sulfures.
- Effectuer des tests avec des échantillons synthétiques, dont la minéralogie est connue et précise, pour définir le comportement géochimique de l'acide citrique avec différents types de minéraux.

D’autres recommandations sont également proposées et peuvent s’appliquer pour l’utilisation de n’importe quel agent complexant. À ce stade du développement de la méthode, il est d’ailleurs suggéré d’effectuer des tests avec d’autres agents complexants que l’EDTA et l’acide citrique :

- Utiliser des échantillons contenant des métaux qui forment des oxyanions, tel que l’As, afin de valider les capacités de complexation de différents agents complexants avec des métaux anioniques.
- Les essais avec des échantillons synthétiques sont recommandés pour tous les agents complexants afin de bien caractériser le comportement géochimique en présence de carbonates, silicates, oxydes, etc.
- Effectuer des caractérisations chimiques et minéralogiques post-démantèlement.
- Étudier particulièrement les phénomènes de passivation des sulfures en comparaison avec l’éventualité d’une accélération de l’oxydation des sulfures en ajoutant un agent complexant.
- Tester différents paramètres (granulométries/surfaces spécifiques, ratio liquide/solide) avec des essais en mini-cellules, afin de mesurer l’impact de ces paramètres sur les comportements géochimiques.
- Effectuer des tests de caractérisation chimique et minéralogique sur les différentes fractions granulométriques des échantillons afin d’étudier la répartition des sulfures et minéraux neutralisants.
- Effectuer des essais d’extraction sur les échantillons avant les essais cinétiques et post-démantèlement afin de déterminer les phases minérales sources des métaux.
- Faire des essais en colonnes et *in situ* avec l’utilisation d’agent complexant pour évaluer l’effet d’échelle avec cette méthode.
- Utiliser des échantillons provenant d’un site où des haldes à stériles sont déjà mises en place afin de comparer les résultats obtenus en laboratoire avec les résultats de qualité d’eau provenant des haldes. Idéalement un site où du DNC est identifié, comme celui de la mine Lac Tio, car il est alors possible de déterminer si les essais de laboratoire modifiés surestiment la lixiviation en métaux comparativement à la situation réelle. Cette

comparaison a été effectuée dans le cas des stériles de la mine Tio et des essais avec l'EDTA en laboratoire, et il est suggéré de privilégier ce type d'approche pour les prochains tests avec d'autres agents complexants.

- Mettre plus d'emphase sur les calculs d'équilibre thermodynamique en comparant avec d'autres logiciels et en étudiant davantage les réactions impliquées dans ces calculs.

Lors des essais réalisés dans le cadre du présent projet de recherche, il a été déterminé que la présence de calcite dans les échantillons avait un impact majeur sur les essais. Le Ca est un cation qui forme des complexes avec les agents complexants, surtout avec l'EDTA. Si l'agent complexant augmente la dissolution de la calcite afin de complexer avec le Ca, il y a aussi augmentation de la capacité de neutralisation par la génération de CO_3^{2-}. Dans les cas où la calcite passive les sulfures par la précipitation de gypse (sulfate de calcium), la présence d'agent complexant vient aussi inhiber cette réaction. Une attention particulière doit être accordée aux concentrations en Ca et à la présence de calcite dans les échantillons, car ce minéral influence grandement le comportement géochimique des essais avec agent complexant.

RÉFÉRENCES

Aiken, G.R., Thurman, E., Malcolm, R. et Walton, H.F. (1979). Comparison of XAD macroporous resins for the concentration of fulvic acid from aqueous solution. *Analytical Chemistry,* 51, 1799-1803.

Allard, G.O. (1967). *Quart Nord-Est du Canton de Rinfret, comté d'Abitibi-Est et de Roberval*. Rapport préliminaire R.P. no 567.

Allard, G.O., Caty, J.-L., Chown, E.H., Cimon, J., Gobeil, A. et Baker, D. (1979). *Stratigraphie et métallogénie de la région de Chibougamau*. Association géologique du Canada – Association minéralogique du Canada; congrès de 1979 à l'Université Laval, Québec; livret-guide pour l'excursion B-1, 95 pages.

Andrade, M.D., Prasher, S.O. et Hendershot, W.H. (2007). Optimizing the molarity of a EDTA washing solution for saturated-soil remediation of trace metal contaminated soils. *Environmental Pollution,* 147(3), 781-790.

APHA (1995). Standard methods for the examination of water and wastewater. *American Public Health Association, Washington, DC.*

Appelo, C. et Postma, D. (1996). Ion exchange and sorption. Dans: *Geochemistry, Groundwater and Pollution*. Balkema, 142-204.

ASTM (2013). D5744-13e1: Standard test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell.

ASTM (2014). D4892-14: Standard test method for density of solid pitch (Helium pycnometer method).

Astuti, W., Hirajima, T., Sasaki, K. et Okibe, N. (2016). Comparison of effectiveness of citric acid and other acids in leaching of low-grade Indonesian saprolitic ores. *Minerals Engineering,* 85, 1-16.

Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers. [CD-ROM]. *Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec*.

BBA (2013). *Feasibility study for the production of magnetite & ilmenite concentrates from the Southwest & Armitage pits, Chibougamau, Québec, Canada.* En collaboration avec SGS Geostat, Journeaux Assoc., Genivar et Lamont Inc., Rapport technique NI 43-101, 20 septembre 2013, 738 pages.

Begum, Z.A., Rahman, I.M.M., Tate, Y., Egawa, Y., Maki, T. et Hasegawa, H. (2012a). Formation and stability of binary complexes of divalent ecotoxic ions (Ni, Cu, Zn, Cd, Pb) with biodegradable aminopolycarboxylate chelants (dl-2-(2-carboxymethyl) nitrilotriacetic acid, GLDA, and 3-hydroxy-2,2′- iminodisuccinic acid, HIDS) in aqueous solutions. *Journal of Solution Chemistry,* 41(10), 1713-1728.

Begum, Z.A., Rahman, I.M.M., Tate, Y., Sawai, H., Maki, T. et Hasegawa, H. (2012b). Remediation of toxic metal contaminated soil by washing with biodegradable aminopolycarboxylate chelants. *Chemosphere,* 87(10), 1161-1170.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A.-M. et Archambault, M. (2004). Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environmental Geology,* 46**,** 1086-1101.

Blowes, D.W., Ptacek, C.J., Jambor, J.L. et Weisener, C.G. (2003). The geochemistry of acid mine drainage. Dans: Holland H.D., Turekian K.K. (eds), *Treatise on Geochemistry*, Ch 9.05. Pergamon, Oxford, pp. 149–204.

Borghi, E.B., Regazzoni, A.E., Maroto, A.J.G. et Blesa, M.A. (1989). Reductive dissolution of magnetite by solutions containing EDTA and FeII. *Journal of Colloid and Interface Science*, 130, 299-310.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B. et Plante, B. (2014a). Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. *Déchets Sciences et Techniques,* 66, 14-31.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B. et Plante, B. (2014b). Prediction of acid mine drainage: Importance of mineralogy and the test protocols for static and kinetic tests. *Mine Water and the Environment,* 33, 54-65.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B. et Plante, B. (2015). ASTM normalized humidity cell kinetic test: Protocol improvements for optimal sulfide tailings reactivity. *Mine Water and the Environment,* 34, 242-257.

Braunschweig, J., Klier, C., Schröder, C., Händel, M., Bosch, J., Totsche, K.U. et Meckenstock, R.U. (2014). Citrate influences microbial Fe hydroxide reduction via a dissolution-disaggregation mechanism. *Geochimica et Cosmochimica Acta,* 139, 434-446.

Brunauer, S., Emmett, P.H. et Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society,* 60, 309-319.

Budavari, S., O'Neil, M.J., Smith, A., Heckelman, P.E. et Kinneary, J.F. (1996). *The Merck Index: An encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals.* 12e ed., Merck Research Laboratories, Whitehouse Station, NJ.

Bussière, B. (2007). Colloquium 2004: Hydrogeotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geoenvironmental disposal approaches. *Canadian Geotechnical Journal,* 44, 1019-1052.

Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M. et Mbonimpa, M. (2004). A laboratory study of covers made of low-sulphide tailings to prevent acid mine drainage. *Environmental Geology,* 45, 609-622.

Bussière, B., Aubertin, M., Mbonimpa, M., Molson, J.W. et Chapuis, R.P. (2007). Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical Journal,* 44, 245-265.

Cappuyns, V. (2012). A critical evaluation of single extractions from the SMT program to determine trace element mobility in sediments. *Applied and Environmental Soil Science,* 2012, 1-15.

Caruccio, F.T. (1967). *Evaluation of factors influencing acid mine drainage production from various strata of the Allegheny group and the ground water interactions in slected areas of western Pennsylvania.* Ph.D. Thesis, Pennsylvania State University.

Castonguay, G. et Olivier, C.A. (1977). *Gisement de vanadium du MRN.* Centre de Recherches Minérales, Ministère des Richesses Naturelles.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) (2012). *Modes de conservation pour l'échantillonnage des eaux de surface.* Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs.

Chapuis, R.P. et Légaré, P.-P. (1992). A simple method for determining the surface area of fine aggregates and fillers in bituminous mixtures. Dans: *Effects of aggregates and mineral fillers on asphalt mixture performance.* ASTM International.

Chaturvedi, N., Dhal, N.K. et Patra, H.K. (2015). EDTA and citric acid-mediated phytoextraction of heavy metals from iron ore tailings using Andrographis paniculata: a comparative study. *International Journal of Mining, Reclamation and Environment,* 29, 33-46.

Chauhan, G., Pant, K.K. et Nigam, K.D.P. (2015). Chelation technology: A promising green approach for resource management and waste minimization. *Environmental Sciences: Processes and Impacts,* 17, 12-40.

Chown, E.H., Daigneault, R., Mueller, W. et Pilote, P. (1998). Partie A – Environnement géologique de l'extrémité orientale de la sous-province de l'Abitibi. Dans: *Géologie et métallogénie du district minier de Chapais-Chibougamau : nouvelle vision du potentiel de découverte.* Livret-guide d'excursion, éd. Pierre Pilote, DV 98-03, 189 pages.

Cravotta III, C.A. (2008). Dissolved metals and associated constituents in abandoned coal-mine discharges, Pennsylvania, USA. Part 2: geochemical controls on constituent concentrations. *Applied Geochemistry,* 23, 203-226.

Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M. et González, I. (2001). Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. *Applied geochemistry,* 16, 803-819.

Daigneault, R. et Allard, G.O. (1990). *Le Complexe du Lac Doré et son environnement géologique (Région de Chibougamau – sous-province de l'Abitibi)*. Ministère de l'Énergie et des Ressources du Québec, MM89-03, 290 pages.

De Araújo, J.d.C.T. et Do Nascimento, C.W.A. (2010). Phytoextraction of lead from soil from a battery recycling site: The use of citric acid and NTA. *Water, Air, and Soil Pollution,* 211(1), 113-120.

Declercq, J., Bosc, O. et Oelkers, E.H. (2013). Do organic ligands affect forsterite dissolution rates? *Applied Geochemistry,* 39, 69-77.

Deer, W.A., Howie, R.A. and Zussman, J. (1992). *An introduction to the rock-forming minerals*. 2e ed. Pearson Prentice Hall, 696 p.

Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M. et Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering,* 21, 317-329.

Demers, I., Bussière, B., Aachib, M. et Aubertin, M. (2011). Repeatability evaluation of instrumented column tests in cover efficiency evaluation for the prevention of acid mine drainage. *Water, Air, & Soil Pollution,* 219, 113-128.

Demers, I., Molson, J., Bussière, B. et Laflamme, D. (2013). Numerical modeling of contaminated neutral drainage from a waste-rock field test cell. *Applied geochemistry,* 33, 346-356.

Dermont, G., Bergeron, M., Mercier, G. et Richer-Laflèche, M. (2008). Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. *Journal of Hazardous Materials,* 152(1), 1-31.

Di Palma, L. et Mecozzi, R. (2007). Heavy metals mobilization from harbour sediments using EDTA and citric acid as chelating agents. *Journal of Hazardous Materials,* 147(3), 768-775.

Duquène, L., Vandenhove, H., Tack, F., Meers, E., Baeten, J. et Wannijn, J. (2009). Enhanced phytoextraction of uranium and selected heavy metals by Indian mustard and ryegrass using biodegradable soil amendments. *Science of the Total Environment,* 407(5), 1496-1505.

Entraco (2011). *Étude d'impact sur l'environnement et le milieu social, Exploitation du gisement de fer – Complexe géologique du lac Doré.* Volume I (Chapitres 1 à 7), 266 pages.

Éthier, M.-P. (2011). *Évaluation du comportement géochimique en conditions normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine Raglan.* Mémoire de maîtrise en génie minéral, École Polytechnique de Montréal.

Evangelou, M.W.H., Ebel, M. et Schaeffer, A. (2007). Chelate assisted phytoextraction of heavy metals from soil. Effect, mechanism, toxicity, and fate of chelating agents. *Chemosphere,* 68(6), 989-1003.

Evans, K.A., Watkins, D.C. et Banwart, S.A. (2006). Rate controls on the chemical weathering of natural polymineralic material. II. Rate-controlling mechanisms and mineral sources and sinks for element release from four UK mine sites, and implications for comparison of laboratory and field scale weathering studies. *Applied Geochemistry*, 21, 377-403.

Frostad, S., Klein, B. et Lawrence, R.W. (2002). Evaluation of laboratory kinetic test methods for measuring rates of weathering. *Mine water and the environment,* 21, 183-192.

Garrabrants, A.C. et Kosson, D.S. (2000). Use of a chelating agent to determine the metal availability for leaching from soils and wastes. *Waste Management,* 20(2), 155-165.

Gobeil, A. et Racicot, D. (1983). *Carte lithostratigraphique de la région de Chibougamau*. Ministère de l'Énergie et des Ressources, MM83-02, 21 pages.

Golubev, S.V. et Pokrovsky, O.S. (2006). Experimental study of the effect of organic ligands on diopside dissolution kinetics. *Chemical Geology,* 235(3), 377-389.

Golubev, S.V., Bauer, A. et Pokrovsky, O.S. (2006). Effect of pH and organic ligands on the kinetics of smectite dissolution at 25°C. *Geochimica et Cosmochimica Acta,* 70(17), 4436-4451.

Gunsinger, M., Ptacek, C., Blowes, D., Jambor, J. et Moncur, M. (2006). Mechanisms controlling acid neutralization and metal mobility within a Ni-rich tailings impoundment. *Applied Geochemistry*, 21, 1301-1321.

Hauser, L., Tandy, S., Schulin, R. et Nowack, B. (2005). Column extraction of heavy metals from soils using the biodegradable chelating agent EDDS. *Environmental Science & Technology,* 39(17), 6819-6824.

Heikkinen, P.M. et Räisänen, M.L. (2008). Mineralogical and geochemical alteration of Hitura sulphide mine tailings with emphasis on nickel mobility and retention. *Journal of Geochemical Exploration*, 97, 1-20.

Heikkinen, P.M., Räisänen, M.L. et Johnson, R.H. (2009). Geochemical characterisation of seepage and drainage water quality from two sulphide mine tailings impoundments: acid mine drainage versus neutral mine drainage. *Mine Water and the Environment*, 28, 30-49.

Hofrichter, M. et Steinbüchel, A. (2001). Biopolymers, Vol.1. Dans: *Lignin, Humic Substances and Coal*. Weinheim, New York: Wiley Europe-VCH.

Holmström, H., Salmon, U.J., Carlsson, E., Petrov, P. et Öhlander, B. (2001). Geochemical investigations of sulfide-bearing tailings at Kristineberg, northern Sweden, a few years after remediation. *Science of the Total Environment*, 273, 111-133.

Huheey, J.E., Keiter, E.A. et Keiter R.L. (2000). *Chimie inorganique.* De Boeck Supérieur.

Jagetiya, B. et Sharma, A. (2013). Optimization of chelators to enhance uranium uptake from tailings for phytoremediation. *Chemosphere,* 91(5), 692-696.

Jean, L., Bordas, F. et Bollinger, J.C. (2007). Chromium and nickel mobilization from a contaminated soil using chelants. *Environmental Pollution,* 147(3), 729-736.

Jean-Soro, L., Bordas, F. et Bollinger, J.C. (2012). Column leaching of chromium and nickel from a contaminated soil using EDTA and citric acid. *Environmental Pollution*, 164, 175-181.

Johnson, R., Blowes, D., Robertson, W. et Jambor, J. (2000). The hydrogeochemistry of the Nickel Rim mine tailings impoundment, Sudbury, Ontario. *Journal of Contaminant Hydrology*, 41, 49-80.

Joseph, S., Visalakshi, G., Venkateswaran, G., Moorthy, P.N. (1996). Dissolution of Haematite in Citric Acid-EDTA-Ascorbic Acid Mixtures. Journal of Nuclear Science and Technology 33, 479-485.

Kirpichtchikova, T.A., Manceau, A., Spadini, L., Panfili, F., Marcus, M.A. et Jacquet, T. (2006). Speciation and solubility of heavy metals in contaminated soil using X-ray microfluorescence, EXAFS spectroscopy, chemical extraction, and thermodynamic modeling. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 70(9), 2163-2190.

Knepper, T.P. (2003). Synthetic chelating agents and compounds exhibiting complexing properties in the aquatic environment. *Trends in Analytical Chemistry*, 22(10), 708-724.

Labbé, J.-C. et Mexmain, J. (2001). *Traité général de chimie : chimie des solutions aqueuses, électrochimie.* Paris : Ellipses.

Lamont (2013). *Caractérisation géochimique des résidus miniers, du minerai et des stériles, Projet BlackRock, Chibougamau, Québec, Canada*. Préparé par Lamont expert-conseil pour Métaux BlackRock Inc. Mai 2013, 36 pages + annexes.

Lawrence, C., Harden, J. et Maher, K. (2014). Modeling the influence of organic acids on soil weathering. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 139, 487-507.

Lawrence, R.W. et Wang, Y. (1997). Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. *Proceedings of the fourth international conference on acid rock drainage*, 451-464.

Leštan, D., Luo, C.L. et Li, X.D. (2008). The use of chelating agents in the remediation of metal-contaminated soils: A review. *Environmental Pollution*, 153(1), 3-13.

Liang, L., Hofmann, A., Gu, B. (2000). Ligand-induced dissolution and release of ferrihydrite colloids. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 64, 2027-2037.

Lim, T.T., Tay, J.H. et Wang, J.Y. (2004). Chelating-agent-enhanced heavy metal extraction from a contaminated acidic soil. *Journal of Environmental Engineering*, 130(1), 59-66.

Lo, I.M.C., Tsang, D.C.W., Yip, T.C.M., Wang, F. et Zhang, W. (2011). Significance of metal exchange in EDDS-flushing column experiments. *Chemosphere*, 83(1), 7-13.

Martell, A.E. et Smith, R.M. (2004). *NIST standard reference database 46, version 8.0. NIST critically selected stability constants of metal complexes database*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, USA.

Mattigod, S., Sposito, G. et Page, A. (1981). Factors affecting the solubilities of trace metals in soils. *Chemistry in the soil environment*, 203-221.

McGregor, R., Blowes, D., Jambor, J. et Robertson, W. (1998). Mobilization and attenuation of heavy metals within a nickel mine tailings impoundment near Sudbury, Ontario, Canada. *Environmental Geology*, 36, 305-319.

MDDEP (1998). *Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés (PPSRTC).* Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs, juin 1998. Consulté le 29 janvier 2013.

MDDEP (2012). *Directive 019 sur l'industrie minière.* Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs, 105 p.

MEND (1991). Report 1.16.1b: Acid rock drainage prediction manual. *Natural Resources Canada*.

MEND (1993). Report 1.32.1: Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective. *Natural Resources Canada*.

MEND (2004). Report 10.1: Review of water quality issues in neutral pH drainage: Examples and emerging priorities for the mining industry in Canada. *Natural Resources Canada*.

MEND (2009). Report 1.20.1: Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geological materials. *Natural Resources Canada*.

Merkus, H.G. (2009). *Particle size measurements: fundamentals, practice, quality.* Springer Science & Business Media.

Métaux BlackRock (2012). *Description du projet, Projet minier de Métaux BlackRock, Exploitation du gisement de fer au complexe géologique du lac Doré*. Septembre 2012, 68 pages.

Métaux BlackRock (2014). *Évaluation des solutions de rechange pour l'entreposage des déchets miniers, Projet BlackRock, Chibougamau, Québec, Canada.* Préparé en collaboration avec Lamont Inc., Golder Associés et Genivar, 402 pages.

Morin, K.A. et Hutt, N.M. (2001). *Environmental geochemistry of minesite drainage: Practical theory and case studies*. Digital Edition. Vancouver, British Columbia, Canada: MDAG Publishing.

Nowack, B. et Vanbriesen, J. (2005). Chelating agents in the environment. Dans: Nowack, B. et Vanbriesen, J. (eds.) *Biogeochemistry of Chelating Agents.* Washington DC: ACS Symposium Series.

OECD (2001). Citric acid CAS N°: 77-92-9. Dans: *OECD Screening Information Data Set (SIDS) for High Production Volume Chemicals.* London: UNEP Publications.

OQLF (2012). *Le grand dictionnaire terminologique (GDT).* Office québécois de la langue française, Gouvernement du Québec. Consulté sur http://www.granddictionnaire.com/

Pépin, G. (2009). *Évaluation du comportement géochimique de stériles potentiellement générateurs de drainage neutre contaminé à l'aide de cellules expérimentales in situ.* Mémoire de maîtrise en génie minéral, École Polytechnique de Montréal.

Peters, R.W. (1999). Chelant extraction of heavy metals from contaminated soils. *Journal of Hazardous Materials,* 66(1), 151-210.

Pinto, I.S., Neto, I.F. et Soares, H.M.V.M. (2014). Biodegradable chelating agents for industrial, domestic, and agricultural applications - a review. *Environmental Science and Pollution Research,* 21(20), 11893-11906.

Plante, B. (2014). *Hydrogéochimie environnementale dans un contexte minier, Séance 1: présentations Power Point.* Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Institut de Recherche en Mines et Environnement, Cours GNM1017, séance du 27 août 2014.

Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., Biesinger, M.C. and Pratt, A.R. (2010). Study of Ni sorption onto Tio mine waste rock surfaces. *Applied Geochemistry*, 25, 1830-1844.

Plante, B., Benzaazoua, M. et Bussière, B. (2011a). Predicting geochemical behaviour of waste rock with low acid generating potential using laboratory kinetic tests. *Mine Water and the Environment,* 30, 2-21.

Plante, B., Benzaazoua, M. et Bussière, B. (2011b). Kinetic testing and sorption studies by modified weathering cells to characterize the potential to generate contaminated neutral drainage. *Mine Water and the Environment,* 30, 22-37.

Plante, B., Bussière, B. et Benzaazoua, M. (2014). Lab to field scale effects on contaminated neutral drainage prediction from the Tio mine waste rocks. *Journal of Geochemical Exploration,* 137, 37-47.

Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., Kandji, E.-H.-B., Chopard, A. et Bouzahzah, H. (2015). Use of EDTA in modified kinetic testing for contaminated drainage prediction from waste rocks: case of the Lac Tio mine. *Environmental Science and Pollution Research,* 22(10), 7882-7896.

Price, W.A., Morin, K. and Hutt, N. (1997). Guidelines for the Prediction of Acid Rock Drainage and Metal Leaching for Mines in British Columbia: Part II - Recommended Procedures for Static and Kinetic Testing, *Proc. 4th International Conference on Acid Rock Drainage*, Vancouver, BC, 15-30.

Qiu, R., Zou, Z., Zhao, Z., Zhang, W., Zhang, T., Dong, H. et Wei, X. (2010). Removal of trace and major metals by soil washing with Na_2EDTA and oxalate. *Journal of Soils and Sediments,* 10(1), 45-53.

Rietveld, H.M. (1993). *The Rietveld method.* Oxford University Press, Oxford, UK.

Ringbom, A. (1967). *Les complexes en chimie analytique : comment choisir rationnellement les meilleures méthodes d'analyse complexométrique.* Paris : Dunod.

Sapsford, D.J., Bowell, R.J., Dey, M. and Williams, K.P. (2009). Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. *Minerals Engineering*, 22, 25-36.

Scordia, H. (2006). *Chimie générale: présentations Power Point.* BTS Chimie, L.R.S., Le Havre. Consulté le 7 juillet 2015 sur http://hscordia.free.fr/Cours/Complexation/Cours%20 Equilibres%20de%20complexation.htm

Scheckel, K.G. et Sparks, D.L. (2001). Dissolution kinetics of nickel surface precipitates on clay mineral and oxide surfaces. *Soil Science Society of America Journal*, 65, 685-694.

Shahid, M., Austruy, A., Echevarria, G., Arshad, M., Sanaullah, M., Aslam, M., Nadeem, M., Nasim, W. et Dumat, C. (2014). EDTA-Enhanced Phytoremediation of Heavy Metals: A Review. *Soil and Sediment Contamination*, 23(4), 389-416.

Sobek, A.A., Schuller, W.A., Freeman, J.R. et Smith, R.M. (1978). *Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils.* EPA-600/2-78-054.

SRK (1989). *Draft acid rock drainage technical guide*. BCAMD Task Force, 1.

Sverdrup, H.U. (1990). *The kinetics of base cation release due to chemical weathering.* Lund University Press, Lund.

Tsang, D.C.W. et Hartley, N.R. (2014). Metal distribution and spectroscopic analysis after soil washing with chelating agents and humic substances. *Environmental Science and Pollution Research*, 21(5), 3987-3995.

USEPA (1999). *Visual MINTEQ*. Metal speciation equilibrium model for surface and ground water, version 3.0.

Villeneuve, M. (2004). *Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques.* Mémoire de maîtrise en génie minéral, École Polytechnique de Montréal.

Villeneuve, M., Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M. et Monroy, M. (2003). The influence of kinetic test type on the geochemical response of low acid generating potential tailings. *Proc. Tailings and Mine Waste 2003*, 269-279.

Villeneuve, M., Bussière, B., Benzaazoua, M. et Aubertin, M. (2009). Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. *8th International Conference on Acid Rock Drainage,* Skelleftea, Sweden.

Voglar, D. et Leštan, D. (2012). Electrochemical treatment of spent solution after EDTA-based soil washing. *Water Research,* 46(6), 1999-2008.

Wasay, S.A., Barrington, S. et Tokunaga, S. (2001). Organic acids for the in situ remediation of soils polluted by heavy metals: Soil flushing in columns. *Water, Air, and Soil Pollution,* 127(1-4), 301-314.

White III, W.W. et Lapakko, K.A. (2000). Preliminary indications of repeatability and reproducibility of the ASTM 5744-96 kinetic test for drainage pH and sulfate release rate. *Fifth International Conference on Acid Rock Drainage,* Littleton, Colorado.

Wolf, M., Buckau, G. et Geyer, S. (2004). Isolation and characterization of new batches of Gohy-573 humic and fulvic acids. Dans: Buckau, G. (ed.) *Humic Substances in Performance Assessment of Nuclear Waste Disposal: Actinide and Iodine Migration in the Far-Field*. Second technical progress report.

Yan, D.Y.S. et Lo, I.M.C. (2012). Pyrophosphate coupling with chelant-enhanced soil flushing of field contaminated soils for heavy metal extraction. *Journal of Hazardous Materials,* 199, 51-57.

Yun, S.M., Kang, C.S., Kim, J. et Kim, H.S. (2015). Evaluation of soil flushing of complex contaminated soil: An experimental and modeling simulation study. *Journal of Hazardous Materials,* 287, 429-437.

Zhang, W. et Tsang, D.C.W. (2013). Conceptual framework and mathematical model for the transport of metal-chelant complexes during in situ soil remediation. *Chemosphere,* 91(9), 1281-1288.

Zhang, W., Tsang, D.C.W., Chen, H. et Huang, L. (2013). Remediation of an electroplating contaminated soil by EDTA flushing: Chromium release and soil dissolution. *Journal of Soils and Sediments,* 13(2), 354-363.

Zou, Z., Qiu, R., Zhang, W., Dong, H., Zhao, Z., Zhang, T., Wei, X. et Cai, X. (2009). The study of operating variables in soil washing with EDTA. *Environmental Pollution,* 157(1), 229-236.

Zumdahl, S.S. (1999). C*himie des solutions.* De Boeck Supérieur.

ANNEXES

ANNEXE A – PROTOCOLES DE TERRAIN

Deux protocoles ont été élaborés dans le cadre de ce projet de recherche. Ils ont été rédigés par l'auteure de ce mémoire, et ont été appliqués sur le terrain par des employés de la compagnie MBR. L'objectif de ces protocoles était d'assurer un contrôle de qualité sur les méthodes appliquées lors de l'échantillonnage.

Le premier protocole porte sur l'échantillonnage et la préparation des roches stériles.

Le second protocole décrit les étapes nécessaires lors de l'échantillonnage des lixiviats provenant des essais en barils.

Projet de maîtrise – Maude Lévesque Michaud

Planification du terrain été 2014 – Métaux BlackRock (MBR) à Chibougamau

Protocole d'échantillonnage et de préparation

1) Repérer l'intervalle de carotte de forage ciblé pour l'échantillon.
2) Prendre en note une brève description de l'intervalle (lithologie, couleur, minéralogie, altération, présence de sulfures et/ou carbonates).
3) Transférer l'intervalle dans des boîtes de carottes vides et propres (les mêmes boîtes peuvent être utilisées pour les intervalles d'un même échantillon, mais il est important de changer entre les échantillons).
4) Brocher une étiquette en aluminium au début de l'intervalle avec les informations de l'échantillon dans la boîte de carotte originale qui retourne dans la carothèque.
5) Déposer les boîtes avec l'intervalle sur une bâche afin de limiter la contamination.
6) Prendre l'intervalle en photo avec les informations de celui-ci inscrit sur un tableau (ça permet de bien identifier l'intervalle même si le nom de la photo est modifié).
7) Prélever un échantillon d'environ 30 cm qui est représentatif de l'intervalle (témoin). Mettre celui-ci dans un sac en plastique bien identifié et fermer le sac à l'aide d'une attache (tyrap).
8) Casser le restant de l'intervalle à l'aide d'une petite masse ou d'un marteau en tentant d'obtenir des morceaux inférieurs à 8 cm.
9) Accumuler les morceaux sur une bâche.
10) Lorsque les dix intervalles ont été pris, mélanger les morceaux accumulés sur la bâche.
11) Mettre les morceaux dans des seaux en plastique propres en prenant bien soin de conserver également les particules plus fines.
12) Mélanger les morceaux de façon aléatoire en transférant ceux-ci dans différents seaux. Transférer le matériel au moins cinq fois.
13) Identifier deux seaux au nom de l'échantillon et les refermer à l'aide d'un couvercle étanche. Ces seaux seront envoyés au labo.
14) Les autres seaux sont transférés dans un baril de 40 gallons de façon aléatoire. Ne pas oublier de remplir le fond du baril de sable de silice avant de mettre les roches.

Exemple d'étiquette d'identification :

UQAT-IRME		
No d'échantillon		Lithologie
De	À	

Projet de maîtrise – Maude Lévesque Michaud Septembre 2014

Échantillons d'eau dans les essais *in situ* – Métaux BlackRock (MBR) à Chibougamau

Protocole pour les échantillons d'eau

Matériel :
- 5 bouteilles de 1L
- 5 bouteilles de 125ml
- 5 tasses à mesurer ou autre contenant permettant de récupérer l'eau dans les récipients collecteurs
- eau déionisée
- pH-mètre

1) Identifier les bouteilles avec le nom d'échantillon (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D ou LG-E) et la date d'échantillonnage à l'aide d'un marqueur.
2) Évaluer approximativement le volume d'eau accumulée dans chaque récipient collecteur et le prendre en note (on peut noter seulement la hauteur en centimètres). *Attention en soulevant la toile en plastique de ne pas répandre d'eau ni de poussières sur les récipients collecteurs.*
3) Mettre des gants de nitrile dès qu'on débute les manipulations avec les échantillons d'eau.
4) Mesurer le pH dans chaque récipient collecteur à l'aide du pH-mètre de terrain. Noter le pH et la température relevée sur le pH-mètre. *Mélanger l'eau en remuant légèrement le récipient collecteur. Très important de rincer la partie du pH-mètre qui a été en contact avec l'échantillon d'eau avec de l'eau déionisée entre chaque échantillon.*
5) À l'aide d'une tasse à mesurer propre, prélever l'échantillon d'eau et le transférer dans les bouteilles de 1L et de 125ml. *Très important de ne jamais mettre les bouteilles directement dans l'eau. La bouteille de 125ml contient un agent de conservation qui ne doit pas être dilué.*

** Il y a une bouteille de 1L et une bouteille de 125ml à remplir pour chaque échantillon d'eau.*

** Changer de tasse pour chaque échantillon d'eau.*

6) Bien refermer les bouteilles et les placer à l'intérieur de la glacière avec des « ice-packs » afin de garder les échantillons d'eau au froid. S'il doit y avoir une période de délai avant l'envoi, idéalement placer les bouteilles dans un réfrigérateur. *Privilégier les bouteilles de 1L directement à côté des « ice-packs ».*
7) Envoyer la glacière par autobus à Rouyn-Noranda. Mettre une copie des mesures de volumes, pH et température également dans la glacière ainsi que les tasses à mesurer et la bouteille d'eau déionisée (s'il reste de la place).
8) La glacière sera renvoyée avec les « ice-packs », les tasses à mesurer propres et la bouteille d'eau déionisée pleine également par autobus*. Il ne faut jamais nettoyer ce qui sert à l'échantillonnage avec de l'eau du robinet.*

** Une fois les échantillons d'eau pris dans les récipients collecteurs, il faut vider ce qu'il reste dans le récipient pour que le prochain échantillon ne soit pas dilué dans le précédent. Utiliser la pompe à sauce (cuisine) pour enlever ce qu'il restera dans le fond qui ne peut pas être enlevé avec la tasse à mesurer.*

ANNEXE B – ÉCHANTILLONS DE ROCHES STÉRILES

L'annexe B contient les descriptions de chaque intervalle de carottes de forage ayant été prélevé pour les échantillons composites. Des photographies de chaque intervalle sont également présentées. Les noms d'échantillons utilisés à l'été 2014 ont été légèrement modifiés à la suite du projet. Cette annexe contient toutefois les anciens noms sur les photographies, et c'est pourquoi les deux noms utilisés sont indiqués dans les tableaux.

MLM14-A → WR-A

MLM14-B → WR-B

MLM14-C → WR-C

MLM14-D → WR-D

Les abréviations géologiques utilisées sont décrites dans la légende ci-dessous.

Tableau B.1 : Légende des descriptions géologiques

Minéraux et altérations			**Unités lithologiques**	
AM	Amphibole		ANO	Anorthosite
BO	Biotite		DIA	Diabase
CB	Carbonate		DIO	Diorite
CC	Calcite		GAB	Gabbro
CL	Chlorite		GAN	Gabbro anorthositique
CP	Chalcopyrite		GRA	Granitoïde
EP	Épidote		PYX	Pyroxénite
FP	Feldspath		QFP	Porphyre à quartz-feldspath
GR	Grenat			
HB	Hornblende			
HM	Hématite		**Degré d'altération (CL, EP, SR, SI, K, HM)**	
INCor	Minéral inconnu orange			
K	Potassique		+	Présente
MG	Magnétite		++	Importante
MI	Mica		+++	Très importante
min.acc.	Minéraux accessoires			
MV	Muscovite			
PH	Phlogopite			
PO	Pyrrhotite		**Autres termes**	
PX	Pyroxène		tr	Traces de
PY	Pyrite		mmque	millimétrique
QZ	Quartz			
SF	Sulfure			
SI	Silicifié			
SR	Séricite			

Tableau B.2 : Descriptions de l'échantillon WR-A

ID	Forage	De	À	Lithologie	Minéralogie	Description
MLM14-A-01 (WR-A-01)	AE-04-02	318	324	Anorthosite	80%FP 10%MI(SR-MV) 5%PX 5%CL	ANO vert pâle et beige, grains grossiers, CL+, SR+, trGR, pas de sulfure observé.
MLM14-A-02 (WR-A-02)	AE-12-02	324	330	Gabbro anorthositique	60%FP 30%CL-PX 10%MI(MV-PH)	GAN vert foncé, grains moyens, CL+++, K++ localement, EP+, PX très chloritisé, quelques FP rosé (altéré K++), trPY disséminée et souvent oxydée, trINCor minéral orangé mmque et disséminé.
MLM14-A-03 (WR-A-03)	AE-16-03	135	141	Gabbro anorthositique	70%FP 20%CL-PX 5%MI(MV-SR) 5%QZ-CC-min.acc.	Décrit comme GAN mais ressemble plus à ANO, ANO vert foncé et vert beige, grains grossiers, amas et veinules de QZ blanc et CC, 1%PY de 1 à 3mm et disséminée, trGR rouge-orangé mmque et disséminé, 1%INCor disséminé (variété de grenat?).
MLM14-A-04 (WR-A-04)	AE-20-03	108	114	Anorthosite	80%FP 10%CL-PX 10%MI(SR-MV)-min.acc.	ANO vert pâle, grains grossiers, CL+, SR+, EP+, K+ et HM+ localement ou dans les plans de fractures, trPY 1 à 5mm, 1%GR de 1 à 2mm disséminé.
MLM14-A-05 (WR-A-05)	AE-28-03	90	96	Anorthosite	70%FP 25%CL-PX 5%MV-min.acc.	ANO vert foncé, grains grossiers, CL+++, EP+ des FP, veines de 0,5 à 4cm de QZ-CC, trPY et trCP disséminée, 2%GR rose mmque.
MLM14-A-06 (WR-A-06)	SW-04-03	120	126	Anorthosite	85%FP 10%PX-CL 5%SR-min.acc.	ANO vert foncé et vert pâle, grains grossiers, alternance CL+++ et EP+, K+ localement, trPY mmque disséminée, trGR mmque disséminé, zones altérées par fluides avec présence de carbonates qui forment des petites géodes.
MLM14-A-07 (WR-A-07)	SW-09-03	81	87	Anorthosite	75%FP 25%PX-CL	Décrit comme ANO mais plus GAN, GAN vert foncé, grains moyens, CL+++, trPY mmque très rare, unité homogène mais très CL+++.
MLM14-A-08 (WR-A-08)	SW-12-02	300	306	Anorthosite	60%FP 35%CL-PX 5%MI(MV-PH)-min.acc.	Décrit comme ANO mais plus GAN, GAN vert foncé, grains moyens, CL+++, trPY et CP de 1 à 3mm et disséminée, trGR, très altéré, petit dyke de 25cm de DIA.
MLM14-A-09 (WR-A-09)	SW-21-01	204	210	Anorthosite	75%FP 20%CL-PX 5%min.acc.	ANO vert moyen, grains moyens, CL++, EP+, trPY mmque disséminée, 2%INCor 1 à 2mm disséminé, zone minéralisée en MG de 5cm.
MLM14-A-10 (WR-A-10)	SW-22-03	51	57	Anorthosite	90%FP 10%CL	ANO vert pâle, grains grossiers, CL+, SR+, SI+, trGR, pas de sulfure observé.

Figure B.1 : Intervalle MLM14-A-01 (WR-A-01)

Figure B.2 : Intervalle MLM14-A-02 (WR-A-02)

Figure B.3 : Intervalle MLM14-A-03 (WR-A-03)

Figure B.4 : Intervalle MLM14-A-04 (WR-A-04)

Figure B.5 : Intervalle MLM14-A-05 (WR-A-05)

Figure B.6 : Intervalle MLM14-A-06 (WR-A-06)

Figure B.7 : Intervalle MLM14-A-07 (WR-A-07)

Figure B.8 : Intervalle MLM14-A-08 (WR-A-08)

Figure B.9 : Intervalle MLM14-A-09 (WR-A-09)

Figure B.10 : Intervalle MLM14-A-10 (WR-A-10)

Tableau B.3 : Descriptions de l’échantillon WR-B

ID	Forage	De	À	Lithologie	Minéralogie	Description
MLM14-B-01 (WR-B-01)	AE-02-02	57	63	Pyroxénite	95%PX-HB 5%QZ	PYX vert foncé, grains fins, CL+++, QZ en veines de 1 à 10mm avec trPY, très homogène.
MLM14-B-02 (WR-B-02)	AE-08-02	96	102	Pyroxénite	75%PX-HB 10%CL 5%FP 7%QZ 3%CC	PYX vert foncé, grains fins, cisaillé, CL+++, FP-QZ-CC en veines boudinées de 1mm à 5cm avec trPY.
MLM14-B-03 (WR-B-03)	AE-16-01	21	27	Pyroxénite	5%FP 80%PX 10%HB 2%MG 3%CL	GAB-PYX vert foncé, grains moyens, pas de SF observé, veines mmque QZ-FP, ressemble plutôt à un GAB non minéralisé qu'aux autres intervalles de PYX.
MLM14-B-04 (WR-B-04)	AE-19-02	114	120	Pyroxénite	80%PX-HB 2%FP 14%CL 2%PY 2% MG	PYX-GAB vert foncé, grains grossiers, CL+++, 2%PY disséminé et en veinules de 1-2mm, 2%MG disséminé et de 1-2mm, trQZ en veinules souvent à l'intérieur des veinules de PY.
MLM14-B-05 (WR-B-05)	AE-27-02	56	62	Pyroxénite	73%PX-HB 15%CL 5%QZ 5%FP 1%MG 1%PY	PYX vert foncé, grains fins à moyens, CL+++, 1%MG disséminé, 1%PY disséminé et de 1 à 5mm, trPO de 1mm, QZ légèrement bleuté et FP en veinules.
MLM14-B-06 (WR-B-06)	SW-04-02	18	24	Pyroxénite	74%PX-HB 15%CL 5%QZ 5%FP 1%PY	PYX-GAB vert foncé, grains fins à moyens, CL+++, QZ-FP en veinules <1mm à 2cm, oxydé dans les plans de fractures, 1%PY disséminé et <1mm, PX parfois en grains noirs arrondis moins altérés.
MLM14-B-07 (WR-B-07)	SW-08-02	30	36	Pyroxénite	60%PX-HB 30%CL 10%PX	PYX vert foncé, grains fins, CL+++, cisaillé, PX noir, petites veinules de 1-2mm de QZ-CB, zones cisaillées de 5mm à 2cm avec trPY et trPO disséminé et <1mm.
MLM14-B-08 (WR-B-08)	SW-16-02	48	54	Gabbro/Pyroxénite	85%PX-HB 8%CL 5%FP-QZ-SR 1%MG 1%PY	PYX vert foncé, grains fins, CL+++, 1%MG disséminé et de 1-2mm, 1%PY disséminé et <1mm, 5%FP-QZ-SR en veinules avec trPY, FP parfois de 2-3mm et de couleur blanc laiteux.
MLM14-B-09 (WR-B-09)	SW-20-02	135	141	Pyroxénite	95%PX-HB 5%FP	PYX vert foncé, grains fins, CL+++, veines <1mm à 5cm de QZ-FP-CL, dyke de DIA de 1m à grains très fins, trPY disséminé et <1mm.
MLM14-B-10 (WR-B-10)	SW-24-01	21	27	Pyroxénite	80%PX-HB 10%CL 5%FP 5%QZ	PYX vert foncé, grains fins à moyens, CL+++, dyke de DIA de 20cm, 5%QZ-FP en veines <1mm à 4cm, trPY disséminé et <1mm, trMG disséminé et de 1-2mm.

