

**Titre:** La désulfuration par flottation des résidus miniers altérés porteurs d'or  
Title: d'or

**Auteur:** Ahlem Skandrani  
Author:

**Date:** 2019

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Skandrani, A. (2019). La désulfuration par flottation des résidus miniers altérés porteurs d'or [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.  
Citation: <https://publications.polymtl.ca/3917/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/3917/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de recherche:** Isabelle Demers, & Mukendi Kongolo  
Advisors:

**Programme:** Génie minéral  
Program:

**POLYTECHNIQUE MONTRÉAL**

affiliée à l'Université de Montréal

**LA DÉSULFURATION PAR FLOTTATION DES RÉSIDUS  
MINIERS ALTÉRÉS PORTEURS D'OR**

**AHLEM SKANDRANI**

Département de génie minéral

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise des sciences appliquées*

Génie minéral

Mai 2019

# **POLYTECHNIQUE MONTRÉAL**

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

## **LA DÉSULFURATION PAR FLOTTATION DES RÉSIDUS MINIERS ALTÉRÉS PORTEURS D'OR**

présenté par **Ahlem SKANDRANI**

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

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

**Carmen Mihaela NECULITA**, présidente

**Isabelle DEMERS**, membre et directrice de recherche

**Mukendi KONGOLO**, membre et codirecteur de recherche

**Daniel FORNASIERO**, membre

## DÉDICACE

Nulle dédicace ne saurait exprimer mes profonds sentiments envers tous ceux à qui je porte de l'affection, du respect, de l'amour et de la reconnaissance.

C'est à travers ces quelques mots que je dédie ce mémoire :

À mon mari

À toute ma famille et ma belle famille

À mes amis

Et tous ceux qui me soutiennent inconditionnellement

Qu'ils veuillent bien accepter ce modeste travail en témoignage de ma profonde gratitude et l'adoration que je leur porte.

## REMERCIEMENTS

Mes sincères et particuliers remerciements ainsi que ma profonde reconnaissance vont à mon encadrante Madame Isabelle Demers, pour son aide précieuse, ses remarques pertinentes et l'effort appréciable qu'elle m'apporte pour mener à bien ce projet. Merci pour m'avoir écouté et encadré sans faillir, merci pour vos conseils qui m'ont beaucoup aidée dans l'interprétation et l'accomplissement de ce projet dans les bonnes conditions.

Je voudrais également exprimer ma reconnaissance, ma gratitude et mes vifs remerciements à mon co-encadrant Monsieur Mukendi Kongolo. Sa compétence, son sérieux et sa méthodologie de travail m'ont été d'un grand apport.

Je suis sensible à l'honneur que m'a accordé Madame Carmen Mihaela Neculita, pour l'intérêt qu'elle accorde à ce travail en acceptant de présider le jury.

Je remercie sincèrement Monsieur Daniel Fornasiero, pour l'honneur qu'il m'accorde en acceptant d'examiner ce travail.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à toute l'équipe de l'URSTM qui a participé à la réalisation de la partie pratique de ce travail, particulièrement Tony Grondin, Janie Guimond-Rousson, Mohamed Edhabi et Marc Paquin. Je vous remercie pour l'effort que vous avez fourni pour l'accomplissement de ce travail.

J'aimerais également exprimer ma gratitude à l'ensemble du corps professoral de l'IRME-UQAT pour leur accueil et leur coopération professionnelle tout au long de cette maîtrise.

## RÉSUMÉ

Partout où se trouvent de vieux sites miniers abandonnés, les projets de restauration se heurtent à d'importants défis. D'abord, d'un point de vue environnemental, les résidus non traités peuvent constituer une problématique majeure en raison de leur sévère contamination et, dans certain cas, de leur génération soit de drainage minier acide (DMA) ou de drainage neutre contaminé (DNC).

Quant à l'aspect économique, la présence des métaux à grande valeur ajoutée tels que l'or et l'argent peut faire de certains parcs à résidus de véritables gisements secondaires. En effet, les procédés d'extraction existants à l'époque où ces sites étaient exploités n'étaient pas autant développés et performants que les procédés actuels.

Les motivations et les objectifs liés au traitement des vieux résidus sont donc multiples.

Quant aux moyens possibles pour le traitement de ces résidus sulfurés, la désulfuration environnementale par flottation est une avenue prometteuse qui viserait un double objectif. En effet, cette technique permettra de produire deux fractions : un concentré de sulfures générateur de DMA, qui en même temps contiendra de l'or, et un rejet final non problématique qui sera déposé directement dans les parcs à résidus ou qui pourrait servir de matériau de recouvrement pour la restauration.

Cependant, après des longues années d'exposition aux conditions atmosphériques, des couches des produits d'oxydation se sont formées à la surface des particules à flotter, ce réduit l'efficacité de la flottation. Ainsi, des techniques de prétraitements se doivent d'être envisagées afin de créer des surfaces fraîches, permettant d'améliorer le processus de flottation.

Ce travail a donc comme objectif principal de faire une étude comparative de prétraitement mécaniques des vieux résidus permettant d'obtenir, au moyen d'une désulfuration par flottation, un rejet final désulfuré non problématique, pouvant servir comme matériau de recouvrement ainsi qu'une récupération de l'or dans le concentré toujours emprisonné selon l'hypothèse de recherche qui considère que l'or est associé aux sulfures. Afin d'atteindre ces objectifs, deux échantillons, collectés dans un site d'une ancienne mine exploitée en Abitibi-Témiscamingue, aujourd'hui abandonnée, ont été étudiés. Un premier très oxydé R1 et un deuxième partiellement oxydé R2. Les deux échantillons contiennent des teneurs en soufre presque similaires, aux alentours de 1 %, et des teneurs en or de 3,82 g/t et de 1,41 g/t, respectivement, pour R1 et R2.

Suite à la caractérisation chimique, physique et minéralogique, différentes méthodes de prétraitement mécaniques dont une agitation, une attrition avec silice et un re-broyage ont été testées pour nettoyer les surfaces des sulfures en enlevant les couches d'oxydation.

Dans le but de déterminer les paramètres de flottation du premier prétraitement mis en œuvre, à savoir l'agitation, différents essais ont été réalisés avec suivi de la vitesse de rotation, du débit d'air et de l'ajout d'activant. Basé sur les résultats obtenus, les paramètres de flottation qui suivront l'agitation ont été déterminés. Le prétraitement par agitation a été testé sur les deux échantillons R1 et R2. En ce qui concerne l'attrition et le re-broyage, ils ont été réalisés pour le matériel R1. Les teneurs en soufre dans les rejets pour les tests d'agitation et de re-broyage pour R1 sont supérieures à 0,3% (directive 019). Ainsi, des essais cinétiques en mini-cellules d'altération ont été réalisés pour R1 et plus précisément pour 3 échantillons M1, M2 et M3 afin de statuer sur leur potentiel de génération de DNC.

Les résultats obtenus pour ce travail préliminaire sont satisfaisants en termes de concentration des sulfures et de l'or dans les concentrés d'ébauchage. En effet, les prétraitements mécaniques testés ont permis d'éliminer les produits d'oxydation et par conséquent améliorer la flottabilité des sulfures : pour R2, les valeurs des teneurs en soufre pour les concentrés ont montré une nette augmentation comparativement à l'essai de flottation standard et pour le rejet de cet essai, la teneur respecte la directive 019. Pour R1, et avec l'agitation et le re-broyage, la récupération en soufre et en or est améliorée. Pour l'attrition pour R1, les résultats ne sont pas très satisfaisants, ce qui a été expliqué par le phénomène d'entraînement de certains minéraux de gangue dans les concentrés, conduisant ainsi à une dilution des teneurs en soufre. En ce qui concerne les résultats de l'étude environnementale, les résultats des essais statiques et cinétiques ont confirmé que les rejets désulfurés ne produisent pas de DMA, cependant, pour les échantillons M1 et M3, les concentrations en As sont relativement élevées et dépassent la limite établie par la directive 019, ce qui pourrait représenter un risque de génération de DNC en arsenic.

Les résultats obtenus pour le présent projet offrent des multiples pistes d'optimisation pour rendre ces méthodes les plus économiques et rentables possible. Ceci serait réalisable en effectuant dès le départ une étude minéralogique approfondie de l'échantillon, ce qui permettrait certainement dans l'avenir de guider le choix des différents paramètres de flottation, et par conséquent, l'optimisation

serait moins compliquée (variation du temps et de la taille du re-broyage, détermination du collecteur adéquat, utilisation de collecteurs spécifiques à l'or).



## ABSTRACT

Everywhere old mining sites can be found, reclamation projects face important challenges. First, from an environmental point of view, abandoned mine tailings constitute a serious problem caused by the lack of containment and reclamation. In several cases, these tailings can be rich in sulphide minerals and can subsequently generate either DMA or DNC.

Regarding the economic aspect, some tailings ponds can be considered as actual secondary deposits because it may still contain a significant gold content potentially recoverable. Indeed, the extraction processes existing at the time when these sites were operated were not as developed and efficient as modern processes.

The motivations and objectives related to the treatment of old residues are therefore multiple. As for the possible means for this treatment, environmental desulfurization by flotation is an interesting approach. This technique will produce two fractions: a first, a non problematic-desulphurized sulphide used in tailings impoundments reclamation as a monolayer cover and a second, rich in sulphides, which can be used for extracting its high value metals such as gold or silver.

However, in the case of old mine tailings and after long years of exposure to different weathering and atmospheric conditions, layers of oxy and hydroxide products form on the surface. These oxidation products have a poor affinity with the collector, which adsorbs ineffectively to the altered surface of the particles and therefore constitute a barrier to collector adsorption. Thus, to improve the efficiency of sulphide recovery by flotation, pre-treatments must be considered in order to create fresh surfaces, allowing to improve the flotation process.

The main goal of this study is to produce a concentrate rich in sulphides and gold using mechanical pre-treatment techniques prior to desulphurization. It also targets the production of a desulphurized material that could be used to cover reclaimed tailings impoundments.

To achieve this objective, two samples were collected from an abandoned mine site in Abitibi-Témiscamingue. A first highly oxidized R1 and a second partially oxidized R2. The two samples contain almost similar sulphur contents around 1% and gold contents equal to 3.82 g/t and 1.41 g/t respectively for R1 and R2.

