UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

PERTINENCE DES ESSAIS DE LIXIVIATION EN BATCH DANS LA PRÉDICTION DU COMPORTEMENT HYDROGÉOCHIMIQUE DES REJETS MINIERS

MOUBIÉ RICHARD BASSOLÉ

DÉPARTEMENT DES GENIES 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)

AOÛT 2016

© Moubié Richard Bassolé, 2016

.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

Ce mémoire intitulé :

PERTINENCE DES ESSAIS DE LIXIVIATION EN BATCH DANS LA PRÉDICTION DU COMPORTEMENT HYDROGÉOCHIMIQUE DES REJETS MINIERS

présenté par : BASSOLÉ Moubié Richard

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées
a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. ZAGURY Gérald J., Ph. D., président

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

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

M. BENZAAZOUA Mostafa, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

Mme. DAGENAIS Anne-Marie, Ing. Ph. D., membre

DÉDICACE

A ma famille, mes amis.

REMERCIEMENTS

Le présent travail n'aurait pu aboutir sans l'aide de plusieurs personnes. Je saisie donc l'occasion pour remercier mon directeur de recherche, le professeur Benoît PLANTE pour son aide précieuse et pour m'avoir guidé tout au long de ce travail. Je remercie également mes co-directeurs de recherche, les professeurs Mostafa BENZAAZOUA et Bruno BUSSIÈRE pour les conseils et les suggestions qu'ils m'ont prodigués et qui m'ont été d'une grande utilité dans l'aboutissement de mon travail.

Mes remerciements également à toute l'équipe de l'URSTM, particulièrement à Mathieu VILLENEUVE, Marc PAQUIN, Mélinda GERVAIS, Mélanie BELANGER, Alain PERREAULT et Janie GUIMOND-ROUSSON pour leur aide avec les essais de laboratoire et les analyses chimiques. Merci aussi à Hassan BOUZAHZAH pour son aide précieuse sur les analyses microscopiques.

Enfin, je ne saurai terminer sans remercier ma famille et mes amis pour leur support et toutes les personnes qui, de près ou de loin, m'ont aidé dans la réalisation de ce travail.

A tous merci!

RÉSUMÉ

La gestion des rejets miniers constitue l'un des défis de l'industrie minière. Une gestion adéquate est requise pour minimiser l'impact environnemental de ces rejets. Les principaux problèmes environnementaux liés à la gestion des rejets miniers sont la production du drainage minier acide (DMA), du drainage neutre contaminé (DNC) et le relargage des métaux. Plusieurs essais ont été proposés pour prédire la génération du DMA et permettre une planification de la disposition des rejets. Les essais de prédiction du DMA peuvent être classés en deux groupes : les essais statiques et les essais cinétiques. Les méthodes de prédiction du DMA notamment les essais cinétiques sont aussi utilisés pour étudier la génération de DNC. En plus de la gestion de la production du DMA et du DNC, les eaux minières doivent respecter les normes environnementales en vigueur et plusieurs essais sont utilisés pour prédire la qualité des eaux. Les résultats des essais cinétiques peuvent être utilisés à cet effet. En plus de ces essais, les essais de lixiviation en batch sont aussi utilisés pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Au Québec, les essais de lixiviation en batch les plus utilisés sont l'essai TCLP, l'essai SPLP et l'essai CTEU-9. Les essais cinétiques et essais de lixiviation en batch sont réalisés dans des conditions différentes. Des études dans la littérature ont démontré que les conditions de réalisation des essais cinétiques permettaient de mieux simuler les conditions de terrain. Bien que permettant d'avoir des résultats de prédiction plus rapidement que les essais cinétiques, l'utilisation des essais de lixiviation en batch à cet effet reste à discuter. La question reste à savoir si les résultats de ces essais sont assez fiables pour la prédiction de la qualité des eaux minières.

L'objectif de cette étude est d'évaluer la pertinence des essais de lixiviation en batch pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Pour atteindre cet objectif, des résultats des essais cinétiques et de lixiviation en batch ont tout d'abord été compilés à partir d'anciens projets réalisés au sein de l'URSTM. Une comparaison des résultats des deux types d'essais a été faite avec les concentrations en mg/l, les quantités normalisées en mg/kg et les taux journaliers lixiviés en mg/kg/j. D'autre part, des mélanges de minéraux purs ont été réalisés et soumis aux essais en mini-cellule d'altération, et des essais de lixiviation en batch ont été réalisés sur les mélanges frais et altérés (post-démantèlement des essais). Un essai d'extraction

séquentielle est aussi réalisé sur les mélanges pré- et post-essais de lixiviation en batch et essais en mini-cellule d'altération.

Les résultats de la comparaison des essais de lixiviation en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9) aux résultats stabilisés des essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide et essai en mini-cellule d'altération) ont montré que les essais de lixiviation en batch étaient plus agressifs que les essais cinétiques, de plus grandes concentrations étant obtenues avec les essais de lixiviation en batch. Les mêmes tendances sont obtenues même en minimisant les biais liés à la différence du ratio liquide/solide, du temps d'extraction, de la quantité de matériel utilisée et de la taille des particules. Par contre, les résultats des essais de lixiviation en batch (SPLP et CTEU-9) sont plus proches des concentrations maximales obtenues avec les essais cinétiques. Les résultats de l'essai TCLP sont, quant à eux, supérieurs aux concentrations maximales obtenues avec les essais cinétiques. Les résultats stabilisés correspondent à la lixiviation à long terme dans les conditions de terrain; ceci montre que les essais de lixiviation en batch surestiment le relargage à long terme des métaux. Les résultats de l'extraction séquentielle réalisée sur les matériaux pré- et post-essais de lixiviation en batch et essais en mini-cellule ont montré que les essais de lixiviation en batch (TCLP et SPLP) influencent peu la distribution des métaux. Par contre, après l'essai CTEU-9 et l'essai en mini-cellule d'altération, les proportions des métaux liés aux oxydes de Fe et Mn deviennent importantes, dû fait que les proportions des métaux liées aux fractions échangeables et liées aux carbonates ont été lixiviées durant les processus d'oxydation-neutralisation. Ces résultats montrent que les processus géochimiques ayant lieu durant les essais cinétiques (et peut être durant l'essai CTEU-9) influencent la lixiviation et la distribution des métaux.

Les résultats de la présente étude mettent en évidence, d'une part le fait que les essais de lixiviation en batch extraient de plus grandes concentrations que les concentrations réelles rencontrées dans les conditions de terrain et, d'autre part, que les processus géochimiques ayant lieu durant les essais cinétiques (et dans les conditions de terrain) influencent la lixiviation et la distribution des métaux dans les différentes phases minérales. Les essais de lixiviation ne sont donc pas des essais recommandables pour la prédiction à long terme du comportement hydrogéochimique des rejets miniers.

ABSTRACT

The management of mine wastes is one of the problems facing the mining industry. An appropriate management is required to minimize the environmental impacts of these wastes. The main issues are related to acid mine drainage (AMD), contaminated neutral drainage (CND), and metal leaching. Many tests have been proposed to predict AMD generation and allow planning mine waste storage. These tests are classified as static and kinetic tests. The kinetic tests results are also used to study CND generation. In addition to the management of AMD and CND generating wastes, the mining water quality must comply with environmental standards and many of these tests are used to predict water quality. The results of kinetic tests can also be used to predict the quality of mine drainage water. Batch leaching tests are also used to predict the hydrogeochemical behavior of mine wastes. In Quebec, the most used batch leaching tests are the TCLP test, the SPLP test, and the CTEU-9 test. The kinetic and batch leaching tests are carried out in different conditions. Studies in the literature have shown that the conditions in which the kinetic tests are performed enable to simulate the field conditions. While allowing to have faster prediction results than the kinetic tests, the use of the batch leaching tests to this purpose remains arguable. The question remains whether the batch leaching tests are relevant for predicting the mining water qualities.

The objective of this study is to assess the relevance of batch leaching tests to predict the hydrogeochemical behavior of mine wastes. For this purpose, results of kinetic tests (column and humidity cell tests) and batch leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9 tests) were compared from former projects carried out by the URSTM. The results of both tests were compared with the concentrations in mg/l, the normalized amounts of metals in mg/kg, and the daily rates of lixiviation in mg/kg/day. Parallel to this comparison, mixtures of pure minerals were made with sulfides and acid neutralizing minerals, and submitted to weathering cell tests, while batch leaching tests were performed on the fresh and weathered (post-testing) mixtures. Sequential chemical extraction tests were also performed on the fresh and post-testing materials.

The comparison of the batch leaching test results to the stabilized results of the kinetic tests (column, humidity cell, and weathering cell tests) show that the batch leaching tests are more aggressive than the kinetic tests. The same trends are obtained even by minimizing the bias

related to the liquid/solid ratio, the tests duration, the amount of material used, and the particle size distribution. However, the SPLP and CTEU-9 tests results are closer to the maximum concentrations obtained with the kinetic tests. The TCLP test results are greater than the maximum concentrations of the kinetic tests. Since the stabilized results of the kinetic tests correspond to the long term leaching of metals in field conditions, these findings show that the batch leaching tests overestimate the long term metals release. The results of the sequential extraction tests performed on the fresh and post-testing materials show that the batch leaching tests (TCLP and SPLP) do not significantly affect the metals distribution. However, in the post-CTEU-9 and the post-weathering cell test materials, the proportion of metals bound to the Fe-Mn oxides become more important due to the fact that the exchangeable and the acid soluble (bound to carbonates) fractions were extracted with the oxidation-neutralization processes occurring during the weathering cell test (and maybe the CTEU-9 test). These findings show that the geochemical processes influence the metals release and distribution.

Firstly, the results of this study highlight that the batch leaching tests extract higher metals than what is observed for simulated the field conditions. Secondly, the results show that the geochemical processes occurring during the kinetic tests (and in field conditions) and which are absent during the batch leaching tests influence on the metals extraction and distribution. The batch leaching tests are therefore not recommendable for prediction of the long term geochemical behavior of mine wastes.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ V

ABSTRACT VII

TABLE DES MATIÈRES IX

LISTE DES TABLEAUX XIV

LISTE DES FIGURES XIX

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXIII

LISTE DES ANNEXES XXVI

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Généralités sur les rejets miniers 1

1.2 Le drainage minier acide (DMA) 1

1.3 Le drainage neutre contaminé (DNC) 3

1.4 Les règlementations relatives à l'activité minière au Québec 3

1.5 Contexte et objectifs du projet 4

1.6 Contenu du mémoire et contributions scientifiques du projet 5

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE SUR LES ESSAIS DE LIXIVIATION 7

2.1 Introduction 7

2.2 Les essais de prédiction du DMA/DNC 8

2.2.1 Les essais statiques 8

2.2.2 Les essais cinétiques 9

2.3 Les essais de lixiviation 12

2.3.1 Les essais de lixiviation en batch 13

2.3.2 Les essais de lixiviation dynamiques 19

2.4 Paramètres influençant sur les résultats des essais de lixiviation 22

2.4.1 Influence du temps de contact, de la solution d'extraction et de la vitesse d'agitation 23

2.4.2 Influence du ratio liquide/solide, de la taille des grains et de la présence des éléments majeurs 24

2.4.3 Influence de l'espace tête, du pH et du potentiel rédox 25

2.5 Les mécanismes contrôlant le relargage des métaux 26

2.6 Analyse critique de l'essai TCLP 27

2.7 Critères de choix entre les essais de lixiviation dynamiques et en batch 28

2.8 Difficultés de la comparaison des résultats des essais de lixiviation entre eux 30

CHAPITRE 3 DESCRIPTION DES MATÉRIELS ET DES MÉTHODES 32

3.1 Description des échantillons : phases minérales et mélanges 32

3.1.1 Les phases minérales 32

3.1.2 Mélanges de minéraux purs 33

3.1.3 Description des données collectées 37

3.2 Description des méthodes de caractérisation 38

3.2.1 Concassage/pulvérisation 38

3.2.2 Analyse au granulomètre laser 38

3.2.3 Analyse de la densité relative 38

3.2.4 Analyse de la surface spécifique 39

3.2.5 Analyse de la composition chimique 39

3.2.6 Analyse de soufre et de carbone 39

3.2.7 Analyse au DRX 40

3.2.8 Analyse aux microscopes optique et électronique à balayage 40

3.3 Description des essais utilisés dans l'étude 41

3.3.1 Les essais de lixiviation en batch 41

3.3.2 Les essais cinétiques 41

3.3.3 L'essai d'extraction séquentielle 42

3.4 Résultats des caractérisations initiales 43

3.4.1 Résultats de la caractérisation des phases minérales 43

3.4.2 Résultats de la caractérisation des mélanges 48

3.4.3 Résultats de la caractérisation des données collectées 57

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: COMPARATIVE STUDY OF RESULTS FROM BATCH LEACHING PROCEDURES AND KINETIC TESTS FOR MINE DRAINAGE QUALITY PREDICTION EMPHASIS AS, NI, AND ZN 65

4.1 Abstract 65

4.2 Introduction 66

4.3 Literature background on the leaching tests 68

4.3.1 Impact of the experimental conditions on the leaching tests results 68

4.3.2 Critical studies on the use of batch leaching tests 70

4.4 Materials and methods 72

4.4.1 Materials 72

4.4.2 Batch leaching tests 72

4.4.3 Kinetic tests 73

4.4.4 Analytical methods 74

4.5 Results and discussion 74

4.5.1 Data treatment 74

4.5.2 Materials characterization results 76

4.5.3 Comparison results 78

4.6 Conclusion and recommendations 90

4.7 Acknowledgments 91

4.8 References 91

CHAPITRE 5 ARTICLE 2: STUDY OF THE LEACHINGS TESTS IMPACTS ON THE METALS LEACHING FROM MINING PROCESSING WASTE 98

5.1 Abstract 98

5.2 Introduction and literature background 99

5.3 Materials and methods 101

5.3.1 Pure minerals samples 101

5.3.2 Mixtures samples 101

5.3.3 Leaching tests 103

5.3.4 Weathering cell tests 104

5.3.5 Sequential extraction tests 105

5.3.6 Analytical methods 106

5.4 Results and discussion 106

5.4.1 Results of the pure minerals and mixtures characterization 106

5.4.2 Quality of the weathering cell test leachates 109

5.4.3 Results of the leaching tests on the fresh and weathered mixtures 113

5.4.4 Results of the sequential extraction tests 118

5.5 Conclusion and recommendations 125

5.6 Acknowledgments 128

5.7 References 128

CHAPITRE 6 DISCUSSION 132

6.1 Comparaison des essais de lixiviation en batch 132

6.2 Comparaisons des essais de lixiviation aux essais cinétiques 141

6.3 Analyse complémentaire des résultats de l'essai d'extraction séquentielle 152

6.4 Réactivité des minéraux purs 156

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMENDATIONS 159

7.1 Conclusion 159

7.2 Recommandations 162

BIBLIOGRAPHIE 164

ANNEXES 176

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Objectifs, avantages et inconvénients des essais cinétiques : essai en colonne (Col.), essai en cellule humide (Cel.H), essai en mini-cellule d'altération (MC), l'extracteur Soxhlet (Sox.) et les cellules de terrain (Cel.Ter). (Adapté de Villeneuve 2004; Bouzahzah 2013) .. 11

Tableau 2.2: Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch 14

Tableau 2.3 : Types de matériaux sur lesquels les essais TCLP et SPLP sont utilisés 18

Tableau 2.4: Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple 19

Tableau 2.5 : Objectifs et conditions de réalisation de divers types d'essais de lixiviation en colonne 21

Tableau 2.6 : Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en tank 22

Tableau 2.7 : Différences entre les essais de lixiviation en batch et dynamiques 31

Tableau 3.1 : % des différents minéraux dans les mélanges 36

Tableau 3.2 : Conditions de réalisation des essais en batch. 41

Tableau 3.3: Procédure d'extraction séquentielle de Tessier et al. (1979) modifiée par Neculita et al. (2008). 43

Tableau 3.4:Valeurs mesurées et théoriques de la densité relative des minéraux purs 44

Tableau 3.5:Teneur en soufre et en carbone des minéraux purs 45

Tableau 3.6 : Résultats de la caractérisation au DRX des minéraux purs 45

Tableau 3.7:Composition chimique des minéraux purs 46

Tableau 3.8:Paramètres granulométriques et surfaces spécifiques des mélanges 54

Tableau 3.9:Composition chimique des mélanges incertains 55

Tableau 3.10 : Composition chimique des mélanges générateurs d'acide 55

Tableau 3.11:Teneur en S/C des mélanges 56

Tableau 3.12 : Minéraux les plus retrouvés dans la caractérisation des données 57

Tableau 3.13 : Plage de la composition chimique des trois types de matériaux 58

Tableau 3.14 : Composition chimique projet 1 58

Tableau 3.15 : Composition chimique projet 2 59

Tableau 3.16 : Composition chimique projet 3 60

Tableau 3.17 : Composition chimique projet 4 60

Tableau 3.18 : Composition chimique projet 5 61

Tableau 3.19 : Composition chimique projet 6 62

Tableau 3.20 : Composition chimique projet 7 62

Tableau 3.21 : Composition chimique projet 8 63

Tableau 3.22 : Composition chimique projet 9 63

Tableau 4.1 : Leaching and kinetic tests conditions 73

Tableau 4.2 : Chemical composition of the different projects 76

Tableau 4.3 : XRD Mineralogical composition ranges for the different projects 77

Tableau 5.1 : Mineralogical composition of the mixtures 102

Tableau 5.2 : Leaching and weathering cell tests conditions 104

Tableau 5.3 : Sequential extraction procedure used in this study 105

Tableau 5.4 : Chemical compositions, grain size distribution parameters, and specific surface area of the mixtures with low AGP 108

Tableau 5.5 : Chemical compositions, grain size distribution parameters and specific area of the mixtures with high AGP 109

Tableau 5.6 : Suggested secondary minerals during the weathering cell tests according to VMinteq thermodynamic equilibrium calculations 110

Tableau 5.7 : Leaching test parameters and final pH for the Fresh and weathered (Weath.) mixtures (S 1 and S 2 are the extraction solutions according to the TCLP test procedure) 114

Tableau 6.1 : Rapport des résultats du TCLP à ceux du SPLP (i : incertain, g : générateur d'acide) 136

Tableau 6.2 : Rapport des résultats du TCLP à ceux du CTEU-9 (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 137

Tableau 6.3 : Rapport des résultats du SPLP à ceux du CTEU-9 (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 137

Tableau 6.4 : Rapport des concentrations du TCLP aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 144

Tableau 6.5 : Rapport des concentrations du TCLP aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 144

Tableau 6.6 : Rapport des concentrations du SPLP aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 145

Tableau 6.7 : Rapport des concentrations du SPLP aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 146

Tableau 6.8 : Rapport des concentrations du CTEU-9 aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 146

Tableau 6.9 : Rapport des concentrations du CTEU-9 aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)..... 147

Tableau 6.10 : Minéraux secondaires précipités durant les différents essais (mini-cellule d'altération, TCLP, SPLP et CTEU-9) réalisés sur le mélange 2-G 148

Tableau 6.11 : Rapports de l'extraction séquentielle par rapport à la chimie totale 153

Tableau 6.12 : Rapports R= SO_4^{2-}/Fe et R= As/Fe dans la composition initiale et dans les quantités extraites durant l'extraction séquentielle 154

Tableau B.1 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges incertains initiaux 179

Tableau B.2 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges générateurs initiaux 180

Tableau B.3 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges incertains initiaux 181

Tableau B.4 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges générateurs initiaux 182

Tableau B.5 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges incertains initiaux 183

Tableau B.6 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges générateurs initiaux 184

Tableau B.7 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges incertains altérés 185

Tableau B.8 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges générateurs altérés 186

Tableau B.9 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges incertains altérés 187

Tableau B.10 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges générateurs altérés 188

Tableau B.11 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges incertains altérés 189

Tableau B.12 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges générateurs altérés 190

Tableau C.1 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial 191

Tableau C.2 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post TCLP . 192

Tableau C.3 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post SPLP .. 193

Tableau C.4 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post CTEU-9 194

Tableau C.5 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial 195

Tableau C.6 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post TCLP . 196

Tableau C.7 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post SPLP .. 197

Tableau C.8 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post CTEU-9 198

Tableau C.9 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré 199

Tableau C.10 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post TCLP 200

Tableau C.11 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post SPLP 201

Tableau C.12 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post CTEU-9 202

Tableau C.13 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré 203

Tableau C.14 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post TCLP 204

Tableau C.15 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post SPLP 205

Tableau C.16 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post CTEU-9 206

Tableau E.1 : Potentiel de génération d’acide (PGA) des échantillons issus des données collectées 210

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Étapes de la formation du DMA (adapté de Kleinmann et al. (1981), dans Aubertin et al. (2002)) 2

Figure 3-1:Organigramme des opérations et analysées effectuées sur les minéraux purs 32

Figure 3-2 : Représentation graphique de l'interprétation du potentiel de génération d'acide avec le 2e critère ABA (adapté de Aubertin et al. (2002)) 35

Figure 3-3:organigramme des analyses et essais réalisés sur les mélanges 37

Figure 3-4:Comparaison des valeurs mesurées et théoriques de la densité relative des minéraux purs 44

Figure 3-5 : Observations au MEB de la pyrrhotite (Gal : galène, Pyr : pyrrhotite) 47

Figure 3-6 : Observations MEB montrant des grains de magnétite et d'ilménite dans la labradorite (Labra : labradorite, Mag : magnétite) 47

Figure 3-7 : Courbes granulométriques des mélanges 1-incertain et 1-generateur 48

Figure 3-8 : Courbes granulométriques des mélanges 2-incertain et 2-generateur 49

Figure 3-9 : Courbes granulométriques des mélanges 3-incertain et 3-generateur 49

Figure 3-10 : Courbes granulométriques des mélanges 4-incertain et 4-generateur 50

Figure 3-11 : Courbes granulométriques des mélanges 5-incertain et 5-generateur 51

Figure 3-12 : Courbes granulométriques des mélanges 6-incertain et 6-generateur 51

Figure 3-13 : Courbes granulométriques des mélanges 7-incertain et 7-generateur 52

Figure 3-14 : Courbes granulométriques des mélanges 8-incertain et 8-generateur 52

Figure 3-15:Courbes granulométriques des mélanges assemblées 53

Figure 3-16:% S mesuré en fonction du % théorique 56

Figure 3-17:% C mesuré en fonction du % théorique 57

Figure 4-1 : Examples of stabilized concentrations and the slopes of the normalized values from a kinetic test 75

Figure 4-2 : Comparison of the batch leaching tests 80

Figure 4-3 : Colum test results compared to those of batch leaching tests with data in mg/l 82

Figure 4-4 : Humidity cell test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/l 83

Figure 4-5 : Colum test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/kg 84

Figure 4-6 : Humidity cell test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/kg 85

Figure 4-7 : Batch leaching tests compared to the total amount extracted by the kinetic tests 87

Figure 4-8 : Colum test results compared to batch leaching tests with data expressed in mg/kg/day 88

Figure 4-9 : Batch leaching tests pH compared to kinetic tests pH 90

Figure 5-1 : Evolution of pH and acidity of the weathering cell test leachates 111

Figure 5-2 : Evolution of the total cumulative leached of Al and Ca during the weathering cell tests 112

Figure 5-3 : Evolution of the total cumulative leached of Fe and SO_4^{2-} during the weathering cell tests 113

Figure 5-4 : Comparison of the leaching tests carried out on the fresh and weathered mixtures 115

Figure 5-5 : Leaching tests results compared to the maximum concentration extracted by the weathering cell test 117

Figure 5-6 : Batch leaching tests compared to the stabilized average results of the weathering cell test 118

Figure 5-7 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 2-L 121

Figure 5-8 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 2-H 122

Figure 5-9 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 6-L 123

Figure 5-10 : Metals distributions after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 6-H 124

Figure 5-11 : Comparison of Calcium and sulfate distribution before after kinetic and leaching tests 125

Figure 6-1 : Comparaison des essais de lixiviation en batch avec les concentrations (mg/l) et les taux journaliers (mg/kg/j) 133

Figure 6-2 : Comparaisons des essais de lixiviation en batch réalisés sur les mélanges initiaux de minéraux purs 134

Figure 6-3 : Comparaisons des essais de lixiviation en batch réalisés sur les mélanges altérés de minéraux purs 135

Figure 6-4 : Comparaison du TCLP au SPLP par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 139

Figure 6-5 : Comparaison du TCLP au CTEU-9 par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 140

Figure 6-6 : Comparaison du SPLP au CTEU-9 par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 141

Figure 6-7 : Taux journaliers de l'essai en cellule humide comparés aux essais en batch 143

Figure 6-8 : Comparaison du TCLP à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 149

Figure 6-9 : Comparaison du SPLP à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 150

Figure 6-10 : Comparaison du CTEU-9 à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai) 151

Figure 6-11 : Concentrations en Ca du TCLP par rapport à celles obtenues en essais SPLP, CTEU-9 et en mini-cellules d'altération 155

Figure 6-12 : Concentrations d'As extraites par le TCLP comparées aux autres essais 156

Figure 6-13 : Évolution de l'alcalinité des mélanges durant les essais en mini-cellule d'altération. 157

Figure A.1 : Courbes d'épuisement du St et de Ca+Mg+Mn des différents mélanges 176

Figure A.2 : Évolution de la concentration d'Al, As et Ca durant l'essai en mini cellule d'altération 177

Figure A.3 : Évolution de la concentration de Fe, SO_4 et de Mg durant l'essai en mini-cellule d'altération 178

Figure D.1 : Résultats de l'essai TCLP comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle.... 207

Figure D.2 : Résultats de l'essai SPLP comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle 208

Figure D.3 : Résultats de l'essai CTEU-9 comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle 209

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ABA	-	Acid base accounting
AFNOR	-	Association française de normalisation
AMC	-	American mining congress
ANC	-	Acid neutralization capacity
ASTM	-	American society for testing and materials
CA WET	-	California Waste extraction test
CDMG	-	Colorado division of minerals and geology
CEAEQ	-	Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
CEN	-	Comité européen de normalisation
C_c		Coefficient de courbure
C_u		Coefficient d'uniformité
D_{10}	-	Diamètre correspondant à 10 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
D_{50}	-	Diamètre correspondant à 50 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
D_{80}	-	Diamètre correspondant à 80 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
DMA	*AMD*	Drainage minier acide
DNC	*CND*	Drainage neutre contaminé
DRX	*XRD*	Diffraction des Rayons-X

EDS	-	Energy dispersive spectroscopy
EP	-	Extraction procedure
EPTOX	-	Extraction procedure toxicity test
G_s	-	Densité relative
ICP-AES	-	Inductive coupled plasma atomic emission spectroscopy
IRME	*RIME*	Institut de recherche en mines et environnement
KSLT	-	Korean standard leaching test
LDM	-	Limite de détection de la méthode
MEB	*SEM*	Microscope électronique à balayage
MEND	-	Mine environmental neutral drainage program
MEP	-	Multiple extraction procedure
MWMP	-	Meteoric water mobility procedure
NAG	-	Net acid generation tests
OD	*DO*	Oxygène dissout
PA	*AP*	Potentiel d’acidification
PN	*NP*	Potentiel de neutralisation d’acide
PNC	-	Potentiel de neutralisation des carbonates
PNN	*NNP*	Potentiel net de neutralisation
PGA	*AGP*	Potentiel de génération d’acide

pH	-	Potentiel hydrogène
Ratio L/S	*L/S-ratio*	Ratio liquide/solide
S/C	-	Soufre/carbone
SPLP	-	synthetic precipitation leaching procedure
TCLP	-	Toxicity characteristic leaching procedure
UQAT	-	Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue
URSTM	-	Unité de recherche et de services en technologie minérale
USEPA	-	United states environmental protection agency
USGS - FLT	-	United states geological survey field leach test

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Resultats complementaires de la compilation des donnees de l'essai en mini-cellule d'alteration 176

Annexe B – Resultats complementaires des essais de lixiviation 179

Annexe C – Resultats complementaires de l'essai d'extraction 191

Annexe D –Resultats des essais de lixiviation comparés aux quantites extraites a chaque etape de l'essai d'extraction sequentielle 207

Annexe E –Potentiel de génération d'acide (PGA) des Échantillons issus des données collectées. 210

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Généralités sur les rejets miniers

L'activité minière génère des retombées économiques, et constitue l'un des secteurs les plus importants de l'économie québécoise et canadienne. Durant l'activité minière, des rejets solides et liquides sont générés. Les rejets solides comprennent les stériles miniers, les résidus miniers et autres rejets solides comme les boues de traitement, le mort terrain et les rejets industriels. Les stériles miniers constituent les roches stériles extraites durant l'exploitation minière. Ces rejets ne contiennent aucun minéral ayant une valeur économique ou contiennent des minéraux en trop faibles quantités pour être exploitables. Ils sont stockés dans les haldes à stériles (Aubertin et al. 2002). Les résidus miniers sont constitués de la fraction minérale sans valeur économique issue des usines de concentration de minerai. Ces rejets sont généralement fins et sont stockés dans les parcs à résidus (Aubertin et al. 2002). Les rejets liquides, quant à eux, sont constitués des eaux issues de l'usine de traitement de minerai et de l'exploitation de la mine, et des eaux de percolation à travers les différents ouvrages du site minier, particulièrement les haldes à stériles et les parcs à résidus. Ces rejets sont stockés dans des bassins pour leur traitement (dégradation des cyanures, polissage) et pour une recirculation de l'eau dans le circuit d'exploitation.

La gestion des rejets constitue l'un des défis majeurs de l'industrie minière. Un des enjeux environnementaux majeurs liés à la gestion des rejets miniers est le drainage minier contaminé. On distingue plusieurs types de drainage minier : le drainage minier acide (DMA), le drainage neutre contaminé (DNC), le drainage salin et le drainage alcalin (GARD Guide 2009; Nordstrom et al. 2015). Plus de détails sont donnés dans ce qui suit sur les principaux drainages miniers : le drainage minier acide et le drainage neutre contaminé.

1.2 Le drainage minier acide (DMA)

La génération du DMA a lieu lorsque les rejets, contenant un taux élevé de sulfures et peu de minéraux neutralisants (ou lorsque les neutralisants ne sont pas assez efficaces pour neutraliser l'acide généré par l'oxydation des sulfures), sont exposés à la présence d'oxygène et de l'eau. Plusieurs sulfures sont rencontrés dans les gisements et les rejets miniers, mais le sulfure le plus

abondant est la pyrite (Aubertin et al. 2002). L'équation d'oxydation des sulfures (pyrite) est la suivante :

$$FeS\,2 + \frac{15}{4}O\,2 + \frac{7}{2}H\,2\,O ===> Fe(OH)\,3 + 2\,H\,2\,SO\,4 \qquad 1.1$$

Le DMA est caractérisé par un pH faible (<6), une forte acidité et des teneurs élevées en métaux et en sulfates (Aubertin et al. 2002). Les étapes de la formation du DMA sont résumées à la Figure 1-1.

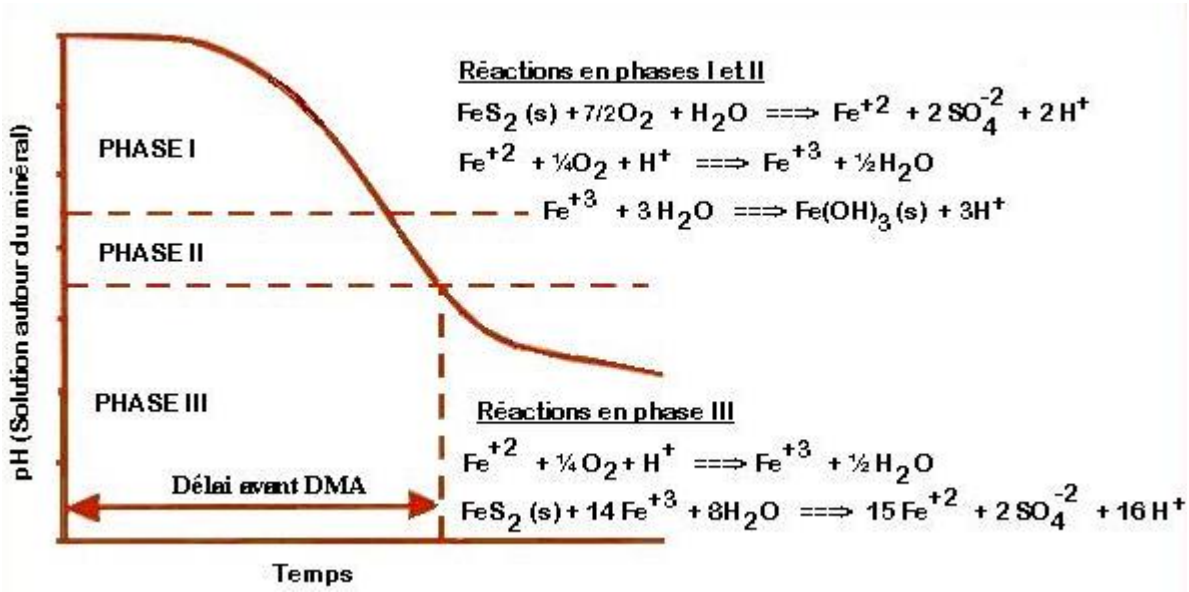

Figure 1-1 : Étapes de la formation du DMA (adapté de Kleinmann et al. (1981), dans Aubertin et al. (2002))

La phase I correspond à l'oxydation directe des sulfures avec une baisse progressive du pH. À la phase II, il y a transformation du fer ferreux en fer ferrique avec précipitation d'hydroxyde de fer ($Fe(OH)_3$). Ce qui génère de l'acidité. À la phase III, c'est l'étape de l'oxydation indirecte, les bactéries acidophiles contribuent à l'oxydation du fer ferreux en fer ferrique, qui peut oxyder la pyrite, en générant encore plus d'acide par mole de pyrite qu'en phase I. Le milieu devient très acide, et de grandes quantités de métaux lourds sont libérées (Aubertin et al. 2002).

1.3 Le drainage neutre contaminé (DNC)

Les eaux de drainage peuvent être à pH neutre ou proche de la neutralité (6 à 9.5) mais à des concentrations en métaux supérieures aux critères environnementaux, ce qui constitue le drainage neutre contaminé (DNC) (MEND 2004 ; STANTEC Consulting 2004 ; Bussière et al. 2005 ; Bussière 2007). Bien que la solubilité des métaux à pH neutre soit faible par rapport à celle à pH acide, certains métaux comme les métaux anioniques et les métalloïdes peuvent avoir des concentrations élevées à pH neutre (MEND 2004 ; Nicholson 2004 ; Nordstrom et al. 2015). Plusieurs processus sont à l'origine de la génération du DNC. Comme premier processus, on cite l'oxydation des minéraux sulfureux en présence de suffisamment de minéraux neutralisants pour consommer l'acide généré et garder le pH près de la neutralité (Percival et al. 2004; MEND 2004; Nordstrom et al. 2015). L'oxydation, à pH neutre, de minéraux sulfureux non générateurs d'acide peut aussi générer du DNC (Villeneuve 2004). La disposition subaquatique des résidus générateurs d'acide ou la mise en place des couvertures à effet de barrière capillaire sur des résidus miniers générateurs d'acide peuvent être à l'origine de la génération du DNC; la lente diffusion de l'oxygène dans l'eau ou à travers la couche de rétention d'eau entraine une plus faible oxydation des sulfures (Aubertin et al. 1999; Nicholson 2004). Bien que plusieurs outils aient été développés pour la prédiction du DMA, aucun outil n'a été spécifié pour la prédiction du DNC (Nicholson 2004). Ce sont les outils de prédiction du DMA comme les essais cinétiques qui sont le plus utilisés pour prédire la génération du DNC (Plante et al. 2011, 2014).

1.4 Les règlementations relatives à l'activité minière au Québec

L'exploitation minière étant à l'origine de problèmes environnementaux (DMA, DNC et relargage des métaux), le gouvernement du Québec a mis en place des lois, des règlements et des directives qui visent à protéger l'environnement contre les effets néfastes de l'exploitation minière (Aubertin et al. 2002). On cite notamment la loi sur la qualité de l'environnement qui comporte plusieurs règlements concernant l'industrie minière (Vachon and Amyot 1992; Aubertin et al. 2002). La Directive 019 a été proposée par le ministère de l'Environnement pour veiller à l'application de la loi sur l'environnement. La loi sur les mines (M-13.1) contient les dispositions concernant la restauration des sites miniers, et permet au gouvernement de veiller à la restauration des sites par les entreprises minières (Aubertin et al. 2002). Lors du démarrage

d'une mine, le gouvernement du Québec peut demander deux études importantes : une étude environnementale répondant aux exigences de la Directive 019 et une étude d'impact environnemental. La Directive 019 contient les exigences du ministère de l'Environnement envers l'industrie minière en ce qui concerne la protection de la qualité de l'environnement, guide les entreprises minières dans la gestion de leurs résidus miniers, définit les normes que doivent respecter les effluents miniers finaux et contient la réglementation et la législation applicables aux projets miniers (Gignac and Perron 1991; Aubertin et al. 2002). Les résultats des essais de lixiviation, comme l'essai TCLP, sont utilisés pour statuer sur la lixiviabilité des rejets miniers (Gouvernement du Québec 2012). L'étude d'impact environnemental constitue un instrument de planification qui tient compte de l'ensemble des facteurs environnementaux et qui prend en considération les intérêts et les attentes des parties prenantes dans les prises de décision (Aubertin et al. 2002). L'étude d'impact environnemental doit inclure un inventaire et une évaluation des répercussions environnementales depuis la conception jusqu'à l'exploitation en passant par la réalisation du projet (Vachon and Amyot 1992).

1.5 Contexte et objectifs du projet

Les essais de lixiviation en batch tels que l'essai TCLP, SPLP, CTEU-9 et CTEU-10 sont fréquemment utilisés au Québec pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Ces essais permettent d'avoir des résultats rapides sur la capacité de lixiviation des métaux. Cependant, les conditions expérimentales de réalisation de ces essais (durée, taille des grains, ratio liquide/solide, solution d'extraction, pH, réactions géochimiques, etc.) sont complètement différentes des conditions de réalisation des essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide et essai en mini-cellule d'altération) et des conditions d'exposition *in situ* des rejets. Pourtant, des études réalisées sur l'évaluation du comportement géochimique à long terme par les essais cinétiques ont démontré que ces derniers simulent mieux les conditions réelles sur le terrain (Bradham and Caruccio 1990; Lackovic et al. 1997, Kalbe et al. 2008). Aussi, à la connaissance des auteurs et au moment de la rédaction du présent rapport, aucune étude n'avait été réalisée sur une comparaison des résultats des essais de lixiviation (TCLP, SPLP et CTEU-9) et des essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide et essai en mini-cellule d'altération) afin de statuer quel type d'essai convenait le mieux pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. L'étude est basée sur l'hypothèse que les

essais cinétiques conviennent mieux que les essais de lixiviation en batch pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Les résultats des essais de lixiviation en batch sont alors comparés à ceux des essais cinétiques pour voir les tendances ou les similitudes dans la lixiviation des métaux par les deux types d'essais.

L'objectif principal de l'étude est d'évaluer la pertinence des essais de lixiviation en batch en prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Pour répondre à cet objectif principal, les objectifs spécifiques sont :

- Compiler des résultats d'essais de lixiviation en batch et d'essais cinétiques, et faire une comparaison des quantités extraites par ces essais en tenant compte des conditions expérimentales des essais,
- Faire des mélanges de minéraux purs avec des teneurs en sulfures (pyrite, pyrrhotite et arsénopyrite) et en minéraux neutralisants (calcite et labradorite) choisis afin d'avoir des mélanges générateurs d'acide et des mélanges situés dans la zone d'incertitude selon les critères ABA.
- Soumettre les mélanges à des essais en mini-cellule d'altération de façon à oxyder les sulfures et dissoudre les neutralisants, et faire une caractérisation post-démantèlement des matériaux.
- Soumettre les mélanges non oxydés et oxydés aux essais de lixiviation en batch, faire une extraction séquentielle sur les matériaux pré-essais et post-essais de lixiviation et évaluer la distribution des métaux dans les fractions minérales sur les matériaux post-essais.

1.6 Contenu du mémoire et contributions scientifiques du projet

La présentation des résultats dans le mémoire se résume comme suit : après le premier chapitre introductif, le chapitre 2 présente une revue de littérature sur les essais de lixiviations. La revue de littérature décrit les différents types d'essais de lixiviation et présente l'influence des conditions de réalisation de ces essais sur les résultats obtenus.

Le chapitre 3 présente le matériel, les méthodes d'analyse, les essais utilisés ainsi que les résultats des caractérisations. Le matériel inclus les données compilées et les mélanges de minéraux purs. Les méthodes décrites sont les méthodes de caractérisation chimique, physique et minéralogique.

Les essais utilisés dans l'étude sont des essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide et essai en mini-cellule d'altération), des essais de lixiviation en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9) et un essai d'extraction séquentielle (procédure d'extraction séquentielle de Tessier et al. (1979)). Le chapitre 4 présente les résultats de l'étude comparative des essais de lixiviation en batch aux essais cinétiques. Les données de compilation issues des anciens projets de l'URSTM sont utilisées à cet effet. En premier lieu, les essais de lixiviation en batch sont comparés entre eux. En second lieu, les essais de lixiviation en batch ont été comparés aux essais cinétiques (essai en colonne et essai en cellule humide).

Le chapitre 5 présente les résultats de l'étude de l'impact des essais de lixiviation sur la distribution des métaux dans les fractions minérales. Dans ce chapitre, les résultats de l'essai en mini-cellule d'altération réalisé sur les mélanges de minéraux purs sont présentés, ainsi que ceux des essais de lixiviation en batch et de l'essai d'extraction séquentielle.

Le chapitre 6 donne la discussion générale du mémoire. Dans cette discussion, des interprétations complémentaires aux chapitres 5 et 6 sont présentées. Le dernier chapitre, le chapitre 7, présente les conclusions et les recommandations dégagées de l'étude. Des résultats supplémentaires sont présentés en annexes.

Les différents résultats de l'étude ont été présentés dans deux articles de revue. L'article 1 (chapitre 4 du mémoire) a été soumis à la revue Mine Water and the Environment en Juin 2016. L'article 2 (chapitre 5 du mémoire) est en instance de soumission. Les références des deux articles sont les suivantes :

Bassolé, M. R., Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2016). Comparative study of results from batch leaching procedures and kinetic tests for mine drainage quality prediction. Soumis à la revue *Mine Water and the Environment*.

Bassolé, M. R., Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2016). Study of the leaching tests impacts on the metals leaching from mining processing waste (*en cours de soumission*).

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE SUR LES ESSAIS DE LIXIVIATION

2.1 Introduction

Les problèmes environnementaux liés à la gestion des eaux de drainage minier sont principalement la production du drainage minier acide (DMA) et du drainage neutre contaminé (DNC). Plusieurs outils ont été développés aux cours des années pour la prédiction du DMA et sont classés en deux catégories : (1) les essais de prédiction statiques et (2) les essais de prédiction cinétiques. Pour la prédiction de la qualité des eaux minières, plusieurs essais de lixiviation ont aussi été développés. Ces essais sont regroupés en deux familles : (1) les essais de lixiviation en batch et (2) les essais de lixiviation dynamiques. Chaque essai est réalisé dans des conditions définies avec des paramètres variant d'un essai à l'autre selon la norme de l'essai en question. La variation des paramètres de l'essai influence non seulement le résultat final de la lixiviation, mais aussi entrave la comparaison des essais entre eux. Les principaux paramètres de réalisation des essais influençant sur les résultats sont, entre autres, le temps de contact entre l'échantillon et la solution d'extraction utilisée, la nature de la solution d'extraction, la vitesse et le type de système d'agitation, le ratio liquide/solide, la taille des particules, le pH, la présence d'oxygène et la variation du potentiel rédox. Aussi, le comportement à la lixiviation des éléments varie d'un élément chimique à un autre et en fonction des conditions de réalisation de l'essai. À cela, il faut ajouter que la lixiviation en elle-même est un phénomène complexe. Le relargage des métaux est contrôlé par plusieurs mécanismes comme l'adsorption/désorption, la dissolution, la précipitation, l'oxydation, la présence d'éléments majeurs et le pH. Les sections qui suivent donnent plus de détails sur les outils de prédiction du DMA et du DNC, sur les essais de lixiviation et sur l'influence des conditions de réalisation des essais de lixiviation sur les résultats obtenus.

2.2 Les essais de prédiction du DMA/DNC

2.2.1 Les essais statiques

Les essais statiques consistent à comparer le potentiel de production d'acide (PA) au potentiel de neutralisation (PN) afin de prédire la production du DMA (Adam et al. 1997; Benzaazoua et al. 2001; Bouzahzah et al. 2013). Ces essais ne tiennent pas compte du taux d'évolution des réactions géochimiques dans le temps (Benzaazoua et al. 2001). Ce sont des essais simples, peu coûteux et rapides. La différence entre le PA et le PN, appelée le potentiel net de neutralisation d'acide (PNN=PN-PA), est utilisée pour classer les rejets selon le potentiel de génération d'acide (PGA) (Miller et al. 1991). Le rapport PN/PA est aussi utilisé pour classer les rejets selon leurs potentiels de génération d'acide (Price 2005). Les essais statiques utilisés dans la prédiction de la production du DMA peuvent être divisés en 03 groupes : (1) les essais NAG (*Net Acid Generation Tests*), (2) les essais statiques chimiques et (3) les essais statiques minéralogiques (Bouzahzah et al. 2014a).

Les essais NAG permettent de déterminer le PA et le PN en une seule étape, et plusieurs variantes de ces essais ont été développées : l'essai NAG statique, l'essai NAG séquentiel et l'essai NAG cinétique (Bouzahzah et al. 2014a). Plus de détails sur les essais NAG peuvent être trouvés dans la littérature (Lapakko and Lawrence 1993 ; Adam et al. 1997 ; Miller et al. 1997 ; Morin and Hutt 1999 ; Stewart 2003 ; Price 2009). Les essais statiques chimiques et minéralogiques se déroulent en deux étapes : (1) la détermination du PA et (2) la détermination du PN. Les essais statiques chimiques nécessitent une caractérisation chimique des rejets, alors que les essais statiques minéralogiques nécessitent quant à eux une caractérisation minéralogique détaillée (Bouzahzah et al. 2014b). Plusieurs essais statiques chimiques ont été développés, on cite notamment : l'essai ABA (*Acid Base Accounting*) de Sobek et al. (1978), l'essai ABA modifié (Lawrence and Wang 1997 ; Skousen et al. 1997 ; Jambor et al. 2003 ; Stewart 2003 ; Bouzahzah 2013), la méthode PNC (Potentiel de Neutralisation des Carbonates) (Day 1991; Lawrence and Wang 1996; Frostad et al. 2003), la méthode PNC modifiée (Plante et al. 2012) et la méthode *B.C. Research Initial* (Lapakko and Lawrence 1993 ; Adam et al. 1997). Les essais statiques minéralogiques comprennent l'essai de Kwong (1993), l'essai de Lapakko (1994), l'essai de Li (1997), l'essai de Lawrence and Scheske (1997), l'essai de Lawrence et Scheske modifié (Plante et al. 2012), l'essai de Paktunc (1999) et l'essai de Paktunc modifié (Bouzahzah

et al. 2013). Les avantages et inconvénients de plusieurs essais statiques ont été présentés par Chotpantarat (2011). La prédiction de la production du DMA par les essais statiques a été largement étudiée (Jennings and Dollhopf 1995; Adam et al. 1997; Plante et al. 2012; Bouzahzah et al. 2013). Plante et al. (2012) et Bouzahzah et al. (2014b) ont comparé les résultats de plusieurs essais statiques utilisés dans la prédiction du DMA et proposé un guide pour améliorer le choix de l'essai statique en fonction de la minéralogie et des conditions de réalisation de chaque essai. Les essais de prédiction statiques sont caractérisés par une large zone d'incertitude dans laquelle il est difficile de prédire adéquatement le potentiel de génération d'acide (Bouzahzah et al. 2013). Les essais de prédiction cinétiques sont alors utilisés pour tenir compte des taux de réactions, plus particulièrement des taux de production et de neutralisation d'acide (Adam et al. 1997; Villeneuve et al. 2009; Bouzahzah et al. 2013).

2.2.2 Les essais cinétiques

Dans la prédiction du potentiel de génération d'acide, les essais cinétiques sont réalisés à la suite des essais statiques. Les résultats de ces essais servent à la prédiction à long terme de la qualité des eaux de drainage issues des rejets miniers. Plusieurs essais cinétiques ont été développés au cours des années. Ils peuvent être soit des essais cinétiques de laboratoire ou des essais cinétiques à l'échelle du terrain. Les principaux essais cinétiques de laboratoires comprennent les essais en colonne (Lawrence and Marchant 1991; Benzaazoua et al. 2001, 2004), les essais en cellule humide (Lawrence and Marchant 1991; ASTM D5744-96 1998; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Ardau et al. 2009; Bouzahzah et al. 2015), les essais en mini-cellule d'altération (Bradham and Caruccio 1990; Bouzahzah et al. 2013) et l'extracteur Soxhlet (Bradham and Caruccio 1990), et bien d'autres essais. Les essais cinétiques à l'échelle de terrain sont les barils de terrain et les cellules de terrain, aussi appelées parcelles expérimentales (Aubertin et al. 1997; Bussière and Aubertin 1999). Plus de détails sur les essais cinétiques peuvent être retrouvés dans la littérature (Lawrence and Marchant 1991; Scott et al. 2002; Villeneuve 2004; Bouzahzah et al. 2014a).

Les résultats des essais cinétiques au laboratoire sont utilisés pour prédire le potentiel de génération d'acide des rejets miniers soit par la représentation des courbes d'oxydation-neutralisation (Benzaazoua et al. 2001, 2004; Villeneuve et al. 2009; Bouzahzah et al. 2013) ou par le calcul des épuisements des minéraux (Villeneuve 2004; Villeneuve et al. 2009). Scott et al. (2002) ont aussi évalué la prédiction du taux d'altération (génération/neutralisation d'acide) de

plusieurs essais cinétiques de laboratoire. Le type d'essai cinétique utilisé influence la dissolution des espèces dissoutes issues des réactions d'oxydation et de dissolution. Les conditions de réalisation de l'essai (durée de l'essai, la fréquence et le nombre de cycles de rinçage, la quantité de matériaux utilisés, la disponibilité de l'oxygène) influencent aussi les taux de réactions durant les essais cinétiques (Benzaazoua et al. 2001). Les essais en mini-cellules d'altération fournissent plus d'humidité et d'oxygène comparés aux essais en colonne, où il peut se former des sas d'air qui limitent le transfert d'oxygène nécessaire à l'oxydation des sulfures. Ces essais accélèrent de ce fait le taux d'oxydation des sulfures comparativement aux taux de dissolution des carbonates (Bradham and Caruccio 1990; Villeneuve 2004). L'essai cinétique à l'extracteur Soxhlet accélère la dissolution des carbonates comparée à l'oxydation des sulfures (Bradham and Caruccio 1990). Par ordre croissant d'agressivité, les essais cinétiques sont classés : essai en colonne < essai en cellule d'humidité < essai en mini-cellule d'altération < extracteur Soxhlet (Villeneuve 2004). Les essais cinétiques modifient donc la chimie des échantillons, les faisant ainsi changer leurs production d'acidité/alcalinité. L'évaluation du potentiel de génération d'acide avec les résultats des essais cinétiques dépend des méthodes d'interprétation utilisées. Pour des matériaux non générateurs d'acide, l'utilisation de différentes méthodes d'interprétation donne des potentiels de génération d'acide différents. L'utilisation de plusieurs méthodes d'interprétation est conseillé afin de statuer de façon adéquate sur le potentiel de génération d'acide d'un rejet donné (Villeneuve et al. 2009).

Tableau 2.1 : Objectifs, avantages et inconvénients des essais cinétiques : essai en colonne (Col.), essai en cellule humide (Cel.H), essai en mini-cellule d'altération (MC), l'extracteur Soxhlet (Sox.) et les cellules de terrain (Cel.Ter). (Adapté de Villeneuve 2004; Bouzahzah 2013)

Essais cinétiques	Col.	Cel.H	MC.	Sox.	Cel.Ter
Objectifs.					
Prédire le comportement hydrogéochimique	✓	✓	✓	✓	✓
Déterminer les taux d'oxydation-neutralisation dans le temps	✓	✓	✓	✓	✓
Déterminer la qualité des eaux de lixiviats	✓	✓	✓	✓	✓
Simuler les conditions naturelles d'oxydation par les cycles séchage/mouillage	✓	✓	✓		✓
Avantages					
Facilité de mise en place de l'essai		✓	✓	✓	
Rapidité dans l'obtention des résultats			✓	✓	
Accélération du taux d'oxydation		✓	✓	✓	
Permet le calcul des taux de réaction	✓	✓	✓		✓
Prise en compte des effets biologiques	✓	✓			✓
Permet la simulation des modes de restauration : Amendement, ennoiement	✓	✓			
Quantité faible d'échantillon requise pour l'essai			✓		
Analyse d'un grand nombre d'échantillons à la fois			✓	✓	
Résultats comparables aux résultats de terrain	✓				✓
Utilisation d'une granulométrie variée	✓				

Tableau 2.1 : Objectifs, avantages et inconvénients des essais cinétiques : essai en colonne (Col.), essai en cellule humide (Cel.H), essai en mini-cellule d'altération (MC), l'extracteur Soxhlet (Sox.) et les cellules de terrain (Cel.Ter). (Adapté de Villeneuve 2004; Bouzahzah 2013) (Suite)

Essais cinétiques	Col.	Cel.H	MC.	Sox.	Cel.Ter
Inconvénients					
Interprétation difficile des résultats	✓			✓	✓
Dispendieux	✓	✓		✓	✓
Longue durée	✓	✓			✓
Méthode peu utilisée et peu documentée			✓	✓	

2.3 Les essais de lixiviation

La lixiviation est le processus d'extraction des composants solubles d'une matrice solide (Kim 2003). Plusieurs essais de lixiviation ont été développés aux cours des années. Les résultats des essais de lixiviation sont utilisés dans plusieurs buts comme (1) l'évaluation de la quantité totale des éléments relargués dans les processus de lixiviation, (2) l'évaluation de la dépendance au temps du relargage des métaux, (3) l'évaluation des changements subis dans le temps par les matériaux dus aux impacts atmosphériques ou aux variations de la géochimie, (4) l'évaluation de l'impact de la variation du pH et du potentiel rédox sur la lixiviation des métaux, et (5) pour évaluer la dépendance au temps de la lixiviation en fonction des techniques d'utilisation ou de stockage des rejets (Fällman and Aurell 1996 ; Kim 2003). Le choix et les conditions de réalisation de l'essai de lixiviation dépendent du but de l'étude (Kim 2003). Les essais de lixiviation diffèrent entre eux par la quantité et la taille des particules de l'échantillon, par le type et le volume de la solution d'extraction utilisée, par le temps de réalisation de l'essai et par d'autres conditions comme la température (Kim 2003). Bien que plusieurs essais de lixiviation soient développés pour une application sur des rejets solides municipaux et sur des rejets industriels, Kim (2003) mentionne que la plupart de ces essais ont été utilisés sur une variété de matériaux.

Les essais de lixiviation sont généralement classés en deux catégories : (1) les essais de lixiviation statiques (en batch) avec ajout d'une seule solution et (2) les essais de lixiviation dynamiques avec renouvellement de la solution d'extraction (Kim 2003 ; Washington State Department of Ecology 2003). En tenant compte du système de circulation de la solution d'extraction, Kim (2003) classe les essais de lixiviation en 3 groupes : (1) les essais de lixiviation en batch où l'échantillon est placé dans un volume de solution donné pour la durée de l'essai, (2) les essais cinétiques avec circulation de la solution à travers le système, et (3) les essais en vrac pour les échantillons monolithiques. En fonction du but des différents essais de lixiviation, ils peuvent être regroupés en 3 groupes : (1) les essais de caractérisation de base ou paramétriques, qui visent à évaluer l'influence de certains paramètres (le pH, par exemple), (2) les essais de conformité réglementaires, et (3) les essais de vérification sur site (Brunori et al. 2001 ; Kosson et al. 2002). Van der Sloot et al. (1996) ont aussi réparti les essais de lixiviation en trois groupes : (1) les essais évaluant la concentration totale disponible à la lixiviation (exemple de l'essai de disponibilité), (2) les essais évaluant la dépendance au temps de la lixiviation (par exemple, les essais en colonne), et (3) les essais permettant d'évaluer la spéciation et la solubilité des éléments (exemple des essais de pH statique). Plus de détails sont donnés sur les deux principales catégories d'essais de lixiviation : les essais de lixiviation en batch et les essais de lixiviation dynamiques.

2.3.1 Les essais de lixiviation en batch

Dans les essais de lixiviation en batch, l'échantillon est mis en contact avec un volume défini de la solution d'extraction, dépendamment du ratio L/S, pour une durée déterminée (dépendamment du type d'essai) et sans renouvellement de la solution (Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003). Ces essais requièrent un système d'agitation pour maintenir le contact entre l'échantillon et la solution d'extraction (Kim 2003). Plusieurs essais de lixiviation en batch ont été développés au fil des années. Le Tableau 2.2 présente les objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch.

Tableau 2.2: Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch

Essais	Paramètres de réalisation.	Objectif de l'essai
TCLP (*Toxicity Characteristic Leaching Test*) (USEPA Method 1311 1990)	Solution 1 à pH : 2,88 ou solution 2 à pH : 4.93 Ratio L/S : 20 L/kg Durée : 18 heures, Granulométrie : < 9,5 mm	Simuler le comportement de rejets en co-disposition avec des rejets municipaux
SPLP (*Synthetic Precipitation Leaching Procedure)* (USEPA Method 1312 1994)	Solution : solution H_2SO_4 et HNO_3 (pH 4,2) Ratio L/S : 20 L/kg Durée : 18 heures, Granulométrie : < 9,5 mm	Simuler la lixiviation des rejets exposés aux pluies acides
CTEU-9 (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991b)	Solution : Tampon à pH 7 Ratio L/S : 4 L/kg Durée : 7 jours Granulométrie : < 150 µm	Déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviés en contact avec l'eau
CTEU-10 (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991a)	Solution : Solution d'acide acétique à pH 5,1 ou 9 Ratio L/S : 20 L/kg Durée : 48 heures Granulométrie : < 150 µm	Déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviés en milieu acide acétique
USGS FLT (*Field Leach Test)* (Hageman and Brigg 2000)	Solution : Eau déionisée Ratio L/S : 20 Durée : 5 minutes Granulométrie : < 2 mm	Test développé par l'USGS pour évaluer les constituants facilement solubles d'un rejet minier
CA WET (*California Waste Extraction Test*) (CA WET 1984)	Solution : solution citrate de sodium 0,2 M (pH 5) Ratio L/S : 10 Durée : 48 heures Granulométrie : < 2 mm	Essai standardisé de l'état de Californie utilisé pour évaluer le comportement de rejets organiques en décharge
Shake Extraction of Solid Waste with Water or Neutral Leaching Procedure) (ASTM D-3987 1985)	Solution : Eau pure Ratio L/S : 20 Durée : 18 heures Granulométrie : n.d.	Évaluer la lixiviation des éléments inorganiques d'un rejet en contact avec l'eau
EPTOX (*Extraction Procedure Toxicity Test*) (EPTOX 1992)	Solution : Eau pH : 5 Ratio L/S : 20 Durée : 20 heures Granulométrie : n.d.	Évaluer la lixiviation des éléments organiques et des métaux à partir d'un rejet solide
AV 001.1 (Kosson et al. 2002)	Solution : Eau déionisée Ratio L/S : 100 Durée : selon la granulométrie	Évaluer le maximum lixiviables des éléments dans des conditions environnementales

n.d : non déterminé.

Tableau 2.2 : Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch (Suite)

Essais	Paramètres de réalisation.	Objectif de l'essai
AV SR002.1 (Kosson et al. 2002)	Solution : Eau déionisée avec ajout de HNO_3 ou de KOH Ratio L/S : 10 Durée : selon la granulométrie	Évaluer la solubilité et le taux de relargage en fonction du pH
AV SR003.1 (Kosson et al. 2002)	Solution : Eau déionisée Ratio L/S : de 0,5 à 10 Durée : selon la granulométrie	Évaluer la solubilité et le relargage des contaminants en fonction du ratio L/S
KSLT (*Korean Standard Leaching Test*) (Lim et al. 2009)	Solution : Solution HCl (pH 5,8 – 6,3) Ratio L/S : 10 Durée : 6 heures Granulométrie : < 5,5 mm	Évaluer le comportement de rejets industriels stockés en décharge
CDMG (*Colorado division of minerals and geology Leaching test*) (Hageman et al. 2005)	Solution : eau Ratio L/S : 20 Durée : 15 secondes Granulométrie : en l'état	Évaluer les éléments solubles de matériaux géologiques en contact avec de l'eau naturelle

Au Québec, les essais de lixiviation en batch tel que l'essai TCLP (*Toxicity Charaterisitic Leachning Procedure*), l'essai SPLP (*Synthetic precipitation Leaching Procedure*), l'essai CTEU-9 (Centre technologique des eaux usées – méthode 9) et l'essai CTEU-10 (Centre technologique des eaux usées – méthode 10) sont les plus fréquemment utilisés (CEAEQ 2012). Les deux premiers essais ont été développés par US EPA (*United States Environmental Protection Agency)* (US EPA 1995), et les deux autres ont été développés par Environnement Canada (Stegemann and Cote 1991; CEAEQ 2012).

L'historique de la conception des essais de lixiviation en batch par l'US EPA est retracé dans le rapport US EPA (1995). La procédure d'extraction (EP : *extraction procedure*) a été la première procédure développée par l'US EPA pour évaluer la toxicité des rejets et pour simuler le pire scenario de déposition des rejets. Pour un pire scénario, l'US EPA a supposé que les rejets potentiellement toxiques seraient co-disposés avec les rejets solides municipaux dans une décharge avec de la matière activement en décomposition recouvrant un aquifère. Dans la

procédure, la toxicité d'un rejet est définie par le potentiel des constituants toxiques présents dans ce rejet à lixivier et à contaminer les eaux de surfaces et souterraines, de sorte à avoir des effets sur la santé humaine et sur l'environnement.

En 1984, le congrès mandate l'US EPA d'étendre les caractéristiques de toxicité et de revoir l'utilisation de la procédure d'extraction (EP) pour évaluer la toxicité des rejets. Le congrès était particulièrement inquiet du fait que l'EP n'évaluait pas suffisamment la mobilité des substances toxiques sous une large variété de conditions. Plus précisément, le congrès craignait que la solution d'extraction utilisée dans l'essai EP ne soit pas suffisamment agressive pour lixivier adéquatement les rejets toxiques, et que l'EP n'évalue seulement que la mobilité des éléments métalliques et non des substances toxiques organiques. En réponse au mandat du congrès, l'US EPA a développé en 1986 la procédure TCLP. La procédure TCLP a été développée pour répondre à deux objectifs : avoir des résultats reproductibles pour les substances organiques et pour avoir les mêmes résultats pour les substances inorganiques que la procédure d'extraction originale. Le TCLP se base sur les mêmes hypothèses que l'EP, à savoir que les rejets seront co-disposés avec des rejets solides municipaux avec de la matière en décomposition. Mais, contrairement à l'EP, le TCLP permet l'utilisation de deux solutions de lixiviation, le choix de la solution étant basé sur l'alcalinité des rejets. Une fois le TCLP proposé, l'agence demanda des commentaires quant à l'applicabilité du scenario adopté à tous les types de rejets.

L'applicabilité de ces hypothèses du pire scénario aux rejets de concentrateur a été contestée par certains commentateurs. Selon eux, il était irraisonnable de supposer que les rejets de concentrateurs seraient co-disposés avec des rejets solides municipaux. Ils proposèrent de développer des caractéristiques différentes pour les rejets de concentrateurs en utilisant un scenario plus approprié. Par la suite, des pétitionnaires intentèrent un recours contre l'US EPA sur l'applicabilité du TCLP sur les rejets de concentrateurs. Beaucoup de raisons avaient été évoquées, entre autres que l'acide acétique utilisé dans l'essai TCLP est trop agressif pour prédire la toxicité de ces rejets. Aussi, ils mentionnèrent que la réduction de la taille des grains requis dans l'essai TCLP ne reflétait pas les conditions dans lesquelles les rejets de concentrateurs sont disposés. La cour donna raison aux pétitionnaires sur les bases que l'US EPA avait échoué à faire le lien entre l'essai TCLP et les rejets de concentrateurs, qu'il n'avait pas démontré que des rejets de concentrateurs avaient été co-disposés avec des rejets solides municipaux et qu'il n'y avait pas d'évidence que ces rejets seront en contact d'un milieu acide. La cour demanda donc à l'US EPA

de fournir de raisons valables sur sa décision d'appliquer l'essai TCLP aux rejets de concentrateurs. Pour justifier le choix d'appliquer l'essai TCLP aux rejets de concentrateurs, l'US EPA a démontré que, par le passé, des rejets de concentrateurs avaient été co-disposés avec des rejets municipaux et pourraient encore l'être dans le futur. L'US EPA était donc en désaccord avec l'industrie minière sur le fait que ces rejets sont disposés dans des endroits qui suggéreraient l'inapplicabilité de l'essai TCLP. Le congrès américain des mines AMC (*American Mining Congress*) recommanda à l'agence d'utiliser l'essai SPLP pour évaluer la toxicité des rejets de concentrateurs du fait que la solution d'extraction utilisée est moins agressive que celle utilisée dans le TCLP. L'USEPA reconnu qu'un essai moins agressif comme le SPLP est plus adapté pour ces types de rejets. Mais dans son objectif de développer un seul essai pour évaluer la toxicité des rejets, et ayant démontré que des rejets de concentrateurs avaient été co-disposés dans des décharges municipales dans le passé, l'US EPA n'est pas d'accord avec l'AMC pour l'utilisation de l'essai SPLP à la place du TCLP. Pour lui, il n'y aura pas de différences significatives dans l'identification de la toxicité des rejets par les deux essais.

L'essai SPLP a donc été développé comme une alternative à l'essai TCLP. Tout comme le TCLP, il a été développé pour évaluer la mobilité des constituants organiques et inorganiques dans les rejets. Mais, contrairement au TCLP, il n'est pas conçu sur la base des hypothèses que les rejets seront co-disposés avec des rejets solides municipaux dans une décharge. Il est conçu pour simuler les effets des pluies acides sur les rejets. Les deux essais sont réalisés de la même manière, la différence se situe au niveau de la solution d'extraction utilisée. Des études ont été menées par l'US EPA pour comparer les résultats des deux essais sur le même matériau. Des résultats de la procédure d'extraction sont utilisés en lieu et place de ceux de l'essai TCLP. L'US EPA n'a pas trouvé de différences statistiquement significatives entre les résultats des deux essais. Une autre comparaison des résultats des essais TCLP et SPLP a été faite par l'US EPA sur de la poussière d'un four électrique à arc. Des différences significatives ont été trouvées entre les résultats des deux essais, avec les concentrations données par le SPLP plus élevées que celles du TCLP. Compte tenu de l'incohérence des résultats de ces deux comparaison, l'US EPA n'a pas jugé justifié de proposer l'utilisation de l'essai SPLP comme une alternative à l'essai TCLP à cette époque. Ce refus est aussi justifié par le fait que l'industrie ne fournit pas de données supportant l'utilisation du SPLP comme alternative (US EPA 1995).

L'essai CTEU-9 fait partie, avec l'essai CTEU-10, du protocol proposé par le centre technologique des eaux usées du Canada pour évaluer la lixiviation des métaux dans les rejets solidifiés à base de ciment (Stegemann and Cote 1991). L'objectif de ce protocol était de proposer une approche rationnelle pour réguler la disposition et l'utilisation des rejets solidifiés. Le protocol s'effectue en trois niveaux : les essais réalisés au niveau 0 permettent d'avoir des informations basiques sur le rejet solidifié, les essais du niveau 1 (essai CTEU-9, essai CTEU-10) permettent d'évaluer l'efficacité du confinement chimique et au dernier niveau, le niveau 2, les essais permettent d'évaluer le confinement physique (Stegemann and Cote 1991).