Figure B.11 : Intervalle MLM14-B-01 (WR-B-01)

Figure B.12 : Intervalle MLM14-B-02 (WR-B-02)

Figure B.13 : Intervalle MLM14-B-03 (WR-B-03)

Figure B.14 : Intervalle MLM14-B-04 (WR-B-04)

Figure B.15 : Intervalle MLM14-B-05 (WR-B-05)

Figure B.16 : Intervalle MLM14-B-06 (WR-B-06)

Figure B.17 : Intervalle MLM14-B-07 (WR-B-07)

Figure B.18 : Intervalle MLM14-B-08 (WR-B-08)

Figure B.19 : Intervalle MLM14-B-09 (WR-B-09)

Figure B.20 : Intervalle MLM14-B-10 (WR-B-10)

Tableau B.4 : Descriptions de l’échantillon WR-C

ID	Forage	De	À	Lithologie	Minéralogie	Description
MLM14-C-01 (WR-C-01)	AE-04-01	111	117	Anorthosite	59%FP 20%CL 10%QZ 5%MI(MV) 5%PX 1%PY	ANO vert et beige, grains très grossiers, CL++, SR+, MV légèrement orangé, PX noir et trapus, 1%PY localement en amas de 1 à 4mm, FP de couleur blanc laiteux beige.
MLM14-C-02 (WR-C-02)	AE-10-03	15	21	Gabbro anorthositique	85%FP 5%PX 5%CL 5%QZ	ANO vert et beige, grains grossiers, CL+, plans de fractures oxydés, trPO disséminé et de 1-2mm.
MLM14-C-03 (WR-C-03)	AE-16-02	279	285	Gabbro anorthositique	55%FP 30%CL 10%PX 5%MI(BO-MV)	GAN vert foncé, grains moyens, CL++, EP+ des FP seulement, PX noir, trPY et trPO disséminé et <1mm.
MLM14-C-04 (WR-C-04)	AE-22-01	93	99	Anorthosite	80%FP 10%MI(SR-MV) 5%CL 5%GR	ANO blanc et vert pâle, grains moyens, CL+, SR+, SI+, 5%GR rosé en amas (les grains sont <1mm mais forment des amas jusqu'à 2cm), aucun SF observé.
MLM14-C-05 (WR-C-05)	AE-28-01	105	111	Anorthosite	60%FP 30%CL 10%MI(MV)	GAN vert foncé et beige, grains moyens, CL++, EP+, HM+ localement, trPY disséminé et <1mm.
MLM14-C-06 (WR-C-06)	SW-01-02	210	216	Anorthosite	50%FP 33%CL 5%QZ 5%MI(MV-BO) 5%PX 1%MG 1%PY-PO	GAN vert foncé, grains grossiers, CL+++, EP++, 1%MG disséminé et de 1-2mm, 1%PY-PO disséminé et <1mm.
MLM14-C-07 (WR-C-07)	SW-08-01	27	33	Anorthosite	60%FP 30%CL 5%PX 5%QZ	ANO vert et blanc, grains moyens, CL+, FP très peu altéré, trPO localement en amas et de 1-4mm, trPY disséminé et <1mm.
MLM14-C-08 (WR-C-08)	SW-16-03	30	36	Anorthosite	63%FP 25%CL-PX 5%QZ 5%MI(MV-BO) 2%MG	ANO vert foncé et blanc, grains grossiers, CL++, EP+, PX très CL+++, 2%MG disséminé et de 1 à 3mm, trPY disséminé et <1mm, FP légèrement EP+.
MLM14-C-09 (WR-C-09)	SW-19+50	174	180	Anorthosite	65%FP 20%CL 5%MI(MV) 10%QZ	ANO gris vert, grains moyens, CL+, EP+, trPY disséminé et <1mm, trGR, trCB dans les plans de fractures.
MLM14-C-10 (WR-C-10)	SW-25-01	57	63	Anorthosite	60%FP 20%AM 10%MI(MV) 10%QZ	GAN vert kaki, grains moyens, EP++, CL+, trGR, trPY disséminé et <1mm.

Figure B.21 : Intervalle MLM14-C-01 (WR-C-01)

Figure B.22 : Intervalle MLM14-C-02 (WR-C-02)

Figure B.23 : Intervalle MLM14-C-03 (WR-C-03)

Figure B.24 : Intervalle MLM14-C-04 (WR-C-04)

Figure B.25 : Intervalle MLM14-C-05 (WR-C-05)

Figure B.26 : Intervalle MLM14-C-06 (WR-C-06)

Figure B.27 : Intervalle MLM14-C-07 (WR-C-07)

Figure B.28 : Intervalle MLM14-C-08 (WR-C-08)

Figure B.29 : Intervalle MLM14-C-09 (WR-C-09)

Figure B.30 : Intervalle MLM14-C-10 (WR-C-10)

Tableau B.5 : Descriptions de l'échantillon WR-D

ID	Forage	De	À	Lithologie	Minéralogie	Description
MLM14-D-01 (WR-D-01)	AE-05-03	81	87	QFP hétérogène	50%QFP (50%FP 45%QZ 5%MI) 30%DIA et 20%VQ (90%QZ 5%FP 5%PX-CL)	50%QFP (gris, grais moyens, pas de sulfure observé) 30%DIA (vert foncé, grains fins, CL+++, trPY disséminé et <1mm, contact graduel avec VQ) 20%VQ (pas de sulfure observé)
MLM14-D-02 (WR-D-02)	AE-08-02	237	243	Gabbro-diabase	50%FP 5%MI(BO-MV) 2%MG 1%PY 5%QZ 37%PX-CL	GAB vert foncé, grains moyens, CL+++, EP++, FP EP++, 2%MG disséminé et de 1-3mm, 1%PY disséminé et <1mm, dyke de DIA de 30cm à grains fins, CL+++, pas de sulfure observé, bordures de 2 à 4cm de QFP aux contacts.
MLM14-D-03 (WR-D-03)	AE-16-01	180	186	Diabase	85%CL 10%QZ-FP-MI 5%FP	DIA vert foncé, grains fins, CL+++, légèrement cisaillé localement, quelques passages à grains plus grossiers, 10% veines de QZ-FP-MI blanc, trPY rare disséminé et <1mm.
MLM14-D-04 (WR-D-04)	AE-19-03	27	33	Schiste à chlorite	40%FP 5%PX 15%QZ 20%MI(MV) 20%CL	DIA vert foncé et blanche, très cisaillée, CL+++, EP++, PX noir, trMG localement et <1mm, trPY disséminé et <1mm.
MLM14-D-05 (WR-D-05)	AE-28-01	96	102	Diabase	95%CL-AM 5%FP-QZ	DIA vert foncé, grains fins, CL+++, EP++, HM+, 5% veines de FP-QZ de 1mm à 5cm légèrement cisaillées, pas de sulfure observé.
MLM14-D-06 (WR-D-06)	SW-02-02	237	243	Diorite	80%FP 15%MI(SR) 5%QZ	DIO gris, grains moyens, SR+, trPY disséminé et de 1-2mm.
MLM14-D-07 (WR-D-07)	SW-09-02	153	159	Gabbro	80%FP 5%PX 15%SR	DIO-GAB gris, grains moyens à grossiers, SR+, trPY disséminé et de 1-2mm, trGR en amas de 1 à 4mm.
MLM14-D-08 (WR-D-08)	SW-15-01	159	165	Diabase	50%GAB (10%CL 10%QZ 50%FP 30%PX) 50%DIA (10%QZ-CB 20%CL 10%FP 20%PX-AM 40%FP)	50%GAB (gris, grains moyens, CL+, SR+) 50%DIA (gris, grains fins, SR+, CL+, 10% veines de QZ-CB de 3 à 20mm avec trPO de 1-2mm)
MLM14-D-09 (WR-D-09)	SW-18-02	234	240	Gabbro-granitoïde	60%FP 20%CL 10%PX-HB 10%MI(BO-MV)	GAB avec 30% de passages plus felsiques (granitoïde 10%MI(BO-MV) 10%PX 80%FP trPY) blanc rosé à grains moyens, GAB vert et beige, grains grossiers, CL++, BO+, trGR, trPY disséminé et <1mm.
MLM14-D-10 (WR-D-10)	SW-22-02	177	183	Diabase-gabbro	70%GAB (60%FP 30%CL 10%PX-AM) 30%DIA (40%FP 30%CL 20%PX-AM 10%QZ-FP)	70%GAB (vert foncé, grains moyens à grossiers, CL+++, EP+, trPY disséminé, en amas et de 1 à 3mm) 30%DIA (vert foncé, grains fins, CL+++, 10% veines de QZ-FP boudinées, trPY disséminé et <1mm).

Figure B.31 : Intervalle MLM14-D-01 (WR-D-01)

Figure B.32 : Intervalle MLM14-D-02 (WR-D-02)

Figure B.33 : Intervalle MLM14-D-03 (WR-D-03)

Figure B.34 : Intervalle MLM14-D-04 (WR-D-04)

Figure B.35 : Intervalle MLM14-D-05 (WR-D-05)

Figure B.36 : Intervalle MLM14-D-06 (WR-D-06)

Figure B.37 : Intervalle MLM14-D-07 (WR-D-07)

Figure B.38 : Intervalle MLM14-D-08 (WR-D-08)

Figure B.39 : Intervalle MLM14-D-09 (WR-D-09)

Figure B.40 : Intervalle MLM14-D-10 (WR-D-10)

ANNEXE C – PLANS DE SURFACE ET SECTIONS DE FORAGE

L’annexe C présente l’emplacement des intervalles de forage prélevés pour l’échantillonnage des roches stériles. Ces échantillons ont été positionnés sur les plans de surface (fosse Armitage et fosse Sud-Ouest), et sur les sections de forage. Seules les sections où des échantillons ont été prélevés sont présentées. À noter que la légende des sections de forage est la même que celle des plans de surface.