Following the chemical, physical and mineralogical characterization, various mechanical pretreatment methods including agitation, attrition with silica and re-grinding were tested to clean the sulfide surfaces by removing the oxidation layers.

In order to determine the flotation parameters of the first pre-treatment used, i.e. agitation, various tests were carried out with monitoring of the rotational speed, air flow rate and addition of activant. Based on the results obtained, the flotation parameters that will follow the agitation have been determined. Pretreatment by agitation was tested on both samples R1 and R2. As far as attrition and regrinding are concerned, they have been carried out for the material R1. The sulphur contents in the tailings for the agitation and regrinding tests for R1 are higher than 0.3% (Directive 019). Thus, kinetic tests in mini-alteration cells were carried out for R1 and more precisely for 3 samples M1, M2 and M3 in order to determine their DNC generation potential.

The results obtained for this preliminary work are satisfactory in terms of sulphide and gold concentration in the roughing concentrates. Indeed, the mechanical pretreatments tested eliminated the oxidation products and consequently improved the floatability of the sulphides: for R2, the values of the sulphur contents for concentrates showed a clear increase compared to the standard flotation test and for the tailing of this test, the content complies with Directive 019. For R1, and with agitation and regrinding, the recovery of sulphur and gold is improved. For the attrition for R1, the results are not very satisfactory. This has been explained by the phenomenon of entrainment of certain gangue minerals in the concentrates, thus leading to a dilution of the sulphur contents. Concerning environmental study, the results of the static and kinetic tests confirmed that desulfurized tailings do not produce DMA, however, for samples M1 and M3, the concentrations of As are relatively high and exceed the limit fixed by Directive 019, which could represent a risk of generating DNC into arsenic.

The results obtained for this project offer multiple avenues for optimization to make these methods as economical and profitable as possible. This could be achieved by carrying out a thorough mineralogical study of the sample from the outset, which would certainly make it possible in the future to guide the choice of the various flotation parameters, and consequently, optimization would be less complicated (variation in the time and size of the re-milling, determination of the appropriate collector, use of specific gold collectors).

## TABLE DES MATIÈRES

|   |      |
|---|------|
| DÉDICACE.....   | III  |
| REMERCIEMENTS .....   | IV   |
| RÉSUMÉ.....   | V    |
| ABSTRACT .....  | VIII |
| TABLE DES MATIÈRES .....  | X    |
| LISTE DES TABLEAUX.....   | XIV  |
| LISTE DES FIGURES .....   | XVI  |
| LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....                                    | XIX  |
| LISTE DES ANNEXES .....   | XXI  |
| CHAPITRE 1 INTRODUCTION GÉNÉRALE.....                                     | 1    |
| 1.1 Mise en contexte.....   | 1    |
| 1.2 Problématique environnementale de l'industrie minière au Canada ..... | 2    |
| 1.2.1 Formation du drainage minier acide (DMA).....                       | 2    |
| 1.2.2 Formation du drainage neutre contaminé (DNC).....                   | 4    |
| 1.2.3 Méthodes de gestion des rejets miniers .....                        | 5    |
| 1.3 Problématique.....  | 7    |
| 1.4 Objectifs .....   | 7    |
| 1.5 Structure du document.....  | 7    |
| CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE .....                                     | 9    |
| 2.1 Application de la désulfuration environnementale .....                | 9    |
| 2.1.1 Principe de la désulfuration environnementale .....                 | 9    |
| 2.1.2 Méthodes de gestion intégrée à la restauration .....                | 13   |
| 2.1.3 Collecteurs.....  | 14   |

|                                       |   |    |
|---------------------------------------|---|----|
| 2.1.7                                 | Activant et déprimant .....   | 16 |
| 2.1.8                                 | Autres réactifs.....  | 17 |
| 2.2                                   | Étude de la dégradation superficielle de certains minéraux sulfureux .....                            | 19 |
| 2.2.1                                 | Vieillissement de la pyrite .....   | 20 |
| 2.2.2                                 | Vieillissement de la chalcoppyrite .....  | 20 |
| 2.2.3                                 | Vieillissement de la sphalérite.....  | 21 |
| 2.2.4                                 | Vieillissement de la galène .....   | 21 |
| 2.2.5                                 | Vieillissement de l'arsénopyrite .....  | 22 |
| 2.3                                   | Optimisation de la désulfuration des résidus oxydés .....   | 22 |
| 2.3.1                                 | Ajout de Cu(II) et variation de pH .....  | 23 |
| 2.3.2                                 | Extraction à l'Acide Éthylène Diamine Tétracétique EDTA.....  | 25 |
| 2.3.3                                 | Sulfuration .....   | 26 |
| 2.3.4                                 | Re-broyage .....  | 27 |
| 2.3.5                                 | Attrition .....   | 27 |
| 2.3.6                                 | Sonication.....   | 28 |
| 2.4                                   | Valorisation des vieux résidus miniers des sites abandonnés : Application de la flottation .<br>..... | 30 |
| 2.4.1                                 | Formes de l'or .....  | 30 |
| 2.4.2                                 | Évolution des techniques de l'extraction de l'or .....  | 31 |
| 2.4.3                                 | Application de la désulfuration .....   | 32 |
| 2.5                                   | Justificatif de l'étude .....   | 32 |
| CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES..... |   | 33 |
| 3.1                                   | Matériel.....   | 33 |
| 3.2                                   | Démarches et méthodes de travail.....   | 34 |
| 3.2.1                                 | Caractérisation initiale des échantillons .....   | 34 |

|   |    |
|---|----|
| 3.2.2 Désulfuration .....   | 39 |
| 3.2.3 Prétraitements mécaniques .....   | 42 |
| 3.2.4 Étude du comportement environnemental.....                                  | 44 |
| 3.3 Résultats de la caractérisation du matériel .....                             | 45 |
| 3.3.1 Caractéristiques physiques .....  | 45 |
| 3.3.2 Caractéristiques chimiques .....  | 46 |
| 3.3.3 Caractéristiques minéralogiques.....  | 48 |
| CHAPITRE 4 ARTICLE 1: DESULFURIZATION OF AGED GOLD-BEARING MINE<br>TAILINGS ..... | 52 |
| 4.1 Introduction .....  | 52 |
| 4.2 Experimental methods .....  | 55 |
| 4.2.1 Material Characterisation .....   | 55 |
| 4.2.2 Desulfurization conditions .....  | 56 |
| 4.2.3 Pretreatments .....   | 57 |
| 4.3 Results .....   | 59 |
| 4.3.1 Initial characterisation .....  | 59 |
| 4.3.2 Desulfurization results.....  | 63 |
| 4.3.3 Mechanical pretreatments.....   | 65 |
| 4.4 Discussion.....   | 69 |
| 4.4.1 Mechanical pre-treatments .....   | 69 |
| 4.4.2 Gold recovery .....   | 70 |
| 4.4.3 Desulfurization and reclamation .....                                       | 72 |
| 4.5 Conclusion.....   | 73 |
| CHAPITRE 5 ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES .....   | 79 |
| 5.1 Étude du comportement géochimique .....                                       | 79 |

|   |     |
|---|-----|
| 5.2 Résultats de la flottation pour le matériel partiellement oxydé.....          | 88  |
| 5.2.1 Flottation standard.....  | 88  |
| 5.2.2 Agitation.....  | 89  |
| CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE .....  | 91  |
| 6.1 Matériel fortement oxydé (R1).....  | 91  |
| 6.1.1 Effet des prétraitements mécaniques .....                                   | 91  |
| 6.1.2 Récupération de l'or .....  | 96  |
| 6.2 Matériel partiellement oxydé (R2) .....                                       | 98  |
| 6.2.1 Effet des prétraitements mécaniques .....                                   | 98  |
| 6.2.2. Récupération de l'or .....   | 100 |
| 6.3 Applicabilité de la désulfuration à la valorisation des sites abandonnés..... | 101 |
| CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS .....                                   | 103 |
| BIBLIOGRAPHIE .....   | 107 |
| ANNEXES .....   | 117 |

## LISTE DES TABLEAUX

|   |    |
|---|----|
| Tableau 1.1: Principales méthodes de restauration adaptée à chaque composante du DMA .....              | 6  |
| Tableau 2.1 : Critères d'évaluation du potentiel de génération de l'acide .....                         | 12 |
| Tableau 2.2 : Propriétés d'un grain d'or libre .....  | 30 |
| Tableau 2.3 : Paramètres de flottation de l'arsénopyrite aurifère (Monte et al., 2002) .....            | 32 |
| Tableau 3.1 : Détermination des paramètres de flottation sans prétraitement .....                       | 41 |
| Tableau 3.2 : Conditions opératoires des prétraitements mécaniques .....                                | 42 |
| Tableau 3.3 : Propriétés physiques des échantillons étudiés .....                                       | 46 |
| Tableau 3.4 : Résultats de la caractérisation chimique .....  | 47 |
| Tableau 3.5 : Analyse environnementale .....  | 47 |
| Tableau 3.6 : Résultats des analyses DRX .....  | 48 |
| Tableau 3.7 : Identification des minéraux observés par MO .....   | 48 |
| Tableau 3.8 : Identification des minéraux sulfureux et de leurs produits d'oxydation par .....          | 50 |
| Table 4.1 : Methods used for the initial characterization of the feed sample .....                      | 55 |
| Table 4.2 : Optimization of desulfurization conditions .....  | 57 |
| Table 4.3 : Mechanical pretreatment and flotation conditions .....                                      | 57 |
| Table 4.4 : Results of chemical, physical, and mineralogical characterizations of the feed sample ..... | 61 |
| Table 4.5 : Environmental analysis of the feed sample by chemical static tests .....                    | 63 |
| Table 4.6 : Metallurgical balance sheet for tests T3, T7, T8 and T9 .....                               | 66 |
| Table 4.7 : XRD analysis for the feed sample and T7 tailing's .....                                     | 67 |
| Table 4.8 : Gold analyses for tailings and concentrates after desulfurization tests .....               | 71 |

|   |    |
|---|----|
| Tableau 5.1 : Masses des 3 échantillons .....   | 85 |
| Tableau 5.2 : Propriétés du matériel R2 .....   | 88 |
| Tableau 5.3 : Bilan métallurgique du soufre de la 1 <sup>ère</sup> série flottation ..... | 89 |
| Tableau 5.4 : Bilan métallurgique du soufre de la 2 <sup>ème</sup> série flottation.....  | 90 |
| Tableau 5.5 : Bilan métallurgique de l'or de la 2 <sup>ème</sup> série flottation .....   | 90 |
| Tableau 6.1 : Analyse des teneurs et des récupérations en S .....                         | 91 |
| Tableau 6.2 : Bilan métallurgique pour les tests T3,T6,T7,T8 et T9 .....                  | 93 |
| Tableau 6.3 : Résultats analyses DRX pour le quartz .....                                 | 94 |
| Tableau 6.4 : Analyse DRX de l'alimentation et du rejet (T7) .....                        | 94 |
| Tableau 6.5 : Bilan métallurgique sur l'or pour le matériel R1 .....                      | 96 |