Bien que conçus pour des objectifs donnés, ces essais (TCLP, SPLP, CTEU-9 et CTEU-10) ont été utilisés dans plusieurs domaines pour évaluer la lixiviation des métaux. Mais ce sont les essais TCLP et SPLP qui sont les plus utilisés dans la littérature. Le Tableau 2.3 donne quelques exemples de types de matériaux sur lesquels ces essais sont utilisés.

Tableau 2.3 : Types de matériaux sur lesquels les essais TCLP et SPLP sont utilisés

Essai	Matériaux sur lesquels l'essai est utilisé.
TCLP (U.S. EPA Method 1311)	-Rejets industriels et miniers (Van der Sloot et al. 1996; Hooper 1998; Marguí et al. 2004; Halim et al. 2003; Wildeman et al. 2003; Hageman et al. 2005, 2015; Al-Abed et al. 2006, 2007, 2008; Lim et al. 2009; Paktunc 2013) -Matériaux de remblayage (Argane et al. 2015b) -Sols et sols contaminés (Van der Sloot et al. 1996; Lackovic et al. 1997; Halim et al. 2005; Jelusic and Lestan 2013; Sima et al. 2015) -Boues et cendres (Chang et al. 2001; Meng et al. 2001; Zandi and Russell 2007) -Matériaux solidifiés/stabilisés (Van der Sloot et al. 1996; Poon and Lio 1997; Janusa et al. 1998; Li et al. 2001; Erdem and Özverdi 2011) -Résidus solides (Ghosh et al. 2004; Özverdİ and Erdem 2010)
SPLP (U.S. EPA Method 1312)	-Matériaux de remblayage (Benzaazoua et al. 2006; Argane et al. 2015a) -Matériaux solidifiés/stabilisés (Erdem and Özverdi 2011) -Rejets industriels et miniers (Hooper 1998; Hageman and Briggs 2000; Hageman et al. 2000, 2015; Townsend et al. 2006; Lapakko 2015) -Sols et sols contaminés (Lackovic et al. 1997) -Résidus solides (Özverdİ and Erdem 2010)

2.3.2 Les essais de lixiviation dynamiques

Dans les essais de lixiviation dynamiques, des quantités spécifiques de la solution d'extraction et de l'échantillon sont mélangées et la solution d'extraction est périodiquement ou continuellement renouvelée (Cappuyns and Swennen 2008). En tenant compte de cette définition, les essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide, essai en mini-cellule d'altération) pourraient être assimilés aux essais de lixiviation dynamiques. Mais dans cette section, seuls les essais en colonne sont cités en exemples d'essais de lixiviation dynamiques selon la classification de Washington State Department of Ecology (2003). En effet, les essais de lixiviation dynamiques sont divisés en trois groupes : (1) les essais en batch multiples, (2) les essais en colonne, et (3) les essais en tank (Washington State Department of Ecology 2003). Dans les essais en batch multiples, l'échantillon est lixivié successivement avec un aliquote frais de la solution d'extraction (Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003). Le Tableau 2.4 donne les objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple.

Tableau 2.4: Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple

Essais	Paramètres de réalisation	Objectifs de l'essai
Test de disponibilité en condition oxydante (NT ENVIR 006 1999)	Solution : Contrôle du pH à 7 et 4 pour la deuxième extraction avec du HNO_3; Ratio L/S : 100 L/kg Durée : 3 H. et 18 H; Granulométrie : 95 % < 125 µm	Deux étapes d'extraction; développé pour évaluer le maximum extractible en condition oxydante pour les cendres et scories
Test de lixiviation Suisse (Swiss TVA) (Heasman et al. 1997)	Solution : Eau déionisée avec injection de CO_2 Ratio L/S : 2 * 10 L/kg Durée : 24 heures Granulométrie : n.d	Évaluer la lixiviation à long terme de matériaux granulaires ou monolithiques
ENA Skaktest (Suède) (Heasman et al. 1997)	Solution : H_2SO_4 (pH 4) Ratio L/S : 2 * 4 L/kg Durée : 24 heures Granulométrie : < 20 mm	Essai de batch en série utilisé pour simuler la lixiviation de rejets miniers et des cendres

Tableau 2.4 : Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple (Suite)

Essais	Paramètres de réalisation	Objectifs de l'essai
Procédure d'extraction multiple (*Multiple extraction Procedure*) (MEP) (USEPA Method 1320 1986)	Solution 1 (Extraction 1) : Même que la solution du TCLP; Solution 2 (extraction 2) : Même solution que le SPLP (pH 3); Ratio L/S : 8 * 20 Durée : 7 jours	Évaluer la lixiviation à long terme de rejets stockés en décharges
NEN 7349 Extraction multiple ou test en cascade (Heasman et al. 1997)	Solution : HNO_3 Ratio L/S : 5 * 20 L/kg Durée : 5 jours Granulométrie : < 4 mm	Essai hollandais pour évaluer la lixiviation à long terme en condition aérobie de divers rejets (sols, sédiments, matériaux de construction…)
Essai de disponibilité (NEN 7341 1994)	Solution : Contrôle du pH 7 et 4 Ratio L/S : 50 et 50 Durée : 3 heures pour chaque extraction Granulométrie : < 125 µm	Évalue le maximum extractible disponible pour la lixiviation dans des conditions extrêmes (Exemples : après désintégration totale du matériel, oxydation complète ou après épuisement de la capacité de neutralisation d'acide etc.)
Essai de lixiviation du Royaume-Uni (WRU Leaching Test) (Heasman et al. 1997)	Solution: HNO_3 (pH 5). Ratio L/S : 5 * 5 L/kg et 10 L/kg Durée : entre 2 et 80 h; Granulométrie : < 10 mm	Test développé pour évaluer la lixiviabilité de rejets granulaires dans des conditions de co-disposition avec des rejets domestiques ou de mono-disposition
USEPA Method 1316 (2012a)	Solution : Eau Ratio L/S entre 0,5 et 10 L/kg La durée et la quantité de rejet sont déterminées selon la granulométrie du rejet.	Évaluer la lixiviation des contaminants en fonction du ratio L/S avec des batch multiples
Test de lixiviation en fonction du pH (US EPA Method 1313 2012b)	Solution : Eau avec ajout de KOH et HNO_3 Le temps de contact et le ratio L/S dépendent de la granulométrie du rejet.	Permet de déterminer la lixiviation en fonction du pH

Les essais en colonne sont conçus pour simuler l'écoulement des eaux par percolation à travers un matériau granulaire poreux. L'écoulement peut être descendant ou ascendant, continu ou intermittent (Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003). Le Tableau 2.5 présente les objectifs et les conditions de réalisation de différents types d'essais en colonne.

Tableau 2.5 : Objectifs et conditions de réalisation de divers types d'essais de lixiviation en colonne

Essais	Paramètres de réalisation	Objectifs de l'essai
Essai de percolation a flux ascendant (CEN 2004). Essai en colonne (NEN 7343 1995)	Solution : solution a pH 4 (HNO_3), Ratio L/S allant de 0.1 à 10 l/kg (7 fractions de lixiviat) Durée : 21 jours. Granulométrie : < 4mm. Débit : 15 cm/jour	Évaluer la mobilité des contaminants de divers type de rejets
ASTM D 4874-95 (1995)	Solution : Eau Ratio L/S : 1 Durée : 24 heures Granulométrie : < 10 mm	Méthode standard pour évaluer la mobilité des contaminants de divers type de rejets
US EPA Method 1314 (2013a)	Solution : Eau L/S : 0.5-1.0 par jour Durée : plusieurs jours Granulométrie : < 1/20 diamètre de la colonne	Évolution des charges de contaminants cumulées en fonction du L/S
METEORIC WATER MOBILITY PROCEDURE (MWMP) (Nevada Mining Association 1996).	Solution : Eau à pH naturel Ratio L/S : 1 Durée : 24 heures granulométrie : < 5 cm	Essai standard en colonne du Nevada pour évaluer la mobilité des constituants de rejets miniers

Les essais en tank sont utilisés dans le cas de matériaux monolithiques à faible perméabilité. L'écoulement de la solution d'extraction se fait autour du matériau (Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003). Les objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en tank sont présentés dans le Tableau 2.6.

Tableau 2.6 : Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en tank

Essais	Paramètres de réalisation	Objectifs de l'essai
Tests en Tank (NEN 7375 2004) NEN 7345 (1994)	Solution : Eau a pH 4 Ratio L/S : 5 * Volume matériel Durée : 64 jours	L'essai Hollandais NEN7345 conçu pour évaluer la stabilité chimique des matériaux de construction (e,g. bétons, briques, produits stabilisés-cimentés), de rejets à caractère monolithique (faible perméabilité) et pour les rejets stabilisés
MT001.1 (Kosson et al. 2002)	Solution : eau Ratio L/A : 10 ml/cm^2 Durée : n.d.	Déterminer les paramètres de transfert de masse, estimer la lixiviation en condition saturée
MT002.1 (Kosson et al. 2002)	Solution : eau Ratio L/A : 9 ml/cm^2 Durée : 14 jours	Déterminer les paramètres de transfert de masse, estimer la lixiviation en condition saturée
US EPA Method 1315 (2013b)	Solution : eau Ratio L/A : 9 ml/cm^2 Durée : 14 jours	Permet d'estimer le taux de libération des contaminants pour les matériaux monolithiques ou compacts

n.d : non déterminé.

2.4 Paramètres influençant sur les résultats des essais de lixiviation

La lixiviation est un phénomène complexe où de nombreux facteurs peuvent influencer sur l'extraction des métaux, et donc sur les résultats des essais. Ces facteurs peuvent être soit physiques, chimiques ou biologiques (Washington State Department of Ecology 2003). Les facteurs physiques comprennent la taille des particules, la surface spécifique exposée à la lixiviation, la perméabilité de la matrice, les propriétés physiques de la solution d'extraction, l'hétérogénéité de l'échantillon et la température. Les facteurs chimiques regroupent la cinétique des réactions, les processus de sorption/dissolution, le pH du matériau, le pH de la solution d'extraction et les processus de complexation. Quant aux facteurs biologiques, ils comprennent essentiellement la présence de microorganismes, qui peuvent changer le potentiel rédox et le pH du milieu, et ainsi influencer le processus de lixiviation (Washington State Department of

Ecology 2003). Ces facteurs interviennent à l'échelle du laboratoire et à l'échelle du terrain. En plus de ces facteurs, d'autres facteurs comme les conditions climatiques et météorologiques, le design et la configuration du site, la végétation et les conditions hydrogéologiques interviennent dans les conditions de terrain (Washington State Department of Ecology 2003). Plus de détails sont donnés sur les facteurs d'influence à l'échelle de laboratoire dans les sections qui suivent.

2.4.1 Influence du temps de contact, de la solution d'extraction et de la vitesse d'agitation

Le temps de contact entre la solution d'extraction et l'échantillon varie d'un essai à l'autre et peut influencer la concentration du lixiviat final. Le temps de contact influence la quantité de métal lixiviée (Al-Abed et al. 2006) : plus le temps de contact entre la solution d'extraction et les rejets augmente, plus la quantité lixiviée augmente (Janusa et al. 1998). La lixiviation des métaux évolue pour atteindre un équilibre après un certain temps (Tabelin et al. 2013).

Les essais de lixiviation sont réalisés soit dans des conditions statiques ou dynamiques, dépendamment de la fréquence de renouvellement de la solution d'extraction. Dans les essais de lixiviation statiques (essais en batch), la solution d'extraction n'est pas remplacée alors qu'elle est périodiquement renouvelée dans les essais dynamiques (Chang et al. 2001). La nature de la solution dépend du type d'essai : tandis que les essais de lixiviations dynamiques sont réalisés avec de l'eau, des solutions spécifiques sont utilisées durant les essais de lixiviation statiques. Des concentrations plus élevées en cuivre et en zinc sont obtenues avec les essais TCLP et EP (*Extraction procedure*) dû à l'utilisation de l'acide acétique dans les solutions de lixiviations durant ces essais (Chang et al. 2001). Les propriétés de ces solutions (pH, composition chimique) influencent donc les quantités de métaux lixiviées.

Les systèmes d'agitation et les vitesses d'agitation durant les essais en batch peuvent différer d'un essai à un autre. La vitesse d'agitation influence la lixiviabilité des métaux. Une vitesse élevée tend à augmenter la lixiviation des éléments en trace. Il faut cependant tenir compte de l'effet de broyage dû à l'abrasion particule-particule à de hautes vitesses d'agitation (Tabelin et al. 2013).

2.4.2 Influence du ratio liquide/solide, de la taille des grains et de la présence des éléments majeurs

Le ratio liquide/solide influence la concentration du lixiviat : un faible ratio entraîne une concentration faible des espèces les moins solubles et une concentration élevée des espèces les plus solubles (Washington State Department of Ecology 2003). Al-Abed et al. (2008) démontrent aussi qu'une variation du ratio liquide/solide affecte également la quantité de métaux disponible à la lixiviation. En augmentant le ratio, l'augmentation du volume de liquide résulte en une dilution de la concentration des métaux induisant une diminution de la concentration des lixiviats. Des études ont aussi montré la dépendance de la lixiviation de certains métaux au ratio liquide/solide (Al-Abed et al. 2008; Singh and Hendry 2012 ; Tabelin et al. 2013). Les ratios liquide/solide élevés augmentent la dissolution des minéraux neutralisants (Plante et al. 2014). Par contre, un faible ratio liquide/solide peut diminuer la quantité lixiviable d'une substance dû à l'accumulation de la concentration. Les faibles ratios liquide/solide sont intéressants pour évaluer les conditions de stockage (reflètent plus la réalité) (Fällman and Aurell 1996).

Le ratio liquide/solide est un facteur important dans la comparaison des résultats des essais cinétiques et des essais en batch. Le ratio liquide/solide, dans les essais cinétiques, est définit comme étant le rapport entre le flux sortant de lixiviat et la quantité de solide sec. Dans les essais en batch, il est défini comme le rapport entre la quantité de lixiviat ajoutée et la masse de solide sec (Fällman and Aurell 1996). De ce fait, à de faibles ratios liquide/solide, il peut y avoir des différences factuelles entre les résultats des essais cinétiques et ceux des essais en batch pour une même valeur du ratio. Un ajustement des valeurs du ratio peut donner des résultats comparables pour les deux types d'essais. Le ratio liquide/solide impacte également sur l'équilibre durant les essais de lixiviation. Aux ratios liquide/solide élevés (essais en batch), l'équilibre est atteint plus lentement par rapport aux ratios faibles (essais dynamiques) où l'équilibre est atteint plus rapidement (Fällman and Aurell 1996; Grathwohl 2014). Une différence du ratio liquide/solide entre les essais cinétiques de laboratoire et les essais cinétiques à l'échelle de terrain entraîne des différences de comportement géochimique. Ghosh et al. (2004) ont montré l'influence du ratio liquide/solide sur la comparaison des résultats d'essais de lixiviation en comparant l'essai TCLP à l'essai WET (*Waste Extraction Test*). De plus grandes concentrations en arsenic sont obtenues avec l'essai WET comparé à l'essai TCLP.

La lixiviation est aussi dépendante de la surface des grains exposée à la solution d'extraction. Une petite taille des grains donne de grandes surfaces exposées, augmentant ainsi le contact entre le matériel et la solution d'extraction et donc augmentant la quantité lixiviée (Fällman and Aurell 1996 ; Janusa et al. 1998 ; Washington State Department of Ecology 2003; Al-Abed et al. 2006 ; Stiernström et al. 2013). La diminution de la taille des grains permet d'atteindre plus vite l'équilibre avec l'augmentation de la surface de réaction.

La présence d'éléments majeurs dans la matrice joue un rôle dans la lixiviation des autres éléments. Les éléments majeurs dictent la composition du lixiviat, contrôlant ainsi la lixiviation des éléments en trace. La différence de lixiviation des éléments dans différents matériaux est attribuée à des facteurs spécifiques causant une spéciation différente, et donc une lixiviation différente (Van der Sloot et al. 1996). Les résultats de l'étude de Singh and Hendry (2012), montrent que la disponibilité de l'uranium et du nickel à la lixiviation varie dépendamment si ces éléments sont majeurs ou sous forme d'éléments en trace dans la matrice minérale.

2.4.3 Influence de l'espace tête, du pH et du potentiel rédox

Durant les essais en batch, la solution d'extraction est mise en contact avec l'échantillon dans des bouteilles placées sous agitation. La présence d'air en tête de bouteille influence les résultats de la lixiviation. En général, l'oxygène dissout (OD) et le potentiel rédox augmentent aussi avec l'espace de tête. L'air dans l'espace fournit plus d'oxygène et un environnement moins réducteur, ce qui par conséquent influence la lixiviation de certains métaux (Vann et al. 2006).

L'influence du pH et du potentiel rédox sur la lixiviation des métaux a été démontrée par plusieurs études. Les métaux lourds sont plus solubles à pH faible, tandis que les métaux formant des oxyanions le sont à pH élevé (Kim 2003). Des essais de terrain sur les résidus miniers ont démontré que la mobilité des métaux dépend du pH et du potentiel rédox dû au fait qu'ils contrôlent la spéciation et l'association des métaux dans les résidus. Des métaux immobilisés (par précipitation secondaire ou par adsorption) peuvent passer en solution s'il y a changement du pH et/ou du potentiel rédox. En fonction du pH, certains métaux présentent un comportement amphotérique avec une lixiviation élevée aux pH acide et alcalin, et faible à pH neutre. La lixiviation est cependant plus importante à pH acide qu'à pH alcalin dû à la précipitation des hydroxydes de métaux lourds à pH élevé (Al-Abed et al. 2006, 2008). Le pH affecte également la lixiviation des métaux par son influence directe sur les mécanismes d'adsorption/désorption et de

dissolution (Van der Sloot et al. 1996; Chang et al. 2001; Al-Abed et al. 2006, 2007, 2008 ; Tabelin et al. 2013). Le pH est un facteur important qui contrôle à la fois le relargage des métaux toxiques et la toxicité des métaux aux organismes aquatiques (Stiernström et al. 2013). Une comparaison entre les résultats de lixiviation en milieu oxygéné et anoxique montre que le potentiel rédox influence peu la lixiviation de certains métaux comme le cuivre, le plomb, le fer, l'arsenic et le zinc (Al-Abed et al. 2006, 2007). La lixiviation sous conditions oxydantes peut montrer des tendances différentes comparée à la lixiviation en conditions réductrices (Van der Sloot et al. 1996).

2.5 Les mécanismes contrôlant le relargage des métaux

La lixiviation des métaux est un processus complexe et plusieurs mécanismes peuvent intervenir dans le relargage de ces métaux. Il demeure important de déterminer les mécanismes intervenant dans la lixiviation des métaux lourds, afin d'expliquer les différences entre les résultats des différents essais (Al-Abed et al. 2006). La lixiviation des métaux est contrôlée par plusieurs mécanismes comme l'adsorption/désorption, la dissolution, le pH, les réactions rédox et la présence d'autres éléments en solution (Washington State Department of Ecology 2003; Al-Abed et al. 2007 ; Singh and Hendry 2012). La solubilité des constituants inorganiques est influencée par les phénomènes de sorption et par la compétition avec d'autres métaux pour les ligands organiques présents (Washington State Department of Ecology 2003). D'autres mécanismes comme l'érosion et/ou l'oxydation, la dissolution sous des conditions réductrices extrêmes et la désorption de surface contrôlent aussi le relargage des métaux. Après le relargage par dissolution aux faibles ratios liquide/solide, c'est le mécanisme de transport diffusif dû au gradient de concentration qui contrôle la lixiviation des métaux. À noter aussi que le mécanisme qui contrôle la lixiviation des métaux dépend des éléments présents. La dissolution des métaux oxyanioniques comme l'arsenic et le sélénium dépend de la dissolution et de leur interaction avec les oxydes de métaux lourds (Al-Abed et al. 2006, 2007, 2008), tandis que celle des métaux divalents dépend de la disponibilité de ces métaux et des mécanismes de dissolution/précipitation (Al-Abed et al. 2008). La lixiviation contrôlée par la sorption de contaminants sur les phases minérales des oxydes de métaux lourds est potentiellement importante pour les matériaux altérés dû au changement de la minéralogie et à l'augmentation des proportions des phases minérales de sorption (Van der Sloot et al. 1996 ; Plante et al. 2010a). D'autres paramètres de la composition

de l'eau ou du lixiviat comme le pH, la concentration en matière organique ou la force ionique influencent la sorption des métaux comme l'arsenic (Ghosh et al. 2004). La présence d'autres métaux influence le résultat de la lixiviation des métaux ; Vann et al. (2006) ont montré que la présence de métaux ferreux diminue la lixiviation du plomb, mais augmente celle du zinc. Ils ont aussi démontré que la présence des oxydes de fer ferrique diminue la concentration du plomb par adsorption.

2.6 Analyse critique de l'essai TCLP

Les essais de lixiviation en batch sont utilisés pour l'évaluation de la lixiviation tout comme les essais de lixiviation dynamiques, mais il existe plusieurs critiques dans l'utilisation des essais en batch, notamment à l'endroit de l'essai TCLP. Ce dernier a été conçu pour simuler la lixiviation des métaux lourds et des composés organiques des rejets industriels qui seront co-disposés dans les sites d'enfouissement municipaux (US EPA 1995). De ce fait, l'essai TCLP est limité pour la prédiction de la lixiviation des résidus des procédés de traitement des minerais, notamment à cause du choix de la solution d'extraction, du pH et de l'alcalinité des rejets, de la taille des particules et du potentiel rédox (Al-Abed et al. 2006). L'essai TCLP s'est avéré inadéquat à lixivier les éléments formant des oxyanions (Sb, As, Mo, Se, V), à cause de facteurs tels que le pH, le potentiel rédox et l'interaction avec les autres métaux qui ne sont pas pris en compte dans l'essai TCLP, et de ce fait peuvent conduire à une fausse estimation du potentiel de lixiviation des oxyanions (Hooper 1998; Ghosh et al. 2004 ; Al-Abed et al. 2007). Aussi, l'essai TCLP ne contient pas de directives spécifiques à propos la taille minimale des particules et le temps de contact limite entre la solution d'extraction et l'échantillon. Les données expérimentales montrent qu'on peut avoir une différence de concentration finale du lixiviat si ces paramètres ne sont pas considérés. Une meilleure justesse serait obtenue en utilisant une taille minimale et maximale des particules, ce qui pourrait rendre l'essai TCLP plus valide. Toutefois, pour contrôler la précision et rendre l'essai TCLP plus fiable, une taille des particules minimale doit être utilisée. Le processus de lixiviation débute une fois que la solution d'extraction est mise en contact avec l'échantillon et continue jusqu'à la filtration du lixiviat. Le temps de contact s'avère un facteur important à tenir compte durant l'essai TCLP, un temps de contact minime devrait donc être indiqué dans les directives de l'essai. Il doit y avoir des restrictions sur ces deux paramètres pour rendre les résultats du TCLP fiables et comparables (Janusa et al. 1998). Des études ont montré

que l'essai TCLP simule mal le pH alcalin (Hooper 1998), le potentiel rédox faible, l'activité biologique, la longue durée de rétention et la composition organique des décharges (Ghosh et al. 2004). L'essai TCLP est inadéquat pour simuler l'activité biologique dû au degré d'agitation élevé qui pourrait détruire la structure délicate de biomasse (Jong and Parry 2005). L'essai TCLP spécifie un pH acide, un environnement oxydant et abiotique et une courte durée (18 h) de contact. Cela se traduit par une différence au niveau de la quantité extraite des métaux par le TCLP par rapport aux quantités lixiviées sur le terrain (Ghosh et al. 2004). L'essai TCLP donne toujours des concentrations maximales des lixiviats pour les échantillons environnementaux pour le cuivre (Cu) et le zinc (Zn) (Chang et al. 2001). Leur étude démontre que le TCLP devrait être utilisé comme une méthode pour évaluer la lixiviabilité des rejets ayant de faibles teneurs en métaux et une faible alcalinité.

2.7 Critères de choix entre les essais de lixiviation dynamiques et en batch

Les essais de lixiviation sont conçus pour une application dans des conditions données. Une utilisation de ces essais dans des conditions pour lesquelles l'essai n'est pas adapté pourrait conduire à des résultats difficiles à interpréter. Des études ont été menées sur l'utilisation des différents essais de lixiviation (dynamiques et en batch). Les essais en colonne, par exemple, donnent des résultats sur la lixiviabilité des substances à de faibles ratios liquide/solide. L'objectif des essais en colonne est d'accélérer les réactions géochimiques naturelles (oxydation des sulfures, neutralisation d'acide, etc.) afin de prédire la qualité d'eau à long terme, alors que l'objectif des essais en batch est de simuler la qualité du lixiviat et la quantité lixiviée des substances à partir des matériaux dans des conditions spécifiques à chaque essai. Ces essais sont basés sur la supposition que l'équilibre chimique est atteint durant l'essai. L'équilibre est plus rapidement atteint avec un volume réduit d'eau en contact avec le matériel qu'avec un grand volume. Avec les essais en batch, l'agitation permet rapidement d'atteindre l'équilibre. Par contre, avec un ratio liquide/solide faible pour les essais en colonne (par rapport aux essais en batch), l'équilibre est atteint plus rapidement (Fällman and Aurell 1996). La quantité lixiviée dépend du ratio liquide/solide pour les deux essais. Aussi, le flux continu de la solution d'extraction dans les essais en colonne facilite la lixiviation et les substances déjà lixiviées ne sont plus en contact avec le matériel, ce qui réduit leur influence sur la lixiviation, contrairement

aux essais en batch où les substances déjà lixiviées restent en contact avec le lixiviat jusqu'à la fin de l'essai. Al-Abed et al. (2008) mentionnent que l'utilisation des essais de lixiviation en batch devrait être limitée vu que ces essais ne simulent pas adéquatement les conditions de lixiviation à long terme sur le terrain. Une attention particulière doit être prêtée à l'interprétation du maximum de lixiviation des métaux car les essais en batch peuvent surestimer le potentiel de relargage dû aux limitations de transfert de masse négligeable et à l'absence des facteurs géologiques et hydrogéologiques. Les essais en colonnes (et les essais de lixiviation dynamiques en général) permettent de suivre le relargage des métaux sur de longues durées et aussi d'identifier les variations temporelles dans la concentration des contaminants. Ils permettent aussi de suivre la variabilité de la concentration du lixiviat quand l'échantillon entre en contact avec une autre phase solide (Al-Abed et al. 2008).

Le choix entre les essais en colonne (essais dynamiques) et les essais en batch dépend de l'information recherchée. L'essai en colonne est préféré si on veut une grande précision dans les résultats, pour de faibles quantités lixiviables ou pour des processus de lixiviation à de faibles ratios liquide/solide. Par contre, on utilise les essais en batch si on veut des résultats rapidement, mais ils donnent une estimation grossière de la lixiviation et l'équilibre peut ne pas être atteint durant ces essais (Fällman and Aurell 1996). Les essais en colonnes sont plus proches des conditions de terrain que les essais en batch et sont devenus, ces dernières années, populaires dans l'évaluation du potentiel de lixiviation des contaminants de différents types de matériaux. Ils sont plus proches des conditions de terrain en terme de faible ratio liquide/solide par rapport aux essais en batch (Grathwohl 2014). Les propriétés des rejets qui régissent le relargage des métaux sont trop complexes pour être évaluées par un seul essai de lixiviation. Le type d'essai dépend du but de l'étude. La préoccupation majeure serait la multiplication possible des essais de lixiviation avec différents objectifs et conditions (Van der Sloot et al. 1996). Une combinaison de plusieurs essais de lixiviation comme les essais en colonne, les essais de disponibilité à la lixiviation et les essais à pH statique permettant de couvrir les aspects importants de la lixiviation est suggérée (Van der Sloot et al. 1996). Enfin, une compréhension des processus contrôlant la lixiviation et une modélisation du relargage des métaux capable de prédire le comportement à la lixiviation sur le long terme sont importantes pour permettre de prendre de décisions plus réalistes basées sur les résultats des essais de lixiviation (Van der Sloot et al. 1996).

2.8 Difficultés de la comparaison des résultats des essais de lixiviation entre eux

Les essais de lixiviation en batch et dynamiques sont appliqués dans des conditions différentes qui influencent sur le résultat obtenu et entravent une comparaison directe des résultats de ces essais. Les différences entre les essais de lixiviation dynamiques et en batch sont la longue durée (des semaines ou des années) pour les essais dynamiques contre une extraction à court terme (heures à des jours) pour les essais en batch (Chang et al. 2001), le ratio liquide/solide plus faible avec les essais dynamiques (Fällman and Aurell 1996), la taille des grains qui est plus grossière avec les essais dynamiques, la solution d'extraction (Chang et al. 2001), l'environnement d'extraction plus calme pour les essais dynamiques contre une extraction agitée pour les essais en batch (Jong and Parry 2005) et les processus géochimiques ayant lieu durant les essais. Comme ces facteurs ont une influence sur les résultats des essais, une comparaison des résultats des deux types d'essais est donc complexe. Les essais en batch sont aussi réalisés dans des conditions différentes les uns des autres rendant ardue la comparaison directe des résultats de ces essais. Les facteurs d'influence qui pourraient compliquer la comparaison des résultats des essais à court terme sont, entre autres, la taille des particules, le temps de contact, la solution d'extraction et le pH (Al-Abed et al. 2006). Le Tableau 2.7 résume les différences entre les essais de lixiviation en batch et les essais de lixiviation dynamiques.

Tableau 2.7 : Différences entre les essais de lixiviation en batch et dynamiques

	Essais cinétiques.	Essais de lixiviation en batch
Mode opératoire	Ratio L/S < 1; Solution d'extraction : généralement de l'eau déionisée ou de l'eau de pluie; Alternance de cycles de séchage et de mouillage pendant plusieurs semaines; Temps de contact : 4 heures environ; Sans agitation.	Ratio L/S > 1; Solution d'extraction : eau déionisée ou une solution aqueuse d'acide organique ou inorganique; Condition saturée en continu; Temps de contact : quelques minutes à plusieurs jours; Avec agitation.
Processus géochimiques	Oxydation des sulfures avec génération d'acide et de sulfates; Processus de dissolution et précipitation des minéraux.	Dissolution des minéraux solubles (principalement des minéraux secondaires dans le cas de rejets déjà altérés); Légère oxydation ou absence

CHAPITRE 3 DESCRIPTION DES MATÉRIELS ET DES MÉTHODES

Dans le cadre de l'étude plusieurs types de matériaux ont été utilisés : d'une part des données collectées sur d'anciens projets, et d'autre part des mélanges de phases minérales pures. Les propriétés physiques, chimiques et minéralogiques des différents matériaux ont été étudiées par différentes méthodes d'analyse. Les méthodes d'analyses utilisées ainsi que les résultats des différentes caractérisations sont présentées dans ce chapitre.

3.1 Description des échantillons : phases minérales et mélanges

3.1.1 Les phases minérales

Pour les besoins de l'étude, des minéraux purs ont été commandés auprès de différents fournisseurs. Il s'agit de la pyrite, la pyrrhotite et de l'arsénopyrite comme minéraux sulfureux générateurs d'acide, de la calcite et de la labradorite comme minéraux neutralisants, ainsi que de la silice (quartz) comme minéral de gangue. Le diagramme de la Figure 3-1 donne les opérations et analyses effectuées sur ces minéraux.

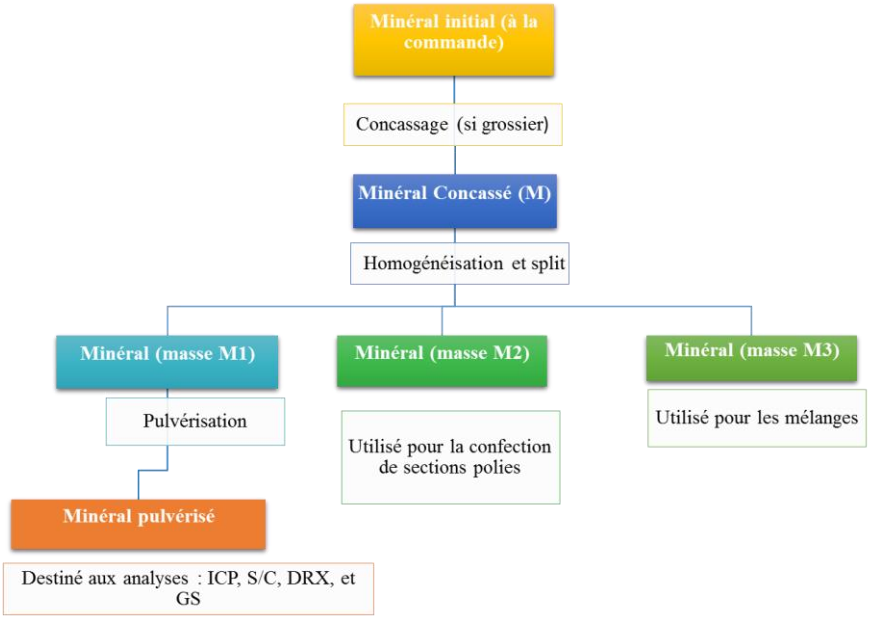

Figure 3-1:Organigramme des opérations et analysées effectuées sur les minéraux purs

3.1.2 Mélanges de minéraux purs

Afin de vérifier la pertinence des essais de lixiviation en batch en prédiction du drainage minier, six différents mélanges de minéraux purs (en proportions totalisant moins de 40 % dans du quartz) ont été constitués. Chaque mélange est fait avec deux potentiels de génération d'acide (PGA) différents (mélange incertain et mélange générateur d'acide) en jouant sur les compositions minérales. Pour ce faire, les pourcentages de chaque minéral à utiliser pour avoir le PGA désiré ont été calculés avec la formule de Paktunc (1999) modifiée par Bouzahzah et al. (2013).

La formule de Paktunc (1999) pour le calcul du potentiel de génération d'acide (PA) est donnée par l'équation 3.1 :

$$PA = \sum_{s=1}^{m} \left(\frac{n_s * 98 * X_s * 10}{w_s} \right) \qquad 3.1$$

Avec :

- PA : potentiel de production d'acide.
- n_s : nombre de moles de H_2SO_4 formées par oxydation d'une mole d'une mole du minéral sulfureux s
- 98 : poids moléculaire de H_2SO_4 ($g.mol^{-1}$)
- X_s : quantité en % poids du minéral sulfureux s dans l'échantillon
- 10 : facteur de conversion pour avoir des $kg.t^{-1}$
- W_s : poids moléculaire du minéral sulfureux s ($g.mol^{-1}$)
- m : nombre de minéraux sulfureux dans l'échantillon

Pour tenir compte du taux d'acide produit par chaque sulfure, Bouzahzah et al. (2013) ont modifié l'équation de calcul du PA de Paktunc (1999) en y intégrant un facteur de réactivité relative (r). Ce facteur est basé sur les taux de production d'acide de la chalcopyrite, de la sphalérite, de l'arsénopyrite et de la galène comparés à celui de la pyrite et de la pyrrhotite pour lesquelles ce facteur est arbitrairement fixé à 1. Ils ont proposé des facteurs r de 0,23 pour la

chalcopyrite, de 0,26 pour la sphalérite, de 2,54 pour l'arsénopyrite et de 0,06 pour la galène. Cette équation modifiée a été utilisée pour le calcul du PA des sulfures.

La formule de calcul du potentiel de neutralisation (PN) proposée par Paktunc (1999) est donnée dans l'équation 3.2 :

$$\mathrm{PN} = \sum_{i=1}^{k} \left(\frac{98 * \mathrm{X}_i * 10}{n_{M,i} * \mathrm{w}_i}\right) \qquad 3.2$$

Avec :

- PN : potentiel de neutralisation d'acide
- 98: poids moléculaire de H_2SO_4 ($g.mol^{-1}$)
- 10 : facteur de conversion pour avoir des $kg.t^{-1}$
- X_i : quantité en % poids moléculaire du minéral neutralisant i dans l'échantillon
- W_i : poids moléculaire du minéral neutralisant i ($g.mol^{-1}$)
- $n_{M,\ i}$: nombre de mole du minéral neutralisant i pour neutraliser une mole d'acide sulfurique
- k : nombre de minéraux neutralisants dans l'échantillon

En utilisant ces équations de calculs de PA et de PN, les pourcentages des différents minéraux à utiliser dans les différents mélanges ont été ajustés de sorte à voir des mélanges générateurs d'acide et des mélanges situés dans la zone d'incertitude. Le critère de classification du PGA utilisé est le 2e critère ABA comme illustré sur la Figure 3-2.

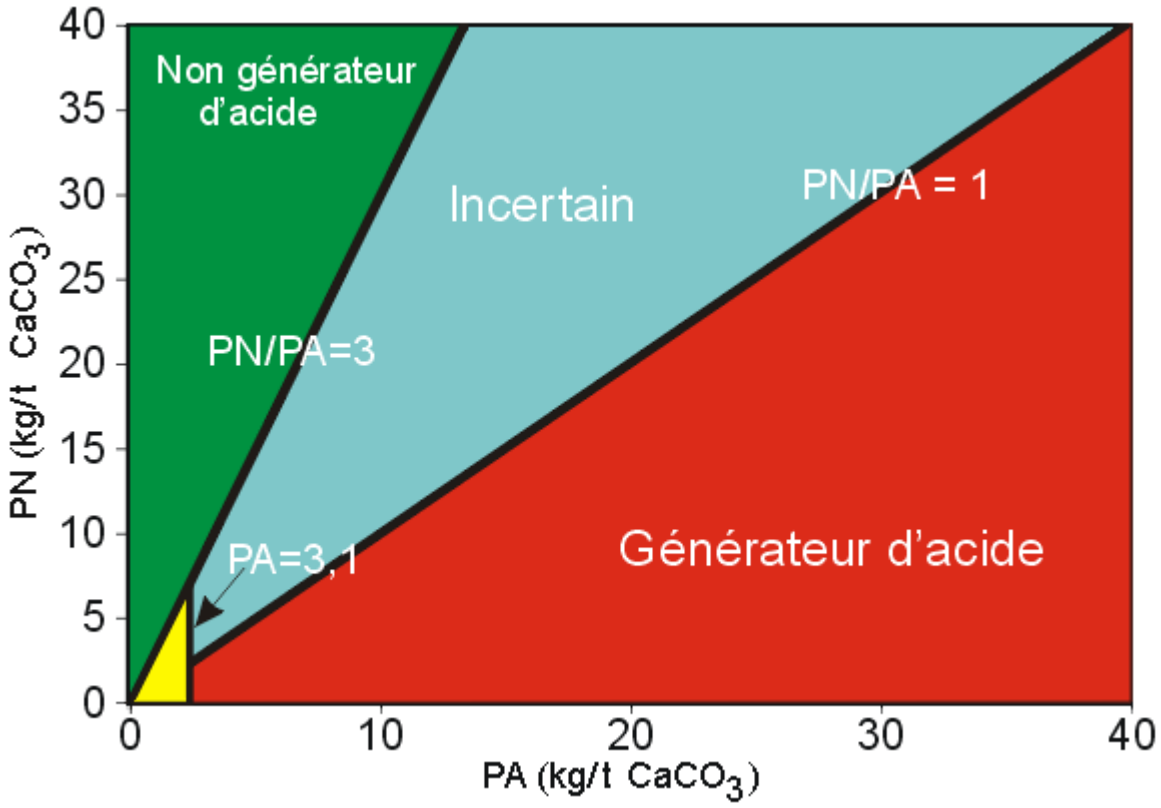

Figure 3-2 : Représentation graphique de l'interprétation du potentiel de génération d'acide avec le 2e critère ABA (adapté de Aubertin et al. (2002))

Le Tableau 3.1 donne les pourcentages des minéraux dans les différents mélanges.

Tableau 3.1 : % des différents minéraux dans les mélanges

Mélanges	% des différents minéraux dans les mélanges					
	Pyrite	Pyrrhotite	Arsénopyrite	Calcite	Labradorite	quartz
Mélange#1-I	7	-	-	13	-	80
Mélange#1- G	7	-	-	6	-	87
Mélange#2-I	6	-	-	-	31	63
Mélange#2- G	6	-	-	-	15	79
Mélange#3-I	-	8	-	11	-	81
Mélange#3- G	-	8	-	5	-	87
Mélange#4-I	-	6	-	-	22	72
Mélange#4- G	-	6	-	-	8	86
Mélange#5-I	-	-	5	10	-	86
Mélange#5- G	-	-	5	4	-	91
Mélange#6-I	-	-	4	-	19	77
Mélange#6- G	-	-	4	-	8	88
Mélange#7-I	7	-	5	21	-	67
Mélange#7- G	7	-	5	15	-	73
Mélange#8-I	5	6	-	16	-	73
Mélange#8- G	5	6	-	10	-	79

Pour chaque mélange, une quantité de 300 g a été préparée. Le diagramme de la Figure 3-3 donne les différentes analyses réalisées sur les mélanges.

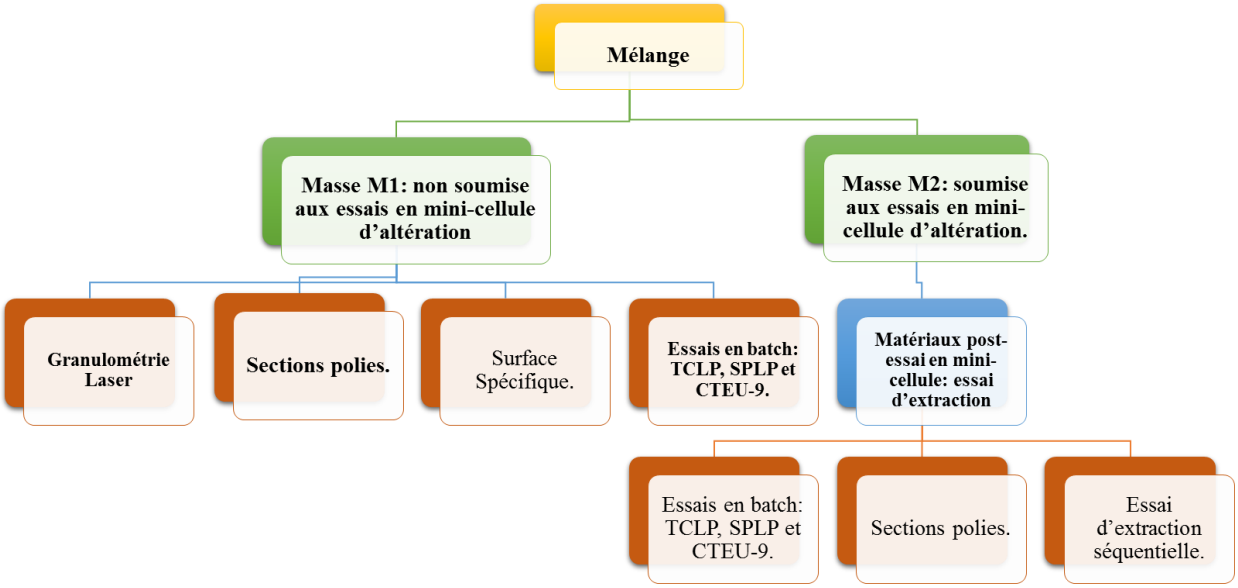

Figure 3-3:organigramme des analyses et essais réalisés sur les mélanges

3.1.3 Description des données collectées

Des résultats d'essais cinétiques (essai en colonne et essai en cellule humide) et d'essais de lixiviation en batch (essais TCLP, SPLP et CTEU-9) réalisés sur différents projets à l'URSTM ont été collectés. Les données ont été collectées sur un ensemble de 41 échantillons provenant de 9 projets différents. Ces projets ont porté sur l'analyse d'échantillons provenant de 7 projets miniers, d'un site minier en opération et d'une usine métallurgique. Les échantillons sont essentiellement des échantillons de stériles (24 sur les 41), d'échantillons de résidus (12 sur les 41) et de quelques échantillons de minerais (5 sur les 41). La durée des essais cinétiques varie d'un projet à un autre. La durée pour les essais en colonne varie entre 29 et 64 semaines, et entre 20 et 189 semaines pour les essais en cellule humide.

Les données collectées sont les concentrations des lixiviats en mg/l. Elles ont été ensuite converties en mg/kg. La conversion tient compte de la quantité de matériel utilisée pour les essais cinétiques, et du ratio liquide/solide pour les essais de lixiviation. Pour les essais cinétiques, les valeurs stabilisées ont été considérées. Les données en mg/kg ont par la suite été converties en mg/kg/jour, permettant d'avoir les taux journaliers de lixiviation.

3.2 Description des méthodes de caractérisation

3.2.1 Concassage/pulvérisation

Les minéraux purs grossiers (pyrrhotite et arsénopyrite) ont été concassés. Un concasseur à mâchoire de 5 cm d'ouverture a été utilisé à cet effet. Une fois les mélanges constitués, ils ont été pulvérisés pour avoir une taille de grains désirée. Une pulverisette Mill PULVERISETTE 5 de FRITSCH a été utilisée à cet effet.

3.2.2 Analyse au granulomètre laser

Les mélanges ont été soumis au granulomètre laser pour déterminer le D_{80} recherché. L'objectif était d'avoir des mélanges dont le D_{80} serait proche de celui des résidus miniers. Ils ont été d'abord pulvérisés pour avoir une taille de grains adaptée pour l'analyse au granulomètre laser. Ensuite une première analyse granulométrique a été faite pour avoir une idée de la valeur du D_{80}. S'il ne convenait pas, l'échantillon est repulvérisé tout en ajustant le temps de pulvérisation pour ne pas avoir de matériaux trop fins. Cette séquence est répétée jusqu'à l'obtention d'un D_{80} entre 100 et 200 µm. L'appareil utilisé est un granulomètre laser Mastersizer S de Malvern (Mercus 2009). Celui-ci mesure la déviation d'un faisceau laser ayant traversé une suspension aqueuse du matériau à analyser. L'ampleur de cette déviation dépend de la taille de la particule rencontrée, tandis que l'intensité lumineuse du rayon dévié dépend de la quantité de particules d'une classe de taille donnée. Sa précision est de ±2 % en volume sur le diamètre médian.

3.2.3 Analyse de la densité relative

La densité relative (G_s) des minéraux purs a été déterminée au pycnomètre à hélium (Micromeritics Accupyc 1330). Une masse connue de l'échantillon est introduite dans une chambre d'analyse. Un volume d'hélium y est introduit et sa pression est mesurée. L'appareil permet ensuite à l'hélium de traverser dans une chambre d'expansion à volume connu et mesure la pression d'équilibre. Avec la loi des gaz parfaits, le volume de l'échantillon analysé est calculé. La densité est calculée en divisant la masse par le volume de l'échantillon et par la masse volumique de l'eau à 4°C (qui est de 1 g/cm^3). L'erreur absolue du résultat est évaluée à ±0,01.

3.2.4 Analyse de la surface spécifique

La surface spécifique des mélanges a été déterminée avant leur soumission aux essais en mini-cellule d'altération. Elle est déterminée à l'aide d'un analyseur Micromeritics Gimini III 2375. Au cours de l'analyse, un tube contenant une masse connue d'échantillon sec et un tube de référence vide sont plongés dans de l'azote liquide. Une pression de gaz (hélium) est alors ajoutée aux deux tubes. Une partie du gaz dans le tube échantillon est adsorbée à la surface des grains de l'échantillon et occasionne une chute de pression dans le tube. La relation entre la quantité de gaz adsorbé sur l'échantillon et la surface spécifique est alors effectuée à l'aide de la méthode BET (Brunauer et al. 1938). Comme la masse de l'échantillon est connue, il est possible d'évaluer la surface par unité de masse, qui est la surface spécifique. L'erreur absolue est de $\pm 0{,}01\ m^2/g$.

3.2.5 Analyse de la composition chimique

La composition chimique des minéraux purs a été déterminée par analyse ICP-AES, ce qui a permis de détecter les éventuelles impuretés des phases minérales. Une digestion des échantillons est d'abord effectuée avec du HNO_3, du Br_2, du HF et du HCl. L'analyse élémentaire est effectuée par spectrométrie d'émission atomique au plasma à couplage inductif (ICP-AES) avec un appareil Perkin Elmer Optima 3100 RL. Vingt-deux éléments sont analysés : l'aluminium (Al), l'arsenic (As), le baryum (Ba), le béryllium (Be), le bismuth (Bi), le calcium (Ca), le cadmium (Cd), le cobalt (Co), le chrome (Cr), le cuivre (Cu), le fer (Fe), le magnésium (Mg), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le nickel (Ni), le plomb (Pb), le soufre (S), l'antimoine (Sb), le sélénium (Se), l'étain (Sn), le titane (Ti) et le zinc (Zn).

3.2.6 Analyse de soufre et de carbone

Le soufre et le carbone totaux des minéraux purs ont été déterminés par fournaise à induction. Cette analyse permet également de détecter d'éventuelles impuretés des phases minérales en comparant les concentrations obtenues aux valeurs théoriques supposées des différents minéraux. L'analyse est effectuée en utilisant la fournaise à induction de l'appareil ELTRA CS-2000 carbon/sulfur determinator. L'échantillon est soumis à la combustion en présence d'oxygène grâce à un four à induction de haute fréquence intégré dans l'appareil. Les gaz de combustion sont filtrés, traités et analysés par absorption infrarouge. Lors de la combustion, le sulfure et le

carbone sont oxydés respectivement en SO_2 et CO_2. Les quantités de SO_2 et CO_2 produites lors de la combustion sont rapportées à la masse initiale de l'échantillon. Un logiciel calcule les concentrations en S_{total} et C_{total} en ppm ou en % massique.

3.2.7 Analyse au DRX

La méthode d'analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) est basée sur le principe que chaque minéral possède un ou plusieurs plans cristallographiques caractéristiques qui provoquent une diffraction des rayons X. Pour cette analyse, les échantillons de minéraux purs ont été finement broyés en suspension dans de l'isopropanol avec un pulvérisateur McCrone Micronizing Mill pour atteindre une granulométrie où environ 90 % des particules sont de taille inférieure à 10 µm. Ils sont par la suite séchés et analysés avec un diffractomètre Bruker A.X.S. Advance D8 en mode $\theta/2\theta$ pour les angles de diffraction de 5° à 70°. Le logiciel EVA a été utilisé pour l'identification des minéraux et le logiciel TOPAS, qui utilise l'approche de Rietveld (1993), a permis leur quantification. L'analyse au DRX permet une caractérisation des phases minérales pures et aussi de mettre en évidence d'éventuelles impuretés.

3.2.8 Analyse aux microscopes optique et électronique à balayage

Des sections polies ont été confectionnées sur les minéraux purs et sur les matériaux post-démantèlement des essais en mini-cellules d'altération. Ces sections ont été étudiées au microscope optique (MO) et au microscope électronique à balayage (MEB).

Le MEB utilisé pour les analyses est un modèle Hitachi S-3500N couplé à un spectromètre EDS X-Max^N Silicon Drift Detector (SDD) 20 mm^2 de Oxford Instruments. Un faisceau d'électrons bombarde une surface polie de l'échantillon de manière à la balayer. Le volume d'interaction du faisceau avec la surface est appelé la poire d'interaction. Ce volume rétrodiffuse les électrons, les transmet et émet des électrons Auger et secondaires, des rayons X, ainsi que de la cathodoluminescence (Ammou and Vermeulin 1989). Les électrons secondaires reproduisent l'image de l'échantillon en permettant de distinguer sa topographie. La quantité d'électrons rétrodiffusés quant à elle augmente avec le numéro atomique des atomes et montre les différences chimiques de la surface. Les zones constituées d'atomes de plus faibles numéros atomiques seront affichés en plus foncé et de plus forts numéros atomiques en plus clair. Le spectromètre à dispersion d'énergie (EDS-SDD) est utilisé en microanalyse X, où les rayons X émis par les

atomes de l'échantillon sont captés, permettant de distinguer et de quantifier les éléments chimiques présents. Les rayons X sont analysés afin de déterminer la chimie de surface d'un point de l'échantillon avec une limite de détection des éléments d'environ 1000 à 5000 ppm (0,1 à 0,5 % à l'échelle du grain observé).

3.3 Description des essais utilisés dans l'étude

3.3.1 Les essais de lixiviation en batch

Les essais de lixiviation en batch utilisés dans l'étude sont : l'essai TCLP, l'essai SPLP et l'essai CTEU-9. Les conditions de réalisations de ces essais sont présentées au Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Conditions de réalisation des essais en batch.

Test	Solution de lixiviation	Paramètres de réalisation
TCLP (U.S. EPA Method 1311)	Solution 1: solution d'acide acétique, ajusté à un pH de 4.93 avec une solution d'hydroxyde de sodium. Solution 2: solution d'acide acétique à un pH de 2,88.	Taille des particules : 9.5 mm Ratio liquide/Solid : 20 Durée: 18 h Séchage : non Besoin d'un pré-test: oui Système fermé
SPLP (U.S. EPA Method 1312)	Solution d'acide nitrique et d'acide sulfurique à un pH de 4,2.	Taille des particules : 9.5 mm Ratio liquide/Solid : 20 Durée: 18 h Séchage : non Besoin d'un pré-test: non Système fermé
CTEU-9 (Stegemann and Cote 1991)	Eau déionisée à un pH neutre (pH 7)	Taille des particules : <150µm Ratio liquide/Solid : 4 Durée: 7 jours Séchage : non Besoin d'un pré-test: non Système fermé

3.3.2 Les essais cinétiques

Les essais cinétiques utilisés dans le cadre de la présente étude sont : l'essai en mini-cellule d'altération, l'essai en colonne et l'essai en cellule humide. Les essais en colonne et en cellule humide n'ont pas été réalisés durant l'étude, mais des résultats de ces essais ont été utilisés pour

des fins de comparaison. Par conséquent, les procédures de réalisation de ces essais ne sont pas décrites, mais le lecteur intéressé peut trouver de plus amples informations dans la littérature (Lawrence and Marchant 1991; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Bowell et al. 2006; Sapsford et al. 2009; Villeneuve et al. 2009; Plante et al. 2010a; Bouzahzah et al. 2015).

Par contre, l'essai en mini-cellule d'alteration a été realisé sur des melanges de mineraux purs dans l'étude. L'essai est basé sur la méthode développée par Cruz et al. (2001), adaptée et utilisé par Villeneuve (2004). Les mélanges ont été soumis aux essais en mini-cellule d'altération pour une oxydation des sulfures. Le but est d'avoir des matériaux altérés qui s'approcheraient l'état d'altération sur le terrain avant de les soumettre aux essais de lixiviation. Une masse de 67 g de chaque mélange a été utilisée. En tout 16 mini-cellules ont été montées pour les différents mélanges. L'appareillage utilisé est constitué d'entonnoirs Buchner de 9 cm de diamètre interne munis de filtres de porosité moyenne (0,45 µm). Les filtres sont maintenus en place par l'ajout d'une graisse de silicone. Cette opération vise aussi à empêcher la formation de chemins d'écoulement préférentiels qui pourraient se former sur les côtés de l'entonnoir. Le buchner contenant le matériel a été pesé. Un erlenmeyer à vide de 125 ml est placé sous le montage pour récupérer la solution de lixiviation. Les rinçages ont lieu le lundi et le jeudi de chaque semaine avec 50 ml d'eau déionisée. La solution est récupérée en appliquant une succion au montage après 3 h minimum de contact entre l'eau déionisée et le matériel. La masse de solution récupérée est notée à chaque rinçage. Le lixiviat du lundi est gardé au frigidaire jusqu'au jeudi. Il est ensuite mélangé à celui du jeudi pour avoir assez de solution pour faire les analyses. Les analyses effectuées sont entre autres : le pH, la conductivité, l'analyse ICP-AES, l'acidité et l'alcalinité. Les résultats des analyses sont compilés dans un fichier Excel au fur et à mesure.

3.3.3 L'essai d'extraction séquentielle

L'essai d'extraction séquentielle est réalisé sur les matériaux post-démantèlement des mini-cellules d'altération et post-essais en batch. Le but est de caractériser les phases minérales lixiviées à chaque étape de l'essai avant et après la réalisation des différents essais. Dans la présente étude, la procédure de Tessier et al. (1979) modifiée par Neculita et al. (2008) a été utilisée. Mais l'extraction s'est limitée aux trois premières fractions. Le Tableau 3.3 donne les

différentes fractions extraites, les réactifs utilisés ainsi que les conditions de réalisation de l'extraction séquentielle.

Tableau 3.3: Procédure d'extraction séquentielle de Tessier et al. (1979) modifiée par Neculita et al. (2008).

Fractions	Réactifs utilisés
Échangeable	8 ml de 1 M $MgCl_2$ (pH 7) à température ambiante pendant 1 h.
Soluble à pH acide	8 ml de 1 M NaOAc (pH 5) à température ambiante pendant 5 h.
Soluble en conditions réductrices	20 ml de 0,04 M $NH_2OH.HCl$ dans 25 % (v/v) HOAc à une température de 96°C pendant 6 h.
Soluble en conditions oxydantes	-3 ml de 0,02 M HNO_3 + 5 ml de 30% H_2O_2 (pH 2) chauffé à 85°C pendant 2 h. -Ajout de 3 ml de 30 % H_2O_2 (pH2) chauffé à 85°C pendant 3 h. - Ajout de 5 ml de 3,2 M NH_4OAC dans 20 % (v/v) de HNO_3 dilué à 20 ml et agité pendant 30 min.
Résiduelle	-Digestion avec HF-$HClO_4$

3.4 Résultats des caractérisations initiales

Les résultats de la caractérisation des données collectées, des phases minérales et des mélanges initiaux sont donnés dans les sections ci-dessous.

3.4.1 Résultats de la caractérisation des phases minérales

Des caractérisations physiques, chimiques et minéralogiques ont été effectuées sur les phases minérales. Ces caractérisations ont consisté à la détermination de la densité relative (G_s), de la teneur en soufre et en carbone (S/C), de la composition chimique (digestion ICP) et de la composition minéralogique (DRX).

Le Tableau 3.4 donne les résultats de la détermination de la densité relative. Il n'y a pas de grandes différences entre les valeurs mesurées et théoriques de la densité relative comme le

montre la régression linéaire de la Figure 3-4. Les teneurs en soufre et en carbone des minéraux purs sont données dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.4:Valeurs mesurées et théoriques de la densité relative des minéraux purs

Minéral	G_s mesurée (g/cm3)	G_s moyenne (web mineral) (g/cm3)	Plage des valeurs du G_s
Pyrite	5,014	5,01	5 à 5,02
Pyrrhotite	4,605	4,61	4,58 à 4,65
Arsénopyrite	6,103	6,07	5,92 à 6,22
Calcite	2,740	2,71	2,6 à 2,8
Labradorite	2,769	2,69	2,68 à 2,71
Silice	2,661	2,62	2,6 à 2,65

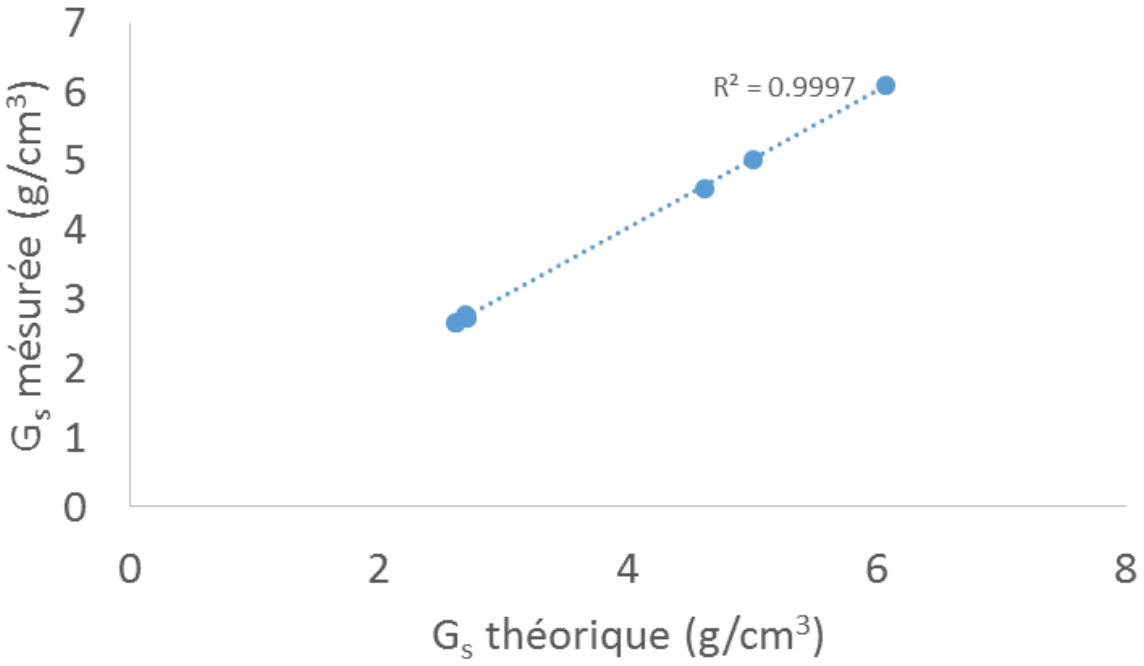

Figure 3-4:Comparaison des valeurs mesurées et théoriques de la densité relative des minéraux purs

Tableau 3.5:Teneur en soufre et en carbone des minéraux purs

Minéral	Teneur en soufre (S_{total}) déterminée	Teneur en soufre théorique (% p/p)	Teneur en carbone déterminée	Teneur en carbone (C_{total}) théorique (% p/p)
	LDM (% p/p) : 0,009		LDM (% p/p) : 0,05	
Pyrite	51,4	53,5	0,07	0
Pyrrhotite	38,57	36,5	<0,05	0
Arsénopyrite	20,95	19,7	<0,05	0
Calcite	0,046	0	11,82	12
Labradorite	0,078	0	<0,05	0
Silice	<0,009	0	<0,05	0

Le Tableau 3.6 donne l'interprétation des résultats de la caractérisation au DRX. Tous les minéraux semblent purs, sauf la calcite qui est un peu contaminée par du quartz, et la labradorite contaminée par la phlogopite, la chlorite, l'enstatite, l'actinolite, l'ilménite et la magnétite

Tableau 3.6 : Résultats de la caractérisation au DRX des minéraux purs

Minéral	% dans les échantillons de minéraux purs.					
	Pyrite	Pyrrhotite	Arsénopyrite	Calcite	Labradorite	Quartz
Quartz				1,5		100
Calcite				98,5		
Pyrite	100					
Pyrrhotite		100				
Chlorite					2,95	
Phlogopite					1,5	
Labradorite					84,02	
Actinolite					0,14	
Ilménite					0,21	
Magnétite					0,07	
Enstatite					11,1	
Arsénopyrite			100			

La composition chimique des minéraux purs est donnée au Tableau 3.7. L'analyse chimique montre une contamination dans la pyrrhotite avec du plomb (Pb), du cuivre (Cu), du magnésium

(Mg) et du zinc (Zn). La labradorite est aussi contaminée en magnésium (Mg). Les autres impuretés sont à des concentrations faibles.

Tableau 3.7:Composition chimique des minéraux purs

Éléments chimiques (mg/kg)	Minéraux purs					
	Pyrite	Pyrrhotite	Arsénopyrite	Calcite	Labradorite	Quartz
Al	<60	<60	<60	1725	103700	<60
As	<5	<5	373500	<5	<5	<5
Ca	<60	<60	<60	381600	68880	<60
Fe	513800	703700	381300	905	19190	2747
Mg	820	1121	472	1356	7951	<15
Mn	82	41	33	878	238	64
Na	0	198	290	5410	29100	0
Ni	370	174	175	31	170	262
$S_{(total)}$	444100	377300	127700	7406	871	<200
Cu	50	202	<10	12	18	13
Pb	121	2864	253	29	147	16
Zn	<55	101	<55	<55	<55	<55

Des sections polies ont été confectionnées sur les minéraux. Des observations au microscope optique et au MEB ont ensuite été réalisées. Ces observations ont permis de mettre en évidence la présence de grains de galène dans la pyrrhotite (voir Figure 3-5). La Figure 3-6 montre des images de grains de magnétite et d'ilménite retrouvés dans la labradorite.

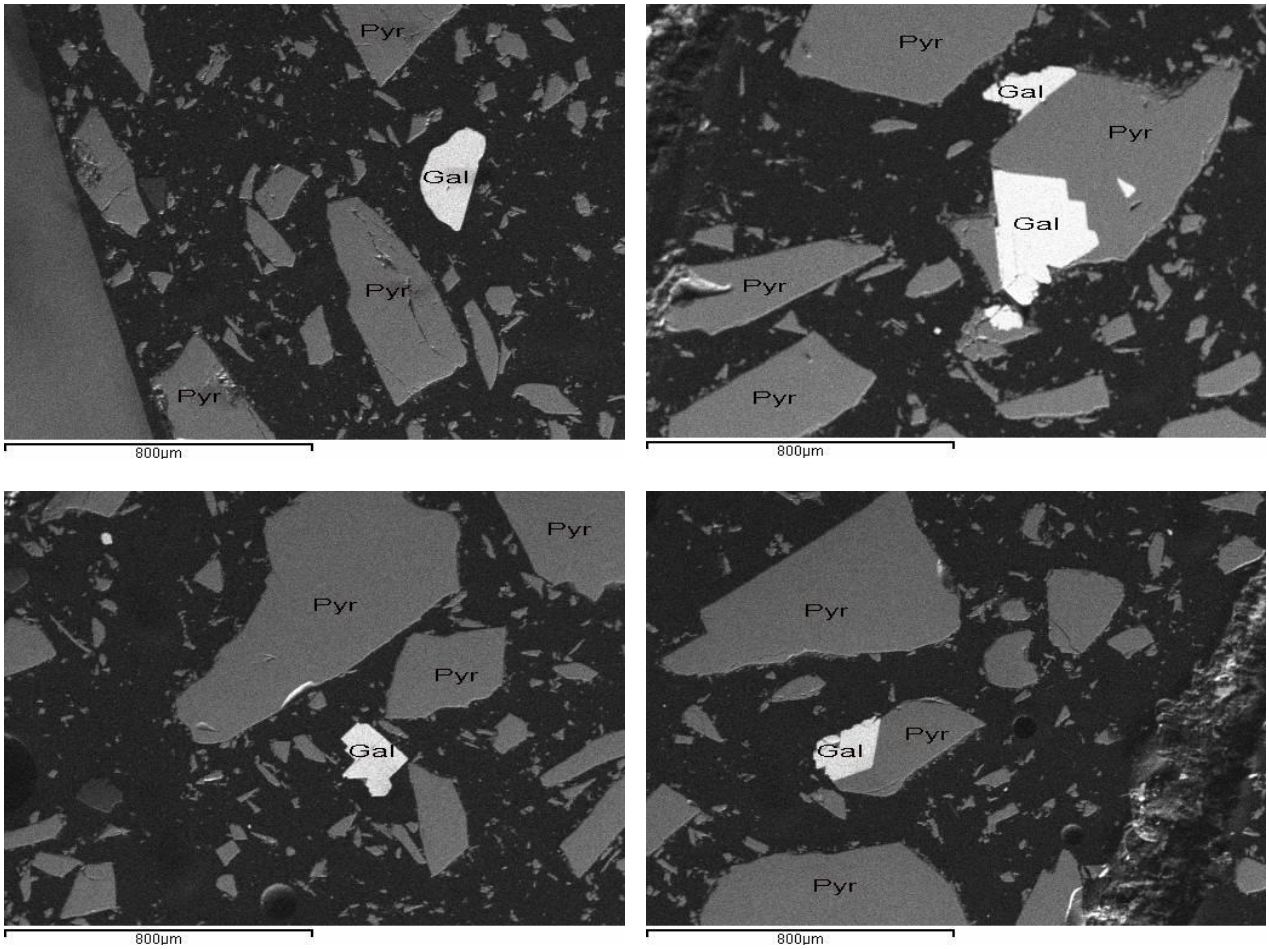

Figure 3-5 : Observations au MEB de la pyrrhotite (Gal : galène, Pyr : pyrrhotite)

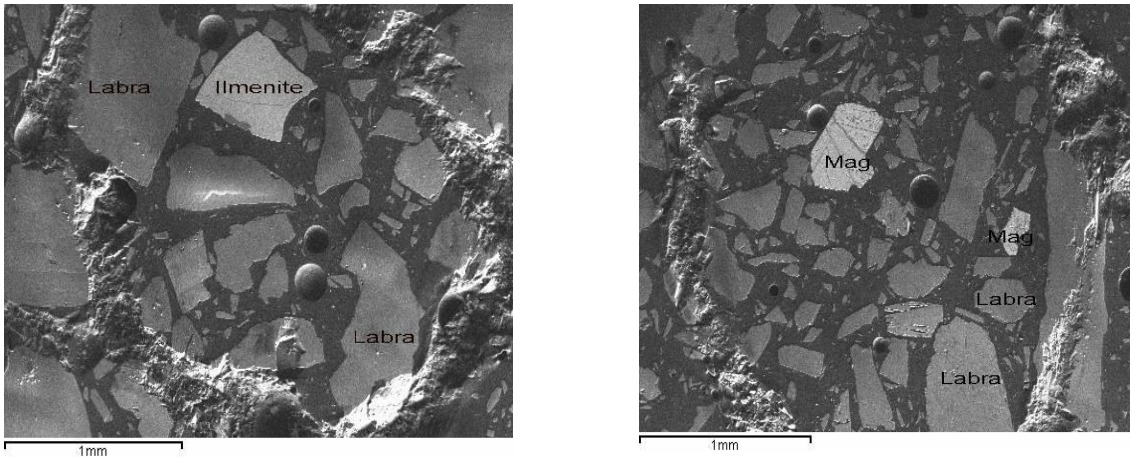

Figure 3-6 : Observations MEB montrant des grains de magnétite et d'ilménite dans la labradorite (Labra : labradorite, Mag : magnétite)

3.4.2 Résultats de la caractérisation des mélanges

Pour l'analyse granulométrique, les mélanges ont été pulvérisés de sorte à avoir un D_{80} proche de celui des résidus miniers. Le D_{80} des différents mélanges varie entre 100 et 175 µm. Les courbes granulométriques diffèrent d'un mélange à un autre. Mais pour un même mélange, les courbes granulométriques du mélange incertain et générateur sont les plus proches possibles. Les figures 3-7, 3-8, 3-9, 3-10, 3-11, 3-12, 3-13 et 3-14 donnent les différentes courbes granulométriques des mélanges incertains (incert) et générateurs d'acide (gene). Les courbes granulométriques de tous les mélanges ont été rassemblées pour des fin de comparaison à la Figure 3-15.