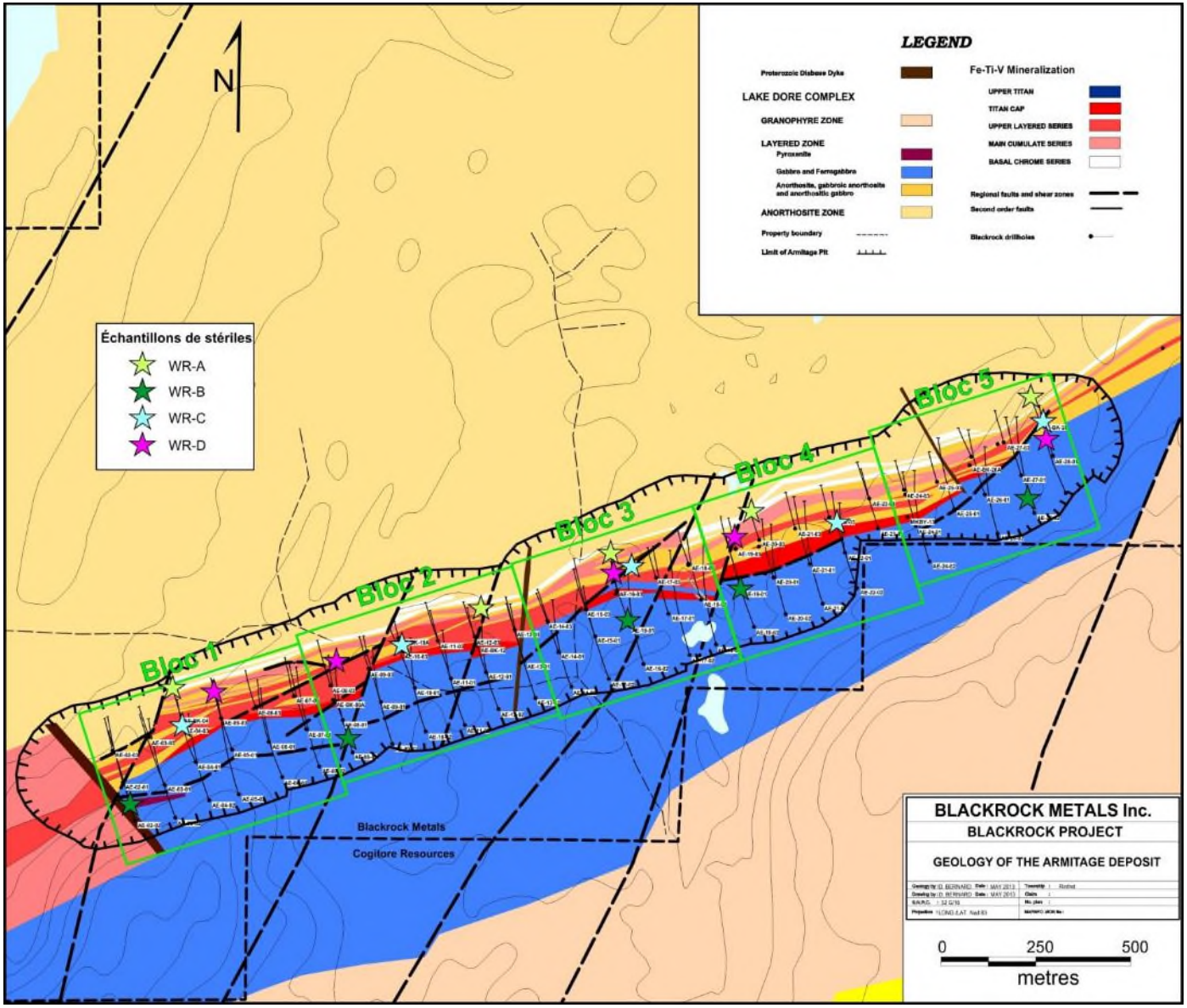


Figure C.1 : Plan de surface de la fosse Armitage

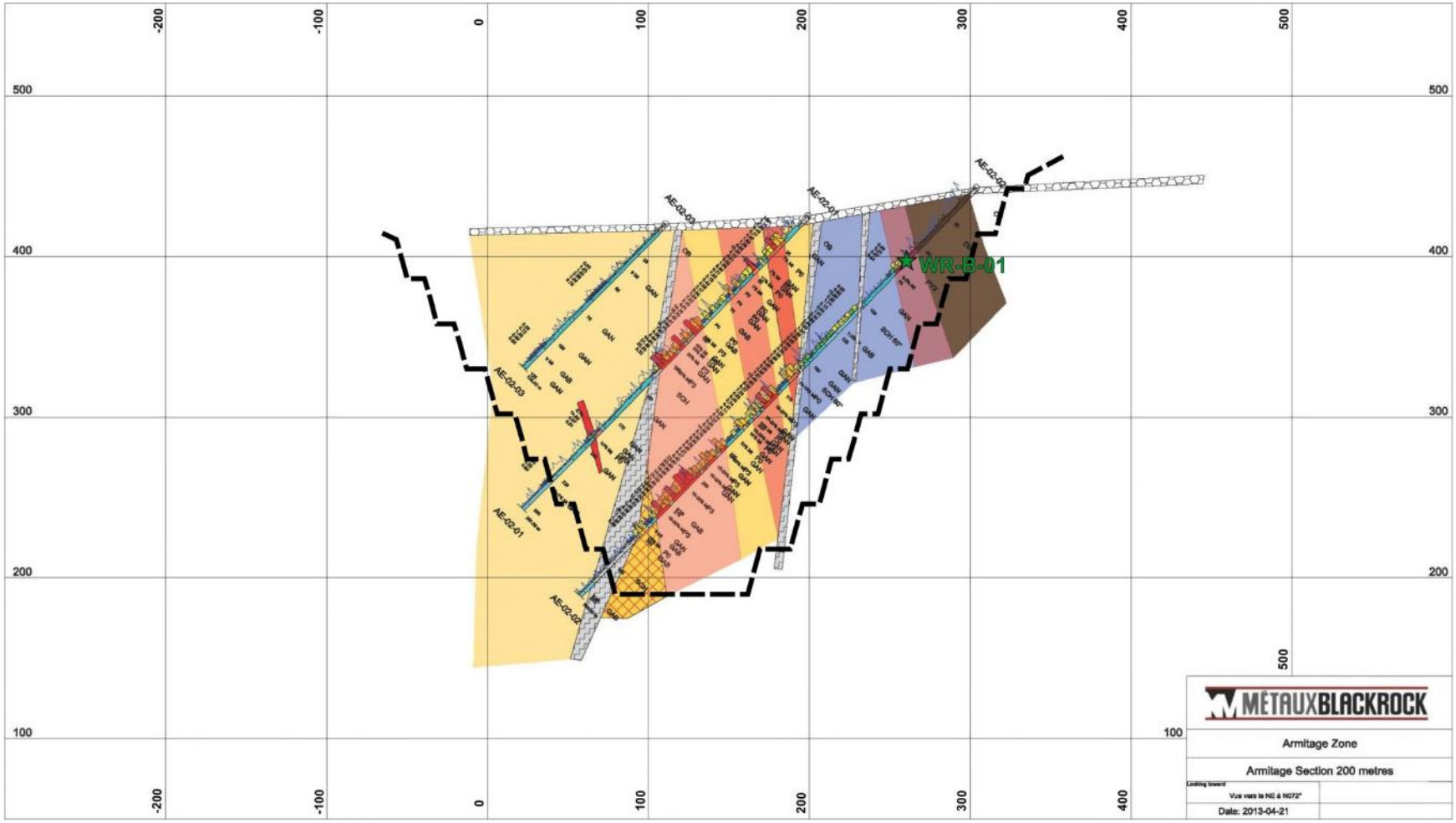


Figure C.2 : Fosse Armitage – Section 200 mètres

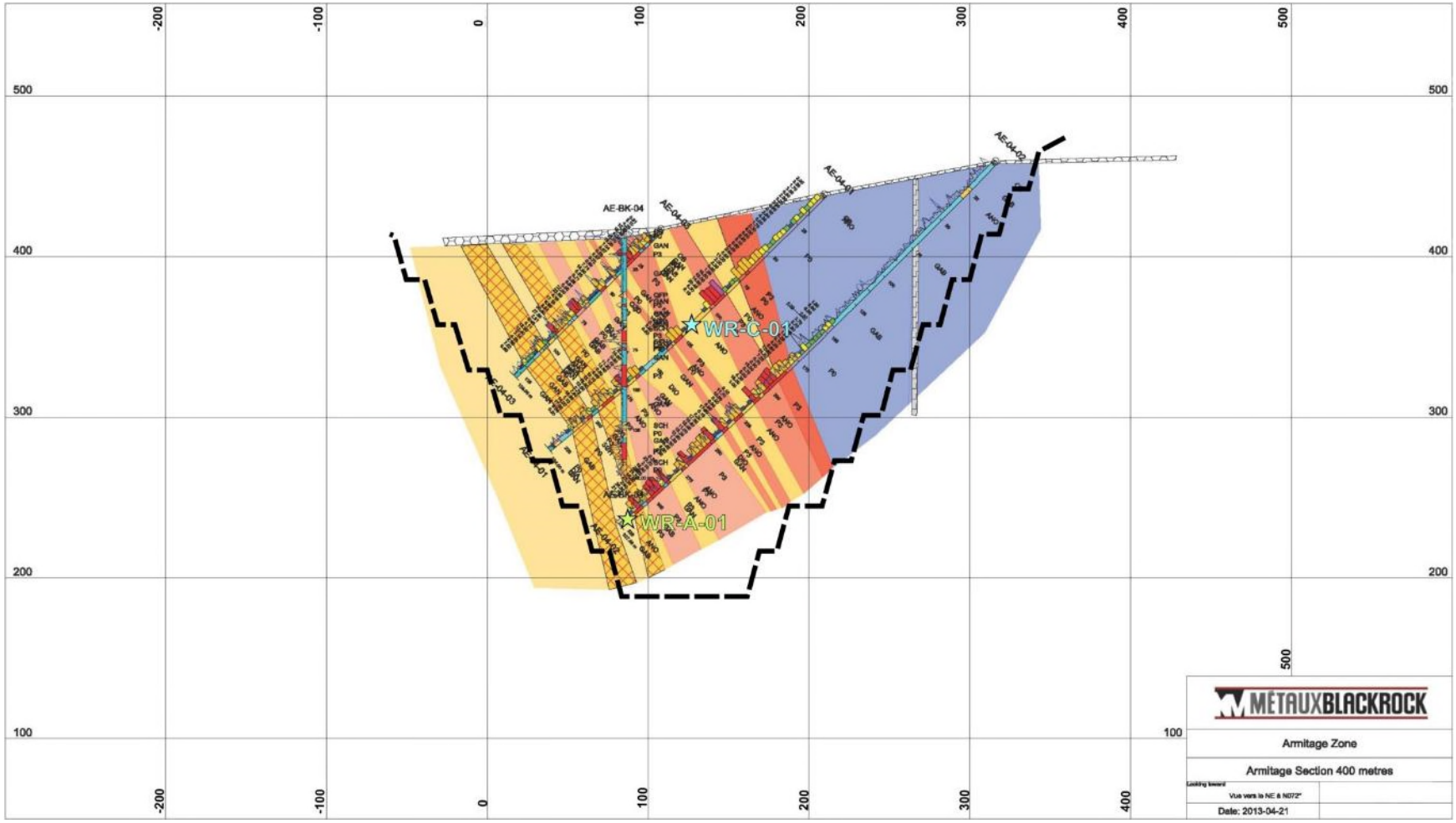


Figure C.3 : Fosse Armitage – Section 400 mètres

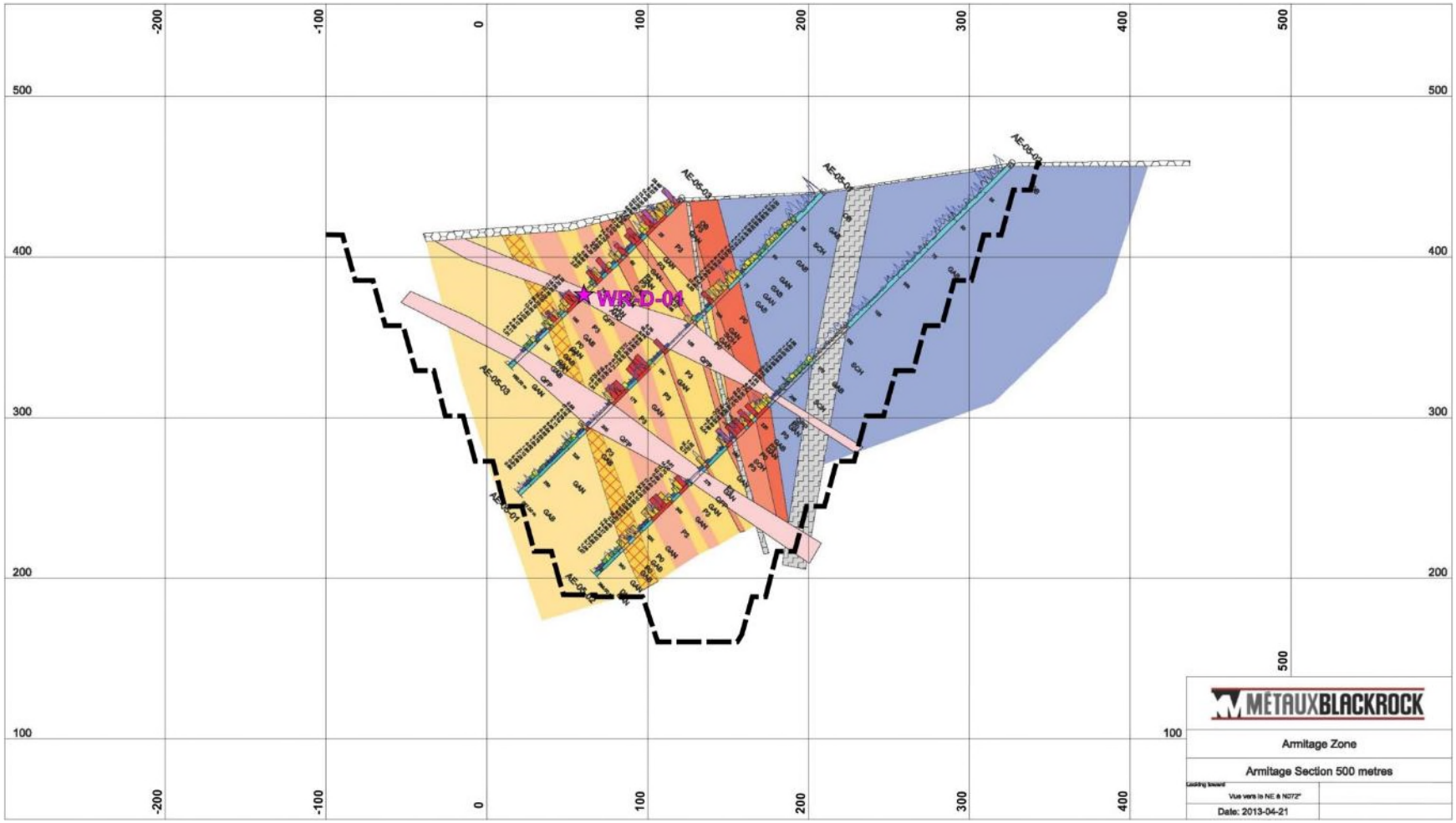


Figure C.4 : Fosse Armitage – Section 500 mètres

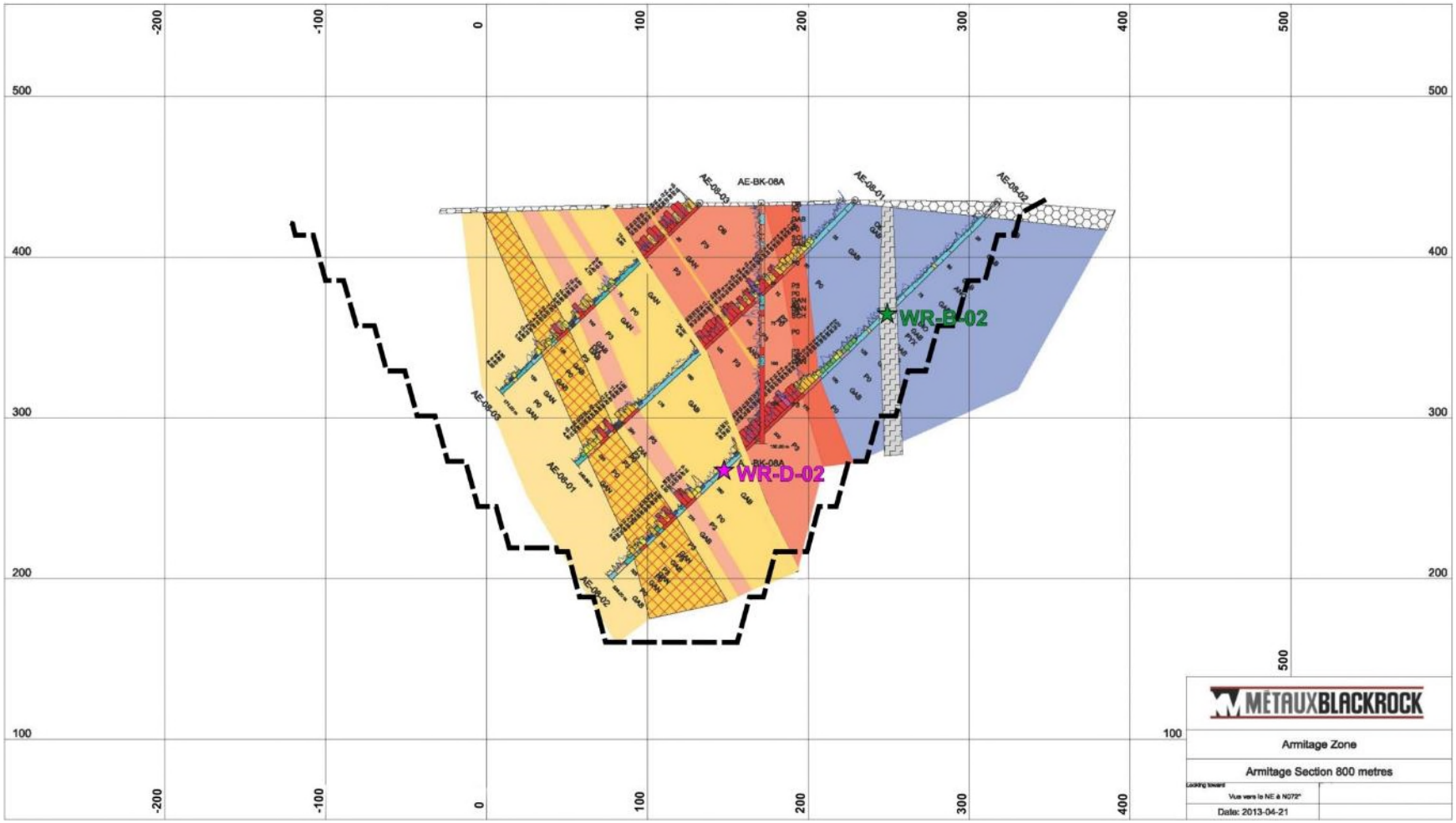


Figure C.5 : Fosse Armitage – Section 800 mètres

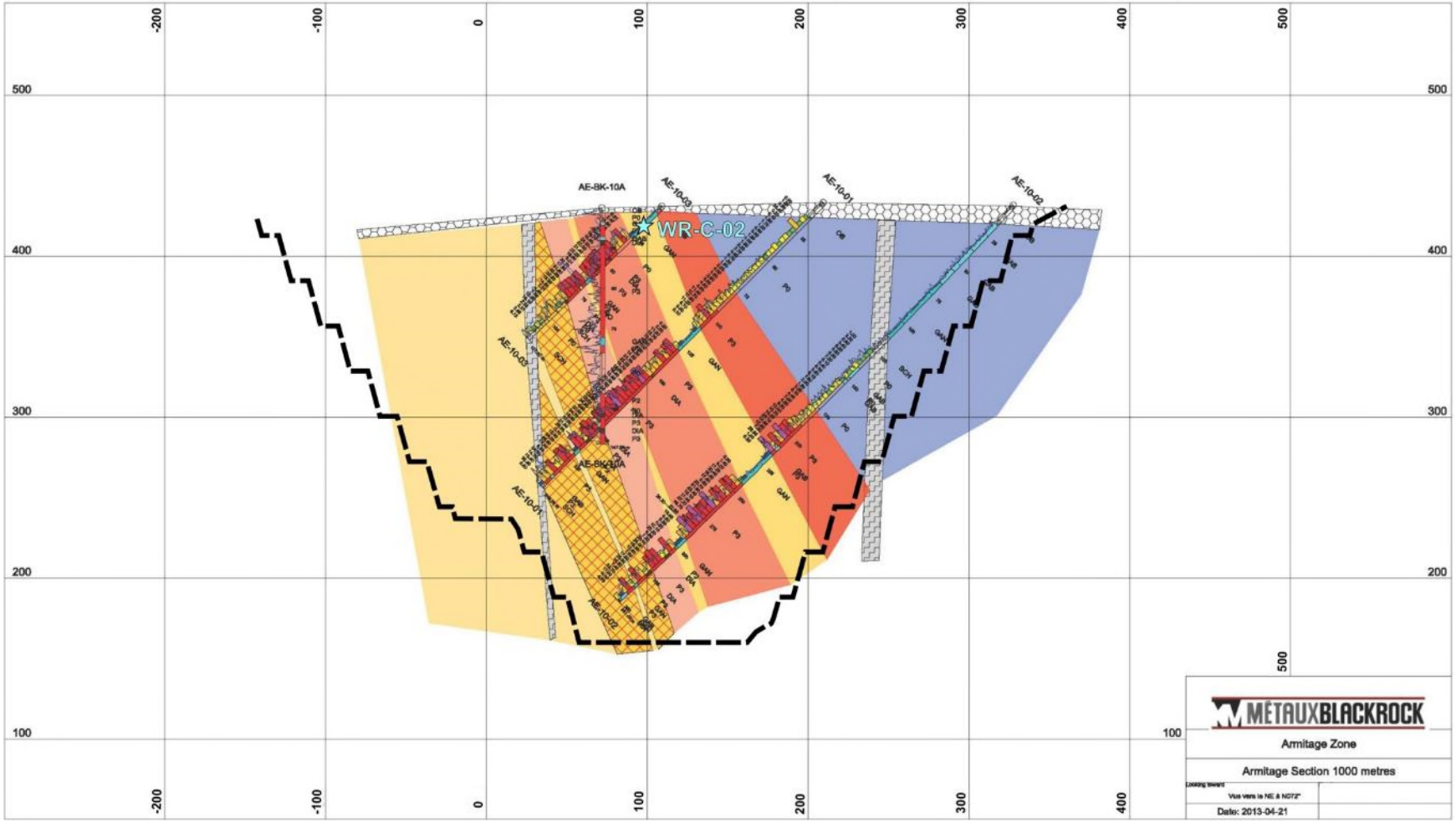


Figure C.6 : Fosse Armitage – Section 1000 mètres

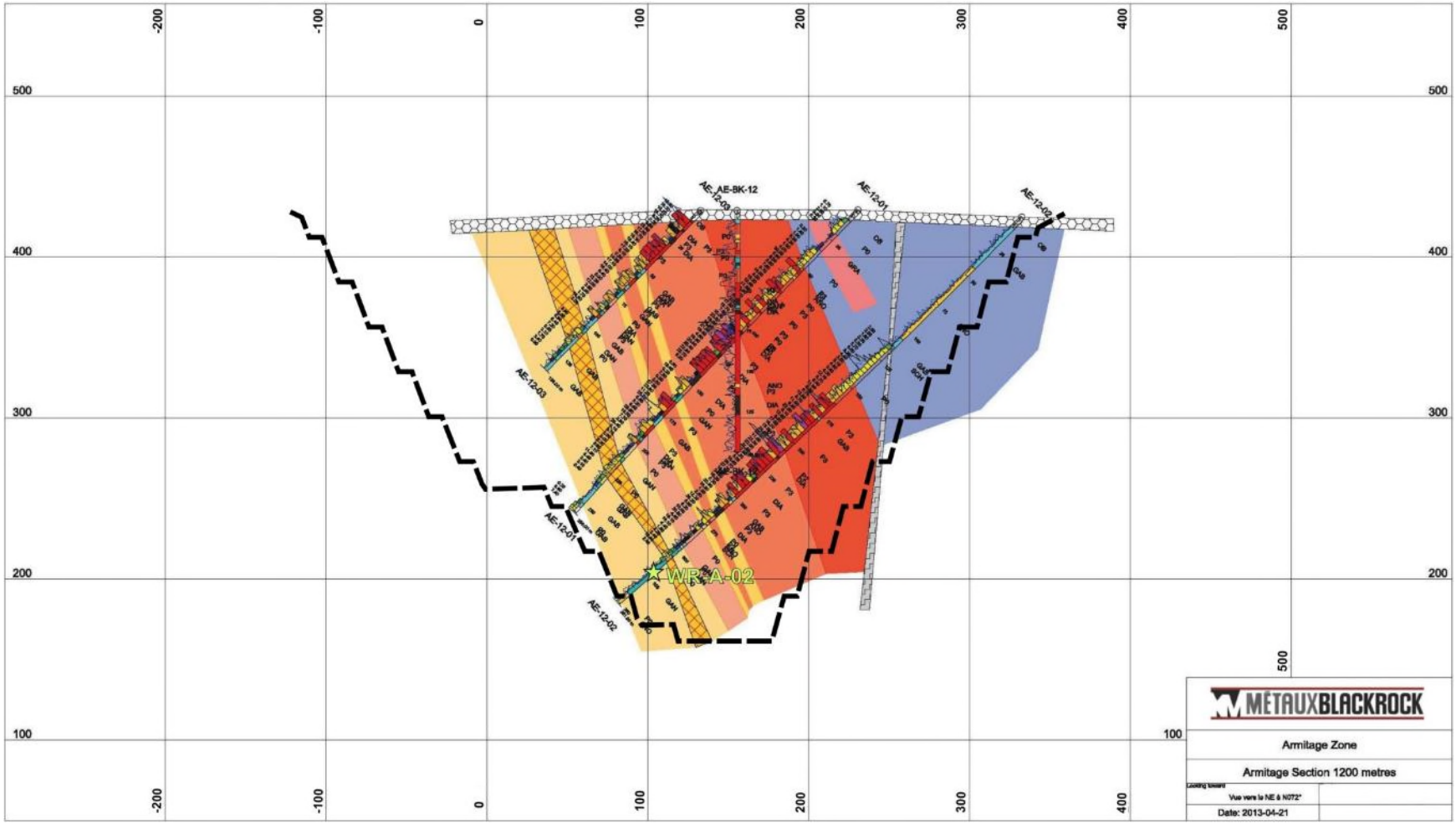


Figure C.7 : Fosse Armitage – Section 1200 mètres

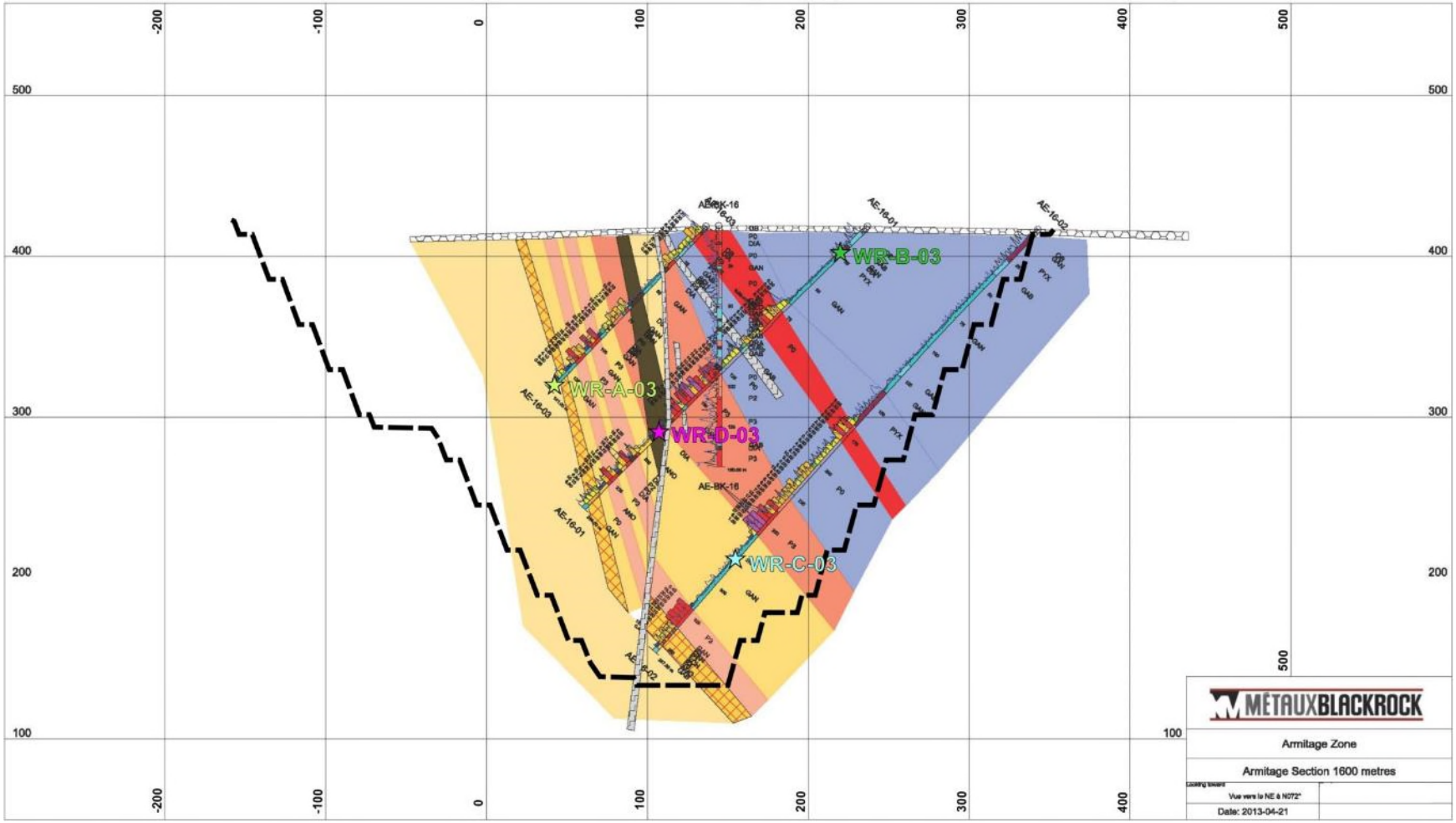


Figure C.8 : Fosse Armitage – Section 1600 mètres

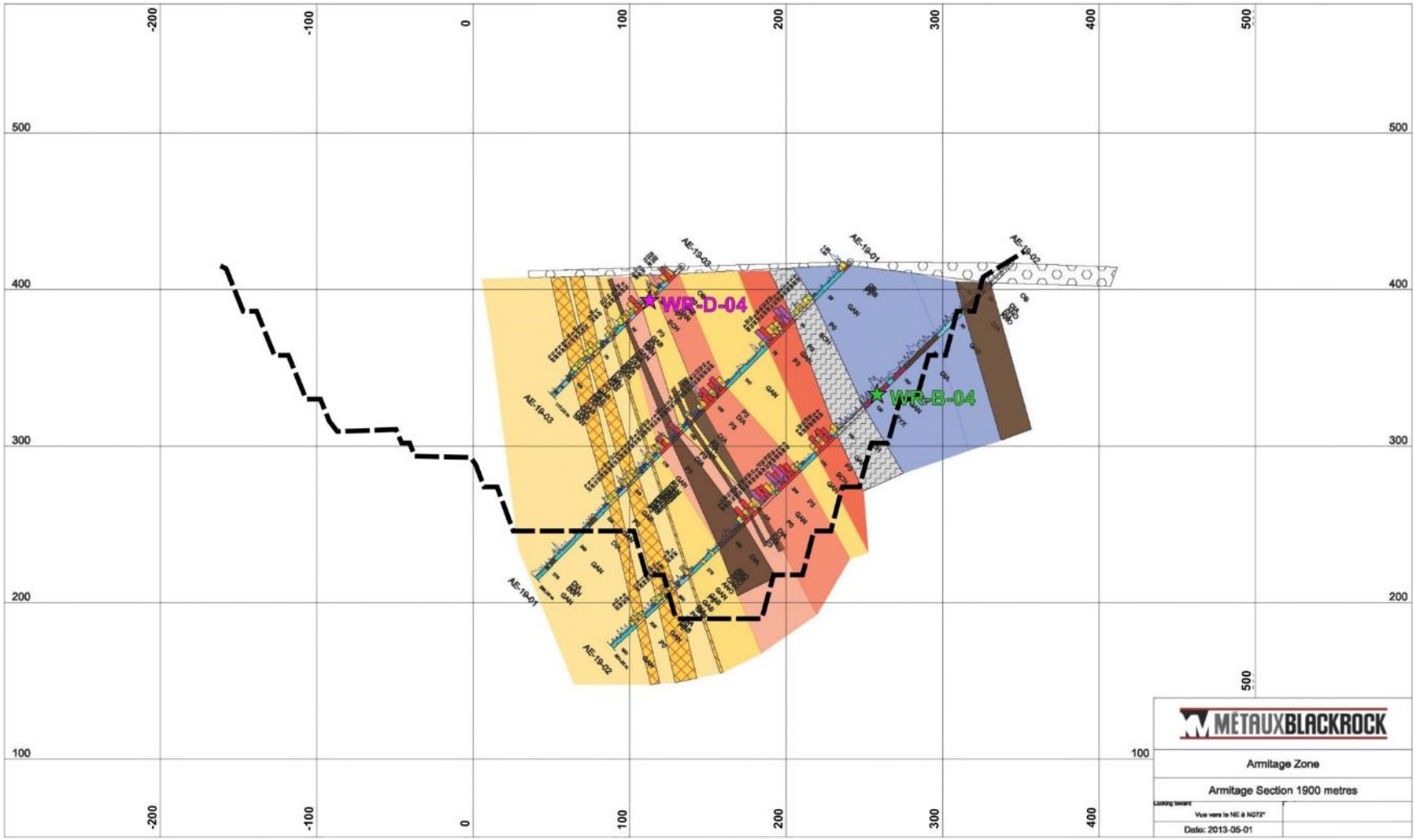


Figure C.9 : Fosse Armitage – Section 1900 mètres

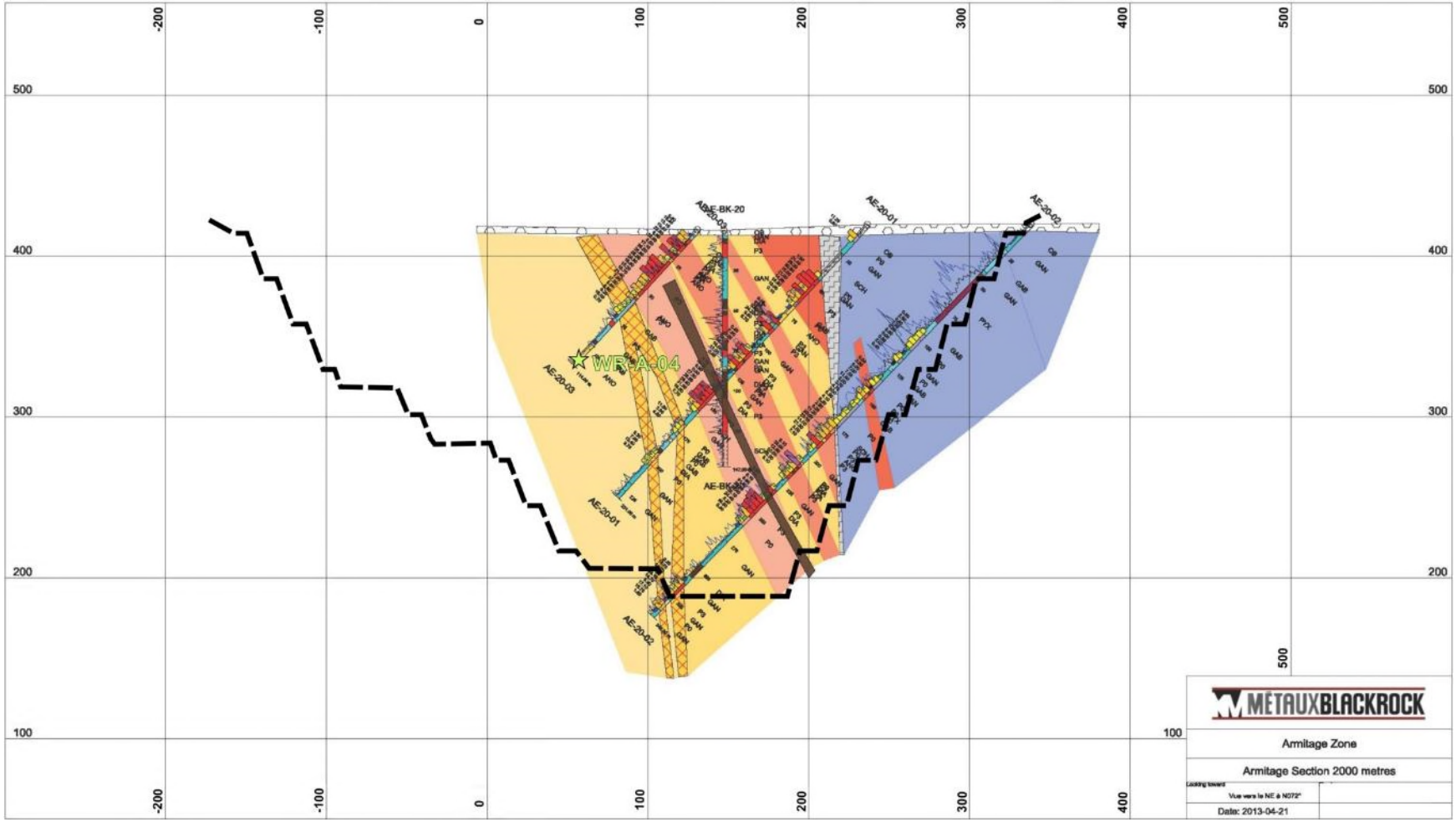


Figure C.10 : Fosse Armitage – Section 2000 mètres

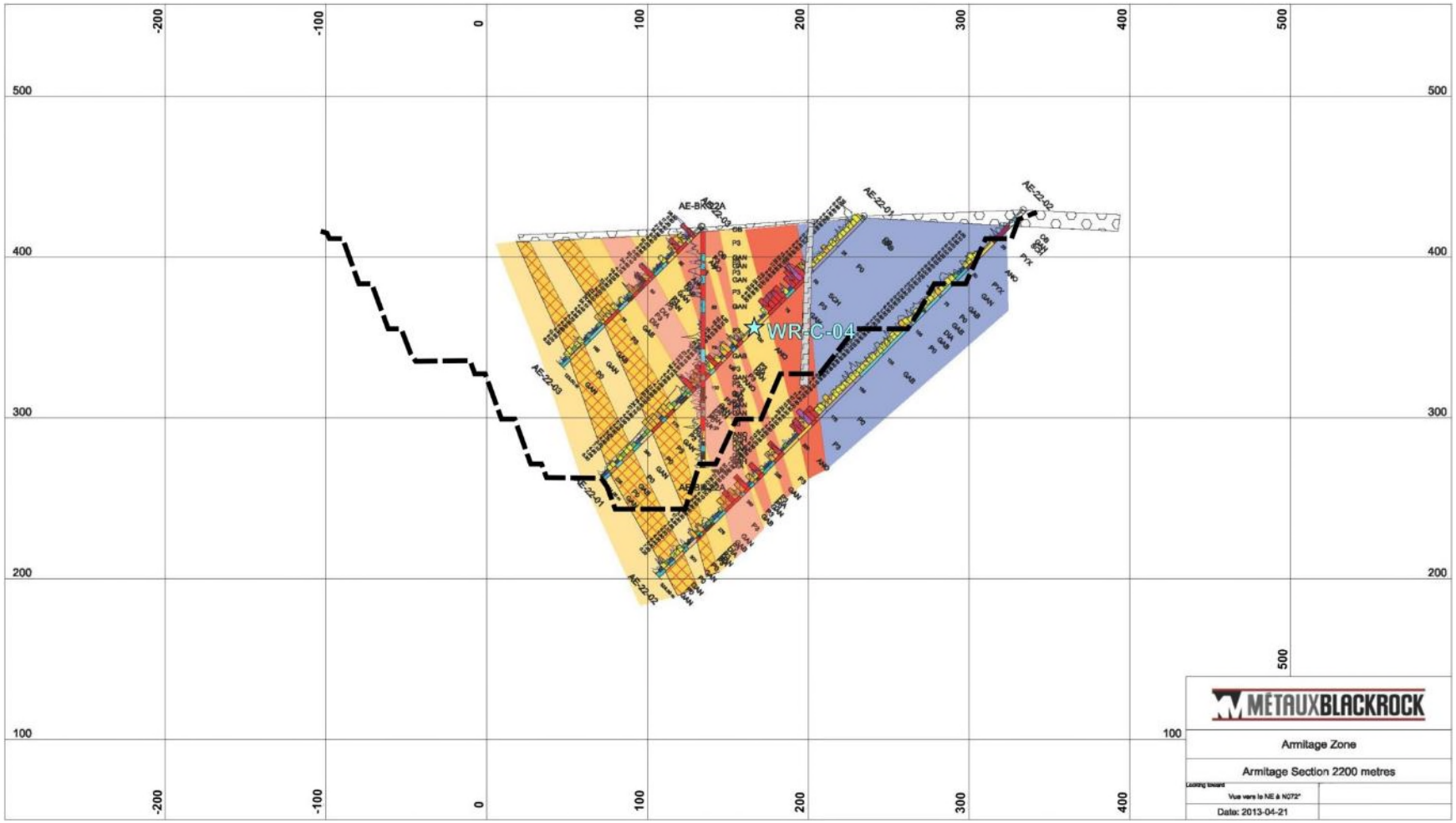


Figure C.11 : Fosse Armitage – Section 2200 mètres

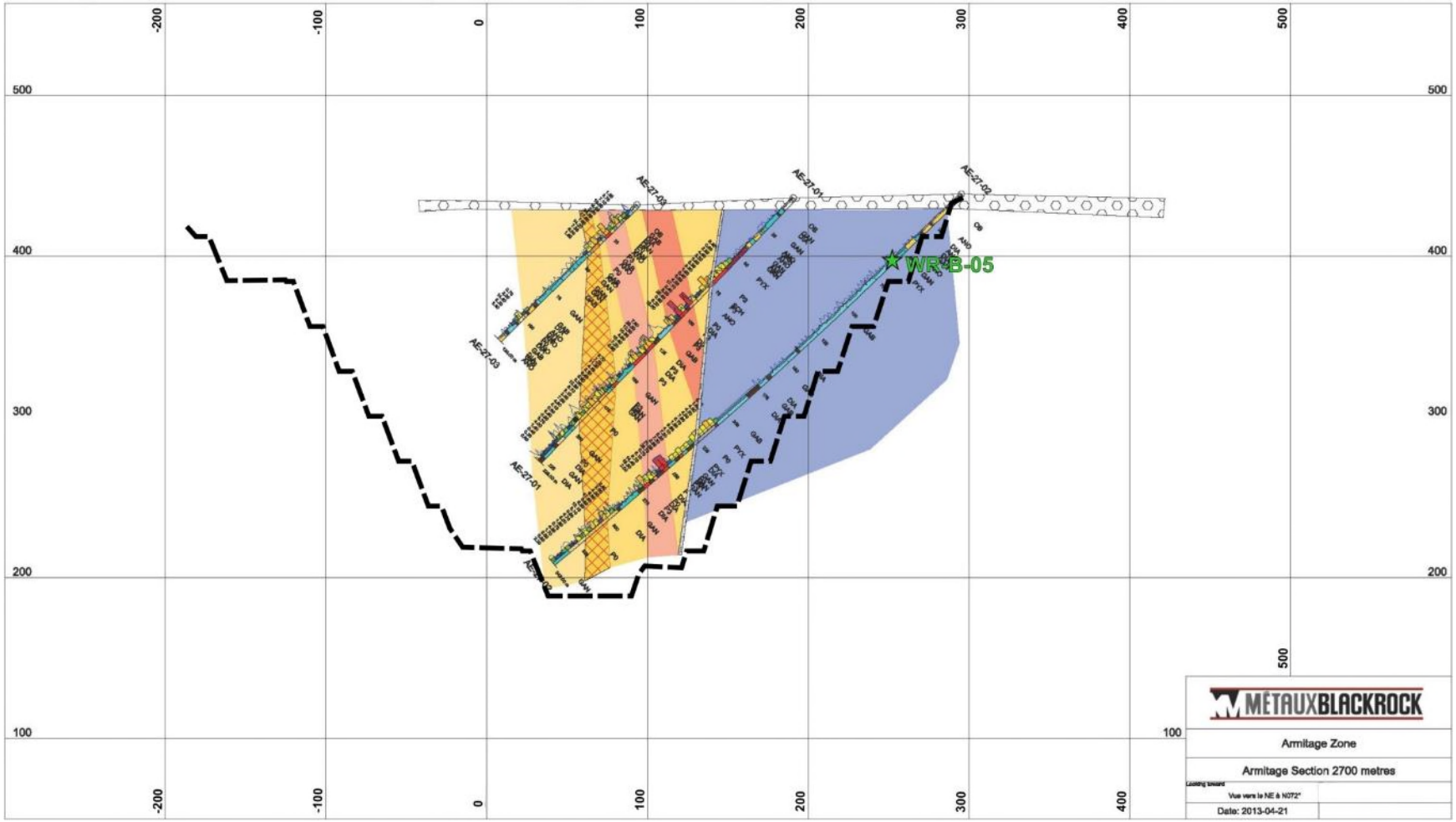


Figure C.12 : Fosse Armitage – Section 2700 mètres

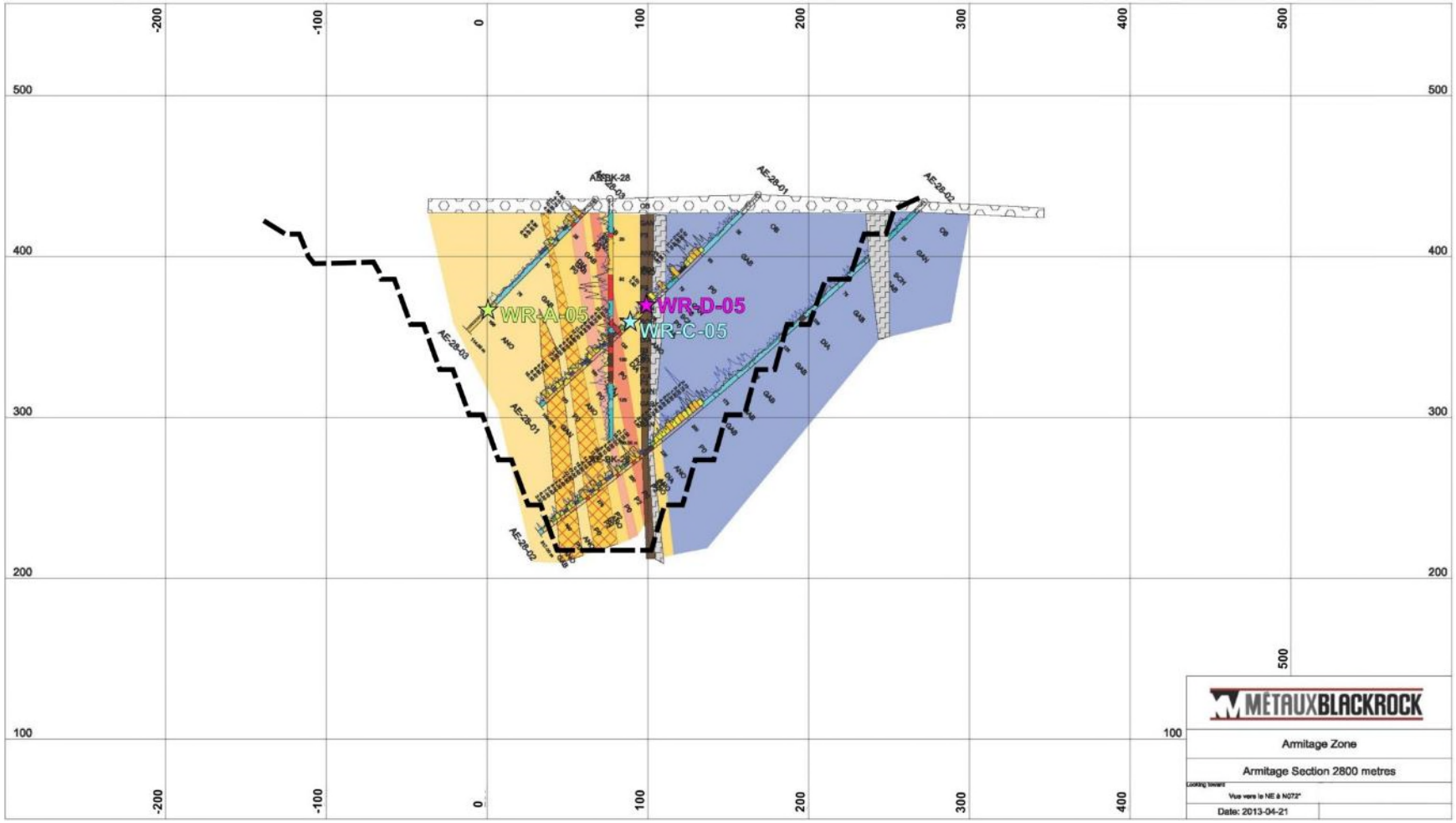


Figure C.13 : Fosse Armitage – Section 2800 mètres

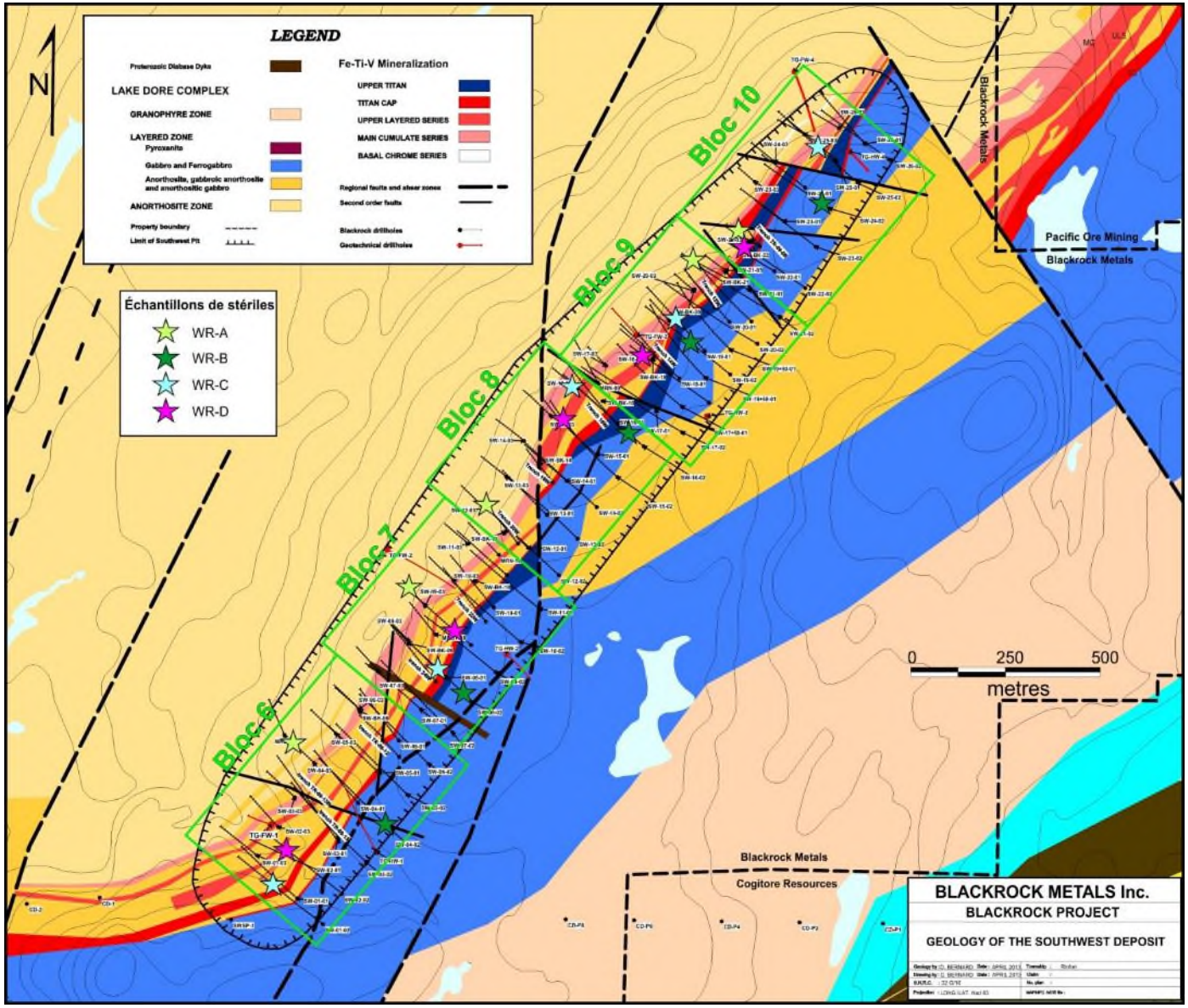


Figure C.14 : Plan de surface de la fosse Sud-Ouest

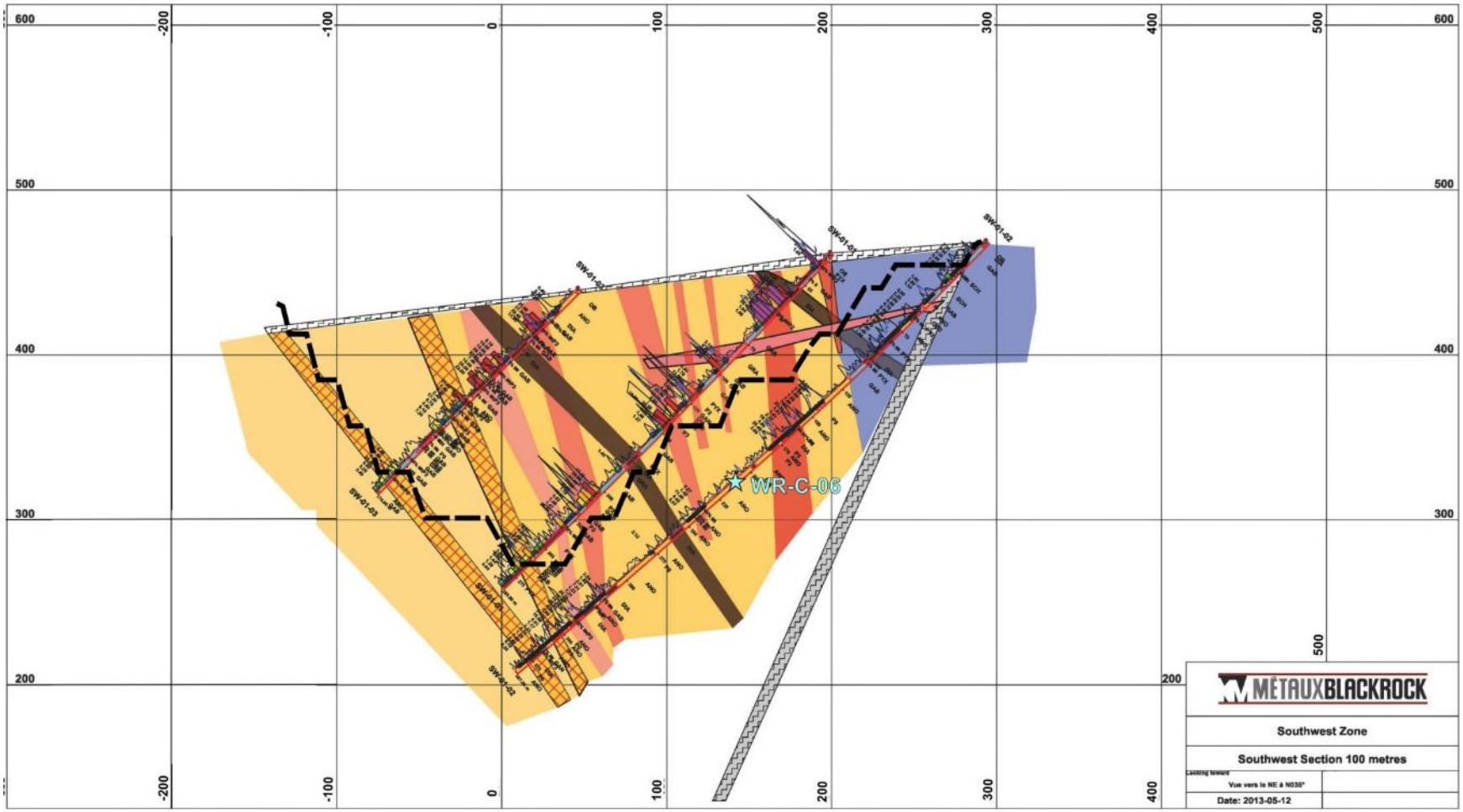


Figure C.15 : Fosse Sud-Ouest – Section 100 mètres

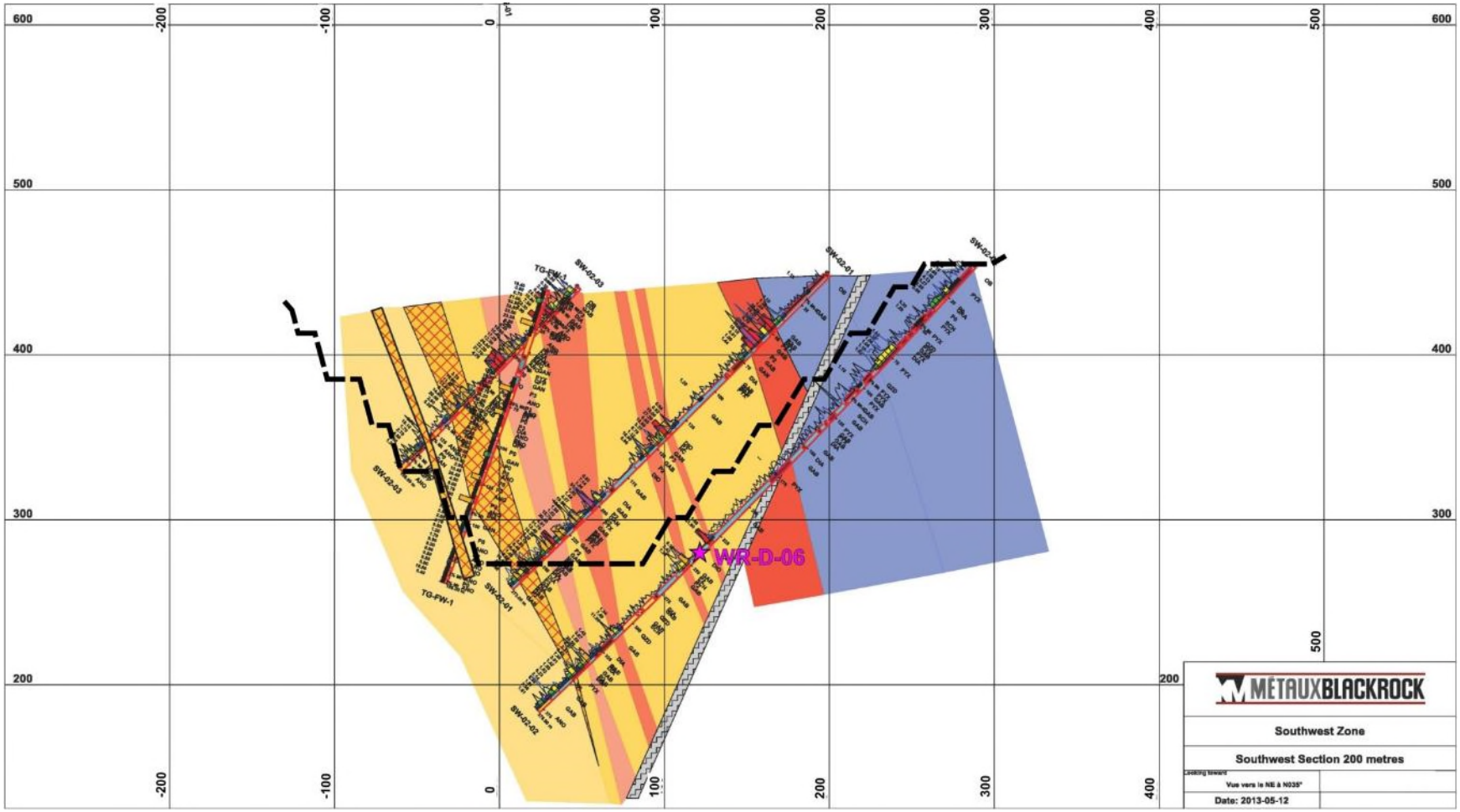


Figure C.16 : Fosse Sud-Ouest – Section 200 mètres

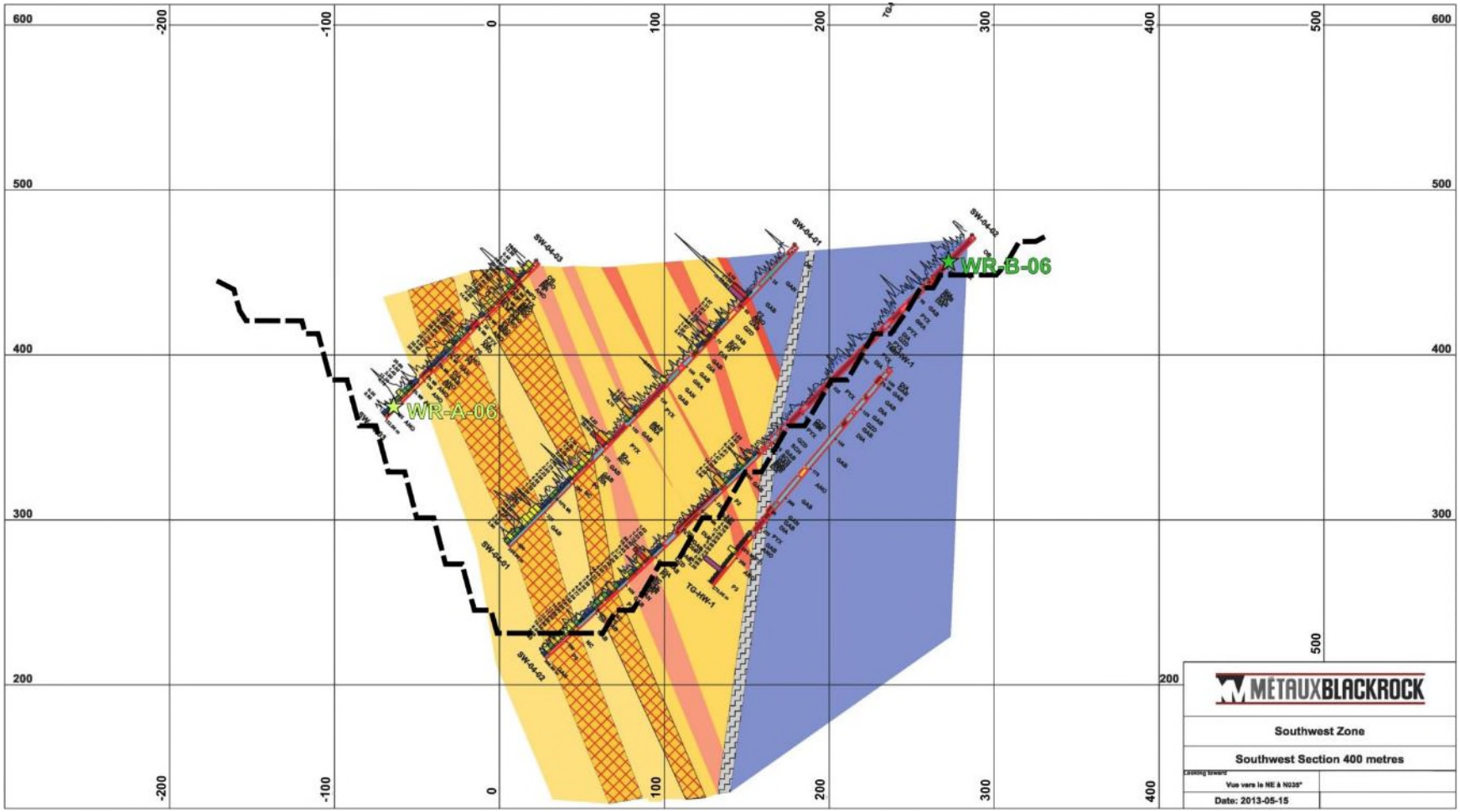


Figure C.17 : Fosse Sud-Ouest – Section 400 mètres

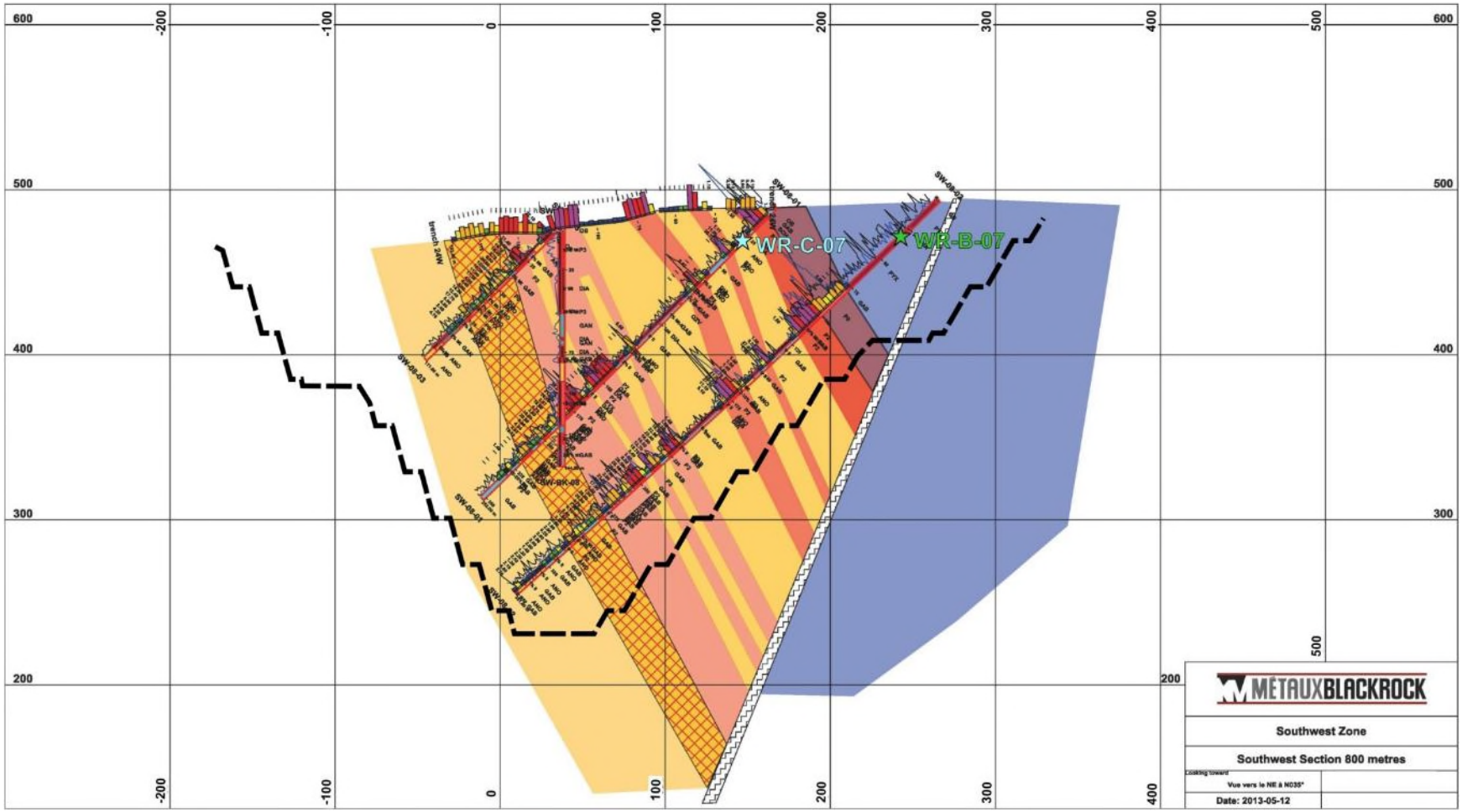


Figure C.18 : Fosse Sud-Ouest – Section 800 mètres

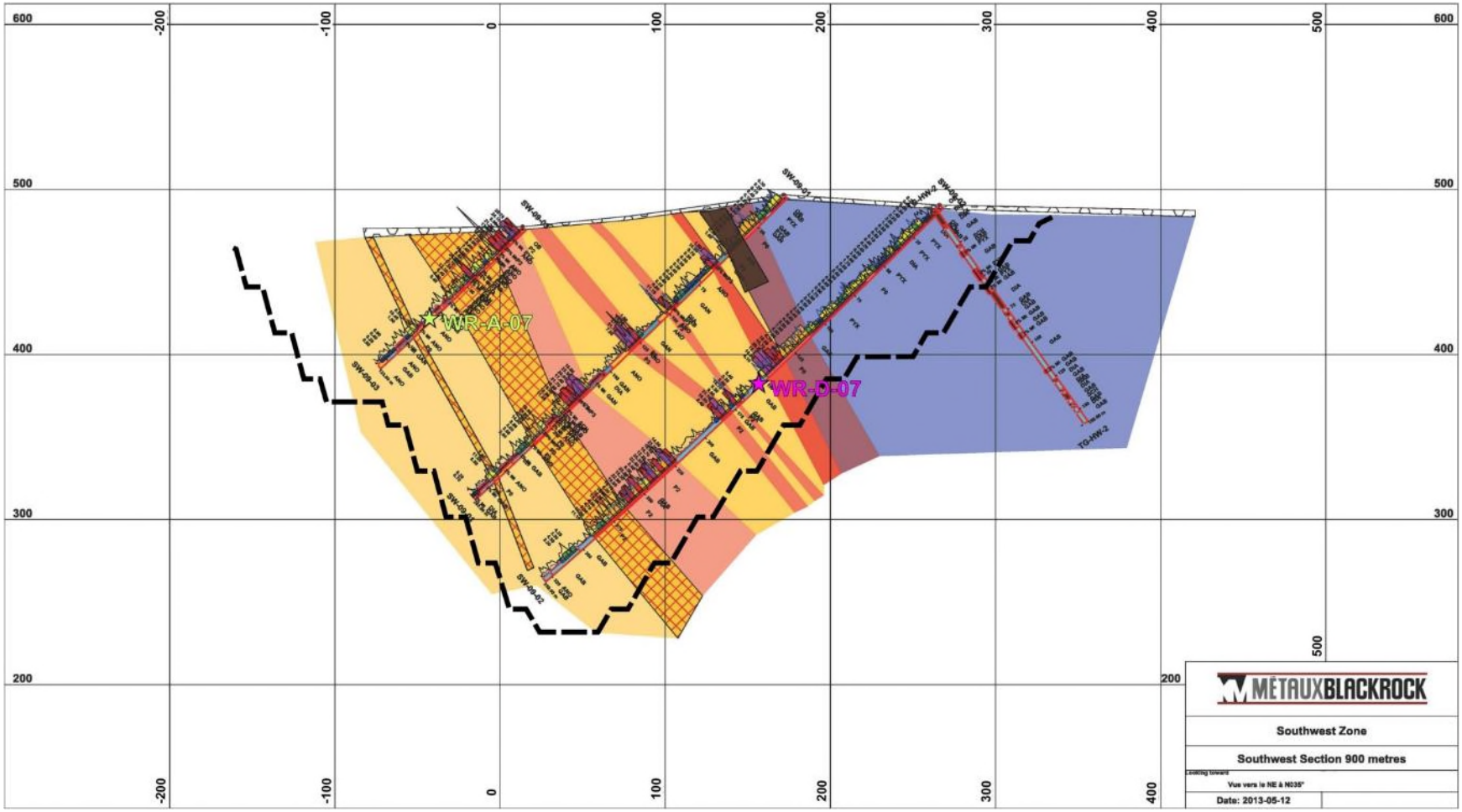


Figure C.19 : Fosse Sud-Ouest – Section 900 mètres

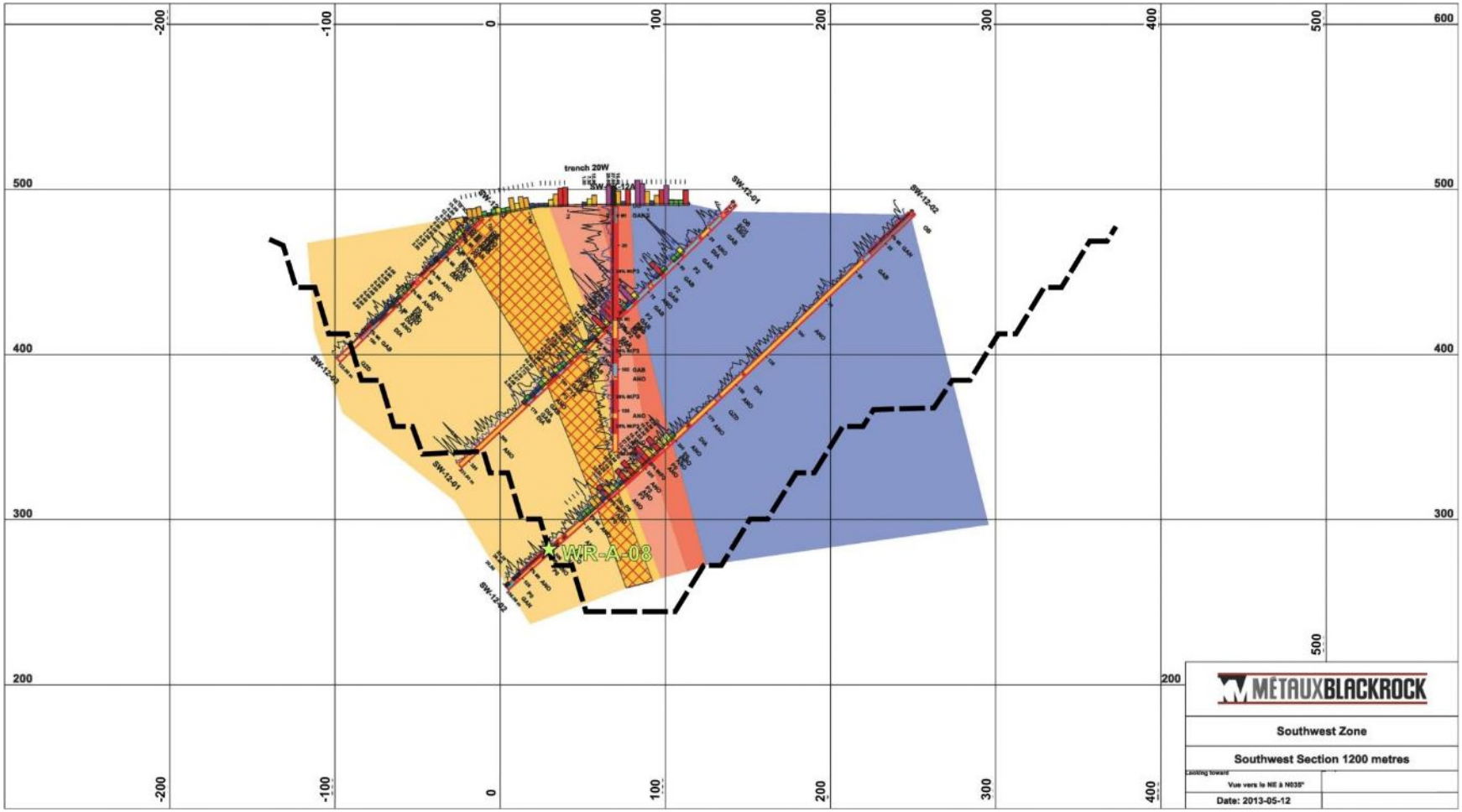


Figure C.20 : Fosse Sud-Ouest – Section 1200 mètres

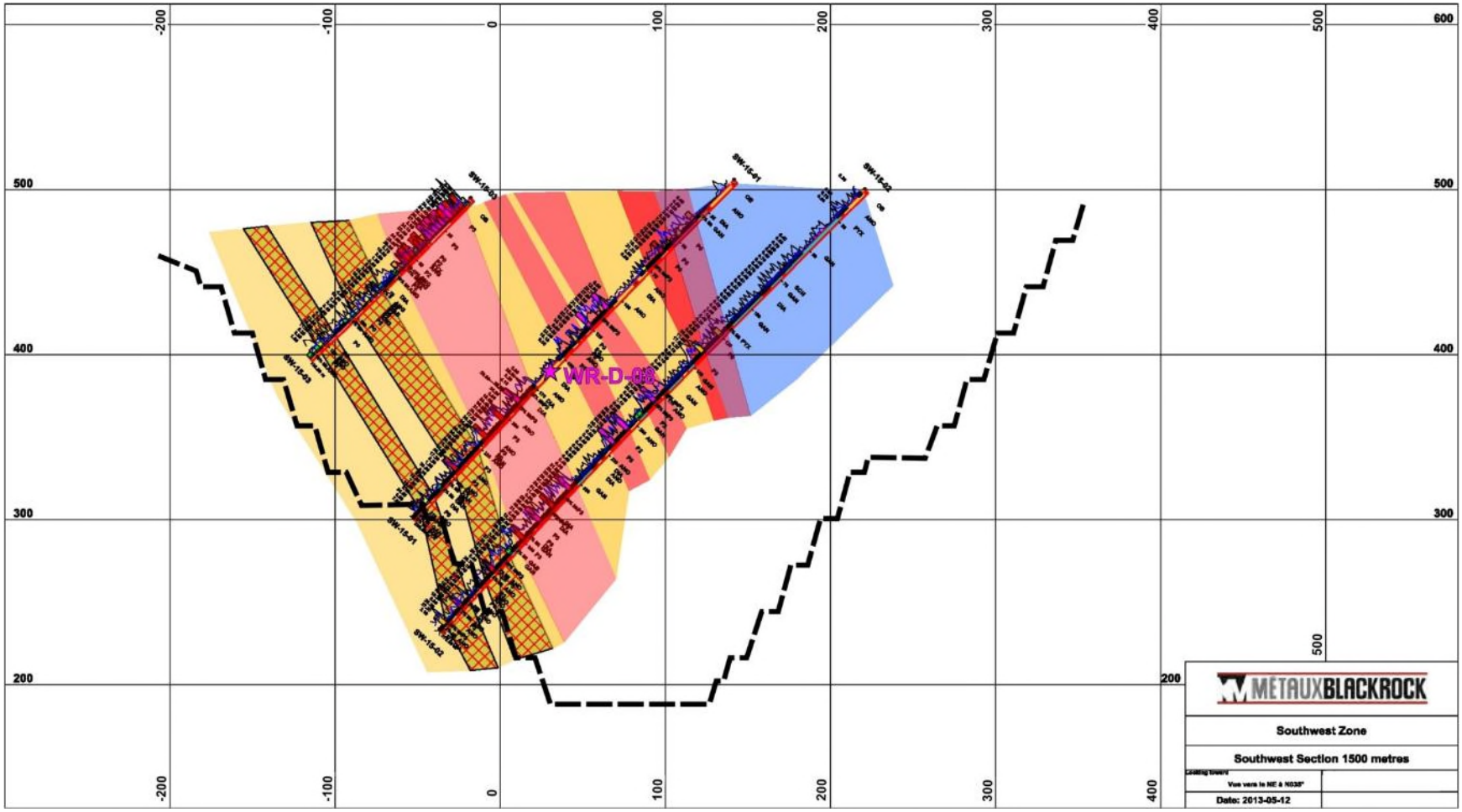


Figure C.21 : Fosse Sud-Ouest – Section 1500 mètres

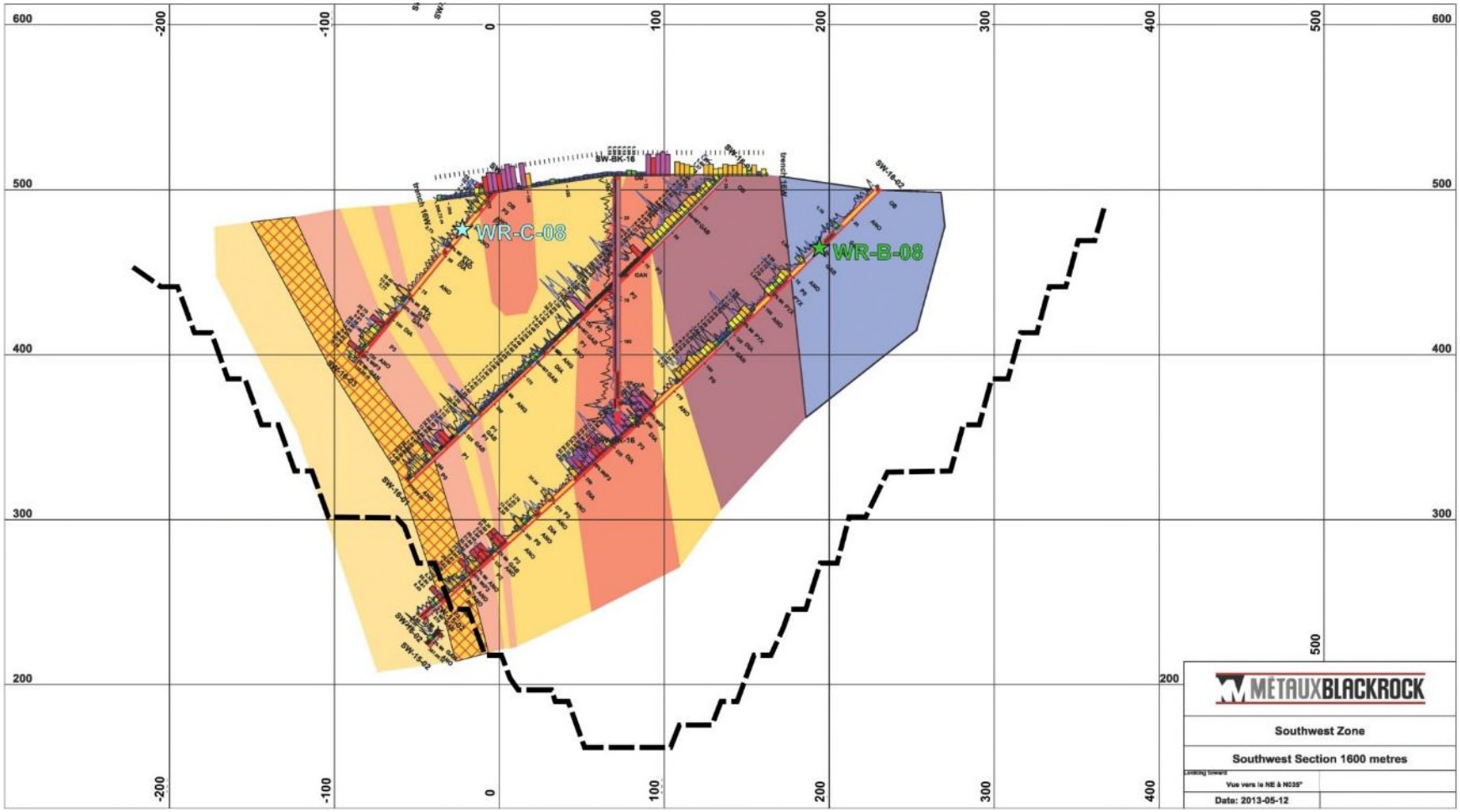


Figure C.22 : Fosse Sud-Ouest – Section 1600 mètres

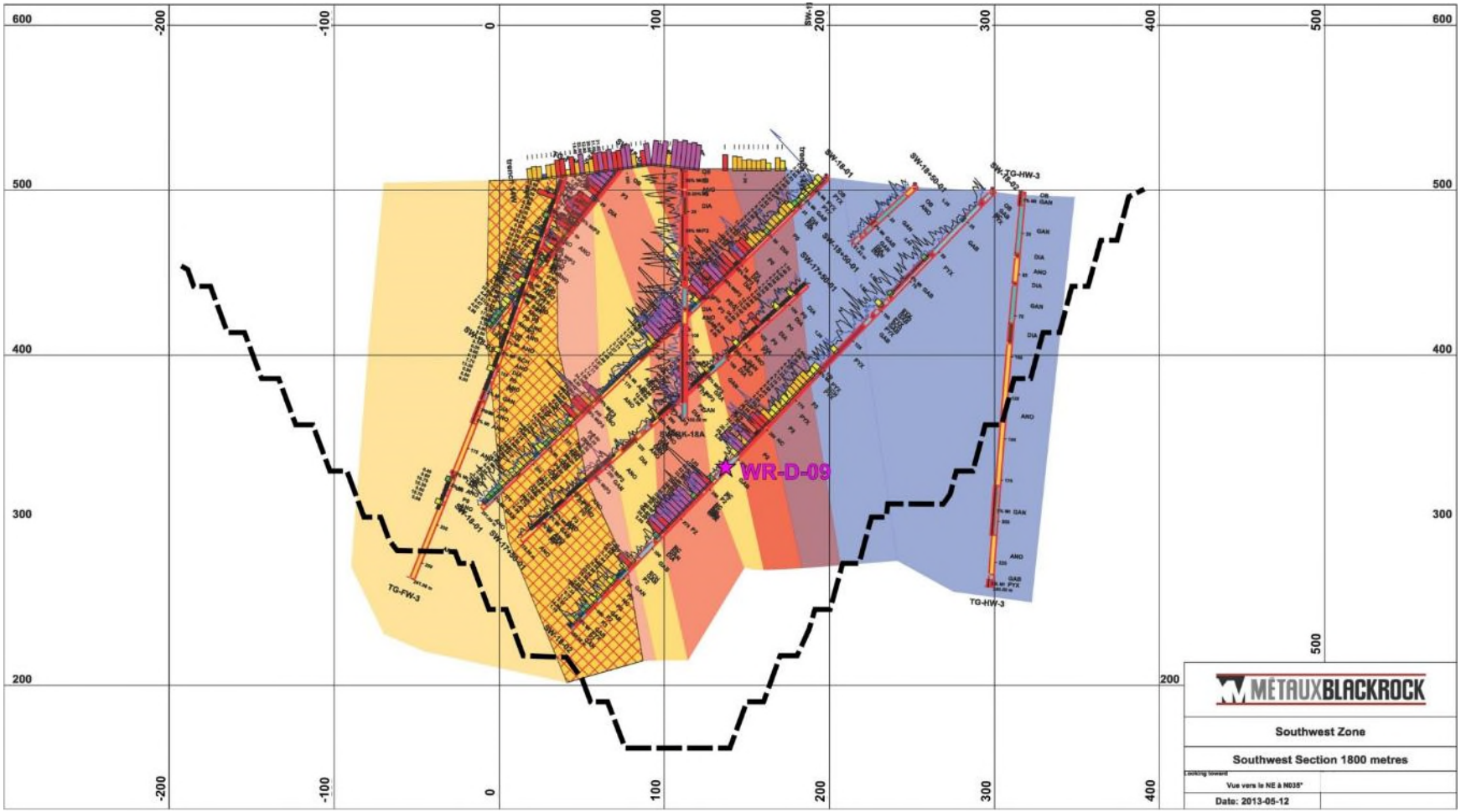


Figure C.23 : Fosse Sud-Ouest – Section 1800 mètres

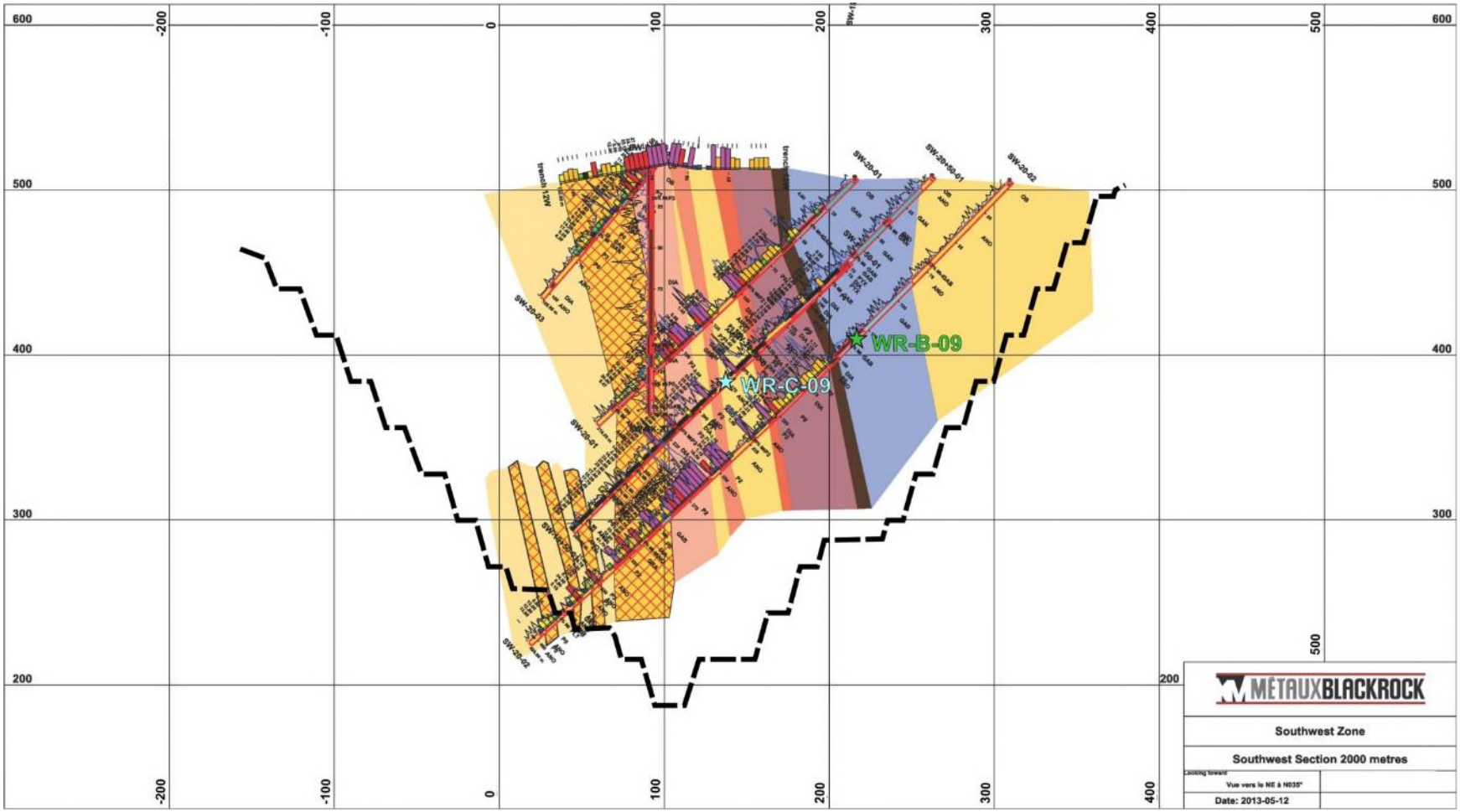


Figure C.24 : Fosse Sud-Ouest – Section 2000 mètres

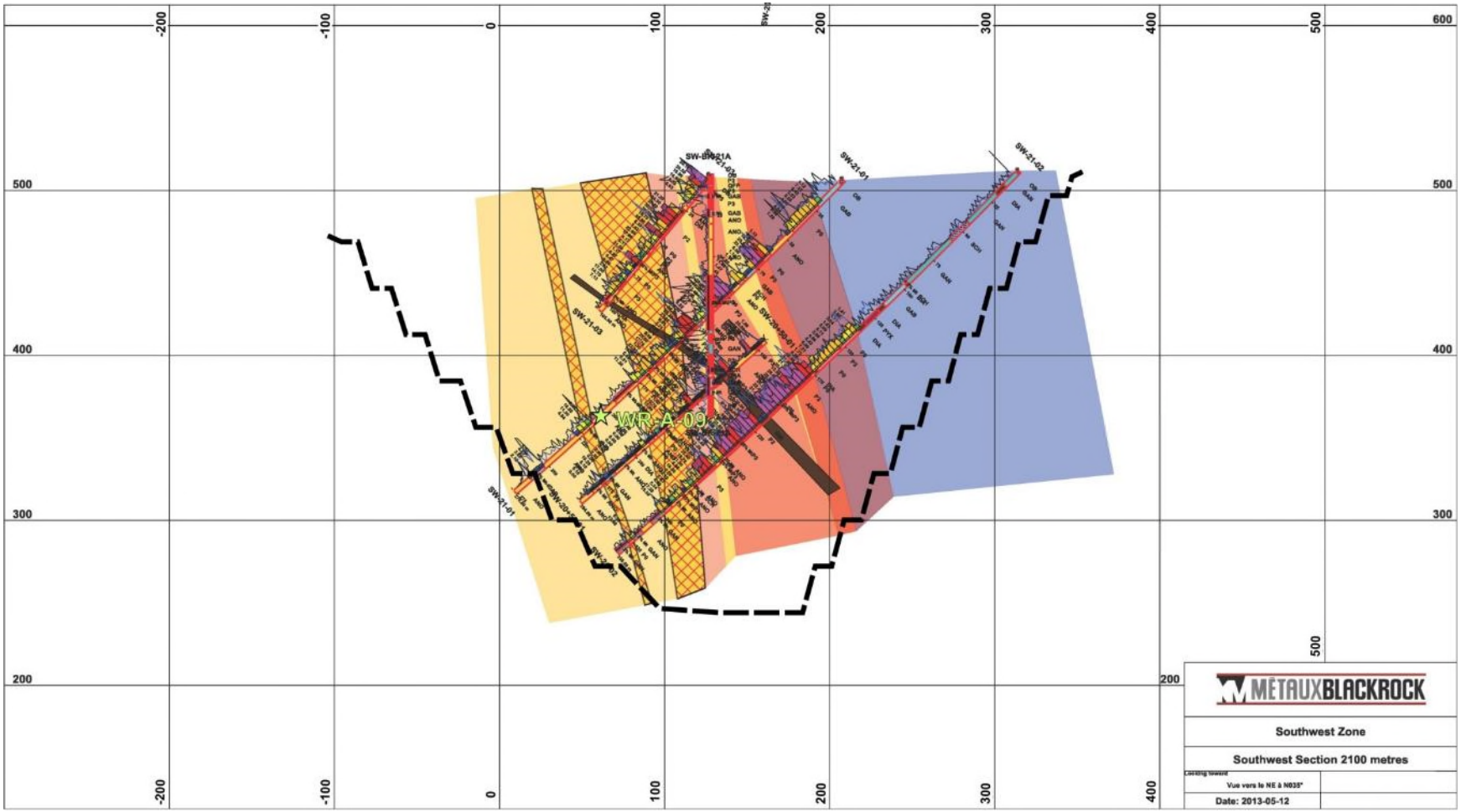


Figure C.25 : Fosse Sud-Ouest – Section 2100 mètres

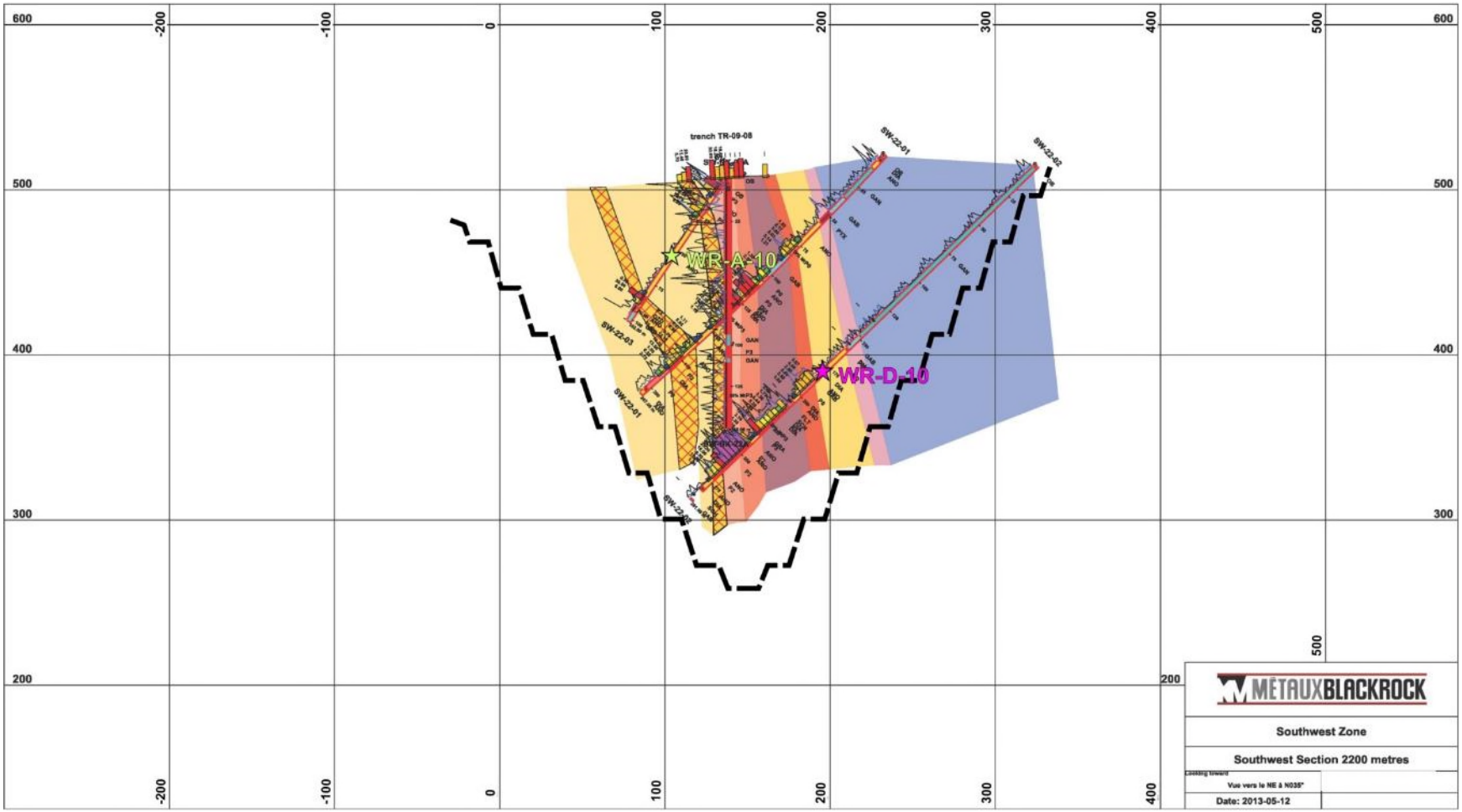


Figure C.26 : Fosse Sud-Ouest – Section 2200 mètres

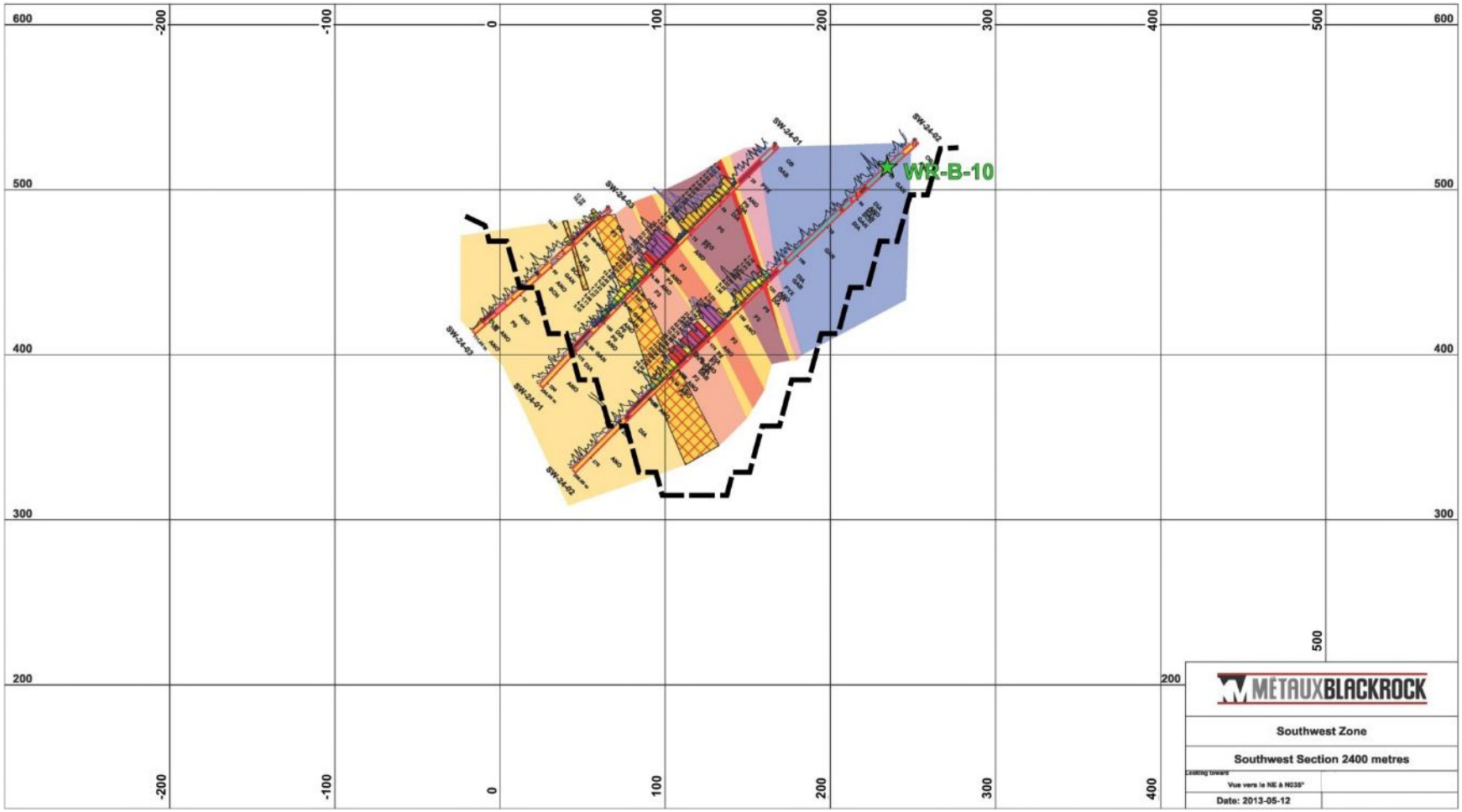


Figure C.27 : Fosse Sud-Ouest – Section 2400 mètres

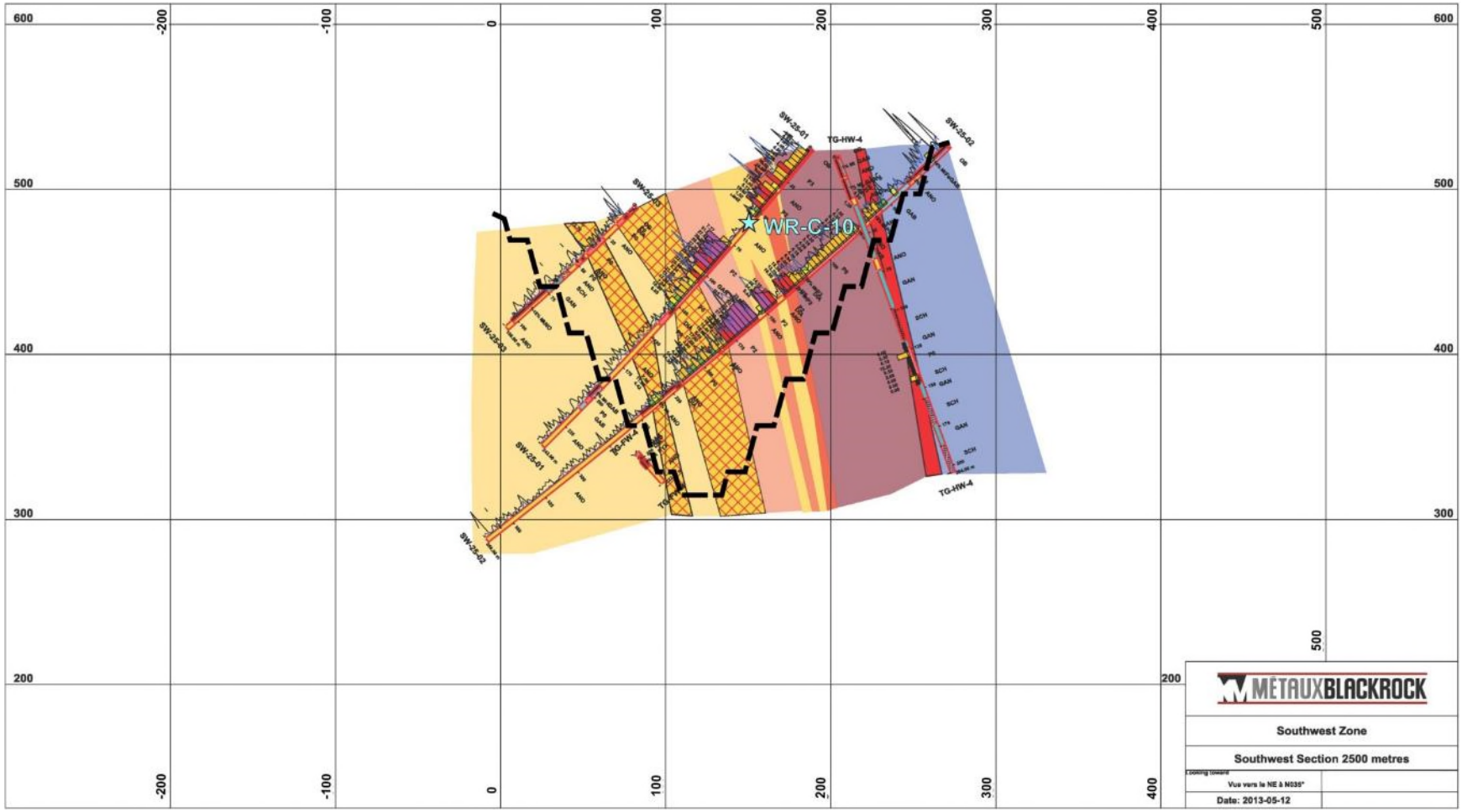


Figure C.28 : Fosse Sud-Ouest – Section 2500 mètres