## LISTE DES FIGURES

|  |    |
|--|----|
| Figure 1.1 : Étapes de formation du DMA (Aubertin et al., 2002) .....  | 3  |
| Figure 1.2 : Efficacité des minéraux de la famille des carbonates .....  | 4  |
| Figure 2.1 : Fractions générées par la désulfuration (Bois et al., 2005).....  | 10 |
| Figure 2.2 : Principe de la flottation (Wills et Finch, 2016) .....  | 12 |
| Figure 2.3 : Classification des collecteurs ( Blazy, 1970; Glembotski, 1972; Wills et Finch, 2016)<br>.....  | 15 |
| Figure 2.4 : Interaction eau-bulle de gaz et moussant (Mermillod-Blondin, 2005).....   | 17 |
| Figure 2.5: Influence de la granulométrie sur la flottation (Tortorelli et al., 1997 ; Mermillod-<br>Blondin, 2005).....   | 18 |
| Figure 2.6 : Évolution du taux superficiel de sulfatation au cours du vieillissement à l'air (Brion,<br>1980).....   | 21 |
| Figure 2.7 : Flottation de la sphalérite à pH= 8,5 en fonction de la concentration en Cu (II) ajoutée :<br>Courbe 1 : Pourcentage de la récupération de la sphalérite à pH=8,5 en fonction de la<br>concentration en Cu(II) rajoutée ;Courbe 2 :Concentration de Cu(II) adsorbée (o) et Zn<br>relargué (▲) de la sphalérite à pH=8,5 (Clarke et al., 1995) .....   | 24 |
| Figure 2.8 : Suivi de la récupération et du potentiel zêta à différentes valeurs de pH : Courbe 1 :<br>Suivi de la récupération en fonction de pH sans collecteur (o) et avec collecteur<br>(●);Courbe 2 : Variation du potentiel zêta en fonction du pH et du Cu(II) ajouté : (o):<br>0 mol dm <sup>-3</sup> ; (▲): 2 10 <sup>-5</sup> mol dm <sup>-3</sup> ; (Δ): 2 10 <sup>-4</sup> mol dm <sup>-3</sup> (Clarke et al., 1995)..... | 25 |
| Figure 2.9 : Pourcentage de récupération en fonction de la concentration d'EDTA à pH=8,5 (Clarke<br>et al., 1995).....   | 26 |
| Figure 2.10 : Effet de l'attrition sur la récupération de ZnS par flottation (Clarke et al., 1995) ..  | 28 |
| Figure 2.11 : Récupération par flottation de la chalcoppyrite (1) et de la galène (2) en fonction du<br>temps de flottation et de la puissance de sonication à pH=8,5 et un débit de flottation<br>constant k.....   | 29 |

|  |    |
|--|----|
| Figure 3.1 : Localisation du site Zulapa { <a href="https://www.agnicoeagle.com">https://www.agnicoeagle.com</a> }   | 33 |
| Figure 3.2 : Schéma de caractérisation initiale  | 34 |
| Figure 3.3 : Méthode graphique pour statuer sur le potentiel de génération de DMA (Hane, 2015)   | 39 |
| Figure 3.4 : Méthodologie suivie pour les deux échantillons  | 40 |
| Figure 3.5 : Circuit de flottation pour la désulfuration   | 40 |
| Figure 3.6 : Cellule d'attrition   | 43 |
| Figure 3.7 : Étapes d'attrition  | 43 |
| Figure 3.8 : Essai cinétique en mini cellule d'altération  | 45 |
| Figure 3.9: Réconciliation minéralogique pour l'échantillon R1   | 51 |
| Figure 3.10 : Réconciliation minéralogique pour l'échantillon R2   | 51 |
| Figure 4.1 : Schematic representation of the flotation circuit   | 56 |
| Figure 4.2 : Particle-size distribution of tailings after attrition  | 59 |
| Figure 4.3 : SEM-EDS analyses of pyrite grains in the feed sample  | 60 |
| Figure 4.4 : SEM-EDS analyses of arsenopyrite grains for the feed sample Left: Spectre1<br>– Arsenopyrite; Spectre2 – Angellite. Right: Spectre1+Spectre3+Spectre5 –<br>Arsenopyrite; Spectre2 – Arseniosiderite   | 60 |
| Figure 4.5 : Particle-size distribution of the feed sample   | 62 |
| Figure 4.6 : Analysis of Au and S contents and distributions for each particle-size fraction<br>following wet and dry screening of the feed sample   | 62 |
| Figure 4.7 : Determination of flotation conditions for the agitation tests by varying the following<br>parameters: Rotation speed (T1=1200 rpm; T2=1800 rpm), Airflow (T2=3 L.min <sup>-1</sup> ;<br>T3=6 L.min <sup>-1</sup> ; T4=9 L.min <sup>-1</sup> ) and activation (T3= with CuSO <sub>4</sub> ; T5 = without CuSO <sub>4</sub> ) | 64 |
| Figure 4.8 : Effect of agitation pretreatment (T6) compared to T3 on sulfur recovery and its mass<br>distribution in the rougher concentrate   | 66 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 4.9 : Effect of the attrition pretreatment on sulfur recovery and weight distribution in the rougher concentrates from T7 compared to T3 .....            | 67  |
| Figure 4.10 : Effect of the regrinding pretreatment on sulfur recovery and weight distribution in the rougher concentrates from T8 and T9 compared to T3 .....   | 68  |
| Figure 4.11: Comparison of the efficiencies of mechanical pretreatments: sulfur recovery, sulfur content, and mass distribution in the rougher concentrates..... | 70  |
| Figure 5.1 : Évolution du pH, conductivité et Eh du matériels M1: Alimentation; M2: Rejet (T6) et M3: Rejet (T9).....  | 79  |
| Figure 5.2 : Concentrations ponctuelles des éléments majeurs dans les lixiviats du matériels .....   | 81  |
| Figure 5.3 : Valeurs cumulées de Mg en fonction des valeurs cumulées de Ca pour M1: Alimentation; M2: Rejet (T6) et M3: Rejet (T9) .....                         | 82  |
| Figure 5.4 : Valeurs cumulées de Ni en fonction des valeurs cumulées de As pour M1: Alimentation; M2: Rejet (T6) et M3: Rejet (T9) .....                         | 84  |
| Figure 5.5 : Charges cumulatives normalisées de S en fonction du temps du matériels M1: Alimentation; M2: Rejet (T6) et M3: Rejet (T9) .....                     | 85  |
| Figure 5.6 : Charges cumulatives normalisées du Ca, Mg et Mn en fonction du S du matériels M1: Alimentation; M2: Rejet (T6) et M3: Rejet (T9) .....              | 86  |
| Figure 5.7 : Prolongement de la courbe d'oxydation neutralisation .....  | 87  |
| Figure 6.1 : Effet des prétraitements mécaniques pour R1 .....   | 92  |
| Figure 6.2 : Observation au MEB d'une section préparée à partir du rejet du test (T6) .....  | 93  |
| Figure 6.3 : Observation au MEB d'une section préparée à partir du rejet du test (T9) .....  | 95  |
| Figure 6.4 : Aspect visuel de la pulpe .....   | 95  |
| Figure 6.5 : Distribution de l'or et des sulfures pour R1 .....  | 98  |
| Figure 6.6: Effet de l'agitation sur la désulfuration du matériel partiellement oxydé (R2) .....   | 99  |
| Figure 6.7 : Cinétique de flottation pour les tests réalisés sur le Matériel R2 .....  | 100 |
| Figure 6.8 : Distribution de l'or et du soufre.....  | 101 |

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

|         |   |
|---------|---|
| ABA     | Acid base accounting  |
| AMD     | Acid mine drainage  |
| AP      | Acidity potential   |
| CEBC    | Couverture à effet de barrière capillaire                           |
| CND     | Contaminated neutral drainage                                       |
| Cc      | Coefficients de courbure  |
| Cu      | Coefficient d'uniformité  |
| DMA     | Drainage minier acide   |
| DNC     | Drainage neutre contaminé   |
| DRX     | Diffraction rayons X  |
| EDS     | Energy dispersive spectrometer                                      |
| EDTA    | Acide Éthylène Diamine Tétracétique                                 |
| ICP-AES | Inductively coupled plasma and atomic emission spectroscopy         |
| KAX     | Potassium isoamylxanthate   |
| LD      | Limite de détection   |
| M1      | Alimentation (R1) utilisé pour un test cinétique                    |
| M2      | Rejet du test d'agitation (T6)                                      |
| M3      | Rejet du test de re-broyage (T9)                                    |
| MEB     | Microscopie électronique à balayage                                 |
| MDDEP   | Ministère du développement durable, de l'environnement et des parcs |
| MIBC    | Methyl IsoButyl Carbinol  |
| MMSD    | Mining, Minerals and Sustainable Development                        |
| NP      | Neutralization Potential  |
| NNP     | Net Neutralization Potential  |
| OM      | Optical microscopy  |
| PA      | Potentiel de l'acidité  |
| PAX     | Potassium Amyl Xanthate   |
| PN      | Potentiel de neutralisation   |
| R1      | Matériel fortement oxydé  |

|                  |  |
|------------------|--|
| R2               | Matériel partiellement oxydé                             |
| REMM             | Règlement sur les effluents des mines de métaux          |
| SEM              | Scanning electron microscopy                             |
| Sp               | Spectre  |
| URSTM            | Unité de recherche et de service en technologie minérale |
| UQAT             | Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue            |
| WDS              | Wavelength Dispersive Spectroscopy                       |
| X <sup>-</sup>   | Ion xanthate   |
| X                | Xanthate   |
| X <sub>ads</sub> | Xanthate adsorbé   |
| X <sub>2</sub>   | Dixanthogène   |
| XRD              | X-ray diffraction  |
| XRF              | Fluorescence des rayons X                                |
| XPS              | X-ray photoelectron spectroscopy                         |