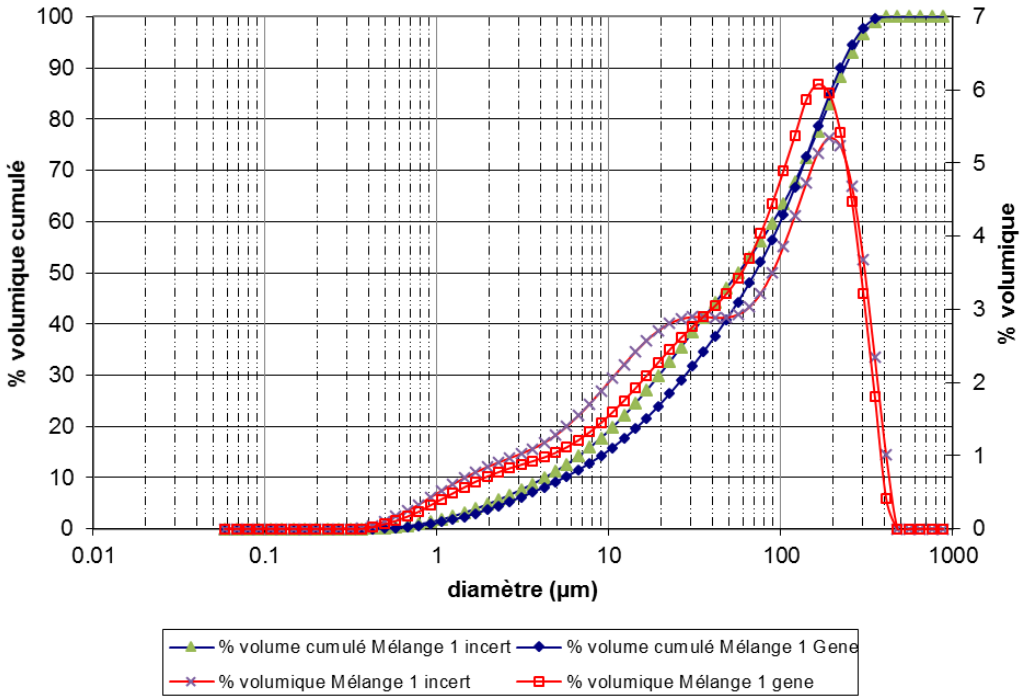

Figure 3-7 : Courbes granulométriques des mélanges 1-incertain et 1-generateur

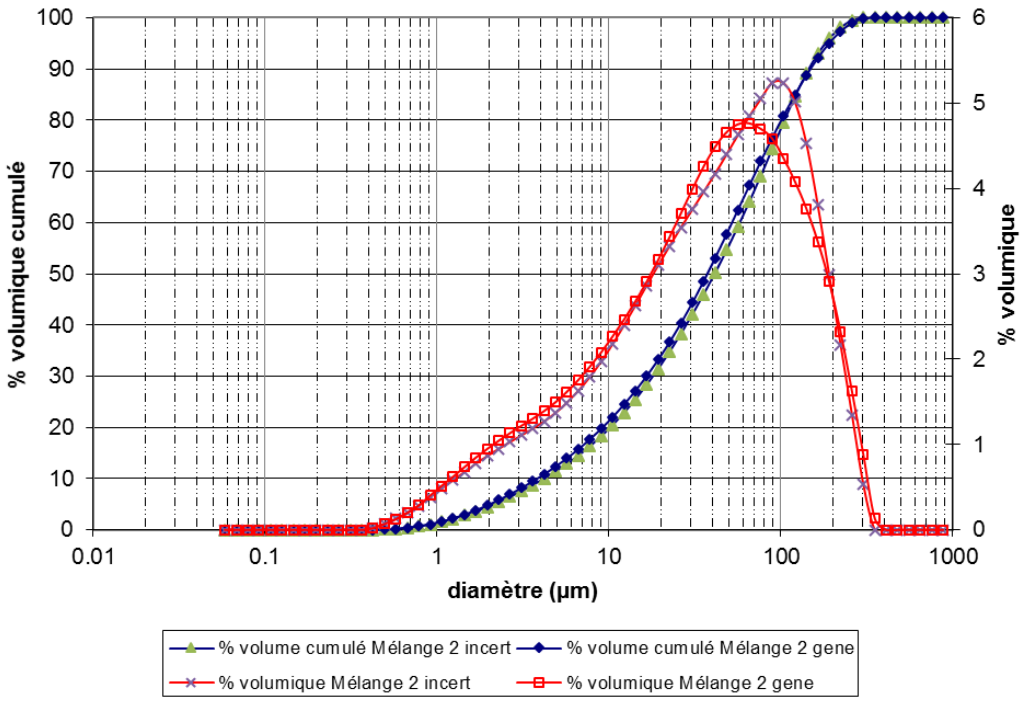

Figure 3-8 : Courbes granulométriques des mélanges 2-incertain et 2-generateur

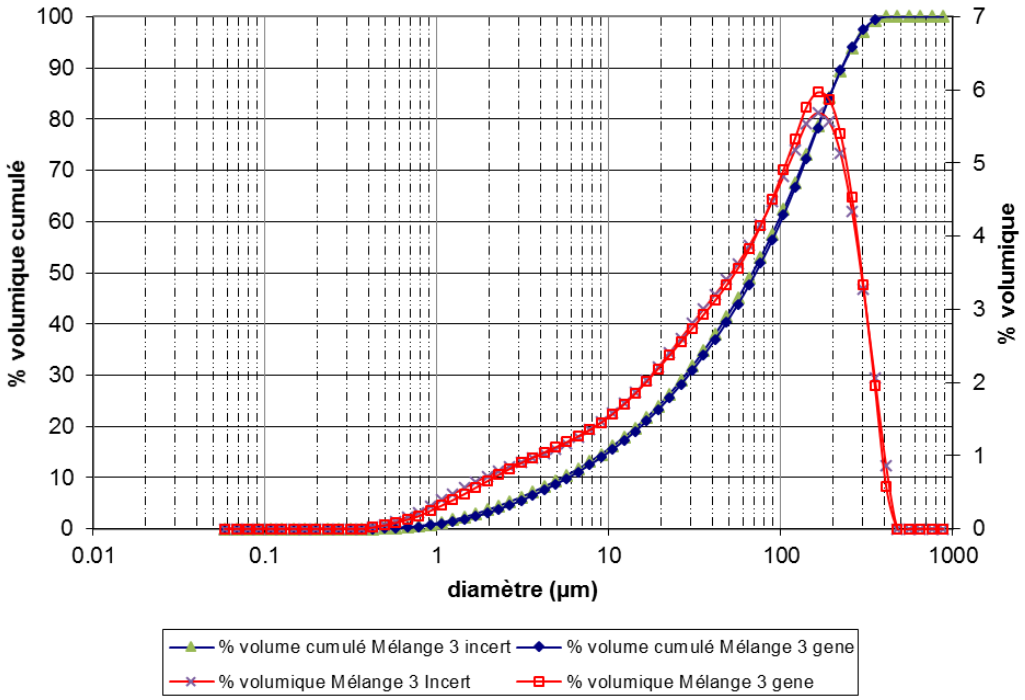

Figure 3-9 : Courbes granulométriques des mélanges 3-incertain et 3-generateur

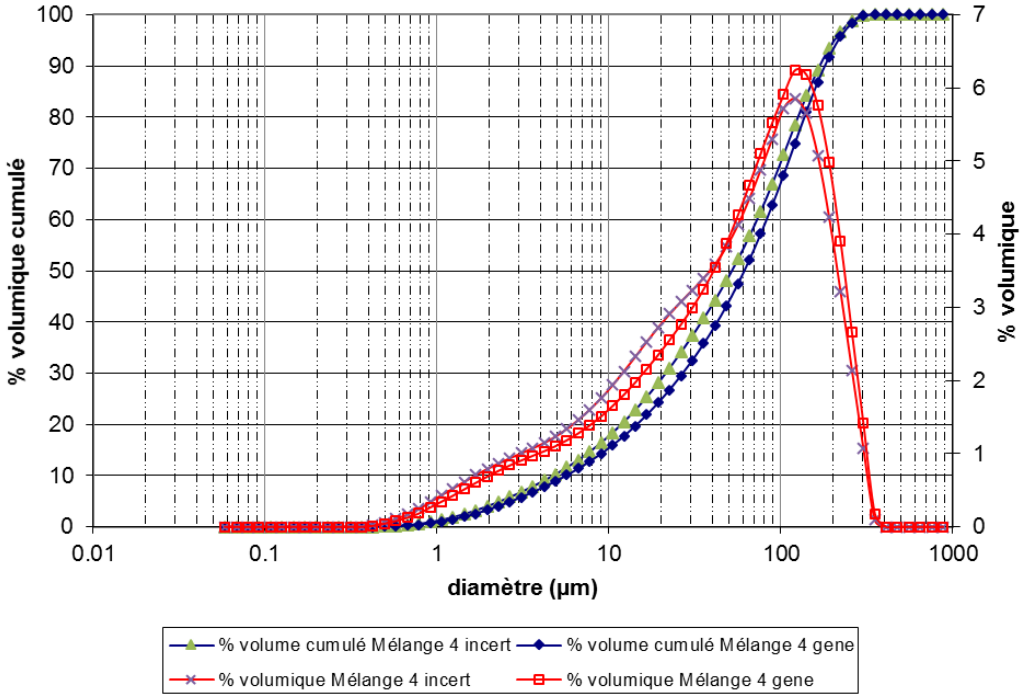

Figure 3-10 : Courbes granulométriques des mélanges 4-incertain et 4-generateur

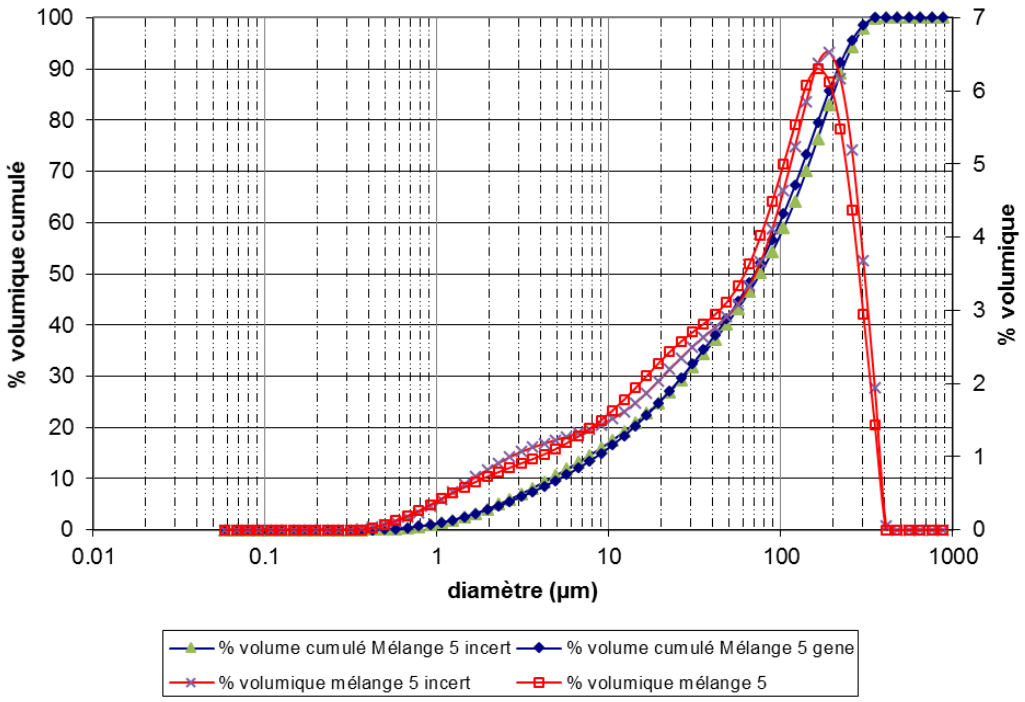

Figure 3-11 : Courbes granulométriques des mélanges 5-incertain et 5-generateur

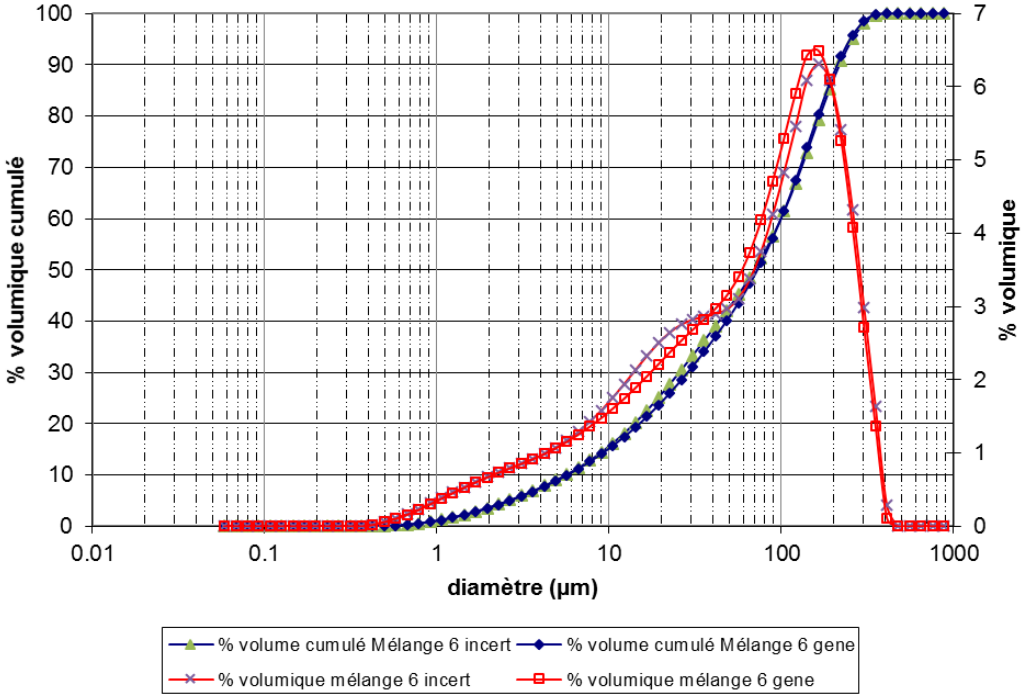

Figure 3-12 : Courbes granulométriques des mélanges 6-incertain et 6-generateur

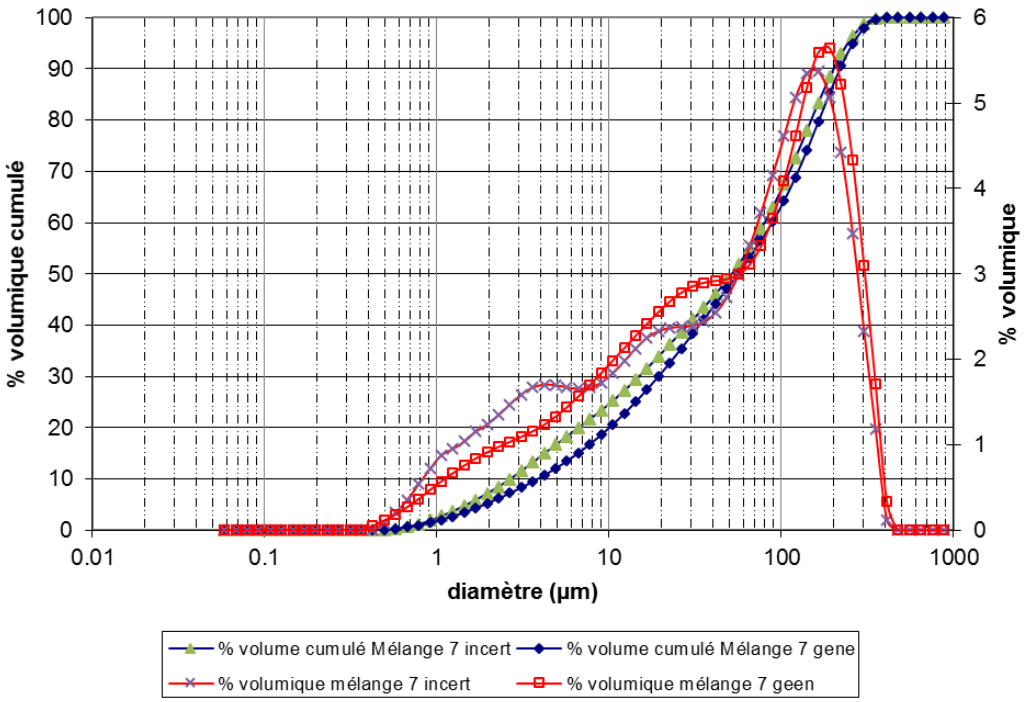

Figure 3-13 : Courbes granulométriques des mélanges 7-incertain et 7-generateur

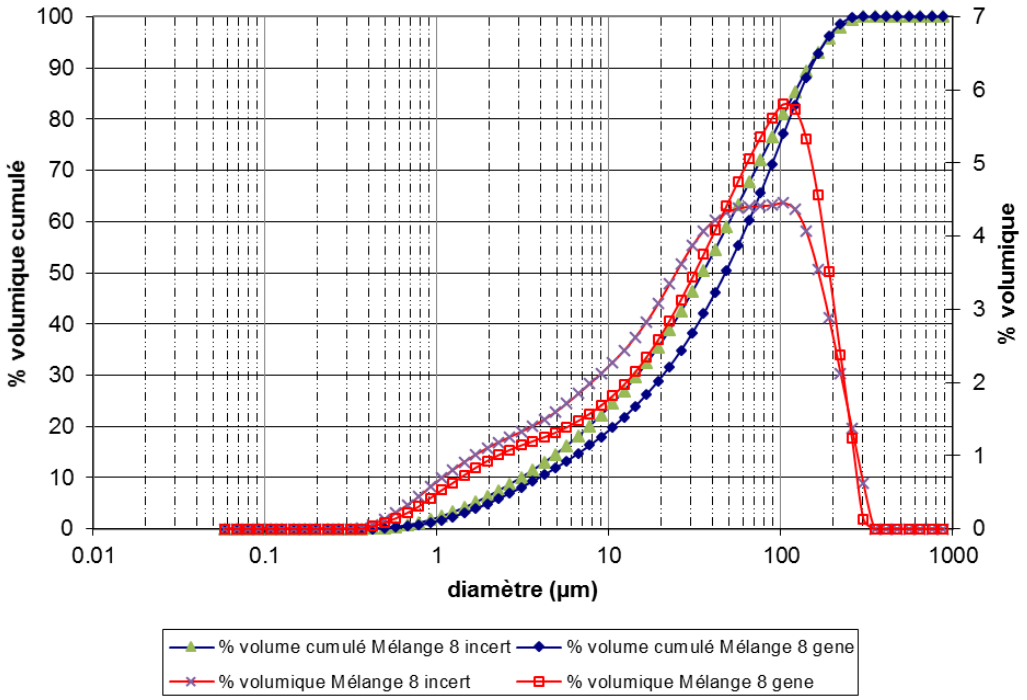

Figure 3-14 : Courbes granulométriques des mélanges 8-incertain et 8-generateur

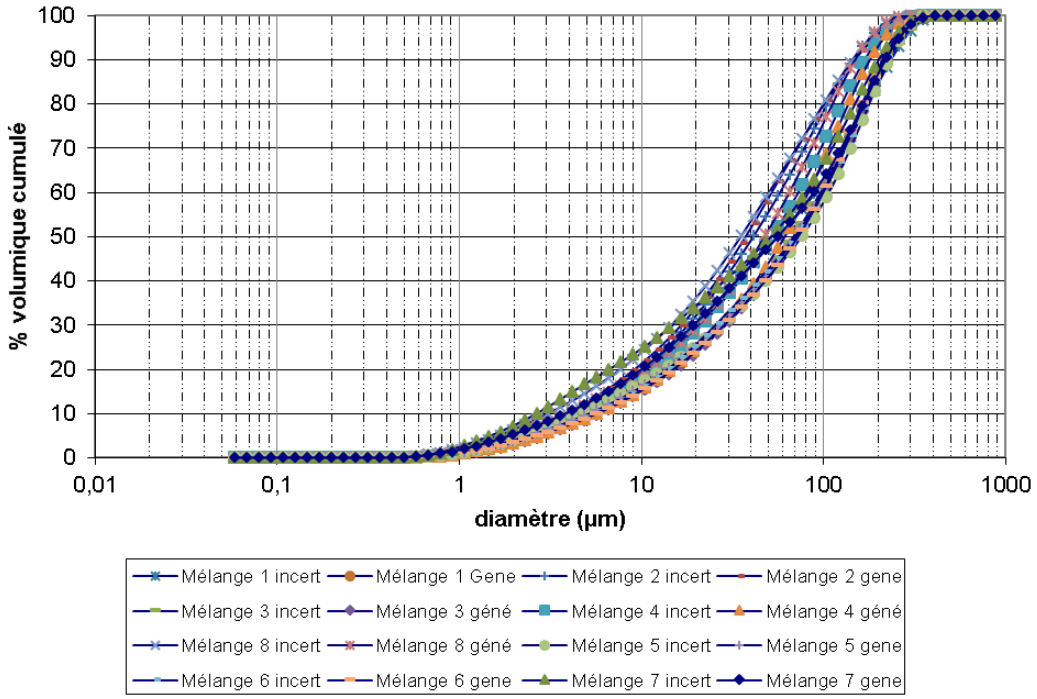

Figure 3-15:Courbes granulométriques des mélanges assemblées

Le Tableau 3.8 donne les caractéristiques granulométriques et la surface spécifique des différents mélanges.

Tableau 3.8:Paramètres granulométriques et surfaces spécifiques des mélanges

Mélanges	Paramètres granulométriques						Surface spécifique (m^2/g)
	C_u	C_c	U	D_{10} (µm)	D_{50} (µm)	D_{80} (µm)	
1 incert	21,36	1	4,12	4,22	56,35	175,33	0,7302
1 gene	18,14	1,42	3,05	5,46	70,8	169,57	0,4711
2 incert	13,81	1,35	3,44	4,18	41,13	104,89	0,6435
2 gene	13,61	1,37	3,88	3,82	37,38	100,49	0,7393
3 incert	18,04	1,5	3,24	5,35	68,38	169,85	0,5937
3 gene	17,27	1,46	3,07	5,78	71,48	171,44	0,5211
4 incert	15,38	1,33	3,16	4,72	51,73	125,87	0,7184
4 gene	14,7	1,55	2,86	5,62	61,22	137,01	0,6084
5 incert	23,46	1,54	2,96	4,56	75,67	178,51	0,7807
5 gene	19,08	1,4	2,98	5,17	70,35	165,39	0,7112
6 incert	17,77	1,17	3,05	5,58	69,64	167,07	0,6337
6 gene	17,5	1,44	2,85	5,68	72,42	162,51	0,7047
7 incert	30,14	1,05	3,87	2,65	51,45	149,16	1,0932
7 gene	23,05	1,1	3,84	3,83	56	165,38	0,9645
8 incert	16,39	1,38	4,02	3,06	35,08	100,26	1,0958
8 gene	16,51	1,66	3,07	3,93	47,46	112,21	0,9558

Les compositions chimiques, déterminées par digestion et analyse ICP-AES, des mélanges incertains et générateurs sont données respectivement dans les tableaux 3.9 et 3.10. Une analyse de la teneur en soufre/carbone des mélanges a été faite. Le Tableau 3.11 donne les résultats obtenus.

Tableau 3.9:Composition chimique des mélanges incertains

Éléments Chimiques (mg/kg)	Mélanges incertains							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	152	42810	192	32490	2892	29260	1953	1942
As	<5	<5	<5	<5	19500	15800	19400	<5
Ca	52070	18990	42150	13530	36770	13030	80090	61640
Fe	38230	42040	45470	41570	20960	19570	54460	59810
Mg	168	3007	147	2107	162	1967	285	204
Mn	119	122	102	88	102	70	197	149
Na	151	8210	131	5830	104	6240	153	5
Ni	<5	20	<5	<5	<5	<5	<5	<5
$S_{(total)}$	37450	31910	25230	20560	11340	8321	49470	47780
Cu	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
Pb	<5	<5	46	20	<5	<5	<5	15
Zn	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55

Tableau 3.10 : Composition chimique des mélanges générateurs d'acide

Éléments Chimiques (mg/kg)	Mélanges générateurs d'acides							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	234	17320	150	11690	3361	14360	2649	2178
As	<5	<5	<5	<5	19400	16000	19000	<5
Ca	20090	9438	17170	5420	15680	5908	57500	36640
Fe	38700	39750	48960	39570	20500	18850	53230	57860
Mg	84	1470	73	846	100	995	237	122
Mn	65	93	60	54	57	54	144	108
Na	133	4160	122	2350	96	2750	124	2
Ni	<5	65	<5	<5	<5	<5	<5	<5
$S_{(total)}$	37480	32110	25980	20610	10310	8190	48170	45860
Cu	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
Pb	<5	<5	48	5	<5	<5	<5	16
Zn	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55

Tableau 3.11:Teneur en S/C des mélanges

	%C		%S	
Mélanges	Mesuré	Théorique	Mesuré	Théorique
1-incert	1,64	1,56	3,61	3,74
1-gene	0,72	0,72	3,58	3,74
2-incert	0,04	0	3,08	3,2
2-gene	0,03	0	3,12	3,2
3-incert	1,28	1,32	2,40	2,91
3-gene	0,58	0,6	2,53	2,91
4-incert	0,05	0	1,86	2,18
4-gene	0,05	0	1,87	2,18
8-incert	2,10	1,92	4,66	4,85
8-gene	1,15	1,2	4,42	4,85
5-incert	1,14	1,14	0,98	0,96
5-gene	0,47	0,48	0,99	0,96
6-incert	0,04	0	0,80	0,77
6-gene	0,03	0	0,82	0,77
7-incert	2,64	2,51	4,48	4,7
7-gene	1,76	1,8	4,54	4,7

Les valeurs mesurées des pourcentages en soufre et carbone ont été représentées en fonction des valeurs théoriques dans les figures 3-16 et 3-17. Les pourcentages en soufre dans les mélanges incertains (incert) sont les mêmes que dans les mélanges générateurs d'acide (gene) puisque les mêmes pourcentages en sulfures sont utilisés pour les deux types de mélanges.

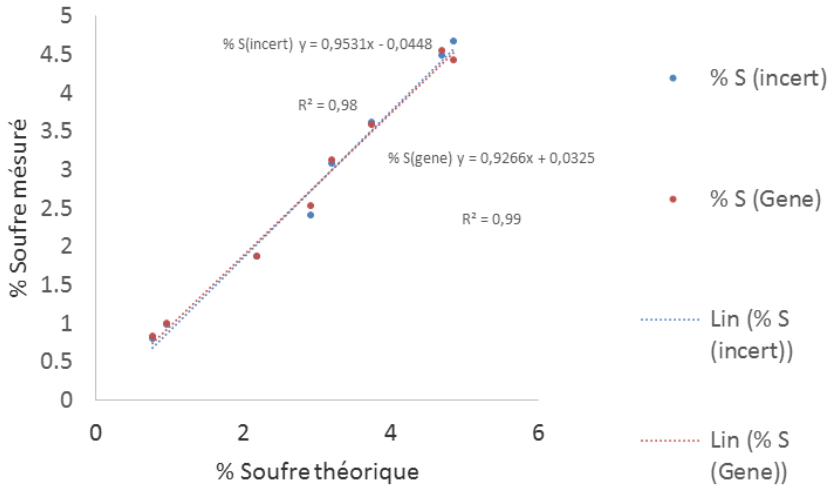

Figure 3-16:% S mesuré en fonction du % théorique

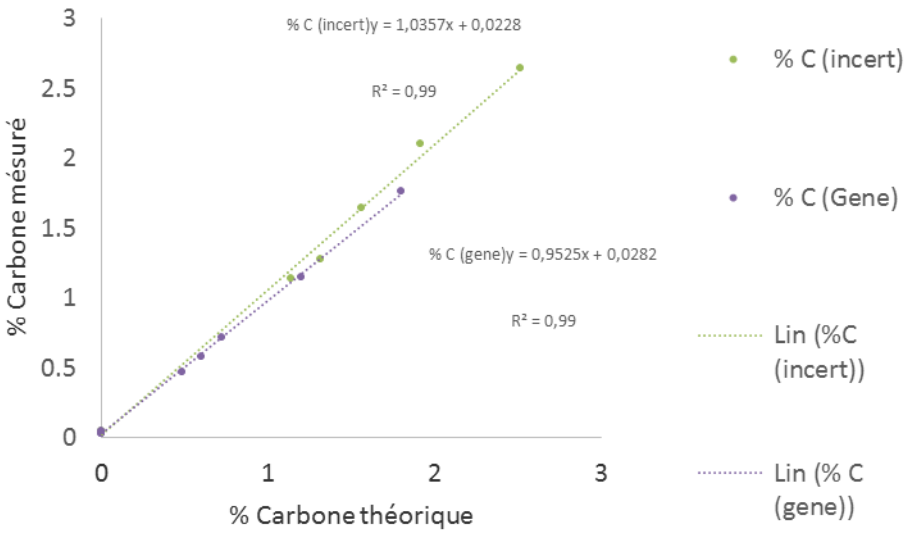

Figure 3-17:% C mesuré en fonction du % théorique

Les pourcentages en carbone des mélanges incertains diffèrent de ceux des mélanges générateurs d'acide, et sont plus élevés. Ceci est dû au fait que différents minéraux neutralisants ont été utilisés et à des pourcentages plus élevés dans les mélanges incertains.

3.4.3 Résultats de la caractérisation des données collectées

Les données collectées proviennent de plusieurs projets, et il n'a pas été possible d'avoir les résultats des caractérisations physique, chimique et minéralogique pour tous ces projets. Néanmoins, avec les valeurs disponibles, une plage des valeurs de la composition chimique et les minéraux les plus retrouvés dans la caractérisation des différents projets sont donnés dans les tableaux 3.12 et 3.13.

Tableau 3.12 : Minéraux les plus retrouvés dans la caractérisation des données

Minéraux	Nombre de projets concernés.
Pyrite, silice	6
Biotite	5
Chlorite, hématite	4
Calcite, magnétite, apatite	3
Pyrrhotite, chalcopyrite, dolomite, labradorite, ilménite, ankérite, gabbro.	2

Tableau 3.13 : Plage de la composition chimique des trois types de matériaux

Éléments chimiques (mg/kg)	Nature de l'échantillon					
	Rejets		Résidus		Minerais	
	Plus faible valeur	Plus haute valeur	Plus faible valeur	Plus haute valeur	Plus faible valeur	Plus haute valeur
Al	1284	90 500	1 031	66 500	72 100	94 900
As	0	36 600	131	477	0	12.1
Ca	1 186	157 250	499	119 000	20 100	106 727
Fe	500	125 000	24 033	373 500	31 300	144 545
Mg	4 638	280 000	10 370	258 000	12 400	41 818
Mn	213	13 912	480	10 100	330	15 727
Ni	20	2 427	30	1870	21.3	400
Stotal	360	60 800	190	14 000	6 431	43 300
Cu	0	1 200	499	119 000	5	800
Pb	0	458	0	110	0	165
Zn	0	2 381	20	910	70	364

Les tableaux 3.14, 3.15, 3.16, 3.17, 3.18, 3.19, 3.20, 3.21 et 3.22 donnent les compositions chimiques des matériaux utilisés dans les différents projets.

Tableau 3.14 : Composition chimique projet 1

Éléments chimiques (%)	Stérile #1	Stérile #2	Stérile#3	Rejet
Al	6,11	5,08	5,60	6,65
As	0,413	0,053	0,062	0,009
Ba	0,049	0,030	0,031	0,053
Be	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,000	0,000	0,000	0,000
Ca	1,69	4,32	1,47	1,69
Cd	0,010	0,000	0,001	0,000
Co	0,002	0,006	0,003	0,000
Cr	0,047	0,107	0,035	0,026
Cu	0,001	0,000	0,000	0,000
Fe	4,05	6,55	4,23	3,32
Mg	1,56	7,34	1,56	1,73
Mn	0,044	0,100	0,040	0,048
Mo	0,000	0,000	0,000	0,000
Ni	0,020	0,057	0,016	0,003
Pb	0,000	0,000	0,000	0,000

Tableau 3.14 : Composition chimique projet 1 (Suite)

Éléments chimiques (%)	Stérile #1	Stérile #2	Stérile#3	Rejet
S	0,883	0,163	0,138	0,052
Sb	0,000	0,002	0,001	0,001
Se	0,000	0,000	0,000	0,000
Sn	0,007	0,010	0,000	0,000
Ti	0,226	0,179	0,340	0,302
Zn	0,000	0,000	0,000	0,004

Tableau 3.15 : Composition chimique projet 2

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Stérile #2	Stérile#3
Ag	<2	<2	<2
Al	17474	19357	15690
Sb	13,6	7,4	6,9
As	<0,05	<0,05	<0,05
Ba	160	126	90,7
Be	1,2	0,2	0,2
Bi	<0,1	<0,1	<0,1
B	<0,01	<0,01	<0,01
Cd	<0,005	<0,005	<0,005
Ca	15132	48947	43277
Cr	1035	575	594
C	13,6	15	7,9
Cu	72	63	32
Sn	4	13,6	7,3
Fe	48415	50920	102282
Mg	15718	36289	30078
Mn	2652	793	661
Hg	<0,1	<0,1	<0,1
Mo	7,8	4,6	5,2
Ni	260	160	149
Pb	5,8	5,5	8,4
K	9277	9575	10522
Se	<0,05	<0,05	<0,05
Si	472	452	293
Na	180	534	371
Ti	731	614	869
U	180	209	408
V	21,5	55,8	32,3
Zn	16,6	38,2	17,9

Tableau 3.16 : Composition chimique projet 3

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Stérile #2	Minerai	Rejet
Ag	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
As	<5	<5	<5	<5
Ba	420	180	56	140
Cd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Co	20	21	87	67
Cr	290	380	150	5
Cu	19	25	72	51
Sn	<4	<4	<4	<4
Mn	200	170	1200	840
Mo	3	4	2	<1
Ni	130	200	150	66
Pb	<5	<5	<5	<5
Se	2	<1	10	3
Zn	49	26	49	43
Al	14000	11000	4300	5100
Sb	<2	<2	<2	<2
Be	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Ca	28000	15000	93000	32000
Fe	26000	22000	120000	76000
Mg	12000	8700	57000	47000
K	9100	5200	1800	3200
Na	680	1100	560	450
Sr	39	39	140	60
Ti	880	900	660	650
Bi	<7	<7	<7	<7
V	78	63	200	24
Te	<20	<20	<20	<20

Tableau 3.17 : Composition chimique projet 4

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Stérile #2	Minerai #1	Minerai #2	Stérile #3
Ag	0,78	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
As	12	6	4	10	6
Ba	2 240	>10 000	>10 000	>10 000	>10 000
Cd	6,3	5,14	5,54	6,25	2,8
Co	28	19,4	16	21,3	27,3

Tableau 3.17 : Composition chimique projet 4 (Suite)

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Stérile #2	Minerai #1	Minerai #2	Stérile #3
Cr	111	62	83	72	141
Cu	58,8	22,8	25	27,6	65,7
Mn	4 940	>10 000	>10 000	>10 000	>10 000
Mo	23,7	80,1	40,3	40,1	62,5
Ni	124	46	70,3	44	136
Pb	232	147	120	94,9	89,1
Se	8	4	<2	<2	<2
Zn	807	1 230	834	548	528
Al	13 600	4 900	4 000	5 500	18 400
Be	3,7	1,8	2,4	1,8	6,7
Bi	2,48	3,46	2,01	1,38	1,61
Ca	>150 000	>150 000	118 000	95 000	10 5000
Fe	75 300	113 000	141 000	125 000	115 000
K	15 700	5 300	4 700	6 000	20 700
Li	122	8	35	10	168
Mg	25 800	21 600	46 200	33 700	39 900
Na	7 300	6 900	3 600	11 300	13 000
P	30 100	1 500	1 640	290	1 500

Tableau 3.18 : Composition chimique projet 5

Éléments chimiques (mg/kg)	Rejet #1	Rejet #2	Stérile
Al	18490	18650	65040
As	215	251	102
Ba	49,4	57,2	55380
Ca	21980	21750	55380
Cr	704	850	676
Cu	197	226	119
Fe	371500	373500	159000
Mg	21240	21850	29040
Mn	3365	3296	1901
Ni	259	328	269
Pb	14,3	13,3	6,12
Zn	557	542	155

Tableau 3.19 : Composition chimique projet 6

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Stérile #2	Stérile #3	Stérile #4	Stérile #5	Rejet
Al	15915	4288	2018	1284	8971	1031
Ag	<0,8	<0,5	<0,5	<0,8	<0,5	<0,5
As	<5	<5	<5	5,2	<5	<5
Ba	5,7	<5	<5	<5	<5	<5
Cd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Ca	24781	2222	1186	1216	3740	499
Cr	41,9	1029,7	1449,6	1220	63,7	1148
Cu	70,9	5,5	12,6	7,6	92,5	45,1
Fe	34781	44125	53571	48818	13143	44600
Mg	12163	198438	258571	280000	9150	258000
Mn	731	829	868	835	213	737
Ni	35,7	1435,6	2171,4	2427,3	31,4	1870
Pb	<5	<5	<5	<5	<5	<5
K	451	62	63	<40	110	<40
Na	144	<40	<40	<40	64	<40
Zn	38	30	33	26	16	46

Tableau 3.20 : Composition chimique projet 7

Éléments chimiques (mg/kg)	Stérile #1	Rejet	Stérile #2	Stérile #3	Stérile #4	Stérile #5
Al	8665	10369	7727	3790	8255	7243
Ag	1,6	1,6	1,1	1,1	0,95	1,3
As	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05
Ba	165	212	144	45,3	119	96,3
Cd	5,101	6,32	0,035	0,037	<0,005	3,445
Ca	17015	22100	10441	10545	11168	15009
Cr	78,1	112	106	42,5	101	94,9
Cu	35,6	48,1	21,1	22	40,2	50,7
Fe	22349	24033	16979	13230	19685	21915
Mg	8495	10370	6804	4638	9101	9372
Mn	402	547	281	242	261	291
Hg	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Ni	68,6	95,3	55,6	34,6	65,3	63
Pb	6,5	10	14,8	8	11,3	10,8
K	6888	8371	6679	3892	7282	6949
Se	0,32	0,17	0,35	<0,05	0,36	<0,05
Na	166	59	91	15	122	122
Zn	105	105	52,2	63,3	114	82,8

Tableau 3.21 : Composition chimique projet 8

Éléments chimiques (%)	Rejet #1	Rejet #2	Rejet #3
Al	3,69	3,24	5,57
Ba	0,012	0,011	0,005
Ca	1,81	1,58	1,11
Co	0,043	0,044	0,002
Cr	0,070	0,077	0,474
Cu	0,068	0,049	<0,001
Fe	27,9	29,7	37,2
Mg	2,83	3,52	18,8
Mn	0,183	0,223	1,01
Ni	0,067	0,047	0,005
Pb	0,011	<0,001	0,002
S_{total}	0,467	0,431	0,019
$S_{sulfate}$	0,089	0,096	0,008
Sb	<0,001	0,008	0,007
Sn	<0,001	<0,001	0,141
Te	0,009	0,008	<0,001
Ti	15,8	16,1	0,757
Zn	0,091	0,088	0,002

Tableau 3.22 : Composition chimique projet 9

Éléments chimiques (%).	Minerai #1	Minerai #2	Stérile #1	Stérile #2
Al	7,43	7,26	6,37	5,37
As	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,106	0,081	0,051	0,040
Be	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,000	0,000	0,000	0,000
Ca	2,01	2,07	3,42	1,76
Cd	0,000	0,000	0,000	0,000
Co	0,001	0,002	0,005	0,002
Cr	0,045	0,040	0,092	0,037
Cu	0,003	0,003	0,005	0,001
Fe	3,39	3,91	6,18	3,46

Tableau 3.22 : Composition chimique projet 9 (Suite)

Éléments chimiques (%).	Minerai #1	Minerai #2	Stérile #1	Stérile #2
Mg	1,70	1,26	6,15	1,16
Mn	0,033	0,043	0,080	0,036
Mo	0,001	0,002	0,000	0,001
Ni	0,021	0,016	0,050	0,015
Pb	0,002	0,002	0,001	0,002
S	0,836	1,42	0,362	1,22
Sb	0,001	0,001	0,001	0,000
Se	0,000	0,000	0,000	0,000
Sn	0,006	0,005	0,006	0,006
Ti	0,165	0,207	0,283	0,189
Zn	0,009	0,007	0,008	0,006

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: COMPARATIVE STUDY OF RESULTS FROM BATCH LEACHING PROCEDURES AND KINETIC TESTS FOR MINE DRAINAGE QUALITY PREDICTION EMPHASIS AS, NI, AND ZN

Cet article a été soumis au à la revue ‘’ Mine Water and the Environment’’ en juin 2016.

Auteurs :
Moubié Richard BASSOLÉ[1], Benoît PLANTE[1], Mostafa BENZAAZOUA[1], Bruno BUSSIÈRE[1]

[1]Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445 Boul de l’Université, Rouyn-Noranda J9X 5E4, QC, Canada. E-mail : Benoit.Plante@uqat.ca

4.1 Abstract

The objective of this paper is to compare the results of two types of prediction tests: batch leaching and kinetic tests. The batch leaching tests include the Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP), the Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP), and the CTEU-9 test. The kinetic tests used were column tests and humidity cell tests. The results of 41 samples composed of waste rock samples (24/41), concentrator tailings samples (12/41), and ore samples (5/41) from 9 different active mines and mine projects were compiled. The results were compared for three elements (As, Ni, and Zn) to highlight the differences in the geochemical responses of mine wastes when submitted to these different tests. Comparisons were made with concentrations in mg/l, with the normalized extracted amounts expressed in mg/kg, and with the daily extraction rates expressed in mg/kg/day. The comparisons of the batch leaching tests to each other show that the TCLP tests extract more metals than the SPLP and CTEU-9 tests for all elements, while the CTEU-9 tests provide the lowest releases. Major differences were found in the metals released during the batch leaching and kinetic tests. The comparisons show that greater amounts of elements were dissolved with the batch leaching tests in comparison to the kinetic tests.

Keywords: Batch leaching tests, kinetic tests, leaching, mine drainage quality prediction, geochemical behaviour, mine wastes, tailings.

4.2 Introduction

Mining activities generate economic benefits. These activities also generate effluents and solid mine wastes resulting from mining operations, mineral processing, and water treatment processes. The solid wastes are composed mainly of waste rock and tailings, which are stored in waste rock piles and tailings ponds, respectively. The mine wastes may have environmental impacts if their storage is not adequately managed. Acid mine drainage (AMD), contaminated neutral drainage (CND), and metals leaching are the main issues with mine drainage. AMD occurs when solid wastes containing sulfide minerals are exposed to the presence of oxygen and water in the presence of microorganisms (bacteria). AMD is characterized by a low pH (<6), high acidity, and often high concentrations of metals and sulphates, particularly for base and precious metal operations (Aubertin et al. 2002). To avoid or minimize the environmental impacts of mine wastes, studies are made during the feasibility of mine projects and during operation to accurately predict their geochemical behaviour. AMD potential can be predicted by different methods classified as static or kinetic tests. The most used kinetic tests are the column leaching tests, the humidity cell tests, the weathering cell tests, and the experimental field cell tests (Lawrence and Marchant 1991). There are several types of column leaching tests that are well described in the literature (Lawrence and Marchan 1990; Aachib et al. 1994; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Demers et al. 2011). The humidity cell test is based on the original procedure developed by Sobek et al. (1978), and different protocols of the humidity cell test have been designed (Price 1997; Morin and Hutt 2001; ASTM D5744-07 2001). The weathering cell test is based on a protocol developed by Cruz et al. (2001), while another type of weathering cell test using heat lamps is suggested in Smart et al. (2002). More details on the static and kinetic tests can be found in the literature (Sobek et al. 1978; Ferguson and Erickson 1987; Bradham and Caruccio 1990; Lapakko and Lawrence 1993; Fällman and Aurell 1996; Lawrence and Scheske 1997; Paktunc 1999; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Lapakko 2002; Bowell et al 2006; Villeneuve et al. 2009; Plante et al. 2010a; Bouzahzah 2013; Bouzahzah et al. 2015).

CND is characterized by metals concentration above the regulation criteria values at near-neutral pH (Pettit et al. 1999; MEND 2004; Nicholson 2004; STANTEC Consulting 2004; Bussière et al.

2005; Bussière 2007; Plante et al. 2011, 2014). The potential to generate CND has been studied by kinetic tests (Plante et al. 2011, 2014) and numerically modeled (Demers et al. 2013). Leaching tests are also often used by practitioners in the industry to assess the metals release under given conditions, especially when dealing with CND.

Leaching, as defined by Kim (2003), is a process to remove soluble components from a solid matrix. Several leaching methods have been developed over the years and various classifications of these tests can be found in the literature (Van Der Sloot 1998; Washington State Department of Ecology 2003; Kim 2003). The leaching tests are generally classified in two categories: the batch leaching tests for which the same leachant is used and the dynamic leaching tests where the leachant is renewed (Chang et al. 2001; Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003). The Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP), the Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP), the CTEU-10 test, and the CTEU-9 test are performed in a single batch (Kim 2003). Sequential extraction tests are classified as batch leaching tests by Kim (2003). Several sequential leaching tests have been developed, but the most used are based on the sequential extraction procedure of Tessier et al. (1979) and the sequential procedure suggested by the commission of the European Communities Bureau of Reference (Rauret et al. 1999).

The dynamic tests include the multiple batch leaching test, the column tests and the monolithic tests. In the category of multiple batch leaching tests, there are the oxidised availability test (NT ENVIR 006 1999), the Switzerland TVA leach test (Heasman et al. 1997); the Netherlands ENA Skaktest (Heasman et al. 1997), and others. Different types of column leaching tests are suggested, the most used are the NEN 7343 column test (NEN 7343 1995), the Meteoric Water Mobility Procedure (MWMP) (Nevada Mining Association 1996), and the upflow percolation test (CEN 2004). As examples of leaching tests developed for the monolithic samples, there are the French monolith leach test X31-211 (AFNOR 1992), and the US EPA Method 1315 (2013b) among others.

The various tests used to predict the geochemical behaviour of mine wastes are carried out in different conditions. Consequently, a given sample may not give the same results when submitted to these different types of tests. This study focuses on the most used batch leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9 tests) and kinetic tests (column tests and humidity cell tests). Data were collected from studies carried out by the URSTM (Unité de Recherche et de Services en

Technologie Minérale) involving these tests. The results from both kinds of tests have been compared for three elements (As, Ni, and Zn) as they represent the most encountered metals and oxyanions in the Canadian shield geological context (Bussière et al. 2005), and in order to respect the paper length. These metals also have various geochemical behaviors. The aim of the paper is to compare the metals release during these tests in order to assess the relevance of batch leaching tests in mine drainage prediction.

4.3 Literature background on the leaching tests

4.3.1 Impact of the experimental conditions on the leaching tests results

The experimental conditions of leaching tests influence the leaching results. The impact of different experimental conditions has been studied previously. Similarities in the elements release from different materials (waste, stabilized waste, construction materials and soils) were obtained, showing that the geological nature of the matrix doesn't influence on leaching tests results. However, the major elements in the solid phase influence the metals release as they control the pore water composition, which in turn controls the elements release (Van der Sloot et al. 1996). The biological activity also influence the dissolution of organic substances and can turn the system anoxic or reducing (Van Der Sloot 1998). The pH of the extraction fluid controls the leaching of different elements through the adsorption/desorption and dissolution mechanisms. Some metals are more soluble in low or high pH values, while others exhibit an amphoteric behaviour (Brunori et al. 2001; Al-Abed et al. 2006, 2007, 2008; Galvín et al. 2012). The influence of the redox potential on the metals release have been studied (Al-Abed et al. 2006, 2007) and found to affect the leaching of metals by controlling the metals speciation and association. Another factor to be considered is the particle size distribution of the samples, which differs from one test to another. A smaller particle size distribution increases the specific surface area (S.S.A.) and the degree of liberation of minerals. The particle size distribution was found to influence both the results of the batch leaching tests (Fällman and Aurell 1996; Al-Abed et al. 2006) and those of the kinetic tests (Bowell et al. 2006). A smaller particle size enhances the metals mobility due to the increase of the S.S.A. (Fällman and Aurell 1996; Al-Abed et al. 2006; Bowell et al. 2006). The study of Erguler and Erguler (2015) shows that a smaller particle size distribution enhances AMD generation.

The impact of the L/S-ratio (liquid to solid ratio) on metals release has been studied. The metals release increase with an increase of the L/S-ratio (Galvín et al. 2012). However, other studies found that the metals concentrations are increased with smaller L/S-ratio (Li et al. 2001; Özverdİ and Erdem 2010). Leaching of some metals like Cu and Zn is independent of the L/S-ratio, while that of metals forming oxyanions are dependent (Al-Abed et al. 2008). A higher L/S-ratio was shown to simulate the conditions to be observed in the long-term leaching patterns (Al-Abed et al. 2008). Plante et al. (2014) found that higher L/S-ratios could overestimate the dissolution of neutralizing minerals, and that differences in the L/S-ratio for field and laboratory tests lead to differences in the metals release. More information on the influence of the L/S-ratio on the leaching tests can be found in Fällman and Aurell (1996), Brunori et al. (2001), and Halim et al. (2003). Other factors like the test duration, the agitation system, and the use of closed or open flasks during the leaching tests also influence the results obtained. A long test duration was shown to enhance the release of metals, and different results were obtained using different agitation systems (Ghosh et al. 2004). The use of closed or open flaks determine the oxygen concentration and availability in the system, which can change the redox potential and influence the metals release (Vann et al. 2006). The influence of the extraction fluid has also been studied, as the type of acid used was shown to influence the leaching of metals by controlling the pH during the extraction (Halim et al. 2003). The complexing nature of the species within the extraction fluid is a significant factor on the extraction efficiency of the test (Hooper 1998). The headspace-to-leachant effect on the leachability of the metals has been studied by Jong and Parry (2005), and was found to have a significant impact on the metals release. The mechanisms controlling the metals release depend on the nature of the metal and the extraction conditions. The release of oxyanions such as AsO_4 and SeO_4 is more likely to be influenced by dissolution mechanisms and the pH of the extraction fluid, while that of the divalent metals is dependent on the availability of the metals in the solid waste (Al-Abed et al. 2008). Other mechanisms such as the sorption/desorption, dissolution, oxidation and weathering, redox reactions, organic matter content, and the presence of other elements may also control the metals release (Washington State Department of Ecology 2003; Al-Abed et al. 2007; Plante et al. 2010b; Singh and Hendry 2012). All these factors are important to take into account as a change to any of them can lead to different releases of metals.

4.3.2 Critical studies on the use of batch leaching tests

The batch leaching tests such as the TCLP test (US EPA Method 1311 1990), the SPLP test (US EPA Method 1312 1994), and the CTEU-9 test (Stegemann and Cote 1991) are widely used to assess the leaching of chemical elements in different fields (mine wastes, soils, sediments, etc.). Moreover, different studies in the literature reveal limitations in the use of these tests, especially regarding their weak representativeness of field leaching. Most of the studies found in the literature are focused on the use of the TCLP test (the most acidic batch leaching test), which was designed to simulate the leaching of heavy metals and organics from industrial wastes to be co-disposed in municipal solid landfills (US EPA 1995). Previous studies showed that the TCLP inaccurately predicts the heavy metals leaching from mineral processing wastes due to the nature of the extraction solution used (Hooper 1998), the pH of the waste (Van der Sloot 1996), the particle size distribution (Janusa et al. 1998; Halim et al. 2003), and the redox potential, as leaching is performed in closed flasks (Meng et al. 2001). Janusa et al. (1998) showed the importance of the contact time on the TCLP results, and Al-Abed et al. (2006) showed that a shorter contact time was insufficient to predict metals release from mineral processing wastes. By comparing the results of different leaching tests conducted on an arsenic-bearing solid residuals and under the same conditions, Ghosh et al. (2004) showed that the TCLP test is not a sufficiently aggressive test to conservatively predict arsenic (or likely other oxyanions) leaching, and it poorly simulates alkaline pH, low redox potential, biological activity, long retention time, and organic composition. The failure to extract oxyanion elements and related metals by the TCLP test is attributed to the fact that the extraction fluid is incapable of forming stable complexes with these elements. The TCLP test also failed to provide relative final leachate pH values compared to others batch leaching tests. The final TCLP leachates showed acidic to neutral pH values, while the other batch leaching tests showed neutral to alkaline final leachates pH values (Hageman et al. 2015). This suggests that the TCLP test should not be used to assess the potential of a mine wastes to produce acidic or alkaline leachate (Hageman et al. 2015). TCLP tests also failed to properly evaluate the metals release from alkaline cement-based stabilized/solidified wastes. A previous study showed that as long as the wastes have an acid neutralising capacity to neutralize the acid of the TCLP leachant, the pH of the final leachate will be high and the leaching of metals will be negligible (Poon and Lio 1997). Sima et al. (2015)

showed that the use of TCLP tests to evaluate the lead leachability is inadequate, and they mentioned the need to develop site-specific evaluation methods.

The use of the SPLP test to evaluate the risk of groundwater contamination has been studied, especially with regards to the meaning of the measured leachate concentrations (Townsend et al. 2006). Using a L/S-ratio of 20, the SPLP leachate concentrations are found to be representative of the pore-water concentrations expected when the wastes are used as fill material, or may represent diluted concentrations (relatively to the pore-water concentrations) after mixing with groundwater (Townsend et al. 2006). Therefore, depending on whether compliance must be met in the pore-water or in the down gradient of the aquifer, the SPLP could underestimate or overestimate the actual risk of groundwater contamination. Considering the impact of the L/S ratio on the SPLP test results, Townsend et al. (2006) suggested to use leaching tests with a more realistic L/S ratio to better estimate the groundwater contamination. Other results on the use of the SPLP test on solid mine wastes can be found in the literature (Hageman et al. 2000; Benzaazoua et al. 2006; Argane et al. 2015). The choice between using the TCLP or the SPLP test should depend on the leaching media and the disposal conditions, and the selection criteria can be found in Shieh (2001).

In summary, previous studies on the use of batch leaching tests showed that care should be taken in the interpretation of the results obtained. For a more realistic contamination evaluation with the leaching tests, an accurate understanding of what the test results represent is needed. Attention should also be paid in the use of leaching test results due to the fact that many factors impact mineral waste leaching, and these factors can’t be addressed by a single leaching test (Townsend et al. 2006). Al-Abed et al. (2008) showed that these tests could significantly overestimate the potential release of metals due to the negligible mass transfer limitations and the absence of other geological and hydrological factors. Other authors argued that it would be inadequate to use one single test to predict the metals release as the leaching is a complex phenomenon (Van der Sloot et al. 1996; Al-Abed et al. 2006). Many studies suggested a combination of leaching tests to have a unified approach of the leaching (Van der Sloot et al. 1996). In a workshop on the harmonization of leaching tests for environmental risk assessment, Quevauviller et al. (1996) showed the necessity to clearly define the objectives of the study in order to choose the appropriate leaching test. They mentioned the use of field experiments and comparisons with the leaching tests, and the use of models to select adapted tests for specific case studies.

Harmonization of the leaching tests is therefore necessary for better comparability and reproducibility of these tests.

The present study will compare batch leaching tests results with kinetic test results in order to verify the relevance of batch leaching tests for water quality prediction of mine materials.

4.4 Materials and methods

4.4.1 Materials

The materials used are from 9 studies on mine wastes of different origins including 7 mining projects, a mining site, and a metallurgical plant, for a total of 41 samples of waste rocks, tailings, and ores. Results of batch leaching tests (TCLP, SPLP and CTEU-9 tests) and kinetic tests (column and humidity cell tests) carried out on these materials are collected. All tests were not performed on each sample, so the number of samples used for the comparisons of the tests vary as: 26 samples are used for the comparison of the column test to the TCLP test, 21 samples for the comparison of the column test to the SPLP tests, 24 for the comparison of columns test to the CTEU-9 tests, and 21 samples for the comparison of humidity cell tests to the three batch leaching tests. For comparison purposes, the collected data of all tests were normalised in mg leached per kg of materials. Concerning the kinetic tests, an average of the stabilized values (when the permanent regime is reached) and the maximum values (generally at the test beginning) for each sample were used. If the value is under the detection limit (dl) of the analysis method, half of the dl value is used.

4.4.2 Batch leaching tests

The batch leaching tests used are the TCLP (USEPA Method 1311 1990), the SPLP (USEPA Method 1312 1994), and the CTEU-9 (Stegemann and Cote 1991) tests. These tests are carried out in different conditions showed in Tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Leaching and kinetic tests conditions

Test	Leaching solution	Test conditions
TCLP (U.S. EPA Method 1311)	Solution 1: acetic acid solution, adjusted to a pH of 4.93 with sodium hydroxide solution. Solution 2: acetic solution at a pH of 2.88.	Grain size : 9.5 mm Ratio liquid/Solid : 20 Duration : 18 h Drying : no Pre-test need: yes Closed system
SPLP (U.S. EPA Method 1312)	Nitric and sulfuric acid solution at a pH of 4.2.	Grain size : 9.5 mm Ratio liquid/Solid : 20 Duration : 18 h Drying : no Pre-test need: no Closed system
CTEU-9	Deionised water at a neutral pH (7).	Grain size : under 150µm Ratio liquid/Solid : 4 Duration : 7 days Drying : no Pre-test need: no Closed system
Column test	Deionised water (no pH adjustment)	Grain size : various sizes Duration : At least 12 cycles (months) Flushing water: 2 l Sample weight: 4 kg and more Open percolated system
Humidity cell test	Deionised water (no pH adjustment)	Grain size : under 6 mm Duration : 20 to 56 cycles (weeks) Flushing water:500 ml or 1l Sample weight:1kg Open percolated system

4.4.3 Kinetic tests

The kinetic tests used are the column tests and the humidity cell tests. The experimental conditions of these tests are summarized in Tableau 4.1. The duration of these tests vary from 20 to 189 weeks for the humidity cell test, and from 29 to 64 weeks for the column tests. Further information on these tests can be found in the literature (Lawrence and Marchant 1991; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Bowell et al. 2006; Sapsford et al. 2009; Villeneuve et al. 2009; Plante et al. 2010a; Bouzahzah et al. 2015).

4.4.4 Analytical methods

Several analytical methods were used for the chemical, physical, and mineralogical characterization of the materials used in this study. The chemical composition was determined by an Inductively Coupled Plasma (ICP-AES) analysis after acid-digestion (HNO_3/HF/HCl/Br_2). The sulfur and carbon contents were determined using an ELTRA CS-2000 induction furnace. The specific gravity (Gs) was determined with a Helium pycnometer (Micromeritics Accupyc 1330). The particle size distribution was determined using a Malvern Mastersizer laser particle size analyzer. The S.S.A. was determined with a Micromeritics surface area analyzer using the B.E.T method (Brunauer et al. 1938). The mineralogical characterization was performed with a Bruker A.X.S. D8 advance x-ray diffraction (XRD) instrument equipped with a copper anticathode, and the mineralogical quantification was performed with Rietveld (1993) fitting of the XRD data using the TOPAS software. For the different projects, the neutralization potential (NP), the acidification potential (AP) and the net neutralization potential (NNP) are calculated based on the Acid-Base Accounting (ABA) of Sobek et al. (1978).

4.5 Results and discussion

4.5.1 Data treatment

The batch leaching tests and kinetic tests data were collected from different projects. The data collected were in mg/l, but have been converted into mg/kg for normalization issues. To do that, the weight of the samples is used for the kinetic tests results as described by the equation 4.1:

$$U = (C * V_{leach}/M) \qquad 4.1$$

Where U is the amount leached in mg/kg of dry matter, C is the concentrations of the elements in the leachate in mg/l, V_{leach} is the volume of the recovered leachate in liter (l), and M is the dry weight of the sample in kg. In kinetic test, the leached amounts in mg/kg is plotted against time and an average of the stabilized values was used for the comparison. Figure 4-1 illustrates an example of the stabilization of the values from a kinetic test. In the first cycles of the kinetic tests, there is a fast reaction of the finer particles, and dissolution of the initially soluble components that generally induce higher concentrations (Benzaazoua et al. 2004; Villeneuve et al. 2009) and

to higher leaching rates (S1 in figure 1b). Secondary minerals can precipitate during the tests that will passivate the surfaces and reduce the leaching rates (S2 in figure 1b). Afterwards, these stabilized rates generally remain constant (Villeneuve et al. 2009). Thus, the stabilized values represent the amounts extracted in the long term by the kinetic tests.

For the batch leaching tests results, the conversion is made according to equation 4.2:

$$U = C * \frac{L}{S} \qquad 4.2$$

where U and C are defined in Eq (1), and L/S is the liquid/solid ratio used in l/kg.

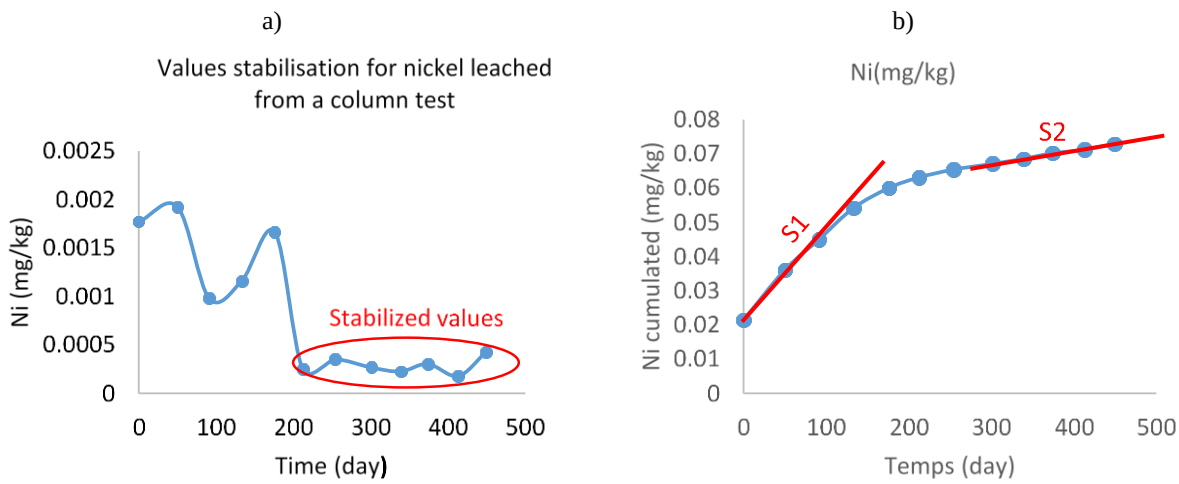

Figure 4-1 : Examples of stabilized concentrations and the slopes of the normalized values from a kinetic test

In order to take time into account tests duration, the data were converted from mg/kg to mg/kg/day by calculating the slopes of the leached amounts vs time. For the batch leaching tests (TCLP and SPLP) the conversion is done by multiplying by a time factor of 1.33 (24 h in a day/18 h of test duration), and for the CTEU-9 test the amounts leached are divided by 7 days. For the kinetic tests, the normalized and cumulative values were plotted against the time, and two slopes can be determined from this graph (Figure 4-1 b). The first slope (S1) corresponds to the

first reactions during a kinetic test, and the second (S2) correspond to the stabilized values. The comparison is made with the values in mg/l, mg/kg and mg/kg/day.

4.5.2 Materials characterization results

The chemical compositions vary depending on the mineralogical composition of the samples. A summary of the chemical concentration ranges for the three types of materials (waste rocks, tailings and ores) and the detailed characterization results can be found in supplementary materials. Tableau 4.2 shows the concentration ranges for the different projects used in this study. Most materials were not characterized for particle size distributions, the results are therefore not shown. However, most hard rock mine tailings have relatively similar particle size distributions (Bussière 2007).

Tableau 4.2 : Chemical composition of the different projects

Chemical elements	Projects								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Al (mg/kg)	50800 to 66500	42200 to 49700	4300 to 14000	4000 to 18400	18490 to 65040	1031 to 15915	3790 to 11243	32400 to 55700	4900 to 15982
As (mg/kg)	<0.05 to 4190	<30	<5	6 to 12	189 to 477	<5 to 5.8	<0.05	<30	0.94 to 2.6
Ca (mg/kg)	14700 to 43200	23400 to 57500	15000 to 93000	95000 to 150000	21750 to 55380	499 to 24781	10441 to 24154	11100 to 18100	8787 to 22163
Fe (mg/kg)	33200 to 65500	55200 to 85900	22000 to 120000	75300 to 141000	159000 to 373500	13143 to 53571	13230 to 24603	279000 to 372000	12763 to 29247
Mg (mg/kg)	15600 to 73400	19900 to 37300	8700 to 57000	21600 to 46200	21240 to 29040	9150 to 280000	4638 to 13018	28300 to 188000	5147 to 21094
Mn (mg/kg)	400 to 1000	760 to 2630	170 to 1200	4940 to 10000	1901 to 3365	213 to 868	242 to 587	1830 to 10100	193 to 468
Ni (mg/kg)	30 to 570	180 to 270	66 to 200	44 to 136	259 to 328	31.4 to 2427.3	34.6 to 95.3	50 to 670	27 to 168

Tableau 4.2 : Chemical composition of the different projects (Suite)

Chemical elements	Projects								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
S_{-Total} (mg/kg)	500 to 8830	90 to 280	800 to 3900	1300 to 5100	1607 to 4656	400 to 1000	11400 to 24800	190 to 4670	3400 to 15000
Cu (mg/kg)	0 to 10	20 to 60	19 to 72	22.8 to 65.7	119 to 226	5.5 to 92.5	16.3 to 54.4	<10 to 680	20.1 to 129
Pb (mg/kg)	0	0 to 10	<5	89.1 to 232	6.12 to 14.3	<5 to 7.7	6.5 to 28.9	<10 to 110	21.9 to 235
Zn (mg/kg)	0 to 40	30 to 60	26 to 49	528 to 1230	155 to 557	16 to 46	52.2 to 293	20 to 910	22.5 to 201

The mineralogical compositions vary from one project to another. The detailed mineralogical composition was not available for all the projects. Tableau 4.3 shows the mineralogical composition ranges when data was available.