ANNEXE D – RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES DE CARACTÉRISATIONS DES MATÉRIAUX

CARACTÉRISATION PHYSIQUE

Tableau D.1 : Densité relative

Échantillon	**Densité relative (g/cm^3)**
WR-A	3,03
WR-B	3,19
WR-C	3,03
WR-D	2,95
LG-E	3,89
TL-F	3,49

Tableau D.2 : Surface spécifique

Échantillon	**Surface spécifique (m^2/g)**	
	Essai laboratoire	**Essai *in situ***
WR-A	0,32	$3,9 \times 10^{-5}$
WR-B	0,33	$4,2 \times 10^{-5}$
WR-C	0,25	$4,7 \times 10^{-5}$
WR-D	0,27	$5,9 \times 10^{-5}$
LG-E	0,53	$2,9 \times 10^{-4}$
TL-F	0,98	NA

Tableau D.3 : Paramètres granulométriques des essais au laboratoire

Échantillon	**D_{10} (mm)**	**D_{50} (mm)**	**D_{90} (mm)**
WR-A	0,123	0,860	1,739
WR-B	0,120	0,914	1,790
WR-C	0,149	0,917	1,753
WR-D	0,123	0,870	1,729
LG-E	0,073	0,734	1,682
TL-F	0,010	0,061	0,648

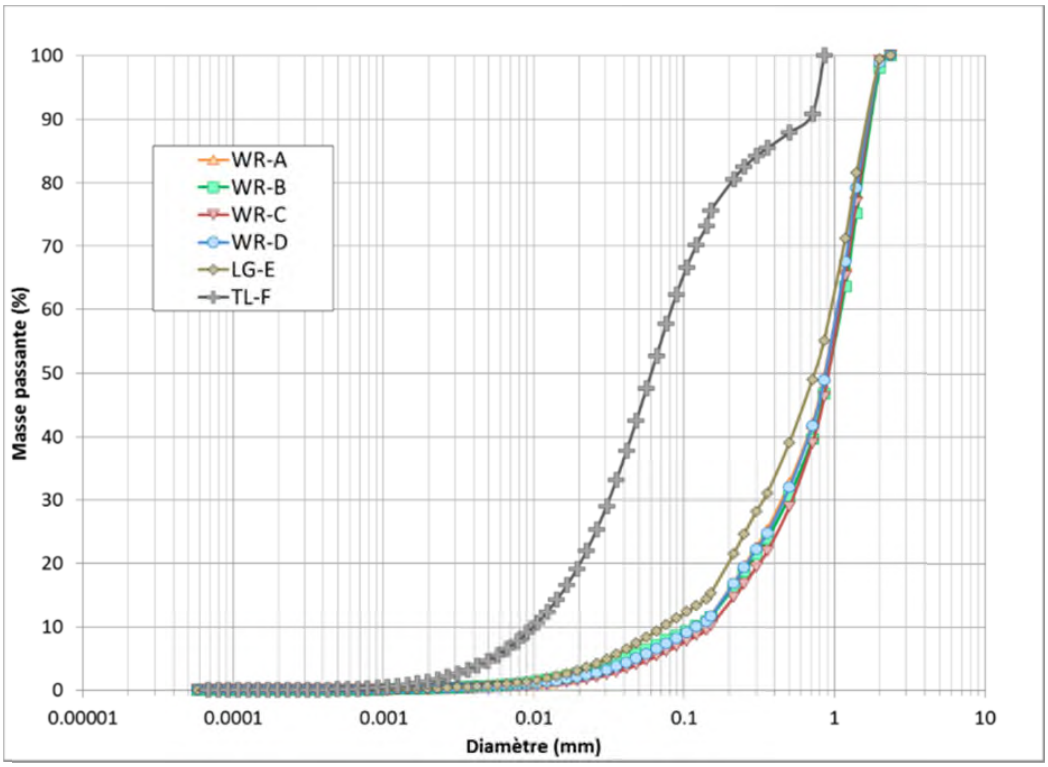


Figure D.1 : Courbes granulométriques des essais au laboratoire

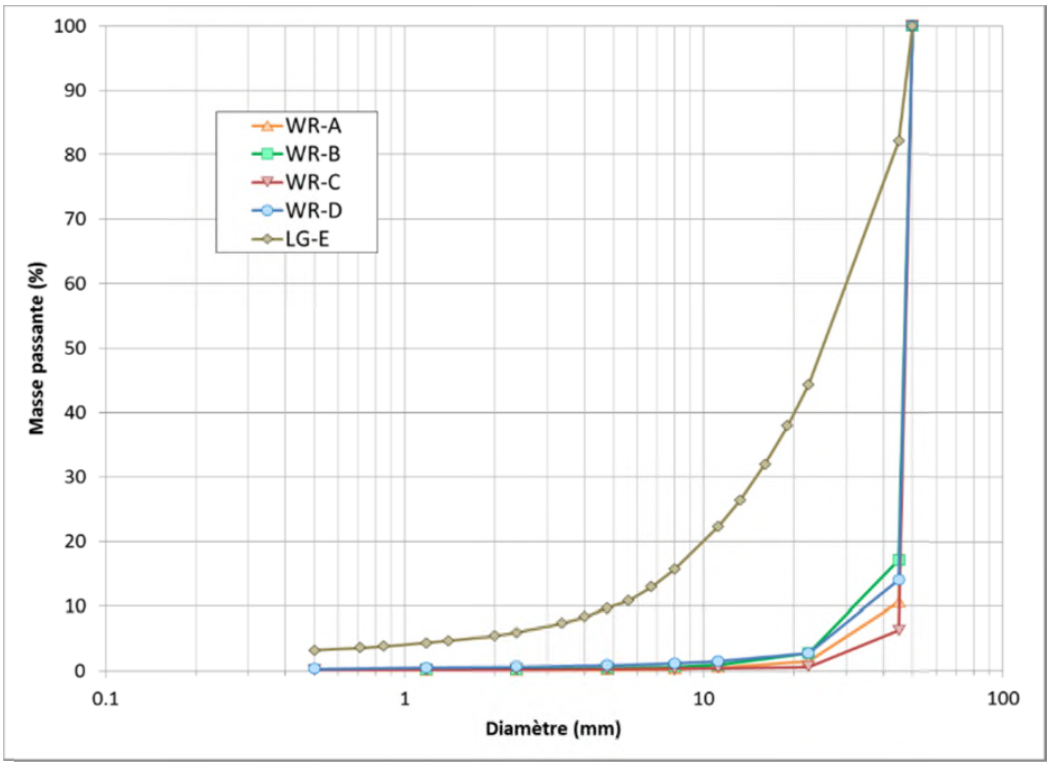


Figure D.2 : Courbes granulométriques des essais *in situ*

CARACTÉRISATION CHIMIQUE

Tableau D.4 : Soufre et carbone

Échantillon	**Soufre (%)**	**Carbone (%)**
Limite de détection	*0,009*	*0,05*
WR-A	0,043	0,22
WR-B	0,150	0,28
WR-C	0,162	0,26
WR-D	0,100	0,43
LG-E	0,057	< 0,05
TL-F	0,284	0,27

Tableau D.5 : Potentiel de neutralisation

Échantillon	**Potentiel de neutralisation (kg $CaCO_3$/t)**
WR-A	18,6
WR-B	26,5
WR-C	23,2
WR-D	36,7
LG-E	1,4
TL-F	20,5

Tableau D.6 : Multi-éléments par ICP-AES

Échantillon	**Al**	**As***	**Ba**	**Be***	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**
Limite de détection	*60.0*	*5.00*	*5.00*	*5.00*	*30.00*	*60.0*	*5.00*	*5.00*	*5.00*	*10.00*
WR-A	93250	<5	61	<5	<30	58830	9	64	400	54
WR-B	52730	<5	68	<5	<30	64330	15	136	371	65
WR-C	86980	<5	57	<5	<30	70990	9	69	410	71
WR-D	53000	<5	66	<5	<30	34150	6	68	360	75
LG-E	49830	7	109	<5	<30	23830	31	277	1181	116
TL-F	70630	<5	90	<5	<30	40970	24	304	299	149

Échantillon	**Fe**	**K**	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**S**	**Sb**
Limite de détection	*10.00*	*n.d.*	*15.0*	*5.00*	*5.00*	*n.d.*	*5.00*	*5.00*	*200*	*5.00*
WR-A	73070	2020	8220	524	55	22900	194	185	981	31
WR-B	166900	1570	29610	2184	63	13300	199	248	2209	<5
WR-C	71840	1570	14010	674	55	19100	178	184	1909	29
WR-D	73380	2300	9223	791	42	22900	197	147	1192	31
LG-E	408000	620	16360	1681	88	4950	368	406	1442	<5
TL-F	250900	1340	22560	1872	85	6120	220	362	3444	<5

Échantillon	**Se***	**Sn**	**Ti**	**Zn**
Limite de détection	*5.00*	*5.00*	*25.0*	*55.0*
WR-A	52	<5	10950	<55
WR-B	46	130	26620	<55
WR-C	56	85	13000	<55
WR-D	28	15	13000	<55
LG-E	22	18	55930	108
TL-F	34	19	68260	246

Notes :
Tous les résultats sont exprimés en mg/kg ou ppm.