## LISTE DES ANNEXES

|                                      |     |
|--------------------------------------|-----|
| ANNEXE A Bilan métallurgique.....    | 117 |
| ANNEXE B Analyses physiques .....    | 122 |
| ANNEXE C Analyses chimiques.....     | 124 |
| ANNEXE D Analyses minéralogique..... | 138 |

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION GÉNÉRALE

### 1.1 Mise en contexte

La fin du 20<sup>ème</sup> siècle a été marquée par une prise de conscience importante de la part des législateurs et des industries minières des répercussions qu'engendre l'activité minière sur l'environnement ainsi que sur les communautés locales. De ce fait, plusieurs ajustements ont été adoptés par des opérateurs du secteur minier afin de répondre aux exigences du gouvernement, qui sont de plus en plus sévères. En plus d'instaurer des lois et des réglementations, le gouvernement a pour mission de restaurer des vieux sites abandonnés dont les anciens propriétaires ou exploitants sont inconnus ou disparus (MERN, 2013). Dans plusieurs cas, ces sites sont sévèrement contaminés et leur restauration représente un réel défi (Bussière et al., 2005). En contrepartie, puisque les procédés d'extraction utilisés auparavant présentaient certaines limites et n'étaient pas aussi développés et performants que ceux d'aujourd'hui, certains parcs à résidus dans certaines conditions peuvent constituer des véritables gisements secondaires de métaux de valeur tel que l'or et l'argent (Xie et al., 2005). De plus, le coût du retraitement des résidus est généralement inférieur à celui du traitement du minerai d'origine, puisque l'exploitation minière et le concassage ont déjà été réalisés ; ce qui implique une économie importante en éliminant des étapes onéreuses du procédé (Wills et Finch, 2016).

Le principal problème de ces sites, résultant de l'activité minière, est le drainage minier acide (DMA). Ce phénomène est une conséquence de l'exposition des rejets de concentrateur aux conditions atmosphériques. L'association air/eau et minerai provoque une oxydation des minéraux sulfureux (Aubertin et al., 2015; Ayora et al., 2013). Ce problème environnemental reste jusqu'à présent le type de drainage le plus connu et le plus problématique de l'industrie minière. Cependant, d'autres types de drainage existent également, comme le drainage neutre contaminé (DNC), le drainage salin ou le drainage alcalin, qui peuvent également se produire (Nordstrom et al., 2015).

Pour remédier à ces problèmes majeurs, plusieurs moyens préventifs ont été développés et mis en place, parmi lesquels il y a la désulfuration environnementale, un procédé qui permet de produire par flottation un rejet désulfuré qui peut être déposé directement dans les parcs à résidus (Benzazoua et al., 2000). Dans le cas des anciens sites abandonnés, les résidus ont été exposés à l'air et diverses intempéries durant des longues périodes, ce qui a causé des modifications de leurs

états et de leurs propriétés de surfaces ainsi que plusieurs états d'altération qui rendent difficile leur séparation par flottation (Clarke et al., 1995). Ainsi, des étapes de prétraitement s'avèrent nécessaires pour créer des zones fraîches à la surface des minéraux et qui sont plus réactives à la flottation dans le but d'augmenter les performances du retraitement.

## **1.2 Problématique environnementale de l'industrie minière au Canada**

L'industrie minière contribue de façon significative à l'activité économique canadienne en termes des exportations et de création de l'emploi. Cependant elle est aussi un facteur de risque environnemental car elle génère divers types de rejets, solides et liquides qui doivent être gérés de façon rationnelle et sécuritaire afin de protéger l'environnement et mieux répondre aux exigences du gouvernement qui s'avèrent de plus en plus strictes et contraignantes (ex : Directive 01, 2012; REMM, 2018).

Le principal défi des industries minières au Canada consiste à remédier au problème du DMA. La réaction d'oxydation des sulfures exposés à l'eau et à l'air est amplifiée par la présence de bactéries et se caractérise par une baisse de pH et une mise en solution des éléments métalliques et des sulfates. Ce phénomène est le résultat d'un déficit en minéraux neutralisants (acidivores) incapables de maintenir le pH près de la neutralité. Ainsi, il en résulte un potentiel de génération d'acidité des rejets miniers sulfureux supérieur au potentiel de neutralisation (Aubertin et al., 2015).

En plus du DMA, il existe un autre problème environnemental qui préoccupe l'industrie minière, c'est le DNC. Ce phénomène est le résultat de la même réaction d'oxydation des sulfures qui décrit le phénomène de DMA, mais dont l'effluent possède un pH neutre (Plante, 2010). En effet, certains métaux en traces et métalloïdes, comme l'As, le Cd, le Pb et le Zn, sont solubles à un pH proche de la neutralité (entre 6,5 et 9,5) et peuvent potentiellement contaminer les effluents miniers (Benzaazoua et al., 2013).

### **1.2.1 Formation du drainage minier acide (DMA)**

Pour expliquer le phénomène du DMA, on utilise généralement la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ) et la pyrrhotite ( $\text{Fe}_{1-x}\text{S}$ ), puisque ce sont les minéraux sulfureux représentatifs du phénomène d'oxydation (Aubertin et al., 2002) en raison de leur abondance et réactivité. La génération du DMA se déroule selon trois étapes. En effet, comme le montre la Figure 1.1, au cours de la phase I, la pyrite s'oxyde



en libérant les ions  $\text{Fe}^{2+}$ , qui à leur tour vont s'oxyder en  $\text{Fe}^{3+}$ , ce qui engendre une acidification du milieu.

Pour une valeur de  $\text{pH} > 3-3,5$ , en fonction de la concentration totale en Fe, les ions  $\text{Fe}^{3+}$  précipitent sous forme d'hydroxyde ferrique  $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ , ce qui va générer d'avantage d'acidité en libérant trois moles de  $\text{H}^+$ . La phase II est marquée par une diminution de pH, suite à un épuisement de minéraux neutralisants. Lorsque le pH baisse en dessous de 3,5, les ions  $\text{Fe}^{3+}$  agissent comme oxydant, et pour chaque 14 mole de  $\text{Fe}^{3+}$ , la pyrite génère plus d'acidité ( $16\text{H}^+$ ), durant la phase III (Nordstrom et al., 2015). Ce processus est auto entretenu tant que les ions  $\text{Fe}^{3+}$  et la pyrite ne sont pas encore épuisés (Aubertin et al., 2002).

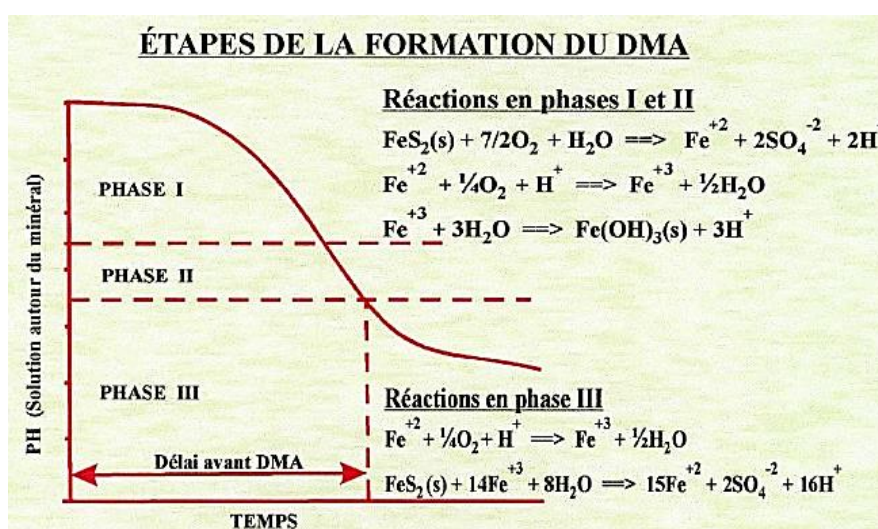


Figure 1.1 : Étapes de formation du DMA (Aubertin et al., 2002)

La présence des minéraux neutralisants peut jouer un rôle important dans l'ampleur de génération de DMA. En effet, ces minéraux réagissent avec l'acide sulfurique formé lors de l'oxydation des sulfures pour les neutraliser (Sherlock et al., 1995).

Il existe plusieurs familles de neutralisants (carbonates, oxydes et hydroxydes, silicates et phosphates) dont la plus efficace est celle des carbonates. La Figure 1.2 classe certains minéraux de la famille des carbonates par ordre croissant selon leur efficacité (Bussière et al., 2005).

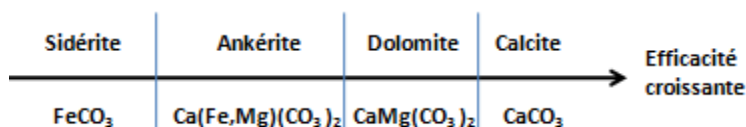


Figure 1.2 : Efficacité des minéraux de la famille des carbonates

La calcite est le minéral utilisé pour décrire le phénomène. La réaction de neutralisation montre que pour neutraliser une mole d'acide sulfurique, il faut deux moles de calcite. Cette réaction donne comme produits des bicarbonates, des sulfates et du calcium (Aubertin et al., 2002).

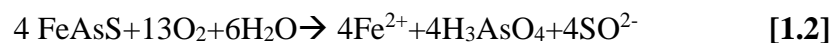


Contrairement aux réactions d'oxydation des sulfures, les réactions de neutralisation peuvent avoir lieu en absence d'oxygène (Aubertin et al., 2002).

### 1.2.2 Formation du drainage neutre contaminé (DNC)

Dans la région canadienne de l'Abitibi, plusieurs mines renferment de l'arsénopyrite dans leurs minerais. Bien que ce minéral soit associé assez souvent à l'or, sa présence dans le résidu minier peut causer du DMA si le potentiel de neutralisation du matériel ne contrebalance pas l'acidité produite lors de l'oxydation (Derycke, 2012).