Tableau 4.3 : XRD Mineralogical composition ranges for the different projects

Minerals	Projects					
	1	3	4	7	8	9
Pyrite	1 - 1.3	0.2 - 1.1	*	0.7 - 2.6	2.7	0.3 - 2
Biotite	6.2 - 8	2.9 - 6.9	5.08 - 16.61	3.7 - 8.8	*	2.9 - 12.1
Chlorite	3.8 - 20.7	*	3.41 - 12.24	1.6 - 5.1	8.7 - 12.5	3.9 - 9.5
Calcite	3.3 - 4.8	*	3.12 - 36.78	3.3 - 6.5	*	3.4 - 4.7
Quartz	11.6 - 20.2	1.8 - 4.6	*	15.8 - 27.8	*	12.6 - 23.7
Muscovite	4 - 7.2	2.2 - 3.7	*	2.9 - 7	*	4.6 - 8.5
Albite	25.7 - 5.3	*	5.88	36.1 - 47.1	*	27 - 44.2
Hematite	*	*	*	0.1 - 0.3	6.4 - 12.6	0.1 - 1
Pyrrhotite	1 - 2.1	0.5 - 1.5	*	*	*	*
Apatite	*	2.4 - 10.3	20.48	*	*	*

* Not identified by the mineralogical analysis.

Tableau 4.3 : XRD Mineralogical composition ranges for the different projects (Suite)

Minerals	Projects					
	1	3	4	7	8	9
Labradorite	*	1.5 - 60.7	*	*	23.9 - 45.2	*
Microcline	*	*	*	13.6 - 22.2	*	4.8 - 15.5
Rutile	*	0.1 - 0.6	*	*	*	0.4 - 2.1
Ilmenite	*	2.9 - 19	*	*	20.9 - 34.3	*
Epidote	*	*	*	0.1 - 1.5	*	2.1 - 4.1
Dolomite	<0.5 - 21.4	1.5 - 3.6	*	*	*	
Hornblende	*	7.9 - 26.1	*	*	*	1.1 - 13.6
Arsenopyrite	<5 - 0.7	*	*	*	*	*
Magnetite	*	0.4 - 6.4	*	*	*	*
Maghemite	*	*	*	*	65.4	*
Hypersthene	*	*	*	*	10.4 - 12.9	*
Orthoclase	*	*	*	*	1.6 - 1.8	*
Forsterite	*	22.4 - 44.2	*	*	*	*
Siderite	*	*	8.37 - 18.18	*	*	*
Ankerite	*	*	21.35 - 61.3	*	*	*
Anorthite	1.1-1.6	*	*	*	*	*

* Not identified by the mineralogical analysis

A classification based on the Miller et al. (1991) criteria shows that most of the samples are not acid generating or are within the uncertainty zone of acid-base accounting interpretation. Results of this classification can be found in the supplementary materials.

4.5.3 Comparison results

4.5.3.1 Results of the batch leaching tests comparison

The batch leaching tests are developed for different purposes. The TCLP test development is based on a scenario to simulate the worst case mismanagement scenario, while the SPLP test is developed to simulate the effect of acid rain on the land-disposed wastes (US EPA 1995). The CTEU-9 is developed to evaluate inorganic toxicants leaching in contact with water (CEAEQ

2012). As depicted in Tableau 4.1, the conditions of these tests are different. Since the use of different liquid/solid ratios in tests hinders a direct comparison on the tests results (Ghosh et al. 2004), the comparison is made with the normalized data expressed in mg/kg. The purpose of this comparison is to highlight the differences in the results obtained by these tests, taking into account the different L/S ratios.

The comparison between the TCLP and SPLP tests (Figure 4-2 a) shows that the TCLP test extracts more metals (Ni and Zn) than the SPLP test, in accordance with previous results (Lackovic et al. 1997; Özverdİ and Erdem 2010). There is not a significant difference in the amounts of arsenic extracted by both tests, even if Lewis and Hugo (2000) found that the SPLP extracts more arsenic, and Shieh (2001) showed that arsenic is more effectively extracted with the TCLP. The extraction fluid used in the TCLP test has more complexing agent than that of the SPLP test (Hooper 1998), which can explain the differences in the results obtained. Other studies in the literature assessed the metals release by these tests. The release of oxyanions like As depends on the dissolution mechanism and on the extraction fluid pH, while that of the divalent metals like Ni and Zn depend on the availability of the metals in the materials (Al-Abed et al. 2008). The SPLP test seems more realistic than the TCLP test for the prediction of the metals mobility in glaciated soils, as the extraction fluid is not buffered and doesn’t contain chelates or strong complexing agents that enhance dissolution and leaching of the metals (Lackovic et al. 1997).

The same conclusions are obtained with the comparison of the TCLP test to the CTEU-9 test (Figure 4-2 b), with the TCLP test extracting more metals (Ni and Zn) than the CTEU-9 test. The TCLP test is carried out in acidic conditions and the CTEU-9 test is in near neutral conditions. The Ni and Zn are more mobile in acidic conditions (Dijkstra et al. 2006; Al-Abed et al. 2008), which can explain the results obtained. The results shown in Figure 4-2 c show that the SPLP tests generally extract more metals than the CTEU-9 tests, but generally within the same order of magnitude.

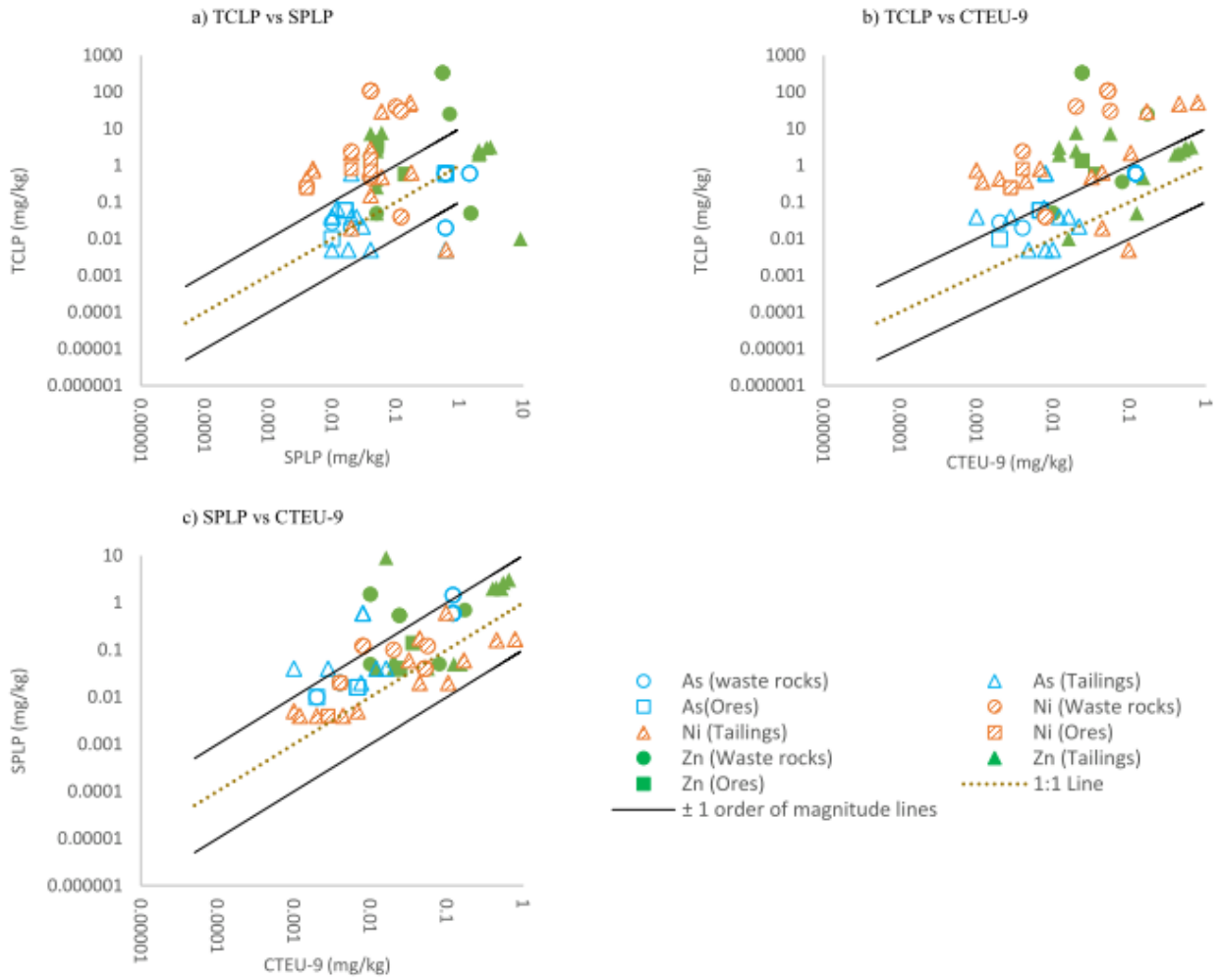

Figure 4-2 : Comparison of the batch leaching tests

4.5.3.2 Results of the batch leaching tests compared to kinetic tests

Figure 4-3 shows the differences in the metal extraction by the batch leaching tests and the column test. When the comparison is made with the stabilized concentrations (Figure 4-3 a), the results show that higher concentrations of Ni and Zn are extracted by the TCLP tests compared to the columns tests for all materials. The comparison with the maximum concentrations (Figure 4-3 b) show that the Ni and Zn loads extracted by the TCLP test are still greater than the column tests, but are closer to the 1:1 line, and that the As extracted by the TCLP and column tests are generally in the same order of magnitude. The comparisons with the stabilized values (Figure 4-3 c and Figure 4-3 e) and maximum values (Figure 4-3 d and Figure 4-3 f) show that the metals (As, Ni, Zn) extracted by the column tests are of the same order of magnitude than the concentrations extracted by the SPLP and CTEU-9 tests. In a comparison with the average

cumulative concentrations, Lackovic et al. (1997) found that the TCLP and SPLP tests extract more metals than the column tests.

The same trends are found with the comparison of the batch leaching tests to the humidity cell tests (Figure 4-4). The TCLP tests extract higher metals concentrations (Ni and Zn) compared to the stabilized (Figure 4-4 a) and the maximum values (Figure 4-4 b) of the humidity cell tests. The As concentrations extracted by the TCLP test are lower than the Ni and Zn concentrations, and are uniformly distributed around the 1:1 line. The SPLP and CTEU-9 tests extract more metals (As, Ni, and Zn) when compared to the stabilized concentrations (Figure 4-4 c and Figure 4-4 e), but the maximum concentrations (Figure 4-4 d and Figure 4-4 f) extracted by these tests are uniformly distributed around the 1:1 line when compared to the humidity cell tests.

The differences in terms of metals release in both types of tests can be explained by factors like the amount of materials used, the particles size distribution, the duration of the tests, the pH, and the L/S-ratios. The bias related to the amount of material and the L/S-ratios is minimized with the normalization of the data in mg/kg. Figure 4-5 and Figure 4-6 show the comparison of the results after this normalization. These comparisons show the same trends than the comparisons with metal concentrations (in mg/l) when the batch leaching tests are compared to the column tests. Even using an average cumulative concentration at 10 liters, which represent the same L/S-ratio used by the batch leaching tests, Lackovic et al. (1997) found the same trends, as the amount extracted by the batch leaching tests (TCLP and SPLP tests in their study) are greater than the column tests. The comparison of the batch leaching tests to humidity cell tests (Figure 4-6) also shows that greater amounts are extracted with the batch leaching tests.

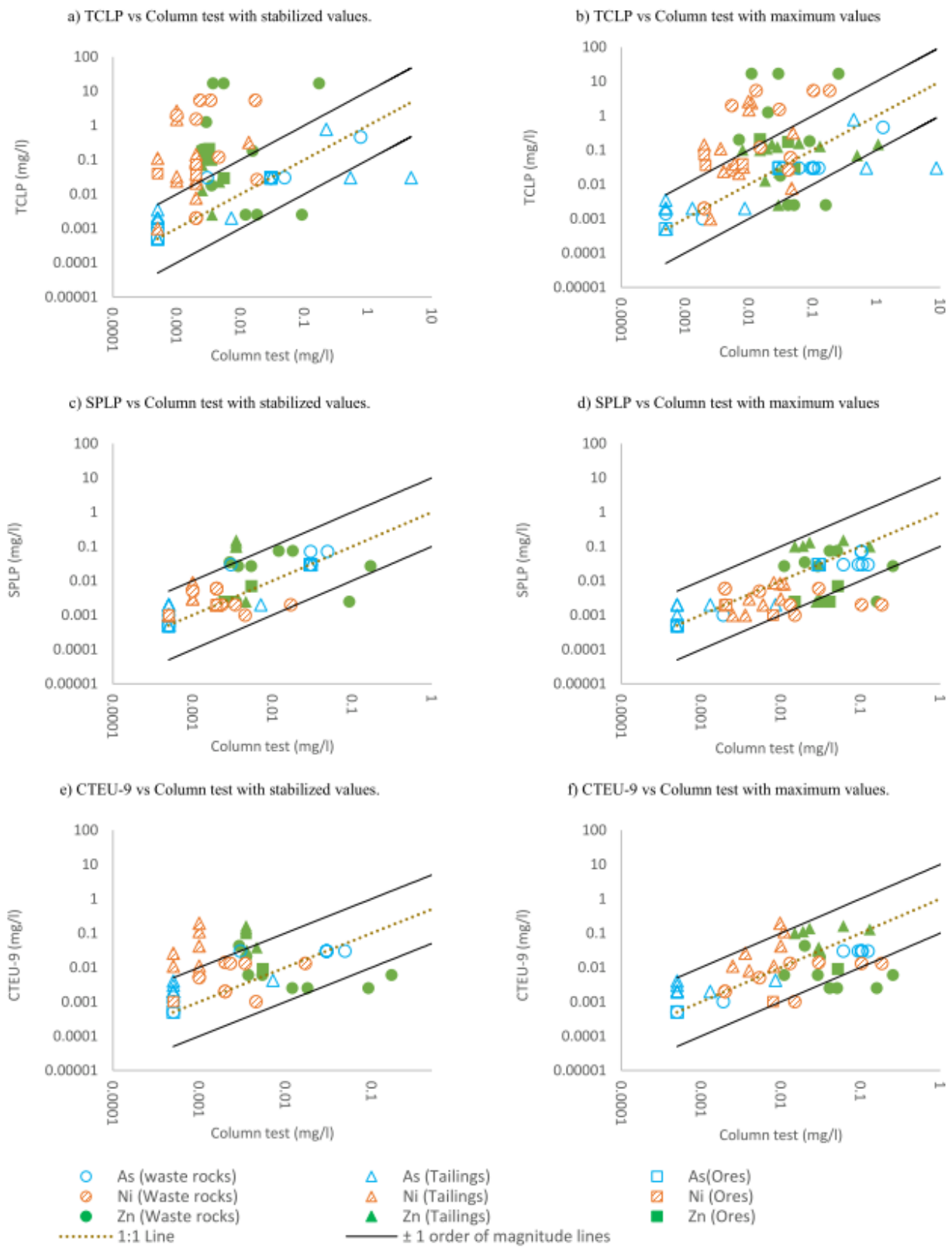

Figure 4-3 : Colum test results compared to those of batch leaching tests with data in mg/l

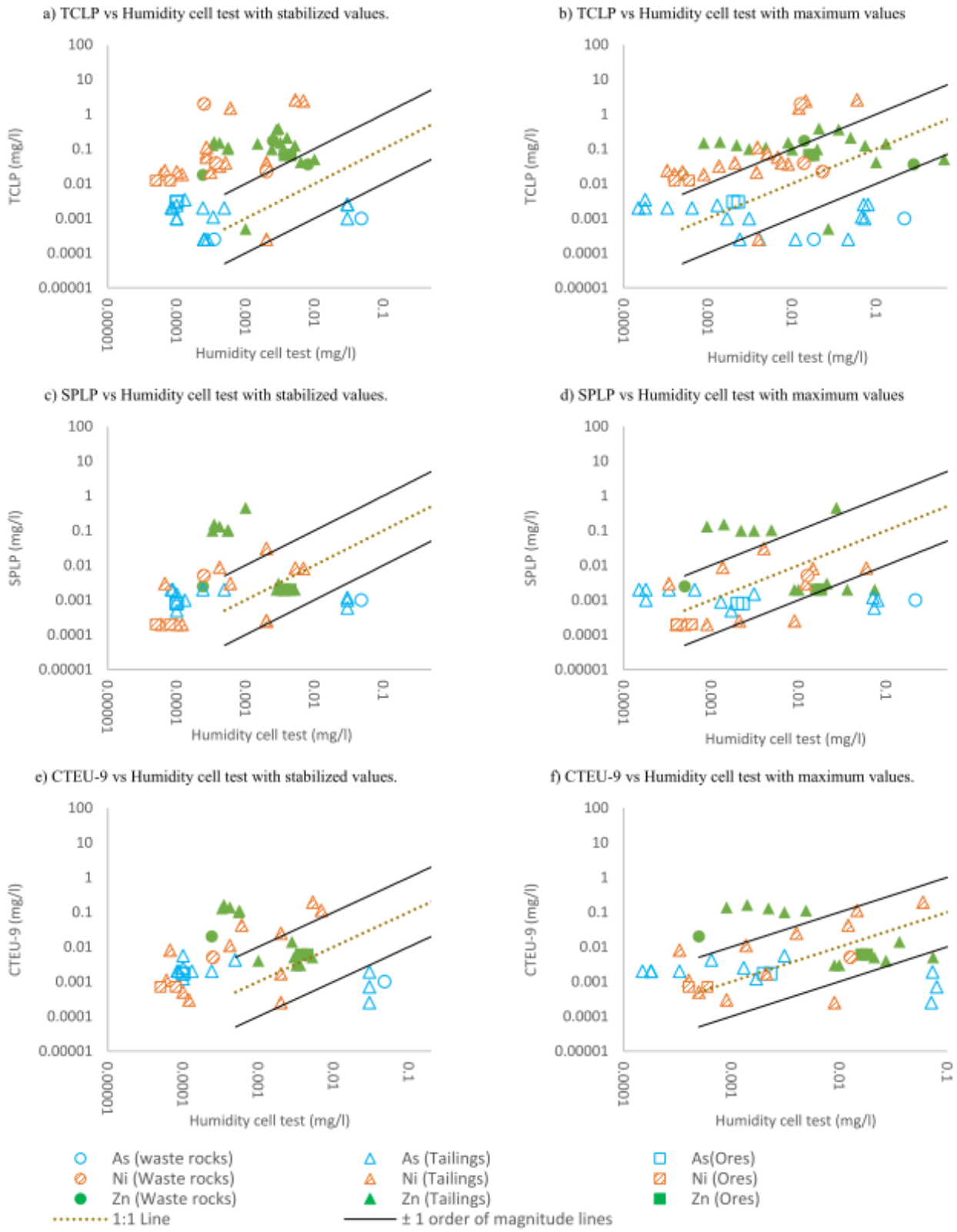

Figure 4-4 : Humidity cell test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/l

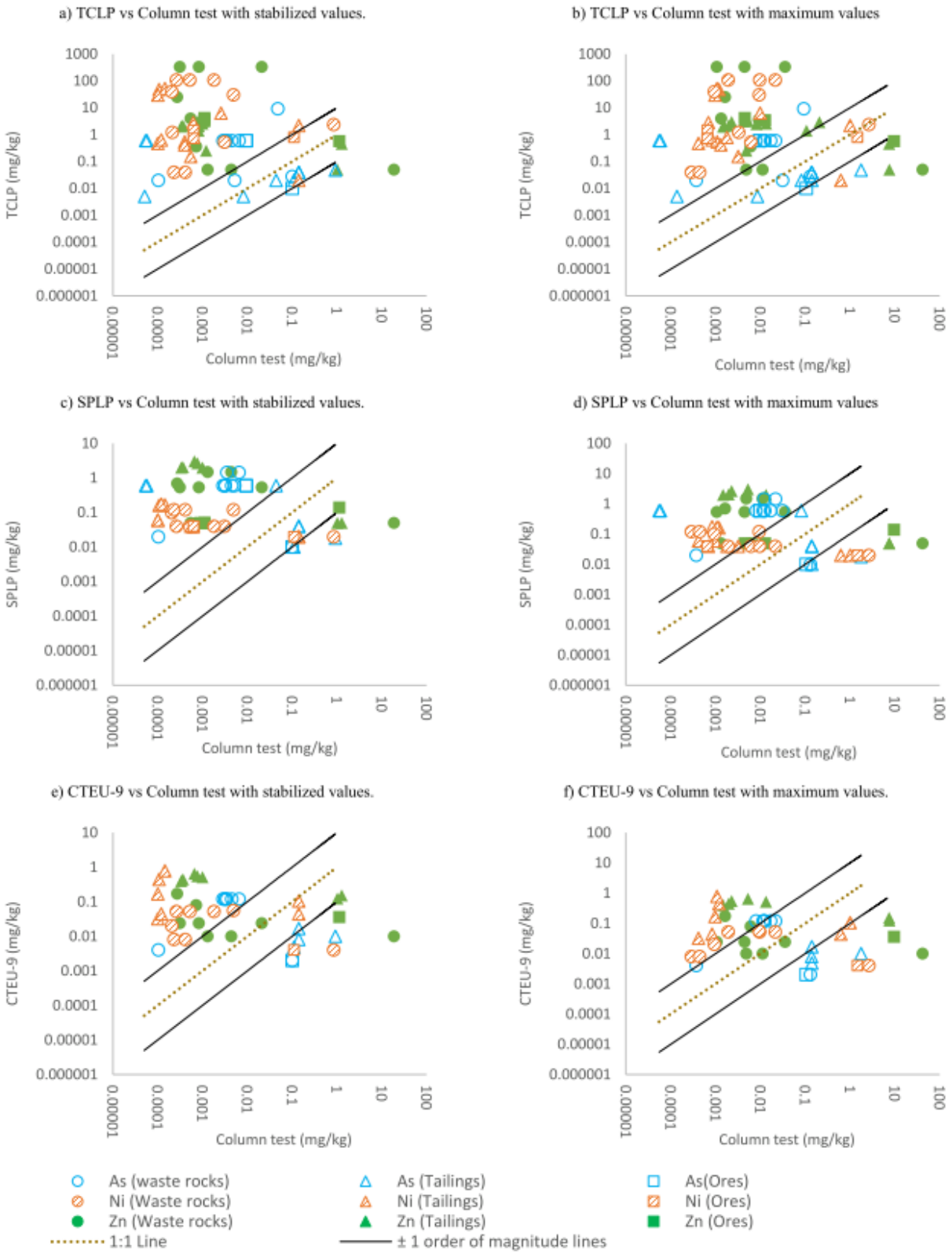

Figure 4-5 : Colum test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/kg

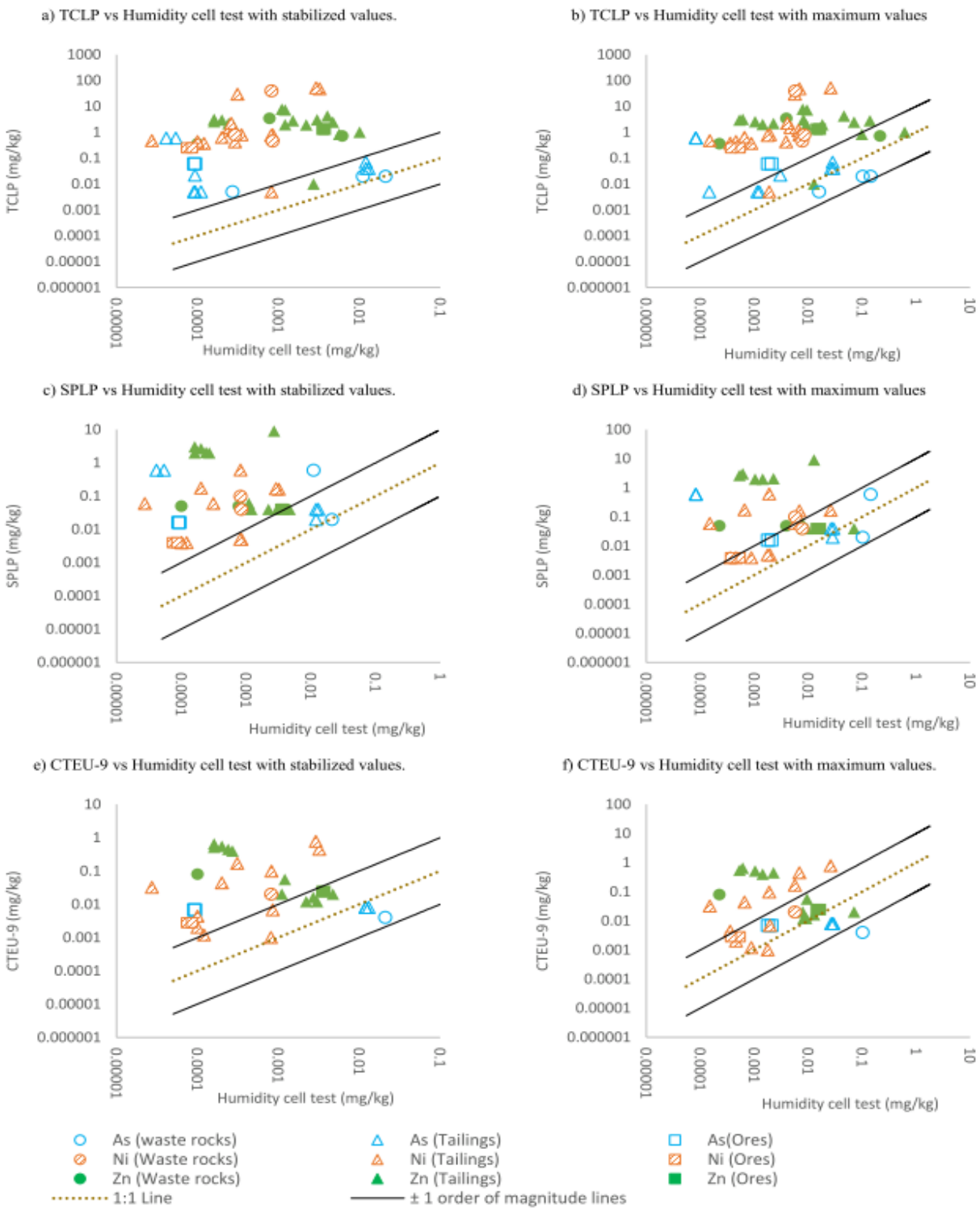

Figure 4-6 : Humidity cell test results compared to those of batch leaching tests with data expressed in mg/kg

The total amount extracted by the kinetic tests were also compared to the amount extracted by the batch leaching tests (Figure 4-7). These comparisons show that greater amounts of Ni and Zn are extracted by the TCLP tests compared to the column (Figure 4-7 a) and humidity cell tests (Figure 4-7 b). However, the amounts of As extracted by the TCLP tests are in the same order of magnitude as the kinetic tests. The total amounts extracted by the column tests are greater than the SPLP (Figure 4-7 c) and CTEU-9 (Figure 4-7 e) tests, while the total amounts extracted by the humidity cell tests are in the same order of magnitude than the SPLP (Figure 4-7 d) and CTEU-9 (Figure 4-7 f) tests.

As the differences between these tests can be due to others factors (tests duration, particle size, pH, geochemical mechanisms), an attempt is made to minimize the bias related to the test duration by using the daily rates with data expressed in mg/kg/day. The stabilized values and the maximum values are used for the comparison. Figure 4-8 shows the comparison results for the column tests, the same trends are obtainer for the humidity cell tests. These results still show that greater amounts are extracted with the batch leaching tests compared to kinetic tests.

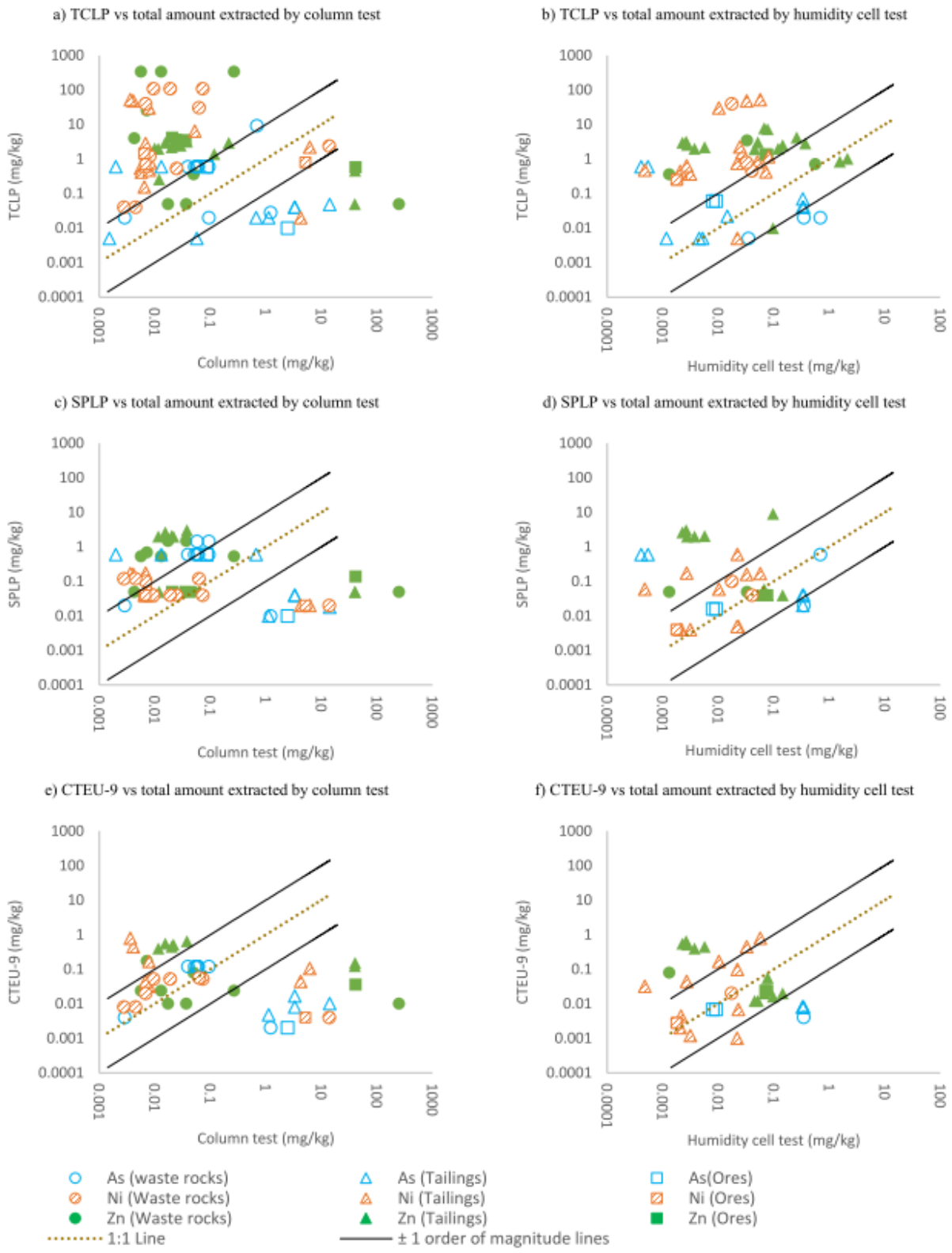

Figure 4-7 : Batch leaching tests compared to the total amount extracted by the kinetic tests

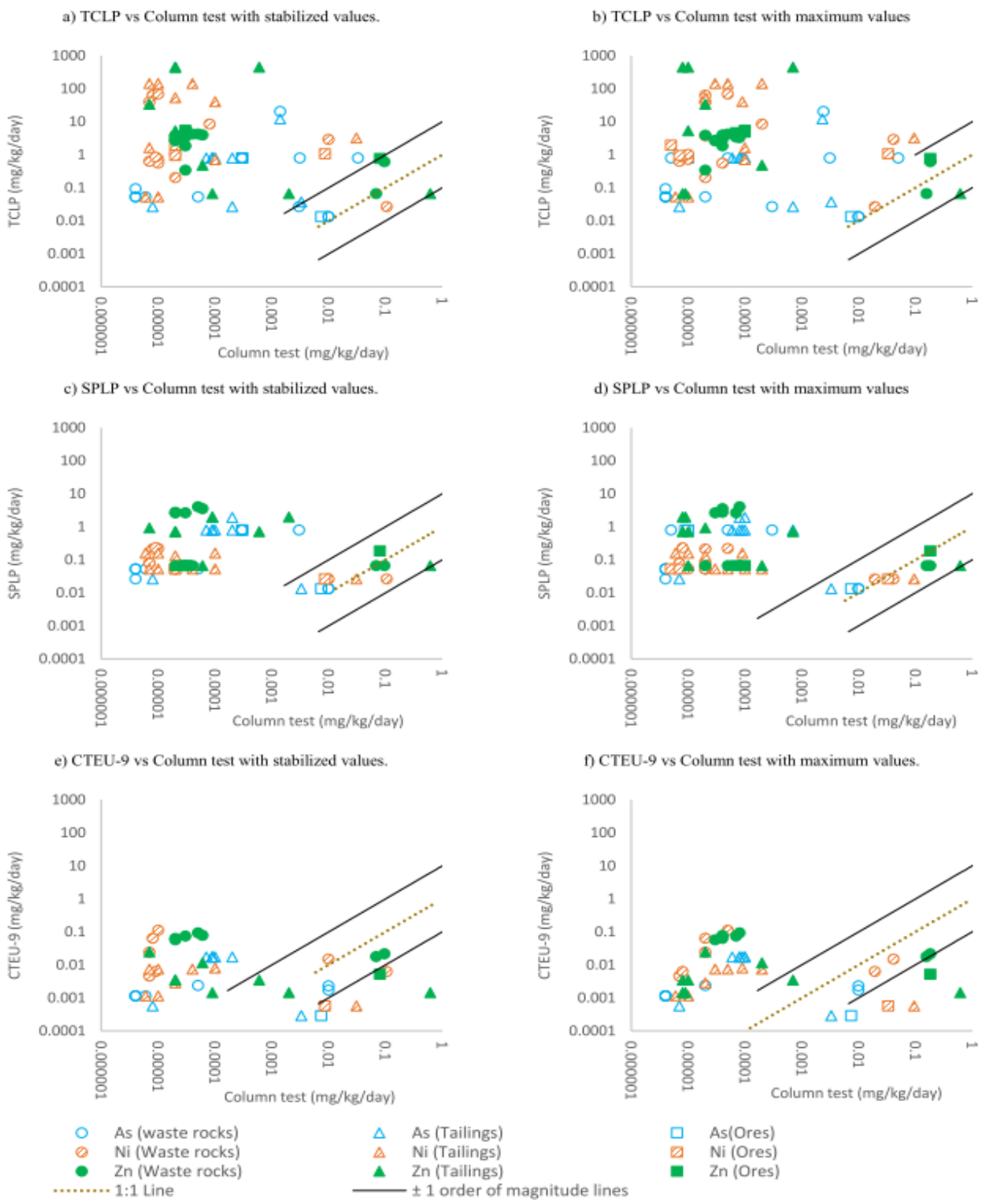

Figure 4-8 : Colum test results compared to batch leaching tests with data expressed in mg/kg/day

Despite the applied normalizations, particle size distribution, pH, and mechanisms such as sulfide oxidation and the other reactions which can occur during these tests remain important factors that contribute to the differences in the metals extracted by the batch leaching and kinetic tests. The solution pH plays an important role in the metals release as it controls the leaching (Özverdİ and Erdem 2010). The use of different extraction solutions at different pH values can explain the differences in the metals extraction seen with the comparisons. The leachate pH is controlled by the highly reactive and readily soluble components (Hageman et al. 2015), and also plays an important role in the metals concentrations as it governs their solubility (Halim et al. 2003).

Figure 4-9 shows the comparison of the leachate pH values from the batch leaching and kinetic tests. This comparison shows that the TCLP tests exhibit a final leachate pH quite different from those of the other tests, while SPLP and CTEU-9 tests show leachate pH values similar to the kinetic tests. These results confirm the conclusions of Hageman et al. (2015) that the TCLP test fails to provide accurate leachate pH compared to other batch leaching tests, and to the kinetic tests. As the TCLP and kinetic tests exhibit different leachate pH values, the differences in metals leaching by these tests may be due at least in part to the acetate ions in the TCLP solution, but the differences with the SPLP and CTEU-9 tests can be due to other factors. Further investigations are needed in order to better understand the mechanisms of metals release in batch and kinetics tests. The batch leaching tests give an idea of the soluble elements released in specific extraction conditions, while the kinetic tests involve the kinetics of the sulfide oxidation and neutralization reactions, as well as secondary precipitations, which can contribute to the differences obtained in the metals release.

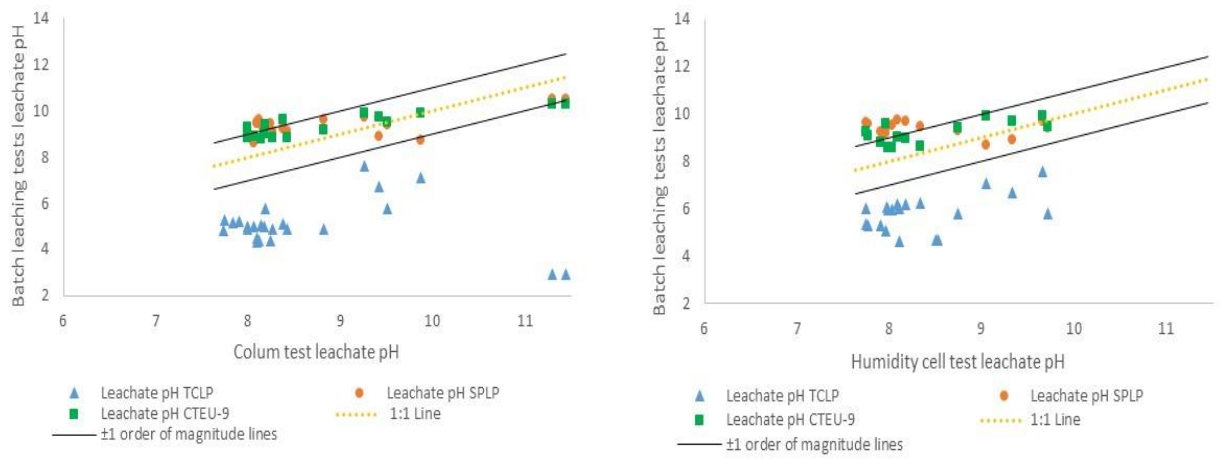

Figure 4-9 : Batch leaching tests pH compared to kinetic tests pH

4.6 Conclusion and recommendations

The results of batch leaching tests and kinetic tests were compared for As, Ni, and Zn releases. The comparisons show that the TCLP tests leached more metal species than the SPLP and CTEU-9 tests. The SPLP metal concentration results are higher than the ones of CTEU-9 test, but are generally smaller than the TCLP test results. Consequently, the SPLP test is considered more aggressive than the CTEU-9 test, and less than the TCLP test, mainly because of to their operating pH values.

The comparison of the batch leaching tests to the kinetic tests shows that the metals are extracted in larger quantity by the batch leaching tests. The bias is explained by the differences in the L/S-ratio, the amount of materials used, and the tests duration. However, the differences in terms of pH (controlled vs uncontrolled), particles size, and geochemical mechanisms could affect these comparisons. The column tests are well-known to be more representative of field conditions than the batch leaching tests (Bradham and Caruccio 1990; Lackovic et al. 1997; Kalbe et al. 2008), and the short-term tests (like the TCLP, SPLP and CTEU-9 tests) do not adequately simulate field conditions (Lewis and Hugo 2000; Washington State Department of Ecology 2003). The column tests, as well as the humidity cell tests, better simulate the reaction rates than the batch leaching tests due to the geochemical mechanisms allowed to occur in kinetic tests. These results show that it is more realistic to use the kinetic tests results (columns and humidity cell tests) for the prediction of the geochemical behavior of mine wastes instead of batch leaching tests, even if

we are dealing with non-acid generating wastes. While some legislations currently base environmental assessments on batch leaching tests results, results from the current study show that batch leaching tests results do not correlate to the more realistic kinetic tests.

The effect of particle size distribution on the comparison results is not studied here because of the lack of data on the S.S.A. of the different samples studied. The leaching test protocols preconize smaller particle sizes, while the humidity cell test is performed with particles under 6 mm (Tableau 4.1), and the column test protocols don't specify the particle sizes. As mentioned in the literature, the particle size is one of the factors influencing the results of the batch leaching tests. For the study of the influence of the geochemical mechanisms taking place during batch leaching tests, further investigations are needed. The use of sequential extraction tests may help to explain the different mineral phases attacked by the extraction solutions used in the different batch leaching tests.

4.7 Acknowledgments

The authors thank the IRME-UQAT for funding this study, and the URSTM staff for the technical support during the tests.

4.8 References

Aachib, M., Aubertin, M., & Chapuis, R. P. (1994). *Column test investigation of milling wastes properties used to build cover systems.* Paper presented at the Proceedings of the International Reclamation and Mine Drainage Conference and 3rd International Conference on the Abatement of Acid Mine Drainage, Pittsburgh, PA (Vol. 2, pp. 128-137).doi:DOI

AFNOR. (1992). Association Française de Normalisation. French monolith leach test X31-211.

Al-Abed, S. R., Hageman, P. L., Jegadeesan, G., Madhavan, N., & Allen, D. (2006). Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. *The Science of the total environment, 364*(1-3), 14-23. doi:10.1016/j.scitotenv.2005.10.021

Al-Abed, S. R., Jegadeesan, G., Purandare, J., & Allen, D. (2007). Arsenic release from iron rich mineral processing waste: Influence of pH and redox potential. *Chemosphere, 66*(4), 775-782. doi:10.1016/j.chemosphere.2006.07.045

Al-Abed, S. R., Jegadeesan, G., Purandare, J., & Allen, D. (2008). Leaching behavior of mineral processing waste: comparison of batch and column investigations. *Journal of hazardous materials, 153*(3), 1088-1092. doi:10.1016/j.jhazmat.2007.09.063

Argane, R., Benzaazoua, M., Bouamrane, A., & Hakkou, R. (2015). Cement hydration and durability of low sulfide tailings-based renders: A case study in Moroccan constructions. *Minerals Engineering, 76* 97-108. doi:10.1016/j.mineng.2014.10.022

ASTM D5744-07. (2001). Standard Test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell. doi:10.1520/D5744-07

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

Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Dagenais, a. M. (2001). Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. *Proceedings of the ... International Conference on Tailings and Mine Waste, 8* 263-272.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A. M., & Archambault, M. (2004). Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environmental Geology, 46*(8), 1086-1101. doi:10.1007/s00254-004-1113-1

Benzaazoua, M., Fiset, J. F., Bussière, B., Villeneuve, M., & Plante, B. (2006). Sludge recycling within cemented paste backfill: Study of the mechanical and leachability properties. *Minerals Engineering, 19*(5), 420-432. doi:10.1016/j.mineng.2005.09.055

Bouzahzah, H. (2013). Modification et amélioration des tests staitiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide. *Mémoire de Doctorat en sciences de l'environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT).*

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Plante, B. (2015). ASTM Normalized Humidity Cell Kinetic Test: Protocol Improvements for Optimal Sulfide Tailings Reactivity. *Mine Water and the Environment, 34*(3), 242-257. doi:10.1007/s10230-014-0307-3

Bowell, R. J., Sapsford, D. J., Dey, M., & Williams, K. P. (2006). Protocols affecting the reactivity of mine waste during laboratory-based kinetic tests.*Proceedings of 7th ICARD, St Louis, MO, USA*, 247-270.

Bradham, W., & Caruccio, F. (1990). A comparative study of tailings analysis using acid/base accounting, cells, columns and soxhlets. *2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage* 157-173. Retrieved from http://wvmdtaskforce.com/proceedings/90/90BRA/90BRA.HTM

Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Gases i n Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society, 60*(1), 309-319. doi:citeulike-article-id:4074706

Brunori, C., Balzamo, S., & Morabito, R. (2001). Comparison between different leaching tests for the evaluation of metal release from fly ash. *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 371*(6), 843-848. doi:10.1007/s002160100988

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. doi:10.1139/T07-040

Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R., & Benzaazoua, M. (2005). Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnés. *Symposium 2005 sur*(April 2016), 1-29. Retrieved from http://crc-bussiere.uqat.ca/ATMineAbandonnées-Bussiereetal_MA-BB-MB-RP-GJZ_.pdf

CEAEQ. (2012). Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100 – Lix.com.1.1, Rév. 1. *Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 07*(1), 1-17.

CEN. (2004). TS 14405: Characterization of waste•\ Leaching behaviour tests•\ Upflow percolation test (under specified conditions). *British Standard Institution*.

Chang, E. E., Chiang, P. C., Lu, P. H., & Ko, Y. W. (2001). Comparisons of metal leachability for various wastes by extraction and leaching methods. *Chemosphere, 45*(1), 91-99. Retrieved from http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11572596

Cruz, R., Méndez, B. a., Monroy, M., & González, I. (2001). Cyclic voltammetry applied to evaluate reactivity in sulfide mining residues. *Applied Geochemistry, 16* 1631-1640. doi:10.1016/S0883-2927(01)00035-X

Demers, I., Bussière, B., Aachib, M., & 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*(1-4), 113-128. doi:10.1007/s11270-010-0692-6

Demers, I., Molson, J., Bussière, B., & Laflamme, D. (2013). Numerical modeling of contaminated neutral drainage from a waste-rock field test cell. *Applied Geochemistry, 33* 346-356. doi:10.1016/j.apgeochem.2013.02.025

Dijkstra, J. J., van der Sloot, H. A., & Comans, R. N. J. (2006). The leaching of major and trace elements from MSWI bottom ash as a function of pH and time. *Applied Geochemistry, 21*(2), 335-351. doi:10.1016/j.apgeochem.2005.11.003

Erguler, Z. A., & Erguler, K. G. (2015). The effect of particle size on acid mine drainage generation: Kinetic column tests. *Minerals Engineering, 76* 154-167. doi:10.1016/j.mineng.2014.10.002

Fällman, A. M., & Aurell, B. (1996). Leaching tests for environmental assessment of inorganic substances in wastes , Sweden. *178*.

Ferguson, K. D., & Erickson, P. M. (1987). Will it generate AMD? An overview of methods to predict ACID Mine Drainage. *Proceedings of the 11th Annual British Columbia Mine Reclamation Symposium in Campbell River, BC, 1987. The Technical and Research Committee on Reclamation*.

Galvín, A. P., Ayuso, J., Jiménez, J. R., & Agrela, F. (2012). Comparison of batch leaching tests and influence of pH on the release of metals from construction and demolition wastes. *Waste management (New York, N.Y.), 32*(1), 88-95. doi:10.1016/j.wasman.2011.09.010

Ghosh, A., Mukiibi, M., & Ela, W. (2004). TCLP underestimates leaching of arsenic from solid residuals under landfill conditions. *Environmental science & technology, 38*(17), 4677-4682. Retrieved from http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15461179

Hageman, P. L., Briggs, P. H., Desborough, G. a., Lamothe, P. J., & Theodorakos, P. J. (2000). Synthetic precipitation leaching procedure (splp) leachate chemistry data for solid mine-waste composite samples from southwestern new mexico, and leadville, colorado. *U.s. geological survey* 22-22.

Hageman, P. L., Seal, R. R., Diehl, S. F., Piatak, N. M., & Lowers, H. a. (2015). Evaluation of selected static methods used to estimate element mobility, acid-generating and acid-neutralizing potentials associated with geologically diverse mining wastes. *Applied Geochemistry, 57* 125-139. doi:10.1016/j.apgeochem.2014.12.007

Halim, C., Amal, R., Beydoun, D., Scott, J. a., & Low, G. (2003). Evaluating the applicability of a modified toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) for the classification of cementitious wastes containing lead and cadmium. *Journal of Hazardous Materials, 103*(1-2), 125-140. doi:10.1016/S0304-3894(03)00245-0

Heasman, L., van der Sloot, H., & Quevauviller, P. (1997). *Harmonization of leaching/extraction tests* (Vol. 70): Elsevier.

Hooper, K. I. M. (1998). TCLP fails to extract oxoanion-forming elements that are extracted by municipal solid waste leachates.

Janusa, M. A., Bourgeois, J. C., Heard, G. E., Kliebert, N. M., & Landry, A. A. (1998). Effects of Particle Size and Contact Time on the Reliability of Toxicity Characteristic Leaching Procedure for Solidified/Stabilized Waste. *Microchemical Journal, 59*(2), 326-332. doi:10.1006/mchj.1998.1601

Jong, T., & Parry, D. L. (2005). Evaluation of the stability of arsenic immobilized by microbial sulfate reduction using TCLP extractions and long-term leaching techniques. *Chemosphere, 60*(2), 254-265. doi:10.1016/j.chemosphere.2004.12.046

Kalbe, U., Berger, W., Eckardt, J., & Simon, F.-G. (2008). Evaluation of leaching and extraction procedures for soil and waste. *Waste management (New York, N.Y.), 28*(6), 1027-1038. doi:10.1016/j.wasman.2007.03.008

Kim, A. G. (2003). Leaching methods applied to the characterization of coal utilization by-products. (Kim 2002), 89-96.

Lackovic, J. A., Nikolaidis, N. P., Chheda, P., Carley, R. J., & Patton, E. (1997). Evaluation of batch leaching procedures for estimating metal mobility in glaciated soils (pp. 231-240).

Lapakko, K. (2002). Metal mine rock and waste characterization tools: an overview, Mining, Minerals and Sustainable Development. In *Report No. 67, Acid Drainage Technology Initiative*.

Lapakko, K., & Lawrence, R. W. (1993). MODIFICATION OF THE NET ACID PRODUCTION (NAP) TEST. *Proceedings of the 17th Annual British Columbia Mine Reclamation Symposium in Port Hardy, BC.* 188-196.

Lawrence, R., & Marchant, P. (1991). Acid rock drainage prediction manual. *MEND/NEDEM Report, 1*.

Lawrence, R. W., & Scheske, M. (1997). A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology, 32*(September), 100-106. doi:10.1007/s002540050198

Lewis, A. E., & Hugo, A. (2000). Characterization and batch testing of a secondary lead slag. (October), 365-370.

Li, X. D., Poon, C. S., Sun, H., Lo, I. M. C., & Kirk, D. W. (2001). Heavy metal speciation and leaching behaviors in cement based solidified/stabilized waste materials. *Journal of Hazardous Materials, 82*(3), 215-230. doi:10.1016/S0304-3894(00)00360-5

MEND. (2004). Review of Water Quality Issues in Neutral pH Drainage: Examples and Emerging Priorities for the Mining Industry in Canada. Report 10.1. Ottawa, Canada.

Meng, X., Korfiatis, G. P., Jing, C., & Christodoulatos, C. (2001). Redox transformations of arsenic and iron in water treatment sludge during aging and TCLP extraction. *Environmental Science and Technology, 35*(17), 3476-3481. doi:10.1021/es010645e

Miller, S., Jeffery, J., & Wong, J. (1991). *Use and misuse of the acid base account for "AMD" prediction.* Paper presented at the Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Que (pp. 16-18).doi:DOI

Morin, K. A., & Hutt, N. M. (2001). *Environmental geochemistry of minesite drainage: Practical theory and case studies, Digital Edition*: MDAG Publishing (www. mdag. com), Surrey, British Columbia. ISBN: 0-9682039-1-4.

NEN 7343, NNI (1995). Leaching characteristics of solid earthy and stony building and waste materials. Leaching tests. Determination of the leaching of inorganic components from granular materials with the column test. Nederlands Normalisatie Instituut, Delft

Nevada Mining Association. (1996). Meteoric Water Mobility Procedure (MWMP), standardized Column Percolation Test Procedure, nevada Mining Association. *Reno, nV.*

Nicholson, R. (2004). *Overview of near neutral pH drainage and its mitigation: results of a MEND study.* Paper presented at the MEND Ontario workshop, Sudbury, Canada.doi:DOI

NT ENVIR 006 (1999). Solid waste, granular inorganic material: oxidised availability test UDC: 628.4-06. ISSN 1238-4445. Approved February 1999

Özverdİ, A., & Erdem, M. (2010). Environmental risk assessment and stabilization/solidification of zinc extraction residue: I. Environmental risk assessment. *Hydrometallurgy, 100*(3-4), 103-109. doi:10.1016/j.hydromet.2009.10.011

Paktunc, A. D. (1999). Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology, 39*(2), 103-112. doi:10.1007/s002540050440

Pettit, C. M., Scharer, J. M., Chambers, D. B., Halbert, B. E., Kirkaldy, J. L., & Bolduc, L. (1999). Neutral mine drainage. *Proceedings of Mining and the Environment, Sudbury, Canada* 829-838.

Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2010a). Predicting Geochemical Behaviour of Waste Rock with Low Acid Generating Potential Using Laboratory Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment, 30*(1), 2-21. doi:10.1007/s10230-010-0127-z

Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., Biesinger, M. C., & Pratt, a. R. (2010b). Study of Ni sorption onto Tio mine waste rock surfaces. *Applied Geochemistry, 25*(12), 1830-1844. doi:10.1016/j.apgeochem.2010.09.010

Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2011). Kinetic Testing and Sorption Studies by Modified Weathering Cells to Characterize the Potential to Generate Contaminated

Neutral Drainage. *Mine Water and the Environment, 30*(1), 22-37. doi:10.1007/s10230-010-0131-3

Plante, B., Bussière, B., & 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. doi:10.1016/j.gexplo.2013.11.004

Poon, C. S., & Lio, K. W. (1997). The limitation of the toxicity characteristic leaching procedure for evaluating cement-based stabilised / solidified waste forms. *17*(1), 15-23.

Price, W. A. (1997). *Guidelines and Recommended Methods for the Prediction of Metal Leaching and Acid Rock Drainage at Minesites in British Columbia: Draft*: Ministry of Employment and Investment. Energy and Minerals Division.

Quevauviller, P., Van der Sloot, H. A., Ure, A., Muntau, H., Gomez, A., & Rauret, G. (1996). Conclusions of the workshop: harmonization of leaching/extraction tests for environmental risk assessment. *Science of the Total Environment, 178*(1), 133-139.

Rauret, G., López-Sánchez, J. F., Sahuquillo, A., Rubio, R., Davidson, C., Ure, A., & Quevauviller, P. (1999). Improvement of the BCR three step sequential extraction procedure prior to the certification of new sediment and soil reference materials. *Journal of environmental monitoring : JEM, 1*(1), 57-61. Retrieved from http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11529080

Rietveld, H. M. (1993). The Rietveld method. The Early Days: a Retrospective View. *The Rietveld Method. Oxford University Press, Oxford, New York* 39-42.

Sapsford, D. J., Bowell, R. J., Dey, M., & Williams, K. P. (2009). Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. *Minerals Engineering, 22*(1), 25-36. doi:10.1016/j.mineng.2008.03.008

Shieh, C. (2001). Criteria of selecting toxicity characteristics leaching procedure (TCLP) and synthetic precipitation leaching procedure (SPLP) tests to characterize special wastes. *Florida Center for Solid and Hazardous Waste Management, University of Florida, Report*, 01-2.

Sima, J., Cao, X., Zhao, L., & Luo, Q. (2015). Toxicity characteristic leaching procedure over- or under-estimates leachability of lead in phosphate-amended contaminated soils. *Chemosphere, 138* 744-750. doi:10.1016/j.chemosphere.2015.07.028

Shieh, C. (2001). Criteria of selecting toxicity characteristics leaching procedure (TCLP) and synthetic precipitation leaching procedure (SPLP) tests to characterize special wastes. *Florida Center for Solid and Hazardous Waste Management, University of Florida, Report*, 01-2

Smart, R., Skinner, W. M., Levay, G., Gerson, A. R., Thomas, J. E., Sobieraj, H., ... & Stewart, W. A. (2002). ARD test handbook: Project P387, A prediction and kinetic control of acid mine drainage. *AMIRA, International Ltd, Ian Wark Research Institute, Melbourne, Australia*.

Sobek, A. A., Schuller, W. A., Freeman, J. R., & Smith, R. M. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils (pp. pp. EPA-600/602-678-054).

STANTEC Consulting. (2004). Priority assessment of metal leaching in neutral drainage. *Draft report submitted to MEND Initiative, CANMET, Ref* 631-22996.

Stegemann, J., & Cote, P. (1991). Investigation of test methods for solidified waste evaluation. Appendix B: Test methods for solidified waste evaluation. *Environment Canada Manuscript Series*.

Tessier, A., Campbell, P. G. C., & Bisson, M. (1979). Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry, 51*(7), 844-851. doi:10.1021/ac50043a017

Townsend, T., Dubey, B., & Tolaymat, T. (2006). Interpretation of Synthetic Precipitation Leaching Procedure Land-Applied Granular Waste. *23*(1).

U SEPA 1990. Toxicity Characterization Leaching Procedure (TCLP), EPA Method 1311, Washington, U.S.A.

U SEPA, 1994. Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP), EPA Method 1312, Washington, U.S.A

US EPA. (1995). Applicability of the toxicity characteristic leaching procedure to mineral processing wastes. *Technical Background Document Supporting the Supplemental Proposed Rule Applying Phase IV Land Disposal Restrictions to Newly Identified Mineral Processing Wastes*(December).

US EPA Method 1315. (2013b). Method 1315: Mass Transfer Rates of Constituents in Monolithic or Compacted Granular Materials Using a Semi-Dynamic Tank Leaching Procedure. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C (2013).

Van der Sloot, H. A. (1996). Developments in evailuating environmental impact from utilization of bulk inert wastes using laboratory leaching tests and field verification. *Elsevier Science Ltd, 16* 65-81.

Van Der Sloot, H. A. (1998). Quick techniques for evaluating the leaching properties of waste materials:their relation to decisions on utilization and disposal.

Van der Sloot, H. A., Comansa, R. N. J., & Hjelmar, O. (1996). Similarities in the leaching behaviour of trace contaminants from waste , stabilized waste , construction materials and soils. *The Science of the Total Environment, 178*(95), 111-126.

Vann, K. N., Musson, S. E., & Townsend, T. G. (2006). Factors affecting TCLP lead leachability from computer CPUs. *Waste management (New York, N.Y.), 26*(3), 293-298. doi:10.1016/j.wasman.2005.06.016

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 1. *École Polytechnique de Montréal, Mémoire de*.

Washington State Department of Ecology, W. (2003). An Assessment of Laboratory Leaching Tests for Predicting the Impacts of Fill Material on Ground Water and Surface Water Quality. --*A Report to the Legislature*--(03).

CHAPITRE 5 ARTICLE 2: STUDY OF THE LEACHINGS TESTS IMPACTS ON THE METALS LEACHING FROM MINING PROCESSING WASTE

Cet article est en instance de soumission au à la revue ‘’ Mine Water and the Environment’’.

Auteurs :
Moubié Richard BASSOLÉ[1], Benoît PLANTE[1], Mostafa BENZAAZOUA[1], Bruno BUSSIÈRE[1]

[1]Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 445 Boul de l’Université, Rouyn-Noranda J9X 5E4, QC, Canada. E-mail : Benoit.Plante@uqat.ca

5.1 Abstract

Leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9 tests) and kinetic tests (humidity cell test, column test, and the weathering cell test) are used to assess the metals release from mine waste. A previous study on the comparison of the leaching tests to kinetic tests (humidity cell test and the column test) showed that the leaching tests are more aggressive: more arsenic, nickel, and zinc were leached by the leaching tests even if the bias related to the L/S-ratio, the weight of materials used, and the test duration were considered. The present study was conducted in order to evaluate the influence of the geochemical processes occurring during leaching tests and kinetic tests (weathering cell test) on the metals distribution among the minerals fractions. These results will enable to better evaluate the relevance of batch leaching tests in mine drainage water quality prediction. Mixtures of pure minerals were submitted to the leaching tests and weathering cell tests, and the results of the metals release were compared. A sequential extraction test was also carried out on post leaching test and weathering cell test samples in order to assess the metals distribution. The comparison of the results shows that more metals were leached by the leaching tests compared to the stabilized results of the weathering cell test. While the maximum concentrations and the total amount extracted by the weathering cell test are more close to the leaching tests results, except for the TCLP test. The sequential extraction test results show that after the submission to the leaching tests, the metals distribution was almost similar after the TCLP and SPLP tests. However, the distribution after the CTEU-9 and the weathering cell tests

are also similar with the parts of metals soluble under reducing conditions becoming more important, especially for the oxidation products (calcium, iron, and sulfates). These results show that the oxidation-neutralization processes occurring during the weathering cell test (and the kinetic tests in general) influence on the metals distribution. The results of this study show that the concentrations of metals extracted by the batch leaching tests are closer to the first rinsing concentrations (maximum concentrations) of the kinetic tests. However, the long term metals release (stabilized values) by the kinetic tests (and in the field conditions) is different to the extraction by the batch leaching tests. Also, these results show that the oxidation-neutralization processes occurring during the kinetic tests (and in the field conditions), which are absent during the batch leaching tests, play an important role in the metals extraction and distribution. Batch leaching tests should therefore not be recommended for the prediction of the geochemical behaviour of mine wastes as these tests results do not reflect the metals release in the conditions in which the wastes are disposed.

Keywords: Leaching tests, kinetic tests, leaching, prediction, geochemical behaviour.

5.2 Introduction and literature background

The wastes generated by the mining activities may have environmental impacts if their disposals are mismanaged. The threats caused are related to acid mine drainage (AMD), to contaminated neutral drainage (CND), and to the release of heavy metals in the environment. Many tests have been developed for the prediction of AMD/CND production and metals release. The tests used to predict AMD generation include the static tests, well described in the literature (Sobek et al. 1978; Bradham and Caruccio 1990; Kwong 1993; Lapakko and Lawrence 1993; Jennings and Dollhopf 1995; Adam et al. 1997; Lawrence and Scheske 1997; Paktunc 1999; Chotpantarat 2011; Plante et al. 2012; Bouzahzah et al. 2013), as well as kinetic tests (Benzaazoua et al. 2001, 2004); Bouzahzah et al. 2013). Further information on the kinetic tests is presented in the literature (Bradham and Caruccio 1990; Lawrence and Marchant 1991; Aubertin et al. 1997; Bussière and Aubertin 1999; ASTM D5744-07 2001; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Cruz et al. 2001; Scott et al. 2002; Ardau et al. 2009; Villeneuve et al. 2009; Bouzahzah et al. 2013, 2015). Kinetic tests results are also used to predict CND production (Plante et al. 2011; Demers et al. 2013).

Many leaching tests have been developed over the years, and are well described and studied in the literature (US EPA Method 1311 1990; US EPA Method 1312 1994; US EPA 1995; Van der Sloot 1996; Quevauviller et al. 1996; Hooper 1998; Van Der Sloot 1998; Kim 2003; Washington State Department of Ecology 2003; Ghosh et al. 2004; Al-Abed et al. 2006). The leaching tests results are often used to interpret the geochemical behaviour of mine wastes and predict mine drainage water quality. The results of these tests are compared to the thresholds established by the environmental standards in order to predict whether the mine wastes will be toxic or not to the environment. In Québec, leaching tests like the TCLP test (US EPA Method 1311 1990), the SPLP test (US EPA Method 1312 1994), the CTEU-9 test (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991b), and the CTEU-10 (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991a) test are the most used to evaluate the metals release from mine wastes (CEAEQ 2012). However, the use of batch leaching tests in order to predict the water quality from mine wastes is questionable, especially for the TCLP test. Studies have shown that the TCLP inaccurately predicts the leaching of heavy metals from mineral processing wastes due to the extraction solution used (Hooper 1998), the pH of the waste (Van der Sloot 1996), the particle size distribution (Janusa et al. 1998; Halim et al. 2003), and the redox potential (Meng et al. 2001). Other studies have shown that the short-term leaching tests like those used in Québec could significantly overestimate the potential release of metals due to negligible mass transfer limitations and absence of other geological and hydrological factors (Al-Abed et al. 2008).

The present study aims to assess the appropriateness to use the leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9) to predict the mine drainage water quality. A parallel study (Bassolé et al., submitted) conducted on the comparison of leaching tests results (TCLP test, SPLP test, and CTEU-9 test) to kinetic test results (humidity cell test and column test) showed that the amount of metals extracted by these leaching tests is greater than those extracted by the kinetic tests. The present study is conducted in order to evaluate the impact of the extraction tests procedures on the mineral phases and to highlight the mineral phases attacked by the solutions used during the leaching tests. For this purpose, mixtures are made with acid neutralizing minerals (calcite and labradorite) and sulfides (pyrite, pyrrhotite, and arsenopyrite) in a quartz matrix. The mixtures were submitted to weathering cell tests to oxidise the sulfides minerals, and the weathered and the fresh mixtures were submitted to the leaching tests. Before and after each leaching test, the

mixtures were submitted to a sequential extraction test. These results should help to define the relevance of leaching tests in water quality prediction.

5.3 Materials and methods

5.3.1 Pure minerals samples

For the purposes of the study, pure minerals were bought from a supplier: pyrite, pyrrhotite, and arsenopyrite (acid generating sulfides), as well as labradorite and calcite (acid neutralizing minerals). Quartz mineral is used as a matrix to bring the mass of each mixture to 300 g, and is considered inert. The pure minerals were ground to reach a desired grain size of D_{80} between 100 and 200 µm, homogenized, and divided into two lots: one for the physical, chemical and mineralogical characterizations, and the other for the mixtures.

5.3.2 Mixtures samples

Different combinations of the pure minerals are used for the mixtures preparation. In each mixture, the pure minerals account for less than 40 %, the bulk being completed with quartz. Tableau 5.1 shows the proportions of the pure minerals in the mixtures. Each mixture is prepared with a low and high AGP by varying the proportions of sulfide and neutralizing minerals, based on the acid-base accounting (ABA) criteria of Miller et al. (1991). For the calculation of the AGP, the mineralogical static test proposed by Paktunc (1999) and modified by Bouzahzah et al. (2013) is used (equations 5.1 and 5.2):

$$AP = \sum_{i=1}^{k} \alpha * X_s \qquad 5.1$$

With

$$\alpha = \frac{n_s * 98 * 10}{W_s} \qquad 5.2$$

* **AP** is the acid-generating potential in kg sulfuric acid equivalent per ton,

* **ns** is the number of moles of H_2SO_4 formed by the oxidation of one mole of sulfide mineral **s**,
* **98** is the molecular weight of H_2SO_4,
* **10** is the conversion factor for recasting in $kg.t^{-1}$,
* **Xs** is the amount of sulfide mineral **s** in wt%,
* **ws** is the molecular weight of sulfide mineral **s** ($g.mol^{-1}$)
* **k** is the number of sulfide minerals in the sample.

The calculated **α** is 16.35 for pyrite, 11.16 for pyrrhotite, and 6.02 for arsenopyrite. To improve the Paktunc equation, Bouzahzah et al. (2013) suggested a relative reactivity factor (r) in order to take into account the relative rates of acidity production of each sulfide. This relative factor is based on acidity production rate for arsenopyrite compared to pyrite and pyrrhotite, for which **r** is arbitrarily fixed to 1. A reactivity factor of 2.54 is suggested for arsenopyrite. Then the Paktunc equation becomes:

$$AP = \sum_{i=1}^{k} \alpha * X_s * r_i \qquad 5.3$$

The modified equation is used to calculate the amount of each mineral to get the desired AGP for the mixtures.

Tableau 5.1 : Mineralogical composition of the mixtures

Mixtures	% in the mixtures.					
	Pyrite	Pyrrhotite	Arsenopyrite	Calcite	Labradorite	quartz
Mixture#1-L	7	-	-	13	-	80
Mixture#1-H	7	-	-	6	-	87
Mixture#2-L	6	-	-	-	31	63
Mixture#2-H	6	-	-	-	15	79
Mixture#3-L	-	8	-	11	-	81
Mixture#3-H	-	8	-	5	-	87
Mixture#4-L	-	6	-	-	22	72
Mixture#4-H	-	6	-	-	8	86

Tableau 5.1: Mineralogical composition of the mixtures (Suite)

Mixtures	% in the mixtures.					
	Pyrite	Pyrrhotite	Arsenopyrite	Calcite	Labradorite	quartz
Mixture#5-L	-	-	5	10	-	86
Mixture#5-H	-	-	5	4	-	91
Mixture#6-L	-	-	4	-	19	77
Mixture#6-H	-	-	4	-	8	88
Mixture#7-L	7	-	5	21	-	67
Mixture#7-H	7	-	5	15	-	73
Mixture#8-L	5	6	-	16	-	73
Mixture#8-H	5	6	-	10	-	79

The mixture samples were divided into two lots. The first one is used for particle size distribution analysis, for the polished sections manufacture, the determination of the specific surface area, and for the leaching tests. The second is submitted to weathering cell tests. The post weathering cell tests materials are submitted to leaching tests, sequential extraction test, and is used for polished sections manufacture.