À moins d'avis contraire, la digestion est totale par $HNO_3/Br_2/HF/HCL$.

*: La méthode de digestion utilisée peut volatiliser ces éléments (As, Be, Se)

Tableau D.7 : Multi-éléments par FRX

Échantillon	Ag	Al	As	Au	Ba	Bi	Ca	Cd	Cl	Co	Cr	Cu
WR-A	49,76	79566,15	16,82	< LOD	105,13	< LOD	67345,92	< LOD	212,17	< LOD	612,64	< LOD
WR-B	66,8	46560,53	46,59	< LOD	124,52	< LOD	65002,82	< LOD	643,76	< LOD	525,26	< LOD
WR-C	< LOD	62452,51	17,34	< LOD	< LOD	< LOD	71519,88	< LOD	273,34	< LOD	634,38	41,24
WR-D	< LOD	62252,25	16,13	< LOD	127,62	< LOD	60612,77	< LOD	268,11	< LOD	526,19	< LOD
LG-E	200,2	82814,87	65,73	89	240,21	< LOD	29162,39	< LOD	694,39	< LOD	1627,91	63,2
TL-F	135,57	71352,58	76,39	53,23	181,92	< LOD	40706,04	< LOD	713,3	< LOD	574,52	43,15

Échantillon	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Nb	Ni	P	Pb	Pd	Rb	S
WR-A	77618,45	3234,83	7729,53	695,42	< LOD	< LOD	112,36	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	184,72
WR-B	169237,75	1332,46	18623,63	2511,95	6,88	9,18	96,94	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	1036,06
WR-C	78500,14	2160,41	9427,96	933,4	< LOD	3,81	64,19	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	870,33
WR-D	79049,13	3633,91	12197,53	912,55	5,13	8,33	79,84	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	422,47
LG-E	384368,38	691,93	25442,84	1888,46	< LOD	< LOD	325,78	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	444,17
TL-F	269969,78	1031,36	18142,79	2102,32	< LOD	5,15	177,62	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	1876,77

Échantillon	Sb	Se	Si	Sn	Sr	Ti	V	W	Zn	Zr
WR-A	< LOD	< LOD	176204,59	< LOD	154,28	4450,32	589,34	< LOD	19,51	21,14
WR-B	< LOD	< LOD	162402,23	< LOD	80,52	12054,63	421,78	< LOD	129,31	38,27
WR-C	< LOD	< LOD	175544,77	< LOD	151,74	4637,15	376,2	< LOD	39,85	27,28
WR-D	< LOD	< LOD	202909,47	< LOD	131,78	3939,89	360,93	< LOD	44,32	115,16
LG-E	< LOD	< LOD	95882,66	61,15	71,74	38748,74	4262,12	< LOD	214,14	14,87
TL-F	< LOD	< LOD	101733,48	< LOD	87,37	46263,05	1791,96	< LOD	305,03	27,27

Note :
Tous les résultats sont exprimés en mg/kg ou ppm.

CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE

Tableau D.8 : Composition minéralogique après réconciliation avec les données chimiques

Minéral (%)	WR-A	WR-B	WR-C	WR-D	LG-E	TL-F
Albite	31,6	13,5	31,5	36,0	10,7	13,3
Amphibole		55,6	2,93	8,81		8,80
Ankérite						2,25
Calcite	1,85	2,33	2,17	3,58		
Chalcopyrite	0,017	0,020	0,028	0,025	0,045	0,046
Chlorite	12,2	9,66	12,6	9,64	19,6	33,5
Épidote	36,7	7,20	34,9	19,3	19,9	17,8
Ilménite	0,24	3,13		1,14	17,7	14,7
Magnétite	1,38		0,86	0,72	30,3	6,37
Mica	11,3		5,84	7,17		
Pyrite	0,063	0,050	0,20	0,085	0,050	0,27
Pyrrhotite		0,27	0,090	0,085	0,010	0,27
Quartz	4,63	7,35	8,86	11,03	1,67	2,72
Titanite		0,90		2,39		
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

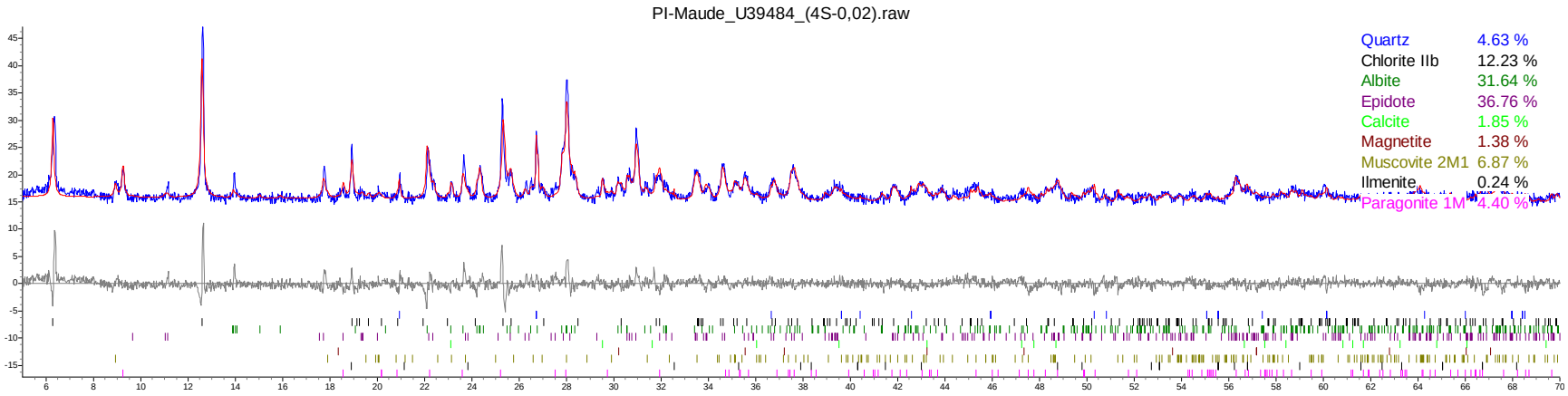


Figure D.3 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-A

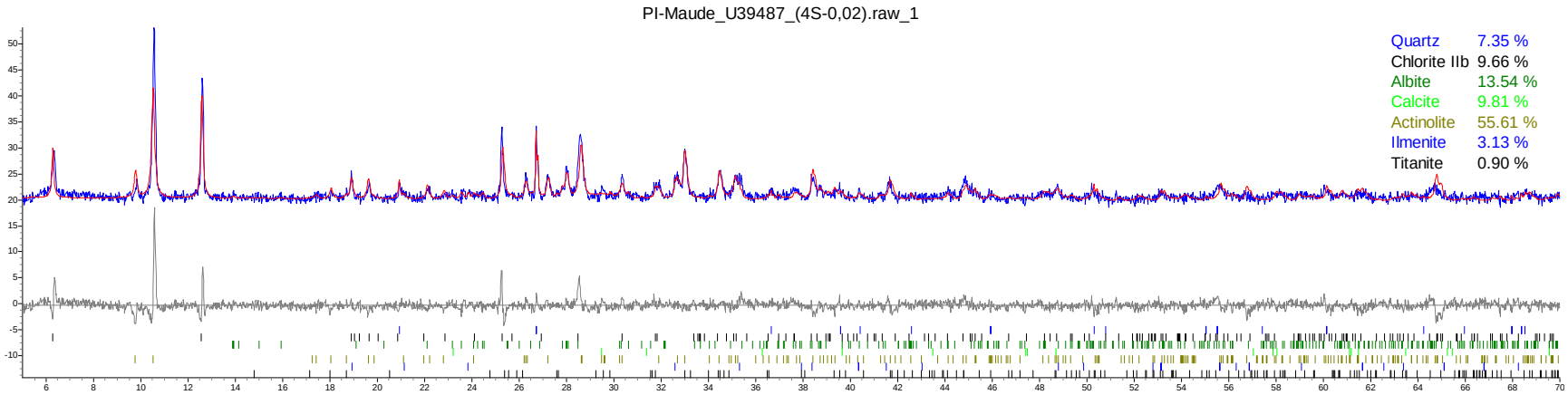


Figure D.4 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-B

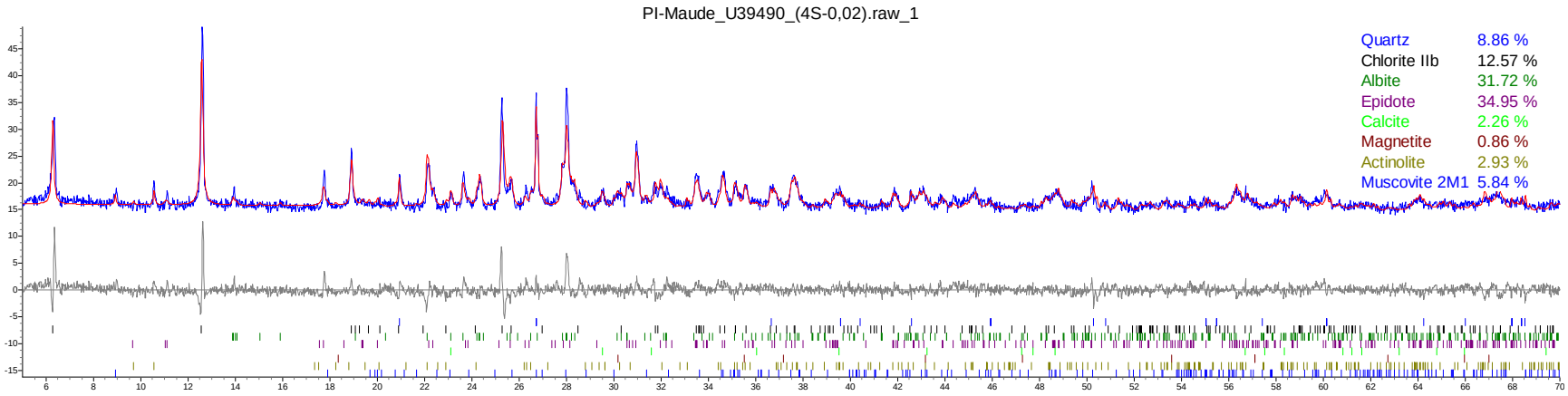


Figure D.5 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-C

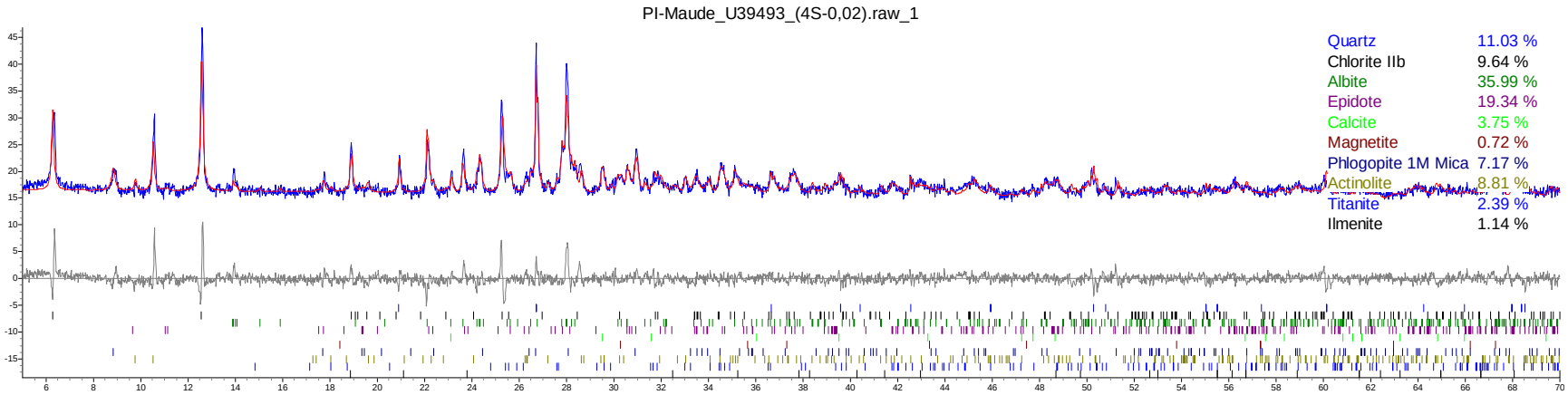


Figure D.6 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon WR-D

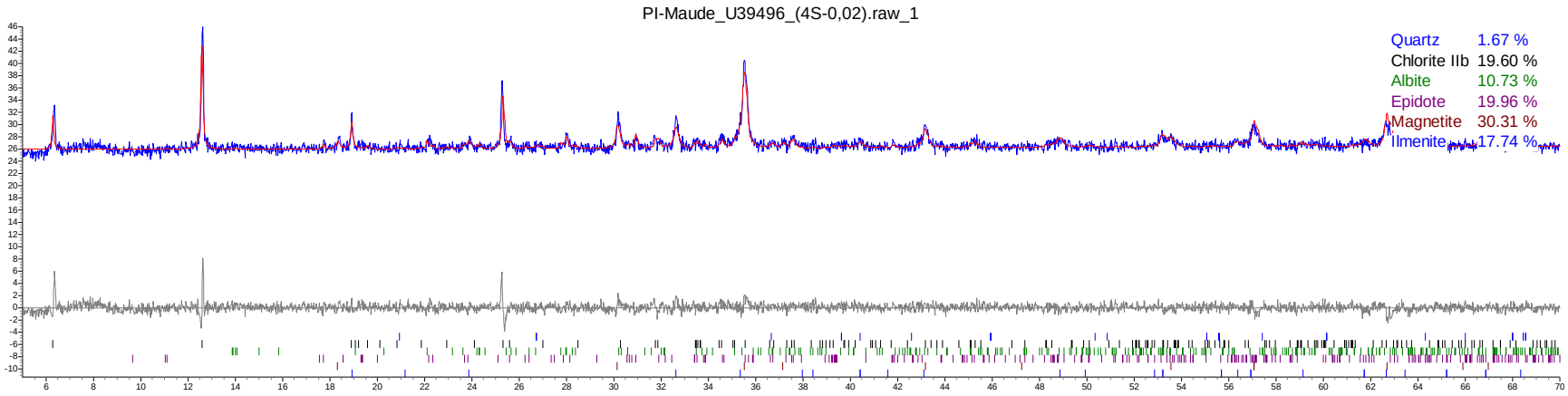


Figure D.7 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon LG-E

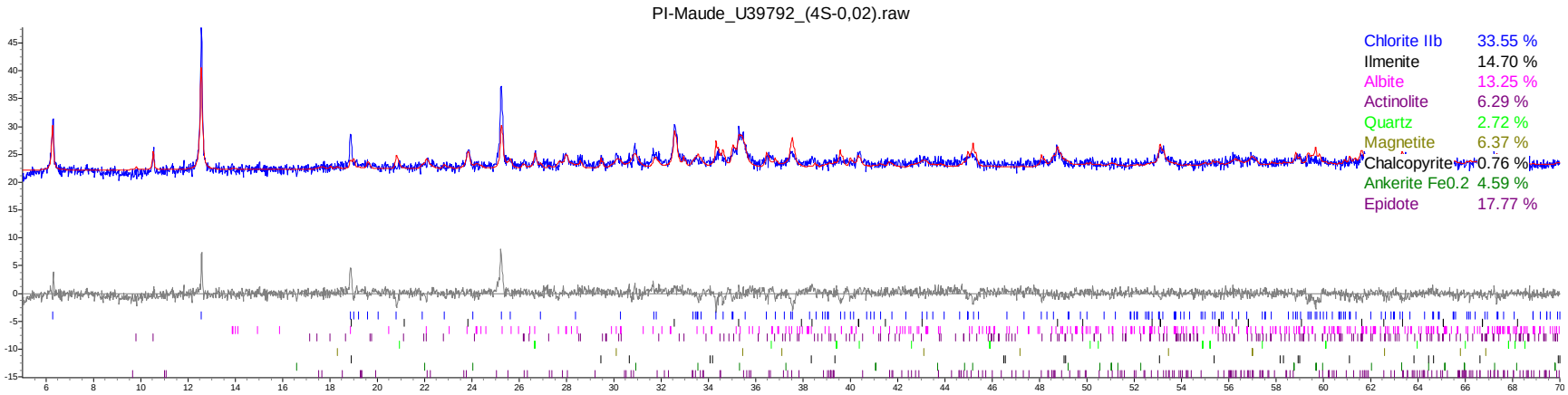


Figure D.8 : Analyse minéralogique semi-quantitative par DRX – Données brutes de l'échantillon TL-F

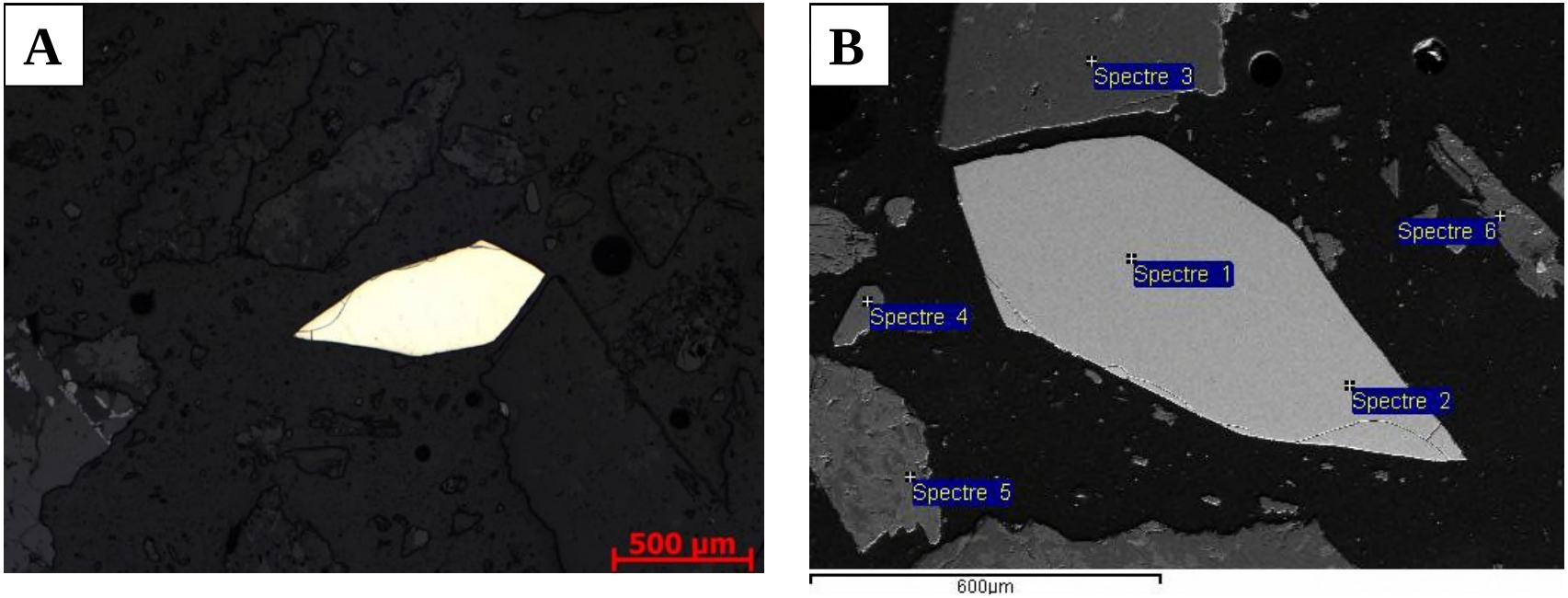


Figure D.9 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-A (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.9 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-A

Spectre	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Co	Minéral
1						56,51			43,49		Pyrite
2						56,06			42,83	1,11	Pyrite
3	48,84	8,77		9,99	32,39			0			Albite
4	44,03			15,79	19,53		0,68	16,67	3,3		Épidote
5	43,31			14,66	19,38		1,54	16,15	4,96		Épidote
6	41,28	0,79	12,05	12,26	14,93		2,3		16,39		Chlorite

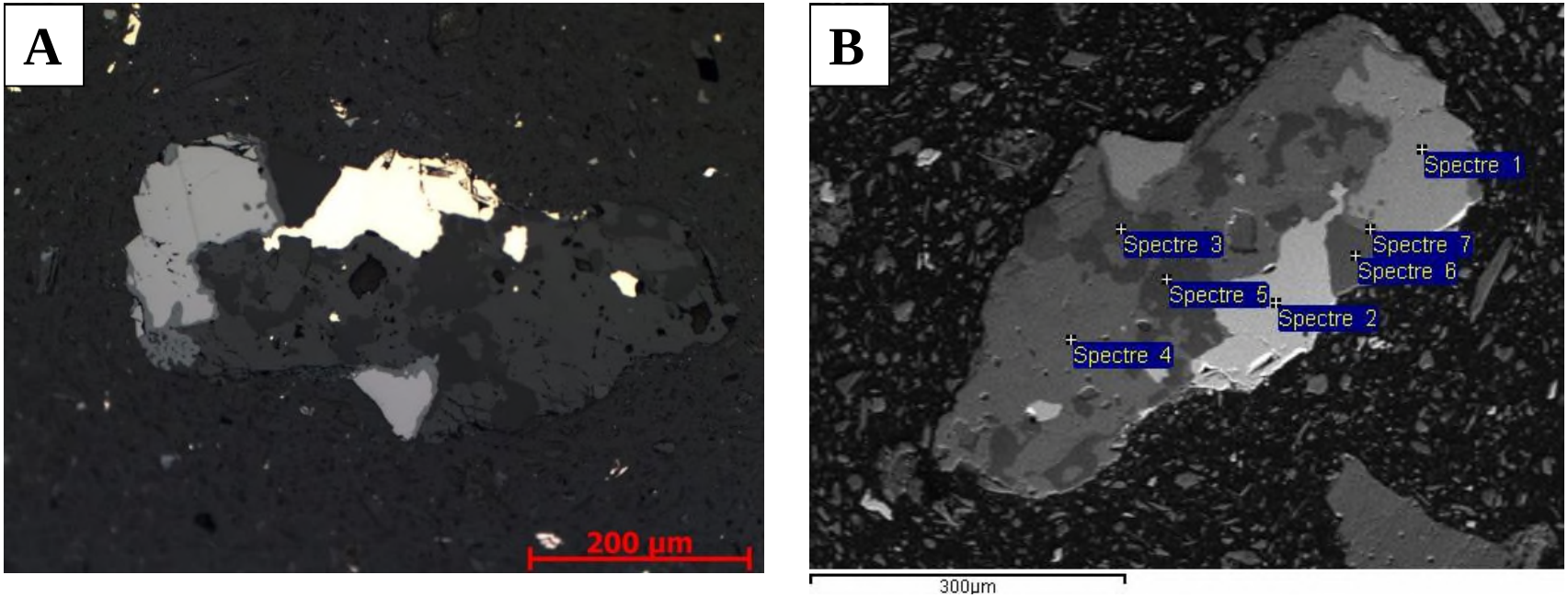


Figure D.10 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-B (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.10 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-B

Spectre	O	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Minéral
1	31,73							31,89	1,95	34,43	Ilménite
2					42,22					57,78	Pyrrhotite
3	45,92		9,32	30,46		13,36				0,46	Microcline
4	41,1	4,67	2,79	23,33		0,27	7,99	0,26	0,29	17,79	Amphibole
5	53,11			46,53						0,36	Quartz
6	46,07		9,24	30,69		13,69				0,3	Microcline
7	40,96		0,45	14,92			19,96	23,08		0,63	Titanite

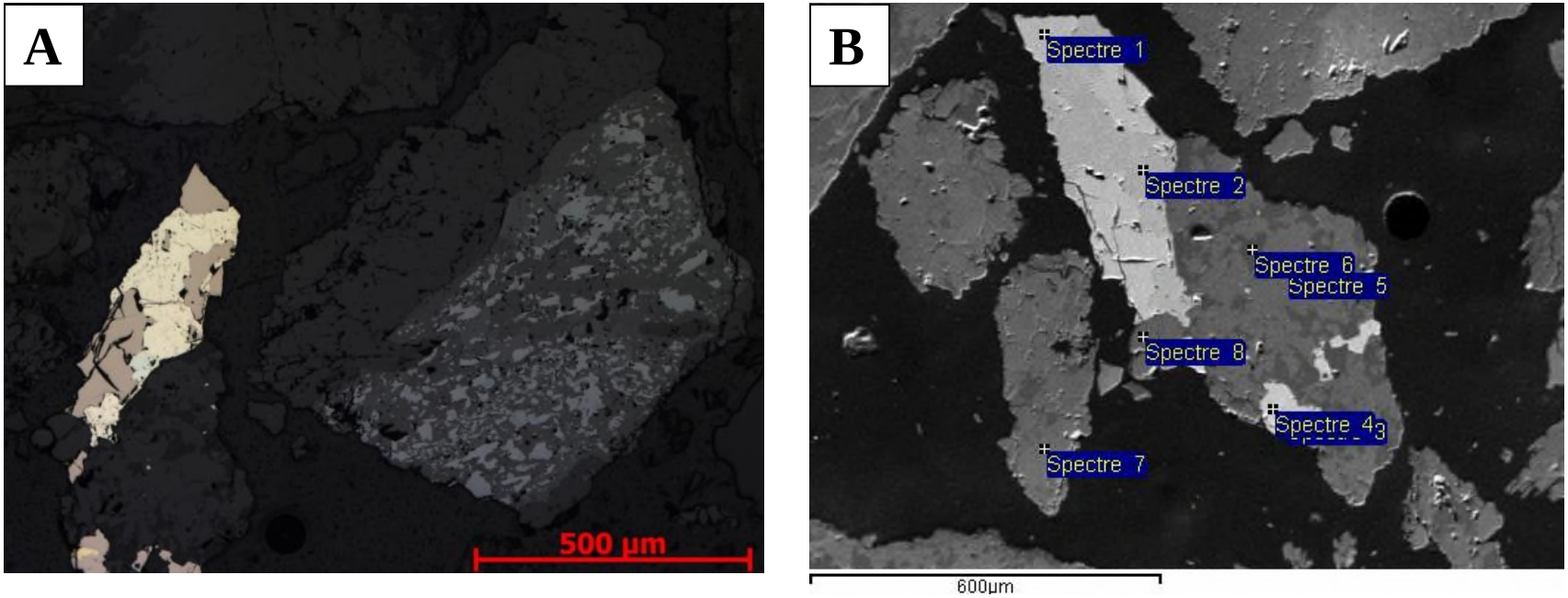


Figure D.11 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-C (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.11 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-C

Spectre	O	Na	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Cu	Minéral
1					42,24			57,76		Pyrrhotite
2					55,65			44,35		Pyrite
3					42,15			57,85		Pyrrhotite
4					39,19			41,5	19,31	Chalcopyrite
5	44,82		15,95	20,84		0,17	14,57	3,65		Épidote
6	48,36	8,69	10,63	31,09		0,12	1,1			Albite
7	45,52		16,86	21,34			13,73	2,55		Épidote
8	44,71		15,69	20,81			14,78	4,01		Épidote

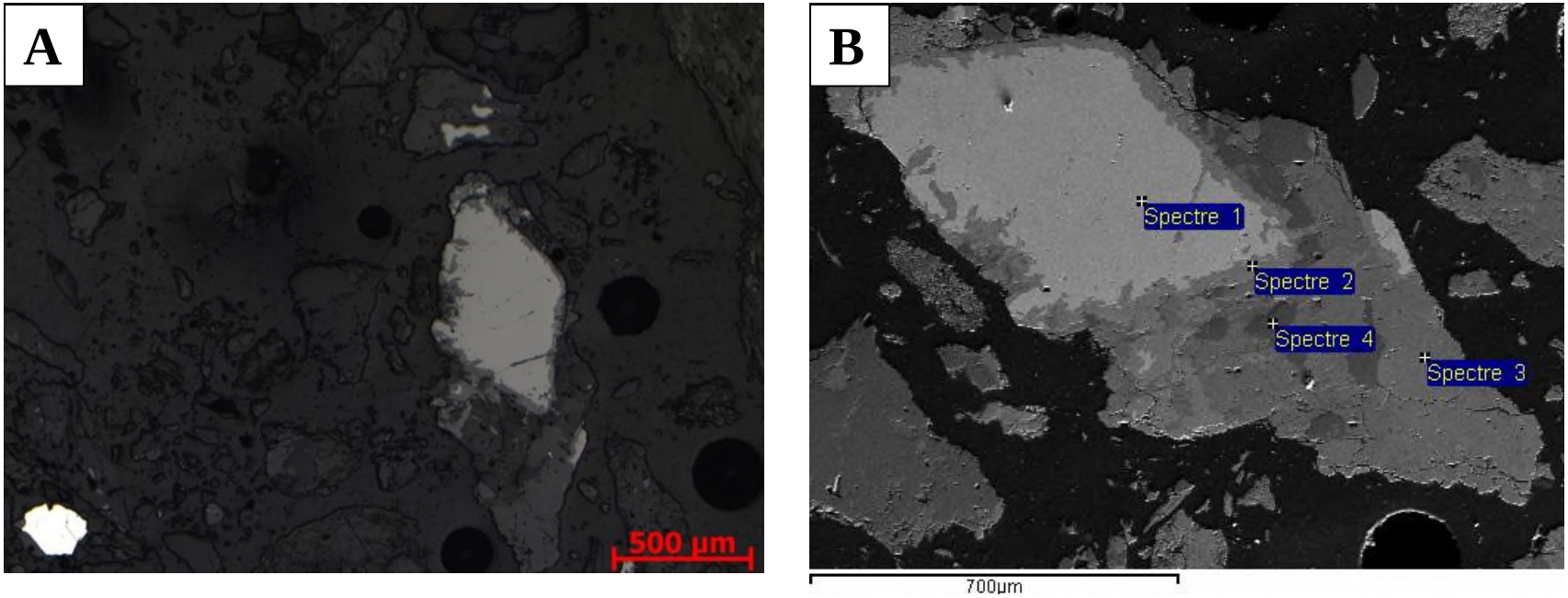


Figure D.12 : Observations microscopiques de l'échantillon WR-D (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.12 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon WR-D

Spectre	O	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Mn	Fe	Minéral
1	31,6					31,43		1,26	35,71	Ilménite
2	41,24	0,31	15,76		19,66	22,46			0,58	Titanite
3	41,84	11,91	18,6	3,73	15,45		1,41		7,07	Épidote
4	53,14		46,57						0,29	Quartz

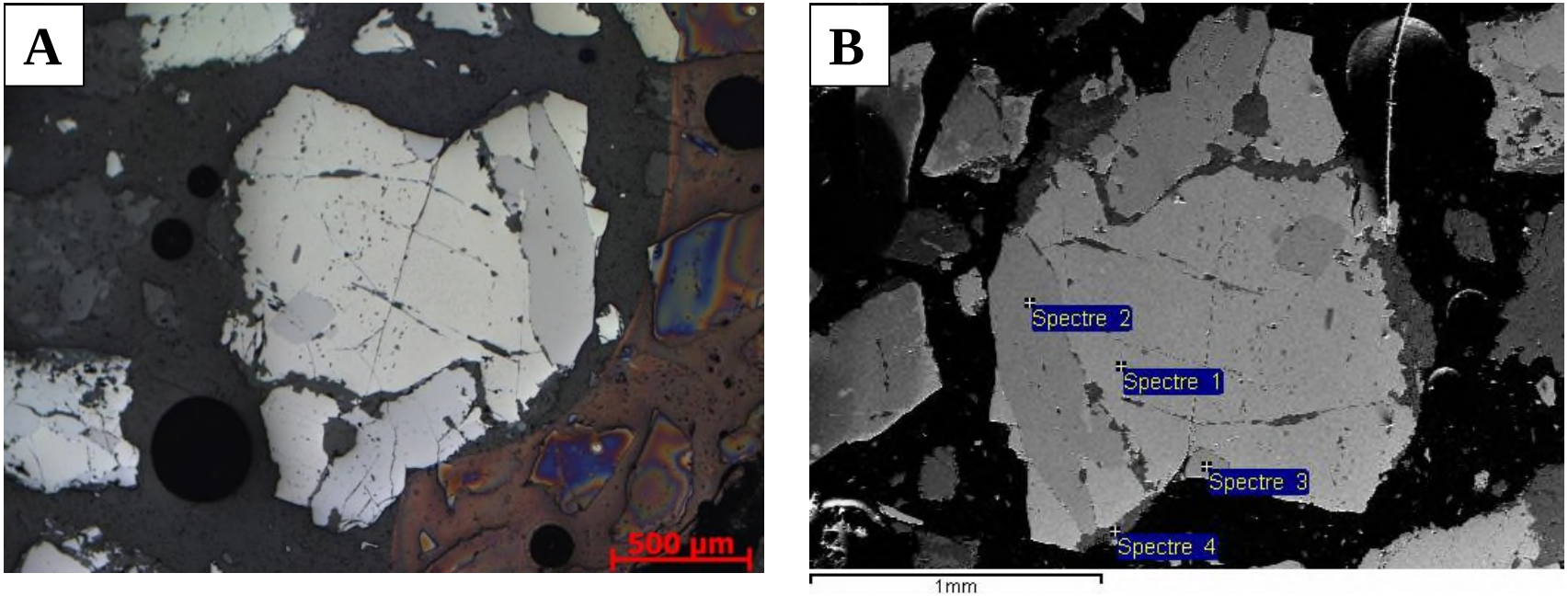


Figure D.13 : Observations microscopiques de l'échantillon LG-E (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.13 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon LG-E

Spectre	O	Mg	Al	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Minéral
1	24,83				7,34	0,89	0,26	0,25	66,44	Titanomagnétite
2	31,59	0,19			31,24			0,98	35,99	Ilménite
3	31,45				30,96			0,89	36,7	Ilménite
4	43,4	12	16,47	15					13,14	Chlorite

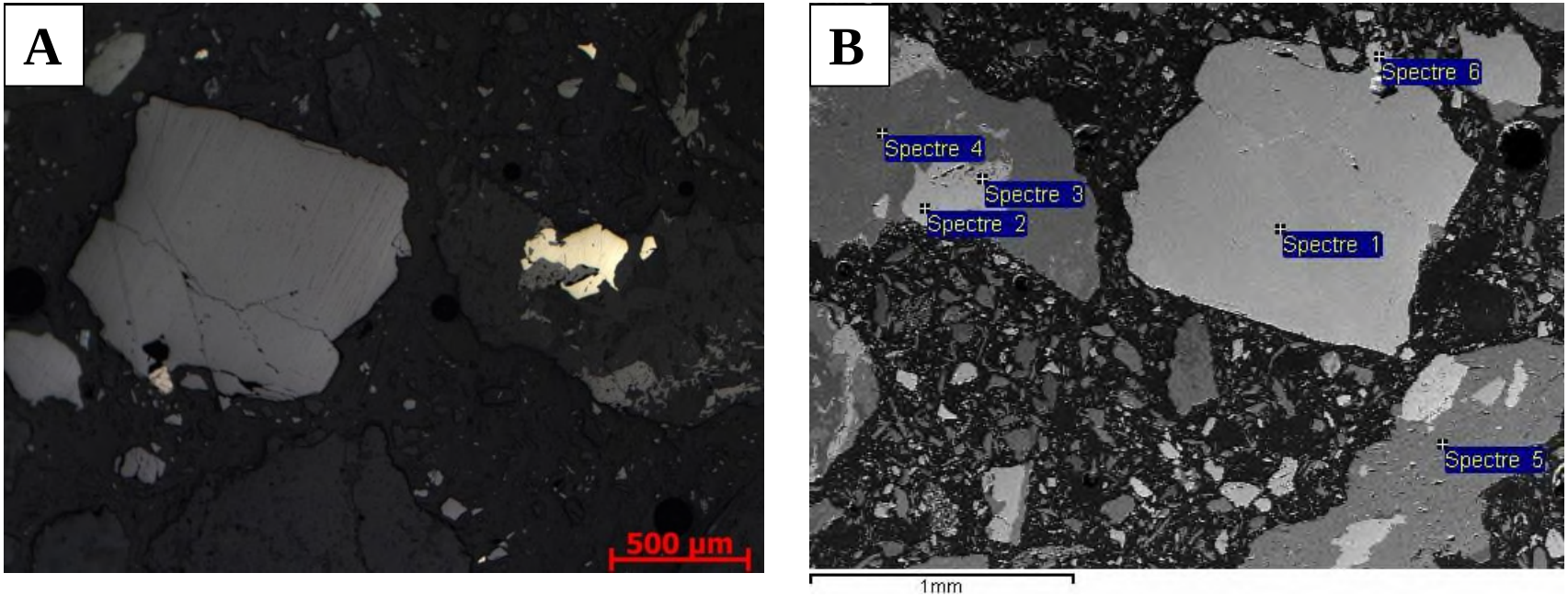


Figure D.14 : Observations microscopiques de l'échantillon TL-F (A : microscope optique ; B : MEB)

Tableau D.14 : Microanalyses au MEB-EDS pour l'échantillon TL-F

Spectre	O	Mg	Al	Si	S	K	Ti	V	Mn	Fe	Co	Minéral
1	31,6						31,46		0,71	36,23		Ilménite
2					55,65					42,94	1,41	Pyrite
3	22,55							0,72		76,74		Magnétite
4	39,3	7,14	12,59	13,72		0,49				26,76		Chlorite
5	39,42	7,75	12,12	13,95		0,19				26,58		Chlorite
6					42,36					57,64		Pyrrhotite

ANNEXE E – RÉSULTATS DES ESSAIS CINÉTIQUES

Cette annexe présente tous les résultats d'analyses des lixiviats générés lors des essais cinétiques, sous forme de tableaux. Ils sont présentés dans l'ordre suivant :

- Essais contrôles en mini-cellule d'altération (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D et LG-E)
- Essai contrôle en cellule humide (TL-F)
- Essais modifiés avec EDTA en mini-cellule d'altération (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D et LG-E)
- Essai modifié avec EDTA en cellule humide (TL-F)
- Essais modifiés avec acide citrique en mini-cellule d'altération (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D et LG-E)
- Essai modifié avec acide citrique en cellule humide (TL-F)
- Essai *in situ* (WR-A, WR-B, WR-C, WR-D et LG-E)

À noter que lorsque la limite de détection d'une méthode est indéterminée, une valeur de 0 est inscrite dans les tableaux. Il est aussi probable que certaines limites de détection aient variées au courant des essais.