En ce qui concerne le DNC, l'acidité produite lors de l'oxydation est neutralisée par la dissolution de silicates et/ou carbonates. La réaction d'oxydation de l'arsénopyrite donne comme produit l'arsenic, qui, à cause de sa haute toxicité et parfois de ses concentrations qui dépassent les normes réglementaires, peut causer des problèmes lors de la restauration (Derycke, 2012). Dans un milieu oxydant, à des valeurs de pH neutre, l'arsenic présente une solubilité très élevée et est dissous sous la forme d'ion arséniate  $\text{AsO}_4^{3-}$  (Haffert et Oaw., 2008).



Au Canada, ils existent plusieurs exemples de mines dont les rejets miniers génèrent du DNC en nickel, dont le cas des rejets de concentrateurs et des stériles envoyés du site minier Voisey's Bay, situé dans la province de Terre-Neuve-et-Labrador (Beak, 1997), le cas des stériles de la mine Raglan (Rinker et al., 2003), ainsi que les stériles de la mine Tio (Rio Tinto), au Québec (Plante et al., 2014).

### **1.2.3 Méthodes de gestion des rejets miniers**

Actuellement, les problèmes environnementaux sont pris en compte et traités sérieusement par les mines. Un plan de fermeture et de restauration est d'ailleurs imposé dès leur ouverture et la déposition des rejets dans les parcs à résidus est réglementée par des lois provinciales (Loi sur les mines) et des réglementations sur l'exploitation minière tel que la Directive 019, (2012) et le REMM (Règlement sur les effluents des mines des métaux) (DORS, 2002-222, 2018).

Ces réglementations sévères obligent les compagnies à améliorer leurs systèmes déjà mis en place pour la gestion des rejets miniers (Bussière et al., 2005). De ce fait, plusieurs techniques de prévention et de contrôle du DMA ont été développées et mises en place. Elles visent à diminuer l'oxydation des minéraux sulfureux par l'élimination ou la réduction de la disponibilité d'au moins un de ces trois facteurs : oxygène, eau et sulfures, pour ralentir et arrêter la formation du DMA (Aubertin et al., 2002). Cependant, en ce qui concerne la génération du DNC, peu d'études portent sur les techniques de son traitement ou les méthodes de sa prévention. Le Tableau 1.1 classe différentes méthodes de restauration selon la composante sur laquelle la technique agit.

Tableau 1.1: Principales méthodes de restauration adaptée à chaque composante du DMA

|              | Techniques  | Limites  | Sites   |
|--------------|---|--|---|
| L'eau        | <p>✓ Barrières imperméables : Ce sont des techniques utilisées généralement pour les climats arides. Elles reposent sur le fait de couper l'apport en eau, ainsi que l'infiltration des eaux de ruissellement dans les eaux contaminées pour empêcher par conséquent la génération de DMA, comme par exemple les géo membranes (Fenemore et al., 1998).</p> | <p>✓ Les géo membranes peuvent présenter des problèmes d'instabilité physique à long terme, elles peuvent se dégrader ce qui va augmenter l'infiltration d'eau.</p>  | <p>Poirier<br/>(Bussièrre et al., 2005; Maurice, 2002).</p> |
| L'oxygène    | <p>✓ Recouvrement aqueux : Il consiste à limiter la quantité d'oxygène qui peut atteindre les résidus. Il s'agit d'un entreposage de résidus dans des lacs naturels ou artificiels assuré par la construction de digues (Kachhwal et al., 2013).</p>  | <p>✓ Le recouvrement aqueux dépend fortement du bilan hydrique du site. Dans les périodes de sécheresse, le niveau d'eau peut diminuer, ce qui peut provoquer la remise en solution de certains éléments.</p>  | <p>Don Rouyn<br/>(Awoh et al., 2013)</p>                    |
|              | <p>✓ Couvertures multicouches : Son principal but est de limiter la migration d'oxygène responsable de l'oxydation des résidus générateurs d'acidité en maintenant une couche à un haut degré de saturation par effets de barrière capillaire (Aubertin et al., 2002).</p>  | <p>✓ Les cycles de gel dégel, la végétation ainsi que la pente peuvent affecter la performance des CEBC à long terme.</p>  | <p>Lorraine<br/>(Bussièrre et al., 2005)</p>                |
|              | <p>✓ Couverture monocouche avec nappe phréatique surélevée : Vise à maintenir par capillarité un degré de saturation suffisamment élevée dans les résidus au-dessus de la nappe phréatique pour empêcher leur oxydation (Ouangrawa et al., 2010).</p>   | <p>✓ La restauration par couverture monocouche avec nappe phréatique surélevée est sensible aux variations des bilans hydriques du site.</p>   | <p>Manitou<br/>(Ethier, 2018)</p>                           |
| Les sulfures | <p>✓ Désulfuration : Cette technique consiste à retirer par flottation les sulfures des rejets miniers avant leur entreposage en surface pour que le pouvoir net de neutralisation soit plus grand que le pouvoir net de génération d'acide dans la fraction désulfurée (Benzaazoua et al., 2000)</p>   | <p>✓ Quand il s'agit de grands volumes de résidus à traiter, cette technique ne serait pas très avantageuse puisqu'elle va générer une quantité importante de concentré de sulfures.<br/>✓ Le fait que les résidus peuvent présenter parfois un faible pouvoir de neutralisation. Ceci présente aussi un inconvénient majeur dans l'utilisation de la désulfuration environnementale</p> | <p>Onaping<br/>(Martin et Fyfe, 2007)</p>                   |

### 1.3 Problématique

Plusieurs études ont démontré l'efficacité du procédé de désulfuration à produire un rejet non problématique à partir d'un matériel frais. Cependant, peu de travaux ont étudié la flottation d'un matériel fortement oxydé contenant une teneur non négligeable en or. Pour ce cas d'étude, avant de commencer le processus de désulfuration, il est primordial d'enlever les couches de produits d'oxydation afin de faciliter l'adsorption du collecteur à la surface des minéraux et améliorer ainsi les résultats de la désulfuration. Pour ce faire, différentes méthodes de prétraitements mécaniques ont été testées dans le but d'augmenter l'efficacité du procédé de désulfuration par flottation.

Pour l'hypothèse de départ, plusieurs recherches considèrent que l'or est généralement associé aux sulfures, et plus précisément, pyrite, pyrrhotite et arsénopyrite (Monte et al., 1997). C'est dans cette logique que la désulfuration environnementale a été envisagée comme étant l'option qui permettra de concentrer les sulfures et l'or qui y est associé. Par le même procédé, l'arsenic sera également concentré et il sera ainsi possible de remédier au problème de DNC lié à la présence de l'arsénopyrite dans les résidus miniers testés.

### 1.4 Objectifs

L'objectif principal de ce projet est d'évaluer l'applicabilité de la désulfuration environnementale dans le cadre de la restauration des parcs à résidus oxydés et/ ou abandonnés. Cet objectif sera réalisé par le biais des objectifs spécifiques suivants :

- Produire un rejet non problématique pouvant servir comme couverture pour la restauration des parcs à résidu tout en concentrant l'or résiduel du traitement antérieur.
- Comparer les différentes méthodes de prétraitement mécaniques afin d'améliorer le processus de flottation des résidus oxydés
- Évaluer la récupération de l'or dans les concentrés de sulfures
- Étudier le comportement environnemental par des mini cellules d'altération afin de statuer sur le potentiel de génération du DMA et du DNC pour le matériel fortement oxydé suite à la désulfuration.

### 1.5 Structure du document

Pour répondre aux objectifs de ce projet, ce mémoire sera composé de six chapitres.

Après l'introduction dans le premier chapitre, le deuxième chapitre sera consacré à une revue de littérature où le principe de la technique de désulfuration environnementale par flottation sera présenté en mettant l'emphasis sur le phénomène de vieillissement des minéraux des sites abandonnés. Les différentes méthodes de prétraitement utilisées pour améliorer la flottation des résidus altérés seront présentées également dans ce chapitre. Ceci sera réalisé grâce à la synthèse de différents travaux de recherche et de la littérature, parmi lesquels Aubertin et al. (2015); Bussière et al. (2005); Clarke et al. (1995); Derycke (2012); Mermillod-Blondin (2005); Wills et Finch (2016).

Le troisième chapitre décrit la méthodologie suivie pour ce travail et est structuré comme suit : tout d'abord, la présentation du site étudié, suivi de la présentation des différents essais de caractérisation initiale des échantillons collectés puis la présentation des différents tests de flottation réalisés sur les échantillons étudiés R1 (Matériel fortement oxydé) et R2 (Matériel partiellement oxydé) à l'échelle du laboratoire en cellule Denver de 2,5 L. Dans ce chapitre, différents prétraitements mécaniques testés, parmi lesquels l'agitation, l'attrition avec silice et le re-broyage, sont présentés.

Le quatrième chapitre est sous forme d'article intitulé « Desulphurization of aged gold-bearing mine tailings », où les résultats des essais de désulfuration sur un matériel fortement oxydé sont présentés. Dans ce chapitre, l'efficacité des méthodes de prétraitements mécaniques pour nettoyer les surfaces altérées du matériel ainsi que la récupération de l'or ont été également abordées. Cet article a été publié dans la revue Minerals Engineering.

Le cinquième chapitre est une étude complémentaire de ce qui a été précédemment présenté, divisé en deux grandes parties : la première concerne l'étude du comportement environnemental de rejets produits par désulfuration afin de statuer sur le potentiel de génération de DNC pour l'échantillon R1, et la deuxième partie est relative aux résultats de désulfuration environnementale obtenus sur un matériel partiellement oxydé R2.

Le sixième chapitre est une discussion générale où tous les résultats importants sur l'effet des prétraitements mécaniques pour les deux échantillons R1 et R2 sont synthétisés. Dans cette même partie, la forme de l'or pour ce matériel est également discutée.

Et enfin dans le septième chapitre, les différentes conclusions ainsi que les recommandations sont présentées.

## **CHAPITRE 2    REVUE DE LITTÉRATURE**

Ce chapitre constitue la revue bibliographique qu'il a été utile de mener dans le cadre de cette étude. Cette partie vise à présenter la désulfuration environnementale comme technique de gestion des rejets et aussi comme étant une méthode de valorisation pour les résidus vieilliss. Elle mettra également en évidence l'importance du prétraitement qui précède la flottation des résidus oxydés.