5.3.3 Leaching tests

The leaching tests used are the TCLP test (USEPA Method 1311 1990), the SPLP test (USEPA Method 1312 1994), and the CTEU-9 test (Stegemann and Cote 1991). These tests are carried out in different conditions described in Tableau 5.2. The samples were combined with a volume of appropriate extraction solution to have the desired L/S-ratio in bottles. The bottles were then tumbled in an end-over-end rotation at 30 rpm for a set leaching duration depending on the leaching test. At the end of each test, the leachate was vacuum filtered (0.45 µm) and the pH of the leachate was measured with a pH/mV meter. The remaining leachate was acidified to 2 % HNO_3 for the ICP-AES analysis. The final material is recovered (not rinsed) and dried in an oven for the sequential extraction test.

Tableau 5.2 : Leaching and weathering cell tests conditions

Test	Lixiviation solutions	Conditions
TCLP	Solution 1: acetic acid solution, adjusted to a pH of 4.93 with sodium hydroxide solution. Solution 2: acetic solution at a pH of 2.88.	Grain size : under 9.5 mm liquid/solid ratio: 20 Duration : 18 h Drying : no Pre-test need: yes
SPLP	Nitric and sulfuric acids solution at a pH oh 4.2.	Grain size : under 9.5 mm liquid/solid ratio: 20 Duration : 18 h Drying : no Pre-test need: no
CTEU-9	Water at a neutral pH (7).	Grain size : under 150µm liquid/solid ratio: 4 Duration : 7 days Drying : no Pre-test need: no
Weathering cell test	Deionised water	Grain size :D_{80} between 18.75 and 21.5 µm liquid/solid ratio: <1 Duration: months Flushing water: 50 ml Sample weight: 67 g

5.3.4 Weathering cell tests

The weathering cell test is adapted from the protocol developed by Cruz et al. (2001). The objective of this test is to accelerate the weathering of the material in order to study the responses of weathered materials to leaching tests. For each mixture sample, a weight of 67 g is used. The weathering cell samples are leached every with 50 ml of deionized water Mondays and Thursdays each week. The leachates are recovered after 3-4 hours of contact between the deionized water and the material. The two weekly leachates are combined, filtered with a 0.45 µm nylon filter, and acidified to 2 % HNO_3 for ICP-AES analysis. The pH, the electrical conductivity, the acidity, and the alkalinity are measured on the weekly leachates. The tests were performed over a period of 38 to 40 weeks. The first 17 weeks, the samples are left to dry under ambient air between the leachings, and they were maintained partially humid for the remaining within a humidity chamber, according to a protocol developed by Bouzahzah et al. (2012). The

post-testing materials were oven dried (60°C) and submitted to leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9) and sequential extraction test.

5.3.5 Sequential extraction tests

The sequential extraction test was carried out on the initial and post-testing samples. The first 3 extraction steps of the Tessier et al. (1979) procedure modified by Neculita et al. (2008) are used in this study (Tableau 5.3). After each step, the suspension is centrifuged, the supernatant is extracted, and the residue is washed with 8 ml of deionised water. A second washing on the residue is made using 8 ml of deionised water. The three extracts are combined, 10 ml of the final extract is filtered (0.45 µm) and acidified to 2 % HNO_3 for ICP-AES analysis. The sequential extraction was performed in duplicate for each samples.

Tableau 5.3 : Sequential extraction procedure used in this study

Fractions	Extraction conditions
Exchangeable	Extraction with 8 ml of 1 M $MgCl_2$ (pH 7) at room temperature for 1 h with continuous agitation.
Soluble in acidic conditions	Extraction with 8 ml de 1 M NaOAc (pH 5) at room temperature for 5 h with continuous agitation.
Soluble under reducing conditions	Extraction with 20 ml of 0.04 M $NH_2OH.HCl$ in 25 % (v/v) HOAc at 96 ±3 °C for 6 h with occasional agitation.
Soluble under oxidizing conditions	-Extraction with 3 ml of 0.02 M HNO_3 + 5 ml of 30% H_2O_2 (pH 2) heated at 85°C for 2 h. -Addition of 3 ml of 30 % H_2O_2 (pH2) heated at 85°C for 3 h. -Addition of 5 ml of 3.2 M NH_4OAC in 20 % (v/v) of HNO_3 diluted to 20 ml and agitated for 30 minutes.
Residual	-Digestion with HF-$HClO_4$

5.3.6 Analytical methods

Several analytical methods were used for the chemical, physical, and mineralogical characterization of the materials used in this study. The chemical composition was determined by an Inductively Coupled Plasma (ICP-AES) analysis after acid-digestion (HNO_3/HF/HCl/Br_2). The sulfur/carbon content was determined using the induction furnace of an ELTRA CS-2000 carbon/sulfur determinator. The specific gravity (Gs) was determined with a Helium pycnometer (Micromeritics Accupyc 1330). The particle size distribution was determined using a Malvern Mastersizer laser particle size analyzer (Mercus 2009). The specific surface area was determined by using a Micromeritics surface area analyzer using the B.E.T method (Brunauer et al. 1938). The mineralogical characterization was performed with a Bruker A.X.S D8 advance x-ray diffraction (XRD) instrument equipped with a copper anticathode, and the mineralogical quantification was performed with Rietveld (1993) fitting of the XRD data with TOPAS software. The purity of the minerals and the extent of weathering were studied under an optical microscope (an Axio Imager 2 optical microscope) and a scanning electron microscope (SEM) using polished sections. The SEM observations were achieved on a Hitachi S-3500N microscope equipped with a Bruker X-Max 20 mm2 X-ray energy dispersive spectrometer (EDS).

5.4 Results and discussion

5.4.1 Results of the pure minerals and mixtures characterization

The chemical compositions, the sulfur/carbon contents, and the Gs of the pure minerals are shown in the supplementary material. The chemical compositions show some impurities in sulfides minerals. The pyrite is contaminated by Mg, Mn, Ni, Pb, and Cu. The Pyrrhotite is also contaminated by Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Cu, and Zn. And the arsenopyrite is contaminated by Mg, Mn, Na, Ni, and Pb. The XRD results suggest that the minerals are pure excepted for the labradorite which is composed of 84.02% of labradorite, 11.1% of enstatite, 2.95% of chlorite, 1.5% of phlogopite, 0.21% of ilmenite, 0.14% of actinolite and 0.07% of magnetite. Observations in the scanning electron microscope show some impurities of galena in the pyrrhotite mineral. The labradorite seems contaminated with magnetite, ilmenite, and rutile.

The mixtures were also analysed for their physical and chemical characterizations. The particle size distribution curves can be found in the supplementary material. Tableau 5.4 and Tableau 5.5 summarize the chemical and physical properties of the mixtures with low AGP and the mixtures with high AGP, respectively.

Tableau 5.4 : Chemical compositions, grain size distribution parameters, and specific surface area of the mixtures with low AGP

	Mixture 1-L	Mixture 2-L	Mixture 3-L	Mixture 4-L	Mixture 5-L	Mixture 6-L	Mixture 7-L	Mixture 8-L
Al (mg/kg)	152	42810	192	32490	2892	29260	1953	1942
As (mg/kg)	<5	<5	<5	<5	19500	15800	19400	<5
Ca (mg/kg)	52070	18990	42150	13530	36770	13030	80090	61640
Fe (mg/kg)	38230	42040	45470	41570	20960	19570	54460	59810
Mg (mg/kg)	168	3007	147	2107	162	1967	285	204
Mn (mg/kg)	119	122	102	88	102	70	197	149
Na (mg/kg)	151	8210	131	5830	104	6240	153	5
Ni (mg/kg)	<5	20	<5	<5	<5	<5	<5	<5
S_{total} (mg/kg)	37450	31910	25230	20560	11340	8321	49470	47780
Cu (mg/kg)	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
Pb (mg/kg)	<5	<5	46	20	<5	<5	<5	15
Zn (mg/kg)	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55
D_{10} (µm)	4.22	4.18	5.35	4.72	4.56	5.58	2.65	3.06
D_{50} (µm)	56.35	41.13	68.38	51.73	75.67	69.64	51.45	35.08
D_{80} (µm)	175.33	104.89	169.85	125.87	178.51	167.07	149.16	100.26
Specific area (m^2/g)	0.7302	0.6435	0.5937	0.7184	0.7807	0.6337	1.093	1.0958

Tableau 5.5 : Chemical compositions, grain size distribution parameters and specific area of the mixtures with high AGP

	Mixture 1-H	Mixture 2-H	Mixture 3-H	Mixture 4-H	Mixture 5-H	Mixture 6-H	Mixture 7-H	Mixture 8-H
Al (mg/kg)	234	17320	150	11690	3361	14360	2649	2178
As (mg/kg)	<5	<5	<5	<5	19400	16000	19000	<5
Ca (mg/kg)	20090	9438	17170	5420	15680	5908	57500	36640
Fe (mg/kg)	38700	39750	48960	39570	20500	18850	53230	57860
Mg (mg/kg)	84	1470	73	846	100	995	237	122
Mn (mg/kg)	65	93	60	54	57	54	144	108
Na (mg/kg)	133	4160	122	2350	96	2750	124	2
Ni (mg/kg)	<5	65	<5	<5	<5	<5	<5	<5
S_{total} (mg/kg)	37480	32110	25980	20610	10310	8190	48170	45860
Cu (mg/kg)	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
Pb (mg/kg)	<5	<5	48	5	<5	<5	<5	16
Zn (mg/kg)	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55	<55
D_{10} (µm)	5.46	3.82	5.78	5.62	5.17	5.68	3.83	3.93
D_{50} (µm)	70.8	37.38	71.48	61.22	70.35	72.42	56	47.46
D_{80} (µm)	169.57	100.49	171.44	137.01	165.39	162.51	165.38	112.21
Specific area (m^2/g)	0.471	0.739	0.521	0.608	0.711	0.705	0.964	0.956

5.4.2 Quality of the weathering cell test leachates

The evolution of the pH and the acidity values during the tests are shown in Figure 5-1. The leachate pH of the mixtures in which calcite is used as neutralizing mineral (mixtures 1, 3, 5, 7, and 8) remained between 7 and 8, even with the mixtures with a high AGP. The mixtures 2, 4, and 6, in which labradorite is used as neutralizing mineral, show a large variation in the pH values during the test. The mixtures 2 are the most reactive, as their pH values drop below 6 after 70 days and 168 days of testing for the high and low AGP mixtures respectively, and stabilize around 4 for both samples. The pH values of the mixtures 4 drop below 6 after 133 and 245 days

of testing for the high AGP and low AGP mixtures respectively, with pH values of 5 for both. For the mixtures 6, the pH decreased but remained above 6. The acidities of all mixtures were negligible except for the mixtures 2.

Figure 5-2 and Figure 5-3 show the evolution of the total cumulative extracted of Al, Ca, Fe, and SO_4^{2-} during the weathering cell tests. The evolution of the metals leaching for the mixtures with labradorite as neutralizing mineral (2, 4, and 6) are quite different from those with calcite. In the mixtures 2, 4, and 6, the pH decreases due to the oxidation of the sulfide minerals and to the low neutralization potential associated with labradorite. The iron and sulfate concentrations increase with theses mixtures especially for the mixture 2, because of sulfide oxidation. The Fe concentrations increase at approximately 150-200 days, where pH drops low enough to enable it to remain in solution. Indeed, thermodynamic equilibrium calculations using VMINTEQ (Tableau 5.6) suggests that Fe may precipitate as various oxyhydroxides.

Tableau 5.6 : Suggested secondary minerals during the weathering cell tests according to VMinteq thermodynamic equilibrium calculations

Mixtures	Precipitated secondary minerals during the weathering cell test
2-L	Quartz, Boehmite, $Al(OH)_3$(Soil), Chrysotile, Gibbsite (C), Halloysite, Imogolite, Diaspore, Kaolinite, $Al2O_3$(s), $Al_4(OH)_{10}SO_4$(s), hercynite, $Al(OH)_3$(am), Alunite.
2-H	Quartz, Boehmite, $Al(OH)_3$(Soil), Gibbsite (C), Halloysite, Imogolite, Diaspore, Kaolinite, Al_2O_3(s), $Al_4(OH)_{10}SO_4$(s), hercynite, $Al(OH)_3$(am), Alunite.
6-L	Quartz, Boehmite, $Al(OH)_3$(Soil), Gibbsite (C), Halloysite, Imogolite, Diaspore, Kaolinite, Greenalite, Al_2O_3(s), $Al_4(OH)_{10}SO_4$(s), hercynite, $Al(OH)_3$(am), Alunite.
6-H	Quartz, Boehmite, $Al(OH)_3$(Soil), Gibbsite (C), Halloysite, Imogolite, Chalcedony, Diaspore, Kaolinite, Greenalite, Al_2O_3(s), $Al_4(OH)_{10}SO_4$(s), hercynite, $Al(OH)_3$(am), Alunite.

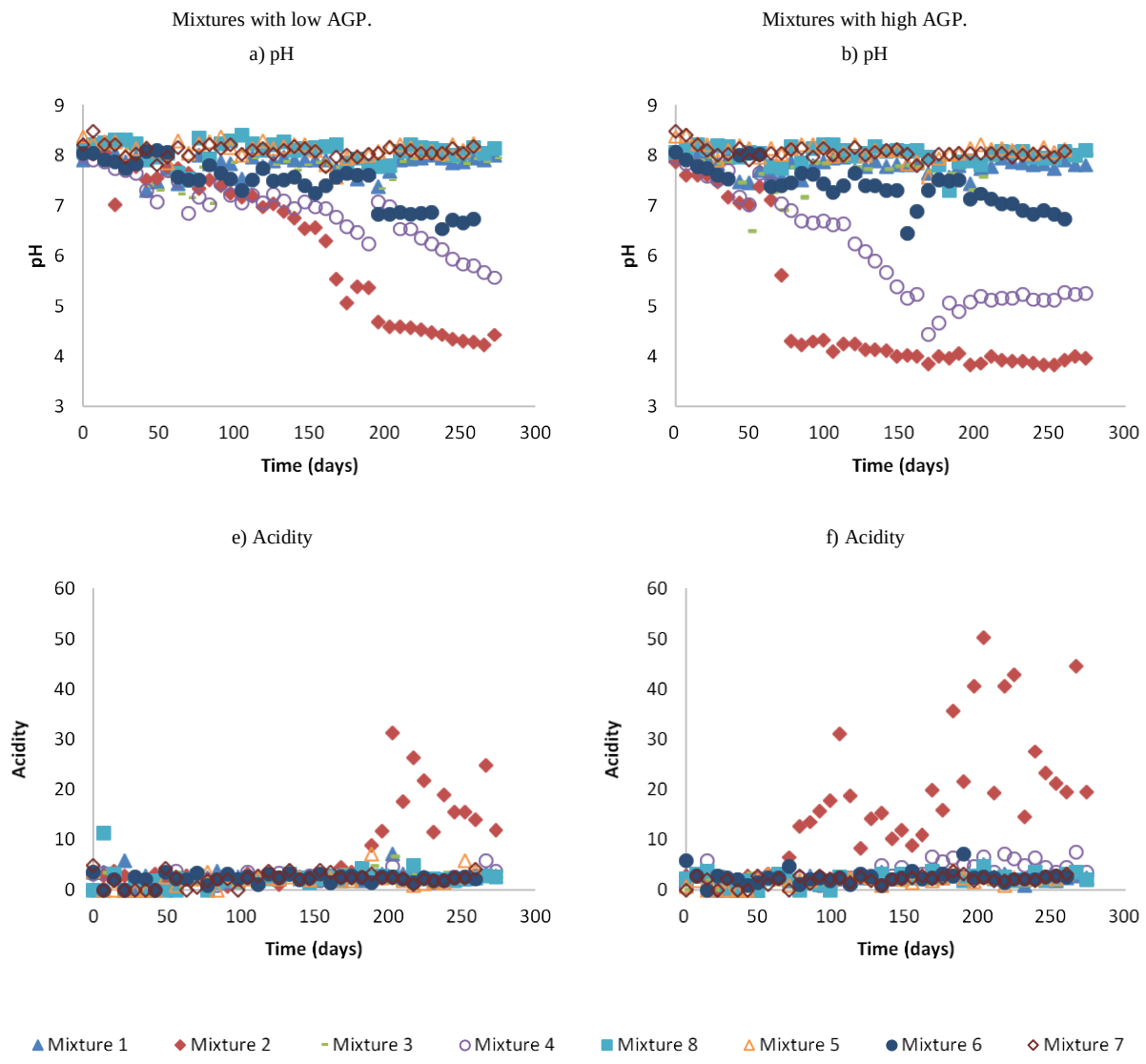

Figure 5-1 : Evolution of pH and acidity of the weathering cell test leachates

The presence of Al in the leachates of the mixtures 2 are related to silicate dissolution, attesting their participation in the neutralizing process. The mixture 2 shows an increase in Al generation upon approximately 150-200 days on (Figures 5-2 and 5-3), at the same time as the pH reaches a pH low enough for Al not to precipitate as secondary oxyhydroxides. For the other mixtures 1, 3, 5, 7, and 8, the metals concentrations remained rather constant during the test.

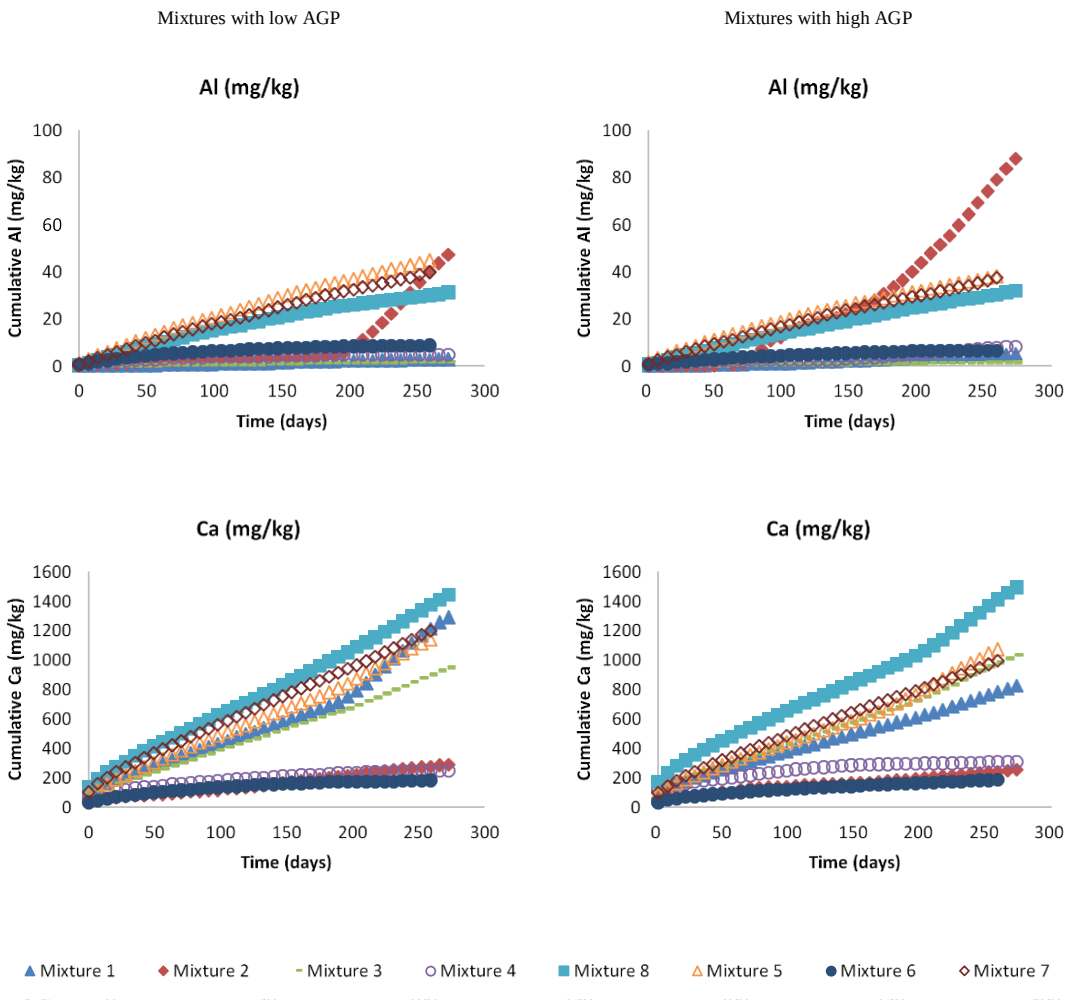

Figure 5-2 : Evolution of the total cumulative leached of Al and Ca during the weathering cell tests

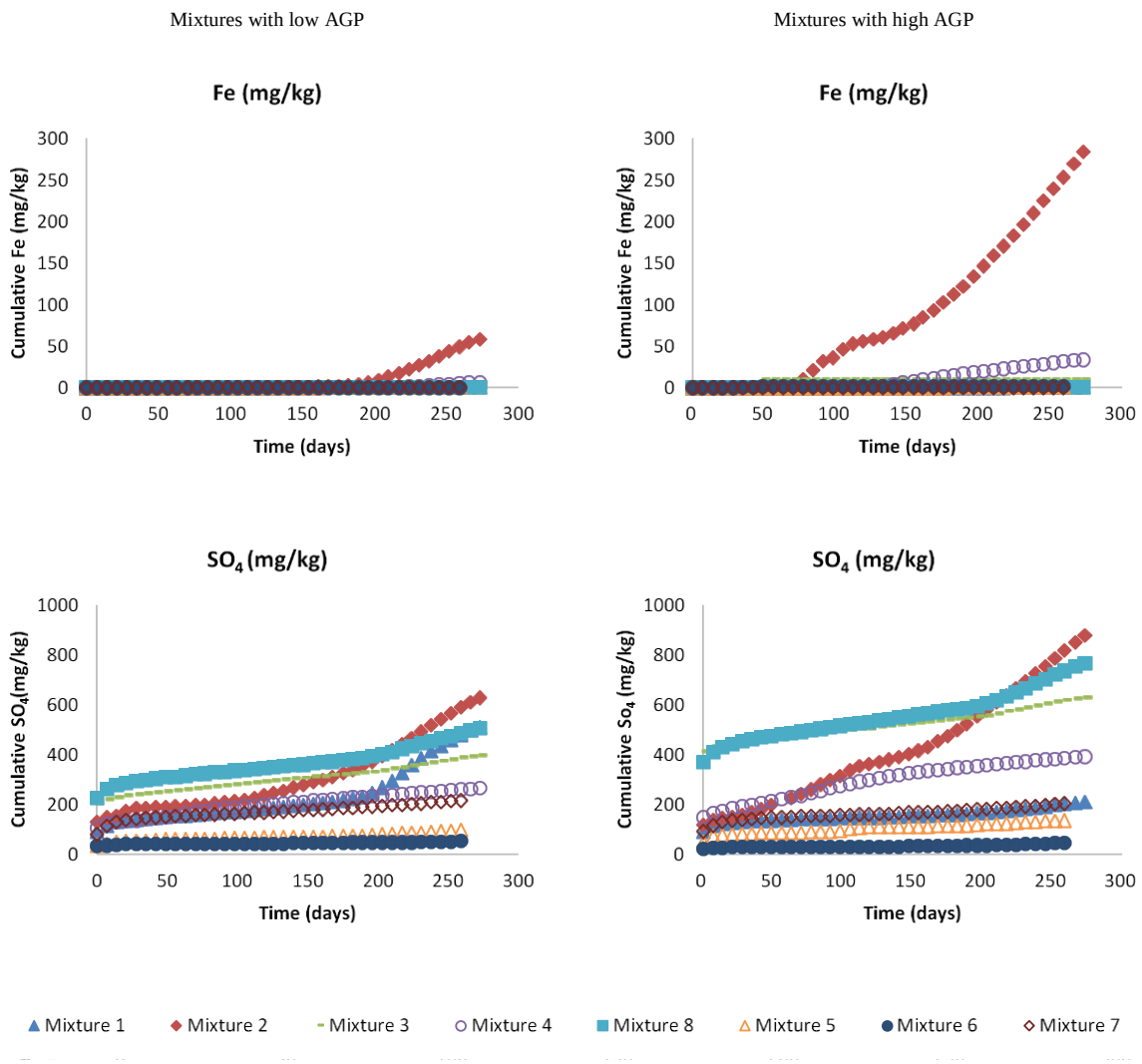

Figure 5-3 : Evolution of the total cumulative leached of Fe and SO_4^{2-} during the weathering cell tests

5.4.3 Results of the leaching tests on the fresh and weathered mixtures

The batch leaching tests (TCLP, SPLP and CTEU-9) were carried out on the fresh and weathered mixtures. Tableau 5.7 shows the extraction parameters for the different mixtures: the extraction solution for the TCLP tests, and the final leachate pH.

Tableau 5.7 : Leaching test parameters and final pH for the Fresh and weathered (Weath.) mixtures (S 1 and S 2 are the extraction solutions according to the TCLP test procedure)

Mixtures	Extraction solution use for the TCLP test		TCPLP test leachate pH		SPLP test leachate pH		CTEU-9 test leachate pH	
	Fresh mixtures	Weath. mixtures	Fresh mixtures	Weath. mixtures	Fresh mixtures	Weath. mixtures	Fresh mixtures	Weath. mixtures
Mixture#1-L	S 2	S 2	5.86	5.7	9.08	9.22	8.01	8.10
Mixture#1-H	S 2	S 2	4.63	4.72	9.06	9.19	8.02	8.16
Mixture#2-L	S 1	S 1	4.93	4.94	5.07	4.37	7.91	4.26
Mixture#2-H	S 1	S 1	4.9	4.93	5.27	4.02	4.18	3.71
Mixture#3-L	S 2	S 2	5.38	5.5	9.11	9.34	8.19	8.29
Mixture#3-H	S 2	S 1	4.48	6.07	9.03	9.27	8.1	8.25
Mixture#4-L	S 1	S 1	4.92	5.1	8.19	7.24	7.91	8.02
Mixture#4-H	S 1	S 1	4.92	4.95	7.94	6.22	7.57	7.94
Mixture#5-L	S 2	S 2	5.27	5.29	9.01	9.23	8.34	8.56
Mixture#5-H	S 2	S 1	4.35	5.73	8.79	9.27	8.39	8.51
Mixture#6-L	S 1	S 1	4.92	4.95	8.46	7.51	7.98	7.65
Mixture#6-H	S 1	S 1	4.93	4.95	8.28	7.00	7.93	7.37
Mixture#7-L	S 2	S 2	6.10	5.83	8.93	9.24	8.13	8.25
Mixture#7-H	S 2	S 2	5.98	5.73	8.92	9.11	8.08	8.27
Mixture#8-L	S 2	S 2	5.75	5.71	8.75	9.17	8.04	8.16
Mixture#8-H	S 2	S 2	5.14	5.3	8.75	9.04	8.02	8.17

The batch leaching tests results are compared in Figure 5-4 with concentrations expressed in mg/l. The concentrations extracted by the TCLP tests are greater than the SPLP and CTEU-9

tests concentrations for all the metals and for the fresh and weathered mixtures. The concentrations obtained by the SPLP and CTEU-9 tests are closer, although those obtained with the CTEU-9 are slightly higher.

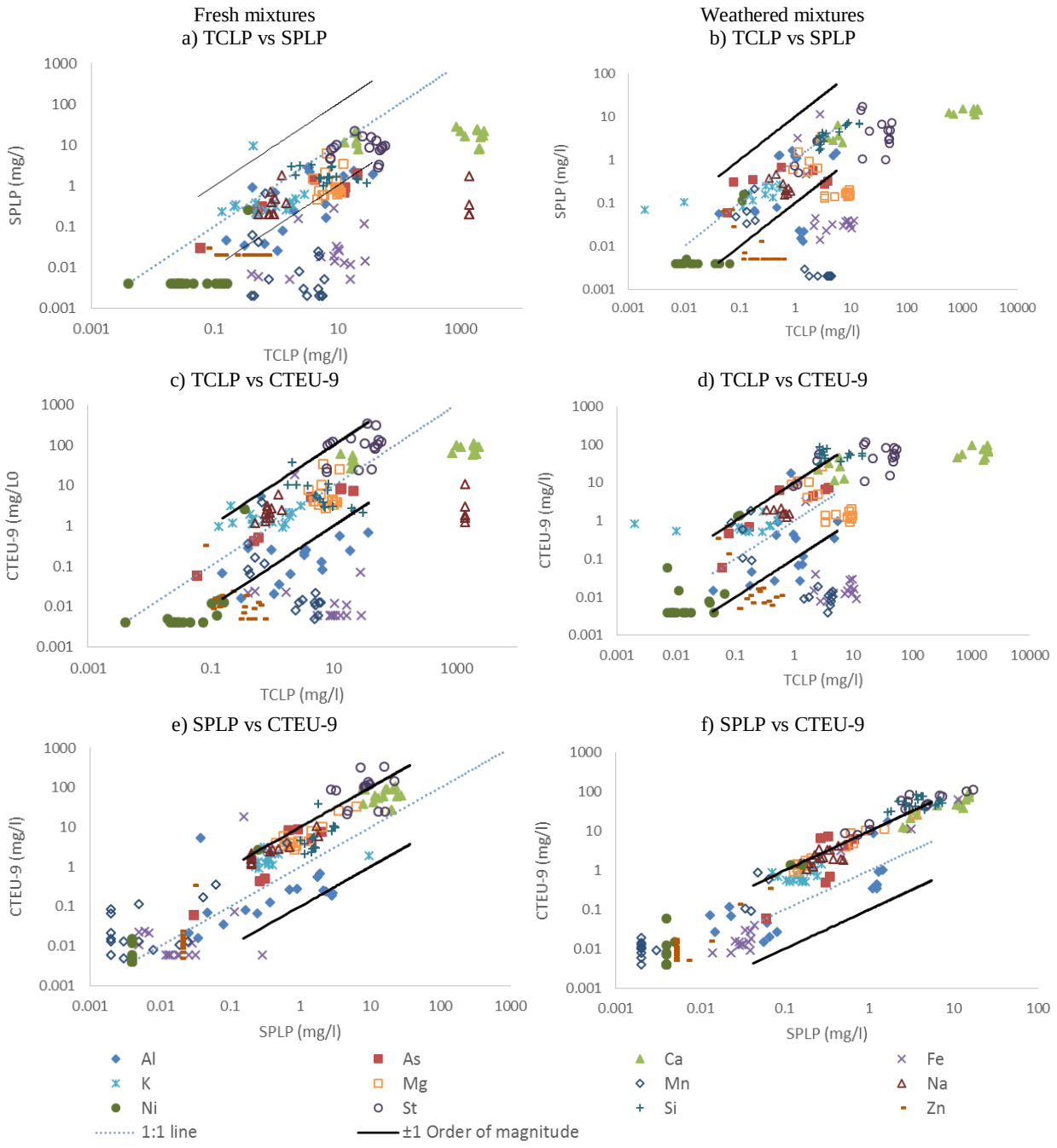

Figure 5-4 : Comparison of the leaching tests carried out on the fresh and weathered mixtures

The batch leaching tests are compared to the maximum concentration of the weathering cell tests in Figure 5-5. The comparisons show that more metals are extracted by the TCLP test (Figure 5-5 a). The weathering cells tests rendered higher concentrations than the SPLP test (Figure 5-5 b). The weathering cell test results are slightly higher than the CTEU-9 test results (Figure 5-5 c), although the CTEU-9 test results are the closest to the weathering cell test results relatively to the TCLP and SPLP tests. The maximum concentrations obtained with the weathering cell tests correspond to the first rinsing leachates concentrations, the batch leaching tests (SPLP and CTEU-9) results are then more comparable to the first weeks rinsing results of the kinetic tests.

Figure 5-6 shows the comparison of the batch leaching tests results to the stabilized average results of the weathering cell tests, with the concentrations expressed in mg/l and the normalized amounts expressed in mg/kg. This comparison shows that the batch leaching tests results are higher than the stabilized results of the weathering cell tests. The stabilized results of the weathering cell tests (and the kinetic tests in general) correspond to the long term leaching results of metals. These results show that the batch leaching tests results are quite different to the long term release of the metals.

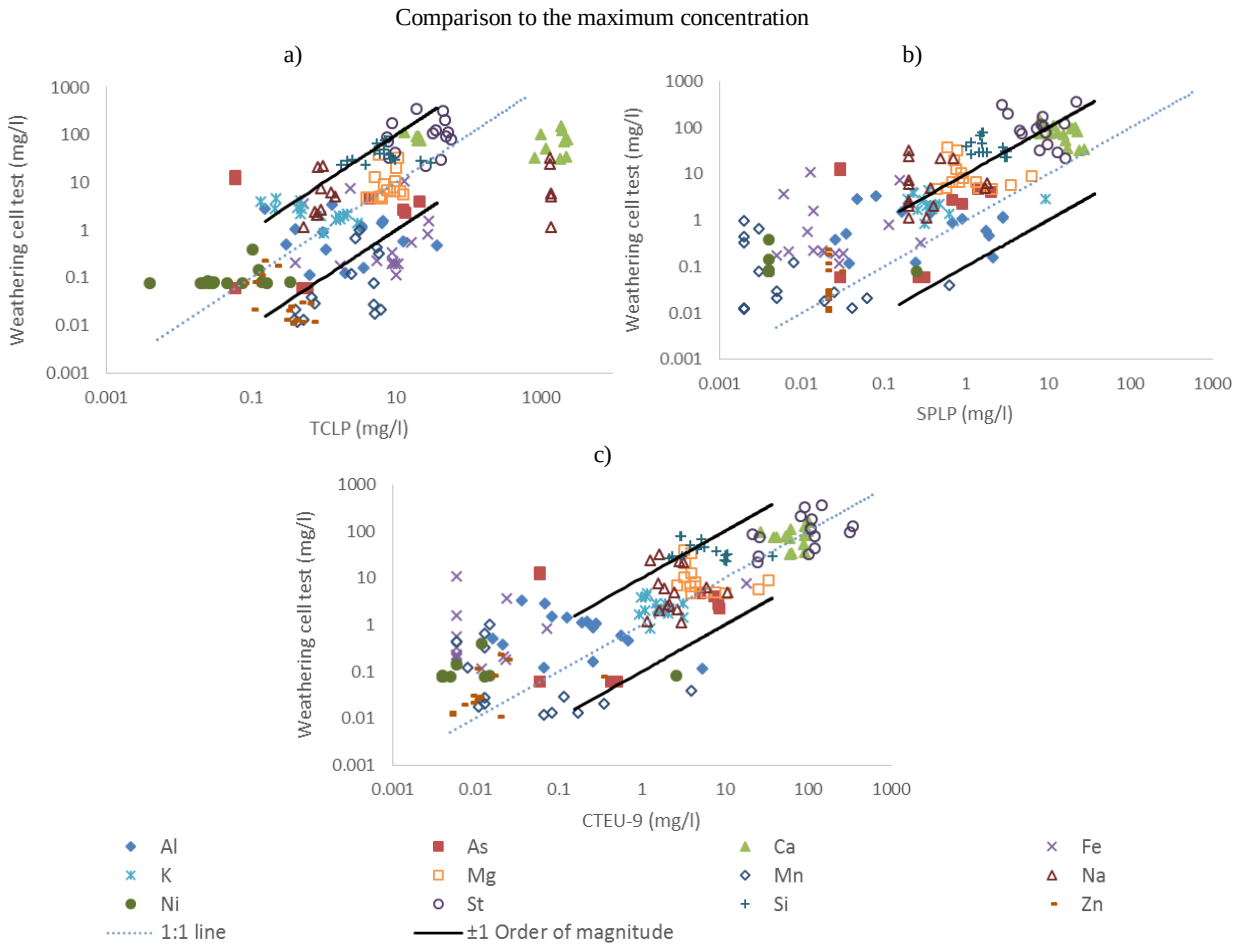

Figure 5-5 : Leaching tests results compared to the maximum concentration extracted by the weathering cell test

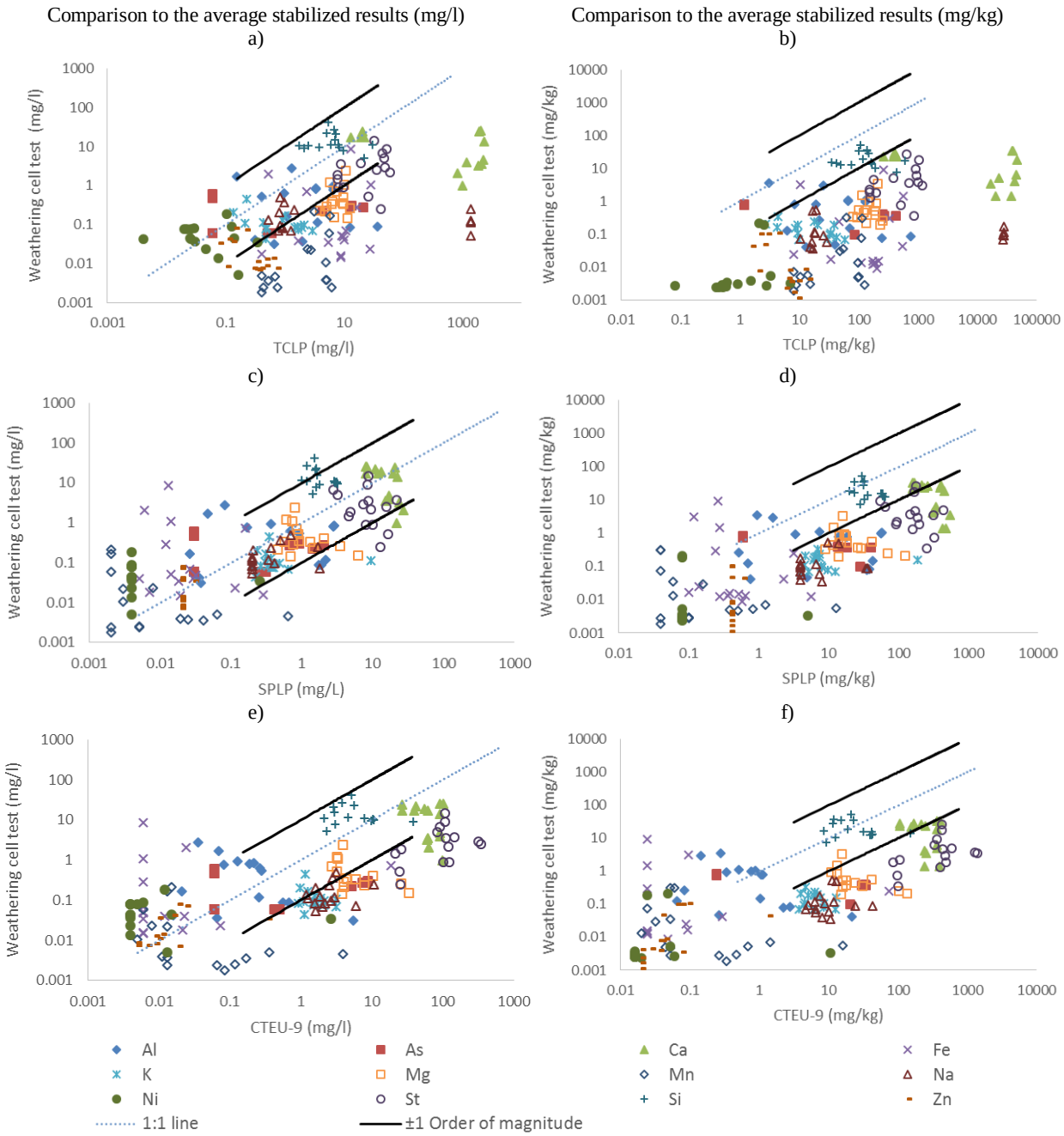

Figure 5-6 : Batch leaching tests compared to the stabilized average results of the weathering cell test

5.4.4 Results of the sequential extraction tests

The sequential extraction test was carried out on the mixtures 2 and 6 before and after the batch leaching tests and weathering cell tests. The mixture 2 was chosen because it was the most weathered one, and mixture 6 was selected for its arsenic content. The metals distribution in the

three fractions for the fresh mixtures are compared to the distribution after the TCLP (P-TCLP), the SPLP (P-SPLP), the CTEU-9 (P-CTEU-9), as well as the weathering cell test (weathered). Figure 5-7 and Figure 5-8 show the metals distribution in mixture 2, while Figure 5-9 and Figure 5-10 show those of mixture 6. An average concentration of the duplicate extractions is used to calculate the metals distribution. The metals contents are expressed as a percentage of the total amount extracted by the sequential extraction tests. The total amount extracted at each step is indicated in the plots.

In mixture 2, the arsenic extracted is less than 7 mg/kg. The arsenic content in this mixture is probably caused by measurement errors since it does not contain arsenopyrite, so its distribution is not shown. The arsenic in the mixture 6 (fresh, weathered, and post batch leaching tests materials) is mainly soluble under reducing conditions. In the post weathering cell test material, the portion of arsenic soluble under reducing conditions is higher than in the other materials (fresh and post batch leaching tests materials). The amount of arsenic extracted from the post TCLP test material is the highest, which shows that more arsenic remains available for leaching after extraction with the TCLP than after the other tests. This result supports the fact that the TCLP test underestimates the arsenic leaching (Hooper 1998; Ghosh et al. 2004). The lowest amount of arsenic is extracted in the weathered material (post weathering cell test material), due to the fact that a significant part of the arsenic is leached out of the material upon arsenopyrite oxidation. This demonstrates that the oxidation occurring during the weathering cell test influences the arsenic distribution and, thus, its leaching behaviour. The same phenomena are observed for iron, also released from arsenopyrite oxidation, and for calcium, released from the neutralizing minerals in response to acid generation. Arsenopyrite oxidation doesn’t occur during the batch leaching tests, which could explain the differences in the arsenic, iron, and calcium extraction by these tests compared to the weathering cell test.

The calcium is mainly soluble under reducing conditions in the different materials (fresh, weathered, and post batch leaching tests materials). This proportion of Ca soluble under reducing conditions increased in the weathered material due to the weathering process, which removes the exchangeable and soluble in acidic condition proportion of Ca. The exchangeable calcium is approximately the same in the fresh mixtures and in the post TCLP and SPLP tests materials. This exchangeable proportion of Ca decreases after the weathering cell test, and may represent the part of calcium involved in the acid neutralization process. In the post CTEU-9 test material,

the exchangeable Ca is the highest relative to the other materials, due to the inefficiency of the deionised water at neutral pH to leach the exchangeable Ca and the Ca that is soluble in acidic conditions. The proportion of calcium soluble in acidic conditions is approximately the same in the fresh, the weathered, and the post SPLP and CTEU-9 tests materials, but this fraction is lowest in the post TCLP test material, most probably because of its acidic extraction fluid.

The nickel is mainly soluble under reducing conditions in the different materials (fresh, weathered, and post batch leaching tests materials), a little less so in the exchangeable and not soluble in acidic conditions. The zinc is mainly soluble in acidic conditions, and little less soluble under reducing conditions in all the materials except the post CTEU-9 test material, while the exchangeable part of zinc is negligible. The total amount extracted in the post CTEU-9 test material is the lowest and the zinc in this material is more soluble under reducing conditions. The iron is mainly soluble under reducing conditions in all the materials.

The distribution of sulfate in the fresh materials and in the post TCLP and post SPLP tests materials is the same. The sulfate is mainly exchangeable, a little less soluble in acidic conditions, while the part soluble under reducing conditions is negligible. Its distribution in the weathered and post CTEU-9 materials is quite different. The main part of sulfate is exchangeable or soluble under reducing conditions, and slightly less soluble in acidic conditions. The part soluble under reducing conditions, which was negligible in the fresh and in the post TCLP and post SPLP tests materials, becomes more important than the others in the weathered and post CTEU-9 materials. This is the result of the oxidation occurring during the weathering cell tests, and maybe during the CTEU-9 test, which lasts longer than the other leaching tests (7 days *vs* 18 hours) and may enable some sulfide oxidation.

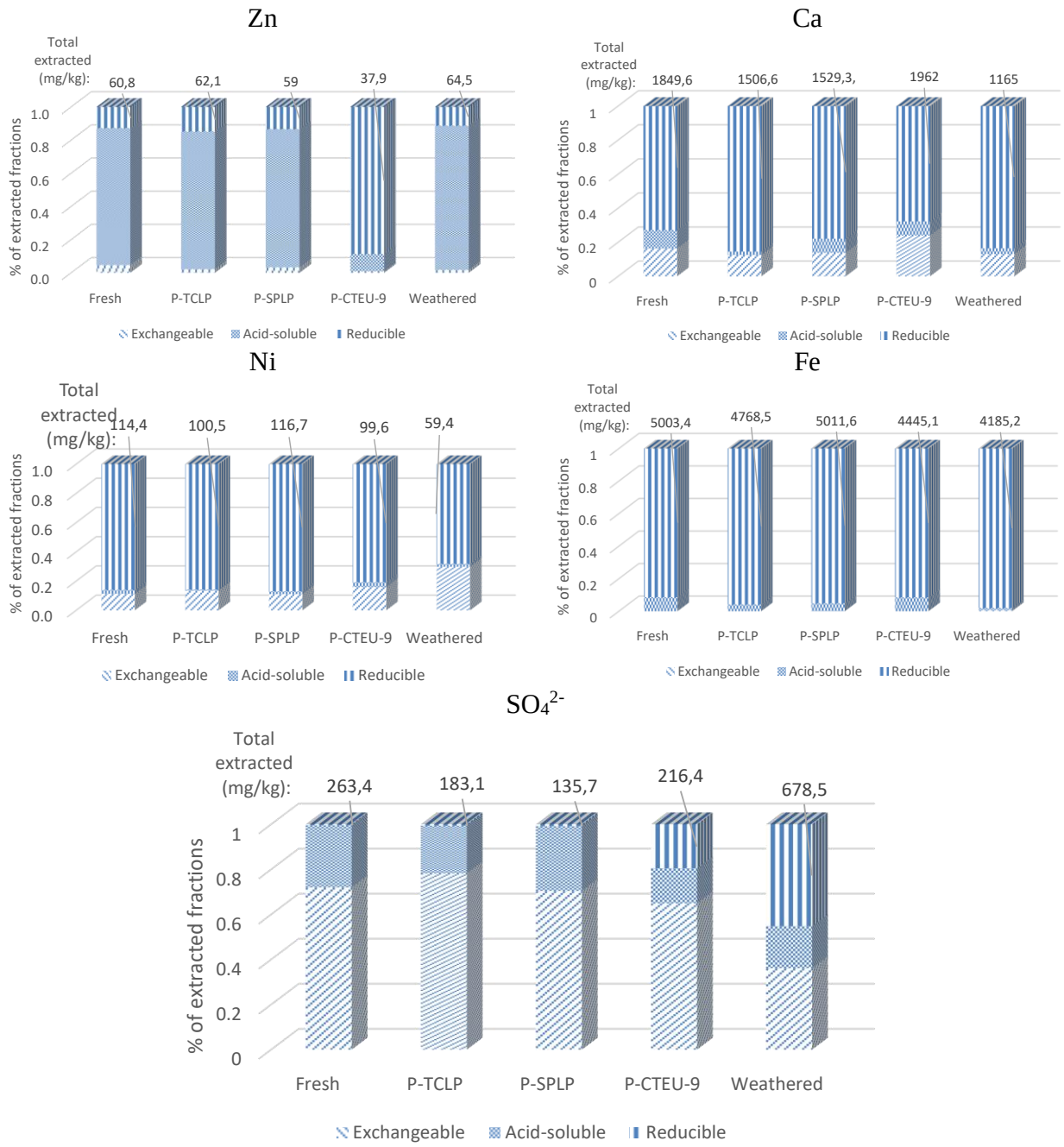

Figure 5-7 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 2-L

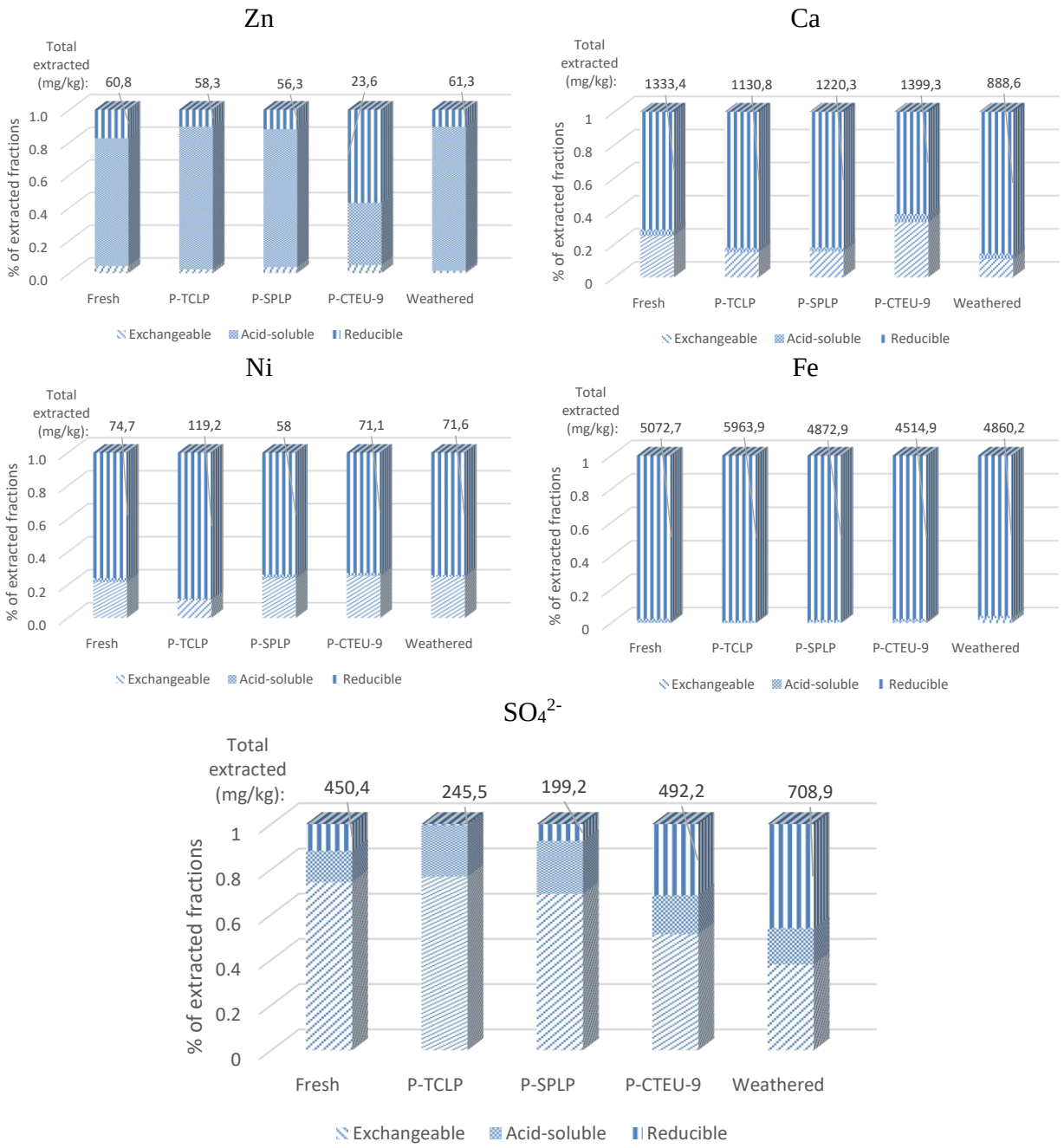

Figure 5-8 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 2-H

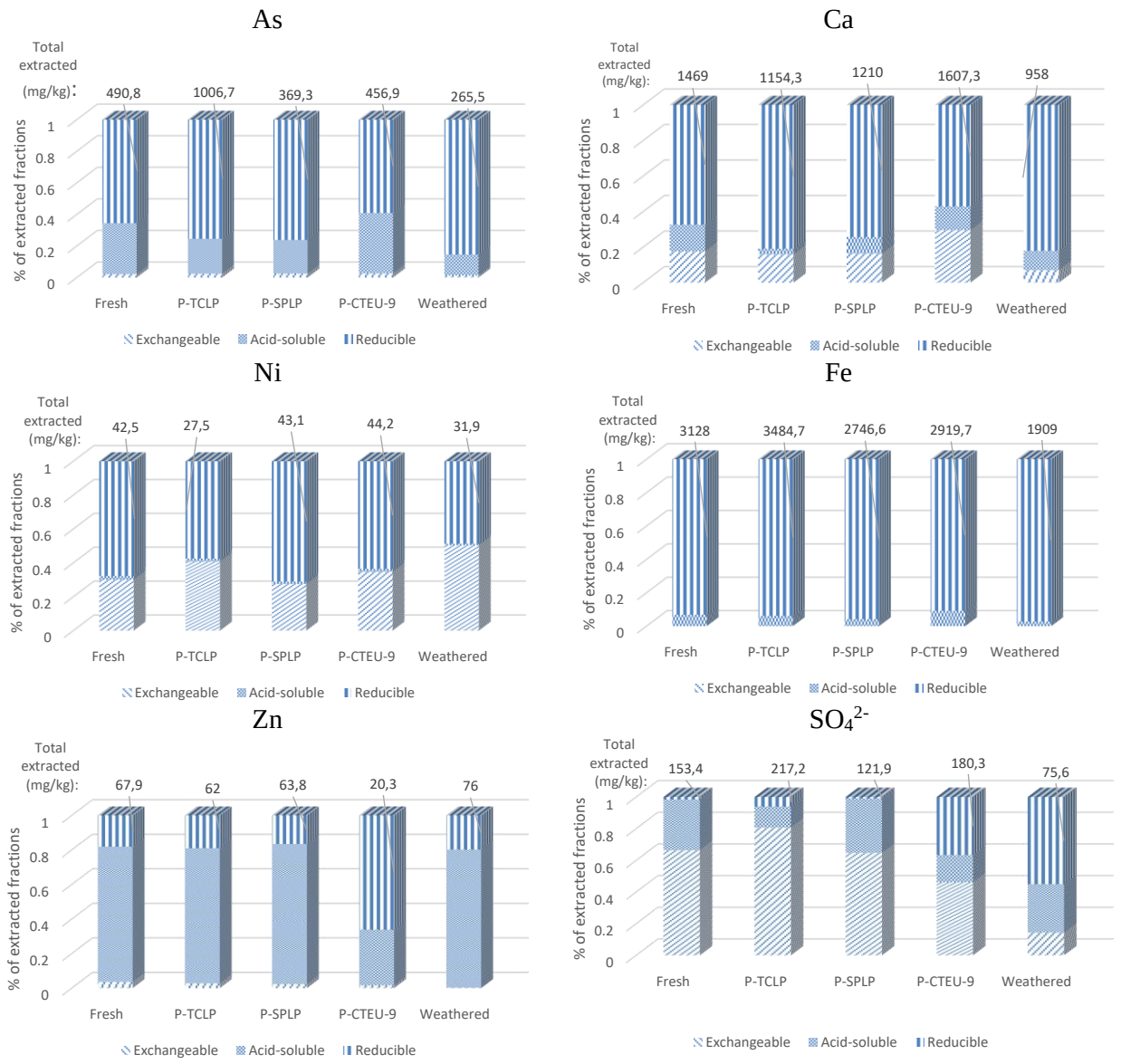

Figure 5-9 : Metals distribution after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 6-L

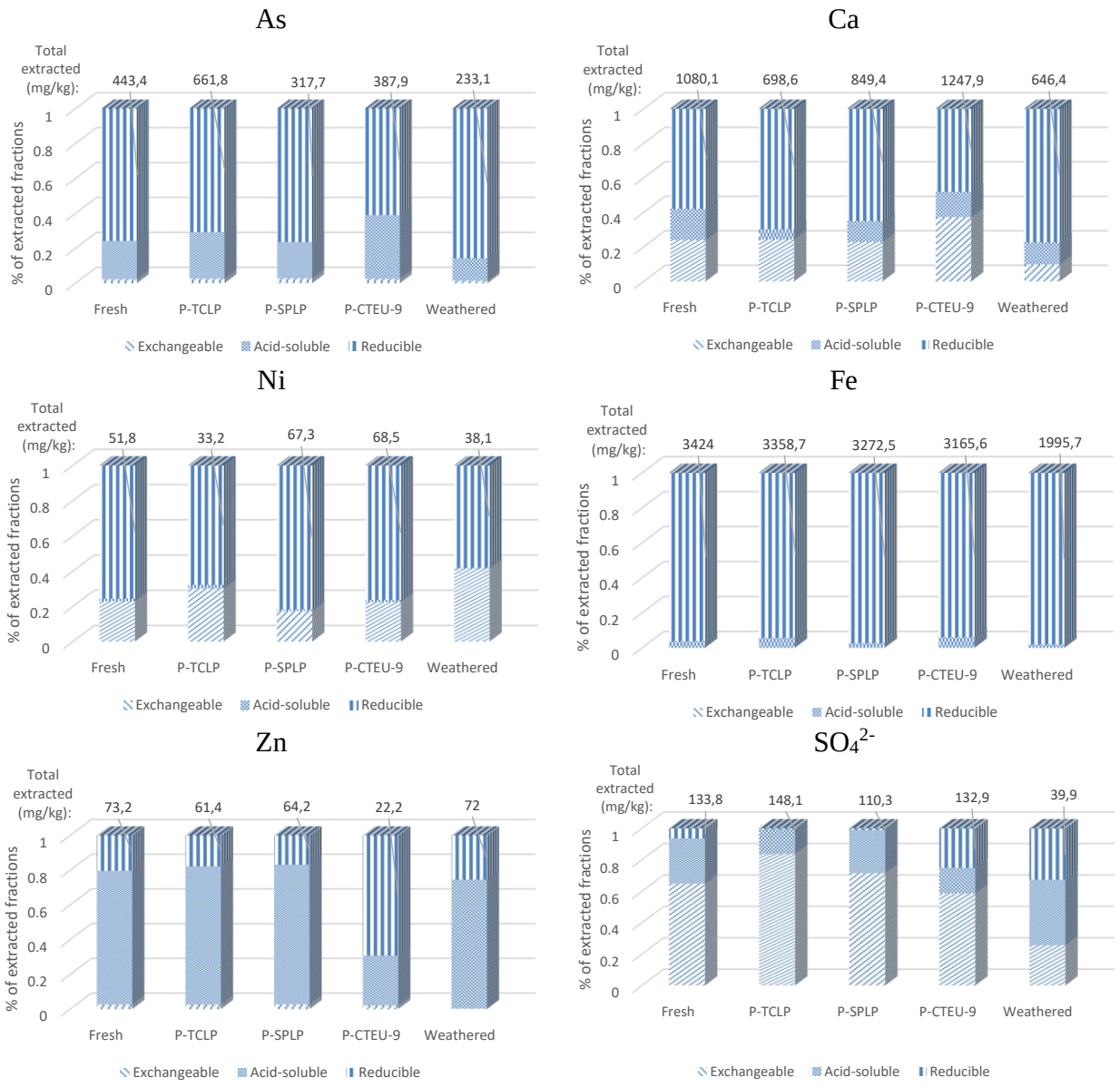

Figure 5-10 : Metals distributions after the leaching tests and the weathering cell tests for the mixture 6-H

Batch leaching tests were also performed on the weathered material (post weathering cell test material), and the metal distribution in the post testing material (P-TCLP(W), P-SPLP(W), and P-CTEU-9(W)) was studied. Figure 5-11 shows that after the submission of the weathered material to the batch leaching tests, the metals distribution remained the same as in weathered ones. These results show that the batch leaching tests don't impact on the metals distribution, and that only

the weathering cell test affects the metals distribution because of the oxidation-neutralization processes.

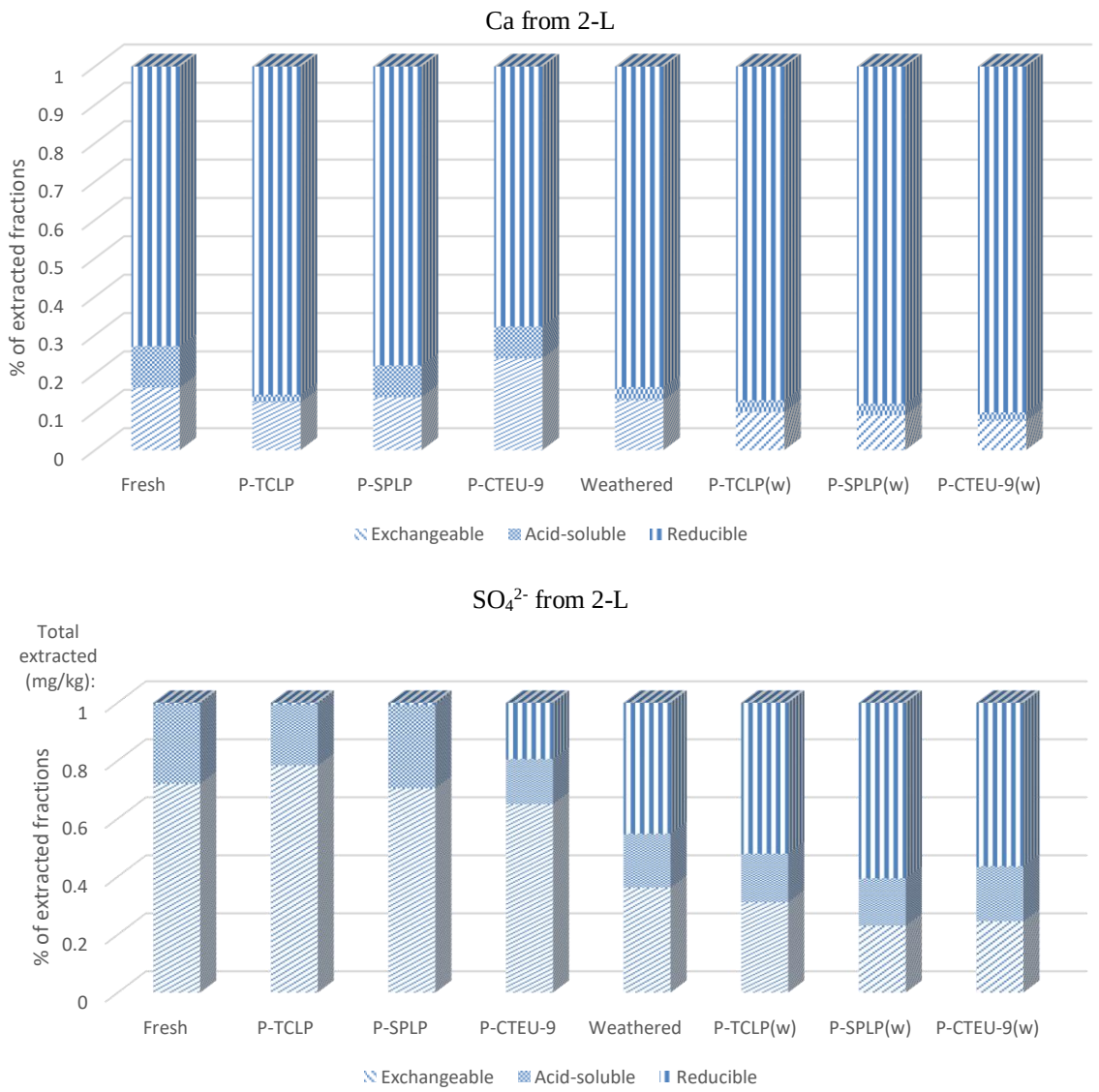

Figure 5-11 : Comparison of Calcium and sulfate distribution before after kinetic and leaching tests

5.5 Conclusion and recommendations

The main objective of this study was to assess the relevance of batch leaching tests (TCLP, SPLP, and CTEU-9) to predict the mine drainage water quality. Mixtures of pure minerals were

submitted to these tests and the results obtained were compared. The comparison of the leaching tests results show that the TCLP is more aggressive than the SPLP and CTEU-9 tests. The SPLP and CTEU-9 tests results are closer comparatively to the TCLP test. The leaching tests results were also compared to the weathering cell test results. The comparison to the maximum concentration (mg/l) and to the total cumulative amount extracted by the weathering cell tests (expressed in mg/kg) show that the TCLP and SPLP tests extract more metals than the CTEU-9 and the weathering cells, which are closer. The comparisons also show that the leaching tests extract higher concentrations than the stabilized concentrations obtained in weathering cell tests. The parameters that may cause these differences in metal leaching by the leaching test and the weathering cell test are the L/S-ratio, the amount of material used, the tests duration, the extraction fluid of each test, the particles size and the geochemical process occurring during these tests. A previous study on the comparison of the leaching tests results to the kinetic tests (humidity cell and column tests) show that even when minimizing the bias related to the L/S-ratio, the amount of material, and the test duration, greater amounts were extracted with the leaching tests (Bassolé et al, submitted). In this study, all the tests were performed with the same particle size, thus allowing to minimize the bias related to particle size. The parameters to be taken into account and that could cause the differences in the metals extracted by the leaching tests and kinetic tests are the extraction fluid and the geochemical processes occurring during these tests.

To assess the influence of the geochemical process on the metals leaching, the mixtures were submitted to a sequential extraction before and after the batch leaching and the weathering cell tests. The metals distribution in the fresh mixtures were compared to their distribution after each test to assess the impact of the geochemical processes occurring in each test on the metals distribution. The distribution of As, Ca, Fe, Ni, Zn, and SO_4 were studied. A similar distribution was obtained for the Ni and Zn before and after all the tests, showing that these tests do not influence the metal distribution and the parts extracted of these metals are from the same phases. However, the mixtures contain relatively small concentrations of these metals, being only present at trace levels in the sulfides and in the labradorite mineral; thus the resulting distributions may not be representative of the distribution that could be obtained with nickel and zinc sulfides. More work is needed in order to conclude on the behaviour of Ni and Zn during leaching tests.

In the post weathering cell test material, arsenic was more soluble under reducing conditions relative to the post leaching tests materials. The exchangeable part of arsenic is more leached during the weathering cell test, this may explain these results. The arsenic distribution is similar in the post TCLP and post SPLP tests materials, and the amounts extracted in these materials are also similar. In the post CTEU-9 test material, arsenic is more soluble in acidic conditions in comparison to the other materials. When comparing the amount of arsenic extracted in the post CTEU-9 test material to the post TCLP and post SPLP tests materials, larger amounts were extracted in the last two materials.

Iron is mainly soluble under reducing conditions in all the materials, even if this part is slightly higher in the post weathering cell material. The part of calcium soluble under reducing conditions in the post weathering cell tests material is greater compared to the other materials. The part of calcium soluble in acidic conditions in the post TCLP test materials is the smallest compared to the other materials, which shows that the TCLP test conditions (acidic solution) leach the acid-soluble phases more (such as the neutralizing minerals calcite and labradorite).

The sulfate distribution is similar in the post TCLP and post SPLP tests materials, being mainly exchangeable. The sulfate distribution in the post CTEU-9 and weathered materials is also similar. The part soluble under reducing conditions becomes more important in these materials, especially in the weathered material. These results show that the exchangeable part of the sulfate is more leached during the weathering cell test and the CTEU-9 test.

These results show that the geochemical processes occurring during the leaching tests and the weathering cell tests significantly influence the metals distribution in the fractions extracted and could explain the differences in the metals leaching obtained between these types of tests. During the leaching tests, weathering processes do not occur or are considerably more limited compared to the weathering cell tests. These findings show that the leaching tests are not appropriate to evaluate the mine drainage water quality from mine wastes in the long term, as they do not take into account the geochemical processes such as oxidation-neutralization, resulting in an overestimation of metals release. The CTEU-9 test results are closer to the weathering cell test in comparison to the other leaching tests.

5.6 Acknowledgments

The authors would like to thank the IRME-UQAT for the funding this study, and the URSTM personal for the technical support during.

5.7 References

Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B., & Kontopoulos, A. (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulphide mine sites (pp. Trans. Inst. Min. Metall. sect. A : min. industry.-Trans. Inst. Min. Metall. sect. A : min. industry.).