Tableau E.1 : Essai WR-A Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité	Alcalinité
					ml	ml	ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l
40752	01-02	0	16-19 mars 2015	20 mars 2015	43,3	42,57	85,87	8,1	0,0657	46,4
40881	03-04	7	23-26 mars 2015	26 mars 2015	42,81	42,81	85,62	7,98	0,0784	44,48
40973	05-06	14	30 mars-2 avril 2015	2 avril 2015	43,57	44,64	88,21	9,25	0,1153	51,6
40979	07-08	21	6-9 avril 2015	10 avril 2015	44,41	43,38	87,79	7,97	0,077	38,56
41483	09-10	28	13-16 avril 2015	17 avril 2015	43,19	45,08	88,27	7,95	0,0796	41,68
41622	11-12	35	20-23 avril 2015	23 avril 2015	44,58	45,21	89,79	7,76	0,0716	37,68
41628	13-14	42	27-30 avril 2014	30 avril 2015	45,97	45,63	91,6	7,31	0,0539	19,02
41634	15-16	49	4-7 mai 2015	7 mai 2015	45,77	46,09	91,86	7,37	0,0393	23,6
41640	17-18	56	11-14 mai 2015	14 mai 2015	45,69	45,15	90,84	7,76	0,0451	25,04
41723	19-20	63	18-21 mai 2015	21 mai 2015	45,86	45,2	91,06	7,73	0,0422	20
42223	21-22	70	25-28 mai 2015	29 mai 2015	45,19	45,4	90,59	7,54	0,0598	34,56
42272	23-24	77	1-4 juin 2015	5 juin 2015	44,15	38,54	82,69	7,49	0,0556	35,6
42278	25-26	84	8-11 juin 2015	12 juin 2015	43,54	43,29	86,83	7,78	0,0395	31,52
42284	27-28	91	15-18 juin 2015	19 juin 2015	44,61	43,11	87,72	7,86	0,0562	36,72
42290	29-30	98	22-25 juin 2015	26 juin 2015	43,23	40,49	83,72	7,72	0,0535	39,36
42678	31-32	105	29 juin-2 juillet 2015	3 juillet 2015	43,14	44,86	88	7,81	0,0514	38,48
42684	33-34	112	6-9 juillet 2015	10 juillet 2015	44,17	43,86	88,03	7,82	0,052	37,84
42690	35-36	119	13-16 juillet 2015	17 juillet 2015	43,28	43,22	86,5	7,77	0,0423	29,92
42696	37-38	126	20-23juillet 2015	24 juillet 2015	44,12	43,78	87,9	7,63	0,0358	24,88
42702	39-40	133	27-30 juillet 2015	31 juillet 2015	42,74	44,55	87,29	7,55	0,0315	19,6
43840	41-42	140	3-6 août 2015	7 août 2015	44,58	43,41	87,99	7,75	0,047	30,72
44151	43-44	147	10-13 août 2015	15 août 2015	45,32	44,93	90,25	7,58	0,0413	27,6
44157	45-46	154	17-20 août 2015	21 août 2015	44,76	45,1	89,86	7,64	0,0531	35,36
44163	47-48	161	24-27 août 2015	29 août 2015	42,55	44,7	87,25	7,71	0,0533	39,36
44169	49-50	168	31 août-3 sept. 2015	4 sept. 2015	43,42	43,51	86,93	7,4	0,0407	26,72
44799	51-52	175	7-10 sept. 2015	15 sept. 2015	44,18	44,44	88,62	7,46	0,035	27,2
44805	53-54	182	14-17 sept. 2015	18 sept. 2015	39,27	42,55	81,82	7,63	0,0584	36,4
44811	55-56	189	20-22 sept. 2015	22 sept. 2015	43,32	41,36	84,68	7,71	0,0457	33,07

Tableau E.2 : Essai WR-A Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40752	0,405	<0,06	1,28	0,001	<0,001	<0,02	13,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,013	1,36	0
40881	0,362	<0,06	0,319	0,002	0,001	<0,02	13,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,017	0,563	0
40973	0,396	<0,06	0,023	0,003	<0,001	<0,02	15,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,463	0,001
40979	0,257	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	12,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,221	0
41483	0,298	<0,06	0	<0,001	<0,001	<0,02	14,8	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,023	0,156	0
41622	0,211	<0,06	0,008	0,002	<0,001	<0,02	13,7	<0,003	<0,004	<0,003	0,005	<0,006	0,133	0
41628	0,152	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	10,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,155	0
41634	0,136	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	10,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,145	0
41640	0,091	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	9,57	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,064	0,001
41723	0,076	<0,06	0	<0,001	<0,001	<0,02	7,58	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,07	0,061	0
42223	0,099	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	13,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,011	0,007	0,11	0,001
42272	0,067	<0,06	0,158	0,007	0,001	<0,02	15,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,126	0,001
42278	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42284	0,045	<0,06	0,172	0,005	<0,001	<0,02	15,2	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,07	0
42290	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42678	0,042	<0,06	0,118	0,002	<0,001	<0,02	15,2	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,03	0,132	0
42684	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42690	0,025	<0,06	0	<0,001	<0,001	<0,02	11,2	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,11	0
42696	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42702	0,029	<0,06	0,249	0,001	<0,001	<0,02	8,13	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,052	0,079	0
43840	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44151	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44157	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44163	0,02	<0,03	0	0,002	0	<0,02	13,3	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,067	0
44169	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44799	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44805	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44811	0,019	<0,03	0,075	0,002	0	<0,02	12	<0,001	<0,002	0,001	<0,01	<0,005	0,061	0

Tableau E.2 (suite) : Essai WR-A Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40752	1	0,002	<0,009	8	<0,004	<0,02	2,17	<0,09	<0,1	4,51	0,038	0	<0,002	0,006
40881	0,727	0,005	<0,009	1,21	<0,004	<0,02	0,641	<0,09	<0,1	8,69	0,03	0	<0,002	0,005
40973	0,593	0,004	<0,009	44,3	<0,004	<0,02	0,971	<0,09	<0,1	9,18	0,031	0,002	<0,002	0,008
40979	0,355	0,004	<0,009	0,329	<0,004	<0,02	0,588	<0,09	<0,1	8,68	0,019	0	<0,002	0,011
41483	0,31	0,007	<0,009	0,105	<0,004	<0,02	0,273	<0,09	<0,1	9,19	0,02	0	<0,002	0,005
41622	0,254	0,007	<0,009	0,224	<0,004	<0,02	0,552	<0,09	<0,1	7,63	0,014	0	<0,002	<0,005
41628	0,184	0,008	<0,009	0,2	<0,004	<0,02	0,731	<0,09	<0,1	6,08	0,01	0,003	<0,002	0,018
41634	0,139	0,008	<0,009	0,129	<0,004	<0,02	0,304	<0,09	<0,1	6,18	0,009	0	<0,002	<0,005
41640	0,1	0,005	<0,009	0,217	<0,004	<0,02	0,175	<0,09	<0,1	6,62	0,008	0,004	<0,002	<0,005
41723	0,101	0,011	<0,009	0,089	<0,004	<0,02	0,769	<0,09	<0,1	4,52	0,005	0,004	<0,002	<0,005
42223	0,151	0,018	<0,009	0,121	<0,004	<0,02	0,619	<0,09	<0,1	5,03	0,008	0	<0,002	<0,005
42272	0,287	0,023	<0,009	0,119	<0,004	<0,02	0,816	<0,09	<0,1	4,03	0,012	0,002	<0,002	0,01[a]
42278	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42284	0,141	0,03	<0,009	0	<0,004	<0,02	0,612	<0,09	<0,1	3,34	0,008	0,002	<0,002	0,019
42290	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42678	0,14	0,033	<0,009	0,043	<0,004	<0,02	0,268	<0,09	<0,1	3,24	0,007	0,001	<0,002	0,018
42684	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42690	0,134	0,022	<0,009	0,318	<0,004	<0,02	0,777	<0,09	<0,1	4,35	0,007	0	<0,002	0,01
42696	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42702	0,192	0,014	<0,009	0,163	<0,004	<0,02	0,507	<0,09	<0,1	2,55	0,006	0	<0,002	0,007
43840	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44151	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44157	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44163	0,107	0,035	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,358	0	<0,07	1,65	0,005	0	0	<0,02
44169	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44799	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44805	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44811	0,097	0,035	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,551	0	<0,07	1,76	0,004	0,004	0	<0,02

[a] Valeur initiale de 0,435 jugée comme étant une erreur analytique : remplacée par la valeur moyenne interpolée des analyses voisines

Tableau E.3 : Essai WR-B Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité	Alcalinité
					ml	ml	ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l
40753	01-02	0	16-19 mars 2015	20 mars 2015	42,71	43,96	86,67	8,04	0,0647	48,32
40882	03-04	7	23-26 mars 2015	26 mars 2015	43,7	44,2	87,9	7,93	0,0771	39,68
40974	05-06	14	30 mars-2 avril 2015	2 avril 2015	43,88	43,68	87,56	8,39	0,082	32,24
40980	07-08	21	6-9 avril 2015	10 avril 2015	44,76	43,09	87,85	7,98	0,0706	38,32
41484	09-10	28	13-16 avril 2015	17 avril 2015	43,18	44,27	87,45	7,89	0,0747	39,04
41623	11-12	35	20-23 avril 2015	23 avril 2015	43,6	43,91	87,51	7,87	0,0694	32,88
41629	13-14	42	27-30 avril 2014	30 avril 2015	44,88	44,35	89,23	7,35	0,0603	19,76
41635	15-16	49	4-7 mai 2015	7 mai 2015	45,78	45,57	91,35	7,62	0,0535	28
41641	17-18	56	11-14 mai 2015	14 mai 2015	44,89	44,22	89,11	7,64	0,0537	28,96
41724	19-20	63	18-21 mai 2015	21 mai 2015	45,9	44,78	90,68	7,73	0,0551	26,08
42224	21-22	70	25-28 mai 2015	29 mai 2015	44,29	45,47	89,76	7,26	0,0526	30,08
42273	23-24	77	1-4 juin 2015	5 juin 2015	44,68	44,54	89,22	7,42	0,0422	32,24
42279	25-26	84	8-11 juin 2015	12 juin 2015	44,68	44,46	89,14	7,94	0,0376	31,84
42285	27-28	91	15-18 juin 2015	19 juin 2015	45,34	45,32	90,66	7,94	0,0409	28,24
42291	29-30	98	22-25 juin 2015	26 juin 2015	44,94	44,64	89,58	7,79	0,0394	29,6
42679	31-32	105	29 juin-2 juillet 2015	3 juillet 2015	44,71	44,96	89,67	7,84	0,0367	28,88
42685	33-34	112	6-9 juillet 2015	10 juillet 2015	43,55	45,42	88,97	7,8	0,041	32
42691	35-36	119	13-16 juillet 2015	17 juillet 2015	45,48	40,28	85,76	7,75	0,0412	31,28
42697	37-38	126	20-23juillet 2015	24 juillet 2015	45,08	44,09	89,17	7,7	0,0375	24,16
42703	39-40	133	27-30 juillet 2015	31 juillet 2015	44,46	44,42	88,88	7,64	0,0347	24,4
43841	41-42	140	3-6 août 2015	7 août 2015	44,76	44,8	89,56	7,71	0,0329	21,76
44152	43-44	147	10-13 août 2015	15 août 2015	45,28	44,91	90,19	7,62	0,0312	19,92
44158	45-46	154	17-20 août 2015	21 août 2015	45,01	44,6	89,61	7,62	0,0311	18,48
44164	47-48	161	24-27 août 2015	29 août 2015	44,85	44,65	89,5	7,63	0,0329	20
44170	49-50	168	31 août-3 sept. 2015	4 sept. 2015	44,73	44,82	89,55	7,48	0,0335	19,84
44800	51-52	175	7-10 sept. 2015	15 sept. 2015	45,16	44,63	89,79	7,45	0,0243	16,88
44806	53-54	182	14-17 sept. 2015	18 sept. 2015	44,2	45,21	89,41	7,48	0,0292	19,2
44812	55-56	189	20-22 sept. 2015	22 sept. 2015	44,6	45,36	89,96	7,48	0,0254	15,92

Tableau E.4 : Essai WR-B Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40753	0,169	<0,06	1,25	0,001	<0,001	<0,02	15,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,007	1,07	0
40882	0,197	<0,06	0,209	0,002	<0,001	<0,02	12,7	<0,003	<0,004	<0,003	0,005	<0,006	0,425	0
40974	0,212	<0,06	0,034	0,002	<0,001	<0,02	15,4	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,303	0,001
40980	0,181	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	12,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,162	0
41484	0,222	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	14,3	<0,003	<0,004	<0,003	0,014	0,009	0,111	0
41623	0,172	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	12,2	<0,003	<0,004	<0,003	0,006	<0,006	0,101	0,001
41629	0,188	<0,06	0	0,002	0,001	<0,02	12,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,016	0,085	0
41635	0,203	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	11,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,101	0
41641	0,137	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	11,4	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,052	0,073	0,003
41724	0,165	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	10,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,061	0,058	0
42224	0,136	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	11,9	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	<0,006	0,06	0,001
42273	0,157	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	12,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,014	0
42279	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42285	0,154	<0,06	0	0,009	0,001	<0,02	11,4	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,062	0
42291	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42679	0,132	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	11	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,025	0,037	0
42685	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42691	0,085	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	10,8	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,053	0
42697	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42703	0,1	<0,06	0	<0,001	<0,001	<0,02	8,79	<0,003	0,008	<0,003	<0,003	0,083	0,088	0
43841	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44152	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44158	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44164	0,075	<0,03	0	0,002	0	<0,02	6,83	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,043	0
44170	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44800	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44806	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44812	0,055	<0,03	0	<0,002	0	<0,02	5,95	0,001	0,002	0,001	<0,01	0,044	0,045	0

Tableau E.4 (suite) : Essai WR-B Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40753	2,29	0,008	<0,009	4,18	<0,004	<0,02	2,56	<0,09	<0,1	6,8	0,054	0	<0,002	0,023
40882	1,52	0,006	<0,009	0,678	<0,004	<0,02	0,761	<0,09	<0,1	10,6	0,04	0	<0,002	0,02
40974	1,45	0,01	<0,009	0,453	<0,004	<0,02	1,1	<0,09	<0,1	11,1	0,045	0,003	<0,002	0,042
40980	0,871	0,007	<0,009	0,2	<0,004	<0,02	0,582	<0,09	<0,1	9,54	0,029	0	<0,002	0,045
41484	0,828	0,009	<0,009	0,125	<0,004	<0,02	0,302	<0,09	<0,1	10,4	0,034	0	<0,002	0,027
41623	0,662	0,006	<0,009	0,161	<0,004	<0,02	0,61	<0,09	<0,1	10,1	0,025	0,001	<0,002	0,01
41629	0,58	0,009	<0,009	0,159	<0,004	<0,02	0,796	<0,09	<0,1	9,34	0,023	0	<0,002	0,015
41635	0,456	0,008	<0,009	0,112	<0,004	<0,02	0,468	<0,09	<0,1	8,84	0,019	0	<0,002	0,041
41641	0,411	0,005	<0,009	0,141	<0,004	<0,02	0,409	<0,09	<0,1	8,9	0,021	0,005	<0,002	0,005
41724	0,363	0,009	<0,009	0,098	<0,004	<0,02	0,83	<0,09	<0,1	9,28	0,016	0	<0,002	0,027
42224	0,39	0,011	<0,009	0,091	<0,004	<0,02	0,723	<0,09	<0,1	8,09	0,017	0	<0,002	0,037
42273	0,372	0,01	<0,009	0,047	<0,004	<0,02	0,532	<0,09	<0,1	8,56	0,016	0,004	<0,002	0,023
42279	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42285	0,339	0,013	<0,009	0,019	<0,004	<0,02	0,272	<0,09	<0,1	6,98	0,014	0,002	<0,002	0,011
42291	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42679	0,301	0,013	<0,009	0	<0,004	<0,02	0,273	<0,09	<0,1	6,33	0,013	0,003	<0,002	<0,005
42685	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42691	0,261	0,014	<0,009	0,21	<0,004	<0,02	0,418	<0,09	<0,1	7,67	0,012	0,004	<0,002	<0,005
42697	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42703	0,258	0,018	<0,009	0,108	<0,004	<0,02	0,435	<0,09	<0,1	5,24	0,01	0	<0,002	0,008
43841	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44152	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44158	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44164	0,247	0,016	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,4	0	<0,07	4,19	0,007	0	0	<0,02
44170	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44800	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44806	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44812	0,202	0,019	0,011	<0,2	<0,004	<0,07	0,453	0	<0,07	4,13	0,006	0,005	0	<0,02

Tableau E.5 : Essai WR-C Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité	Alcalinité
					ml	ml	ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l
40754	01-02	0	16-19 mars 2015	20 mars 2015	43,38	42,97	86,35	8,05	0,0723	44,48
40883	03-04	7	23-26 mars 2015	26 mars 2015	43,2	43,65	86,85	8,03	0,0805	38,72
40975	05-06	14	30 mars-2 avril 2015	2 avril 2015	43,67	44,46	88,13	8,28	0,079	34,96
40981	07-08	21	6-9 avril 2015	10 avril 2015	44,71	43,04	87,75	8,01	0,0717	42,8
41485	09-10	28	13-16 avril 2015	17 avril 2015	43,01	43,71	86,72	7,9	0,077	38,8
41624	11-12	35	20-23 avril 2015	23 avril 2015	43,71	44,33	88,04	7,97	0,0767	37,68
41630	13-14	42	27-30 avril 2014	30 avril 2015	45,26	45,21	90,47	8,07	0,0665	21,52
41636	15-16	49	4-7 mai 2015	7 mai 2015	46	43,28	89,28	7,77	0,0558	26,13
41642	17-18	56	11-14 mai 2015	14 mai 2015	45,1	44,04	89,14	7,59	0,0459	29,36
41725	19-20	63	18-21 mai 2015	21 mai 2015	45,91	45,07	90,98	7,7	0,0479	25,92
42225	21-22	70	25-28 mai 2015	29 mai 2015	44,2	44,37	88,57	7,19	0,0538	32,08
42274	23-24	77	1-4 juin 2015	5 juin 2015	43,78	44,59	88,37	7,46	0,0484	33,04
42280	25-26	84	8-11 juin 2015	12 juin 2015	44,84	43,94	88,78	7,94	0,0432	33,6
42286	27-28	91	15-18 juin 2015	19 juin 2015	45,33	45,71	91,04	7,99	0,0533	35,76
42292	29-30	98	22-25 juin 2015	26 juin 2015	44,84	44,81	89,65	7,82	0,0528	38,96
42680	31-32	105	29 juin-2 juillet 2015	3 juillet 2015	45,68	45,05	90,73	7,84	0,0409	34,48
42686	33-34	112	6-9 juillet 2015	10 juillet 2015	44,93	45,49	90,42	7,78	0,0433	32,96
42692	35-36	119	13-16 juillet 2015	17 juillet 2015	45,41	45,04	90,45	7,78	0,0401	30,48
42698	37-38	126	20-23juillet 2015	24 juillet 2015	45,15	45,74	90,89	7,67	0,0392	23,2
42704	39-40	133	27-30 juillet 2015	31 juillet 2015	44,18	45,61	89,79	7,6	0,0343	23,28
43842	41-42	140	3-6 août 2015	7 août 2015	45,63	44,66	90,29	7,68	0,0427	28,8
44153	43-44	147	10-13 août 2015	15 août 2015	44,85	45,08	89,93	7,72	0,0415	28,8
44159	45-46	154	17-20 août 2015	21 août 2015	45,28	45,25	90,53	7,75	0,0533	35,44
44165	47-48	161	24-27 août 2015	29 août 2015	45,24	45,41	90,65	7,73	0,0526	36,16
44171	49-50	168	31 août-3 sept. 2015	4 sept. 2015	45,52	44,84	90,36	7,58	0,0411	24,32
44801	51-52	175	7-10 sept. 2015	15 sept. 2015	44,96	44,1	89,06	7,67	0,0449	30,8
44807	53-54	182	14-17 sept. 2015	18 sept. 2015	44,47	45,46	89,93	7,43	0,0459	29,6
44813	55-56	189	20-22 sept. 2015	22 sept. 2015	43,07	45,27	88,34	7,58	0,0491	32,4

Tableau E.6 : Essai WR-C Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40754	0,285	<0,06	0,774	0,011	<0,001	<0,02	16,2	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,006	1,83	0
40883	0,345	<0,06	0,147	0,007	<0,001	<0,02	14	<0,003	<0,004	<0,003	0,004	<0,006	0,71	0
40975	0,358	<0,06	0	0,009	<0,001	<0,02	16,8	<0,003	<0,004	0,003	<0,003	<0,006	0,512	0
40981	0,28	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	12,6	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,224	0
41485	0,329	<0,06	0	0,006	<0,001	<0,02	15,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,251	0,001
41624	0,289	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	14,1	<0,003	<0,004	<0,003	0,007	<0,006	0,221	0,001
41630	0,232	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	13	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,295	0
41636	0,255	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	11,4	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,187	0
41642	0,2	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	11,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,124	0,001
41725	0,182	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	10,7	<0,003	0,006	<0,003	<0,003	0,076	0,131	0
42225	0,202	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	12,3	<0,003	<0,004	<0,003	0,008	0,006	0,146	0,002
42274	0,223	<0,06	0	0,006	0,004	<0,02	14,2	0,025	<0,004	<0,003	<0,003	0,023	0,105	0
42280	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42286	0,193	<0,06	0	0,011	<0,001	<0,02	14,7	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,131	0
42292	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42680	0,154	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	12,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,02	0,094	0
42686	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42692	0,077	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	10,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,089	0
42698	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42704	0,084	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	8,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,057	0,08	0
43842	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44153	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44159	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44165	0,088	<0,03	0	0,004	0	<0,02	12,8	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,101	0
44171	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44801	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44807	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44813	0,075	<0,03	0	0,003	0	<0,02	13,2	<0,001	0,004	<0,001	<0,01	<0,005	0,064	0

Tableau E.6 (suite) : Essai WR-C Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40754	1,52	0,006	<0,009	5,31	<0,004	<0,02	4,05	<0,09	<0,1	4,66	0,057	0	<0,002	0,008
40883	0,861	0,005	<0,009	0,832	<0,004	<0,02	0,96	<0,09	<0,1	8,56	0,034	0	<0,002	<0,005
40975	0,735	0,008	<0,009	1,43	0,005	<0,02	1,83	<0,09	<0,1	9,33	0,033	0,006	<0,002	<0,005
40981	0,452	0,006	<0,009	0,264	<0,004	<0,02	0,643	<0,09	<0,1	8,55	0,019	0	<0,002	0,008
41485	0,455	0,008	<0,009	0,226	<0,004	<0,02	0,328	<0,09	<0,1	9,68	0,022	0	<0,002	0,008
41624	0,374	0,008	<0,009	0,201	<0,004	<0,02	0,696	<0,09	<0,1	9,21	0,015	0,001	<0,002	<0,005
41630	0,329	0,008	<0,009	0,161	<0,004	<0,02	0,832	<0,09	<0,1	7,69	0,012	0,001	<0,002	<0,005
41636	0,245	0,007	<0,009	0,209	<0,004	<0,02	0,471	<0,09	<0,1	7,38	0,009	0	<0,002	<0,005
41642	0,236	0,003	<0,009	0,162	<0,004	<0,02	0,447	<0,09	<0,1	7,14	0,009	0,005	<0,002	<0,005
41725	0,219	0,01	<0,009	0,119	<0,004	<0,02	0,82	<0,09	<0,1	7,06	0,008	0	<0,002	<0,005
42225	0,239	0,011	<0,009	0,114	<0,004	<0,02	0,715	<0,09	<0,1	6,43	0,008	0	<0,002	<0,005
42274	0,318	0,017	0,009	0,093	<0,004	<0,02	0,62	<0,09	<0,1	8,09	0,009	0	<0,002	0,011
42280	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42286	0,259	0,016	<0,009	0,06	<0,004	<0,02	0,355	<0,09	<0,1	6,64	0,007	0,002	<0,002	0,006
42292	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42680	0,208	0,017	<0,009	0	<0,004	<0,02	0,328	<0,09	<0,1	5,77	0,006	0,001	<0,002	<0,005
42686	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42692	0,151	0,019	<0,009	0,109	<0,004	<0,02	0,281	<0,09	<0,1	5,03	0,005	0	<0,002	<0,005
42698	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42704	0,185	0,018	<0,009	0,076	<0,004	<0,02	0,334	<0,09	<0,1	4,48	0,004	0	<0,002	0,005
43842	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44153	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44159	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44165	0,178	0,03	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,415	0	<0,07	3,53	0,004	0,004	0	<0,02
44171	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44801	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44807	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44813	0,152	0,038	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,591	0	<0,07	3,61	0,004	0,002	0	<0,02

Tableau E.7 : Essai WR-D Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité	Alcalinité
					ml	ml	ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l
40755	01-02	0	16-19 mars 2015	20 mars 2015	42,96	42,87	85,83	7,91	0,0811	45,44
40884	03-04	7	23-26 mars 2015	26 mars 2015	43,29	43,5	86,79	8,06	0,0829	40,16
40976	05-06	14	30 mars-2 avril 2015	2 avril 2015	43,97	44,28	88,25	8,26	0,0908	36,16
40982	07-08	21	6-9 avril 2015	10 avril 2015	44,83	43,43	88,26	7,89	0,0749	37,68
41486	09-10	28	13-16 avril 2015	17 avril 2015	43,2	44,1	87,3	7,84	0,0786	38,32
41625	11-12	35	20-23 avril 2015	23 avril 2015	43,62	44,36	87,98	7,98	0,0753	35,12
41631	13-14	42	27-30 avril 2014	30 avril 2015	44,92	44,77	89,69	8,27	0,075	23,46
41637	15-16	49	4-7 mai 2015	7 mai 2015	45	46,16	91,16	7,85	0,0611	27,2
41643	17-18	56	11-14 mai 2015	14 mai 2015	44,76	44,27	89,03	7,66	0,0586	33,52
41726	19-20	63	18-21 mai 2015	21 mai 2015	45,36	45,1	90,46	7,63	0,0627	31,92
42226	21-22	70	25-28 mai 2015	29 mai 2015	44,58	44,77	89,35	7,15	0,053	32,08
42275	23-24	77	1-4 juin 2015	5 juin 2015	44,41	44,39	88,8	7,52	0,0473	32,96
42281	25-26	84	8-11 juin 2015	12 juin 2015	45	43,95	88,95	7,96	0,0375	32,48
42287	27-28	91	15-18 juin 2015	19 juin 2015	44,91	45,28	90,19	7,92	0,0471	31,44
42293	29-30	98	22-25 juin 2015	26 juin 2015	45,16	44,45	89,61	7,8	0,0441	33,52
42681	31-32	105	29 juin-2 juillet 2015	3 juillet 2015	45,23	44,65	89,88	7,86	0,0404	32,24
42687	33-34	112	6-9 juillet 2015	10 juillet 2015	45,17	45,32	90,49	7,8	0,0415	31,84
42693	35-36	119	13-16 juillet 2015	17 juillet 2015	45,95	45,18	91,13	7,83	0,042	30,64
42699	37-38	126	20-23juillet 2015	24 juillet 2015	45,61	45,28	90,89	7,8	0,0486	30,48
42705	39-40	133	27-30 juillet 2015	31 juillet 2015	44,75	45,67	90,42	7,66	0,0409	26,08
43843	41-42	140	3-6 août 2015	7 août 2015	45,7	45	90,7	7,8	0,0456	29,68
44154	43-44	147	10-13 août 2015	15 août 2015	45,19	45,12	90,31	7,79	0,0453	30,16
44160	45-46	154	17-20 août 2015	21 août 2015	45,32	45,58	90,9	7,76	0,0539	32,56
44166	47-48	161	24-27 août 2015	29 août 2015	45,37	44,87	90,24	7,79	0,0538	34,4
44172	49-50	168	31 août-3 sept. 2015	4 sept. 2015	45,45	45,29	90,74	7,22	0,0483	31,76
44802	51-52	175	7-10 sept. 2015	15 sept. 2015	45,49	43,93	89,42	7,77	0,047	31,36
44808	53-54	182	14-17 sept. 2015	18 sept. 2015	44,49	45,22	89,71	7,56	0,0577	36,24
44814	55-56	189	20-22 sept. 2015	22 sept. 2015	44,84	44,98	89,82	7,73	0,0453	27,76

Tableau E.8 : Essai WR-D Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40755	0,243	<0,06	0,844	0,018	<0,001	<0,02	15,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	3,26	0
40884	0,304	<0,06	0,221	0,004	<0,001	<0,02	13,3	<0,003	<0,004	<0,003	0,005	<0,006	1,23	0
40976	0,317	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	15,9	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,797	0
40982	0,236	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	12,2	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,371	0
41486	0,305	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	15	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,339	0
41625	0,284	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	14,1	<0,003	<0,004	<0,003	0,009	<0,006	0,301	0,001
41631	0,261	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	13,8	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,223	0
41637	0,27	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	12,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,21	0
41643	0,246	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	13,6	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,183	0,002
41726	0,241	<0,06	0	0,006	<0,001	<0,02	12,7	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,062	0,175	0
42226	0,212	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	13,2	<0,003	<0,004	<0,003	0,005	0,014	0,13	0
42275	0,241	<0,06	0	0,003	0,001	<0,02	13,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,044	0,079	0
42281	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42287	0,215	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	12,7	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,109	0
42293	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42681	0,203	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	12,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,042	0,12	0
42687	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42693	0,145	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	11,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,094	0
42699	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42705	0,145	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	11	<0,003	0,006	<0,003	<0,003	0,061	0,091	0
43843	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44154	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44160	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44166	0,156	<0,03	0	0,003	0	<0,02	13,2	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,087	0
44172	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44802	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44808	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44814	0,139	<0,03	0	0,004	0	<0,02	11,9	0,001	0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,053	0

Tableau E.8 (suite) : Essai WR-D Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40755	2,53	0,012	<0,009	7,26	<0,004	<0,02	2,84	<0,09	<0,1	11	0,065	0	<0,002	0,024
40884	1,4	0,005	<0,009	1,12	<0,004	<0,02	0,834	<0,09	<0,1	11,5	0,043	0	<0,002	<0,005
40976	1,21	0,006	<0,009	4,54	<0,004	<0,02	3,65	<0,09	<0,1	10,9	0,043	0,003	<0,002	0,02
40982	0,729	0,004	<0,009	0,35	<0,004	<0,02	0,609	<0,09	<0,1	10,4	0,026	0	<0,002	<0,005
41486	0,712	0,006	<0,009	0,311	<0,004	<0,02	0,285	<0,09	<0,1	11	0,03	0	<0,002	0,009
41625	0,672	0,023	<0,009	0,422	<0,004	<0,02	1,19	<0,09	<0,1	10,5	0,023	0	<0,002	0,007
41631	0,517	0,006	<0,009	0,232	<0,004	<0,02	0,842	<0,09	<0,1	9,17	0,02	0	<0,002	<0,005
41637	0,399	0,005	<0,009	0,177	<0,004	<0,02	0,47	<0,09	<0,1	8,56	0,016	0	<0,002	<0,005
41643	0,382	0,002	<0,009	0,197	<0,004	<0,02	0,327	<0,09	<0,1	9,16	0,016	0,004	<0,002	<0,005
41726	0,344	0,007	<0,009	0,167	<0,004	<0,02	0,799	<0,09	<0,1	9,72	0,014	0	<0,002	<0,005
42226	0,344	0,007	<0,009	0,155	<0,004	<0,02	0,676	<0,09	<0,1	8,04	0,013	0	<0,002	<0,005
42275	0,338	0,011	<0,009	0	<0,004	<0,02	0,522	<0,09	<0,1	9,38	0,012	0,003	<0,002	0,006
42281	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42287	0,32	0,005	<0,009	0	<0,004	<0,02	0,23	<0,09	<0,1	7,78	0,01	0	<0,002	0,006
42293	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42681	0,281	0,006	<0,009	0,022	<0,004	<0,02	0,314	<0,09	<0,1	7,51	0,009	0	<0,002	<0,005
42687	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42693	0,243	0,005	<0,009	0,103	<0,004	<0,02	0,453	<0,09	<0,1	7,78	0,007	0	<0,002	<0,005
42699	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42705	0,247	0,008	<0,009	0,066	<0,004	<0,02	0,387	<0,09	<0,1	6,7	0,007	0	<0,002	0,006
43843	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44154	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44160	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44166	0,27	0,013	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,445	0	<0,07	5,94	0,007	0,001	0	<0,02
44172	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44802	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44808	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44814	0,218	0,015	0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,593	0	<0,07	6,23	0,006	0,002	0	<0,02

Tableau E.9 : Essai LG-E Contrôle (date, volume, pH, conductivité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité	Alcalinité
					ml	ml	ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l
40756	01-02	0	16-19 mars 2015	20 mars 2015	42,45	42,41	84,86	6,93	0,0221	8,8
40885	03-04	7	23-26 mars 2015	26 mars 2015	42,38	42,26	84,64	7,18	0,0252	9,44
40977	05-06	14	30 mars-2 avril 2015	2 avril 2015	42,95	43,95	86,9	7,63	0,0271	8,88
40983	07-08	21	6-9 avril 2015	10 avril 2015	44,77	43,6	88,37	7,26	0,0193	12,56
41487	09-10	28	13-16 avril 2015	17 avril 2015	42,47	43,32	85,79	6,93	0,01892	8,8
41626	11-12	35	20-23 avril 2015	23 avril 2015	42,54	43,08	85,62	7,09	0,01868	9,04
41632	13-14	42	27-30 avril 2014	30 avril 2015	44,32	43,66	87,98	7,43	0,0226	6,56
41638	15-16	49	4-7 mai 2015	7 mai 2015	44,42	43,06	87,48	7,11	0,01286	6
41644	17-18	56	11-14 mai 2015	14 mai 2015	43,78	43,18	86,96	7,14	0,0126	8,4
41727	19-20	63	18-21 mai 2015	21 mai 2015	44,72	44,25	88,97	7,05	0,01531	6,4
42227	21-22	70	25-28 mai 2015	29 mai 2015	43,54	42,13	85,67	7,33	0,00908	5,68
42276	23-24	77	1-4 juin 2015	5 juin 2015	42,31	43,16	85,47	7,87	0,00828	5,76
42282	25-26	84	8-11 juin 2015	12 juin 2015	41,95	42,34	84,29	6,98	0,00706	7,12
42288	27-28	91	15-18 juin 2015	19 juin 2015	43,43	43,34	86,77	6,66	0,00832	4,88
42294	29-30	98	22-25 juin 2015	26 juin 2015	42,97	43,16	86,13	6,71	0,00751	5,28
42682	31-32	105	29 juin-2 juillet 2015	3 juillet 2015	43,3	44,17	87,47	6,8	0,00734	5,92
42688	33-34	112	6-9 juillet 2015	10 juillet 2015	43,79	43,78	87,57	6,76	0,00706	6,32
42694	35-36	119	13-16 juillet 2015	17 juillet 2015	45,2	44,61	89,81	6,98	0,009	7,28
42700	37-38	126	20-23juillet 2015	24 juillet 2015	44,78	45,33	90,11	6,91	0,0094	8,32
42706	39-40	133	27-30 juillet 2015	31 juillet 2015	44,51	45,57	90,08	6,8	0,00862	6,72
43844	41-42	140	3-6 août 2015	7 août 2015	45,36	43,92	89,28	6,78	0,00839	6,64
44155	43-44	147	10-13 août 2015	15 août 2015	43,62	45,01	88,63	6,74	0,00839	5,44
44161	45-46	154	17-20 août 2015	21 août 2015	44,3	43,72	88,02	6,74	0,01054	5,2
44167	47-48	161	24-27 août 2015	29 août 2015	43,48	44,25	87,73	6,74	0,01136	6,72
44173	49-50	168	31 août-3 sept. 2015	4 sept. 2015	43,41	45,03	88,44	6,77	0,00964	6,72
44803	51-52	175	7-10 sept. 2015	15 sept. 2015	42,87	43,44	86,31	6,65	0,00771	4,96
44809	53-54	182	14-17 sept. 2015	18 sept. 2015	43,83	44,16	87,99	6,74	0,00877	5,12
44815	55-56	189	20-22 sept. 2015	22 sept. 2015	44,15	44,38	88,53	6,88	0,00678	4,56

Tableau E.10 : Essai LG-E Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40756	0,014	<0,06	0,095	0,008	<0,001	<0,02	3,24	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,465	0
40885	0,023	<0,06	0,069	0,006	<0,001	<0,02	2,54	<0,003	<0,004	<0,003	0,005	<0,006	0,277	0
40977	0,021	<0,06	0	0,013	<0,001	<0,02	2,9	<0,003	<0,004	<0,003	0,016	<0,006	0,246	0
40983	0,016	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	2,25	<0,003	0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,156	0
41487	0,032	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,07	0
41626	0,025	<0,06	0	0,003	0,001	<0,02	2	<0,003	<0,004	<0,003	0,006	<0,006	0,091	0
41632	0,028	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	2,11	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,127	0
41638	0,036	<0,06	0	0,002	0,001	<0,02	1,5	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,123	0
41644	0,017	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	1,29	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,057	0
41727	0,019	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	1,4	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,227	0,112	0
42227	<0,01	<0,06	0	0,002	<0,001	<0,02	0,969	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,056	0
42276	0,013	<0,06	0	0,006	<0,001	<0,02	1,06	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,043	0
42282	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42288	<0,01	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	0,969	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	0,072	0
42294	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42682	<0,01	<0,06	0	0,003	<0,001	<0,02	0,839	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,063	0,064	0
42688	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42694	0,011	<0,06	0	0,007	<0,001	<0,02	0,936	<0,003	<0,004	0,003	<0,003	<0,006	0,012	0
42700	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42706	0,011	<0,06	0	0,001	<0,001	<0,02	0,795	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,082	0,056	0
43844	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44155	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44161	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44167	<0,007	<0,03	0	0,003	0	<0,02	0,743	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	<0,005	0,051	0
44173	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44803	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44809	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44815	<0,007	<0,03	0	0,002	0	<0,02	0,589	0,002	<0,002	0,001	<0,01	<0,005	0,052	0

Tableau E.10 (suite) : Essai LG-E Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40756	1,55	0,015	<0,009	3,17	<0,004	<0,02	4,06	<0,09	<0,1	14,8	0,014	0	<0,002	0,01
40885	0,745	0,007	<0,009	0,498	<0,004	<0,02	1,51	<0,09	<0,1	20,6	0,015	0	<0,002	0,005
40977	0,647	0,007	<0,009	4,57	<0,004	<0,02	3,65	<0,09	<0,1	16,3	0,028	0,004	<0,002	0,045
40983	0,412	0,004	<0,009	0,153	<0,004	<0,02	0,513	<0,09	<0,1	15,1	0,018	0	<0,002	0,007
41487	0,459	0,006	<0,009	0,096	<0,004	<0,02	0,236	<0,09	<0,1	17,5	0,022	0	<0,002	0,009
41626	0,442	0,005	<0,009	0,102	<0,004	<0,02	0,524	<0,09	<0,1	16,9	0,018	0,001	<0,002	<0,005
41632	0,393	0,005	<0,009	0,146	<0,004	<0,02	0,567	<0,09	<0,1	14,9	0,021	0,001	<0,002	<0,005
41638	0,356	0,005	<0,009	0,077	<0,004	<0,02	0,283	<0,09	<0,1	15,3	0,013	0	<0,002	<0,005
41644	0,329	<0,002	<0,009	0,088	<0,004	<0,02	<0,09	<0,09	<0,1	16,8	0,013	0,008	<0,002	<0,005
41727	0,306	0,006	<0,009	0,072	<0,004	<0,02	0,481	<0,09	<0,1	18,1	0,013	0,002	<0,002	<0,005
42227	0,318	0,005	<0,009	0,061	<0,004	<0,02	0,193	<0,09	<0,1	13,9	0,008	0	<0,002	<0,005
42276	0,368	0,004	<0,009	0,014	<0,004	<0,02	0,252	<0,09	<0,1	16,3	0,007	0,001	<0,002	0,007
42282	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42288	0,337	0,003	<0,009	0	<0,004	<0,02	<0,09	<0,09	<0,1	13	0,006	0	<0,002	0,007
42294	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42682	0,344	0,003	<0,009	0	<0,004	<0,02	<0,09	<0,09	<0,1	12,1	0,006	0	<0,002	0,006
42688	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42694	0,33	<0,002	<0,009	0,259	0,005	<0,02	0,23	<0,09	<0,1	12,6	0,006	0	<0,002	<0,005
42700	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42706	0,325	0,003	<0,009	0,052	<0,004	<0,02	0,142	<0,09	<0,1	10,7	0,007	0	<0,002	0,008
43844	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44155	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44161	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44167	0,315	0,003	0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,132	0,001	<0,07	10,2	0,004	0	0	<0,02
44173	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44803	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44809	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44815	0,248	0,004	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	0,181	0	<0,07	10,6	0,004	0	0	<0,02

Tableau E.11 : Essai TL-F Contrôle (date, volume, pH, conductivité, acidité et alcalinité)

Échantillon Code URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume total	pH	Conductivité	Acidité	Alcalinité
					ml		mS/cm	mg $CaCO_3$/l	mg $CaCO_3$/l
40857	1	0	20 mars 2015	20 mars 2015	728,85	7,9	0,321	22,48	54,8
40972	2	7	27 mars 2015	10 avril 2015	918,92	7,91	0,1775	5,28	54,32
40978	3	14	2 avril 2015	10 avril 2015	896,32	8,09	0,1021	0	40,8
41482	4	21	10 avril 2015	10 avril 2015	831,02	8,11	0,0997	4,16	38,08
41488	5	28	17 avril 2015	17 avril 2015	777,02	7,97	0,1005	1,44	35,04
41627	6	35	24 avril 2015	24 avril 2015	798,72	8,03	0,1182	1,76	45,12
41633	7	42	1 mai 2015	1 mai 2015	820,22	8,1	0,1291	5,76	38,08
41639	8	49	8 mai 2015	8 mai 2015	845,62	7,97	0,1236	1,12	47,76
41645	9	56	15 mai 2015	15 mai 2015	805,32	7,72	0,1102	1,92	43,36
41728	10	63	22 mai 2015	22 mai 2015	720,22	7,55	0,1112	2,08	42,16
42228	11	70	29 mai 2015	29 mai 2015	866,32	6,88	0,0954	0,88	41,36
42277	12	77	5 juin 2015	5 juin 2015	761,12	7,4	0,0819	3,28	46,8
42283	13	84	12 juin 2015	12 juin 2015	820,62	8,11	0,0735	1,44	48,88
42289	14	91	19 juin 2015	19 juin 2015	706,31	7,95	0,0866	2,08	43,36
42295	15	98	26 juin 2015	26 juin 2015	824,82	7,99	0,093	0,56	50,96
42683	16	105	2 juillet 2015	3 juillet 2015	870,92	8,04	0,0814	1,6	48,32
42689	17	112	10 juillet 2015	10 juillet 2015	829,32	7,9	0,091	1,76	47,2
42695	18	119	17 juillet 2015	17 juillet 2015	880	8,11	0,0931	0	48,08
42701	19	126	24 juillet 2015	24 juillet 2015	974,4	8,04	0,1044	2,56	50,48
42707	20	133	31 juillet 2015	31 juillet 2015	891,2	8,02	0,1024	1,6	49,2
43845	21	140	6 août 2015	7 août 2015	930,6	8,04	0,0893	2,24	45,52
44156	22	147	14 août 2015	15 août 2015	779,16	7,9	0,0754	2,08	38,32
44162	23	154	21 août 2015	21 août 2015	820,52	7,97	0,0866	2,24	40,72
44168	24	161	28 août 2015	29 août 2015	766,6	8,25	0,0778	1,6	45,84
44174	25	168	4 sept. 2015	4 sept. 2015	933,21	8	0,0843	3,52	46
44804	26	175	11 sept. 2015	15 sept. 2015	705,62	7,95	0,0698	2,08	39,52
44810	27	182	18 sept. 2015	18 sept. 2015	848,62	7,88	0,0835	2,4	45,84
44816	28	189	24 sept. 2015	14 oct. 2015	809,83	7,7	0,0704	5,52	39,6

Tableau E.12 : Essai TL-F Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
40857	0,082	<0,06	1,25	0,017	<0,001	<0,02	98,5	<0,003	<0,004	<0,003	0,031	0,015	6,33	0
40972	0,077	<0,06	2,17	0,006	<0,001	<0,02	26,6	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	<0,006	6,85	0,001
40978	0,101	<0,06	1,03	0,006	<0,001	<0,02	15,5	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	<0,006	3,99	0,002
41482	0,113	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	14,6	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	3,43	0
41488	0,162	<0,06	0,081	0,004	<0,001	<0,02	16	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,015	3,61	0
41627	0,128	<0,06	0,229	0,004	<0,001	<0,02	17,9	<0,003	<0,004	<0,003	0,004	<0,006	4,12	0,001
41633	0,169	<0,06	0,125	0,006	<0,001	<0,02	21,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	4,84	0
41639	0,161	<0,06	0,13	0,004	<0,001	<0,02	21,6	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,006	4,25	0,001
41645	0,156	<0,06	0,046	0,004	<0,001	<0,02	18,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	<0,006	3,46	0
41728	0,161	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	17,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,007	<0,006	3,12	0
42228	0,134	<0,06	0	0,004	<0,001	<0,02	17,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	0,006	3,02	0,001
42277	0,148	<0,06	0	0,006	<0,001	<0,02	20,8	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	3,07	0
42283	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42289	0,183	<0,06	0	0,008	<0,001	<0,02	21,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	2,66	0
42295	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42683	0,138	<0,06	0	0,007	<0,001	<0,02	22,3	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,071	2,73	0
42689	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42695	0,134	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	22	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	2,69	0
42701	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42707	0,132	<0,06	0	0,005	<0,001	<0,02	23	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,018	2,79	0,002
43845	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44156	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44162	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
44168	0,131	<0,03	0,018	0,006	0	<0,02	18	<0,001	0,002	<0,001	<0,01	<0,005	1,81	0
44174	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44804	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44810	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44816	0,371	0,063	0	0,009	0	0,03	16,9	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,675	1,76	0