### **2.1    Application de la désulfuration environnementale**

Il existe diverses méthodes de séparation des minéraux, dont les méthodes physiques et chimiques. Les procédés physiques consistent à séparer les particules en se basant sur les différences entre leurs propriétés physiques ainsi que le comportement des minéraux dû à la taille, la densité et l'énergie superficielle (séparation gravimétrique, magnétique). Quant aux procédés de séparation chimiques, ils se font par lixiviation d'un ou de plusieurs minéraux dans le but de récupérer les minéraux de valeurs tel que l'or, l'argent, l'uranium et, dans certains cas, le cuivre (Mermillod-Blondin, 2005). La désulfuration environnementale par flottation est un procédé de séparation physico-chimique qui permet de récupérer les sulfures des résidus miniers. Actuellement, les industriels manifestent un grand intérêt pour cette technique en raison de ses divers avantages. En effet, ce procédé de prévention du DMA, mais aussi du DNC, est considéré comme économique et efficace et a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche au cours des dernières années (ex : Benzaazoua et al., 2008; Benzaazoua et al., 2017; Bussière et al., 1998; Derycke, 2012; Hesketh et al., 2010).

#### **2.1.1    Principe de la désulfuration environnementale**

La désulfuration a pour objectif principal la récupération de toute source potentielle de DMA et plus précisément les sulfures (Benzaazoua et al., 2000). Ce procédé permet d'obtenir une fraction non génératrice d'acidité ayant un potentiel de neutralisation (PN) supérieur à son potentiel d'acidification (PA) et une deuxième fraction caractérisée par un PA élevé, comme le montre la Figure 2.1.

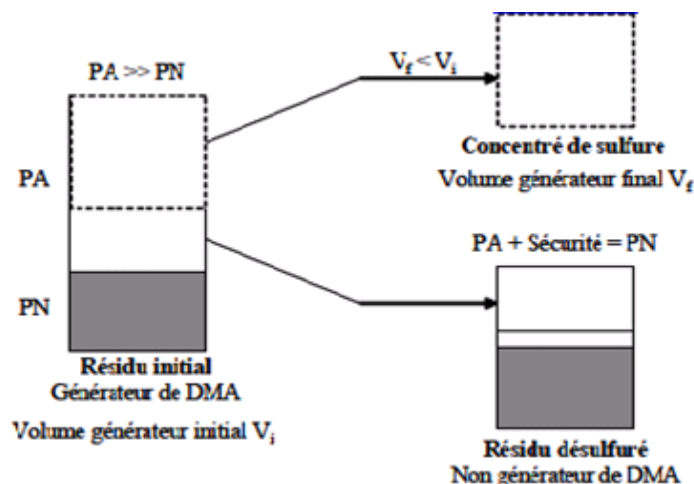


Figure 2.1 : Fractions générées par la désulfuration (Bois et al., 2005)

### ✓ Potentiel d'acidification (PA)

Le PA est une mesure de l'acidité totale pouvant être générée par un échantillon suite à l'oxydation des minéraux sulfureux et plus précisément la pyrite et la pyrrhotite. Le PA est exprimé en équivalents kg calcite par tonne selon la formule :

$$\text{PA (kg CaCO}_3\text{/t)} = \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_S} = 10 \times \frac{100 \text{ g/mol}}{32 \text{ g/mol}} = 31,25 \times \% S_{\text{total}} \quad [2.1]$$

Certaines méthodes vont seulement considérer le  $S_{\text{sulfures}}$  qui est le résultat de la différence entre le  $S_{\text{total}}$  et le  $S_{\text{sulfates}}$ . Ce calcul considère que les sulfures vont se comporter comme la pyrite, ce qui mène à avoir des résultats sous-estimés ou surestimés vu que les sulfures ne génèrent pas toujours la même acidité que la pyrite (Bouzahzah, 2013).

### ✓ Potentiel de neutralisation (PN)

Le PN est une mesure de tout l'acide pouvant être consommé par un échantillon et il est exprimé en équivalents de  $\text{CaCO}_3$ /tonne de matériel. Les principales sources de PN dans les matériaux géologiques sont les carbonates, silicates ainsi que les hydroxydes (Bouzahzah, 2013). Le calcul de PN peut se faire à l'issue des analyses chimiques et plus précisément les résultats d'analyse du carbone total en faisant l'hypothèse que tous les carbonates réagissent comme la calcite et en se référant à la formule suivante :

$$\text{PN (kg CaCO}_3\text{/t)} = \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_C} = 10 \times \frac{100 \text{ g/mol}}{12 \text{ g/mol}} = 83,33 \times \% C_{\text{carb}} \quad [2.2]$$



Or dans certains cas, ce calcul donnera des valeurs de PN surestimées en présence d'autres sources de C (graphite,  $C_{org}$ ).

Un autre test chimique statique pour la détermination du PN, très populaire en Amérique pour les industries minières, est la méthode de Sobek et al., (1978). La première étape du test consiste à ajouter quelques gouttes d'HCl à environ 1 à 2 grammes d'échantillon pour évaluer visuellement l'effervescence et par conséquent, la réactivité des neutralisants (absent, faible, moyen, fort). À la suite de cette étape (test de Fizz), l'échantillon est placé dans un erlenmeyer avec un volume d'eau déionisée et un volume d'HCl fixé par le test de Fizz, puis chauffé jusqu'à ce que les bulles formées lors de l'ajout de HCl s'estompent. Une fois refroidie, la solution est titrée avec du NaOH jusqu'à un pH final de 7.0 pour évaluer l'acidité restante et ainsi déterminer le PN selon l'équation suivante (Bouzahzah et al., 2015; Sobek et al., 1978).

$$PN (Kg CaCO_3/t) = \frac{[(N_{HCl} \times V_{HCl}) - (N_{NaOH} \times V_{NaOH})] \times 50}{m} \quad [2.3]$$

Où :  $N_{HCl}$  et  $N_{NaOH}$  sont respectivement les molarités de HCl et NaOH;  $V_{HCl}$  et  $V_{NaOH}$  sont respectivement les volumes (mL) ajoutés de HCl et NaOH pour atteindre pH 7 et  $m$  est la masse de l'échantillon (g).

Il existe également d'autres méthodes de calcul qui prennent en considération les analyses minéralogiques (Kwong, 1993; Lappako, 1994; Lawrence et Scheske, 1997). Le calcul du PN est plus réaliste dans ce cas à condition d'obtenir une analyse minéralogique très précise.

Pour évaluer le potentiel de génération d'acide d'un échantillon, deux critères sont utilisés :

- ✓ Critère d'évaluation basé sur le potentiel net de neutralisation ( $PNN_{carb}$  et  $PNN_{Sobek}$ )
- ✓ Critère du ratio de potentiel de neutralisation RPN ( $RPN_{carb}$  et  $RPN_{Sobek}$ )

Un exemple de classification est présenté dans le Tableau 2.1 en se référant à l'étude de Miller et al., (1991), ABA de Sobek et al., (1978) pour le PNN, et celle de Adam et al., (1997) pour Sobek et al., (1978) pour le RPN.

Tableau 2.1 : Critères d'évaluation du potentiel de génération de l'acide

| Miller et al. (1991), ABA de Sobek et al. (1978) |                        |
|--|------------------------|
| PNN (kg CaCO <sub>3</sub> /t) < -20              | Générateur d'acide     |
| -20 < PNN (kg CaCO <sub>3</sub> /t) < 20         | Incertain              |
| PNN (kg CaCO <sub>3</sub> /t) > 20               | Non générateur d'acide |
| Adam et al. (1997) pour Sobek et al. (1978)      |                        |
| RPN < 1  | Générateur d'acide     |
| 1 < RPN < 2,5                                    | Incertain              |
| RPN > 2,5  | Non générateur d'acide |

La flottation est parmi les méthodes les plus utilisées pour réaliser la désulfuration environnementale. Elle permet de concentrer les sulfures et par conséquent de produire une fraction très génératrice d'acidité. Cette fraction est flottée grâce à une modification des propriétés de surface des particules, en jouant sur le caractère hydrophobe ou hydrophile des sulfures à flotter (Benzaazoua et al., 2000).

En effet, une fois que le résidu est broyé, certains réactifs chimiques sont ajoutés afin de s'adsorber à la surface de certains minéraux pour assurer la sélectivité de ce procédé. La figure 2.2 présente le principe du procédé de flottation, qui illustre également les principaux composants de la cellule de flottation. La cellule de flottation est une cuve rectangulaire munie d'un agitateur. Celle-ci est alimentée perpendiculairement en résidu en même temps qu'un flux d'air ascendant est introduit. Les particules naturellement ou artificiellement hydrophobes s'accrochent aux bulles et montent ainsi à la surface de la pulpe où elles sont récupérées sous forme d'écume. Cependant, celles qui sont hydrophiles restent dans les cellules et s'écoulent en soutirage (Blazy et Jdid, 2001).

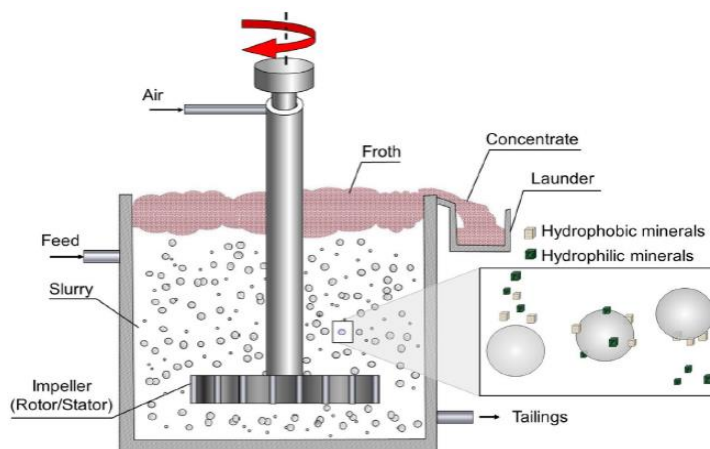


Figure 2.2 : Principe de la flottation (Wills et Finch, 2016)

Lors de la flottation, la sélectivité et l'efficacité de la récupération sont contrôlées par les trois mécanismes d'interaction bulle-particule suivants :

- ✓ Un attachement sélectif des particules hydrophobes naturellement ou artificiellement aux bulles d'air ;
- ✓ Un entrainement des particules hydrophiles par l'eau qui atteint l'écume ;
- ✓ Un piégeage physique des particules entre la pulpe et les bulles d'air (Wills et Finch, 2016).