Al-Abed, S. R., Hageman, P. L., Jegadeesan, G., Madhavan, N., & Allen, D. (2006). Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. *The Science of the total environment, 364*(1-3), 14-23. doi:10.1016/j.scitotenv.2005.10.021

Al-Abed, S. R., Jegadeesan, G., Purandare, J., & Allen, D. (2008). Leaching behavior of mineral processing waste: comparison of batch and column investigations. *Journal of hazardous materials, 153*(3), 1088-1092. doi:10.1016/j.jhazmat.2007.09.063

Ardau, C., Blowes, D. W., & Ptacek, C. J. (2009). Comparison of laboratory testing protocols to field observations of the weathering of sulfide-bearing mine tailings. *Journal of Geochemical Exploration, 100*(2-3), 182-191. doi:10.1016/j.gexplo.2008.06.005

ASTM D5744-07. (2001). Standard Test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell. doi:10.1520/D5744-07

Aubertin, M., Aachib, M., Monzon, M., Joanes, A., Bussière, B., & Chapuis, R. (1997). Étude de laboratoire sur l'efficacité des barrières de recouvrement construites à partir de résidus miniers. *Mine Environment Neutral Drainage (MEND) Report, 2*.

Bassolé, M. R., Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2016). Comparative study of results from batch leaching procedures and kinetic tests for mine drainage quality prediction. Soumis à la revue *Mine Water and the Environment*.

Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Dagenais, a. M. (2001). Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. *Proceedings of the ... International Conference on Tailings and Mine Waste, 8* 263-272.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A. M., & Archambault, M. (2004). Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environmental Geology, 46*(8), 1086-1101. doi:10.1007/s00254-004-1113-1

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2012). Modification and automation of the humidity cell test protocol to favor tailings reactivity. *USB Proceedings of 9th ICARD, Ottawa, ON, Canada, paper, 89.*

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Plante, B. (2013). Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment, 33* 54-65. doi:10.1007/s10230-013-0249-1

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Plante, B. (2015). ASTM Normalized Humidity Cell Kinetic Test: Protocol Improvements for Optimal Sulfide Tailings Reactivity. *Mine Water and the Environment, 34*(3), 242-257. doi:10.1007/s10230-014-0307-3

Bradham, W., & Caruccio, F. (1990). A comparative study of tailings analysis using acid/base accounting, cells, columns and soxhlets. *2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage* 157-173. Retrieved from http://wvmdtaskforce.com/proceedings/90/90BRA/90BRA.HTM

Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Gases i n Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society, 60*(1), 309-319. doi:citeulike-article-id:4074706

Bussière, B., & Aubertin, M. (1999). Clean tailings as cover material for preventing acid mine drainage: an in situ experiment (Vol. Volume 1, pp. 19-28).

CEAEQ. (2012). Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100 – Lix.com.1.1, Rév. 1. *Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 07*(1), 1-17.

Chotpantarat, S. (2011). A review of static tests and recent studies. *American Journal of Applied Sciences, 8*(4), 400-406. doi:10.3844/ajassp.2011.400.406

Cruz, R., Méndez, B. a., Monroy, M., & González, I. (2001). Cyclic voltammetry applied to evaluate reactivity in sulfide mining residues. *Applied Geochemistry, 16* 1631-1640. doi:10.1016/S0883-2927(01)00035-X

Demers, I., Molson, J., Bussière, B., & Laflamme, D. (2013). Numerical modeling of contaminated neutral drainage from a waste-rock field test cell. *Applied Geochemistry, 33* 346-356. doi:10.1016/j.apgeochem.2013.02.025

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA. (1991a). Amount available for leaching test (CTEU-10) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix B: Test Methods for Solidified Waste Evaluation.

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA. (1991b). Equilibrium Extraction. (CTEU-9) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix b: Test Methods for Solidified Waste Evaluation

Ghosh, A., Mukiibi, M., & Ela, W. (2004). TCLP underestimates leaching of arsenic from solid residuals under landfill conditions. *Environmental science & technology, 38*(17), 4677-4682. Retrieved from http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15461179

Halim, C., Amal, R., Beydoun, D., Scott, J. A., & Low, G. (2003). Evaluating the applicability of a modified toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) for the classification of cementitious wastes containing lead and cadmium. *Journal of Hazardous Materials, 103*(1-2), 125-140. doi:10.1016/S0304-3894(03)00245-0

Hooper, K. I. M. (1998). TCLP fails to extract oxoanion-forming elements that are extracted by municipal solid waste leachates.

Janusa, M. A., Bourgeois, J. C., Heard, G. E., Kliebert, N. M., & Landry, A. A. (1998). Effects of Particle Size and Contact Time on the Reliability of Toxicity Characteristic Leaching Procedure for Solidified/Stabilized Waste. *Microchemical Journal, 59*(2), 326-332. doi:10.1006/mchj.1998.1601

Jennings, S. R., & Dollhopf, D. J. (1995). Acid-base account effectiveness for determination of mine waste potential acidity. *Journal of Hazardous Materials, 41*(2-3), 161-175. doi:10.1016/0304-3894(95)00003-D

Kim, A. G. (2003). Leaching methods applied to the characterization of coal utilization by-products. (Kim 2002), 89-96.

Kwong, Y. T. J. (1993). Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective: MEND project 1.32.1.

Lapakko, K., & Lawrence, R. W. (1993). MODIFICATION OF THE NET ACID PRODUCTION (NAP) TEST. *Proceedings of the 17th Annual British Columbia Mine Reclamation Symposium in Port Hardy, BC.* 188-196.

Lawrence, R., & Marchant, P. (1991). Acid rock drainage prediction manual. *MEND/NEDEM Report, 1*.

Lawrence, R. W., & Scheske, M. (1997). A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology, 32*(September), 100-106. doi:10.1007/s002540050198

Meng, X., Korfiatis, G. P., Jing, C., & Christodoulatos, C. (2001). Redox transformations of arsenic and iron in water treatment sludge during aging and TCLP extraction. *Environmental Science and Technology, 35*(17), 3476-3481. doi:10.1021/es010645e

Mercus, H. (2009). Particle technology series. *Particle size measurements: fundamentals, practice, quality, 17*.

Miller, S., Jeffery, J., & Wong, J. (1991). *Use and misuse of the acid base account for "AMD" prediction.* Paper presented at the Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Que (pp. 16-18).doi:DOI

Neculita, C.-M., Zagury, G. J., & Bussière, B. (2008). Effectiveness of sulfate-reducing passive bioreactors for treating highly contaminated acid mine drainage: II. Metal removal mechanisms and potential mobility. *Applied Geochemistry, 23*(12), 3545-3560. doi:10.1016/j.apgeochem.2008.08.014

Paktunc, A. D. (1999). Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology, 39*(2), 103-112. doi:10.1007/s002540050440

Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2011). Kinetic Testing and Sorption Studies by Modified Weathering Cells to Characterize the Potential to Generate Contaminated Neutral Drainage. *Mine Water and the Environment, 30*(1), 22-37. doi:10.1007/s10230-010-0131-3

Plante, B., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2012). Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration, 114* 57-69. doi:10.1016/j.gexplo.2011.12.003

Quevauviller, P., Van der Sloot, H. A., Ure, A., Muntau, H., Gomez, A., & Rauret, G. (1996). Conclusions of the workshop: harmonization of leaching/extraction tests for environmental risk assessment. *Science of the Total Environment, 178*(1), 133-139.

Rietveld, H. M. (1993). The Rietveld method. The Early Days: a Retrospective View. *The Rietveld Method. Oxford University Press, Oxford, New York* 39-42.

Scott, F., Klein, B., & Lawrence, R. W. (2002). Evaluation of laboratory kinetic test methods for measuring rates of weathering. *Mine Water and the Environment (2002), 21* 183-192.

Sobek, A. A., Schuller, W. A., Freeman, J. R., & Smith, R. M. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils (pp. pp. EPA-600/602-678-054).

Stegemann, J., & Cote, P. (1991). Investigation of test methods for solidified waste evaluation. Appendix B: Test methods for solidified waste evaluation. *Environment Canada Manuscript Series*.

Tessier, a., Campbell, P. G. C., & Bisson, M. (1979). Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry, 51*(7), 844-851. doi:10.1021/ac50043a017

US EPA 1990. Toxicity Characterization Leaching Procedure (TCLP), EPA Method 1311, Washington, U.S.A.

US EPA, 1994. Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP), EPA Method 1312, Washington, U.S.A

US EPA. (1995). Applicability of the toxicity characteristic leaching procedure to mineral processing wastes. *Technical Background Document Supporting the Supplemental Proposed Rule Applying Phase IV Land Disposal Restrictions to Newly Identified Mineral Processing Wastes*(December).

Van der Sloot, H. A. (1996). Developments in evailuating environmental impact from utilization of bulk inert wastes using laboratory leaching tests and field verification. *Elsevier Science Ltd, 16* 65-81.

Van Der Sloot, H. A. (1998). Quick techniques for evaluating the leaching properties of waste materials:their relation to decisions on utilization and disposal.

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 1. *École Polytechnique de Montréal, Mémoire de*.

Washington State Department of Ecology, W. (2003). An Assessment of Laboratory Leaching Tests for Predicting the Impacts of Fill Material on Ground Water and Surface Water Quality. --*A Report to the Legislature*--(03).

CHAPITRE 6 DISCUSSION

Les chapitres 4 et 5 ont permis de mettre en évidence les différences dans la lixiviation des métaux par les essais de lixiviation en batch comparés aux essais cinétiques. Des résultats de ces deux types d'essais ont été compilés et comparés. Les comparaisons, présentées au chapitre 4, ont montré que les essais de lixiviation en batch sont plus agressifs que les essais cinétiques. Afin de mieux comprendre les différences de lixiviation des métaux, des mélanges de minéraux purs ont été soumis à des essais en mini-cellule d'altération, aux essais de lixiviation en batch et à un essai d'extraction séquentielle. Les résultats, présentés au chapitre 5, ont démontré que les processus géochimiques ayant lieu durant les essais cinétiques influencent la distribution des métaux dans les différentes phases minérales, et donc sur leur lixiviation. Des résultats complémentaires à ces deux chapitres sont présentés dans les sections suivantes.

6.1 Comparaison des essais de lixiviation en batch

La comparaison des essais de lixiviation en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9), avec les quantités normalisées en mg/kg, a montré que l'essai TCLP était le plus agressif des trois. Une comparaison de ces essais, utilisant les concentrations en mg/l et les taux journaliers en mg/kg/j, est montrée à la Figure 6-1. On obtient les mêmes conclusions qu'au chapitre 4, à savoir que l'essai TCLP extrait plus de métaux (Ni et Zn) que les essais SPLP et CTEU-9, les concentrations en arsenic extraites par le TCLP étant plus faibles et plus proches de celles extraites par les essais SPLP et CTEU-9. Ces derniers extraient approximativement les mêmes quantités de métaux. Les taux journaliers obtenus avec l'essai SPLP sont légèrement supérieurs à ceux de l'essai CTEU-9. Cela peut être dû aux facteurs de conversion utilisés pour obtenir les taux journaliers : un facteur de 24/18 pour l'essai SPLP et de 1/7 pour l'essai CTEU-9.

Les essais de lixiviation en batch ont été aussi réalisés sur les mélanges de minéraux purs oxydés (post-démantèlement des mini-cellules) et non-oxydés (matériaux initiaux). Les comparaisons sont présentés aux figures 6-2 et 6-3 pour plusieurs éléments chimiques : Al, As, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, S_{total}, Si et Zn. Ces résultats montrent aussi que l'essai TCLP extrait plus de métaux que les deux autres, dont les quantités extraites sont approximativement les mêmes.

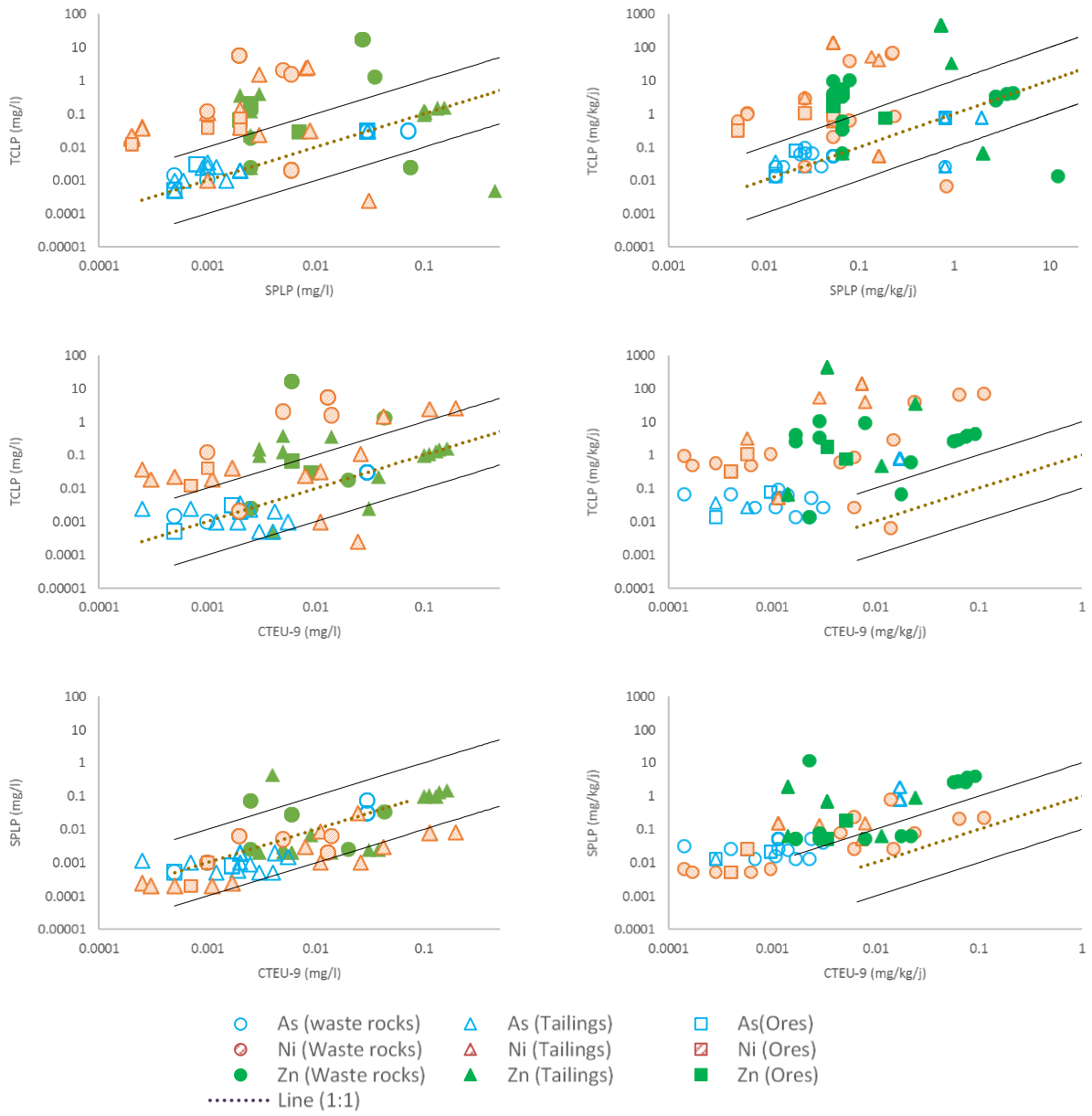

Figure 6-1 : Comparaison des essais de lixiviation en batch avec les concentrations (mg/l) et les taux journaliers (mg/kg/j)

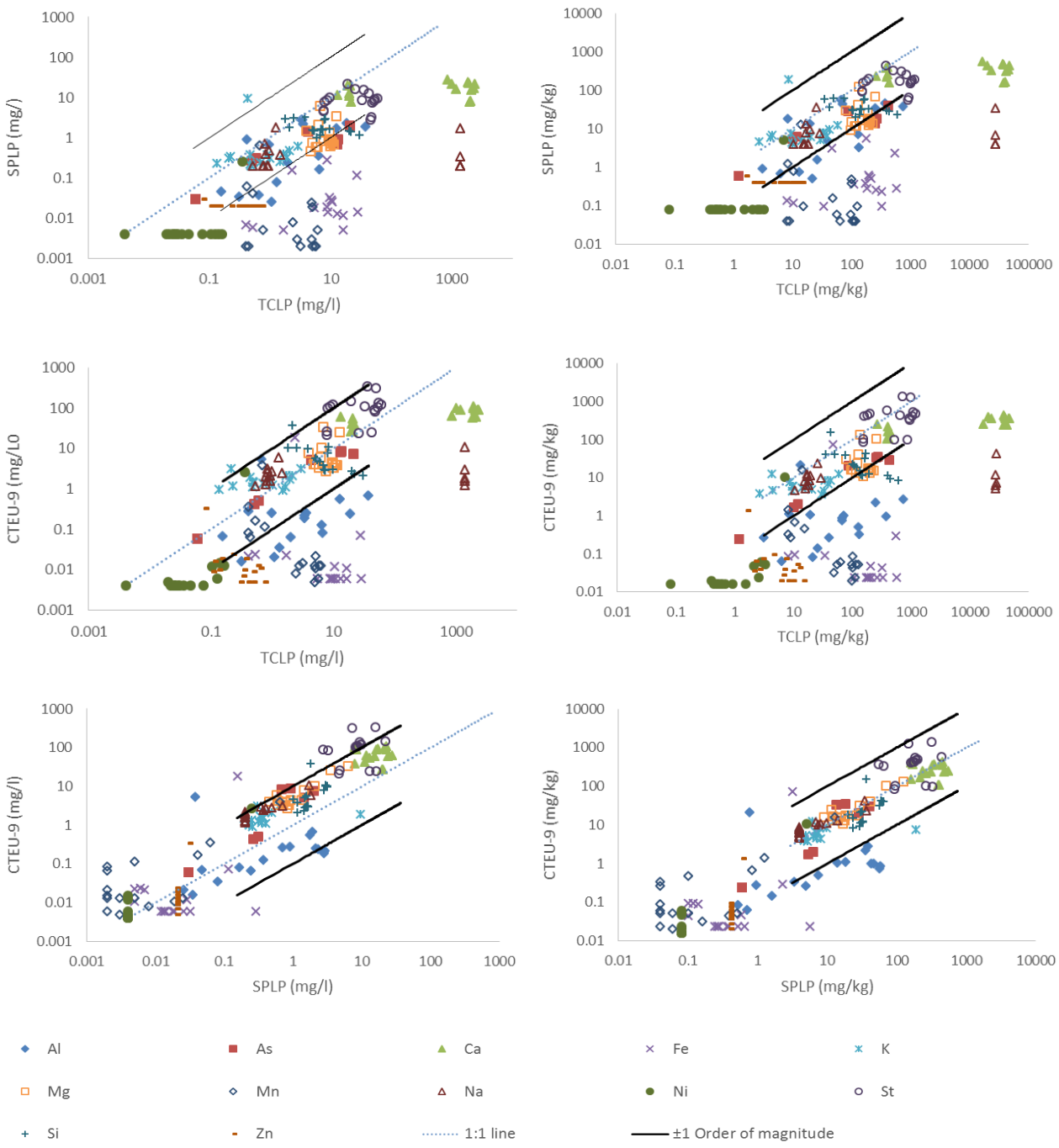

Figure 6-2 : Comparaisons des essais de lixiviation en batch réalisés sur les mélanges initiaux de minéraux purs

Les concentrations en mg/l obtenues avec l'essai CTEU-9 sont légèrement supérieures à celles obtenues avec l'essai SPLP (Figures 6-2 et 6-3). Par contre les quantités normalisées des deux

essais sont plus proches, ceci est dû à l'utilisation d'un ratio de 4 et de 20 pour la normalisation des concentrations (mg/l) en mg/kg respectivement pour le CTEU-9 et le SPLP. L'utilisation d'un plus grand ratio pour l'essai SPLP fait rapprocher les quantités normalisées de cet essai à celles de l'essai CTEU-9.

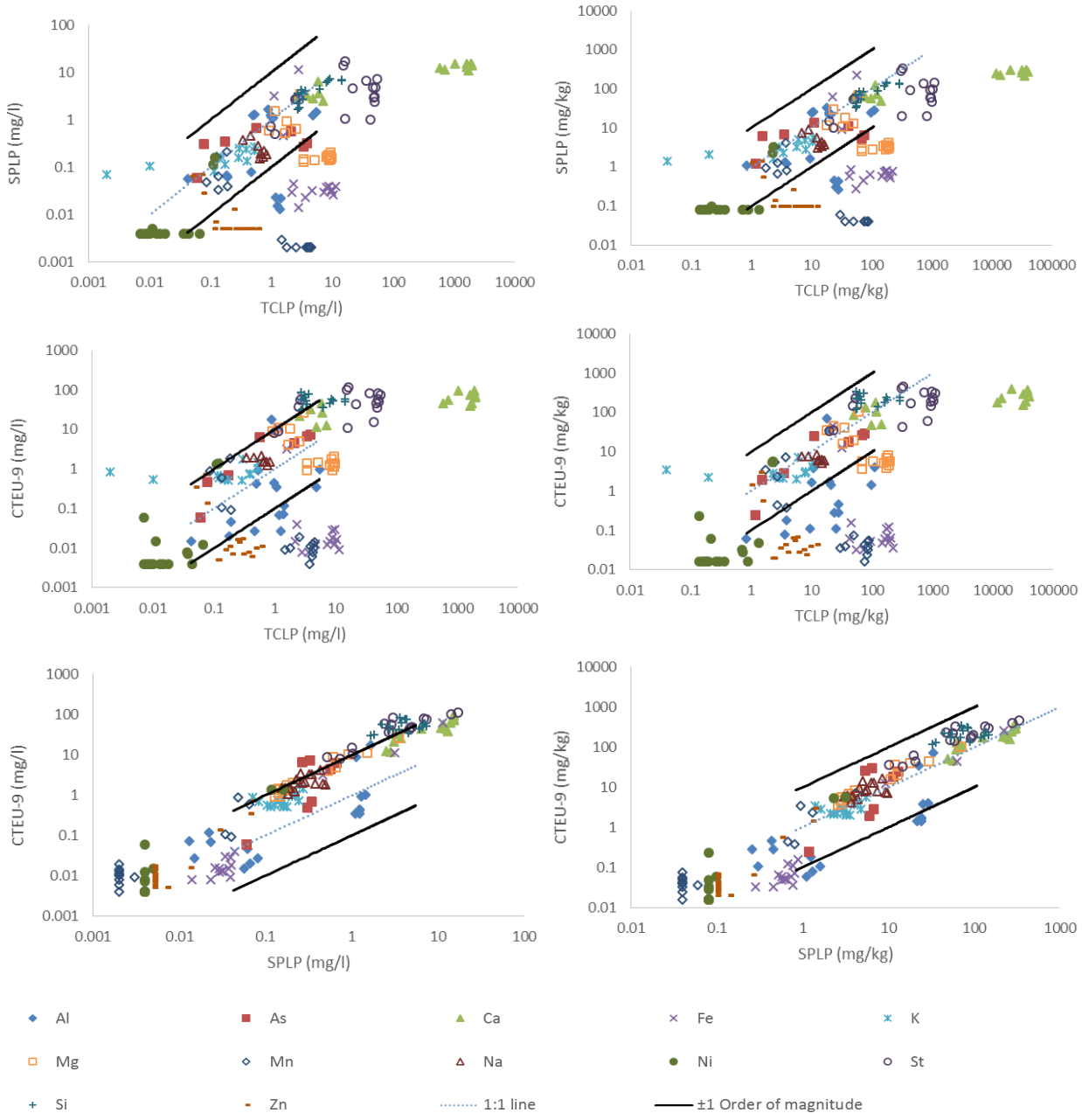

Figure 6-3 : Comparaisons des essais de lixiviation en batch réalisés sur les mélanges altérés de minéraux purs

Les résultats des essais réalisés sur les mélanges de minéraux purs ont été utilisés pour calculer des rapports des concentrations (mg/l) entre les différents essais. Les tableaux 6.1, 6.2 et 6.3 donnent les rapports des concentrations obtenues en TCLP/SPLP, TCLP/CTEU-9 et SPLP/CTEU-9, respectivement. Le Tableau 6.1 montre que pour tous les éléments, l'essai TCLP extrait de plus grandes concentrations que l'essai SPLP. Le Tableau 6.2 présente les mêmes rapports de concentrations entre les essais TCLP et CTEU-9, les mêmes tendances sont obtenues sauf pour As, K, Mg et les sulfates. Le rapport des concentrations en As, K et Mg sont près de 1, montrant que les deux essais donnent des résultats proches pour ces éléments. Par contre, les concentrations en sulfates obtenues par l'essai CTEU-9 sont supérieures à celles de l'essai TCLP. Le Tableau 6.3 montre que les résultats du SPLP sont légèrement inférieurs à ceux du CTEU-9 sauf pour Al et Fe, pour lesquels de plus grandes concentrations sont obtenues avec l'essai SPLP.

Tableau 6.1 : Rapport des résultats du TCLP à ceux du SPLP (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	3,3	2,0	133	86,7	0,6	13,4	2910	2,0	31,5	6,2	0,6	5,5
2-i	8,0	2,0	2,8	304	4,6	3,6	151	818	35,3	1,0	2,8	5,2
3-i	8,8	2,0	138	1358	0,6	13,8	2765	3,9	19,0	6,8	0,8	6,5
4-i	17,4	2,0	1,8	654	4,4	3,1	12,7	4095	7,3	1,0	5,8	16,6
5-i	7,1	3,0	78,2	352	2,4	11,1	1630	4,0	1,0	3,3	15,2	24,0
6-i	1,2	14,6	1,0	412	5,8	10,6	219	6950	6,5	1,6	3,6	14,6
7-i	0,5	1,9	242	57,9	1,3	7,3	267	4,6	6,5	14,7	4,3	16,0
8-i	1,7	2,0	105	30,9	2,1	16,5	1244	4,5	7,5	6,2	6,0	31,0
1-g	15,9	2,0	71,8	1000	0,0	9,7	1585	1,2	26,3	3,7	1,2	11,1
2-g	17,1	2,0	1,1	14,7	4,1	1,1	1,1	0,7	1,4	0,9	1,2	2,6
3-g	41,2	2,0	46,8	2043	0,7	6,6	927	2,1	40,8	2,3	2,8	7,2
4-g	39,8	2,0	1,5	460	4,3	2,7	6,5	6850	6,3	1,0	6,0	17,7
5-g	19,6	10,4	30,5	240	3,2	9,1	300	2,6	11,5	1,6	26,0	35,9
6-g	1,2	18,9	1,0	303	5,7	10,6	200	6850	5,5	1,7	3,2	19,7
7-g	1,4	1,9	245	338	2,5	10,2	198	3,8	5,0	16,4	4,7	23,8
8-g	7,9	2,0	83,3	3240	2,8	16,0	2560	3,9	8,8	5,8	13,6	28,3

Tableau 6.2 : Rapport des résultats du TCLP à ceux du CTEU-9 (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	2,2	1,0	24,9	21,7	0,2	2,7	448	0,3	21,0	0,5	0,2	6,8
2-i	30,0	1,0	0,6	912	0,9	0,5	6,5	130	9,4	0,1	1,0	11,4
3-i	19,3	1,0	35,0	2717	0,1	3,0	922	0,6	19,0	0,2	0,2	12,9
4-i	50,5	1,0	0,5	1525	1,0	0,6	3,1	463	7,3	0,1	1,8	33,2
5-i	22,4	0,8	31,2	850	0,6	3,0	978	0,5	1,0	1,7	9,5	95,8
6-i	15,3	1,5	0,8	1783	1,1	1,0	6,6	739	6,5	0,3	1,0	58,4
7-i	1,5	1,2	22,2	18,4	0,3	2,1	462	0,4	6,5	0,6	2,3	45,6
8-i	13,9	1,0	26,1	1470	0,4	3,0	479	0,6	7,5	0,5	3,1	56,3
1-g	35,8	1,0	13,0	2166	0,2	1,8	211	0,3	8,8	0,3	0,4	9,3
2-g	0,1	1,0	0,2	0,1	1,5	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2
3-g	51,0	1,0	10,2	4766	0,1	1,3	214	0,3	12,5	0,1	0,8	7,6
4-g	79,6	1,0	0,4	1457	0,8	0,5	1,1	851	6,3	0,1	1,3	18,6
5-g	53,8	2,9	13,2	378	0,8	2,8	300	0,4	11,5	1,1	14,3	143
6-g	17,5	1,5	0,7	1617	1,6	1,2	4,8	1079	5,5	0,4	0,9	78,8
7-g	3,7	1,2	19,2	73,5	0,3	2,1	382	0,4	4,0	0,5	2,5	52,8
8-g	75,9	1,0	17,5	1473	0,5	2,4	233	0,6	8,8	0,4	7,2	43,5

Tableau 6.3 : Rapport des résultats du SPLP à ceux du CTEU-9 (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	0,7	0,5	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,7	0,1	0,3	1,3
2-i	3,7	0,5	0,2	3,0	0,2	0,1	0,0	0,2	0,3	0,1	0,4	2,2
3-i	2,2	0,5	0,3	2,0	0,2	0,2	0,3	0,1	1,0	0,0	0,3	2,0
4-i	2,9	0,5	0,3	2,3	0,2	0,2	0,2	0,1	1,0	0,1	0,3	2,0
5-i	3,1	0,3	0,4	2,4	0,2	0,3	0,6	0,1	1,0	0,5	0,6	4,0
6-i	13,0	0,1	0,8	4,3	0,2	0,1	0,0	0,1	1,0	0,2	0,3	4,0
7-i	3,2	0,6	0,1	0,3	0,2	0,3	1,7	0,1	1,0	0,0	0,5	2,9
8-i	8,4	0,5	0,2	47,5	0,2	0,2	0,4	0,1	1,0	0,1	0,5	1,8

Tableau 6.3 : Rapport des résultats du SPLP à ceux du CTEU-9 (i : incertain, g : générateur d'acide) (Suite)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-g	2,3	0,5	0,2	2,2	4,9	0,2	0,1	0,2	0,3	0,1	0,3	0,8
2-g	0,0	0,5	0,2	0,0	0,4	0,2	0,2	0,3	0,1	0,1	0,0	0,1
3-g	1,2	0,5	0,2	2,3	0,1	0,2	0,2	0,2	0,3	0,0	0,3	1,1
4-g	2,0	0,5	0,2	3,2	0,2	0,2	0,2	0,1	1,0	0,1	0,2	1,1
5-g	2,7	0,3	0,4	1,6	0,2	0,3	1,0	0,2	1,0	0,7	0,5	4,0
6-g	14,8	0,1	0,7	5,3	0,3	0,1	0,0	0,2	1,0	0,2	0,3	4,0
7-g	2,6	0,6	0,1	0,2	0,1	0,2	1,9	0,1	0,8	0,0	0,5	2,2
8-g	9,6	0,5	0,2	0,5	0,2	0,1	0,1	0,2	1,0	0,1	0,5	1,5

Les figures 6-4, 6-5 et 6-6 donnent les comparaisons des essais de lixiviation en batch par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai). Les figures 6-4 et 6-5 montrent que quel que soit la nature de l'échantillon, l'essai TCLP donne des concentrations en Ni et Zn supérieures à celles des essais SPLP et CTEU-9. Les concentrations en As sont dans le même ordre de grandeur.

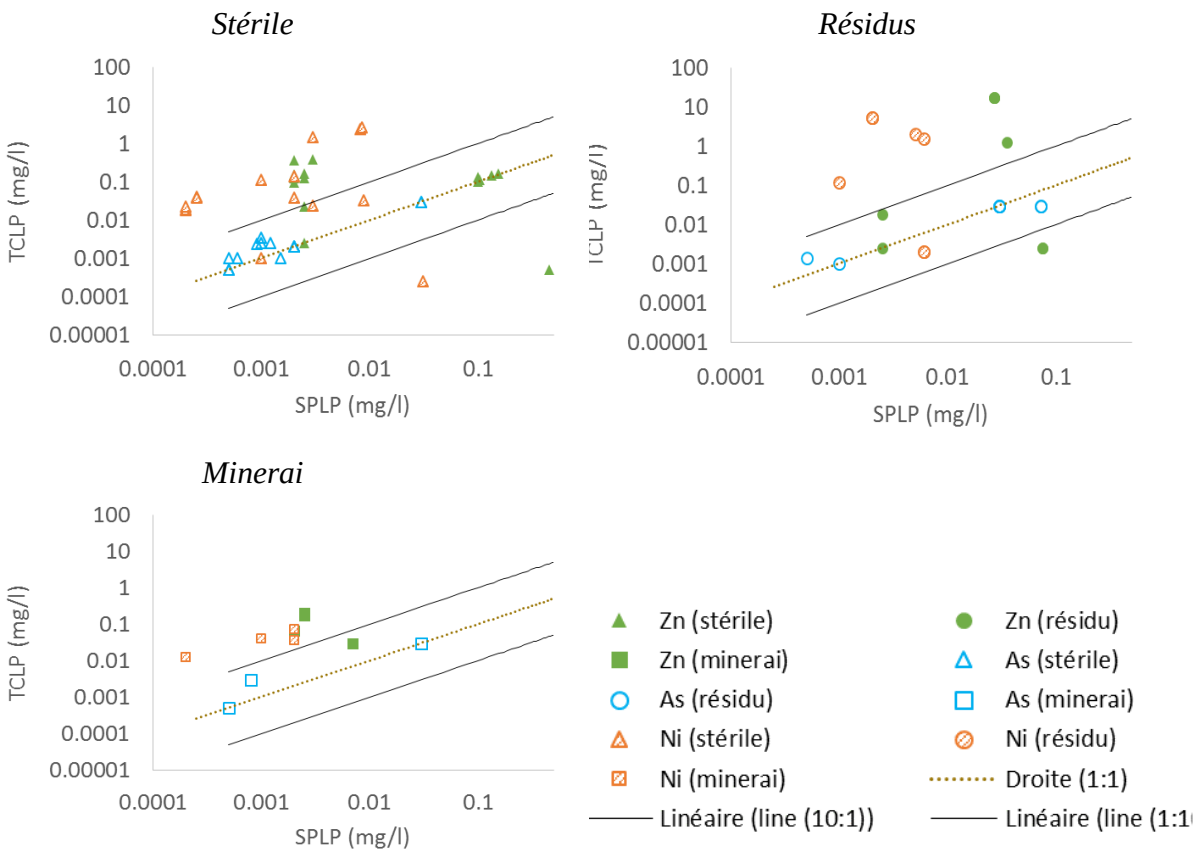

Figure 6-4 : Comparaison du TCLP au SPLP par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

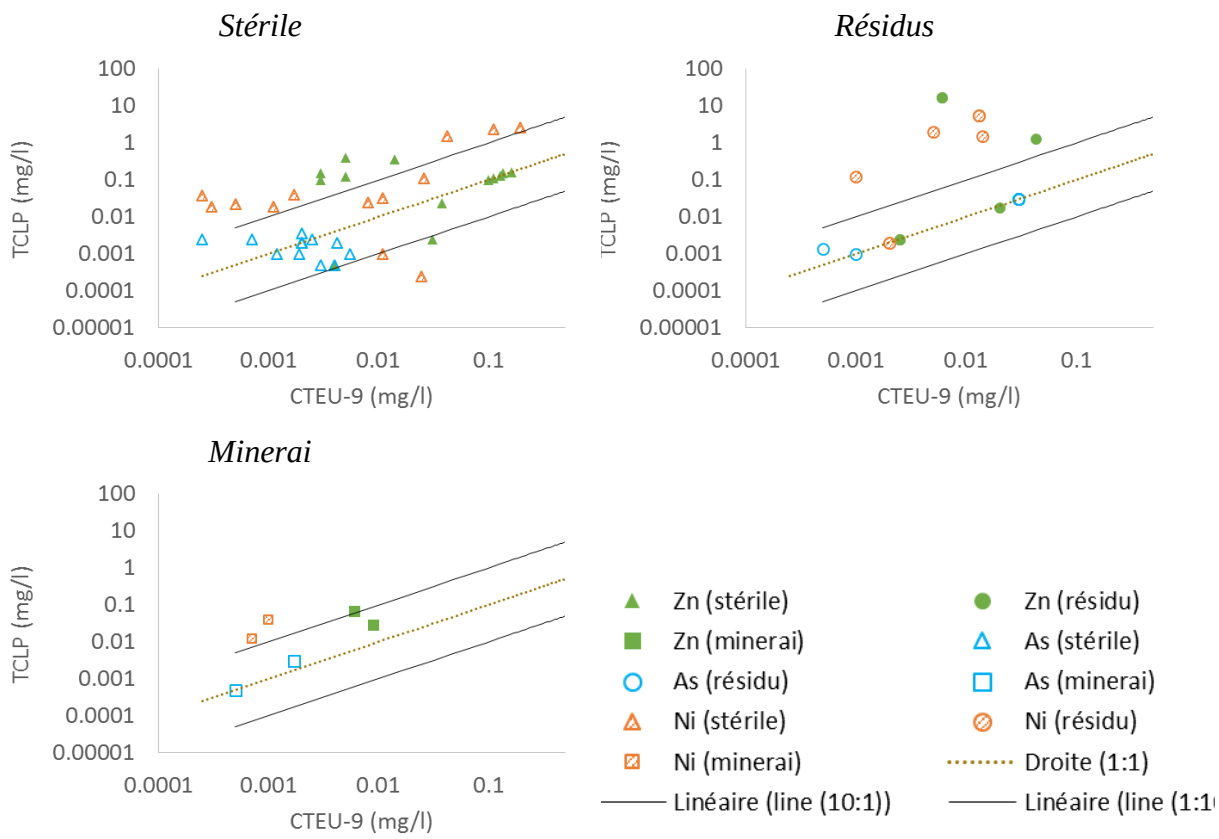

Figure 6-5 : Comparaison du TCLP au CTEU-9 par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

La figure 6-6 montre que pour les échantillons de stériles, les concentrations en As, Ni et Zn obtenues avec l'essai CTEU-9 sont légèrement supérieures à celles de l'essai SPLP. Par contre pour les échantillons de résidus et de minerai, les deux essais donnent des concentrations qui sont plus proches pour les trois éléments. Pour les échantillons de stériles, l'essai SPLP est réalisé avec une taille de particules plus grossière (<9,5 mm) que l'essai CTEU-9 (<120 µm). Par contre, les deux essais vont utiliser la même taille des particules pour des échantillons de résidus de concentrateur. Ces résultats montrent que pour une taille de grains similaires (résidus de concentrateur), l'essai CTEU-9 et l'essai SPLP donnent des résultats plus proches.

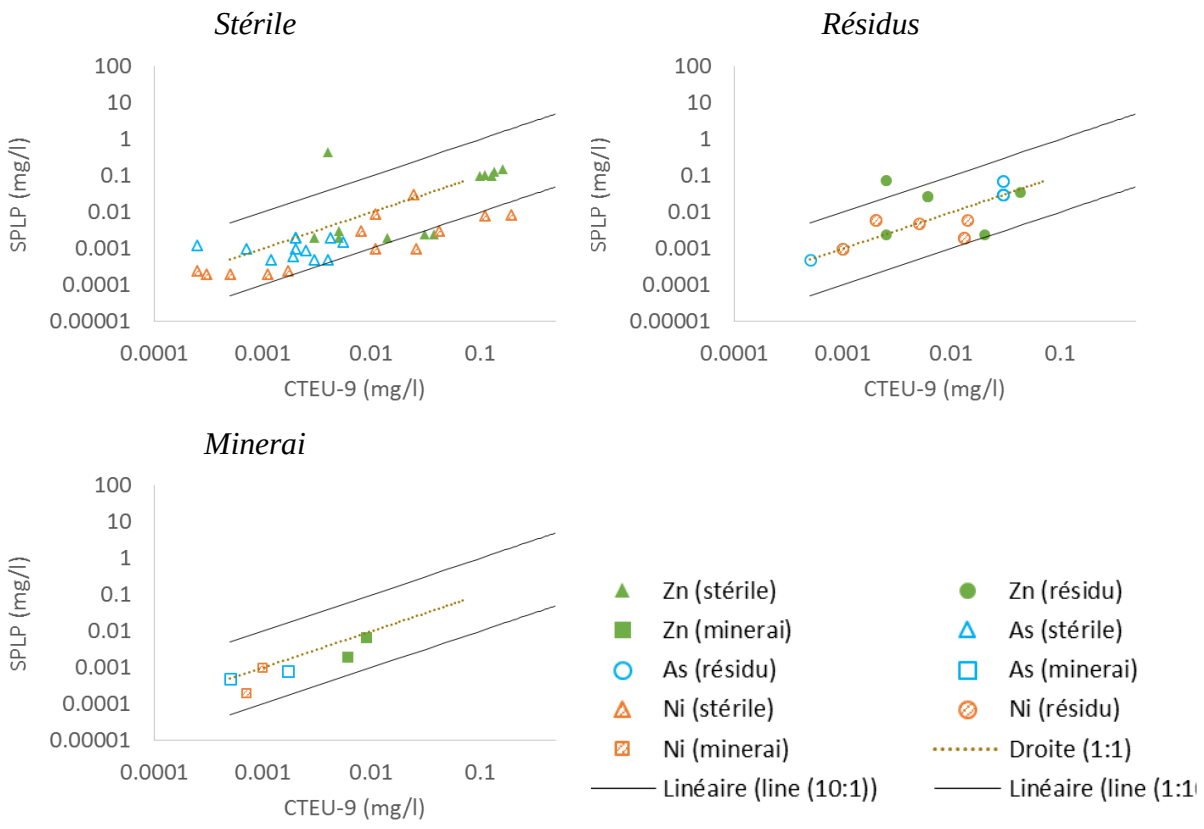

Figure 6-6 : Comparaison du SPLP au CTEU-9 par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

6.2 Comparaisons des essais de lixiviation aux essais cinétiques

Les comparaisons des essais de lixiviation en batch aux essais cinétiques avec les concentrations en mg/l ont montré que les concentrations obtenues avec l'essai TCLP sont plus élevées que les concentrations stabilisées et maximales des essais cinétiques (essai en cellule humide et essai en colonne). Les concentrations obtenues avec les essais SPLP et CTEU-9 sont plus proches des concentrations stabilisées et maximales de ces essais cinétiques (Figure 4-3 et Figure 4-4). Les quantités extraites normalisées par rapport à la masse d'échantillon des essais de lixiviation sont nettement supérieures à celles des essais cinétiques (Figure 4-5 et Figure 4-6). Les mêmes conclusions sont obtenues avec les comparaisons des essais de lixiviation en batch à l'essai en mini-cellule d'altération pour les éléments chimiques : Al, As, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, St, Si et Zn (Figure 5-5 et Figure 5-6). Pour tenir compte de la durée des essais, les taux journaliers

lixiviés ont été utilisés pour les comparaisons. Les résultats montrent que les taux journaliers des essais de lixiviation en batch sont nettement supérieurs à ceux des essais en colonne (Figure 4-8) et des essais en cellule humide (Figure 6-7). Les tableaux 6.4 et 6.5 présentent les rapports des concentrations de l'essai TCLP aux concentrations maximales et stabilisées des essais en mini-cellule d'altération, respectivement. Les résultats présentés aux tableaux 6.4 et 6.5 montrent bien que les rapports des concentrations du TCLP aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération sont plus faibles que les rapports des concentrations du TCLP aux concentrations stabilisées. Mais, dans les deux cas, les rapports sont supérieurs à 1, montrant ainsi que les concentrations de l'essai TCLP sont plus élevées que les concentrations maximales et stabilisées des essais en mini cellule d'altération. Les mêmes rapports ont été calculés pour l'essai SPLP (Tableau 6.6 et Tableau 6.7) et l'essai CTEU-9 (Tableau 6.8 et Tableau 6.9). Ces résultats montrent également que les rapports des concentrations des essais SPLP et CTEU-9 aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération sont plus faibles et plus proches de 1. Les rapports de ces mêmes concentrations des essais SPLP et CTEU-9 aux concentrations stabilisées sont nettement supérieures à 1 pour la plupart des éléments chimiques considérés.

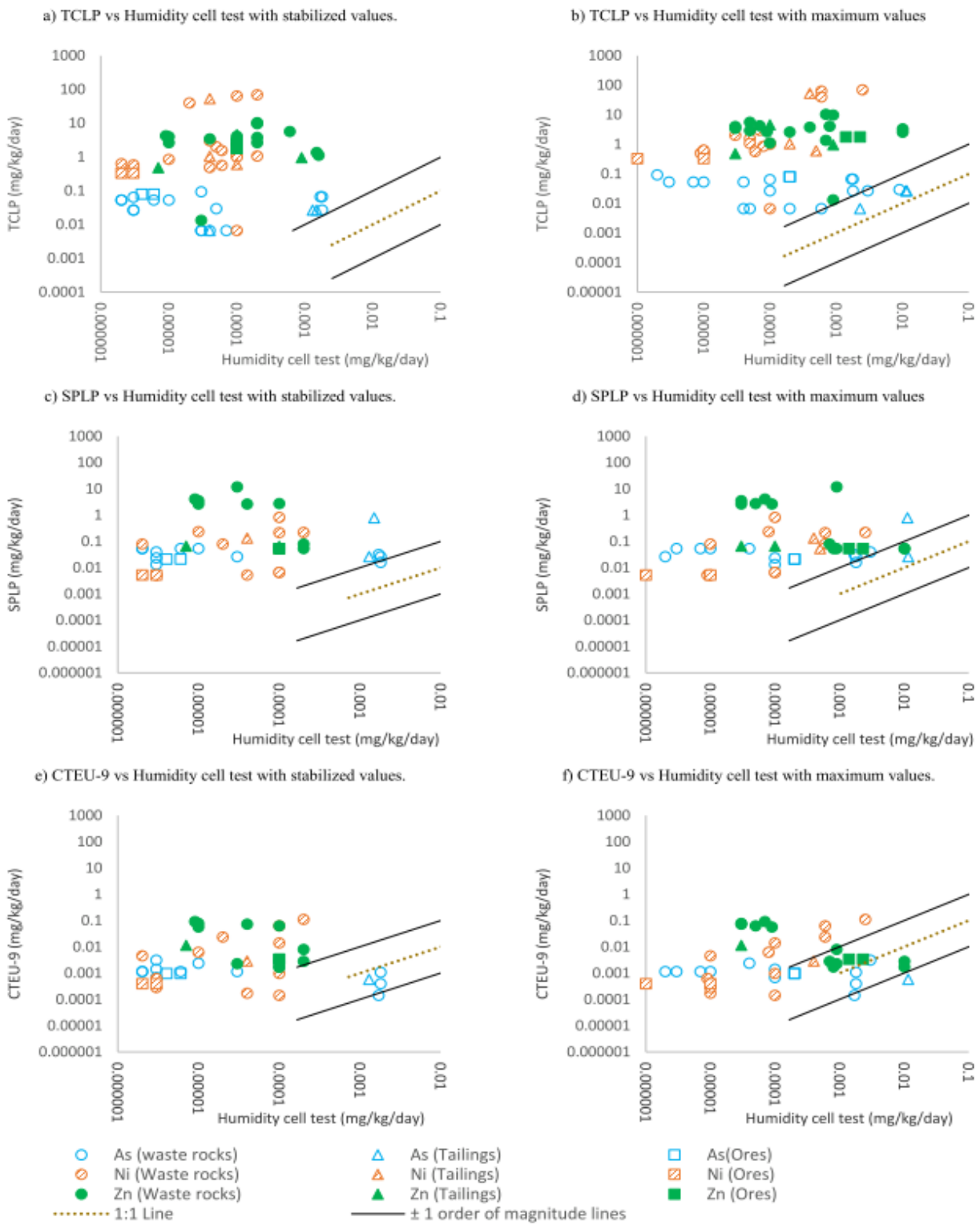

Figure 6-7 : Taux journaliers de l'essai en cellule humide comparés aux essais en batch

Tableau 6.4 : Rapport des concentrations du TCLP aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	1,1	1,0	26,2	1,5	0,1	1,5	388	0,2	10,5	0,6	0,0	3,2
2-i	0,7	1,0	0,6	1,5	0,6	0,4	2,3	62,1	1,0	0,1	0,3	1,2
3-i	2,5	1,0	28,2	71,8	0,1	1,7	191	0,3	0,9	0,3	0,1	5,9
4-i	12,6	1,0	0,3	16,1	0,5	0,3	1,2	277	0,4	0,1	0,2	2,8
5-i	8,6	0,4	24,6	46,2	0,4	2,1	376	0,7	0,1	1,3	0,4	19,2
6-i	5,7	2,9	0,6	91,5	1,0	0,6	5,6	675	0,3	0,3	0,2	24,3
7-i	0,3	0,2	21,2	2,1	0,2	1,9	423	0,2	0,3	0,6	0,1	24,5
8-i	3,3	1,0	18,7	42,4	0,2	1,7	346	0,3	0,4	0,3	0,1	31,0
1-g	8,0	1,0	14,3	38,7	0,1	0,9	151	0,1	1,3	0,4	0,1	7,7
2-g	0,2	1,0	0,2	0,2	0,6	0,2	0,7	0,1	0,9	0,2	0,1	0,4
3-g	9,1	1,0	9,0	3,8	0,1	0,6	71,3	0,1	2,0	0,1	0,3	1,8
4-g	17,1	1,0	0,2	5,5	0,6	0,3	0,6	656	0,3	0,1	0,2	1,5
5-g	24,2	1,6	10,7	134	0,6	1,6	114	0,0	0,5	0,6	0,8	65,2
6-g	7,1	3,2	0,6	11,8	1,7	0,7	3,3	1181	0,3	0,3	0,2	32,8
7-g	0,9	0,2	20,6	8,6	0,3	2,0	382	0,0	0,3	0,5	0,2	36,5
8-g	20,8	1,0	12,4	90,5	0,2	1,2	183	0,3	0,4	0,2	0,3	18,2

Tableau 6.5 : Rapport des concentrations du TCLP aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	2,7	1,0	101,1	24,1	1,8	30,7	2064	8,2	25,2	6,8	0,1	11,8
2-i	1,2	1,0	4,7	2,7	6,5	5,2	4,5	3773	1,6	1,0	0,8	2,4
3-i	8,4	1,0	123,2	465,7	1,9	38,8	2223	5,8	1,7	13,8	0,2	15,3
4-i	156,3	1,0	5,7	32,4	10,2	6,1	8,9	5837	2,2	2,7	0,7	9,3
5-i	13,4	7,2	84,9	200,6	9,1	24,8	1350	6,7	0,1	46,9	0,8	43,2
6-i	39,0	59,0	6,5	269,4	14,4	12,0	41,2	6829	0,6	31,3	1,0	33,4
7-i	0,5	1,7	82,8	5,9	5,7	28,9	2124	7,5	0,3	25,2	0,2	42,5
8-i	6,7	1,0	91,6	495,5	6,4	34,5	1619	11,1	0,7	11,9	0,6	84,6

Tableau 6.5 : Rapport des concentrations du TCLP aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide) (Suite)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-g	11,2	1,0	85,1	833,3	10,0	40,2	1324	9,8	2,9	14,9	0,5	15,9
2-g	0,2	1,0	3,4	0,3	14,8	5,7	3,1	2,5	1,9	1,3	0,2	1,1
3-g	34,6	1,0	57,7	39,7	2,3	33,5	610,8	11,9	4,7	9,6	0,9	4,3
4-g	40,2	1,0	20,3	8,2	15,8	13,6	18,2	14521	4,9	3,8	0,6	4,4
5-g	48,3	44,9	43,6	1903	13,5	33,0	485,1	9,9	1,0	28,7	2,7	103,5
6-g	37,5	46,0	9,2	413,7	8,7	6,7	17,1	10275	0,9	14,5	0,5	51,9
7-g	1,2	2,2	111,3	35,1	5,9	44,4	2774	6,8	0,3	31,1	0,3	61,6
8-g	29,4	1,0	76,1	414,6	8,2	28,1	1358	11,2	0,4	7,9	1,0	43,8

Tableau 6.6 : Rapport des concentrations du SPLP aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	0,3	0,5	0,2	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,6
2-i	0,1	0,5	0,2	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,2
3-i	0,3	0,5	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,9
4-i	0,7	0,5	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,2
5-i	1,2	0,1	0,3	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,4	0,0	0,8
6-i	4,8	0,2	0,6	0,2	0,2	0,1	0,0	0,1	0,1	0,2	0,1	1,7
7-i	0,8	0,1	0,1	0,0	0,2	0,3	1,6	0,0	0,1	0,0	0,0	1,5
8-i	2,0	0,5	0,2	1,4	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,0	0,0	1,0
1-g	0,5	0,5	0,2	0,0	2,3	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,7
2-g	0,0	0,5	0,2	0,0	0,1	0,2	0,6	0,1	0,6	0,2	0,1	0,2
3-g	0,2	0,5	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,3
4-g	0,4	0,5	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1
5-g	1,2	0,2	0,4	0,6	0,2	0,2	0,4	0,0	0,0	0,4	0,0	1,8
6-g	6,0	0,2	0,6	0,0	0,3	0,1	0,0	0,2	0,1	0,2	0,1	1,7
7-g	0,6	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	1,9	0,0	0,1	0,0	0,0	1,5
8-g	2,6	0,5	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,6

Tableau 6.7 : Rapport des concentrations du SPLP aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	0,8	0,5	0,8	0,3	2,9	2,3	0,7	4,1	0,8	1,1	0,2	2,2
2-i	0,1	0,5	1,7	0,0	1,4	1,4	0,0	4,6	0,0	1,0	0,3	0,5
3-i	1,0	0,5	0,9	0,3	3,3	2,8	0,8	1,5	0,1	2,0	0,3	2,4
4-i	9,0	0,5	3,1	0,0	2,3	2,0	0,7	1,4	0,3	2,8	0,1	0,6
5-i	1,9	2,4	1,1	0,6	3,7	2,2	0,8	1,7	0,1	14,3	0,1	1,8
6-i	33,2	4,0	6,4	0,7	2,5	1,1	0,2	1,0	0,1	19,5	0,3	2,3
7-i	1,1	0,9	0,3	0,1	4,5	4,0	7,9	1,6	0,1	1,7	0,0	2,7
8-i	4,1	0,5	0,9	16,0	3,0	2,1	1,3	2,4	0,1	1,9	0,1	2,7
1-g	0,7	0,5	1,2	0,8	219	4,2	0,8	8,2	0,1	4,0	0,4	1,4
2-g	0,0	0,5	3,0	0,0	3,6	5,3	2,9	3,6	1,3	1,5	0,2	0,4
3-g	0,8	0,5	1,2	0,0	3,4	5,1	0,7	5,8	0,1	4,2	0,3	0,6
4-g	1,0	0,5	13,2	0,0	3,7	5,0	2,8	2,1	0,8	3,9	0,1	0,3
5-g	2,5	4,3	1,4	7,9	4,2	3,6	1,6	3,8	0,1	18,0	0,1	2,9
6-g	31,5	2,4	9,4	1,4	1,5	0,6	0,1	1,5	0,2	8,7	0,1	2,6
7-g	0,9	1,2	0,5	0,1	2,4	4,4	14,0	1,8	0,1	1,9	0,1	2,6
8-g	3,7	0,5	0,9	0,1	2,9	1,8	0,5	2,9	0,1	1,4	0,1	1,6

Tableau 6.8 : Rapport des concentrations du CTEU-9 aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	0,5	1,0	1,1	0,1	0,5	0,6	0,9	0,5	0,5	1,3	0,2	0,5
2-i	0,0	1,0	1,1	0,0	0,7	0,8	0,4	0,5	0,1	1,0	0,3	0,1
3-i	0,1	1,0	0,8	0,0	0,7	0,6	0,2	0,5	0,0	1,8	0,3	0,5
4-i	0,2	1,0	0,6	0,0	0,5	0,5	0,4	0,6	0,1	1,1	0,1	0,1
5-i	0,4	0,4	0,8	0,1	0,7	0,7	0,4	1,4	0,1	0,8	0,0	0,2
6-i	0,4	1,9	0,8	0,1	0,9	0,6	0,8	0,9	0,1	0,9	0,2	0,4
7-i	0,2	0,2	1,0	0,1	0,8	0,9	0,9	0,4	0,1	1,1	0,0	0,5
8-i	0,2	1,0	0,7	0,0	0,5	0,6	0,7	0,6	0,1	0,6	0,0	0,6

Tableau 6.8 : Rapport des concentrations du CTEU-9 aux concentrations maximales des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide) (Suite)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-g	0,2	1,0	1,1	0,0	0,5	0,5	0,7	0,4	0,1	1,4	0,3	0,8
2-g	1,6	1,0	1,2	1,7	0,4	0,9	4,0	0,3	6,7	1,4	1,6	1,9
3-g	0,2	1,0	0,9	0,0	1,5	0,4	0,3	0,4	0,2	1,0	0,4	0,2
4-g	0,2	1,0	0,5	0,0	0,7	0,6	0,5	0,8	0,1	1,0	0,1	0,1
5-g	0,4	0,6	0,8	0,4	0,7	0,6	0,4	0,0	0,0	0,6	0,1	0,5
6-g	0,4	2,1	0,8	0,0	1,1	0,6	0,7	1,1	0,1	1,0	0,2	0,4
7-g	0,2	0,2	1,1	0,1	0,9	0,9	1,0	0,1	0,1	1,0	0,1	0,7
8-g	0,3	1,0	0,7	0,1	0,5	0,5	0,8	0,5	0,1	0,4	0,0	0,4

Tableau 6.9 : Rapport des concentrations du CTEU-9 aux concentrations stabilisées des essais en mini-cellule d'altération (i : incertain, g : générateur d'acide)

Mélanges	Al	As	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	St	Si	Zn
1-i	1,2	1,0	4,1	1,1	9,5	11,4	4,6	23,6	1,2	14,0	0,8	1,7
2-i	0,0	1,0	8,4	0,0	6,9	10,6	0,7	29,0	0,2	12,4	0,8	0,2
3-i	0,4	1,0	3,5	0,2	14,1	12,8	2,4	10,0	0,1	88,3	0,9	1,2
4-i	3,1	1,0	11,8	0,0	10,3	9,7	2,9	12,6	0,3	35,3	0,4	0,3
5-i	0,6	8,5	2,7	0,2	15,8	8,2	1,4	13,5	0,1	27,9	0,1	0,5
6-i	2,5	38,4	8,4	0,2	12,9	11,9	6,2	9,2	0,1	107	1,0	0,6
7-i	0,3	1,4	3,7	0,3	18,4	13,5	4,6	17,6	0,1	44,0	0,1	0,9
8-i	0,5	1,0	3,5	0,3	14,9	11,5	3,4	19,2	0,1	24,4	0,2	1,5
1-g	0,3	1,0	6,5	0,4	44,4	22,9	6,3	37,5	0,3	49,2	1,3	1,7
2-g	2,0	1,0	16,1	2,1	9,9	28,4	18,2	12,2	14,1	10,1	4,1	4,7
3-g	0,7	1,0	5,7	0,0	35,1	26,6	2,9	37,8	0,4	92,6	1,2	0,6
4-g	0,5	1,0	54,7	0,0	19,8	26,7	15,9	17,1	0,8	47,8	0,5	0,2
5-g	0,9	15,7	3,3	5,0	16,9	11,8	1,6	22,4	0,1	27,2	0,2	0,7
6-g	2,1	29,7	12,9	0,3	5,4	5,6	3,6	9,5	0,2	40,3	0,5	0,7
7-g	0,3	1,9	5,8	0,5	17,7	20,9	7,3	17,9	0,1	62,3	0,1	1,2
8-g	0,4	1,0	4,3	0,3	15,6	11,9	5,8	18,5	0,1	20,1	0,1	1,0

Les concentrations obtenues avec les différents essais (mini-cellule d'altération, TCLP, SPLP et CTEU-9) ont été utilisées pour faire un calcul d'équilibre thermodynamique sur Vminteq (Gustafsson 2011). Les indices de saturation des minéraux secondaires calculés par Vminteq durant ces essais sont présentés au Tableau 6.10. Pour l'essai en mini-cellule d'altération, les

indices ont été calculés avec les concentrations stabilisées. Ce tableau montre que durant l'essai en mini-cellule d'altération, plus de minéraux secondaires sont précipités et les indices de saturation sont beaucoup plus élevés que ceux obtenus durant les essais en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9). Les indices de saturation les plus faibles sont obtenus durant les essais TCLP et SPLP. Ces résultats montrent que durant les essais en batch, la précipitation des métaux lixiviés est faible par rapport aux essais cinétiques, ce qui pourrait expliquer (au moins en partie) pourquoi les concentrations obtenues avec les essais en batch sont plus élevées que les concentrations stabilisées des essais cinétiques.

Tableau 6.10 : Minéraux secondaires précipités durant les différents essais (mini-cellule d'altération, TCLP, SPLP et CTEU-9) réalisés sur le mélange 2-G

Minéraux secondaires	Mini-cellule	TCLP	SPLP	CTEU-9
$Al(OH)_3$ (am)	0.136	*	*	*
$Al(OH)_3$ (Soil)	0.02-2.65	1.3	1.51	1.1
Al_2O_3(s)	0.03-2.22	*	*	*
$Al_4(OH)_{10}SO_4$(s)	1.006-5.82	1.96	1.4	2.35
$AlOHSO_4$(s)	*	*	*	0.12
Alunite	0.23-4.46	3.29	1.28	4.65
Boehmite	1.09-2.36	1.02	1.22	0.81
Chalcedony	*	*	*	0.15
Diaspore	0.31-4.06	2.72	2.92	2.52
Gibbsite (C)	0.23-3.2	1.85	2.06	1.65
Halloysite	2.28-4.85	1.36	0.56	2.39
Hercynite	5.73-6.84	1.71	2.39	1.55
Imogolite	0.14-5.15	2.06	1.86	2.37
Kaolinite	0.82-7	3.5	2.7	4.53
Quartz	0.01-0.38	*	*	0.596

∗ Indice de saturation < 0.

Les figures 6-8, 6-9 et 6-10 donnent les comparaisons des essais en batch à l'essai en colonne par type d'échantillons. Ces résultats montrent que quel que soit la nature de l'échantillon, l'essai TCLP donne des concentrations supérieures à celles de l'essai en colonne, de même que les concentrations des essais SPLP et CTEU-9 sont plus proches de celles de l'essai en colonne comparativement à l'essai TCLP.

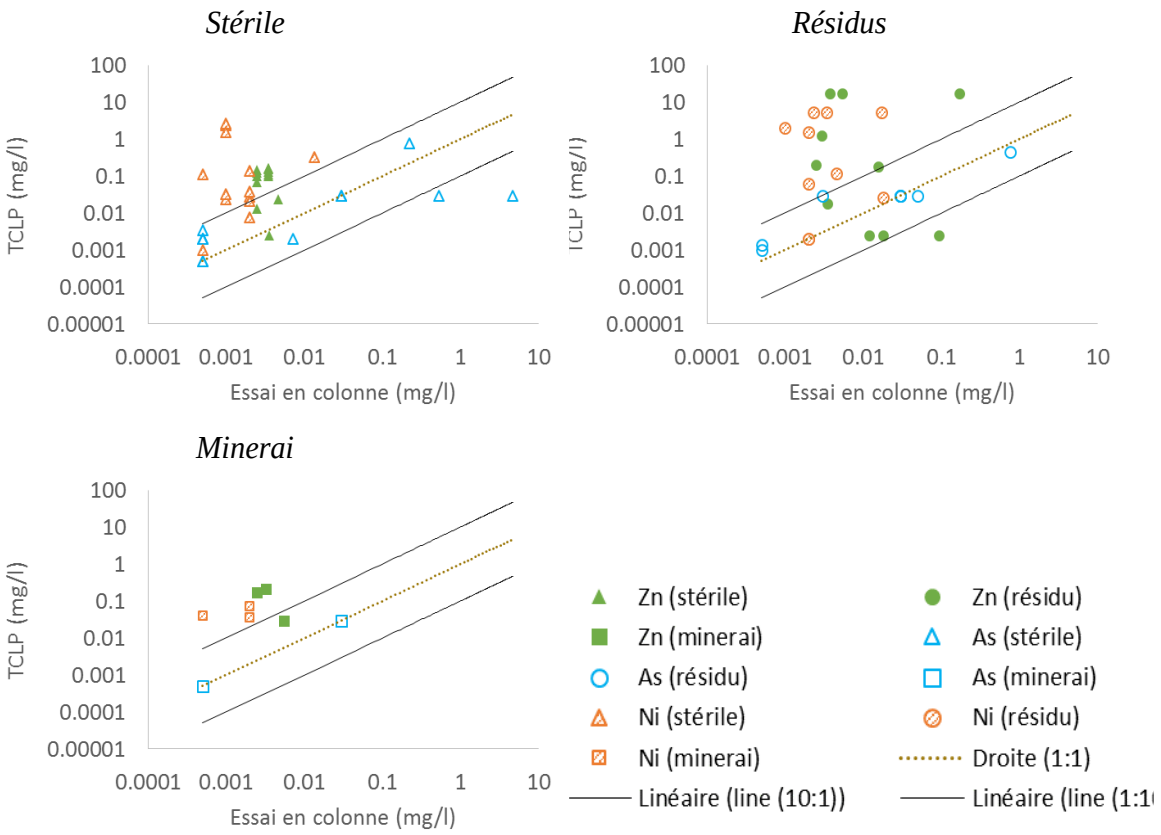

Figure 6-8 : Comparaison du TCLP à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

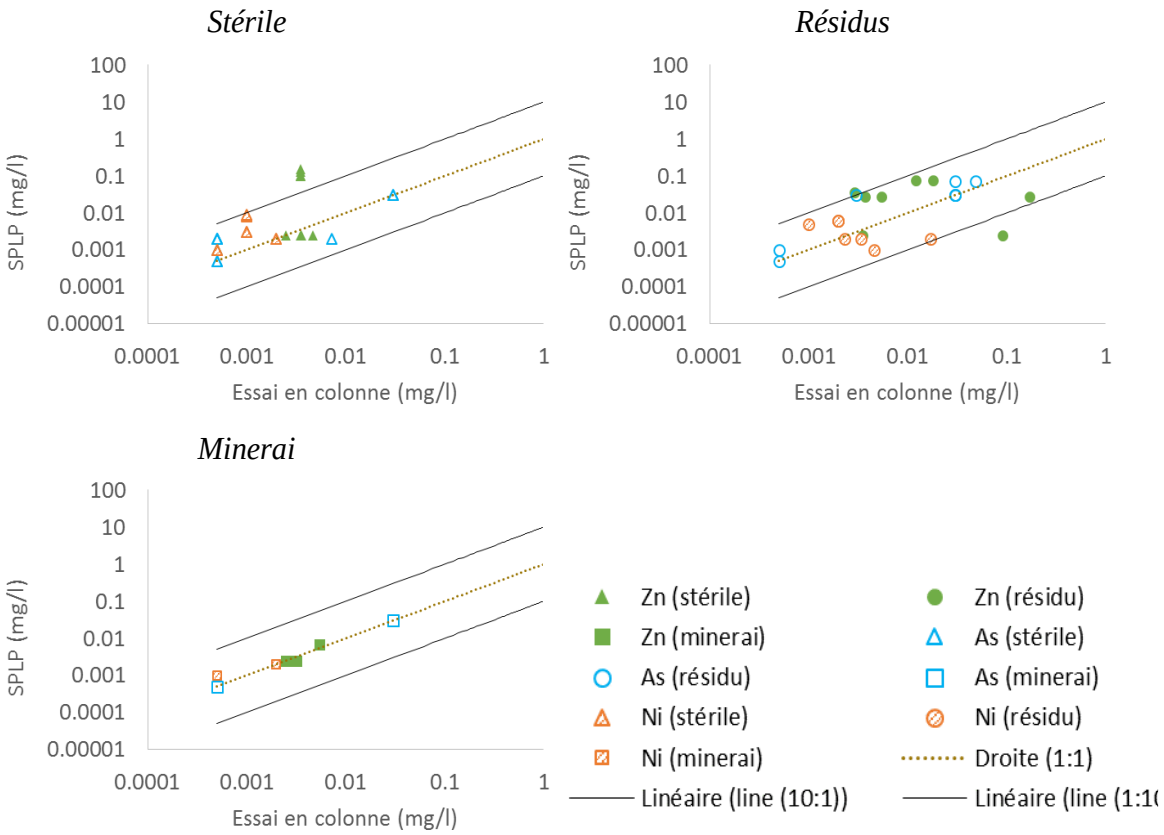

Figure 6-9 : Comparaison du SPLP à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

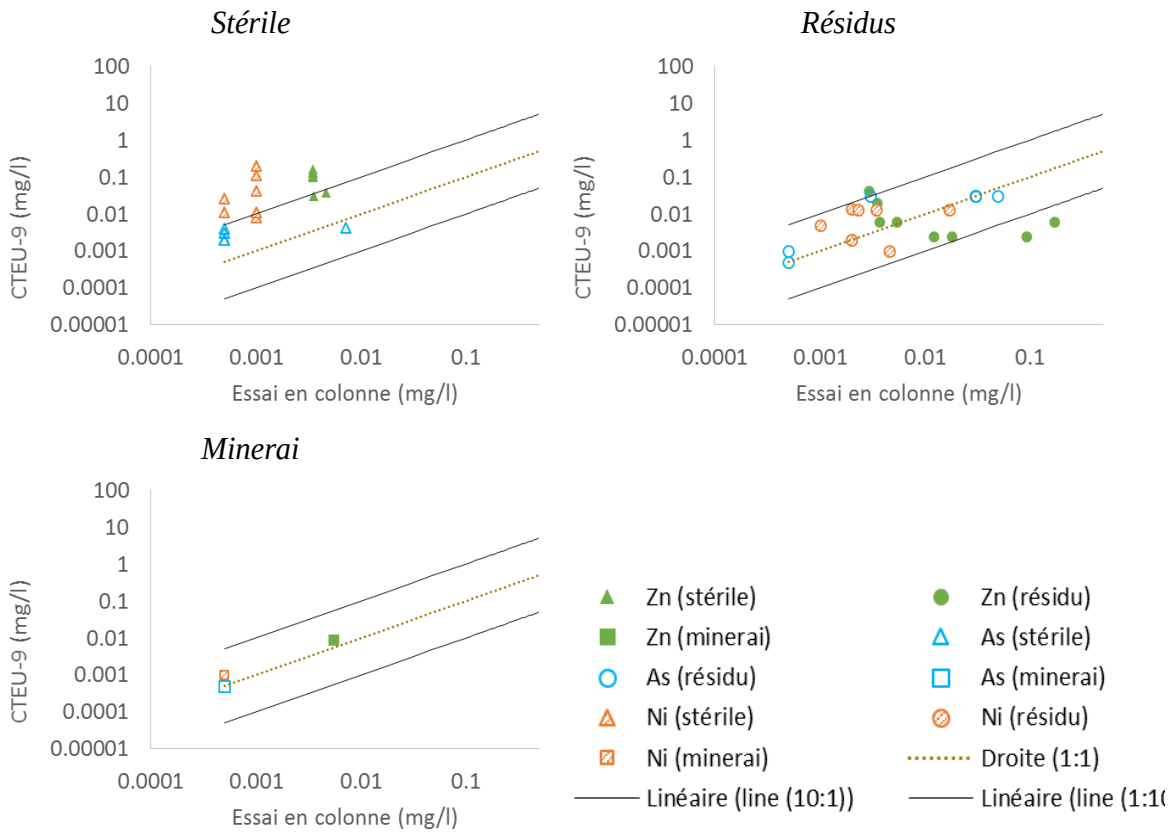

Figure 6-10 : Comparaison du CTEU-9 à l'essai en colonne par type d'échantillons (stérile, résidu ou minerai)

6.3 Analyse complémentaire des résultats de l'essai d'extraction séquentielle

L'essai d'extraction séquentielle a été réalisé sur les matériaux post-essais de lixiviation et post-essais en mini-cellule d'altération des mélanges les plus réactifs, soit les mélanges 2 et 6. Les solutions utilisées durant cet essai sont plus agressives (plus grande force ionique) que les solutions rencontrées dans le milieu naturel. L'essai devrait alors permettre d'extraire une grande partie des métaux disponibles. Le Tableau 6.11 montre pourtant que malgré l'agressivité des solutions utilisées dans l'extraction séquentielle, l'essai d'extraction séquentielle ne permet d'extraire que moins de 20 % par rapport à la chimie totale des mélanges. Le fer et le calcium sont les plus extraits (entre 10 et 18 %), par contre l'extraction de l'arsenic et des sulfates reste faible (entre 1 et 3 %). Les rapports R= SO_4^{2-}/Fe et R= As/Fe (Tableau 6.12) Tableau 6.12 : Rapports R= SO_4^{2-}/Fe et R= As/Fe dans la composition initiale et dans les quantités extraites durant l'extraction séquentielledans la composition initiale sont nettement plus élevés que dans les quantités extraites. Le rapport R= St/Fe théorique dans la pyrite est de 1.15. Et les rapports R= As/Fe et R= St/Fe théoriques dans l'arsenopyrite sont respectivement de 1.35 et 0.57. Les rapports théoriques sont supérieurs à ceux obtenus dans la composition initiale des mélanges. Mais la labradorite est contaminée en magnétite et en ilménite (Figure 3-6) qui contiennent du fer, ce qui pourrait expliquer pourquoi les rapports obtenus dans l'analyse initiale soient supérieurs aux rapports théoriques. Mais les rapports R= SO_4^{2-}/Fe et R= As/Fe obtenus avec l'extraction séquentielle sont nettement plus faibles. Il semble y avoir un appauvrissement des sulfures en fer durant cet essai, les conditions de réalisation de l'essai (conditions réductrices) sont peut-être plus propices à la solubilisation du fer que des sulfates et de l'arsenic. Mais nous n'avons pas pu vérifier cette hypothèse au MEB puisque les 1 g de matériel utilisé pour l'extraction séquentielle ne suffisent pas pour la fabrication de sections polies.