Tableau E.12 (suite) : Essai TL-F Contrôle (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
40857	8,91	0,023	<0,009	8,36	0,011	<0,02	77,6	<0,09	<0,1	12,9	0,192	0	<0,002	0,033
40972	2,7	0,005	<0,009	1,71	<0,004	<0,02	12,8	<0,09	<0,1	7,43	0,049	0	<0,002	0,006
40978	1,39	0,004	<0,009	0,52	<0,004	<0,02	5,35	<0,09	<0,1	5,67	0,026	0	<0,002	0,008
41482	1,28	0,003	<0,009	0,338	<0,004	<0,02	4,13	<0,09	<0,1	5,56	0,022	0	<0,002	0,005
41488	1,41	0,004	<0,009	0,3	<0,004	<0,02	4,91	<0,09	<0,1	5,82	0,027	0	<0,002	0,008
41627	1,71	0,003	<0,009	0,299	<0,004	<0,02	5,45	<0,09	<0,1	6,17	0,028	0	<0,002	<0,005
41633	1,96	0,016	<0,009	0,322	<0,004	<0,02	6,07	<0,09	<0,1	6,62	0,034	0	<0,002	<0,005
41639	1,8	0,006	<0,009	0,233	<0,004	<0,02	4,56	<0,09	<0,1	6,51	0,034	0	<0,002	<0,005
41645	1,46	<0,002	<0,009	0,346	<0,004	<0,02	4,44	<0,09	<0,1	6,42	0,028	0,004	<0,002	<0,005
41728	1,27	0,004	<0,009	0,23	<0,004	<0,02	4,94	<0,09	<0,1	5,67	0,025	0	<0,002	<0,005
42228	1,23	0,005	<0,009	0,156	<0,004	<0,02	5,3	<0,09	<0,1	6,29	0,025	0	<0,002	<0,005
42277	1,44	0,003	<0,009	0,135	<0,004	<0,02	5,52	<0,09	<0,1	5,87	0,028	0,003	<0,002	<0,005
42283	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42289	1,18	0,004	<0,009	0,085	<0,004	<0,02	6,37	<0,09	<0,1	7,57	0,025	0,002	<0,002	0,006
42295	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42683	1,29	0,006	<0,009	0,017	<0,004	<0,02	5,59	<0,09	<0,1	5,81	0,027	0,001	<0,002	0,006
42689	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42695	1,08	0,002	<0,009	0,024	<0,004	<0,02	6,86	<0,09	<0,1	6,81	0,025	0	<0,002	<0,005
42701	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42707	1,06	0,005	<0,009	0,081	<0,004	<0,02	5,43	<0,09	<0,1	6,08	0,032	0	<0,002	<0,005
43845	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44156	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44162	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
44168	0,807	0,008	<0,003	<0,2	<0,004	<0,07	3,66	0	<0,07	7,04	0,017	0	0	<0,02
44174	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44804	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44810	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44816	0,743	0,007	0,004	<0,2	0,008	<0,07	2,59	0,005	<0,07	9,65	0,013	0,094	0,003	<0,02

Tableau E.13 : Essai WR-A EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45651	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,68	42,02	83,7	8,58	2,64
45845	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,39	40,87	83,26	8,77	2,45
45857	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	40,73	42,22	82,95	8,82	2,47
45869	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41,54	41,95	83,49	8,75	2,72
45881	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	40,82	42,1	82,92	8,69	2,66
46265	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	41,58	41,48	83,06	8,56	2,86
46277	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	42,06	41,41	83,47	8,6	2,9
46289	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	41,23	41,73	82,96	8,77	2,64
46941	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	42,47	42,51	84,98	8,81	2,6
46953	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	42,41	43,35	85,76	8,67	2,55
47087	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	42,55	42,99	85,54	8,43	2,6
47099	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	42,62	43,64	86,26	8,55	2,69
47715	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,33	41,78	84,11	8,4	2,68
48017	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	41,91	43,01	84,92	8,09	2,58

Tableau E.14 : Essai WR-A EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45651	1,33	0,018	419	6,8	3,47	0,002	3,12	706	0,079	11	0,013	4,18	0,191
45845	1,78	0,042	405	6,33	1,19	0,002	3,5	---	0,043	9,5	0,007	6,23	0,123
45857	1,97	0,042	389	6,21	0,764	0,001	3,31	---	0,043	8,92	0,007	6,42	0,091
45869	1,8	0,044	355	5,58	0,496	0	2,94	---	0,035	8,11	0,005	5,81	0,075
45881	1,66	0,044	319	4,77	0,382	0,002	2,47	728	0,025	7,76	0,005	5,46	0,065
46265	1,76	0,071	296	5	0,417	0,003	2,54	735	0,03	8,07	0,005	5,42	0,058
46277	1,84	0,051	267	5,09	0,372	0,001	2,34	735	0,031	6,91	0,005	5,55	0,049
46289	1,82	0,039	239	4,96	0,302	0,002	2,24	726	0,037	7,22	0,005	5,27	0,045
46941	1,11	0,032	121	3,23	1,1	0,002	1,1	658	0,02	3,77	0,003	4,09	0,029
46953	1,29	0,03	140	3,89	0,251	0,003	1,38	649	0,026	4,54	0,004	4,11	0,034
47087	1,09	0,019	118	3,16	0,215	0	1,06	641	0,02	3,71	0,003	4,02	0,027
47099	0,995	0,024	101	2,98	0,46	0,001	0,941	628	0,019	3,77	0,003	4,15	0,025
47715	1,12	0,024	118	3,49	0,258	0,001	1,06	621	0,024	3,96	0,004	4,35	0,027
48017	0,929	0,018	89,7	3,13	0,216	0	0,98	622	0,024	2,99	0,003	4,19	0,017

Tableau E.15 : Essai WR-A EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45651	7,2	1155,7	0,2	0,28	0,63	13,26	3,8	364,6	1785,7	3,94	31,2	2,3	0,2	11,4	199
45845	6,4	<1,4	0,1	<0,14	0,53	5,88	2,7	93,9	1387,4	3,78	23,0	0,4	0,8	5,9	74
45857	5,9	<1,4	<0,1	<0,14	0,36	5,77	1,9	68,2	1310,0	2,14	10,1	0,9	0,5	6,5	88
45869	4,6	<1,4	<0,1	<0,14	0,33	5,81	1,8	57,9	1206,2	1,59	8,7	<0,4	0,4	7,2	109
45881	6,1	<1,4	0,2	<0,14	0,38	4,42	3,7	35,4	1111,6	65,14	7,9	2,8	0,3	6,0	100
46265	4,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,78	5,19	1,8	43,4	1080,7	1,61	9,7	1,6	<0,1	7,2	180
46277	4,7	<1,4	<0,1	<0,14	0,48	4,89	1,7	37,2	960,6	4,56	9,4	1,5	0,2	8,7	159
46289	5,9	<1,4	<0,1	<0,14	0,70	5,00	1,3	32,0	880,3	3,44	10,2	1,5	0,1	7,6	182
46941	11,3	85,3	<0,1	0,72	0,48	4,06	1,7	23,1	442,7	52,45	7,5	3,8	18,4	8,2	105
46953	7,3	115,9	<0,1	<0,14	0,75	4,80	1,1	28,6	554,9	4,13	8,0	<0,4	3,0	5,9	129
47087	9,1	67,2	<0,1	<0,14	0,48	3,86	1,1	21,3	473,2	2,15	5,4	<0,4	1,4	5,3	106
47099	11,5	91,6	<0,1	<0,14	0,46	4,03	1,2	25,7	424,9	2,17	10,3	<0,4	0,6	5,5	126
47715	13,0	107,3	<0,1	<0,14	0,55	4,94	1,2	28,3	480,2	2,33	7,1	<0,4	<0,1	4,9	138
48017	7,5	58,6	<0,1	<0,14	<0,05	4,21	<0,5	14,9	362,4	4,14	0,5	<0,4	<0,1	4,5	90

Tableau E.16 : Essai WR-B EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45652	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	42,08	42,84	84,92	8,19	2,52
45846	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	43,28	43,49	86,77	8,68	2,38
45858	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,44	43,47	85,91	8,79	2,34
45870	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	42,34	42,83	85,17	8,76	2,54
45882	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,47	43,29	85,76	8,72	2,63
46266	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	43,41	42,99	86,4	8,62	2,67
46278	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,38	42,92	86,3	8,49	2,82
46290	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,37	43,05	86,42	8,61	2,51
46942	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,85	43,96	87,81	8,54	2,47
46954	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	42,18	44,97	87,15	8,47	2,5
47088	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,63	43,98	87,61	8,25	2,53
47100	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	44,64	45,19	89,83	8,28	2,61
47716	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,5	42,66	85,16	8,27	2,64
48018	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	42,55	43,47	86,02	8,04	2,53

Tableau E.17 : Essai WR-B EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45652	1,27	0,027	401	10,9	2,79	0	6,78	682	0,052	12,9	0,034	6,45	0,293
45846	1,45	0,036	405	10,1	1,22	0,002	5,79	---	0,026	9,66	0,014	7,12	0,303
45858	1,77	0,024	408	10,6	0,809	0	5,02	---	0,021	9,32	0,012	6,77	0,319
45870	1,74	0,04	376	10,5	0,604	0	4,7	---	0,02	8,64	0,011	6,45	0,346
45882	1,76	0,043	340	9,64	0,419	0,004	3,98	704	0,021	7,98	0,01	6,44	0,318
46266	1,66	0,037	274	8,82	0,373	0	3,51	693	0,019	6,72	0,009	6,49	0,247
46278	1,6	0,026	224	8,38	0,38	0,001	3,17	712	0,02	5,55	0,009	6,51	0,202
46290	1,57	0,018	197	7,64	0,386	0,002	2,85	690	0,021	5,37	0,009	5,77	0,176
46942	1,28	0,031	161	5,19	0,22	0,004	1,79	645	0,018	4,83	0,006	4,48	0,106
46954	1,07	0,013	123	5,4	0,26	0,001	1,79	629	0,01	3,61	0,007	4,57	0,124
47088	0,856	0,009	109	4,31	0,251	0,001	1,33	612	0,006	2,97	0,005	4,28	0,107
47100	0,757	0,007	88	3,88	0,284	0	1,19	608	0,008	2,52	0,005	4,08	0,086
47716	0,883	0,007	93	4,19	0,2	0	1,46	610	0,008	2,74	0,006	4,22	0,091
48018	0,791	0,006	76,3	4,29	0,193	0,001	1,34	601	0,011	2,21	0,007	3,92	0,057

Tableau E.18 : Essai WR-B EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45652	2,3	2064,2	0,2	<0,14	0,83	28,92	3,0	295,0	3877,3	2,51	29,8	<0,4	<0,1	16,3	226
45846	3,2	<1,4	0,1	<0,14	0,50	10,42	2,3	67,9	3547,1	1,89	8,4	1,7	0,6	11,0	68
45858	3,7	<1,4	<0,1	<0,14	0,33	9,51	1,2	49,5	3532,7	0,97	6,2	0,7	0,5	14,1	48
45870	2,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,34	10,64	1,3	53,7	3454,4	0,80	6,7	0,9	0,3	18,8	54
45882	3,4	<1,4	<0,1	<0,14	0,34	9,36	1,9	35,3	3083,8	18,63	5,5	4,4	0,4	22,3	48
46266	2,9	<1,4	<0,1	0,22	0,25	8,94	0,7	37,1	2481,6	0,71	7,3	<0,4	<0,1	23,2	44
46278	3,1	<1,4	<0,1	<0,14	0,20	8,48	0,7	28,9	2100,7	3,01	5,8	0,9	0,1	22,2	42
46290	2,3	<1,4	<0,1	<0,14	0,15	8,03	<0,5	23,0	1829,7	1,94	6,6	1,8	<0,1	21,5	39
46942	4,8	196,7	<0,1	<0,14	0,46	7,14	0,8	24,8	1103,7	19,80	6,6	2,2	13,7	15,6	72
46954	3,7	347,8	<0,1	<0,14	0,24	8,53	<0,5	24,3	1136,9	2,57	3,7	<0,4	2,2	14,8	48
47088	2,6	83,6	<0,1	<0,14	0,06	5,95	<0,5	13,0	1031,5	1,38	1,6	1,6	1,1	15,1	19
47100	2,2	150,0	<0,1	<0,14	0,20	5,54	<0,5	15,7	820,3	0,89	1,4	<0,4	0,5	13,0	25
47716	2,1	170,8	<0,1	<0,14	0,28	7,20	<0,5	22,2	855,8	1,01	2,7	0,6	<0,1	12,3	43
48018	1,9	143,8	<0,1	<0,14	<0,05	7,14	<0,5	11,4	683,3	1,88	<0,4	<0,4	<0,1	10,7	24

Tableau E.19 : Essai WR-C EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45653	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,27	42,37	83,64	8,64	2,66
45847	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,36	41,16	83,52	8,79	2,44
45859	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	41,24	42,49	83,73	8,83	2,45
45871	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41,65	42,78	84,43	8,77	2,67
45883	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,32	43,08	85,4	8,55	2,62
46267	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	43,2	43,76	86,96	8,54	2,6
46279	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,48	42,23	85,71	8,44	2,73
46291	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,11	43,21	86,32	8,46	2,56
46943	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,94	44,3	88,24	8,42	2,48
46955	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	44,35	45,46	89,81	8,17	2,46
47089	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,28	43,17	86,45	8,4	2,63
47101	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	43,17	43,33	86,5	8,31	2,67
47717	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,68	42,68	85,36	8,23	2,56
48019	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	42,4	43,9	86,3	8,13	2,55

Tableau E.20 : Essai WR-C EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45653	1,21	0,063	419	7,24	6,69	0	3,84	725	0,108	14,7	0,04	3,92	0,156
45847	1,58	0,104	433	6,11	3,97	0	4,11	---	0,057	10,4	0,021	5,2	0,101
45859	1,61	0,1	395	5,8	3,33	0	3,93	---	0,049	9,51	0,021	4,95	0,086
45871	1,55	0,075	365	5,21	2,59	0	3,47	---	0,042	8,48	0,019	4,91	0,069
45883	1,14	0,055	246	3,37	1,76	0,003	2,33	703	0,028	6,02	0,013	4,4	0,045
46267	1,17	0,057	240	3,45	1,52	0,001	2,25	708	0,031	6,06	0,012	4,04	0,044
46279	1,07	0,047	205	3,17	1,38	0,001	2,01	696	0,034	4,97	0,012	3,9	0,037
46291	0,835	0,036	135	2,36	1,27	0,001	1,54	685	0,027	3,85	0,012	3,06	0,026
46943	0,671	0,038	123	2,05	0,825	0,003	1,22	630	0,018	3,5	0,009	2,22	0,028
46955	0,411	0,017	59,8	1,32	0,532	0,003	0,747	613	0,012	1,79	0,005	1,5	0,015
47089	0,499	0,036	107	2,09	0,8	0,001	1,5	630	0,021	3,18	0,009	2,31	0,04
47101	0,507	0,038	72,7	1,97	0,778	0,002	1,52	611	0,021	2,3	0,009	2,46	0,036
47717	0,505	0,025	89,4	1,78	0,638	0,001	1,48	603	0,021	2,67	0,008	2,16	0,03
48019	0,476	0,028	102	1,97	0,751	0,002	1,59	606	0,022	2,94	0,008	2,29	0,023

Tableau E.21 : Essai WR-C EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45653	17,8	1746,3	0,1	<0,14	0,80	34,07	3,31	141,3	2417,3	3,65	26,4	1,6	<0,1	14,3	129
45847	11,6	<1,4	0,2	0,32	0,34	15,23	4,23	55,2	2149,6	2,49	11,5	1,3	0,5	7,9	51
45859	14,5	<1,4	<0,1	<0,14	0,23	16,98	1,83	51,7	2025,4	1,37	8,2	0,6	0,3	9,1	44
45871	10,1	<1,4	<0,1	<0,14	0,17	16,41	2,02	44,6	1884,5	1,12	6,6	<0,4	0,3	9,5	43
45883	7,3	<1,4	0,1	<0,14	0,15	11,09	2,23	25,5	1231,4	12,48	4,0	3,0	0,3	7,8	30
46267	5,2	<1,4	<0,1	0,23	0,12	11,22	1,65	24,7	1217,6	0,81	4,4	1,0	<0,1	9,7	30
46279	8,5	<1,4	<0,1	<0,14	0,08	10,42	1,60	24,2	1039,8	2,94	4,0	0,6	<0,1	10,4	29
46291	5,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,07	10,16	1,01	22,3	705,1	1,99	3,5	<0,4	<0,1	6,0	24
46943	5,7	54,2	<0,1	<0,14	0,22	10,22	0,98	19,2	639,2	11,03	4,4	1,5	9,2	7,2	15
46955	3,5	28,4	<0,1	<0,14	<0,05	5,95	<0,5	10,4	315,0	2,50	1,2	<0,4	1,6	4,9	11
47089	15,0	301,0	<0,1	<0,14	0,13	9,40	0,69	26,8	564,4	1,31	2,2	<0,4	1,1	6,4	15
47101	13,7	303,3	<0,1	<0,14	<0,05	9,31	0,53	25,3	403,8	1,12	2,0	<0,4	0,4	4,6	15
47717	9,7	165,4	<0,1	<0,14	0,19	9,07	<0,5	20,3	479,9	0,81	1,8	2,6	<0,1	3,1	15
48019	10,3	72,3	<0,1	<0,14	<0,05	9,24	<0,5	11,7	533,0	3,97	<0,4	<0,4	<0,1	5,2	8

Tableau E.22 : Essai WR-D EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45654	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,69	42,39	84,08	8,64	2,66
45848	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,51	42,45	84,96	8,78	2,44
45860	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,35	42,53	84,88	8,83	2,39
45872	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41	43,14	84,14	8,82	2,61
45884	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,77	43,55	86,32	8,77	2,59
46268	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	43,1	43,75	86,85	8,72	2,69
46280	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,95	43,34	87,29	8,62	2,64
46292	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,53	43,44	86,97	8,75	2,46
46944	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,34	38,21	81,55	8,71	2,49
46956	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	42,35	43,19	85,54	8,75	2,6
47090	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	41,59	43,66	85,25	8,5	2,58
47102	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	42,34	43,01	85,35	8,6	2,65
47718	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,06	42,6	84,66	8,51	2,68
48020	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	38,96	42,81	81,77	8,41	2,58

Tableau E.23 : Essai WR-D EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45654	0,934	0,395	417	6,84	8,55	0	4,57	708	0,085	13	0,031	4,32	0,327
45848	1,31	0,683	437	7,15	5,73	0	4,66	---	0,054	10,3	0,02	5,72	0,311
45860	1,32	0,368	422	6,53	4,83	0	3,96	---	0,04	9,53	0,016	5,45	0,211
45872	1,36	0,429	434	6,69	4,26	0	3,94	---	0,038	9,61	0,017	5,12	0,246
45884	1,31	0,565	411	6,08	3,83	0,004	3,45	689	0,033	9,59	0,011	5,01	0,23
46268	1,26	0,293	392	5,84	3,29	0,002	3,32	703	0,03	9,1	0,011	4,9	0,164
46280	1,24	0,474	349	5,67	3,11	0	3,18	690	0,031	8,18	0,011	4,9	0,195
46292	1,1	0,275	288	4,96	2,87	0,001	2,58	679	0,032	6,86	0,011	4,06	0,137
46944	0,936	0,502	261	4,52	2,58	0,004	2,21	649	0,026	7,15	0,012	3,4	0,249
46956	0,904	0,958	231	4,37	2,69	0,003	2,06	656	0,033	6,76	0,016	3,29	0,4
47090	0,691	1,11	169	3,21	2,08	0,001	1,42	631	0,022	4,99	0,009	2,97	0,424
47102	0,691	0,424	161	3,07	1,94	0,001	1,4	614	0,02	4,71	0,008	3,08	0,177
47718	0,778	0,553	169	3,34	2,04	0,002	1,49	614	0,027	4,99	0,011	3,16	0,257
48020	0,679	0,416	155	3,38	2,19	0,003	1,49	610	0,03	4,43	0,012	2,97	0,15

Tableau E.24 : Essai WR-D EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45654	2,3	1837,0	0,1	<0,14	2,01	26,89	2,2	122,6	2429,9	2,48	90,3	1,3	0,1	11,6	260
45848	2,5	<1,4	<0,1	<0,14	0,50	15,07	0,9	60,8	2291,0	1,56	39,3	2,8	0,5	6,3	121
45860	2,6	<1,4	<0,1	<0,14	0,48	13,23	1,8	45,6	2171,2	0,95	22,0	1,7	0,2	6,9	88
45872	2,0	<1,4	<0,1	<0,14	0,32	16,23	<0,5	40,4	2206,4	1,43	21,8	0,9	0,1	8,4	89
45884	1,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,35	11,16	0,9	24,9	2178,0	9,24	18,7	2,3	0,2	10,2	72
46268	2,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,25	11,20	1,3	25,1	2069,0	0,77	12,4	2,6	<0,1	11,7	63
46280	2,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,36	10,13	1,4	24,4	1870,9	2,65	16,0	1,7	0,3	12,6	79
46292	1,5	<1,4	<0,1	<0,14	0,35	10,54	1,0	18,4	1590,8	1,65	11,3	1,3	0,1	11,5	55
46944	3,4	458,2	<0,1	<0,14	0,48	12,93	1,2	28,4	1429,9	9,68	20,4	0,6	11,4	11,8	78
46956	3,1	291,7	<0,1	<0,14	0,53	17,19	1,5	31,9	1259,7	2,81	30,6	<0,4	2,9	11,1	102
47090	2,2	162,2	<0,1	<0,14	0,63	10,97	1,1	19,1	936,0	1,41	30,5	<0,4	0,8	9,2	72
47102	1,3	164,4	<0,1	0,32	0,47	10,26	1,3	20,3	904,2	10,32	11,0	<0,4	17,5	9,8	46
47718	2,5	165,6	<0,1	<0,14	0,64	13,29	0,8	25,9	942,6	1,13	19,8	<0,4	<0,1	9,9	69
48020	0,9	87,2	<0,1	<0,14	0,18	14,37	<0,5	18,8	849,9	3,56	8,6	<0,4	<0,1	9,3	46

Tableau E.25 : Essai LG-E EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45655	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,99	42,16	84,15	7,29	2,63
45849	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,76	41,57	84,33	7,69	2,6
45861	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,48	42,49	84,97	7,72	2,57
45873	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41,54	42,44	83,98	7,66	2,78
45885	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	41,76	42,14	83,9	7,58	2,75
46269	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	42,73	42,93	85,66	7,7	2,92
46281	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,17	42,9	86,07	7,54	2,83
46293	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	42,65	42,5	85,15	7,68	2,63
46945	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,44	43,22	86,66	7,69	2,62
46957	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	43,2	44,18	87,38	7,72	2,58
47091	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,35	43,31	86,66	7,63	2,67
47103	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	43,38	43,98	87,36	7,69	2,71
47719	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	43,39	42,91	86,3	7,63	2,68
48021	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	43,11	43,29	86,4	7,49	2,56

Tableau E.26 : Essai LG-E EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45655	12,7	0,279	26,6	20,6	1,06	0	16,4	681	0,172	10,2	0,293	18,1	0,072
45849	9,86	0,099	4,33	16,1	0,714	0,002	5,55	---	0,089	1,91	0,144	11,1	0,012
45861	7,64	0,05	3,54	12,7	0,525	0	4,11	---	0,066	1,15	0,111	9,6	0,007
45873	6,15	0,032	3,12	10,2	0,422	0	3,23	---	0,052	0,715	0,086	10,1	0,006
45885	4,39	0,022	2,47	6,96	0,42	0,002	2,16	715	0,037	0,414	0,06	9,88	0,004
46269	3,71	0,019	2,2	5,7	0,346	0,002	1,78	719	0,032	0,544	0,051	9,8	0,004
46281	2,77	0,014	1,51	4,32	0,33	0	1,25	706	0,023	0,207	0,039	8,99	0,003
46293	2,54	0,01	1,52	3,78	0,205	0	1,12	697	0,021	0,517	0,036	9,76	0,003
46945	2,07	0,015	1,31	3,3	0,245	0,001	0,828	660	0,018	0,418	0,029	7,73	0,003
46957	1,59	0,008	1,03	2,45	0,191	0,003	0,621	635	0,013	0,245	0,021	7,31	0,003
47091	1,43	0,006	0,685	2,04	0,19	0,001	0,489	642	0,012	0,106	0,02	14,5	0,002
47103	1,26	0,005	0,558	1,68	0,189	0	0,4	640	0,01	<0,09	0,018	16,1	0,001
47719	1,18	0,004	0,597	1,61	0,147	0,001	0,371	615	0,011	<0,09	0,016	15,9	0,002
48021	1,05	0,004	0,724	1,68	0,229	0,001	0,411	600	0,01	0,268	0,015	11,4	0,001

Tableau E.27 : Essai LG-E EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45655	13,8	1525,3	0,2	<0,14	0,91	199,34	4,7	1461,7	686,3	6,61	78,7	3,3	0,3	54,6	340
45849	13,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,25	92,70	5,1	431,2	248,9	2,30	19,6	0,8	<0,1	44,1	109
45861	19,7	<1,4	<0,1	<0,14	0,25	72,43	8,1	279,8	203,1	1,34	15,1	1,1	0,2	39,2	87
45873	28,7	<1,4	<0,1	<0,14	0,11	70,34	8,3	228,5	165,0	1,17	12,3	0,9	<0,1	36,2	70
45885	21,4	<1,4	<0,1	<0,14	0,12	44,45	7,7	140,0	108,9	6,67	8,7	2,7	0,2	27,8	46
46269	47,6	<1,4	<0,1	0,18	0,07	39,10	8,1	143,0	91,3	0,61	10,1	0,6	<0,1	23,4	53
46281	19,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,06	27,86	6,3	88,0	68,6	2,33	6,9	0,7	<0,1	20,5	29
46293	21,5	<1,4	<0,1	<0,14	0,08	25,93	5,5	83,3	64,1	1,55	5,8	1,1	0,2	17,2	25
46945	34,8	160,0	<0,1	<0,14	0,11	28,33	5,1	84,5	55,1	6,03	4,9	2,6	3,6	16,5	23
46957	26,9	118,4	<0,1	<0,14	0,15	20,17	3,6	66,1	44,4	2,07	4,4	<0,4	0,9	14,1	25
47091	28,4	120,6	<0,1	<0,14	0,05	18,23	3,1	56,5	37,4	1,18	2,7	0,6	0,7	12,0	25
47103	14,0	111,9	<0,1	<0,14	0,15	17,17	2,7	49,5	36,2	2,77	2,8	1,6	3,4	10,2	22
47719	17,7	62,0	<0,1	<0,14	0,12	16,65	2,4	48,4	35,1	0,80	2,7	<0,4	<0,1	10,3	27
48021	19,1	61,0	<0,1	<0,14	<0,05	17,15	<0,5	45,0	25,4	2,09	<0,4	<0,4	<0,1	9,2	12

Tableau E.28 : Essai TL-F EDTA (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume total	pH	Conductivité
					ml		mS/cm
45661	1	0	22 oct. 2015	23 oct. 2015	684,45	8,45	2,76
45855	2	7	29 oct. 2015	29 oct. 2015	916,94	8,12	2,42
45867	3	14	6 nov. 2015	6 nov. 2015	871,02	8,7	2,46
45879	4	21	13 nov. 2015	13 nov. 2015	836,86	8,87	2,65
45891	5	28	20 nov. 2015	20 nov. 2015	857,42	8,96	2,62
46275	6	35	27 nov. 2015	27 nov. 2015	887,2	8,92	2,69
46287	7	42	4 déc. 2015	4 déc. 2015	857,72	8,83	2,62
46299	8	49	11 déc. 2015	11 déc. 2015	846,52	9,17	2,5
46951	9	56	18 déc. 2015	18 déc. 2015	898	9,14	2,36
46963	10	63	25 déc. 2015	25 déc. 2015	956	8,74	2,17
47097	11	70	1 janv. 2016	1 janv. 2016	752	9,25	2,94
47109	12	77	8 janv. 2016	8 janv. 2016	853,6	9,16	2,66
47725	13	84	15 janv. 2016	15 janv. 2016	902,72	8,94	2,49
48027	14	91	22 janv. 2016	22 janv. 2016	860,62	8,91	2,49

Tableau E.29 : Essai TL-F EDTA (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45661	0,704	0,015	492	6,51	8,73	0	10,6	628	0,075	90,2	0,157	5,23	0,28
45855	0,653	0,028	222	11,4	7,87	0,002	2,34	---	0,689	15,6	0,678	4,25	0,036
45867	1,46	0,019	358	12	10	0	2,93	---	0,614	14	0,59	3,77	0,043
45879	1,95	0,019	379	13,1	9,35	0	3,61	---	0,558	14	0,532	3,81	0,044
45891	2,65	0,018	416	15,8	9,22	0,004	4,46	722	0,567	14,9	0,522	4,17	0,044
46275	2,69	0,025	375	16	7,38	0	4,95	686	0,516	13,8	0,458	3,8	0,044
46287	3,66	0,024	341	18,8	6,17	0	6,36	678	0,56	14,4	0,488	4,19	0,038
46299	3,4	0,004	420	18,7	6,38	0	6,54	713	0,438	15,1	0,374	3,5	0,044
46951	3,74	0,003	393	22	4,69	0,002	6,09	609	0,426	15,9	0,376	3,06	0,056
46963	2,63	0,015	347	19,1	3,64	0,002	6,14	573	0,288	12,1	0,251	3,22	0,074
47097	5,55	0,026	454	27,1	3,75	0	7,95	757	0,512	21,4	0,375	5,99	0,154
47109	5,43	0,003	423	31,3	4,51	0,001	7,62	668	0,456	21,6	0,346	4,88	0,151
47725	5,35	0,003	364	29,5	3,99	0	7,32	586	0,423	18,1	0,348	3,98	0,154
48027	5,96	0,005	405	37,2	3,52	0,002	9,28	608	0,447	19,2	0,358	4,44	0,139

Tableau E.30 : Essai TL-F EDTA (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45661	0,7	<1,4	0,2	0,59	3,29	119,83	3,6	943,3	2221,7	4,69	145,6	1,5	0,7	<0,8	1487
45855	1,5	879,2	<0,1	<0,14	3,75	431,56	1,6	1649,4	1711,1	4,34	461,1	1,7	0,2	2,0	2465
45867	2,9	1399,1	<0,1	<0,14	2,38	443,74	1,8	963,3	1911,4	1,91	208,1	2,5	0,2	2,2	1681
45879	4,0	<1,4	<0,1	0,67	1,58	462,64	1,7	632,4	2082,8	1,35	129,4	5,3	0,1	2,4	1389
45891	5,6	<1,4	<0,1	<0,14	1,51	409,18	1,1	543,7	2309,5	4,91	90,5	3,2	0,2	2,7	1264
46275	7,9	<1,4	<0,1	0,34	1,28	336,83	<0,5	482,7	1961,8	0,94	64,0	3,7	<0,1	1,8	1081
46287	8,6	<1,4	<0,1	<0,14	1,82	375,76	1,4	542,6	1905,5	2,37	63,1	4,0	0,1	3,8	1210
46299	12,1	<1,4	<0,1	<0,14	1,03	292,75	1,0	440,8	2317,9	1,93	43,5	3,1	0,2	1,6	917
46951	14,3	194,6	<0,1	<0,14	1,27	394,84	1,5	494,5	2327,8	4,07	40,2	3,0	6,6	2,6	938
46963	8,7	224,8	<0,1	<0,14	0,81	247,09	0,7	293,7	1870,9	1,46	30,5	0,4	2,6	3,2	519
47097	14,5	185,1	<0,1	<0,14	1,03	380,34	5,8	1000,4	2522,7	2,57	41,6	1,1	4,4	7,0	938
47109	16,3	103,4	<0,1	<0,14	1,11	358,56	3,2	773,7	2505,5	1,94	37,0	3,4	2,6	2,4	893
47725	14,2	94,3	<0,1	<0,14	0,84	351,00	1,3	413,0	2145,4	1,06	30,9	<0,4	0,3	2,2	731
48027	11,7	75,3	<0,1	<0,14	0,51	496,08	<0,5	485,3	2451,5	1,55	32,2	2,2	<0,1	3,7	843

Tableau E.31 : Essai WR-A Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45656	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	39,09	42,52	81,61	9,56	2,96
45850	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,52	41,7	84,22	9,62	3,09
45862	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,53	42,39	84,92	9,72	2,69
45874	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41,93	42,32	84,25	9,6	2,92
45886	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,94	42,78	85,72	9,61	2,94
46270	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	42,36	43,1	85,46	9,47	3
46282	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,47	41,84	85,31	9,48	2,94
46294	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,35	42,58	85,93	9,58	2,78
46946	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,01	43,45	86,46	9,61	2,86
46958	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	42,91	43,74	86,65	9,59	2,74
47092	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,22	43,17	86,39	9,54	2,81
47104	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	42,58	43,13	85,71	9,54	2,83
47720	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,45	42,28	84,73	9,39	2,87
48022	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	41,93	43,3	85,23	9,3	2,81

Tableau E.32 : Essai WR-A Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45656	3,45	0,015	74,8	4,46	2,94	0	2,55	728	0,018	3,47	0	4,73	0,226
45850	2,87	0,017	64,1	4,59	6,21	0,001	2,06	---	0,023	1,91	0	5,14	0,087
45862	2,39	0,011	61,9	3,97	1,65	0,001	1,72	---	0,022	1,56	0,001	5,08	0,047
45874	2,11	0,013	63,6	3,53	0,758	0	1,61	---	0,021	1,59	0	5,05	0,035
45886	1,77	0,013	63,5	2,8	0,579	0,004	1,32	701	0,019	1,51	0	5,02	0,026
46270	1,58	0,011	61,5	2,52	0,495	0,002	1,25	715	0,018	1,68	0	4,96	0,022
46282	1,43	0,013	60,8	2,34	0,44	0,001	1,12	706	0,017	1,45	0	4,79	0,019
46294	1,35	0,012	62,3	2,17	0,378	0,001	1,06	691	0,016	1,8	0	4,88	0,019
46946	0,82	0,012	48,8	1,42	0,625	0,005	0,644	639	0,01	1,25	0,001	4,82	0,017
46958	0,958	0,01	50,6	1,59	0,195	0,001	0,7	633	0,01	1,45	0	4,13	0,016
47092	0,783	0,01	48,8	1,37	0,207	0,002	0,625	615	0,01	1,31	0,001	4,65	0,017
47104	0,693	0,011	47,1	1,19	0,233	0,001	0,543	624	0,009	1,24	0,001	4,64	0,017
47720	0,801	0,011	49,7	1,34	0,213	0,002	0,583	608	0,011	1,38	0,001	4,16	0,017
48022	0,716	0,01	53,4	1,37	0,126	0	0,652	619	0,011	1,51	0,001	4,64	0,015

Tableau E.33 : Essai WR-A Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45656	9,6	2007,0	0,2	<0,14	0,11	0,89	5,0	104,0	183,1	5,67	2,2	1,1	0,5	3,7	37
45850	6,4	<1,4	<0,1	<0,14	0,08	1,11	4,1	50,2	85,4	1,40	0,6	0,6	0,2	2,2	<3
45862	5,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,10	1,06	5,5	38,7	108,9	1,07	0,5	<0,4	0,3	2,3	<3
45874	4,7	<1,4	0,1	0,31	<0,05	1,32	5,3	33,2	129,4	1,12	0,7	0,9	0,2	2,1	<3
45886	3,8	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	0,72	4,8	24,1	124,4	7,65	<0,4	1,4	0,2	2,3	<3
46270	4,7	<1,4	0,1	0,65	<0,05	1,41	4,0	31,2	141,1	0,77	0,9	0,4	0,1	1,6	<3
46282	3,1	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	0,80	3,7	20,1	144,1	3,05	<0,4	1,2	0,5	2,3	9
46294	2,4	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	0,79	3,5	16,6	146,2	1,86	<0,4	0,9	0,5	2,0	6
46946	3,6	235,4	<0,1	<0,14	0,12	1,07	2,8	13,0	136,2	6,83	0,4	2,1	5,4	1,6	<3
46958	3,1	132,3	<0,1	<0,14	<0,05	1,22	3,2	12,6	121,5	2,14	<0,4	0,9	2,1	2,0	<3
47092	3,0	226,6	<0,1	<0,14	<0,05	1,27	2,7	8,8	113,9	1,24	<0,4	1,4	1,2	1,1	<3
47104	3,5	206,7	<0,1	<0,14	<0,05	1,08	2,6	8,5	117,8	2,25	<0,4	<0,4	2,9	1,4	<3
47720	4,8	206,4	<0,1	<0,14	0,06	1,33	2,7	8,5	116,1	1,20	87,1	<0,4	0,1	<0,8	<3
48022	3,4	216,3	<0,1	<0,14	<0,05	0,70	<0,5	1,9	141,8	2,94	<0,4	<0,4	<0,1	1,1	<3

Tableau E.34 : Essai WR-B Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45657	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,12	42,81	83,93	9,4	2,83
45851	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	43,23	42,06	85,29	9,53	3,06
45863	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,98	43,08	86,06	9,54	2,67
45875	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	42,29	43,06	85,35	9,48	2,87
45887	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,8	42,48	85,28	9,33	2,86
46271	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	42,54	43,31	85,85	9,22	2,95
46283	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,13	43,15	86,28	9,3	2,91
46295	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,51	43,16	86,67	9,3	2,69
46947	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,27	43,66	86,93	9,22	2,72
46959	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	43,43	44,15	87,58	8,96	2,69
47093	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,16	42,99	86,15	8,91	2,79
47105	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	43,29	44,09	87,38	8,84	2,82
47721	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	42,52	42,32	84,84	8,64	2,83
48023	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	42,43	43,61	86,04	8,71	2,76

Tableau E.35 : Essai WR-B Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45657	2,99	0,015	97	7,97	2,2	0	6,48	685	0,014	6,38	0,001	8,01	0,235
45851	2,15	0,014	70,9	7,14	5,84	0	3,38	---	0,014	2,4	0,001	8,52	0,116
45863	1,78	0,01	60,7	5,76	1,62	0	2,27	---	0,011	1,91	0,001	7,05	0,072
45875	1,5	0,011	58,8	4,72	0,912	0	1,89	---	0,011	1,79	0,002	6,46	0,06
45887	1,21	0,012	57,1	3,59	0,614	0,003	1,44	713	0,009	1,58	0,001	6,17	0,051
46271	1,02	0,011	43,7	2,96	0,56	0,002	1,19	699	0,008	1,5	0,001	5,34	0,038
46283	0,862	0,01	43,6	2,61	0,486	0,001	0,989	701	0,007	1,28	0,001	4,81	0,036
46295	0,749	0,009	47,1	2,37	0,406	0,001	0,948	689	0,006	1,57	0,001	4,55	0,036
46947	0,618	0,01	40,7	2,01	0,233	0,005	0,7	638	0,004	1,4	0,002	3,8	0,036
46959	0,48	0,007	31,3	1,52	0,208	0,004	0,566	620	0,004	1,04	0,002	3,09	0,028
47093	0,424	0,007	31,8	1,37	0,218	0,002	0,484	608	<0,004	0,92	0,001	3,67	0,027
47105	0,336	0,009	29,7	1,13	0,262	0	0,406	617	<0,004	0,831	0,001	3,31	0,025
47721	0,396	0,007	34,4	1,37	0,201	0	0,489	627	0,004	1,13	0,001	3,34	0,029
48023	0,366	0,007	39,7	1,45	0,223	0,003	0,538	605	0,004	1,25	0,002	3,54	0,025

Tableau E.36 : Essai WR-B Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45657	3,1	2625,9	0,2	<0,14	0,09	1,88	4,6	119,7	473,8	4,01	2,4	<0,4	0,3	9,3	11
45851	1,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,08	1,03	1,7	37,9	243,4	1,39	<0,4	<0,4	0,4	4,9	<3
45863	0,9	<1,4	<0,1	<0,14	0,05	1,09	2,5	26,1	242,8	1,07	<0,4	<0,4	0,2	5,1	<3
45875	1,3	<1,4	0,2	1,06	<0,05	1,50	3,0	21,9	276,5	0,98	1,3	<0,4	<0,1	3,8	<3
45887	1,7	<1,4	<0,1	<0,14	0,06	1,25	2,6	17,1	261,4	5,82	<0,4	1,2	0,5	5,0	5
46271	0,6	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	1,48	2,3	17,0	221,1	0,59	<0,4	0,5	<0,1	3,1	<3
46283	0,9	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	1,25	2,1	12,7	272,7	2,57	<0,4	0,7	0,2	3,9	7
46295	0,9	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	1,14	1,6	9,5	251,4	1,61	<0,4	<0,4	<0,1	3,4	3
46947	1,1	205,4	<0,1	<0,14	0,22	1,48	1,9	7,0	192,9	6,06	0,5	<0,4	3,9	3,7	<3
46959	1,0	175,4	<0,1	<0,14	<0,05	1,60	1,3	4,7	168,2	1,93	<0,4	<0,4	1,9	2,6	<3
47093	0,5	250,7	<0,1	<0,14	<0,05	1,54	1,4	4,0	172,5	1,07	<0,4	<0,4	0,8	2,5	<3
47105	<0,2	80,6	<0,1	<0,14	<0,05	1,60	1,5	3,4	148,7	1,85	<0,4	0,7	1,5	2,8	<3
47721	<0,2	106,0	<0,1	<0,14	0,06	1,80	1,1	3,6	169,1	0,90	<0,4	<0,4	<0,1	2,5	<3
48023	<0,2	87,4	<0,1	<0,14	<0,05	1,07	<0,5	<1,1	213,8	1,96	<0,4	<0,4	<0,1	2,2	<3