L'attachement sélectif des particules est considéré comme étant le mécanisme de récupération le plus important. En effet, il met en jeu la réactivité des surfaces des particules pour induire la sélectivité nécessaire à une séparation efficace grâce aux réactifs chimiques ajoutés. Ces derniers vont permettre de modifier les propriétés de surface des minéraux pour les rendre plus ou moins attractifs aux bulles d'air (Wills et Finch, 2016).

### **2.1.2 Méthodes de gestion intégrée à la restauration**

Suite à la désulfuration, deux fractions distinctes sont générées : un rejet désulfuré non problématique et un concentré de sulfures fortement générateur d'acide. Pour que le rejet soit non problématique, il faut qu'il soit non générateur de DMA et DNC. Pour la prédiction du DMA, plusieurs méthodes ont été élaborées et permettent même de simuler des conditions réelles similaires à celles du terrain comme les essais en colonne (Plante, 2010). Cependant et jusqu'à présent, aucun outil n'a été conçu spécialement pour la prédiction du DNC. En effet, les méthodes adoptées à cet effet sont les tests de lixiviation en système fermé, les essais statiques, les essais cinétiques et enfin les modèles mathématiques (Plante, 2010).

Une fois que la désulfuration est réalisée, il serait question de gérer des volumes réduits de façon significative pour la portion génératrice d'acide. Ce concentré obtenu suite à la désulfuration peut être utilisé comme remblai minier en pâte cimentée, où il est stabilisé par enrobage dans les ciments (Benzaazoua et al., 2008). Dans d'autres cas, cette fraction riche en sulfures peut contenir des teneurs importantes en métaux à grandes valeurs ajoutées tel que l'or et l'argent, potentiellement récupérables (Monte et al., 1997). Ceci permettrait ainsi de réduire les coûts associés à la restauration. En effet, grâce à cette méthode, il serait possible de récupérer la valeur contenue dans les résidus, qui ont été perdus lors d'un traitement antérieur, ou de valoriser des produits considérés comme des déchets dans le passé dans un nouvel ordre économique (Wills et Finch, 2016). Le rejet désulfuré quant à lui peut également être valorisé comme étant un matériau de recouvrement dans

les CEBC qui permettent de réduire la quantité d'oxygène responsable de l'oxydation des résidus potentiellement générateurs de DMA (Demers et al., 2008). Ceci permet ainsi de réduire le besoin d'avoir recours à des matériaux naturels pour la restauration.

Pour mieux comprendre le processus de désulfuration par flottation, il est important de présenter les réactifs requis pour assurer une meilleure récupération ainsi qu'une bonne sélectivité. C'est un procédé dont la performance dépend fortement de la chimie de surface. Cette technique fait intervenir quatre paramètres importants : la minéralogie, la libération, la texture ainsi que la taille des particules (Mermillod-Blondin, 2005).

### **2.1.3 Collecteurs**

Un des principaux réactifs de la flottation est le collecteur ; il permet de réduire l'affinité des sulfures avec l'eau en les rendant hydrophobes. Il en résulte des particules ayant une affinité avec les bulles d'air et pouvant par conséquent flotter à la surface (Wills et Finch, 2016).

Les collecteurs sont des tensioactifs organiques naturels ou synthétiques, qui donnent un caractère hydrophobe aux surfaces de certains minéraux grâce à une structure bien spécifique. En effet, les collecteurs présentent une tête polaire qui se fixe au minéral et une chaîne hydrocarbonée apolaire qui va conférer le caractère hydrophobe à la surface du minéral. Il existe des collecteurs ioniques et non ionique. Les collecteurs ioniques regroupent les collecteurs anioniques et cationiques. La famille des sulphydryls (thiosels), qui sont des collecteurs anioniques, regroupe les principaux collecteurs des minéraux sulfurés à savoir : xanthates, dithiophosphates et thiocarbamates (Wills et Finch, 2016 ; Blazy, 1970) comme le montre la Figure 2.3.

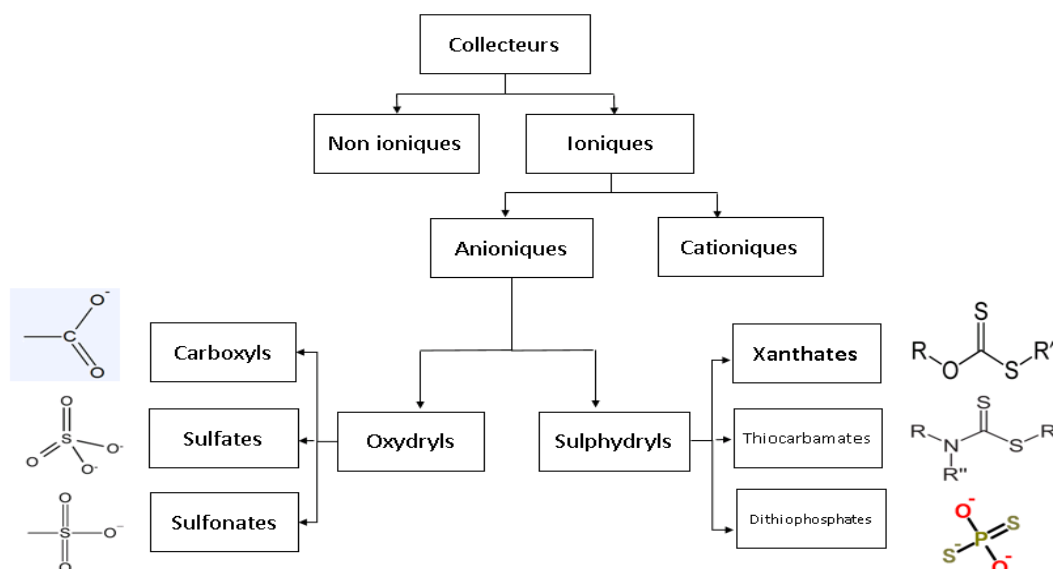


Figure 2.3 : Classification des collecteurs (Blazy, 1970 ; Glembotski, 1972 ; Wills et Finch, 2016)

Les sulfures sont connus comme étant des minéraux peu hydrophiles. Pour obtenir une meilleure flottation, il faut les rendre encore plus hydrophobes. Les principaux collecteurs utilisés pour les flotter sont les xanthates (Mermillod-Blondin, 2005). Il s'agit des thiosels constitués d'un groupement polaire soufré (S-C-S) et d'un groupement alkyl (chaîne hydrocarbonée saturée). Ces collecteurs se fixent à la surface des sulfures et forment un film hydrophobe autour des particules collectées ce qui permet l'attachement à la bulle d'air et par conséquent la flottation des particules à la surface (Derycke, 2012).

L'adsorption du xanthate peut se faire selon trois mécanismes à la surface des sulfures selon Woods et Richardson (1986) et ceci en fonction du pH du milieu ainsi que de la concentration initiale en xanthate (Mermillod-Blondin, 2005).

- ✓ Adsorption de l'ion xanthate :  $\text{X}^- = \text{X}_{\text{ads}} + \text{e}^-$
- ✓ Complexation en métal xanthate :  $\text{MS} + 2\text{X}^- = \text{MX}_2 + \text{S} + 2\text{e}^-$
- ✓ Oxydation en dixanthogène :  $2\text{X}^- = \text{X}_2 + 2\text{e}^-$

Avec  $\text{X}^-$  : ion xanthate ;  $\text{X}$  : xanthate ;  $\text{X}_{\text{ads}}$  : xanthate adsorbé ;  $\text{X}_2$  : dixanthogène

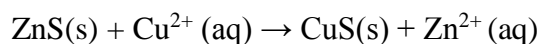
En ce qui concerne la flottation des particules grossières dont la granulométrie est supérieure à 100 microns, il est important d'augmenter la longueur des chaînes alkyles des collecteurs pour s'assurer de la faible probabilité de détachement de l'ensemble bulle-particules (Proulx, 2000). Cette augmentation de longueur de chaîne du collecteur va engendrer également une amélioration au

niveau de l'hydrophobicité (Derycke, 2012), en formant des films hydrophobes plus stables et des angles de contact bulle-particules plus élevée (Finch, 2003). « L'augmentation de la longueur de la chaîne carbonée améliore l'effet donneur d'électrons en favorisant l'oxydation des xanthates en dixanthogène » (Poling, 1976).

En effet, les xanthates à chaînes longues s'oxydent plus facilement en dixanthogène. Ceci a été attribué au fait que les chaînes alkyles longues ont un effet inductif donneur d'électrons plus important que les chaînes courtes (Derycke, 2012). Cependant, les collecteurs avec de longues chaînes carbonées sont moins sélectifs que ceux avec des courtes chaînes (e.g, éthyl xanthate vs amyle xanthate). Ainsi, le choix de la bonne longueur est un compromis entre la longueur de la chaîne du collecteur, une hydrophobicité maximale et une meilleure sélectivité (Newcombe et al., 2012). Pour la stabilité, un collecteur possédant une chaîne alkyl avec des ramifications (branchements méthyles) représente une stabilité et une hydrophobicité nettement meilleures que son équivalent à chaîne linéaire (Derycke, 2012).

### 2.1.4 Activant et déprimant

Les activateurs et déprimeurs sont des réactifs chimiques qui permettent d'affiner la sélectivité de l'hydrophobisation entre les différentes phases minérales du minerai. Ils peuvent agir en favorisant la connexion entre le collecteur et le minéral à flotter, comme dans le cas des activateurs, ou en augmentant le caractère hydrophile des particules dans le cas des déprimeurs (Wills et Finch, 2016). À titre d'exemple, l'activation de la sphalérite par les ions  $\text{Cu}^{2+}$  qui remplacent le Zn de la sphalérite situé à la surface, ou près de la surface, par les ions  $\text{Cu}^{2+}$  selon l'équation suivante :



Ainsi, la couche de sulfure de cuivre formé à la surface du minéral va permettre une meilleure flottabilité, en raison de la forte affinité entre le xanthate et les ions  $\text{Cu}^{2+}$ .