Tableau 6.11 : Rapports de l'extraction séquentielle par rapport à la chimie totale

Mélanges	Éléments chimiques	Analyse initiale (mg/kg)	Quantité extraite (mg/kg)	% extrait
2-I	Fe	42040	5003.4	11.90
	Ca	18990	1849.6	9.74
	SO_4^{2-}	31910	263.4	0.83
2-G	Fe	39750	5072.7	12.76
	Ca	9438	1333.4	14.13
	SO_4^{2-}	32110	450.4	1.40
6-I	As	15800	443.4	2.81
	Fe	19570	3128	15.98
	Ca	13030	1469	11.27
	SO_4^{2-}	8321	153.4	1.84
6-G	As	16000	443.4	2.77
	Fe	18850	3424	18.16
	Ca	5908	1080.1	18.28
	SO_4^{2-}	8190	133.8	1.63

Tableau 6.12 : Rapports R= SO_4^{2-}/Fe et R= As/Fe dans la composition initiale et dans les quantités extraites durant l'extraction séquentielle

Mélanges	R= SO_4^{2-}/Fe dans l'analyse initiale.	R= SO_4^{2-}/Fe dans la quantité extraite.	R= As/Fe dans l'analyse initiale	R= As/Fe dans la quantité extraite.
2-I	0.76	0.05	*	*
2-G	0.8	0.09	*	*
6-I	0.43	0.05	0.81	0.14
6-G	0.43	0.04	0.85	0.13

Les résultats de l'essai d'extraction séquentielle ont permis d'étudier la distribution des métaux dans les phases minérales, et les résultats ont été présentés au chapitre 5. Ces résultats ont montré que la fraction de Ca soluble en conditions acides était plus faible ou inexistante après soumission des mélanges à l'essai TCLP. Cela peut être dû à la solution acide utilisée dans l'essai TCLP et qui solubiliserait le calcium des minéraux neutralisants contenu dans les mélanges. De plus grandes quantités de Ca devraient donc être extraites par le TCLP en comparaison aux autres essais. La Figure 6-11 présente les concentrations de Ca obtenues par l'essai TCLP par rapport à celles obtenues par les essais SPLP, CTEU-9 et les essais en mini-cellules d'altération. Le nuage de points de gauche correspond aux mélanges composés avec la labradorite comme minéral neutralisant, alors que celui de droite correspond aux mélanges composés avec la calcite. Les résultats montrent effectivement que l'essai TCLP extrait largement plus de calcium que les autres essais, d'autant plus que le Ca est associé à des minéraux plus solubles en milieu acide, ce qui pourrait expliquer la distribution de Ca obtenue après soumission aux différents essais.

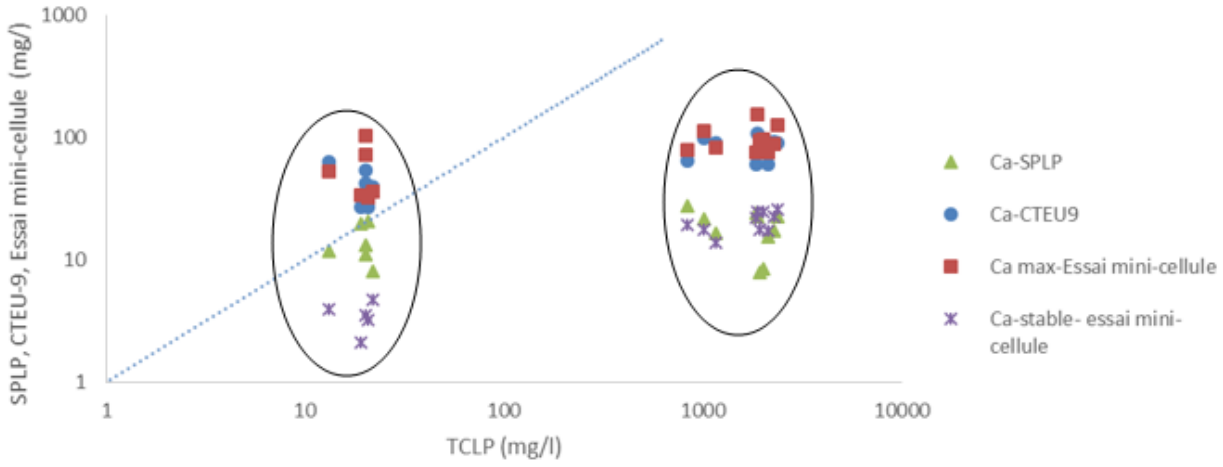

Figure 6-11 : Concentrations en Ca du TCLP par rapport à celles obtenues en essais SPLP, CTEU-9 et en mini-cellules d'altération

La distribution de l'arsenic dans les phases minérales après soumission aux essais de lixiviation en batch et à l'essai en mini-cellule d'altération montre que l'arsenic est plutôt soluble en conditions réductrices (voir chapitre 5). Les quantités totales extraites dans les trois phases de l'essai d'extraction séquentielle dans le matériel post-essai TCLP sont les plus élevées, ce qui suggère que de plus grandes quantités d'arsenic restent disponibles à la lixiviation après soumission à l'essai TCLP comparativement aux autres essais, et que le TCLP a sous-estimé la lixiviation de cet oxyanion.

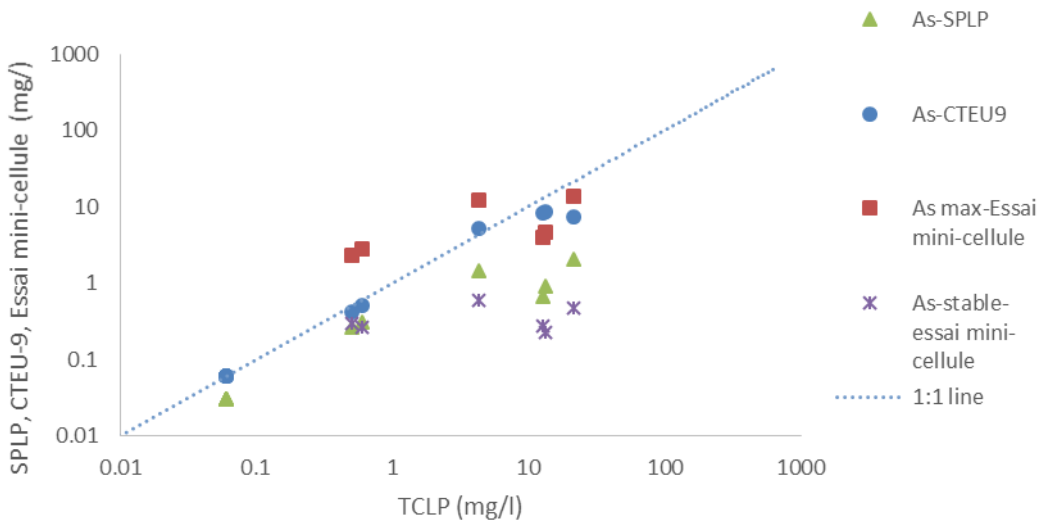

Figure 6-12 : Concentrations d'As extraites par le TCLP comparées aux autres essais

Mais, tel que présenté à la Figure 6-12, les concentrations en As extraites par le TCLP sont supérieures à celles des autres essais. Bien que le TCLP donne des concentrations en oxyanions comparables ou plus élevées que les autres essais, la solution d'acétate utilisée dans la procédure TCLP ne permet pas de former de complexes stables avec les oxyanions tel que déjà démontré dans d'autres études (e.g. Hooper (1998); Ghosh et al. (2004)).

6.4 Réactivité des minéraux purs

Les résultats de la qualité des eaux de lixiviation des essais en mini-cellule ont permis de suivre la réactivité des minéraux purs utilisés dans l'étude. Les mélanges les plus réactifs (présentant une oxydation avancée des sulfures) sont les mélanges dans lesquels la labradorite est utilisée comme minéral neutralisant. La labradorite ($(Ca, Na)(Si, Al)_{4O8}$) a un pouvoir neutralisant faible par rapport à la calcite ($CaCO_3$). La Figure 6-13 montre l'évolution de l'alcalinité des mélanges générateurs d'acide (même évolution que l'alcalinité les mélanges incertains) durant les essais en mini-cellule d'altération. Les mélanges pour lesquels la labradorite est utilisée (mélanges 2, 4 et 6) ont des alcalinités faibles par rapport aux autres mélanges.

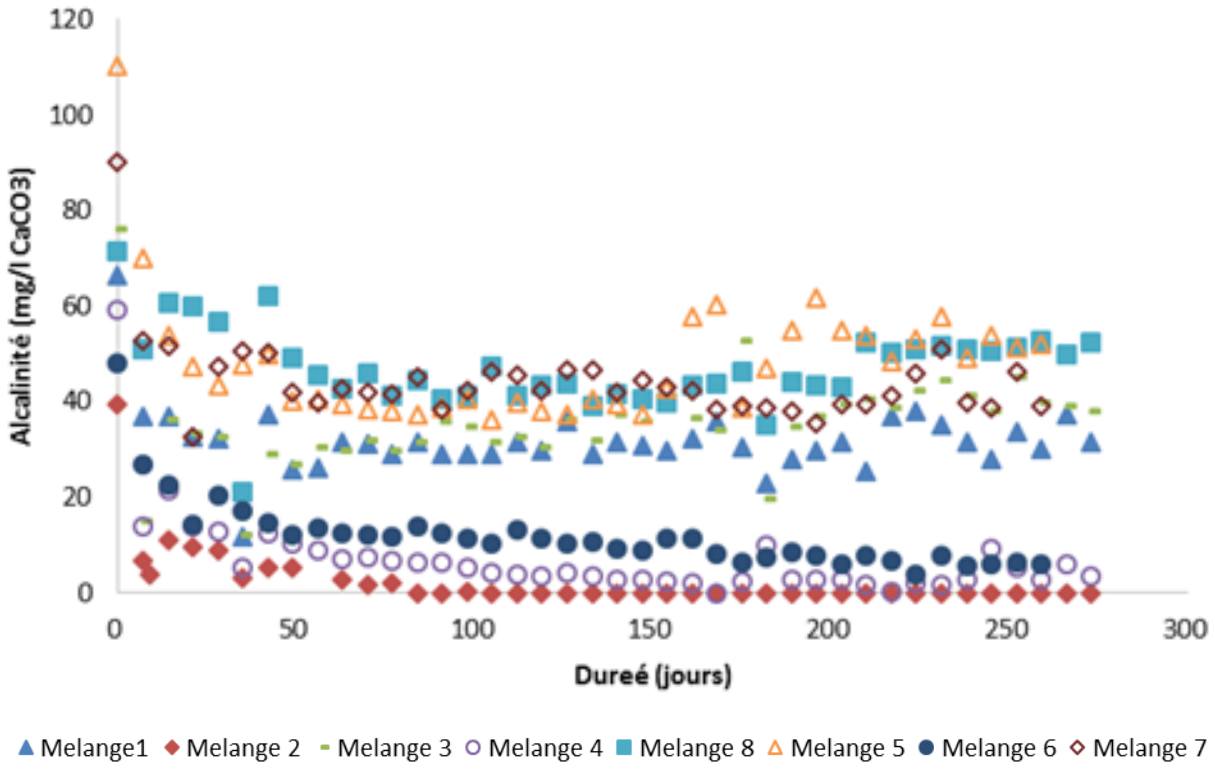

Figure 6-13 : Évolution de l'alcalinité des mélanges durant les essais en mini-cellule d'altération.

De plus, les analyses chimiques (Tableau 3.7) et les caractérisations minéralogiques par DRX (Tableau 3.6) et au MEB (Figure 3-6) ont montré que la labradorite contient des impuretés. La présence de ces impuretés diminue le pouvoir neutralisant, déjà faible, de la labradorite. Ce qui pourrait expliquer les baisses de pH (Figure 5-1) obtenus dans les mélanges où la labradorite est utilisée.

En se basant sur les résultats des essais en mini-cellule, on peut classer les trois sulfures utilisés dans l'étude par ordre de réactivité : pyrite > pyrrhotite > arsénopyrite. Dans leur étude sur l'évaluation du taux d'oxydation des sulfures et des sulfosels, Chopard et al. (2015) ont classé ces trois sulfures par ordre de réactivité : pyrrhotite > arsénopyrite > pyrite. Les caractérisations chimiques (Tableau 3.7) et minéralogiques (Figure 3-5) ont montré la présence d'impuretés dans la pyrrhotite, ce qui pourrait expliquer sa faible réactivité par rapport à la pyrite. Pour les pourcentages d'arsénopyrite utilisés dans les mélanges, un facteur de réactivité de 2.54 a été utilisé selon la modification de l'équation de Paktunc (1999) par Bouzahzah et al. (2013). Même

en tenant compte de ce facteur de réactivité, l'arsénopyrite semble être le moins réactif des trois sulfures utilisés dans l'étude.

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMENDATIONS

7.1 Conclusion

La présente étude a porté sur l'évaluation de la pertinence des essais de lixiviation en batch (essais TCLP, SPLP et CTEU-9) en prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Ces essais sont réalisés dans des conditions différentes des essais cinétiques (essais en colonnes, essais en cellules humides et essais en mini-cellules d'altération). Les objectifs de la présente étude étaient de comparer les résultats des essais de lixiviation en batch à ceux des essais cinétiques, afin de mettre en évidence les différences ou les similitudes dans la lixiviation des métaux et d'évaluer l'impact de ces essais sur la distribution des métaux dans les fractions minérales. Ces travaux devaient permettre d'évaluer la pertinence des essais de lixiviation en batch en prédiction de la qualité des eaux de drainage des rejets miniers. Ainsi, des résultats d'essais de lixiviation en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9) et d'essais cinétiques (essais en colonne et essais en cellule humide) réalisés sur des projets au sein de l'URSTM ont été compilés et comparés entre eux.

La comparaison a été faite pour trois éléments chimiques : As, Ni et Zn, et les résultats de la comparaison sont donnés au chapitre 4. Une comparaison des résultats des essais de lixiviation en batch entre eux a démontré que l'essai TCLP était le plus agressif des trois et extrayait de plus grandes concentrations de métaux (Ni et Zn) que les deux autres. Les concentrations en As extraites par le TCLP sont dans le même ordre de grandeur que celles des autres essais en batch. Le CTEU-9 et le SPLP donnent quant à eux des résultats plus proches pour les trois éléments chimiques considérés, mais les concentrations obtenues avec l'essai SPLP sont légèrement plus faibles. Les conditions de réalisation des essais (quantité de matériaux utilisée, la taille des grains, la durée des essais, le pH, la solution d'extraction, le ratio liquide/solide et les processus géochimiques intervenant) sont différentes entre les essais de lixiviation en batch et les essais cinétiques. Pour les essais cinétiques, les concentrations maximales et stabilisées ont été utilisées. Une comparaison avec les concentrations (en mg/l) montre que l'essai TCLP extrait de plus grandes concentrations de nickel et de zinc que les concentrations maximales et stabilisées des essais en colonnes et en cellules humides. Les concentrations en arsenic obtenues avec le TCLP sont plus faibles que celles des autres métaux, et sont aussi proches des concentrations des essais

en colonnes et en cellules humides. Les concentrations obtenues avec les essais SPLP et CTEU-9 sont légèrement plus élevées que les concentrations stabilisées des essais cinétiques considérés. Par contre, les concentrations maximales des essais cinétiques sont légèrement plus élevées que les concentrations obtenues avec les essais SPLP et CTEU-9.

Vu l'influence de la quantité des matériaux et du ratio liquide/solide sur les résultats des essais, les concentrations en mg/l ont été normalisées en mg/kg (via les volumes de lixiviats et les masses d'échantillons) et les quantités normalisées ont été comparées. Les résultats de la comparaison montrent que les quantités normalisées des essais de lixiviation en batch sont plus élevées que les quantités normalisées stabilisées et maximales des essais cinétiques. Aussi, la comparaison des quantités normalisées des essais de lixiviation en batch aux quantités cumulées normalisées totales des essais cinétiques montre que l'essai TCLP donne de plus grandes quantités, mais celles obtenues avec les essais SPLP et CTEU-9 sont plus proches des essais cinétiques. Pour minimiser le biais de la durée de l'essai sur les résultats de la comparaison, une troisième comparaison est faite avec les taux journaliers lixiviés. Les résultats de cette comparaison montrent que les taux journaliers lixiviés par les essais de lixiviation en batch sont nettement supérieurs à ceux des essais cinétiques.

Toutes ces comparaisons montrent que les essais de lixiviation en batch sont, en général, plus agressifs que les essais cinétiques. Cependant, d'autres facteurs comme les solutions de lixiviation utilisées, le pH, la taille des particules et les processus géochimiques intervenant peuvent être à l'origine de cette différence de lixiviation des métaux. Afin d'évaluer l'impact de la solution d'extraction à un pH donné sur les résultats, les pH finaux des lixiviats ont été comparés. Cette comparaison a montré que les pH finaux de l'essai TCLP sont assez différents de ceux des autres essais, et que les pH finaux des essais SPLP et CTEU-9 sont plus proches de ceux des essais cinétiques. Ceci pourrait expliquer la similarité des résultats des essais SPLP et CTEU-9 entre eux et envers ceux des essais cinétiques, et la différence des résultats de l'essai TCLP envers les autres essais. Les résultats de cette comparaison montrent que les pH finaux impactent la lixiviation des métaux et pourraient être à l' origine des tendances de lixiviation obtenues avec la comparaison des concentrations des différents essais. Les facteurs restant et ayant une influence sur les résultats sont la taille des grains et les processus géochimiques intervenant durant les essais.

Afin étudier l'impact de ces facteurs, des mélanges des minéraux purs, contenant des teneurs en sulfures (pyrite, pyrrhotite et arsénopyrite) proches de celles retrouvées dans les conditions de terrains, ont été fabriqués. Ces mélanges ont été pulvérisés de façon à avoir des tailles de grains similaires et ont été soumis aux essais de lixiviation en batch et à l'essai en mini-cellule d'altération, et les différents résultats ont été comparés.

Les résultats des différentes comparaisons sont présentés au chapitre 5. Ces comparaisons montrent que les résultats de l'essai TCLP sont plus élevés que ceux de l'essai en mini-cellule d'altération. Lorsque comparés aux concentrations maximales et aux quantités normalisées totales, les résultats des essais SPLP et CTEU-9 sont inférieurs à ceux de l'essai en mini-cellule. Par contre, les résultats stabilisés des essais en mini-cellule d'altération sont plus faibles que les résultats du SPLP et du CTEU-9, le CTEU-9 donnant des résultats plus proches de l'essai en mini-cellule d'altération. Ces résultats montrent que la taille des grains n'est pas le principal facteur à l'origine de la différence de lixiviation des métaux entre les essais de lixiviation et les essais cinétiques pour les matériaux étudiés.

Afin d'étudier l'impact des processus géochimiques sur les différences de lixiviation, les mélanges les plus réactifs ont été soumis à un essai d'extraction séquentielle avant et après leur soumission aux essais de lixiviation en batch et à l'essai en mini-cellule d'altération. Les résultats de la distribution des métaux dans les trois fractions extraites avant et après les essais ont été comparés au chapitre 5 pour l'arsenic, le calcium, le nickel, le fer, le zinc et les sulfates. Les résultats ont montré que les proportions des métaux solubles en conditions réductrices deviennent plus importantes après soumission des échantillons à l'essai en mini-cellule, et un peu plus après soumission à l'essai CTEU-9. Les fractions les plus mobiles (fraction échangeable et fraction soluble en conditions acides) sont lixiviées avec les processus d'oxydation-neutralisation durant l'essai en mini-cellule d'altération. La fraction restante (fraction soluble en conditions réductrices) est plus stable (les métaux deviennent moins mobiles), ce qui pourrait expliquer les faibles quantités lixiviées à long terme (résultats stabilisés) par l'essai en mini-cellule en comparaison aux résultats des essais de lixiviation en batch. Les processus d'oxydation-neutralisation ayant lieu durant l'essai en mini-cellule influencent donc la redistribution des métaux dans les fractions minérales et donc leur disponibilité à la lixiviation. Ces processus n'ayant pratiquement pas lieu durant les essais de lixiviation, ceci pourrait expliquer les différences de lixiviation des métaux.

En conclusion, la comparaison des résultats des essais de lixiviation en batch (TCLP, SPLP et CTEU-9) à ceux des essais cinétiques (en colonnes, en cellules humides et en mini-cellules d'altération) a montré que les concentrations extraites par les deux types d'essais étaient différentes. Les concentrations obtenues avec les essais de lixiviation en batch sont proches des concentrations maximales obtenues avec les essais cinétiques. Par contre, les concentrations stabilisées des essais cinétiques sont plus faibles que les concentrations obtenues avec les essais de lixiviation en batch. Les concentrations maximales des essais cinétiques correspondent aux concentrations des premiers rinçages, alors que les concentrations stabilisées correspondent à la lixiviation à long terme. Ces conclusions montrent que les résultats des essais de lixiviation en batch (SPLP et CTEU-9) peuvent être utilisés pour évaluer la quantité maximale lixiviable des métaux, mais ne sont pas adaptés pour évaluer la lixiviation à long terme. Quant à l'essai TCLP, les concentrations obtenues sont même supérieures aux concentrations maximales lixiviables dans les conditions de terrain pour le nickel et le zinc. De ces trois essais de lixiviation en batch, le TCLP est le moins adapté pour prédire le comportement hydrogéochimique des rejets miniers.

7.2 Recommandations

Ce projet a permis d'évaluer la pertinence des essais de lixiviation en batch pour prédire le comportement hydrogéochimique des rejets miniers. Dans l'optique d'évaluer la lixiviation des métaux, l'utilisation des essais cinétiques devrait être préconisée puisqu'ils permettent de mieux simuler les conditions de terrain et de suivre l'évolution de la qualité des lixiviats avec le temps. Les essais de lixiviation en batch peuvent être utilisés comme tests diagnostiques pour détecter les métaux susceptibles de contaminer l'environnement, auxquels il faut porter une attention particulière dans les essais cinétiques (de laboratoire ou *in situ*) ou à l'échelle des aires d'accumulation de rejets miniers. Une étude plus poussée permettrait d'évaluer l'utilisation des essais de lixiviation en batch comme tests diagnostiques.

Notons que dans le cadre de la présente étude, la comparaison des essais de lixiviation en batch aux essais en colonne et en cellule humide a été faite juste pour trois éléments : As, Ni et Zn. Aussi seuls trois sulfures (pyrite, pyrrhotite et arsénopyrite) sont utilisés pour la comparaison des essais de lixiviation en batch à l'essai en mini-cellule d'altération. L'étude de l'influence des processus géochimiques est, quant à elle, basée sur les mélanges impliquant deux sulfures (pyrite et arsénopyrite) et la labradorite comme minéral neutralisant. Pour une évaluation plus complète

de la pertinence des essais de lixiviation en batch en prédiction du comportement hydrogéochimique, il serait pertinent de :

- Étendre la comparaison des essais de lixiviation en batch aux essais cinétiques (essais en colonne et essais en cellule humide) à plus de métaux, surtout ceux issus des processus d'oxydation-neutralisation.
- Faire une comparaison des essais cinétiques entre eux, ce qui permettrait d'expliquer les tendances obtenues lorsqu'ils ont comparés aux essais en batch.
- Faire une comparaison plus complète des différents essais par types d'échantillons (stérile, résidu ou minerai), cette comparaison mettra en évidence l'effet de la taille des particules et de la nature de la matrice solide sur les résultats de la lixiviation.
- Poursuivre l'étude en incluant d'autres sulfures tels que la sphalérite, la pentlandite ou la chalcopyrite. Ceci permettra d'étudier la distribution des métaux après les processus d'oxydation de ces sulfures.
- Étudier la distribution des métaux après les processus d'oxydation-neutralisation impliquant les principaux carbonates (calcite, dolomite) comme minéraux neutralisants.
- Étudier la distribution des métaux tout juste au début de la stabilisation des concentrations en essais cinétiques et la comparer à la distribution après les essais de lixiviation en batch pour corroborer les conclusions de l'étude que les résultats des essais de lixiviation en batch sont proches des résultats des premiers rinçages.
- Étendre l'étude à d'autres types de matériaux : générateurs de DNC, de radioactivité, etc.

Dans la comparaison des essais, certains facteurs comme la précipitation des minéraux secondaires, la solubilité, l'effet de l'échange ionique et la présence ou non d'oxygène n'ont pas été pris en compte. Une étude tenant compte de ces facteurs dans la comparaison des essais permettrait de mieux statuer sur les tendances de lixiviation des différents essais. Aussi, les pourcentages d'extraction durant l'extraction séquentielle, par rapport à la composition initiale des mélanges, démontrent un possible appauvrissement des sulfures en fer durant cet essai. Cette hypothèse reste a verifier. Enfin, la présente étude suggère une possible oxydation des sulfures durant l'essai CTEU-9; une étude plus poussée permettrait de vérifier cette hypothèse.

BIBLIOGRAPHIE

Aachib, M., Aubertin, M., & Chapuis, R. P. (1994). *Column test investigation of milling wastes properties used to build cover systems.* Communication présentée à Proceedings of the International Reclamation and Mine Drainage Conference and 3rd International Conference on the Abatement of Acid Mine Drainage, Pittsburgh, PA (vol. 2, p. 128-137).

Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B., & Kontopoulos, A. (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulphide mine sites (p. Trans. Inst. Min. Metall. sect. A : min. industry.-Trans. Inst. Min. Metall. sect. A : min. industry.).

AFNOR. (1992). Association Française de Normalisation. French monolith leach test X31-211.

Al-Abed, S. R., Hageman, P. L., Jegadeesan, G., Madhavan, N., & Allen, D. (2006). Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. *The Science of the total environment, 364*(1-3), 14-23. doi:10.1016/j.scitotenv.2005.10.021

Al-Abed, S. R., Jegadeesan, G., Purandare, J., & Allen, D. (2007). Arsenic release from iron rich mineral processing waste: Influence of pH and redox potential. *Chemosphere, 66*(4), 775-782. doi:10.1016/j.chemosphere.2006.07.045

Al-Abed, S. R., Jegadeesan, G., Purandare, J., & Allen, D. (2008). Leaching behavior of mineral processing waste: comparison of batch and column investigations. *Journal of hazardous materials, 153*(3), 1088-1092. doi:10.1016/j.jhazmat.2007.09.063

Ammou, M., & Vermeulin, P. (1989). *Microcaracterisation des solides: méthodes d'observation et d'analyse*: CRAM [Centre Régional d'Analyse des Matériaux].

Ardau, C., Blowes, D. W., & Ptacek, C. J. (2009). Comparison of laboratory testing protocols to field observations of the weathering of sulfide-bearing mine tailings. *Journal of Geochemical Exploration, 100*(2-3), 182-191. doi:10.1016/j.gexplo.2008.06.005

Argane, R., Benzaazoua, M., Bouamrane, A., & Hakkou, R. (2015a). Cement hydration and durability of low sulfide tailings-based renders: A case study in Moroccan constructions. *Minerals Engineering, 76*, 97-108. doi:10.1016/j.mineng.2014.10.022

Argane, R., Benzaazoua, M., Hakkou, R., & Bouamrane, A. (2015b). A comparative study on the practical use of low sulfide base-metal tailings as aggregates for rendering and masonry mortars. *Journal of Cleaner Production, 96*, 296-306. doi:10.1016/j.jclepro.2015.06.004

ASTM D-3987, A. (1985). Standard Test Method for Shake Extraction of Solid Waste with Water. American Society for Testing and Materials. *Annual Book of ASTM Standards, 11.04*, 24-27.

ASTM D 4874-95. (1995). Standard Test Method for Leaching Solid Material in a Column Apparatus. *Annual Book of ASTM Standards, 11.04*.

ASTM D5744-96. (1998). Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using Modified Humidity Cell. . *Annual Book of ASTM Standards, 11.04*, 259-271.

ASTM D5744-07. (2001). Standard Test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell. doi:10.1520/D5744-07

Aubertin, M., Aachib, M., Monzon, M., Joanes, A., Bussière, B., & Chapuis, R. (1997). Étude de laboratoire sur l'efficacité des barrières de recouvrement construites à partir de résidus miniers. *Mine Environment Neutral Drainage (MEND) Report, 2*.

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

Aubertin, M., Bussière, B., Monzon, M., Joanes, A. M., Gagnon, D., Barbera, J. M., ... & Bernier, L. (1999). Étude sur les barrières sèches construites à partir de résidus miniers. *Phase II: Essais en place (A study of dry covers constructed from mine tailings, Phase II: In situ test). Rapport de projet de recherche CDT P, 1899.*

Bassolé, M. R., Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2016). Comparative study of results from batch leaching procedures and kinetic tests for mine drainage quality prediction. Soumis à la revue *Mine Water and the Environment*.

Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Dagenais, a. M. (2001). Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. *Proceedings of the ... International Conference on Tailings and Mine Waste, 8*, 263-272.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A. M., & Archambault, M. (2004). Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environmental Geology, 46*(8), 1086-1101. doi:10.1007/s00254-004-1113-1

Benzaazoua, M., Fiset, J. F., Bussière, B., Villeneuve, M., & Plante, B. (2006). Sludge recycling within cemented paste backfill: Study of the mechanical and leachability properties. *Minerals Engineering, 19*(5), 420-432. doi:10.1016/j.mineng.2005.09.055

Bouzahzah, H. (2013). Modification et amélioration des tests staitiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide. *Mémoire de Doctorat en sciences de l'environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT).*

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2012). Modification and automation of the humidity cell test protocol to favor tailings reactivity. *USB Proceedings of 9th ICARD, Ottawa, ON, Canada, paper, 89.*

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussiere, B., & Plante, B. (2013). Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment, 33*, 54-65. doi:10.1007/s10230-013-0249-1

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., & Bussière, 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., & Plante, B. (2014b). Recommandations sur l'utilisation des outils de prédiction du drainage minier acide. *Déchets Sciences et Techniques, 68*, 4-14.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Plante, B. (2015). ASTM Normalized Humidity Cell Kinetic Test: Protocol Improvements for Optimal Sulfide Tailings Reactivity. *Mine Water and the Environment, 34*(3), 242-257. doi:10.1007/s10230-014-0307-3

Bowell, R. J., Sapsford, D. J., Dey, M., & Williams, K. P. (2006). Protocols affecting the reactivity of mine waste during laboratory-based kinetic tests.*Proceedings of 7th ICARD, St Louis, MO, USA*, 247-270.

Bradham, W., & Caruccio, F. (1990). A comparative study of tailings analysis using acid/base accounting, cells, columns and soxhlets. *2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage*, 157-173. Tiré de http://wvmdtaskforce.com/proceedings/90/90BRA/90BRA.HTM

Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Gases i n Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society, 60*(1), 309-319. doi:citeulike-article-id:4074706

Brunori, C., Balzamo, S., & Morabito, R. (2001). Comparison between different leaching tests for the evaluation of metal release from fly ash. *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 371*(6), 843-848. doi:10.1007/s002160100988

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. doi:10.1139/T07-040

Bussière, B., & Aubertin, M. (1999). Clean tailings as cover material for preventing acid mine drainage: an in situ experiment (vol. Volume 1, p. 19-28).

Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R., & Benzaazoua, M. (2005). Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnés. *Symposium 2005 sur*(April 2016), 1-29. Tiré de http://crc-bussiere.uqat.ca/ATMineAbandonnées-Bussiereetal_MA-BB-MB-RP-GJZ_.pdf

CA WET, C. W. (1984). California Waste Extraction Test (CA WET). *California Code of Regulations*, 5.

Cappuyns, V., & Swennen, R. (2008). The use of leaching tests to study the potential mobilization of heavy metals from soils and sediments: A comparison. *Water, Air, and Soil Pollution, 191*(1-4), 95-111. doi:10.1007/s11270-007-9609-4

CEAEQ. (2012). Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100 – Lix.com.1.1, Rév. 1. *Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 07*(1), 1-17.

CEN. (2004). TS 14405: Characterization of waste•\ Leaching behaviour tests•\ Upflow percolation test (under specified conditions). *British Standard Institution*.

Chang, E. E., Chiang, P. C., Lu, P. H., & Ko, Y. W. (2001). Comparisons of metal leachability for various wastes by extraction and leaching methods. *Chemosphere, 45*(1), 91-99. Tiré de http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11572596

Chopard, A., Benzaazoua, M., Plante, B., Bouzahzah, H., & Marion, P. (2015). Kinetic Tests to Evaluate the Relative Oxidation Rates of Various Sulfides and Sulfosalts.

Chotpantarat, S. (2011). A review of static tests and recent studies. *American Journal of Applied Sciences, 8*(4), 400-406. doi:10.3844/ajassp.2011.400.406

Cruz, R., Méndez, B. a., Monroy, M., & González, I. (2001). Cyclic voltammetry applied to evaluate reactivity in sulfide mining residues. *Applied Geochemistry, 16*, 1631-1640. doi:10.1016/S0883-2927(01)00035-X

Day, S. (1991). New methods for determination of key mineral species in acid generation prediction by acid base accounting. Dans *MEND report 1.16. 1c*: MEND Ottawa, Ontario.

Demers, I., Bussière, B., Aachib, M., & 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*(1-4), 113-128. doi:10.1007/s11270-010-0692-6

Demers, I., Molson, J., Bussière, B., & Laflamme, D. (2013). Numerical modeling of contaminated neutral drainage from a waste-rock field test cell. *Applied Geochemistry, 33*, 346-356. doi:10.1016/j.apgeochem.2013.02.025

Dijkstra, J. J., van der Sloot, H. A., & Comans, R. N. J. (2006). The leaching of major and trace elements from MSWI bottom ash as a function of pH and time. *Applied Geochemistry, 21*(2), 335-351. doi:10.1016/j.apgeochem.2005.11.003

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA. (1991a). Amount available for leaching test (CTEU-10) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix B: Test Methods for Solidified Waste Evaluation.

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA. (1991b). Equilibrium Extraction. (CTEU-9) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix b: Test Methods for Solidified Waste Evaluation.

EPTOX. (1992). Extraction Procedure Toxicity Test Method. US Environmental Protection Agency, Method 1310A. *Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods (SW-846)*, 18.

Erdem, M., & Özverdi, A. (2011). Environmental risk assessment and stabilization/solidification of zinc extraction residue: II. Stabilization/solidification. *Hydrometallurgy, 105*(3-4), 270-276. doi:10.1016/j.hydromet.2010.10.014

Erguler, Z. A., & Erguler, K. G. (2015). The effect of particle size on acid mine drainage generation: Kinetic column tests. *Minerals Engineering, 76*, 154-167. doi:10.1016/j.mineng.2014.10.002

Fällman, A. M., & Aurell, B. (1996). Leaching tests for environmental assessment of inorganic substances in wastes , Sweden. *178*.

Ferguson, K. D., & Erickson, P. M. (1987). Will it generate AMD? An overview of methods to predict ACID Mine Drainage. *Proceedings of the 11th Annual British Columbia Mine Reclamation Symposium in Campbell River, BC, 1987. The Technical and Research Committee on Reclamation*.

Frostad, S. R., Price, W. A., & Bent, H. (2003). Operational NP determination–accounting for iron manganese carbonates and developing a site-specific fizz rating. *Mining and the environment, Sudbury*, 231-237.

Galvín, A. P., Ayuso, J., Jiménez, J. R., & Agrela, F. (2012). Comparison of batch leaching tests and influence of pH on the release of metals from construction and demolition wastes. *Waste management (New York, N.Y.), 32*(1), 88-95. doi:10.1016/j.wasman.2011.09.010

GARD Guide. (2009). Global Acid Rock Drainage Guide: Rev 0. The International Network for Acid Prevention. www. gardguide. com.

Ghosh, A., Mukiibi, M., & Ela, W. (2004). TCLP underestimates leaching of arsenic from solid residuals under landfill conditions. *Environmental science & technology, 38*(17), 4677-4682. Tiré de http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15461179

Gignac, C., & Perron, F. (1991). *Le contrôle législatif inhérent à l'exploitation minière* (vol. 12): Collection Environnement et Géologie.

Gouvernement du Québec. (2012). Directive 019 sur l'industrie minière–mars 2012. *Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Direction des politiques de l'eau service des eaux industrielles, Envirodoq: ENV/2005/0120*.

Grathwohl, P. (2014). On equilibration of pore water in column leaching tests.*Waste Management*, *34*(5), 908-918.

Gustafsson, J. (2011). Visual MINTEQ ver. 3.0. *KTH Department of Land and Water Resources Engineering, Stockholm, Sweden. Based on de Allison JD, Brown DS, Novo-Gradac KJ, MINTEQA2 ver, 4*, 1991.

Hageman, P. L., & Briggs, P. H. (2000). A Simple Field Leach Test for Rapid Screening and Qualitative Characterization of Mine Waste Dump Material on Abandoned Mine Lands. 1-13.

Hageman, P. L., Briggs, P. H., Desborough, G. A., Lamothe, P. J., & Theodorakos, P. J. (2000). Synthetic precipitation leaching procedure (splp) leachate chemistry data for solid mine-waste composite samples from southwestern new mexico, and leadville, colorado. *U.s. geological survey*, 22-22.

Hageman, P. L., Smith, K. S., Wildeman, T. R., & Ranville, J. F. (2005). Comparison of mine waste assessment methods at the rattler mine site , virginia canyon , colorado 1. *National Meeting of the American Society of Mining and Reclamation, Breckenridge CO, June 19-23, 2005.*, 470-486.

Hageman, P. L., Seal, R. R., Diehl, S. F., Piatak, N. M., & Lowers, H. A. (2015). Evaluation of selected static methods used to estimate element mobility, acid-generating and acid-neutralizing potentials associated with geologically diverse mining wastes. *Applied Geochemistry, 57*, 125-139. doi:10.1016/j.apgeochem.2014.12.007

Halim, C., Amal, R., Beydoun, D., Scott, J. a., & Low, G. (2003). Evaluating the applicability of a modified toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) for the classification of cementitious wastes containing lead and cadmium. *Journal of Hazardous Materials, 103*(1-2), 125-140. doi:10.1016/S0304-3894(03)00245-0

Halim, C. E., Scott, J. A., Amal, R., Short, S. A., Beydoun, D., Low, G., & Cattle, J. (2005). Evaluating the applicability of regulatory leaching tests for assessing the hazards of Pb-contaminated soils. *Journal of hazardous materials, 120*(1-3), 101-111. doi:10.1016/j.jhazmat.2004.12.039

Heasman, L., van der Sloot, H., & Quevauviller, P. (1997). *Harmonization of leaching/extraction tests* (vol. 70): Elsevier.

Hooper, K. I. M. (1998). TCLP fails to extract oxoanion-forming elements that are extracted by municipal solid waste leachates.

Jambor, J., Dutrizac, J., Raudsepp, M., & Groat, L. (2003). Effect of peroxide on neutralization-potential values of siderite and other carbonate minerals. *Journal of environmental quality, 32*(6), 2373-2378.

Janusa, M. A., Bourgeois, J. C., Heard, G. E., Kliebert, N. M., & Landry, A. A. (1998). Effects of Particle Size and Contact Time on the Reliability of Toxicity Characteristic Leaching Procedure for Solidified/Stabilized Waste. *Microchemical Journal, 59*(2), 326-332. doi:10.1006/mchj.1998.1601

Jelusic, M., & Lestan, D. (2013). Effect of EDTA washing of metal polluted garden soils. Part I: Toxicity hazards and impact on soil properties. *The Science of the total environment*. doi:10.1016/j.scitotenv.2013.11.049

Jennings, S. R., & Dollhopf, D. J. (1995). Acid-base account effectiveness for determination of mine waste potential acidity. *Journal of Hazardous Materials, 41*(2-3), 161-175. doi:10.1016/0304-3894(95)00003-D

Jong, T., & Parry, D. L. (2005). Evaluation of the stability of arsenic immobilized by microbial sulfate reduction using TCLP extractions and long-term leaching techniques. *Chemosphere, 60*(2), 254-265. doi:10.1016/j.chemosphere.2004.12.046

Kalbe, U., Berger, W., Eckardt, J., & Simon, F.-G. (2008). Evaluation of leaching and extraction procedures for soil and waste. *Waste management (New York, N.Y.), 28*(6), 1027-1038. doi:10.1016/j.wasman.2007.03.008

Kim, A. G. (2003). Leaching methods applied to the characterization of coal utilization by-products. (Kim 2002), 89-96.

Kleinmann, R. L. P., Crerar, D., & Pacelli, R. (1981). Biogeochemistry of acid mine drainage and a method to control acid formation. *Min. Eng.(NY);(United States), 33*(3).

Kosson, D. S., van der Sloot, H. a., Sanchez, F., & Garrabrants, a. C. (2002). An Integrated Framework for Evaluating Leaching in Waste Management and Utilization of Secondary Materials. *Environmental Engineering Science, 19*(3), 159-204. doi:10.1089/109287502760079188

Kwong, Y. T. J. (1993). Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective: MEND project 1.32.1.

Lackovic, J. A., Nikolaidis, N. P., Chheda, P., Carley, R. J., & Patton, E. (1997). Evaluation of batch leaching procedures for estimating metal mobility in glaciated soils (p. 231-240).

Lapakko, K. (2002). Metal mine rock and waste characterization tools: an overview, Mining, Minerals and Sustainable Development. In *Report No. 67, Acid Drainage Technology Initiative*.

Lapakko, K., & Lawrence, R. W. (1993). Modification of the net acid production (nap) TEST. *Proceedings of the 17th Annual British Columbia Mine Reclamation Symposium in Port Hardy, BC.*, 188-196.

Lapakko, K. A. (1994). *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative.* Communication présentée à Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April (p. 25-29).

Lapakko, K. A. (2015). Preoperational assessment of solute release from waste rock at proposed mining operations. *Applied Geochemistry, 57*, 106-124. doi:10.1016/j.apgeochem.2015.01.010

Lawrence, R., & Marchant, P. (1991). Acid rock drainage prediction manual. *MEND/NEDEM Report, 1*.

Lawrence, R., & Wang, Y. (1996). Determination of neutralization potential for acid rock drainage prediction. *MEND project, 1*(3), 38.

Lawrence, R. W., & Scheske, M. (1997). A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology, 32*(September), 100-106. doi:10.1007/s002540050198

Lawrence, R. W., & Wang, Y. (1997). *Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage.* Communication présentée à Proceedings of the fourth international conference on acid rock drainage (vol. 1, p. 451-464).

Lewis, A. E., & Hugo, A. (2000). Characterization and batch testing of a secondary lead slag. (October), 365-370.

Li, M. (1997). *Neutralization potential versus observed mineral dissolution in humidity cell tests for Louvicourt tailings.* Communication présentée à Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage (vol. 1, p. 149-164).

Li, X. D., Poon, C. S., Sun, H., Lo, I. M. C., & Kirk, D. W. (2001). Heavy metal speciation and leaching behaviors in cement based solidified/stabilized waste materials. *Journal of Hazardous Materials, 82*(3), 215-230. doi:10.1016/S0304-3894(00)00360-5

Lim, M., Han, G. C., Ahn, J. W., You, K. S., & Kim, H. S. (2009). Leachability of arsenic and heavy metals from mine tailings of abandoned metal mines. *International Journal of Environmental Research and Public Health, 6*(11), 2865-2879. doi:10.3390/ijerph6112865

Marguí, E., Salvadó, V., Queralt, I., & Hidalgo, M. (2004). Comparison of three-stage sequential extraction and toxicity characteristic leaching tests to evaluate metal mobility in mining wastes. *Analytica Chimica Acta, 524*(1-2), 151-159. doi:10.1016/j.aca.2004.05.043

MEND. (2004). Review of Water Quality Issues in Neutral pH Drainage: Examples and Emerging Priorities for the Mining Industry in Canada. Report 10.1. Ottawa, Canada.

Meng, X., Korfiatis, G. P., Jing, C., & Christodoulatos, C. (2001). Redox transformations of arsenic and iron in water treatment sludge during aging and TCLP extraction. *Environmental Science and Technology, 35*(17), 3476-3481. doi:10.1021/es010645e

Mercus, H. (2009). Particle technology series. *Particle size measurements: fundamentals, practice, quality, 17*.

Miller, S., Jeffery, J., & Wong, J. (1991). *Use and misuse of the acid base account for "AMD" prediction.* Communication présentée à Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Que (p. 16-18).

Miller, S., Robertson, A., & Donahue, T. (1997). *Advances in acid drainage prediction using the net acid generation (NAG) test.* Communication présentée à 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, Canada.

Morin, K., & Hutt, N. (1999). Comparison of NAG results to ABA results for the prediction of acidic drainage. *MDAG. com Internet Case Study, 10*.

Morin, K. A., & Hutt, N. M. (2001). *Environmental geochemistry of minesite drainage: Practical theory and case studies, Digital Edition*: MDAG Publishing (www. mdag. com), Surrey, British Columbia. ISBN: 0-9682039-1-4.

Neculita, C.-M., Zagury, G. J., & Bussière, B. (2008). Effectiveness of sulfate-reducing passive bioreactors for treating highly contaminated acid mine drainage: II. Metal removal mechanisms and potential mobility. Applied Geochemistry, 23(12), 3545-3560. doi:10.1016/j.apgeochem.2008.08.014

NEN 7341, 1994. Determination of the leaching characteristics of soil, construction materials and wastes – leaching tests – determination of the availability of inorganic constituents for leaching from construction materials and waste materials. Nederlands Normalisatie-Instituut.

NEN 7343, NNI (1995). Leaching characteristics of solid earthy and stony building and waste materials. Leaching tests. Determination of the leaching of inorganic components from granular materials with the column test. Nederlands Normalisatie Instituut, Delft

NEN 7375, E. A. (2004). Leaching characteristics: determination of leaching of inorganic components with the diffusion test.

NEN 7345, NNI (1994). Leaching characteristics of building and solid waste materials—leaching tests: determination of the leaching behaviour of inorganic components from shaped building materials, monolithic and stabilized waste materials. *The Netherlands*.

Nevada Mining Association. (1996). Meteoric Water Mobility Procedure (MWMP), standardized Column Percolation Test Procedure, nevada Mining Association. *Reno, nV*.

Nicholson, R. (2004). *Overview of near neutral pH drainage and its mitigation: results of a MEND study*. Communication présentée à MEND Ontario workshop, Sudbury, Canada.

Nordstrom, D. K., Blowes, D. W., & Ptacek, C. J. (2015). Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: An update. *Applied Geochemistry, 57*, 3-16. doi:10.1016/j.apgeochem.2015.02.008

NT ENVIR 006 (1999). Solid waste, granular inorganic material: oxidised availability test UDC: 628.4-06. ISSN 1238-4445. Approved February 1999

Özverdİ, A., & Erdem, M. (2010). Environmental risk assessment and stabilization/solidification of zinc extraction residue: I. Environmental risk assessment. *Hydrometallurgy, 100*(3-4), 103-109. doi:10.1016/j.hydromet.2009.10.011

Paktunc, A. D. (1999). Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology, 39*(2), 103-112. doi:10.1007/s002540050440

Paktunc, D. (2013). Mobilization of arsenic from mine tailings through reductive dissolution of goethite influenced by organic cover. *Applied Geochemistry, 36*, 49-56. doi:10.1016/j.apgeochem.2013.05.012

Percival, J. B., Kwong, Y., Dumaresq, C., & Michel, F. (2004). *Transport and attenuation of arsenic, cobalt and nickel in an alkaline environment (Cobalt, Ontario)*: Geological Survey of Canada.

Pettit, C. M., Scharer, J. M., Chambers, D. B., Halbert, B. E., Kirkaldy, J. L., & Bolduc, L. (1999). Neutral mine drainage. *Proceedings of Mining and the Environment, Sudbury, Canada*, 829-838.

Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2010a). Predicting Geochemical Behaviour of Waste Rock with Low Acid Generating Potential Using Laboratory Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment, 30*(1), 2-21. doi:10.1007/s10230-010-0127-z

Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., Biesinger, M. C., & Pratt, A. R. (2010b). Study of Ni sorption onto Tio mine waste rock surfaces. *Applied Geochemistry, 25*(12), 1830-1844. doi:10.1016/j.apgeochem.2010.09.010

Plante, B., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2011). Kinetic Testing and Sorption Studies by Modified Weathering Cells to Characterize the Potential to Generate Contaminated Neutral Drainage. *Mine Water and the Environment, 30*(1), 22-37. doi:10.1007/s10230-010-0131-3

Plante, B., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2012). Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration, 114*, 57-69. doi:10.1016/j.gexplo.2011.12.003

Plante, B., Bussière, B., & 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. doi:10.1016/j.gexplo.2013.11.004

Poon, C. S., & Lio, K. W. (1997). The limitation of the toxicity characteristic leaching procedure for evaluating cement-based stabilised / solidified waste forms. *17*(1), 15-23.

Price, W. A. (1997). *Guidelines and Recommended Methods for the Prediction of Metal Leaching and Acid Rock Drainage at Minesites in British Columbia: Draft*: Ministry of Employment and Investment. Energy and Minerals Division.

Price, W. (2005). List of potential information requirements in metal leaching and acid rock drainage assessment and mitigation work. *MEND report 5.10E*(January), 24-24. Tiré de http://pebblescience.org/pdfs/MEND_5_10E_Price_ Final_Report.pdf

Price, W. A. (2009). Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geologic materials. *MEND report, 1*(1), 579.

Quevauviller, P., Van der Sloot, H. A., Ure, A., Muntau, H., Gomez, A., & Rauret, G. (1996). Conclusions of the workshop: harmonization of leaching/extraction tests for environmental risk assessment. *Science of the Total Environment, 178*(1), 133-139.

Rauret, G., López-Sánchez, J. F., Sahuquillo, A., Rubio, R., Davidson, C., Ure, A., & Quevauviller, P. (1999). Improvement of the BCR three step sequential extraction procedure prior to the certification of new sediment and soil reference materials. *Journal of environmental monitoring : JEM, 1*(1), 57-61. Tiré de http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11529080

Rietveld, H. M. (1993). The Rietveld method. The Early Days: a Retrospective View. *The Rietveld Method. Oxford University Press, Oxford, New York*, 39-42.

Sapsford, D. J., Bowell, R. J., Dey, M., & Williams, K. P. (2009). Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. *Minerals Engineering, 22*(1), 25-36. doi:10.1016/j.mineng.2008.03.008

Scott, F., Klein, B., & Lawrence, R. W. (2002). Evaluation of laboratory kinetic test methods for measuring rates of weathering. *Mine Water and the Environment (2002), 21*, 183-192.

Shieh, C. (2001). Criteria of selecting toxicity characteristics leaching procedure (TCLP) and synthetic precipitation leaching procedure (SPLP) tests to characterize special wastes. *Florida Center for Solid and Hazardous Waste Management, University of Florida, Report*, 01-2.

Sima, J., Cao, X., Zhao, L., & Luo, Q. (2015). Toxicity characteristic leaching procedure over- or under-estimates leachability of lead in phosphate-amended contaminated soils. *Chemosphere, 138*, 744-750. doi:10.1016/j.chemosphere.2015.07.028

Singh, S. P., & Hendry, M. J. (2012). Solid-Phase Distribution and Leaching Behaviour of Nickel and Uranium in a Uranium Waste-Rock Piles. *Water, Air, & Soil Pollution, 224*(1), 1360-1360. doi:10.1007/s11270-012-1360-9

Skousen, J., Renton, J., Brown, H., Evans, P., Leavitt, B., Brady, K., ... & Ziemkiewicz, P. (1997). Neutralization potential of overburden samples containing siderite. *Journal of Environmental Quality, 26*(3), 673-681.

Smart, R., Skinner, W. M., Levay, G., Gerson, A. R., Thomas, J. E., Sobieraj, H., ... & Stewart, W. A. (2002). ARD test handbook: Project P387, A prediction and kinetic control of acid mine drainage. *AMIRA, International Ltd, Ian Wark Research Institute, Melbourne, Australia*.

Sobek, A. A., Schuller, W. A., Freeman, J. R., & Smith, R. M. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils (p. pp. EPA-600/602-678-054).

STANTEC Consulting. (2004). Priority assessment of metal leaching in neutral drainage. *Draft report submitted to MEND Initiative, CANMET, Ref*, 631-22996.

Stegemann, J., &Cote, P. (1991). Investigation of test methods for solidified waste evaluation. Appendix B: Test methods for solidified waste evaluation. *Environment Canada Manuscript Series*.

Stewart, W. A. (2003). *Evaluation of the net acid generation (NAG) test for assessing the acid generating capacity of sulfide minerals*.

Stiernström, S., Enell, A., Wik, O., Hemström, K., & Breitholtz, M. (2013). Influence of leaching conditions for ecotoxicological classification of ash. *Waste management (New York, N.Y.)*. doi:10.1016/j.wasman.2013.10.041

Tabelin, C. B., Hashimoto, A., Igarashi, T., & Yoneda, T. (2013). Leaching of boron, arsenic and selenium from sedimentary rocks: I. Effects of contact time, mixing speed and liquid-to-solid ratio. *The Science of the total environment, 472C*, 620-629. doi:10.1016/j.scitotenv.2013.11.006

Tessier, A., Campbell, P. G. C., & Bisson, M. (1979). Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry, 51*(7), 844-851. doi:10.1021/ac50043a017

Townsend, T., Dubey, B., & Tolaymat, T. (2006). Interpretation of Synthetic Precipitation Leaching Procedure Land-Applied Granular Waste. *23*(1).

US EPA 1986. Multiple Extraction Procedure (MEP), EPA Method 1320, Washington, U.S.A.

US EPA 1990. Toxicity Characterization Leaching Procedure (TCLP), EPA Method 1311, Washington, U.S.A.

USEPA, 1994. Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP), EPA Method 1312, Washington, U.S.A

US EPA. (1995). Applicability of the toxicity characteristic leaching procedure to mineral processing wastes. *Technical Background Document Supporting the Supplemental Proposed Rule Applying Phase IV Land Disposal Restrictions to Newly Identified Mineral Processing Wastes*(December).

US EPA Method 1313 (2012a). Method 1313: Liquid Solid Partitioning as a Function of Extract pH using a Parallel Batch Extraction Procedure. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C (2012).

US EPA Method 1316. (2012b). Liquid-Solid Partitioninig as a Function of Liquid-To-Solid Ratio in Solid Materials Using a Parallel Batch Procedure. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C (2012).

US EPA Method 1314. (2013a). Method 1314: Liquid-Solid Partitioning as a Function of Liquid-Solid Ratio for Constituents in Solid Materials Using an Up-Flow Percolation Column Procedure. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C (2013).

US EPA Method 1315. (2013b). Method 1315: Mass Transfer Rates of Constituents in Monolithic or Compacted Granular Materials Using a Semi-Dynamic Tank Leaching Procedure. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C (2013).

Vachon, A., & Amyot, G. (1992). Étude d'impact environnemental des projets miniers. *Cours Intensif 92-2, 5e Congrès Annuel de l'APGGQ.*

Van der Sloot, H. A. (1996). Developments in evailuating environmental impact from utilization of bulk inert wastes using laboratory leaching tests and field verification. *Elsevier Science Ltd, 16*, 65-81.

Van Der Sloot, H. A. (1998). Quick techniques for evaluating the leaching properties of waste materials:their relation to decisions on utilization and disposal.

Van der Sloot, H. A., Comansa, R. N. J., & Hjelmar, O. (1996). Similarities in the leaching behaviour of trace contaminants from waste , stabilized waste , construction materials and soils. *The Science of the Total Environment, 178*(95), 111-126.

Vann, K. N., Musson, S. E., & Townsend, T. G. (2006). Factors affecting TCLP lead leachability from computer CPUs. *Waste management (New York, N.Y.), 26*(3), 293-298. doi:10.1016/j.wasman.2005.06.016

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(2), 81-87. doi:10.1007/s13398-014-0173-7.2

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 1. *École Polytechnique de Montréal, Mémoire de*.

Washington State Department of Ecology, W. (2003). An Assessment of Laboratory Leaching Tests for Predicting the Impacts of Fill Material on Ground Water and Surface Water Quality. --*A Report to the Legislature*--(03).

Wildeman, T. R., Ranville, J. F., Herron, J., & Robinson, R. H. (2003). Development of a simple scheme to determine the chemical toxicity of mine wastes 1. 1501-1516.

Zandi, M., & Russell, N. V. (2007). Design of a leaching test framework for coal fly ash accounting for environmental conditions. *Environmental Monitoring and Assessment, 131*(1-3), 509-526. doi:10.1007/s10661-006-9496-y

ANNEXES

ANNEXE A – RESULTATS COMPLEMENTAIRES DE LA COMPILATION DES DONNEES DE L'ESSAI EN MINI-CELLULE D'ALTERATION

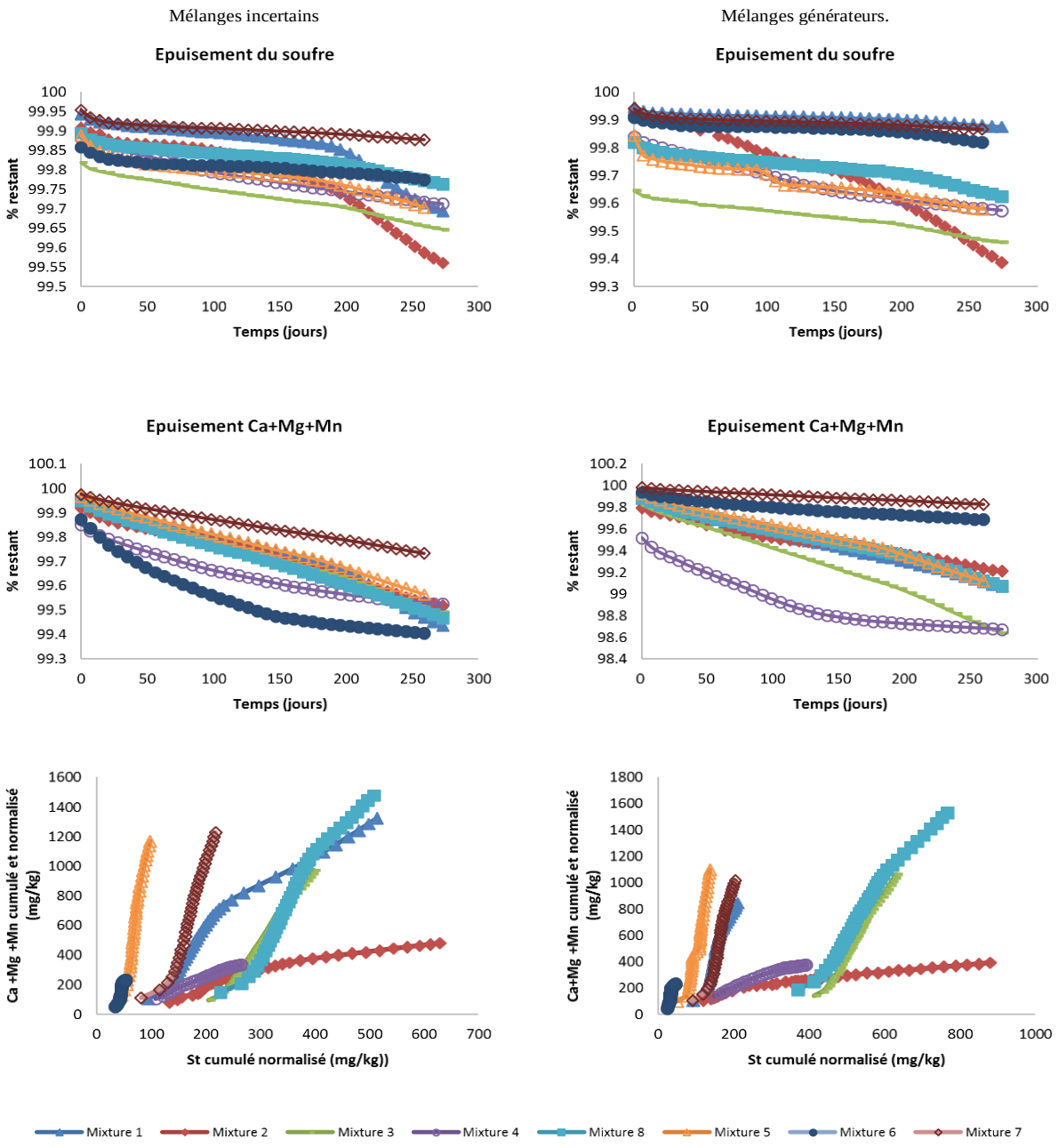

Figure A.1 : Courbes d'épuisement du St et de Ca+Mg+Mn des différents mélanges

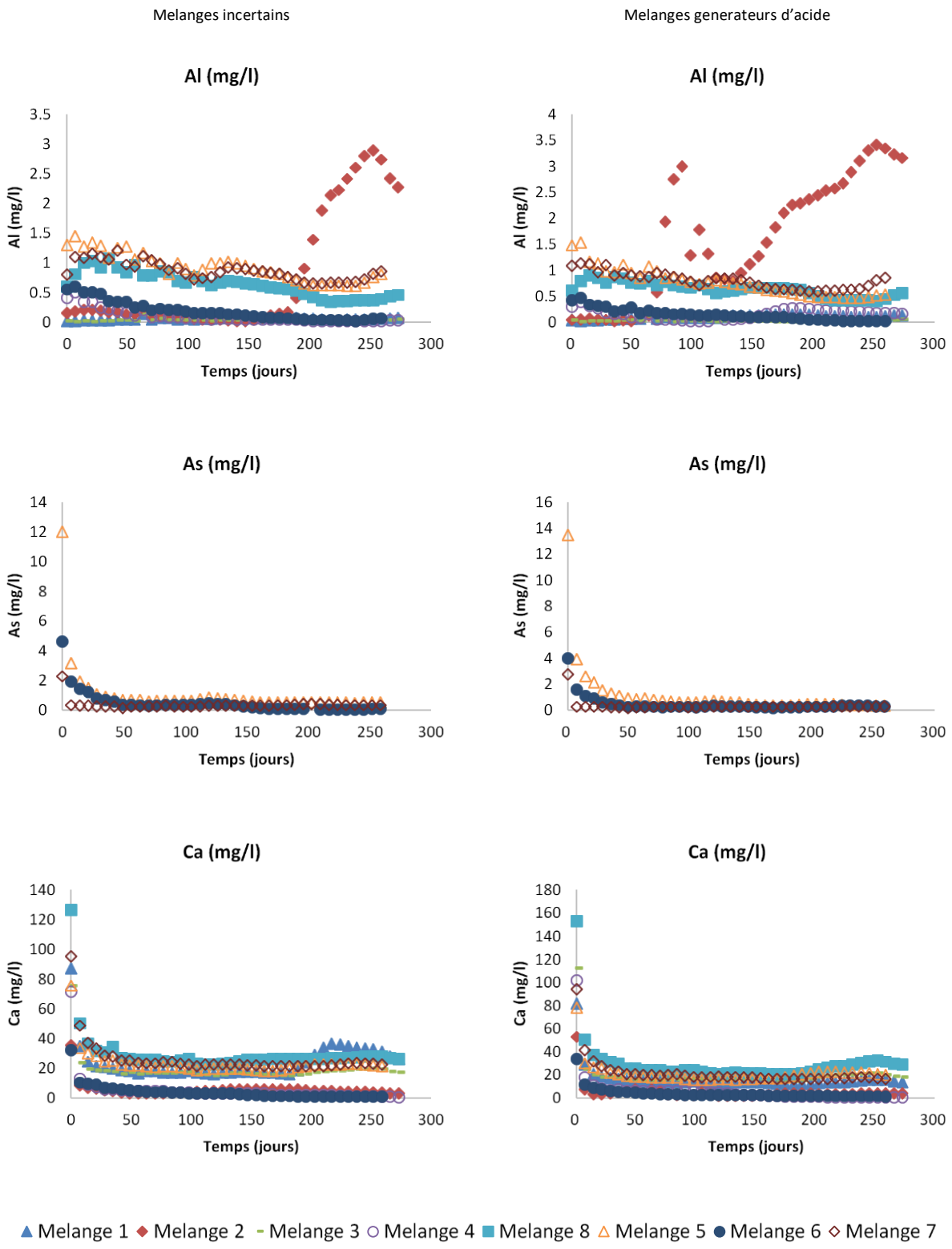

Figure A.2 : Évolution de la concentration d'Al, As et Ca durant l'essai en mini cellule d'altération

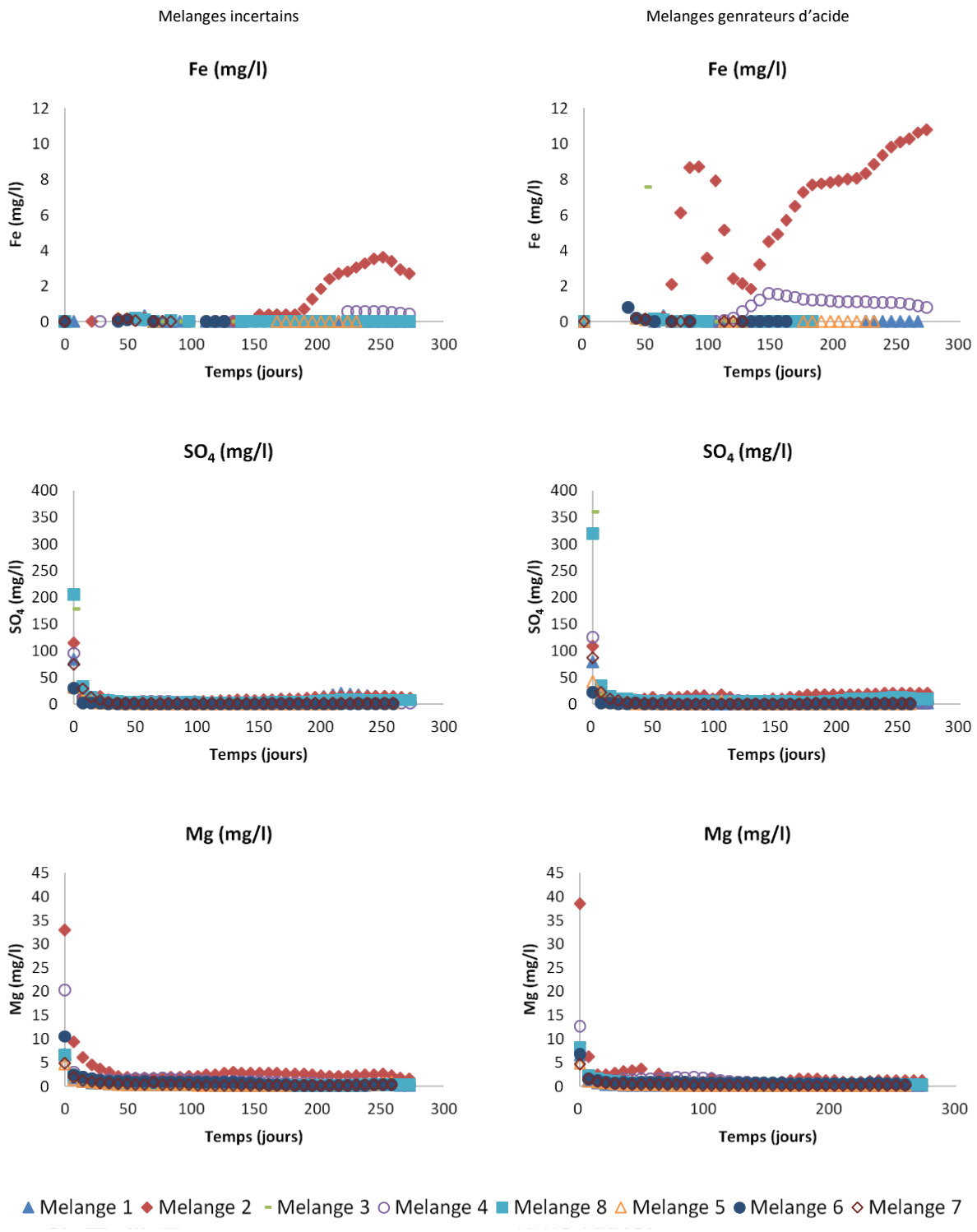

Figure A.3 : Évolution de la concentration de Fe, SO_4 et de Mg durant l'essai en mini-cellule d'altération

ANNEXE B – RESULTATS COMPLEMENTAIRES DES ESSAIS DE LIXIVIATION

Les résultats complémentaires des essais de lixiviation sont donnés dans les tableaux B.1, B.2, B.3, B.4, B.5, B.6, B.7, B.8, B.9, B.10, B.11 et B.12.