Tableau E.37 : Essai WR-C Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45658	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	40,93	42,9	83,83	9,59	2,94
45852	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	43,45	43,45	86,9	9,69	3,04
45864	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	42,79	43,18	85,97	9,73	2,66
45876	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	42,72	43,64	86,36	9,66	2,84
45888	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	43,59	43,61	87,2	9,64	2,84
46272	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	43,62	44,38	88	9,62	2,85
46284	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	44,35	43,88	88,23	9,62	2,88
46296	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,85	43,97	87,82	9,65	2,65
46948	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	44,23	44,08	88,31	9,45	2,67
46960	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	43,81	44,73	88,54	9,49	2,67
47094	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	43,98	44,07	88,05	9,46	2,72
47106	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	43,68	43,18	86,86	9,27	2,79
47722	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	41,67	42,29	83,96	9,05	2,86
48024	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	42,73	41,63	84,36	9,12	2,76

Tableau E.38 : Essai WR-C Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45658	3,01	0,118	78,6	5,02	6,33	0	3,26	720	0,028	8,33	0,002	5,67	0,185
45852	2,87	0,088	65,4	5,38	8,93	0,001	2,76	---	0,031	2,67	0,002	6,1	0,063
45864	2,55	0,069	65,9	4,87	3,97	0	2,49	---	0,034	2,42	0,003	6,11	0,034
45876	2,08	0,067	65,6	4,08	3,06	0	2,14	---	0,034	2,3	0,004	5,75	0,023
45888	1,71	0,059	65	3,1	2,35	0,002	1,66	696	0,03	1,99	0,003	5,44	0,017
46272	1,51	0,053	63,5	2,73	1,96	0,001	1,51	698	0,028	2,11	0,003	5,32	0,015
46284	1,27	0,044	61	2,39	1,56	0,003	1,3	695	0,024	1,95	0,003	4,95	0,013
46296	1,21	0,034	61,2	2,19	1,36	0,002	1,23	674	0,023	2,14	0,002	4,85	0,012
46948	0,94	0,028	55,4	1,85	0,937	0,004	0,888	635	0,017	1,89	0,003	4,09	0,012
46960	0,782	0,018	46,8	1,51	0,754	0,004	0,725	614	0,014	1,75	0,003	3,73	0,01
47094	0,645	0,017	43,4	1,24	0,633	0,002	0,598	608	0,013	1,47	0,002	4	0,009
47106	0,609	0,014	34,1	1,15	0,645	0,003	0,548	600	0,012	1,28	0,003	3,75	0,007
47722	0,734	0,015	37,8	1,38	0,742	0,001	0,634	609	0,015	1,48	0,003	3,4	0,008
48024	0,616	0,016	43,9	1,34	0,786	0,001	0,692	603	0,015	1,59	0,003	3,58	0,007

Tableau E.39 : Essai WR-C Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45658	2,5	1639,9	0,1	<0,14	0,14	2,05	2,8	53,7	259,8	4,31	1,4	0,6	0,6	5,6	5
45852	1,3	<1,4	0,1	<0,14	0,13	1,67	4,5	33,0	159,4	1,75	1,0	<0,4	0,8	4,7	<3
45864	1,6	<1,4	<0,1	<0,14	0,08	2,06	5,8	30,7	181,6	1,16	0,4	0,8	0,5	5,0	<3
45876	1,5	<1,4	0,1	0,35	0,08	2,75	5,8	26,7	198,9	1,17	0,5	0,4	0,2	5,1	<3
45888	1,2	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,71	3,3	20,1	187,6	5,40	<0,4	1,6	0,5	5,1	<3
46272	3,0	<1,4	0,2	1,77	0,06	2,72	20,4	36,5	242,6	0,96	2,0	34,5	0,3	4,5	16
46284	0,9	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,61	3,4	15,9	216,9	2,70	<0,4	1,4	0,3	4,1	4
46296	0,8	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,61	3,2	12,2	227,9	1,72	<0,4	<0,4	0,3	3,8	<3
46948	0,9	211,2	<0,1	<0,14	0,09	3,26	3,3	11,7	223,4	5,03	<0,4	<0,4	3,0	3,4	<3
46960	1,3	340,3	<0,1	<0,14	0,06	2,65	2,3	8,7	199,8	2,27	<0,4	<0,4	1,8	2,8	<3
47094	1,4	357,6	<0,1	<0,14	<0,05	2,15	2,0	6,2	193,6	1,33	<0,4	0,9	1,3	1,8	<3
47106	<0,2	352,8	<0,1	<0,14	0,07	2,20	2,1	7,2	152,9	1,31	<0,4	<0,4	1,1	1,4	<3
47722	0,4	206,2	<0,1	<0,14	0,05	2,96	2,5	8,7	191,2	1,00	<0,4	<0,4	<0,1	1,5	<3
48024	<0,2	130,2	<0,1	<0,14	<0,05	2,53	<0,5	<1,1	178,2	1,84	<0,4	<0,4	<0,1	2,0	<3

Tableau E.40 : Essai WR-D Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45659	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	40,4	40,78	81,18	9,54	2,94
45853	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	42,11	42,11	84,22	9,65	3,15
45865	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	40,79	41,01	81,8	9,71	2,7
45877	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	41,03	41,82	82,85	9,61	2,91
45889	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	42,51	42,61	85,12	9,56	2,86
46273	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	42,81	42,97	85,78	9,57	2,95
46285	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	42,84	41,34	84,18	9,55	2,92
46297	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	42,33	41,89	84,22	9,42	2,76
46949	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	43,26	43,04	86,3	9,34	2,68
46961	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	42,96	42,48	85,44	9,34	2,72
47095	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	42,5	42,41	84,91	9,25	2,78
47107	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	41,06	41,35	82,41	9,16	2,94
47723	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	36,55	36,47	73,02	9,19	3,09
48025	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	38,34	39,87	78,21	9,17	3,1

Tableau E.41 : Essai WR-D Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45659	3,07	0,031	85,9	5,69	8,08	0	5,15	717	0,028	6,48	0,002	6,62	0,265
45853	2,84	0,028	66,9	6,37	9,37	0	3,37	---	0,034	2,38	0,002	6,96	0,089
45865	2,44	0,023	64,3	5,59	4,7	0,001	2,79	---	0,041	2,41	0,003	6,27	0,047
45877	2,06	0,024	64,5	4,73	4,06	0	2,43	---	0,047	2,34	0,004	5,67	0,034
45889	1,48	0,027	63,7	3,27	3,62	0,002	1,7	701	0,039	1,92	0,004	5,13	0,025
46273	1,23	0,03	61,6	2,73	3,21	0,001	1,46	703	0,035	2,03	0,003	4,84	0,022
46285	1,08	0,027	59,9	2,49	3,12	0,004	1,26	698	0,03	1,86	0,005	4,56	0,019
46297	1,14	0,028	60,8	2,62	3,13	0,002	1,36	704	0,034	2,12	0,002	4,54	0,019
46949	0,776	0,022	49,2	1,99	2,03	0,002	0,86	647	0,023	1,69	0,004	3,32	0,017
46961	0,584	0,016	41,7	1,47	1,56	0,002	0,65	632	0,018	1,48	0,002	2,49	0,013
47095	0,702	0,019	51,3	1,95	2,14	0,003	0,796	651	0,023	1,92	0,003	3,71	0,017
47107	0,582	0,017	44,8	1,55	1,87	0,001	0,669	660	0,019	1,53	0,002	3,43	0,014
47723	0,822	0,02	55,8	2,2	2,4	0	0,908	664	0,03	2,26	0,004	3,28	0,019
48025	0,859	0,02	50,9	2,58	2,37	0	1,02	697	0,037	2,22	0,005	3,17	0,013

Tableau E.42 : Essai WR-D Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45659	3,3	2175,8	0,4	0,22	0,22	2,06	5,7	62,8	290,1	3,78	2,4	1,8	0,8	6,7	12
45853	2,8	<1,4	0,2	<0,14	0,15	1,77	4,2	41,0	161,1	1,67	0,9	1,1	0,6	5,2	3
45865	1,9	<1,4	0,2	<0,14	0,09	2,34	3,7	39,6	176,3	1,04	<0,4	0,8	0,2	6,3	<3
45877	2,1	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	3,21	2,1	37,2	190,0	1,49	<0,4	0,6	<0,1	5,1	<3
45889	2,3	<1,4	0,1	<0,14	0,05	2,59	2,8	32,4	171,8	4,50	<0,4	1,4	0,3	5,1	<3
46273	2,9	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,70	2,5	30,5	210,0	0,80	<0,4	0,7	0,1	4,1	<3
46285	4,7	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,51	2,4	34,1	220,5	2,45	<0,4	0,9	0,2	4,2	8
46297	4,8	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	2,89	2,6	32,0	221,6	1,70	<0,4	0,6	<0,1	3,7	3
46949	3,0	111,5	0,1	<0,14	0,18	3,12	2,9	20,5	177,3	4,97	0,8	<0,4	3,6	2,8	<3
46961	2,6	53,7	<0,1	<0,14	<0,05	2,72	1,6	18,6	175,9	2,00	<0,4	<0,4	1,8	2,3	<3
47095	8,6	318,8	<0,1	<0,14	<0,05	2,52	2,3	67,6	206,6	1,74	<0,4	2,1	2,1	2,0	<3
47107	7,2	409,8	<0,1	<0,14	0,10	2,69	1,9	34,4	174,8	1,35	<0,4	<0,4	1,2	1,2	<3
47723	18,7	389,5	<0,1	<0,14	0,06	3,57	2,2	52,3	217,8	1,00	<0,4	<0,4	0,3	2,1	<3
48025	15,1	298,3	<0,1	<0,14	<0,05	3,98	<0,5	54,3	224,7	1,83	<0,4	<0,4	<0,1	2,4	<3

Tableau E.43 : Essai LG-E Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume Rinçage 1	Volume Rinçage 2	Volume total	pH	Conductivité
					ml	ml	ml		mS/cm
45660	01-02	0	20-23 oct. 2015	23 oct. 2015	41,25	42,82	84,07	7,57	2,84
45854	03-04	7	26-29 oct. 2015	29 oct. 2015	43,15	42,59	85,74	7,68	3,08
45866	05-06	14	2-5 nov. 2015	6 nov. 2015	43,12	43,09	86,21	7,74	2,7
45878	07-08	21	9-12 nov. 2015	13 nov. 2015	42,8	42,81	85,61	7,7	2,83
45890	09-10	28	16-19 nov. 2015	20 nov. 2015	43,29	43,14	86,43	7,63	2,83
46274	11-12	35	23-26 nov. 2015	27 nov. 2015	43,09	43,29	86,38	7,77	2,93
46286	13-14	42	30 nov-3 déc. 2015	4 déc. 2015	43,06	43,77	86,83	7,54	2,95
46298	15-16	49	07-10 déc. 2015	11 déc. 2015	43,52	43,75	87,27	7,65	2,79
46950	17-18	56	14-17 déc. 2015	18 déc. 2015	44,41	44,3	88,71	7,59	2,73
46962	19-20	63	21-24 déc. 2015	25 déc. 2015	44,35	44,88	89,23	7,62	2,71
47096	21-22	70	28-31 déc. 2015	1 janv. 2016	44,17	43,59	87,76	7,54	2,9
47108	23-24	77	4-7 janv. 2016	8 janv. 2016	44,3	44,37	88,67	7,75	2,84
47724	25-26	84	11-14 janv. 2016	15 janv. 2016	43,98	42,86	86,84	7,67	2,83
48026	27-28	91	18-21 janv. 2016	22 janv. 2016	43,16	44,03	87,19	7,52	2,79

Tableau E.44 : Essai LG-E Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45660	10,8	0,028	21,3	9,39	0,973	0	12,3	692	0,068	8,81	0,114	12,5	0,037
45854	5,98	0,017	3,64	7,33	4,23	0,003	3,75	---	0,036	1,66	0,044	7,58	0,009
45866	4,65	0,012	2,13	6,35	1,43	0,001	2,23	---	0,03	0,818	0,029	6,44	0,006
45878	3,39	0,009	1,54	4,69	0,761	0	1,68	---	0,023	0,715	0,022	6,42	0,004
45890	2,73	0,01	1,05	3,62	0,498	0,002	1,3	701	0,02	0,29	0,021	6,46	0,002
46274	2,31	0,011	1,15	3,03	0,47	0,001	1,14	700	0,016	0,469	0,019	6,88	0,003
46286	2,16	0,01	0,825	2,81	0,426	0,002	0,978	706	0,016	0,209	0,019	6,65	0,002
46298	1,8	0,008	0,728	2,42	0,41	0	0,897	692	0,015	0,294	0,016	7,4	0,002
46950	1,38	0,015	0,605	1,94	0,166	0,004	0,611	624	0,01	<0,09	0,012	5,15	0,004
46962	1,15	0,015	0,917	1,56	0,113	0,001	0,494	623	0,008	0,17	0,011	6,39	0,003
47096	0,921	0,024	0,477	1,16	0,148	0,003	0,385	610	0,006	<0,09	0,008	12,9	0,006
47108	0,823	0,025	0,431	1	1,61	0,001	0,328	601	0,006	<0,09	0,008	13,4	0,023
47724	0,946	0,008	0,684	1,15	0,16	0,001	0,469	614	0,008	0,184	0,01	13,7	0,003
48026	0,835	0,006	0,713	1,14	0,197	0,001	0,415	620	0,007	0,254	0,01	9,95	0,001

Tableau E.45 : Essai LG-E Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45660	1,8	2100,5	0,4	0,48	0,51	63,49	8,3	744,0	436,0	3,43	4,9	1,6	0,4	11,3	59
45854	1,3	<1,4	<0,1	<0,14	0,11	23,80	9,6	297,6	129,7	1,52	0,9	1,5	0,2	9,5	18
45866	2,1	<1,4	0,1	<0,14	0,12	15,23	9,7	184,4	101,3	1,19	0,8	<0,4	0,1	8,5	16
45878	2,2	<1,4	0,1	0,69	0,13	14,33	11,3	139,9	81,0	1,15	0,9	1,2	<0,1	6,2	14
45890	1,6	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	11,87	7,4	91,2	41,0	3,58	<0,4	0,7	0,2	6,4	10
46274	1,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,15	10,67	5,6	75,7	55,9	0,68	<0,4	<0,4	<0,1	4,9	10
46286	1,1	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	11,06	5,9	71,2	27,8	1,95	<0,4	1,2	0,2	5,2	14
46298	1,4	<1,4	<0,1	<0,14	<0,05	9,67	5,2	64,5	26,4	1,36	<0,4	0,8	0,2	4,8	13
46950	0,9	240,0	<0,1	<0,14	<0,05	8,73	5,2	49,1	57,5	3,88	0,5	0,6	3,7	5,0	<3
46962	1,5	171,0	<0,1	<0,14	0,06	6,74	4,1	40,7	43,5	1,92	<0,4	<0,4	1,1	4,3	<3
47096	0,6	222,0	<0,1	<0,14	<0,05	5,05	3,3	31,2	40,4	1,17	<0,4	<0,4	0,5	3,7	<3
47108	0,6	164,4	<0,1	<0,14	0,06	5,07	3,3	28,1	53,2	1,29	<0,4	<0,4	0,5	2,8	<3
47724	0,6	218,4	<0,1	<0,14	0,06	6,66	3,3	32,6	63,1	0,84	<0,4	<0,4	<0,1	2,4	<3
48026	<0,2	142,0	<0,1	<0,14	<0,05	7,73	<0,5	26,7	9,1	1,22	<0,4	<0,4	<0,1	3,1	<3

Tableau E.46 : Essai TL-F Acide citrique (date, volume, pH et conductivité)

Échantillon URSTM	Cycle	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	Volume total	pH	Conductivité
					ml		mS/cm
45662	1	0	22 oct. 2015	23 oct. 2015	737,91	9,2	2,5
45856	2	7	29 oct. 2015	29 oct. 2015	839,57	9,12	2,62
45868	3	14	6 nov. 2015	6 nov. 2015	885,86	9,38	2,78
45880	4	21	13 nov. 2015	13 nov. 2015	814,61	9,43	3,03
45892	5	28	20 nov. 2015	20 nov. 2015	837,26	9,56	3
46276	6	35	27 nov. 2015	27 nov. 2015	863,15	9,5	3,17
46288	7	42	4 déc. 2015	4 déc. 2015	813,46	9,53	3,16
46300	8	49	11 déc. 2015	11 déc. 2015	830,86	9,39	2,8
46952	9	56	18 déc. 2015	18 déc. 2015	881	9,29	2,68
46964	10	63	25 déc. 2015	25 déc. 2015	865	9,36	2,56
47098	11	70	1 janv. 2016	1 janv. 2016	793	9,91	3,56
47110	12	77	8 janv. 2016	8 janv. 2016	814	9,63	3,22
47726	13	84	15 janv. 2016	15 janv. 2016	873,66	9,28	2,89
48028	14	91	22 janv. 2016	22 janv. 2016	839,16	9,2	2,83

Tableau E.47 : Essai TL-F Acide citrique (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**Ba**	**Ca**	**Fe**	**K**	**Li**	**Mg**	**Na**	**Ni**	**S_{tot}**	**Sb**	**Si**	**Sr**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,001*	*0,030*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*	*0,001*	*n.d.*	*0,004*	*0,090*	*n.d.*	*0,020*	*n.d.*
45662	6,84	0,007	176	6,12	5,41	0	10,1	631	0,076	72,2	0,016	51,3	0,28
45856	11,6	0,005	89,5	13,2	10,1	0,001	6,36	---	0,047	17,4	0,007	28,5	0,099
45868	7,55	0,007	70,6	12,2	9,88	0	4,65	---	0,058	9,12	0,006	9,26	0,082
45880	5,16	0,007	60,1	10,3	8,83	0	3,54	---	0,058	10,3	0,005	7,01	0,068
45892	5,1	0,007	54,2	9,82	7,96	0,002	3,07	753	0,06	11,7	0,005	6,83	0,054
46276	3,48	0,007	44,2	6,94	6	0,001	2,6	735	0,049	11,3	0,004	5,25	0,04
46288	4,12	0,009	35,1	6,94	5,64	0,001	2,13	752	0,041	15,1	0,004	5,9	0,028
46300	1,05	0,003	9,71	1,38	1,89	0,002	0,703	704	0,012	9,29	0,002	2,63	0,008
46952	0,674	0,005	8,99	0,81	1,62	0,003	0,469	625	0,01	6,96	0,002	2,36	0,007
46964	0,656	0,004	8,73	0,885	1,32	0,002	0,495	607	0,01	5,19	0,002	2,04	0,007
47098	1,86	0,004	13,6	4,54	2,94	0,002	1,08	804	0,02	19,8	0,004	5,32	0,015
47110	2,28	0,006	16,9	4,45	2,59	0,002	1,09	706	0,024	16	0,005	3,53	0,016
47726	2,01	0,005	16	2,75	1,8	0	0,822	607	0,017	8,54	0,002	2,85	0,011
48028	1,44	0,006	16,2	2,65	1,65	0,002	0,821	606	0,016	11,1	0,004	2,88	0,009

Tableau E.48 : Essai TL-F Acide citrique (analyses chimiques ICP-MS de lixiviats)

Éléments	**As**	**B**	**Be**	**Bi**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Mn**	**Mo**	**Pb**	**Se**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	µg/l	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**	**µg/l**
Limite de détection	*0,2*	*1,4*	*0,1*	*0,14*	*0,05*	*0,03*	*0,5*	*1,1*	*0,4*	*0,02*	*0,4*	*0,4*	*0,1*	*0,8*	*3*
45662	9,0	<1,4	0,2	0,15	0,28	10,80	3,9	247,9	134,8	5,46	2,4	5,4	0,5	3,2	7
45856	16,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,28	5,88	12,6	267,9	135,4	4,73	1,4	3,0	0,3	4,0	7
45868	12,4	<1,4	<0,1	<0,14	0,25	6,34	12,5	309,9	105,1	1,84	1,6	2,4	0,5	4,9	5
45880	16,7	<1,4	<0,1	0,40	0,11	5,23	11,9	286,2	89,3	1,40	1,6	2,4	0,2	6,9	<3
45892	14,8	<1,4	<0,1	<0,14	0,07	3,77	8,9	265,7	77,3	6,24	0,5	3,9	0,6	12,0	4
46276	8,2	<1,4	<0,1	<0,14	0,16	4,05	7,7	197,5	72,0	1,18	0,8	0,9	0,5	12,0	3
46288	11,1	<1,4	<0,1	<0,14	0,07	3,36	7,1	179,3	53,8	4,65	<0,4	3,0	1,1	12,7	9
46300	3,6	<1,4	<0,1	<0,14	0,06	1,33	5,3	42,4	20,1	1,82	<0,4	1,4	0,2	2,2	4
46952	3,1	279,9	<0,1	<0,14	<0,05	1,64	4,9	27,4	19,3	3,57	0,8	2,0	2,5	2,0	<3
46964	2,1	346,1	<0,1	<0,14	<0,05	1,97	3,1	27,1	18,0	1,80	<0,4	1,0	1,8	3,3	<3
47098	7,7	354,1	<0,1	<0,14	0,07	3,17	12,2	217,3	41,7	4,15	0,7	1,0	6,2	13,1	<3
47110	4,3	215,9	<0,1	<0,14	0,11	4,72	6,4	196,7	47,0	2,25	0,7	3,1	2,7	30,5	<3
47726	3,2	151,6	<0,1	<0,14	0,10	2,78	4,2	105,8	33,7	1,01	<0,4	<0,4	0,3	12,2	<3
48028	1,0	104,3	<0,1	<0,14	<0,05	3,68	0,8	115,0	29,1	1,43	<0,4	1,8	<0,1	3,3	<3

Tableau E.49 : Essais *in situ* (date, pH, conductivité, acidité et alcalinité)

Essai	Échantillon Code URSTM	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	pH	Conductivité	Acidité	Alcalinité
						µS/cm	mg $CaCO_3$/l	mg $CaCO_3$/l
WR-A	36859	-	6 oct. 2014	7 oct. 2014	7,56	95,4	4,72	44,8
	37522	-	20 oct. 2014	24 oct. 2014	7,79	170,9	4	45,36
	42504	0	9 juin 2015	12 juin 2015	7,68	67,2	1,76	43,52
	43223	27	6 juillet 2015	10 juillet 2015	7,61	58,1	2,24	38
	43917	37	16 juillet 2015	5 août 2015	7,58	65,8	2,4	34,48
	43922	43	22 juillet 2015	5 août 2015	7,47	64,6	2,4	29,36
	44428	69	17 août 2015	21 août 2015	7,4	60,8	2,88	32,16
	44826	84	1 sept. 2015	15 sept. 2015	7,61	61,5	1,76	33,76
	45555	105	22 sept. 2015	14 oct. 2015	7,98	61	3,04	31,68
	45560	120	7 oct. 2015	14 oct. 2015	7,67	52,4	3,12	28,56
WR-B	36860	-	6 oct. 2014	7 oct. 2014	7,83	113,5	2,88	57,52
	37523	-	20 oct. 2014	24 oct. 2014	7,89	230	3,2	57,52
	42505	0	9 juin 2015	12 juin 2015	7,81	75,2	2,56	47,36
	43224	27	6 juillet 2015	10 juillet 2015	7,75	71,3	1,76	49,68
	43918	37	16 juillet 2015	5 août 2015	7,59	90	2,08	41,2
	43923	43	22 juillet 2015	5 août 2015	7,68	89,7	2,56	39,04
	44429	69	17 août 2015	21 août 2015	7,72	82,8	0,72	38,64
	44827	84	1 sept. 2015	15 sept. 2015	7,75	83,7	2,08	40,64
	45556	105	22 sept. 2015	14 oct. 2015	7,88	82,6	5,28	39,44
	45561	120	7 oct. 2015	14 oct. 2015	7,58	79,5	1,76	37,84
WR-C	36861	-	6 oct. 2014	7 oct. 2014	7,7	115,5	3,2	40,24
	37524	-	20 oct. 2014	24 oct. 2014	7,72	226	0,96	39,92
	42506	0	9 juin 2015	12 juin 2015	7,71	77,1	1,6	38,56
	43225	27	6 juillet 2015	10 juillet 2015	7,54	62,5	1,6	30,4
	43919	37	16 juillet 2015	5 août 2015	7,49	84,5	2,72	26,8
	43924	43	22 juillet 2015	5 août 2015	7,53	81,6	2,4	23,52
	44430	69	17 août 2015	21 août 2015	7,54	82,1	0,72	26,48
	44828	84	1 sept. 2015	15 sept. 2015	7,48	74,1	3,28	24,32
	45557	105	22 sept. 2015	14 oct. 2015	7,62	72,1	5,84	26,4
	45562	120	7 oct. 2015	14 oct. 2015	7,51	69,4	3,28	23,76

Tableau E.49 (suite) : Essais *in situ* (date, pH, conductivité, acidité et alcalinité)

Essai	Échantillon Code URSTM	Nombre jours	Date prélèvement	Date analyse	pH	Conductivité	Acidité	Alcalinité
						µS/cm	mg $CaCO_3$/l	mg $CaCO_3$/l
WR-D	-	-	6 oct. 2014	7 oct. 2014	-	-	-	-
	37525	-	20 oct. 2014	24 oct. 2014	7,95	260	3,2	70,4
	42507	0	9 juin 2015	12 juin 2015	7,77	67,9	1,44	44,96
	43226	27	6 juillet 2015	10 juillet 2015	7,85	70,7	1,6	47,6
	43920	37	16 juillet 2015	5 août 2015	7,69	83,4	2,56	39,2
	43925	43	22 juillet 2015	5 août 2015	7,71	85,9	2,56	38,24
	44431	69	17 août 2015	21 août 2015	7,75	73,7	2,64	39,04
	44829	84	1 sept. 2015	15 sept. 2015	7,72	71,1	1,76	38,72
	45558	105	22 sept. 2015	14 oct. 2015	7,8	72,9	5,76	37,84
	45563	120	7 oct. 2015	14 oct. 2015	7,76	68,7	4,08	37,92
LG-E	36862	-	6 oct. 2014	7 oct. 2014	6,41	115,2	3,84	4
	37526	-	20 oct. 2014	24 oct. 2014	6,25	152,1	0,8	2,8
	42508	0	9 juin 2015	12 juin 2015	6,22	35,2	2,56	6,08
	43227	27	6 juillet 2015	10 juillet 2015	5,71	46	2,32	3,76
	43921	37	16 juillet 2015	5 août 2015	5,63	57	3,2	2,88
	43926	43	22 juillet 2015	5 août 2015	5,68	64,1	3,04	2,48
	44432	69	17 août 2015	21 août 2015	5,52	53,2	3,04	2,24
	44830	84	1 sept. 2015	15 sept. 2015	4,76	59,5	5,6	1,2
	45559	105	22 sept. 2015	14 oct. 2015	5,53	62,2	3,84	1,6
	45564	120	7 oct. 2015	14 oct. 2015	5,13	62,2	3,44	1,44

Tableau E.50 : Essai WR-A *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
36859	0,02	<0,06	0	0,055	<0,001	<0,02	17,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,007	0,036	1,77	0
37522	0,021	<0,06	0	0,041	<0,001	<0,02	19,3	<0,003	<0,004	<0,003	0,004	0,021	1,51	0,001
42504	0,051	<0,06	0	0,019	<0,001	<0,02	18	<0,003	<0,004	<0,003	0,017	0,031	1,25	0
43223	0,032	<0,06	0	0,02	<0,001	<0,02	15,6	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,046	1,22	0
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
43917	0,157	<0,03	0	0,018	0	<0,02	27,9	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,076	0,827	0
43922	0,058	<0,03	0	0,015	0	<0,02	16,2	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,048	0,768	0
44428	0,307	<0,03	0	0,02	0	<0,02	41	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,134	0,906	0
44826	0,037	<0,03	0	0,016	0	<0,02	14,2	0,001	0,004	<0,001	<0,01	0,094	0,81	0
45555	0,042	<0,03	0	0,012	0	<0,02	13,1	<0,001	0,002	<0,001	<0,01	0,036	0,94	0
45560	0,039	<0,03	0	0,01	0	<0,02	11,7	<0,001	0,004	<0,001	<0,01	0,06	0,665	0

Tableau E.50 (suite) : Essai WR-A *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
36859	1,56	0,115	<0,009	3,81	<0,004	<0,02	4,9	0,169	<0,1	1,94	0,113	0	<0,002	0,028
37522	1,46	0,093	<0,009	2,81	<0,004	<0,02	3,84	---	<0,1	1,78	0,094	0	<0,002	0,013
42504	1,32	0,037	<0,009	2,39	<0,004	<0,02	2,55	<0,09	<0,1	0,943	0,094	0	<0,002	0,04
43223	0,875	0,025	<0,009	1,43	<0,004	<0,02	1,86	<0,09	<0,1	2,57	0,071	0	<0,002	0,045
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
43917	0,841	0,009	<0,003	1,06	<0,004	<0,07	1,85	0	<0,07	1,64	0,059	0,001	0	0,023
43922	0,682	0,012	<0,003	0,974	<0,004	<0,07	1,26	0	<0,07	1,56	0,054	0,001	0	<0,02
44428	1,1	0,007	0,004	1,38	<0,004	<0,07	2,41	0	<0,07	1,72	0,074	0,002	0,001	0,026
44826	0,694	0,003	<0,003	0,906	<0,004	<0,07	1,95	0	<0,07	8,96	0,058	0,006	0	<0,02
45555	0,654	<0,002	<0,003	1,3	<0,004	<0,07	2,02	0,001	<0,07	6	0,056	0	0	0,053
45560	0,583	<0,002	<0,003	0,876	<0,004	<0,07	1,83	0	<0,07	2,32	0,05	0	0,001	<0,02

Tableau E.51 : Essai WR-B *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
36860	0,03	<0,06	0	0,051	<0,001	<0,02	22,2	<0,003	<0,004	<0,003	0,007	0,064	2,3	0,001
37523	0,015	<0,06	0	0,044	<0,001	<0,02	24,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,003	0,015	2,01	0,001
42505	0,066	<0,06	0	0,019	<0,001	<0,02	18,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,012	0,045	1,37	0
43224	0,04	<0,06	0	0,025	<0,001	<0,02	19,8	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,125	1,24	0
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
43918	0,04	<0,03	0	0,018	0	<0,02	16,3	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,028	0,928	0
43923	0,036	<0,03	0	0,018	0	<0,02	15,9	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,029	0,941	0
44429	0,062	<0,03	0	0,017	0	<0,02	22,1	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,031	1,03	0
44827	0,11	<0,03	0	0,019	0	<0,02	21,9	<0,001	<0,002	0,001	<0,01	0,104	1	0
45556	0,037	<0,03	0	0,015	0	<0,02	19,3	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,006	1,06	0
45561	0,042	<0,03	0	0,014	0	<0,02	16,1	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,057	0,897	0

Tableau E.51 (suite) : Essai WR-B *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
36860	2,97	0,194	<0,009	4,08	<0,004	<0,02	6,97	<0,09	<0,1	2,23	0,124	0	<0,002	0,024
37523	3,15	0,137	<0,009	3,33	<0,004	<0,02	6,14	---	<0,1	2,29	0,111	0	<0,002	0,008
42505	2,39	0,065	<0,009	2,37	<0,004	<0,02	3,44	<0,09	<0,1	1,3	0,096	0,002	<0,002	0,028
43224	1,75	0,007	<0,009	1,46	<0,004	<0,02	2,86	<0,09	<0,1	2,9	0,076	0,001	<0,002	0,044
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
43918	1,28	0,003	<0,003	1,04	<0,004	<0,07	2,39	0	<0,07	1,96	0,058	0	0	<0,02
43923	1,28	0,003	<0,003	1,09	<0,004	<0,07	2,97	0,001	<0,07	1,98	0,057	0,003	0,001	<0,02
44429	1,54	0,002	0,005	1,45	<0,004	<0,07	3,83	0	<0,07	1,95	0,063	0,001	0	<0,02
44827	1,6	0,002	<0,003	1,26	<0,004	<0,07	4,96	0	<0,07	7,88	0,067	0,005	0	<0,02
45556	1,72	<0,002	<0,003	1,53	<0,004	<0,07	5,69	0	<0,07	4,26	0,071	0	0	<0,02
45561	1,48	0,003	<0,003	1,22	<0,004	<0,07	4,51	0	<0,07	2,8	0,061	0	0,001	<0,02

Tableau E.52 : Essai WR-C *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
36861	0,023	<0,06	0	0,061	<0,001	<0,02	22	<0,003	<0,004	<0,003	0,004	0,224	2,51	0
37524	0,01	<0,06	0	0,047	<0,001	<0,02	23,4	<0,003	0,005	<0,003	<0,003	0,326	1,99	0
42506	0,056	<0,06	0	0,017	<0,001	<0,02	20,6	<0,003	<0,004	<0,003	0,017	0,112	1,45	0
43225	0,04	<0,06	0	0,022	<0,001	<0,02	17,2	<0,003	0,006	<0,003	0,005	1,02	1,16	0
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
43919	0,048	<0,03	0	0,018	0	<0,02	18,9	<0,001	0,007	<0,001	<0,01	0,287	0,875	0
43924	0,045	<0,03	0	0,017	0	<0,02	17,9	<0,001	0,004	<0,001	<0,01	0,129	0,861	0
44430	0,495	<0,03	0	0,026	0	<0,02	73	<0,001	0,002	<0,001	0,011	0,45	1,02	0
44828	0,025	<0,03	0	0,019	0	<0,02	16,3	<0,001	0,003	<0,001	<0,01	0,275	0,921	0
45557	0,253	<0,03	0	0,015	0	<0,02	24,8	<0,001	0,007	<0,001	<0,01	0,718	0,905	0
45562	0,029	<0,03	0	0,013	0	<0,02	14,5	<0,001	0,005	<0,001	<0,01	0,062	0,824	0

Tableau E.52 (suite) : Essai WR-C *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
36861	2,27	0,244	<0,009	3,85	0,015	<0,02	10,8	0,202	<0,1	2,12	0,113	0	<0,002	0,032
37524	2,11	0,203	<0,009	2,7	0,027	<0,02	9,78	---	<0,1	1,81	0,087	0	<0,002	0,01
42506	1,59	0,068	<0,009	2,01	0,007	<0,02	7,5	<0,09	<0,1	0,888	0,072	0	<0,002	0,026
43225	0,892	0,06	<0,009	0,901	0,024	<0,02	5,66	<0,09	<0,1	2,19	0,05	0,002	<0,002	0,028
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
43919	0,728	0,046	<0,003	0,675	0,029	<0,07	6,3	0,007	<0,07	1,5	0,041	0	0	<0,02
43924	0,703	0,02	<0,003	0,701	0,019	<0,07	5,73	0,005	<0,07	1,55	0,038	0,001	0	<0,02
44430	1,54	0,023	<0,003	1,29	0,033	<0,07	8,39	0,004	<0,07	1,57	0,077	0	0,002	<0,02
44828	0,785	0,012	0,003	0,598	0,031	<0,07	8,18	0,004	<0,07	6,78	0,042	0	0	<0,02
45557	0,868	0,018	<0,003	0,853	0,025	<0,07	7,72	0,006	<0,07	3,44	0,046	0	0	<0,02
45562	0,696	0,013	<0,003	0,703	0,015	<0,07	6,71	0,002	<0,07	2,2	0,039	0	0,001	<0,02

Tableau E.53 : Essai WR-D *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
37525	0,011	<0,06	0	0,028	<0,001	<0,02	28	<0,003	<0,004	<0,003	0,016	0,007	2,2	0
42507	0,086	<0,06	0	0,015	<0,001	<0,02	17,8	<0,003	<0,004	<0,003	0,019	0,05	1,44	0
43226	0,068	<0,06	0	0,02	<0,001	<0,02	25,1	<0,003	<0,004	<0,003	<0,003	0,032	1,12	0,001
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
43920	0,032	<0,03	0	0,017	0	<0,02	16,4	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,045	0,964	0
43925	0,066	<0,03	0	0,016	0	<0,02	20,9	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,034	0,95	0
44431	0,336	<0,03	0	0,021	0	<0,02	54,9	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,101	1,17	0
44829	0,051	<0,03	0	0,016	0	<0,02	17,1	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,1	1,03	0
45558	0,082	<0,03	0	0,012	0	<0,02	18,1	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,063	0,966	0
45563	0,039	<0,03	0	0,011	0	<0,02	15,5	<0,001	<0,002	<0,001	<0,01	0,046	0,869	0

Tableau E.53 (suite) : Essai WR-D *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
37525	3,73	0,075	<0,009	4,9	<0,004	<0,02	6,43	---	<0,1	2,23	0,101	0	<0,002	0,011
42507	1,78	0,035	<0,009	1,91	<0,004	<0,02	2,62	<0,09	<0,1	0,998	0,076	0,003	<0,002	0,03
43226	1,19	0,004	<0,009	0,863	<0,004	<0,02	1,86	<0,09	<0,1	2,06	0,063	0	<0,002	0,017
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
43920	0,797	0,004	<0,003	0,713	<0,004	<0,07	2,23	0,001	<0,07	1,61	0,043	0	0	<0,02
43925	0,871	0,008	<0,003	0,675	<0,004	<0,07	1,82	0	<0,07	1,48	0,046	0,002	0	<0,02
44431	1,43	0,009	<0,003	1,23	<0,004	<0,07	3,83	0	<0,07	1,59	0,072	0,006	0	<0,02
44829	0,858	<0,002	<0,003	0,542	<0,004	<0,07	2,88	0	<0,07	10	0,046	0	0	<0,02
45558	0,857	<0,002	<0,003	0,704	<0,004	<0,07	3,09	0	<0,07	3,37	0,046	0	0	<0,02
45563	0,787	<0,002	<0,003	0,61	<0,004	<0,07	2,8	0,001	<0,07	2,05	0,042	0	0,001	<0,02

Tableau E.54 : Essai LG-E *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Al**	**As**	**B**	**Ba**	**Be**	**Bi**	**Ca**	**Cd**	**Co**	**Cr**	**Cu**	**Fe**	**K**	**Li**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,010*	*0,060*	*n.d.*	*0,001*	*0,001*	*0,020*	*0,030*	*0,003*	*0,004*	*0,003*	*0,003*	*0,006*	*n.d.*	*n.d.*
36862	0,026	<0,06	0	0,054	<0,001	<0,02	5,89	<0,003	0,013	<0,003	0,005	0,059	1,5	0,003
37526	0,18	<0,06	0	0,038	<0,001	<0,02	4,51	<0,003	0,005	<0,003	0,007	0,035	1,05	0,001
42508	0,087	<0,06	0	0,014	<0,001	<0,02	2,5	<0,003	0,01	<0,003	0,026	0,125	0,647	0
43227	0,203	<0,06	0	0,04	<0,001	<0,02	26,6	<0,003	0,012	<0,003	0,01	0,074	0,872	0
Changement des limites de détection	*0,007*	*0,030*	*n.d.*	*0,002*	*n.d.*	*0,020*	*0,010*	*0,001*	*0,002*	*0,001*	*0,010*	*0,005*	*n.d.*	*n.d.*
43921	0,092	<0,03	0	0,032	0	<0,02	9,64	<0,001	0,015	<0,001	0,01	0,081	0,979	0
43926	0,029	<0,03	0	0,03	0	<0,02	5,26	<0,001	0,01	<0,001	<0,01	0,163	0,811	0
44432	0,487	<0,03	0	0,039	0	<0,02	46,9	<0,001	0,017	<0,001	0,011	0,289	0,949	0
44830	0,155	<0,03	0	0,035	0	<0,02	10,7	<0,001	0,032	<0,001	0,017	0,127	0,945	0
45559	0,06	<0,03	0	0,029	0	<0,02	5,1	<0,001	0,043	<0,001	0,013	0,044	0,927	0
45564	0,05	<0,03	0	0,027	0	<0,02	5,34	<0,001	0,054	<0,001	0,013	0,056	0,943	0

Tableau E.54 (suite) : Essai LG-E *in situ* (analyses chimiques ICP-AES de lixiviats)

Éléments	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**	**Stot**	**Sb**	**Se**	**Si**	**Sr**	**Te**	**Ti**	**Zn**
	mg/l	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**	**mg/l**
Limite de détection	*0,001*	*0,002*	*0,009*	*n.d.*	*0,004*	*0,020*	*0,090*	*0,090*	*0,100*	*0,020*	*n.d.*	*n.d.*	*0,002*	*0,005*
36862	3,49	0,438	<0,009	16,7	0,01	<0,02	20	0,167	<0,1	6,97	0,047	0	<0,002	0,032
37526	2,62	0,309	<0,009	8,25	0,006	<0,02	13,4	---	<0,1	6,43	0,029	0	<0,002	0,015
42508	1,59	0,157	<0,009	4,82	0,006	<0,02	7,27	<0,09	<0,1	3,18	0,013	0,003	<0,002	0,033
43227	2,86	0,171	<0,009	3,96	0,013	<0,02	9,14	<0,09	<0,1	7,87	0,027	0,001	<0,002	0,035
Changement des limites de détection	*0,005*	*0,002*	*0,003*	*0,200*	*0,004*	*0,070*	*0,030*	*n.d.*	*0,070*	*0,040*	*n.d.*	*n.d.*	*n.d.*	*0,020*
43921	2,68	0,097	<0,003	2,97	0,012	<0,07	8,95	0,016	<0,07	7,63	0,016	0	0	0,022
43926	2,26	0,105	<0,003	2,82	0,009	<0,07	7,86	0,015	<0,07	6,59	0,012	0,005	0,001	<0,02
44432	3,43	0,108	<0,003	2,86	0,015	<0,07	10,1	0,022	<0,07	7,54	0,04	0,004	0,002	0,025
44830	3,05	0,117	<0,003	2,38	0,018	<0,07	10,5	0,03	<0,07	14,1	0,018	0	0	0,033
45559	3,45	0,13	<0,003	2,37	0,024	<0,07	11,4	0,043	<0,07	9,8	0,017	0	0	0,038
45564	3,55	0,138	<0,003	2,19	0,025	<0,07	11,9	0,05	<0,07	8,54	0,017	0	0,001	0,049