Tableau B.1 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges incertains initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,155	1,98	0,308	6,41	12,5	3,37	0,411	3,57
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	4,36	13,4	0,506	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,178	0,079	0,162	0,143	0,452	0,129	0,229	0,257
Be	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Bi	0,023	<0,02	0,021	<0,02	<0,02	<0,02	0,027	0,021
Ca	2290	21,9	2130	20,1	1860	20,7	2020	2370
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,007	<0,004	0,004	<0,004	0,101	<0,004	<0,004
Cr	0,006	0,064	0,018	0,021	0,360	0,006	<0,003	0,009
Cu	0,007	0,018	<0,003	0,017	0,053	<0,003	0,009	0,004
Fe	0,520	5,47	16,3	9,15	10,2	10,7	0,405	8,82
K	0,223	2,92	0,134	2,12	0,902	1,91	0,476	0,478
Li	0,010	0,011	0,006	0,009	5,78	0,007	0,035	0,011
Mg	10,6	12,6	10,00	6,41	9,83	6,09	9,59	11,5
Mn	5,82	0,757	5,53	0,521	4,89	0,438	5,08	6,22
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	0,971	1390	1,45	1380	0,807	1390	0,924	0,907
Ni	0,126	0,141	0,076	0,029	<0,004	0,026	0,026	0,030
Pb	<0,02	0,043	1,47	2,47	<0,02	<0,02	<0,02	1,000
Stot	52,1	8,87	49,6	7,93	42,4	7,70	47,5	59,1
Sb	<0,09	<0,09	<0,09	<0,09	<0,09	0,098	<0,09	<0,09
Se	0,385	<0,1	0,362	<0,1	4,21	<0,1	0,363	0,395
Si	1,77	8,03	2,49	6,84	21,9	5,40	7,02	9,67
Sr	12,9	0,138	12,4	0,092	10,9	0,080	11,40	10,6
Te	0,017	0,000	0,009	0,000	0,000	0,000	0,016	0,025
Ti	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	0,009	<0,002	<0,002	<0,002
Zn	0,109	0,103	0,129	0,332	0,479	0,292	0,319	0,619

Tableau B.2 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges générateurs initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	1,29	0,649	1,07	6,61	37,2	3,35	0,970	18,6
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	21,3	12,8	0,597	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,145	0,053	0,092	0,169	0,275	0,126	0,220	0,253
Be	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	0,021	<0,02
Ca	1170	13,1	1010	20,2	840	19,2	1940	1890
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,007	<0,004	<0,004	0,098	0,092	<0,004	<0,004
Cr	0,093	0,088	0,166	0,027	0,060	0,008	<0,003	0,047
Cu	0,222	0,005	0,033	0,024	0,026	<0,003	0,007	0,017
Fe	13,0	2,33	28,6	8,74	27,6	9,70	1,69	16,2
K	0,431	1,65	0,210	1,68	1,01	1,48	0,495	0,706
Li	0,004	0,005	0,004	0,008	0,046	0,008	0,011	0,011
Mg	5,77	6,76	5,05	3,97	7,61	4,78	9,41	9,82
Mn	3,17	0,685	2,78	0,409	2,40	0,400	4,96	5,12
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	0,010	<0,009	<0,009
Na	0,834	1,260	0,836	1370	0,520	1370	0,763	0,779
Ni	0,105	0,350	0,163	0,025	0,046	0,022	0,020	0,035
Pb	2,66	0,039	5,17	2,15	0,045	<0,02	<0,02	2,77
S_{tot}	32,7	19,2	35,6	9,77	25,9	7,65	45,4	54,0
Sb	<0,09	<0,09	<0,09	<0,09	0,103	0,094	<0,09	<0,09
Se	0,251	<0,1	0,201	<0,1	0,193	<0,1	0,328	0,335
Si	3,77	2,11	8,30	5,96	30,4	5,09	7,33	20,1
Sr	6,78	0,087	5,79	0,096	4,77	0,060	11,5	11,2
Te	0,000	0,002	0,000	0,000	0,000	0,003	0,022	0,020
Ti	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002
Zn	0,222	0,078	0,144	0,353	0,717	0,394	0,475	0,565

Tableau B.3 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges incertains initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,047	0,246	0,035	0,368	1,75	2,87	0,912	2,16
As	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	1,43	0,918	0,265
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,021	0,002	0,018	0,008	0,014	0,009	0,006	0,010
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	17,2	7,94	15,4	10,9	23,8	20,4	8,34	22,5
Cd	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,002	<0,001
Co	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	0,003	<0,002	<0,002	<0,002
Cr	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Cu	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	0,010	<0,01	<0,01
Fe	0,006	0,018	0,012	0,014	0,029	0,026	0,007	0,285
K	0,351	0,632	0,234	0,484	0,370	0,331	0,373	0,224
Li	0,001	0,004	0,000	0,003	0,002	0,002	0,002	0,002
Mg	0,791	3,50	0,724	2,07	0,886	0,577	1,32	0,695
Mn	0,002	0,005	<0,002	0,041	0,003	0,002	0,019	0,005
Mo	<0,003	0,003	0,003	0,004	<0,003	0,003	0,008	<0,003
Na	0,491	1,70	0,371	0,337	0,203	<0,2	<0,2	<0,2
Ni	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	8,40	8,68	7,34	8,02	12,9	4,80	3,24	9,46
Sb	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Se	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
Si	2,99	2,85	3,14	1,17	1,44	1,50	1,64	1,62
Sr	0,653	0,037	0,610	0,049	0,674	0,317	0,032	0,550
Te	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02

Tableau B.4 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges générateurs initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,081	0,038	0,026	0,166	1,90	2,82	0,693	2,34
As	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	2,04	0,679	0,314
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,016	0,007	0,010	0,025	0,012	0,010	0,006	0,009
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,004	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	16,3	11,7	21,6	13,1	27,5	19,5	7,92	22,7
Cd	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,002	<0,001	<0,001
Co	<0,002	0,006	<0,002	0,002	0,007	<0,002	0,003	0,002
Cr	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,009	<0,001	<0,001
Cu	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Fe	0,013	0,158	0,014	0,019	0,115	0,032	<0,005	<0,005
K	09,459	0,402	0,305	0,395	0,312	0,261	0,198	0,248
Li	0,003	0,003	0,002	0,003	0,000	0,002	0,003	0,000
Mg	0,596	6,27	0,762	1,46	0,837	0,453	0,922	0,614
Mn	0,002	0,640	0,003	0,063	0,008	0,002	0,025	<0,002
Mo	0,003	<0,003	0,004	<0,003	0,005	0,004	<0,003	<0,003
Na	0,698	1,80	0,406	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Ni	<0,004	0,253	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	8,81	21,9	15,7	9,94	16,3	4,60	2,76	9,26
Sb	0,000	0,007	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Se	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
Si	3,19	1,80	2,96	1,000	1,17	1,58	1,57	1,48
Sr	0,426	0,073	0,493	0,063	0,578	0,194	0,024	0,449
Te	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,005	0,000	0,000
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
Zn	<0,02	0,030	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02

Tableau B.5 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges incertains initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,069	0,066	0,016	0,127	0,558	0,220	0,281	0,256
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	5,13	8,720	0,427	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,028	0,004	0,034	0,026	0,013	0,011	0,026	0,026
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	91,9	39,0	60,8	41,7	59,6	26,8	91,1	90,7
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,006	0,04	<0,003	<0,003
Co	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,024	<0,006	<0,006	<0,006	0,012	<0,006	0,022	<0,006
K	1,170	3,140	0,988	2,130	1,56	1,720	1,53	1,120
Li	0,003	0,014	0,003	0,003	0,001	0,005	0,000	0,000
Mg	3,940	25,700	3,310	10,300	3,27	6,050	4,48	3,820
Mn	0,013	0,117	0,006	0,169	0,005	0,066	0,011	0,013
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	2,800	10,700	2,490	2,980	1,62	1,880	2,17	1,570
Ni	0,006	0,015	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	0,004	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	107,00	110,00	317,00	102,00	25,2	26,40	83,0	121,00
Sb	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	10,4	7,9	10,3	3,8	2,31	5,2	2,99	3,1
Sr	2,530	0,198	2,310	0,199	0,848	0,110	1,71	2,270
Te	0,000	0,000	0,000	0,000	0,004	0,000	0,000	0,000
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,016	0,009	0,01	0,01	<0,005	<0,005	0,007	0,011

Tableau B.6 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges générateurs initiaux

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,036	5,440	0,021	0,083	0,691	0,191	0,262	0,245
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	7,46	8,270	0,504	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,048	0,023	0,022	0,071	0,015	0,012	0,024	0,027
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	89,8	62,4	98,9	54,4	63,8	26,8	101	108,0
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,010	0,039	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,068	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	0,034	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	0,004	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,006	18,4	<0,006	<0,006	0,073	<0,006	0,023	0,011
K	1,920	1,110	3,170	2,110	1,26	0,926	1,48	1,350
Li	0,011	0,017	0,006	0,001	0,000	0,002	0,000	0,000
Mg	3,280	33,700	4,010	7,780	2,71	3,990	4,43	4,170
Mn	0,015	3,95	0,013	0,357	0,008	0,084	0,013	0,022
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	3,190	6,020	2,660	1,610	1,18	1,270	2,01	1,290
Ni	0,012	2,64	0,013	<0,004	<0,004	<0,004	0,005	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	108,00	147,00	344,00	122,00	24,6	21,30	91,1	137,00
Sb	0,000	0,073	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	9,9	38,1	10,8	4,7	2,13	5,7	2,91	2,8
Sr	1,970	0,451	2,360	0,270	0,578	0,084	1,54	2,070
Te	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,009	0,000
Ti	0,003	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,014	0,337	0,019	0,019	0,005	0,005	0,009	0,013

Tableau B.7 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges incertains altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,190	0,996	0,182	1,26	5,48	1,41	0,500	1,06
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	2,08	3,81	0,077	<0,06
B	0,200	0,117	0,263	0,096	0,239	0,001	0,206	0,084
Ba	0,098	0,019	0,093	0,032	0,159	0,046	0,138	0,140
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,034	<0,02	0,030	<0,02	0,027	<0,02	0,036	0,032
Ca	1880	5,80	1750	6,00	1600	7,11	1960	1890
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,032	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,007	<0,004	<0,004	0,016	0,017	0,006	<0,004
Cr	0,005	0,019	0,008	0,007	0,009	0,010	<0,003	0,004
Cu	0,007	0,022	<0,003	0,014	0,019	0,014	0,004	<0,003
Fe	8,72	1,12	11,3	2,29	10,3	4,67	7,37	9,68
K	0,000	0,400	0,000	0,536	0,172	0,524	0,000	0,000
Li	0,000	0,002	0,000	0,006	0,000	0,003	0,000	0,001
Mg	9,38	3,02	8,69	1,78	8,74	2,52	9,51	9,13
Mn	4,46	0,187	4,10	0,134	3,73	0,193	4,30	4,29
Mo	<0,009	0,016	<0,009	<0,009	<0,009	0,016	0,018	0,009
Na	0,447	0,000	0,602	0,000	0,746	0,000	0,826	0,669
Ni	0,036	0,111	0,044	0,011	0,018	0,013	0,009	0,015
Pb	<0,02	<0,02	1,19	0,607	0,027	<0,02	<0,02	0,445
S_{tot}	55,1	15,2	47,8	2,45	42,0	1,16	49,9	51,4
Sb	0,000	0,008	0,000	0,002	0,011	0,015	0,003	0,000
Se	0,620	<0,1	0,581	<0,1	0,552	<0,1	0,636	0,620
Si	3,37	3,63	3,19	3,33	14,3	2,85	9,08	8,59
Sr	7,970	0,021	7,540	0,014	7,64	0,016	8,540	8,140
Te	0,012	0,002	0,007	0,000	0,006	0,003	0,002	0,006
Ti	0,000	0,001	0,000	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
Zn	0,173	0,069	0,192	0,231	0,396	0,110	0,288	0,589

Tableau B.8 : Résultats de l'essai TCLP sur les mélanges générateurs altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,468	0,885	0,042	1,19	0,529	1,39	0,986	4,89
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	0,559	3,40	0,174	<0,06
B	0,249	0,082	0,155	0,046	0,166	0,023	0,399	0,230
Ba	0,084	0,009	0,044	0,024	0,104	0,036	0,131	0,157
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	0,034	0,026
Ca	1030	2,51	700	3,89	590	4,89	1940	1610
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,029	<0,003	<0,003
Co	<0,004	<0,004	0,004	<0,004	<0,004	0,014	0,005	<0,004
Cr	0,026	0,055	<0,003	0,007	<0,003	0,007	0,003	0,009
Cu	0,094	0,012	<0,003	0,018	0,015	0,016	0,004	0,032
Fe	8,11	2,84	2,77	1,60	2,15	3,61	8,94	9,72
K	0,002	0,146	0,115	0,299	0,286	0,391	0,010	0,121
Li	0,000	0,003	0,001	0,001	0,003	0,004	0,000	0,000
Mg	5,12	1,14	3,41	0,901	3,44	1,66	9,70	7,98
Mn	2,52	0,125	1,80	0,087	1,49	0,134	4,35	3,80
Mo	<0,009	0,011	<0,009	<0,009	<0,009	0,012	<0,009	<0,009
Na	0,343	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,732	0,637
Ni	0,067	0,117	0,037	0,007	0,008	0,007	0,010	0,009
Pb	1,24	<0,02	0,477	0,403	<0,02	<0,02	<0,02	1,52
S_{tot}	36,3	16,3	22,0	2,62	16,0	0,980	49,3	46,5
Sb	0,000	0,004	0,000	0,001	0,005	0,012	0,001	0,000
Se	0,391	<0,1	0,271	<0,1	0,216	<0,1	0,629	0,531
Si	3,31	2,73	3,08	2,73	6,29	2,72	8,08	14,3
Sr	4,76	0,008	3,16	0,010	2,71	0,010	8,480	7,52
Te	0,006	0,003	0,010	0,005	0,009	0,002	0,003	0,010
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,249	0,049	0,146	0,073	0,277	0,114	0,355	0,462

Tableau B.9 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges incertains altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,062	1,13	0,066	0,015	1,45	0,022	1,23	1,09
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	0,568	0,323	0,305	<0,06
B	0,014	0,026	0,090	0,026	0,000	0,000	0,060	0,000
Ba	0,007	0,016	0,009	0,014	0,003	0,006	0,004	0,004
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	15,2	6,34	10,8	3,64	13,0	2,47	13,7	15,0
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,005	<0,003	0,003	<0,003
Co	<0,004	0,009	<0,004	<0,004	0,005	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	<0,003	0,027	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,039	3,16	0,039	0,044	0,026	0,032	0,029	0,034
K	0,156	0,137	0,200	0,273	0,115	0,219	0,177	0,127
Li	0,000	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000
Mg	0,205	3,53	0,176	0,914	0,142	0,643	0,144	0,177
Mn	<0,002	0,211	<0,002	0,065	0,002	0,040	0,002	0,002
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	0,009	<0,009
Na	0,461	0,427	0,285	0,341	0,217	0,228	0,185	0,192
Ni	<0,004	0,116	<0,004	0,005	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	7,31	14,1	2,95	2,65	0,989	0,511	2,36	4,90
Sb	0,000	0,008	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000	0,000
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	3,47	4,13	3,72	2,74	6,54	1,81	7,33	6,79
Sr	0,151	0,024	0,122	0,010	0,078	0,006	0,106	0,129
Te	0,004	0,001	0,002	0,002	0,004	0,003	0,002	0,006
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	<0,005	0,069	<0,005	0,013	<0,005	0,005	<0,005	<0,005

Tableau B.10 : Résultats de l'essai SPLP sur les mélanges générateurs altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,080	1,66	0,056	0,023	1,28	0,013	1,23	1,22
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	0,663	0,267	0,342	<0,06
B	0,025	0,027	0,034	0,000	0,000	0,000	0,159	0,022
Ba	0,007	0,011	0,005	0,028	0,004	0,010	0,004	0,004
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	15,1	3,09	11,5	3,15	12,2	2,82	14,6	15,3
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,005	0,005	0,003	<0,003
Co	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	0,006
Cr	<0,003	0,027	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	<0,003	0,016	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,037	11,2	0,014	0,463	0,029	0,023	0,040	0,031
K	0,070	0,164	0,082	0,248	0,162	0,241	0,105	0,150
Li	0,001	0,000	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Mg	0,141	1,51	0,146	0,598	0,129	0,529	0,160	0,168
Mn	0,002	0,165	<0,002	0,048	0,003	0,034	0,002	0,002
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	0,370	0,315	0,267	0,251	0,182	0,493	0,167	0,152
Ni	<0,004	0,161	<0,004	0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	0,032	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	6,79	17,0	4,61	2,85	1,03	0,733	3,00	4,72
Sb	0,001	0,004	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000	0,000
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	2,71	3,55	4,26	2,24	4,48	1,65	6,07	6,94
Sr	0,093	0,010	0,084	0,009	0,059	0,006	0,105	0,108
Te	0,004	0,000	0,003	0,001	0,003	0,004	0,001	0,003
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,005	0,064	<0,005	0,028	<0,005	0,007	<0,005	<0,005

Tableau B.11 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges incertains altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,046	8,70	0,020	0,027	1,000	0,117	0,425	0,351
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	4,49	7,36	0,479	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,026	0,043	0,027	0,047	0,008	0,011	0,016	0,021
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	96,3	45,1	46,2	26,6	39,0	12,7	63,6	79,6
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	0,004	0,025	0,048	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,072	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	0,018	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	<0,003	0,102	<0,003	0,004	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,028	11,4	0,009	0,039	0,016	0,013	0,012	0,030
K	0,742	0,775	0,916	1,42	0,520	1,04	0,514	0,566
Li	0,000	0,006	0,008	0,004	0,003	0,001	0,000	0,000
Mg	2,06	26,2	1,75	10,2	0,937	4,99	1,14	1,39
Mn	0,014	1,83	0,006	0,591	0,004	0,094	0,008	0,013
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	1,93	4,14	2,16	3,33	1,27	2,49	1,52	1,53
Ni	0,008	1,34	<0,004	0,015	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	76,9	102	36,2	37,6	15,4	8,99	59,3	49,9
Sb	0,001	0,073	0,001	0,003	0,000	0,001	0,000	0,001
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	43,6	78,6	64,6	53,1	49,7	32,1	52,2	59,7
Sr	1,77	0,249	1,40	0,109	0,447	0,047	0,828	1,04
Te	0,007	0,000	0,002	0,005	0,001	0,005	0,000	0,001
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,011	0,732	0,007	0,016	0,006	0,005	0,007	0,011

Tableau B.12 : Résultats de l'essai CTEU-9 sur les mélanges générateurs altérés

Chemical elements (mg/l)	1	2	3	4	5	6	7	8
Al	0,027	18,0	0,015	0,070	0,944	0,071	0,441	0,352
As	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	6,24	6,62	0,701	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,036	0,024	0,020	0,209	0,011	0,014	0,015	0,016
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	97,7	21,9	57,1	32,8	44,9	11,7	72,8	74,0
Cd	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,038	0,044	<0,003	<0,003
Co	<0,004	0,037	<0,004	0,005	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	0,167	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	0,005	0,050	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003
Fe	0,015	63,7	0,008	3,16	0,015	0,008	0,018	0,013
K	0,860	0,531	0,697	1,78	0,505	0,729	0,553	0,593
Li	0,002	0,004	0,001	0,011	0,000	0,000	0,002	0,002
Mg	1,43	11,1	1,40	9,04	0,911	4,00	1,41	1,28
Mn	0,019	1,36	0,010	0,873	0,009	0,108	0,010	0,011
Mo	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009
Na	1,95	3,28	2,01	3,56	1,07	1,85	1,54	1,51
Ni	0,012	1,40	0,007	0,059	<0,004	<0,004	<0,004	<0,004
Pb	<0,02	<0,02	<0,02	0,072	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
S_{tot}	81,7	116	42,8	56,5	10,9	8,21	84,2	46,7
Sb	0,001	0,046	0,002	0,009	0,000	0,000	0,000	0,001
Se	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Si	43,3	85,5	76,4	57,4	35,0	30,3	44,9	59,1
Sr	1,20	0,130	1,03	0,151	0,348	0,038	0,873	0,802
Te	0,003	0,000	0,000	0,003	0,000	0,002	0,004	0,000
Ti	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,014	0,353	0,009	0,138	0,017	0,005	0,008	0,010

ANNEXE C – RESULTATS COMPLEMENTAIRES DE L'ESSAI D'EXTRACTION

Dans cette section, sont donnés les résultats complémentaires de l'essai d'extraction séquentielle sur les mélanges purs, sur les mélanges purs post essais de lixiviation, sur les mélanges oxydés et sur les mélanges oxydés post essais de lixiviation. Les tableaux C.1, C.2, C.3, C.4, C.5, C.6, C.7, C.8, C.9, C.10, C.11, C.12, C.13, C.14, C.15 et C.16 donnent les différents résultats.

Tableau C.1 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,028	3,87	47,1	0,119	0,940	34,0
As	0,241	<0,03	<0,03	0,256	<0,03	<0,03
B	0,361	0,000	0,152	0,000	0,000	0,000
Ba	0,027	0,054	0,066	0,030	0,028	0,061
Be	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,069	<0,02	0,106	0,059	0,026	0,108
Ca	12,6	8,65	37,8	13,7	1,94	25,7
Cd	0,221	0,007	<0,001	0,105	0,010	<0,001
Co	0,007	0,006	0,057	0,014	0,003	0,041
Cr	0,014	0,154	13,1	0,011	0,121	11,6
Cu	<0,01	<0,01	0,019	<0,01	<0,01	0,022
Fe	0,030	18,3	131	0,586	4,56	139
K	0,918	1,91	0,762	0,776	0,896	0,953
Li	0,031	0,016	0,011	0,016	0,022	0,012
Mg	2480	12,0	7,88	2490	6,07	4,11
Mn	0,107	0,482	1,22	0,461	0,076	0,840
Mo	<0,003	0,057	0,279	<0,003	0,054	0,250
Na	1,64	Sat	14,0	2,14	Sat	11,8
Ni	0,543	0,130	2,81	0,678	0,075	1,65
S_{tot}	8,52	3,19	<0,03	14,2	2,72	1,43
Sb	0,011	0,009	0,054	0,014	0,006	0,044
Se	<0,07	0,286	1,69	<0,07	0,195	1,33
Si	0,384	7,45	49,0	0,284	1,45	35,4
Sr	0,080	0,048	0,370	0,080	0,013	0,267
Te	0,030	0,000	0,000	0,075	0,052	0,000
Ti	0,000	0,022	0,061	0,000	0,006	0,046
Zn	0,144	2,14	0,187	0,114	2,03	0,311

Tableau C.2 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post TCLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,067	3,06	47,0	0,085	1,04	35,4
As	0,178	<0,03	<0,03	0,164	<0,03	<0,03
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,010	0,033	0,065	0,008	0,022	0,058
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,022	<0,02	0,068	<0,02	<0,02	0,081
Ca	7,82	1,22	34,9	7,47	1,12	26,3
Cd	0,053	0,073	<0,001	0,047	0,057	<0,001
Co	0,013	0,003	0,043	0,017	<0,002	0,056
Cr	0,004	0,084	11,8	0,004	0,084	16,9
Cu	<0,01	0,028	<0,01	<0,01	0,019	0,010
Fe	0,022	8,09	124	0,066	3,53	168
K	0,764	0,984	0,617	0,531	0,843	0,602
Li	0,000	0,000	0,030	0,000	0,000	0,000
Mg	2630	6,03	6,89	2630	5,17	3,65
Mn	0,051	0,021	0,933	0,053	0,016	1,17
Mo	<0,003	0,032	0,215	<0,003	0,030	0,258
Na	34,8	---	17,6	40,1	---	13,5
Ni	0,573	0,033	2,31	0,574	0,029	2,90
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	0,071	0,074
S_{tot}	6,41	1,67	<0,03	9,48	2,34	<0,03
Sb	0,010	0,000	0,043	0,010	0,000	0,047
Se	0,104	0,162	1,33	<0,07	0,131	1,23
Si	0,808	4,05	47,9	0,546	1,94	37,4
Sr	0,034	0,008	0,336	0,030	0,006	0,253
Te	0,011	0,000	0,000	0,008	0,000	0,000
Ti	0,000	0,003	0,051	0,000	0,000	0,054
Zn	0,062	2,18	0,228	0,062	2,13	0,158

Tableau C.3 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post SPLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,067	2,55	38,4	0,593	0,746	36,2
As	0,223	<0,03	<0,03	0,220	<0,03	<0,03
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,018	0,057	0,060	0,018	0,030	0,069
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,041	0,022	0,108	0,041	0,034	0,105
Ca	8,87	5,36	32,9	7,90	1,18	27,1
Cd	0,083	0,010	<0,001	0,077	0,010	<0,001
Co	0,010	0,007	0,061	0,014	0,002	0,032
Cr	0,013	0,103	14,4	0,015	0,061	10,00
Cu	<0,01	<0,01	0,027	<0,01	<0,01	<0,01
Fe	0,011	10,5	139	0,973	2,58	133
K	0,874	1,57	0,575	0,578	0,885	1,03
Li	0,009	0,025	0,009	0,013	0,008	0,008
Mg	2500	9,78	6,92	2490	2,71	3,57
Mn	0,079	0,347	1,33	0,099	0,017	0,721
Mo	<0,003	0,044	0,296	<0,003	0,044	0,226
Na	2,30	Sat	12,1	2,50	Sat	12,8
Ni	0,547	0,101	3,14	0,589	0,047	1,21
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	4,10	1,68	<0,03	5,69	2,01	0,416
Sb	0,009	0,007	0,061	0,012	0,005	0,040
Se	<0,07	0,137	1,34	<0,07	0,104	1,21
Si	0,265	4,77	39,8	0,289	0,904	35,7
Sr	0,044	0,041	0,304	0,035	0,006	0,275
Te	0,098	0,064	0,000	0,110	0,103	0,000
Ti	0,000	0,015	0,058	0,000	0,002	0,040
Zn	0,083	2,04	0,195	0,085	1,98	0,188

Tableau C.4 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 initial post CTEU-9

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,022	3,48	50,3	0,669	1,000	33,9
As	0,147	<0,06	<0,06	0,153	<0,06	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,020	0,086	0,128	0,019	0,075	0,083
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	0,058	<0,02	0,044	0,110
Ca	19,4	6,91	40,8	20,0	4,82	24,6
Cd	0,034	<0,003	0,042	0,035	0,047	0,030
Co	0,014	<0,004	0,032	0,017	0,011	0,057
Cr	0,006	0,128	11,7	0,019	0,079	10,4
Cu	0,003	0,013	0,290	0,090	0,043	0,022
Fe	0,070	16,4	113	1,60	2,97	118
K	1,33	2,24	2,08	0,941	3,02	1,53
Li	0,002	0,005	0,024	0,003	0,054	0,020
Mg	1360	10,4	11,6	1340	6,98	5,66
Mn	0,113	0,428	0,878	0,295	0,032	0,583
Mo	<0,009	0,086	0,301	<0,009	0,011	0,232
Na	1,55	6580	13,2	1,44	0,000	10,2
Ni	0,663	0,141	2,23	0,776	0,061	1,43
Pb	<0,02	0,092	0,208	<0,02	0,046	0,180
S_{tot}	5,73	1,33	1,80	11,9	4,40	4,46
Sb	0,015	0,000	0,051	0,017	0,001	0,069
Se	<0,1	<0,1	0,613	<0,1	<0,1	0,523
Si	0,205	6,44	48,4	0,227	0,886	31,5
Sr	0,057	0,051	0,276	0,058	0,027	0,186
Te	0,029	0,026	0,000	0,032	0,055	0,000
Ti	0,000	0,017	0,076	0,002	0,002	0,051
Zn	0,017	0,172	1,64	0,075	0,687	0,488

Tableau C.5 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,097	8,17	61,2	0,085	6,29	58,2
As	0,435	7,42	8,94	0,448	3,99	9,65
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,041	0,120	0,155	0,043	0,082	0,161
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,146	0,082	0,132	0,076	0,049	0,135
Ca	10,7	9,62	27,7	10,7	8,13	17,7
Cd	0,126	0,004	<0,001	0,072	0,007	<0,001
Co	0,018	0,030	0,063	0,009	0,019	0,066
Cr	0,013	0,032	6,28	0,019	0,016	8,69
Cu	<0,01	0,017	0,016	<0,01	<0,01	0,023
Fe	<0,005	9,36	80,1	0,014	5,25	92,0
K	0,693	1,32	1,53	0,599	1,13	0,723
Li	0,006	0,012	0,015	0,006	0,011	0,011
Mg	2520	6,35	8,96	2540	5,00	5,45
Mn	0,087	0,232	0,684	0,091	0,195	0,784
Mo	<0,003	0,048	0,200	<0,003	0,052	0,210
Na	0,800	Sat	10,6	1,65	Sat	7,36
Ni	0,537	0,044	0,819	0,501	0,031	1,10
Pb	<0,07	0,076	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	4,49	2,24	<0,03	3,77	1,47	0,239
Sb	0,011	0,039	0,063	0,015	0,020	0,064
Se	0,071	0,292	1,78	0,114	0,218	1,60
Si	1,17	7,27	50,7	0,360	4,28	45,8
Sr	0,050	0,049	0,274	0,043	0,030	0,166
Te	0,016	0,025	0,000	0,077	0,054	0,000
Ti	0,000	0,017	0,074	0,000	0,006	0,067
Zn	0,119	2,18	0,342	0,082	2,39	0,393

Tableau C.6 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post TCLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,058	6,37	60,6	0,093	6,24	46,6
As	1,01	10,1	21,4	0,723	7,01	13,0
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,011	0,054	0,161	0,009	0,044	0,103
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,054	0,047	0,135	0,055	0,047	0,121
Ca	7,70	1,72	27,8	7,20	1,30	12,9
Cd	0,065	0,006	<0,001	0,057	0,018	<0,001
Co	0,049	0,017	0,052	0,021	0,016	0,050
Cr	0,014	0,008	5,26	0,012	0,009	6,73
Cu	<0,01	<0,01	0,015	<0,01	0,015	0,017
Fe	0,046	9,39	90,7	<0,005	7,41	86,0
K	0,648	1,09	0,984	0,423	1,03	0,347
Li	0,008	0,007	0,012	0,008	0,007	0,010
Mg	2570	5,90	7,33	2510	6,68	3,68
Mn	0,044	0,037	0,530	0,033	0,030	0,587
Mo	<0,003	0,050	0,183	<0,003	0,058	0,191
Na	35,9	Sat	13,8	21,6	Sat	11,3
Ni	0,473	0,020	0,461	0,429	0,025	0,603
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	7,58	1,26	0,533	5,08	0,931	<0,03
Sb	0,039	0,018	0,053	0,023	0,017	0,047
Se	<0,07	0,239	1,49	<0,07	0,226	1,47
Si	0,468	3,79	48,7	0,283	3,55	37,4
Sr	0,029	0,015	0,252	0,026	0,013	0,147
Te	0,081	0,066	0,000	0,102	0,094	0,000
Ti	0,000	0,006	0,067	0,000	0,005	0,060
Zn	0,072	2,01	0,326	0,066	2,05	0,287

Tableau C.7 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post SPLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,055	4,18	42,6	0,037	4,29	37,9
As	0,346	3,41	7,81	0,394	2,75	6,80
B	0,000	0,000	0,027	0,000	0,000	0,000
Ba	0,025	0,113	0,124	0,025	0,072	0,103
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	0,052	0,057	0,136	0,085	0,070	0,124
Ca	8,06	4,95	26,8	7,85	4,23	14,8
Cd	0,062	0,027	<0,001	0,075	0,019	<0,001
Co	0,012	0,015	0,065	0,017	0,010	0,064
Cr	0,013	0,036	6,53	0,013	0,018	9,00
Cu	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	0,029	0,018
Fe	0,013	4,83	75,9	0,012	3,46	86,7
K	0,675	1,10	0,683	0,504	0,908	0,450
Li	0,007	0,031	0,021	0,007	0,009	0,011
Mg	2540	4,45	7,83	2540	5,21	4,37
Mn	0,060	0,183	0,667	0,059	0,141	0,820
Mo	<0,003	0,071	0,211	<0,003	0,051	0,236
Na	2,28	Sat	12,1	1,69	Sat	10,8
Ni	0,472	0,031	0,887	0,486	0,021	1,51
Pb	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07	<0,07
S_{tot}	2,84	2,22	<0,03	3,27	1,37	<0,03
Sb	0,014	0,024	0,062	0,012	0,015	0,059
Se	<0,07	0,381	1,94	0,081	0,309	1,73
Si	0,263	3,42	39,1	0,248	3,13	33,1
Sr	0,031	0,042	0,225	0,029	0,019	0,135
Te	0,102	0,042	0,000	0,054	0,056	0,000
Ti	0,000	0,031	0,072	0,000	0,005	0,058
Zn	0,064	2,18	0,323	0,076	2,14	0,303

Tableau C.8 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 initial post CTEU-9

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,064	9,02	66,8	0,059	9,12	59,3
As	0,460	7,36	7,72	0,392	6,68	6,46
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,031	0,148	0,190	0,033	0,139	0,184
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	0,054	0,121	<0,02	0,088	0,103
Ca	19,8	8,68	25,8	19,4	7,94	16,4
Cd	0,036	0,007	0,005	0,038	0,003	0,007
Co	0,014	0,027	0,042	0,015	<0,004	0,045
Cr	0,005	0,020	6,22	0,006	0,024	9,50
Cu	0,004	0,022	0,012	0,004	0,018	0,030
Fe	0,056	11,3	73,2	0,055	8,93	82,8
K	1,13	1,22	0,954	1,04	1,10	0,211
Li	0,003	0,000	0,000	0,004	0,000	0,000
Mg	1350	12,6	13,7	1340	11,8	7,36
Mn	0,117	0,276	0,579	0,118	0,242	0,713
Mo	<0,009	0,047	0,220	<0,009	0,061	0,212
Na	1,13	0,000	8,90	1,47	6640	5,80
Ni	0,635	0,027	0,772	0,643	0,033	1,46
Pb	<0,02	0,059	0,048	<0,02	0,034	<0,02
S_{tot}	3,41	1,33	2,24	3,15	1,10	0,991
Sb	0,016	0,037	0,094	0,015	0,018	0,100
Se	<0,1	<0,1	0,436	<0,1	<0,1	0,524
Si	0,201	6,69	51,5	0,199	6,30	45,2
Sr	0,051	0,039	0,196	0,046	0,031	0,112
Te	0,033	0,078	0,000	0,032	0,078	0,000
Ti	0,000	0,019	0,055	0,000	0,009	0,053
Zn	0,015	0,280	0,412	0,021	0,287	0,417

Tableau C.9 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,655	0,734	45,2	1,14	0,452	29,8
As	0,139	<0,06	<0,06	0,131	<0,06	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,012	0,020	0,089	0,008	0,012	0,103
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	0,044	<0,02	0,054	0,064
Ca	6,12	1,66	26,8	4,22	1,29	22,4
Cd	0,057	0,006	<0,003	0,054	<0,003	0,007
Co	0,009	0,027	<0,004	<0,004	<0,004	0,029
Cr	0,004	0,024	8,05	0,025	0,062	11,9
Cu	0,006	0,015	0,008	0,010	0,016	0,006
Fe	1,12	2,15	115	6,56	2,33	128
K	0,362	1,50	1,41	0,294	0,918	0,648
Li	0,004	0,012	0,009	0,003	0,000	0,000
Mg	1760	3,26	6,84	1760	4,63	3,31
Mn	0,154	0,042	0,564	0,133	0,026	0,601
Mo	<0,009	0,076	0,258	<0,009	0,051	0,254
Na	1,83	6780	12,7	1,83	6630	10,3
Ni	0,739	0,051	1,19	0,756	0,030	1,53
Pb	<0,02	0,034	0,139	<0,02	0,041	0,170
S_{tot}	9,85	5,31	8,25	12,0	5,02	9,30
Sb	0,012	0,004	0,029	0,012	0,000	0,058
Se	<0,1	0,151	0,527	<0,1	<0,1	0,554
Si	1,52	5,61	53,8	0,787	2,67	41,6
Sr	0,022	0,006	0,272	0,010	0,003	0,203
Te	0,018	0,000	0,000	0,016	0,022	0,000
Ti	0,000	0,000	0,099	0,000	0,000	0,076
Zn	0,055	2,37	0,190	0,042	2,27	0,198

Tableau C.10 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post TCLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,033	0,620	42,8	0,020	0,423	32,8
As	0,134	<0,06	<0,06	0,134	<0,06	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,007	0,016	0,079	0,005	0,012	0,068
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	0,036	<0,02	0,038	0,069
Ca	3,85	1,15	24,2	3,11	0,925	17,3
Cd	0,060	0,016	0,004	0,060	0,031	<0,003
Co	0,012	0,013	0,008	0,005	0,026	0,081
Cr	0,003	0,017	6,61	0,003	0,045	11,1
Cu	0,003	0,021	0,034	0,005	0,015	0,034
Fe	<0,006	1,46	104	0,137	1,38	130
K	0,315	0,472	1,03	0,213	0,837	0,700
Li	0,004	0,000	0,015	0,003	0,004	0,000
Mg	1780	3,70	6,54	1760	3,72	3,63
Mn	0,065	0,023	0,494	0,061	0,007	0,549
Mo	<0,009	<0,009	0,164	<0,009	<0,009	0,146
Na	69,2	6950	11,3	63,3	6900	9,95
Ni	0,699	0,034	1,03	0,711	0,039	1,40
Pb	<0,02	0,114	0,146	<0,02	0,047	0,213
S_{tot}	5,90	3,37	6,68	5,36	2,98	7,35
Sb	0,010	0,006	0,056	0,010	0,005	0,063
Se	<0,1	<0,1	0,342	<0,1	<0,1	0,421
Si	1,01	2,07	47,4	0,840	1,57	38,4
Sr	0,011	0,006	0,262	0,008	0,008	0,203
Te	0,021	0,010	0,000	0,019	0,065	0,000
Ti	0,001	0,002	0,095	0,001	0,000	0,072
Zn	0,015	2,41	0,188	0,010	2,40	0,163

Tableau C.11 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post SPLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,148	0,639	44,4	0,214	0,392	29,2
As	0,127	<0,06	<0,06	0,130	<0,06	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,005	0,013	0,081	0,004	0,011	0,069
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	0,027	0,078	<0,02	0,037	0,049
Ca	3,84	1,18	24,9	2,91	0,883	16,3
Cd	0,061	0,013	<0,003	0,063	<0,003	<0,003
Co	0,015	<0,004	0,044	0,014	0,050	0,017
Cr	0,003	0,021	7,66	0,006	0,040	10,7
Cu	0,005	0,010	0,026	0,004	0,018	0,030
Fe	0,259	1,35	114	0,831	0,722	116
K	0,164	0,842	0,761	0,247	0,923	0,673
Li	0,004	0,008	0,006	0,002	0,000	0,004
Mg	1740	2,89	6,70	1730	4,17	2,88
Mn	0,067	0,012	0,543	0,044	0,005	0,536
Mo	<0,009	0,080	0,267	<0,009	<0,009	0,168
Na	1,71	7110	11,2	1,72	7050	8,46
Ni	0,714	0,046	1,13	0,706	0,013	1,32
Pb	<0,02	0,050	0,161	<0,02	0,080	0,200
S_{tot}	4,31	3,21	7,64	3,38	2,73	7,19
Sb	0,012	0,008	0,079	0,009	0,011	0,069
Se	<0,1	<0,1	0,388	<0,1	<0,1	0,317
Si	0,934	2,07	48,7	0,674	1,53	36,6
Sr	0,010	0,004	0,274	0,005	0,002	0,197
Te	0,017	0,000	0,000	0,022	0,000	0,000
Ti	0,000	0,002	0,073	0,001	0,001	0,059
Zn	0,012	2,32	0,179	0,009	2,26	0,181

Tableau C.12 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 2 altéré post CTEU-9

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 2-I			Composite 2-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,192	0,639	42,2	0,405	0,261	26,7
As	0,123	<0,06	<0,06	0,115	<0,06	<0,06
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,005	0,024	0,103	0,004	0,009	0,086
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	0,052	0,061	<0,02	0,035	0,080
Ca	3,41	1,10	27,9	3,08	0,914	20,4
Cd	0,051	0,031	0,033	0,044	<0,003	<0,003
Co	0,011	<0,004	0,015	0,007	0,032	0,054
Cr	<0,003	0,026	6,85	0,005	0,054	9,97
Cu	0,005	0,013	0,008	0,003	0,008	0,005
Fe	0,150	1,99	104	1,19	1,15	118
K	0,374	0,217	0,025	0,333	0,635	0,358
Li	0,006	0,000	0,000	0,005	0,013	0,000
Mg	1510	4,51	6,53	1500	6,20	3,20
Mn	0,050	0,010	0,444	0,053	0,006	0,474
Mo	<0,009	<0,009	0,262	<0,009	0,030	0,282
Na	1,39	6410	12,1	1,44	6330	9,17
Ni	0,675	0,022	0,877	0,676	0,014	1,08
Pb	<0,02	0,074	0,148	<0,02	0,082	0,166
S_{tot}	3,56	2,74	5,54	4,38	2,56	6,92
Sb	0,009	0,005	0,049	0,009	0,009	0,065
Se	<0,1	0,109	0,470	<0,1	<0,1	0,476
Si	0,814	2,23	49,7	0,509	1,63	36,5
Sr	0,006	0,005	0,223	0,005	0,002	0,168
Te	0,015	0,032	0,000	0,019	0,018	0,000
Ti	0,000	0,000	0,097	0,000	0,001	0,073
Zn	0,024	2,25	0,171	0,025	2,27	0,118

Tableau C.13 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,024	1,37	63,4	0,025	1,36	56,2
As	0,147	1,38	6,32	0,142	1,16	5,51
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,008	0,045	0,226	0,009	0,035	0,209
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	0,086	<0,02	<0,02	0,083
Ca	2,83	4,29	22,7	2,60	3,41	13,4
Cd	0,054	<0,003	0,021	0,055	0,004	0,044
Co	0,006	<0,004	0,022	<0,004	0,008	0,006
Cr	0,003	0,007	4,26	0,003	0,005	5,39
Cu	0,005	0,023	0,015	0,005	0,014	0,024
Fe	<0,006	2,05	53,4	<0,006	1,51	50,6
K	0,278	0,882	0,919	0,268	1,16	0,406
Li	0,002	0,000	0,019	0,001	0,010	0,010
Mg	1760	5,10	10,00	1750	4,77	5,31
Mn	0,024	0,119	0,553	0,022	0,085	0,511
Mo	<0,009	0,110	0,227	<0,009	0,087	0,233
Na	1,86	6430	8,47	1,73	6430	5,76
Ni	0,671	<0,004	0,449	0,663	0,008	0,572
Pb	<0,02	0,040	0,050	<0,02	0,061	0,028
S_{tot}	0,483	1,04	1,21	0,448	0,668	0,403
Sb	0,009	0,010	0,095	0,009	0,010	0,089
Se	<0,1	0,192	0,533	<0,1	0,145	0,511
Si	0,509	2,47	53,7	0,552	2,17	46,9
Sr	0,004	0,014	0,215	0,003	0,009	0,125
Te	0,020	0,009	0,000	0,014	0,002	0,000
Ti	0,000	0,001	0,092	0,000	0,001	0,070
Zn	0,012	2,85	0,434	0,010	2,20	0,501

Tableau C.14 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post TCLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,109	2,12	61,3	0,154	2,68	58,9
As	0,458	2,85	6,85	0,413	2,58	5,94
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,007	0,033	0,199	0,006	0,030	0,200
Be	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
Bi	<0,02	0,032	0,102	<0,02	0,027	0,101
Ca	3,56	1,82	19,0	3,10	1,60	12,1
Cd	0,062	0,047	0,036	0,065	<0,003	0,110
Co	0,011	<0,004	0,052	0,010	0,040	0,066
Cr	<0,003	0,012	4,18	0,003	0,006	6,29
Cu	0,006	0,026	0,032	0,004	0,031	0,042
Fe	<0,006	2,96	51,3	<0,006	2,41	56,6
K	0,278	0,918	1,35	0,177	0,271	0,712
Li	0,003	0,000	0,000	0,004	0,000	0,017
Mg	1740	3,55	8,53	1730	4,37	4,88
Mn	0,039	0,047	0,460	0,045	0,038	0,516
Mo	<0,009	<0,009	0,175	<0,009	0,052	0,334
Na	61,6	7040	8,54	39,0	6970	5,91
Ni	0,684	0,018	0,455	0,674	0,027	0,657
Pb	<0,02	0,085	0,086	<0,02	0,068	0,049
S_{tot}	1,35	0,908	0,937	1,29	0,835	0,193
Sb	0,012	0,009	0,096	0,010	0,022	0,091
Se	<0,1	<0,1	0,442	<0,1	<0,1	0,393
Si	0,593	2,29	50,8	0,595	2,35	48,8
Sr	0,006	0,008	0,206	0,005	0,007	0,128
Te	0,022	0,040	0,000	0,016	0,038	0,000
Ti	0,000	0,005	0,087	0,001	0,003	0,072
Zn	0,011	2,41	0,427	0,010	2,40	0,497

Tableau C.15 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post SPLP

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,038	1,29	62,7	0,038	1,43	61,6
As	0,159	1,23	6,15	0,154	1,05	5,45
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,006	0,034	0,229	0,006	0,032	0,248
Be	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
Bi	<0,02	<0,02	0,131	<0,02	<0,02	0,086
Ca	2,74	3,70	21,2	2,61	3,37	15,3
Cd	0,062	0,009	0,092	0,059	0,024	0,061
Co	0,005	0,005	0,074	0,009	<0,004	0,111
Cr	0,003	0,010	3,94	0,003	0,003	5,83
Cu	0,004	0,014	0,033	0,003	0,019	0,031
Fe	<0,006	1,47	49,4	<0,006	0,893	54,2
K	0,192	0,923	0,272	0,253	0,863	0,820
Li	0,002	0,000	0,005	0,003	0,013	0,002
Mg	1730	5,25	9,34	1720	2,78	5,48
Mn	0,023	0,112	0,522	0,022	0,069	0,572
Mo	<0,009	<0,009	0,203	<0,009	<0,009	0,217
Na	1,73	7050	7,27	1,74	6960	4,94
Ni	0,681	0,007	0,445	0,681	0,013	0,589
Pb	<0,02	0,072	0,066	<0,02	0,086	0,080
S_{tot}	0,383	0,598	0,607	0,406	0,595	0,166
Sb	0,010	0,007	0,104	0,009	0,019	0,101
Se	<0,1	<0,1	0,449	<0,1	<0,1	0,486
Si	0,484	1,71	50,4	0,452	1,50	48,2
Sr	0,004	0,010	0,210	0,003	0,008	0,132
Te	0,021	0,032	0,000	0,023	0,038	0,021
Ti	0,000	0,003	0,082	0,000	0,000	0,066
Zn	<0,005	2,31	0,399	0,006	2,24	0,559

Tableau C.16 : Résultats de l'essai d'extraction séquentielle sur le mélange 6 altéré post CTEU-9

Éléments chimiques (mg/l)	Composite 6-I			Composite 6-G		
	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Al	0,026	3,01	59,6	0,031	2,78	55,8
As	0,196	2,02	6,65	0,165	1,68	6,44
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ba	0,008	0,066	0,200	0,006	0,050	0,200
Be	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Bi	<0,02	0,020	0,085	<0,02	0,030	0,084
Ca	2,92	3,82	21,5	2,71	3,05	13,8
Cd	0,043	0,013	0,052	0,042	0,012	0,040
Co	0,004	0,013	0,097	0,006	0,073	0,103
Cr	<0,003	0,004	4,28	<0,003	0,004	5,52
Cu	<0,003	0,013	0,026	<0,003	0,019	0,283
Fe	<0,006	3,27	53,4	<0,006	2,32	55,4
K	0,806	0,987	0,623	0,516	0,951	0,586
Li	0,003	0,000	0,000	0,004	0,000	0,000
Mg	1510	5,33	9,45	1500	7,67	5,60
Mn	0,026	0,124	0,494	0,024	0,097	0,512
Mo	<0,009	0,087	0,142	<0,009	0,031	0,212
Na	1,43	6380	7,75	1,55	6270	5,55
Ni	0,644	0,013	0,426	0,651	0,014	1,29
Pb	<0,02	0,058	0,057	<0,02	0,041	0,043
S_{tot}	0,413	0,404	0,357	0,323	0,305	<0,09
Sb	0,009	0,015	0,092	0,007	0,008	0,089
Se	<0,1	<0,1	0,453	<0,1	<0,1	0,472
Si	0,778	3,66	54,1	0,740	3,12	52,9
Sr	0,005	0,015	0,178	0,003	0,010	0,115
Te	0,016	0,003	0,000	0,015	0,007	0,000
Ti	0,000	0,006	0,094	0,000	0,004	0,076
Zn	0,009	2,30	0,370	0,014	2,28	0,526

ANNEXE D –RESULTATS DES ESSAIS DE LIXIVIATION COMPARÉS AUX QUANTITES EXTRAITES A CHAQUE ETAPE DE L'ESSAI D'EXTRACTION SEQUENTIELLE

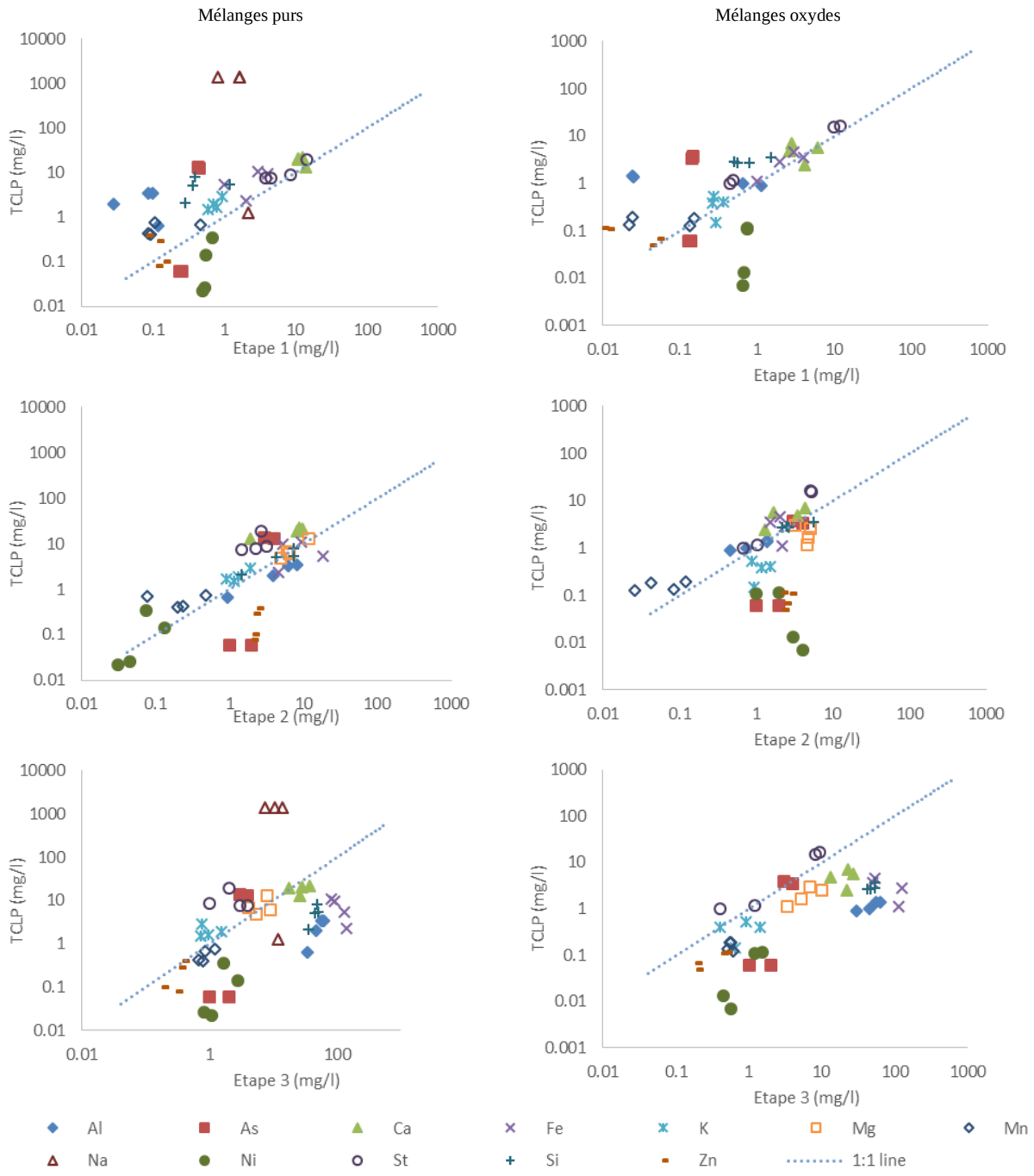

Figure D.1 : Résultats de l'essai TCLP comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle

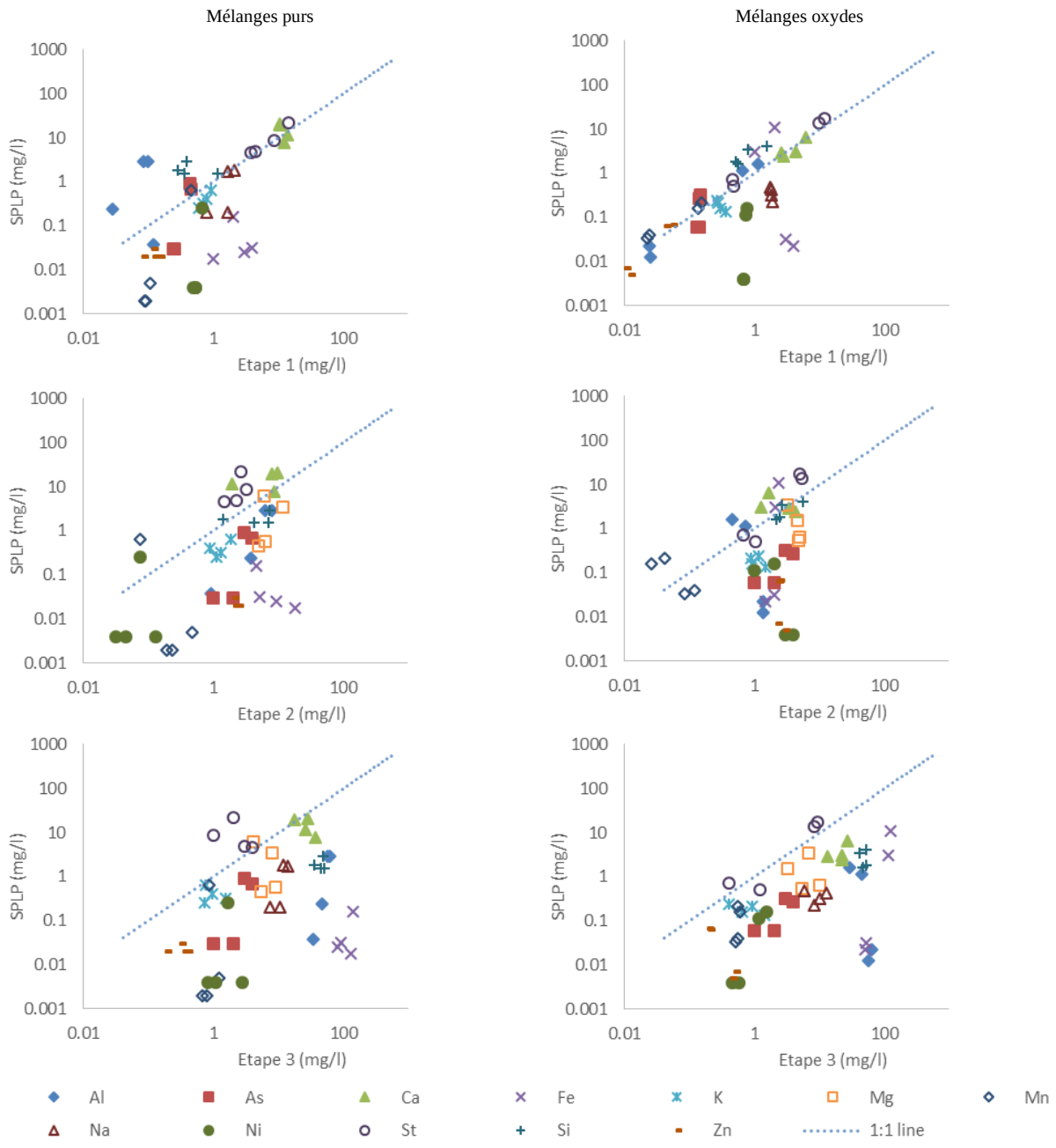

Figure D.2 : Résultats de l'essai SPLP comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle

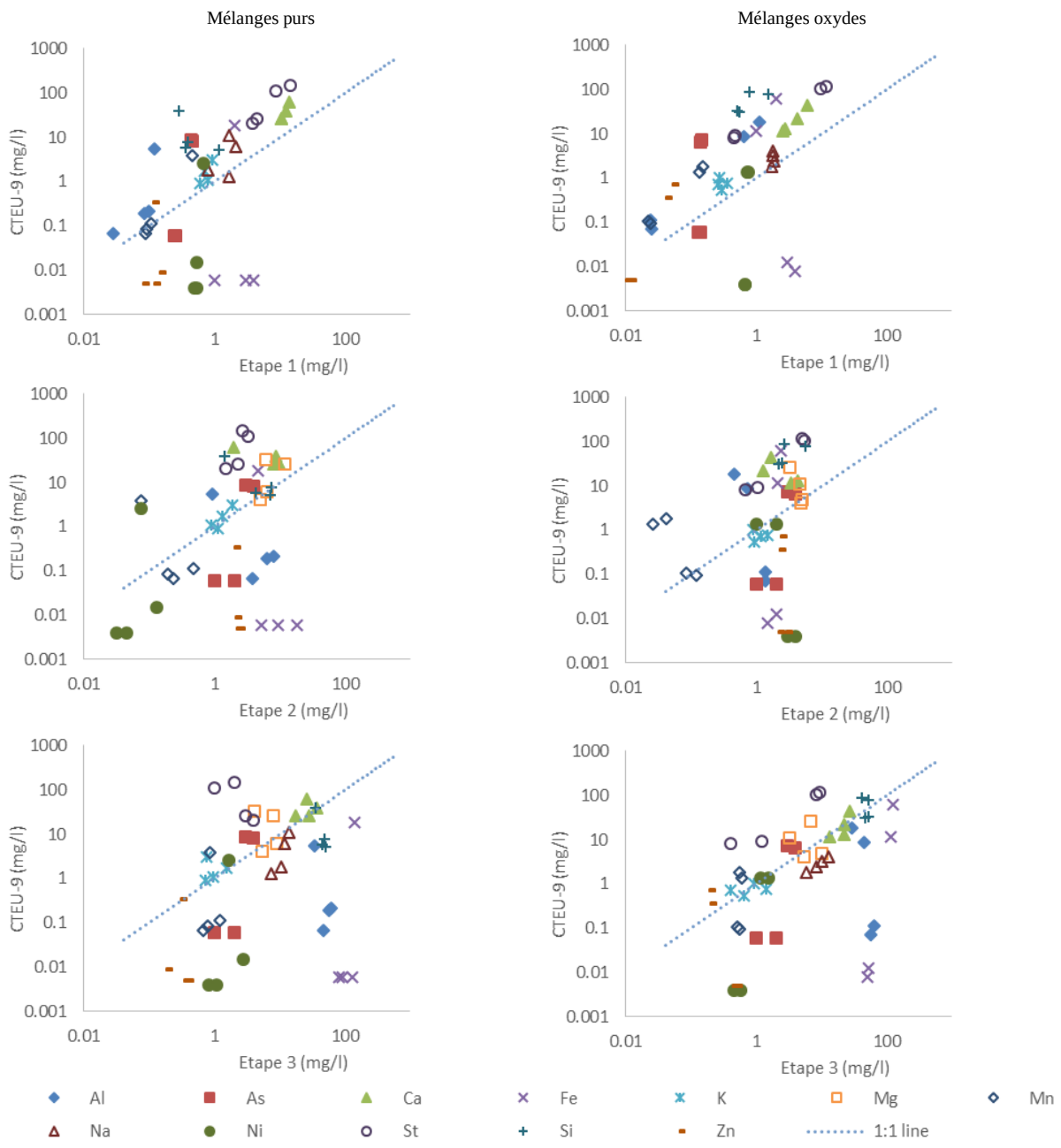

Figure D.3 : Résultats de l'essai CTEU-9 comparés à ceux de l'essai d'extraction séquentielle

ANNEXE E –POTENTIEL DE GÉNÉRATION D'ACIDE (PGA) DES ÉCHANTILLONS ISSUS DES DONNÉES COLLECTÉES.

Le Tableau E.1 donne le PGA des échantillons issus des donnes collectées. Le critère de Miller et al. (1991) a été utilisé pour la classification.

Tableau E.1 : Potentiel de génération d'acide (PGA) des échantillons issus des données collectées

Projets	Échantillons	PNN	PN/PA	PGA
	Stérile #1	22	6,1	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	181,9	36,7	Non générateur d'acide.
	Stérile #3	1,5	1,1	Incertain
1	Résidu	21	13,9	Non générateur d'acide.
	Stérile #1	121	393	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	234	757	Non générateur d'acide.
2	Stérile #3	226	730	Non générateur d'acide.
	Stérile #1	22,4	9,6	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	21,2	6,8	Non générateur d'acide.
	Minerai	12,4	2	Incertain
3	Résidu	13,5	2,2	Incertain
	Stérile #1	456	29	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	594	77,1	Non générateur d'acide.
	Minerai #1	538	133	Non générateur d'acide.
	Minerai #2	472	24,3	Non générateur d'acide.
4	Stérile #3	437	101	Non générateur d'acide.
	Résidu #1	19,6	2,95	Incertain
	Résidu #2	9,75	1,7	Incertain
5	Stérile	*	*	*
	Stérile #1	92,4	36	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	109,8	96	Non générateur d'acide.
	Stérile #3	166,1	185	Non générateur d'acide.
	Stérile #4	213,6	224	Non générateur d'acide.
	Stérile #5	30	23	Non générateur d'acide.
6	Résidu	223,7	145	Non générateur d'acide.

Tableau E.1 : Potentiel de génération d'acide (PGA) des échantillons issus des données collectées (Suite)

Projets	Échantillons	PNN	PN/PA	PGA
	Stérile #1	5,6	1,11	Incertain
	Résidu	24,7	1,57	Non générateur d'acide.
	Stérile #2	3,7	1,08	Incertain
	Stérile #3	-11,9	0,83	Générateur d'acide
	Stérile #4	-1,4	0,97	Générateur d'acide
7	Stérile #5	-13,2	0,83	Générateur d'acide
	Résidu #1	4,18	1,35	Incertain
	Résidu #2	4,18	1,35	Incertain
	Résidu #3	17,8	2,7	Incertain
	Résidu #4	4,18	1,35	Incertain
	Résidu #5	161,4	471	Non générateur d'acide.
8	Résidu #6	161,4	471	Non générateur d'acide.
	Minerai #1	18,3	1,71	Incertain
	Minerai#2	6,3	1,16	Incertain
	Stérile #1	23,1	3,17	Non générateur d'acide.
9	Stérile #2	-0,8	0,98	Générateur d'acide