Dans le cas des déprimeurs, ils sont extrêmement variés et sont utilisés selon les minéraux présents et leurs interactions (Mermillod-Blondin, 2005), par exemple :

- ✓ Les sels métalliques (sulfate de zinc, de fer, bichromate...)
- ✓ Les oxydants et les réducteurs (sulfites, permanganate de potassium...)
- ✓ Les produits organiques (amidon, etc.).

L'utilisation de ces réactifs peut varier en allant de quelques dizaines de grammes à quelques kilos par tonne de minerai. Certains réactifs sont non biodégradables. Ainsi, des mesures de précaution particulières doivent être adoptées, puisque ces réactifs pourraient se retrouver en partie dans les rejets de traitement et représenteront par conséquent un éventuel danger pour l'environnement (Mermillod-Blondin, 2005).

### 2.1.5 Autres réactifs

Le choix du moussant est aussi un paramètre important. La Figure 2.4 présente la structure chimique d'un moussant, qui est un tensioactif organique, avec un groupe polaire hydrophile et une chaîne aliphatique hydrophobe (Wills et Finch, 2016). Ce réactif a pour rôle de favoriser la formation et la stabilité des bulles, par exemple l'huile de pin.

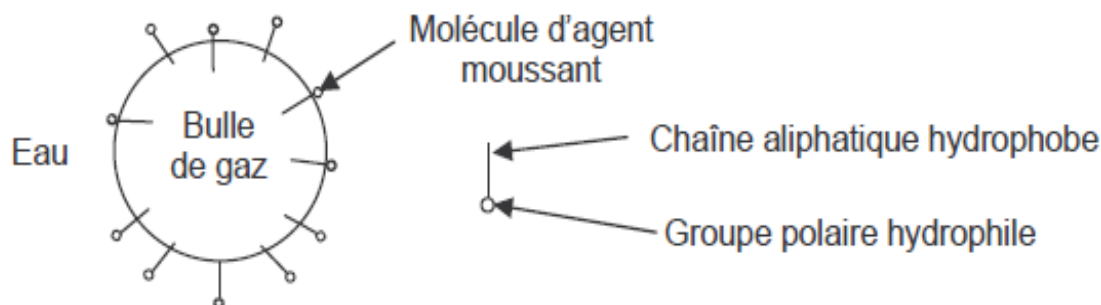


Figure 2.4 : Interaction eau-bulle de gaz et moussant (Mermillod-Blondin, 2005)

Pour des raisons d'affinité, la chaîne hydrophobe se fixe dans la phase gazeuse (apolaire) tandis que la tête polaire se positionne sur les molécules d'eau, ce qui permettrait de stabiliser l'écume en diminuant la tension superficielle. Les moussants sont utilisés à de très faibles doses, soit entre 5 à 100 g par tonne de minerai (Mermillod-Blondin, 2005).

Les phénomènes de surface étant très souvent sensibles au pH de la solution, des agents modificateurs de pH sont rajoutés également lors du conditionnement dans la cellule tel que l'acide sulfurique ou encore la chaux. Selon l'alcalinité de la pulpe, de nouveaux composés se forment à la surface des minéraux et peuvent par conséquent réduire ou activer l'adsorption des collecteurs. En général, la flottation des sulfures de valeur économique est effectuée dans des conditions alcalines, en raison de la stabilité des collecteurs à ces valeurs de pH, ainsi que pour éviter les problèmes de corrosion des équipements. La chaux et le bicarbonate de sodium sont fréquemment

utilisés comme modificateurs de pH. Cependant, avec un excès de chaux, celle-ci peut agir comme déprimant pour les sulfures, et plus spécifiquement pour la pyrite (Proulx, 2000).

La flottation met en jeu divers phénomènes de surface, dont l'action est d'autant plus intense lorsque la surface spécifique des particules est grande, c'est-à-dire que leur dimension est petite, tout en respectant une tranche granulométrique bien précise située entre 10 et 100  $\mu\text{m}$ . En effet, le diamètre des particules broyées est étroitement lié à la nature du minerai et à sa texture. La maille de libération doit être suffisante pour libérer le minéral de la roche (Derycke, 2012). La taille optimale des particules en termes de réponse à la flottation se situe entre environ 10 et 100 microns (Proulx, 2000).

La Figure 2.5 explique davantage la relation entre la granulométrie et la récupération. Elle montre que les particules supérieures à 100 microns sont difficiles à soulever par la bulle d'air en raison de leur masse, mais aussi plus facilement détachables des bulles durant l'agitation (forces centrifuge et de gravitation > force d'attachement particule-bulle), tandis que les particules plus petites que 10 microns ne sont pas facilement attachées à la bulle d'air. Leur collision avec les bulles sont moindres car elles suivent plutôt les `fluid streamlines` autour des bulles (probabilité de collision bulle-particule réduite).

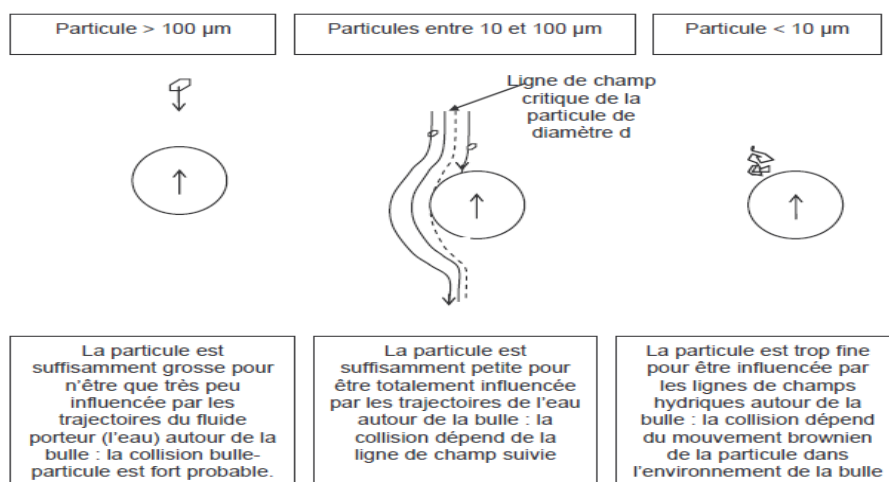


Figure 2.5: Influence de la granulométrie sur la flottation (Tortorelli et al., 1997 ; Mermillod-Blondin, 2005)

En ce qui concerne la probabilité de détachement entre la particule et la bulle d'air, pour les particules grossières, vu leurs poids relativement importants, celles-ci vont nécessiter des forces



nettement plus grandes pour briser l'agrégat bulle-particule, contrairement aux particules fines, dont la probabilité de détachement est indépendante de la taille des bulles auxquelles elles sont attachées (Proulx, 2000). Tous ces paramètres sont importants pour s'assurer d'une bonne récupération ainsi que d'une flottation sélective.

Pour cette étude, l'objectif est de traiter des vieux résidus déjà entreposés dans le passé sans méthode de restauration ni de confinement. Bien évidemment, cette longue exposition aux conditions atmosphériques a engendré plusieurs transformations et altérations qui seront détaillées dans ce qui suit pour mieux comprendre le comportement des résidus âgés et prédire les prétraitements qui leur correspondent.

## **2.2 Étude de la dégradation superficielle de certains minéraux sulfureux**

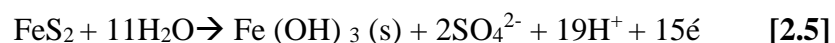
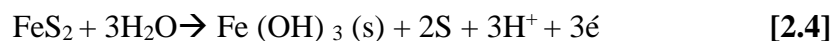
Les sites abandonnés sévèrement contaminés sont le résultat d'une ancienne activité minière non réglementée. En se référant à la définition de la MMSD (2002), un site délaissé ou orphelin est défini comme étant toute mine qu'on « *ne peut identifier de propriétaire solvable pour les installations de la mine, ou encore si les installations ont été rétrocédées à la Couronne* » Van Zyl et al., (2002). C'est sur ces sites que se trouvent des résidus ayant subis plusieurs modifications de leurs états de surface, ce qui rend leur traitement plus complexe. Les surfaces des vieux résidus sulfureux après des longues années d'exposition aux conditions atmosphériques sont oxydées et présentent des couches importantes d'oxy-hydroxydes hydrophiles qui ont peu ou pas d'affinité pour les collecteurs. Ces couches constituent une barrière à l'adsorption du collecteur et contribuent d'une manière significative à contrebalancer le film hydrophobe en cas d'adsorption du collecteur (Mermillod-Blondin, 2005).

De ce fait, bien connaître l'état de surface des minéraux est d'une importance capitale avant de procéder à la flottation. Pour cette partie d'étude, la description de vieillissement de certains minéraux s'est basée sur les résultats de la technique de spectroscopie Energy Dispersive Spectrometer (EDS), vu qu'elle permet une caractérisation semi quantitative des monocouches atomiques externes (Brion, 1980).

### 2.2.1 Vieillissement de la pyrite

Le vieillissement de la pyrite est marqué par une augmentation importante de l'oxygène dans sa teneur superficielle, contrairement aux concentrations en fer et en soufre qui demeurent inchangées (Brion, 1980).

Afin de mieux comprendre les phénomènes de vieillissement des minéraux, il est nécessaire de comprendre la notion de sulfatation, définie comme étant le rapport de soufre sulfate par le nombre total d'atome de soufre (Brion, 1980). Au cours de la première phase de vieillissement, le taux d'oxydation de fer est plus important que celui de sulfatation et la majeure partie du fer se dégrade sous forme d'oxy-hydroxyde. Cette phase est suivie par un accroissement du taux de sulfatation dû à la formation progressive d'une quantité importante de sulfates de fer probablement basique et non ferreux ou ferrique (Brion, 1980). Le vieillissement de la pyrite aboutit à la création des sulfates et des oxydes de fer ferreux et ferrique avec des traces de phases soufrées plus ou moins stables (sulfites, thiosulfates, polysulfures et soufre élémentaire) (Fornasiero et Ralston, 1992 ; Derycke, 2012). Selon Montalti et al., (1991), l'oxydation de la pyrite par le peroxyde d'hydrogène décrite par les deux équations suivantes aboutit à la formation des hydroxydes de fer (Monte et al., 2002).



### 2.2.2 Vieillissement de la chalcopryrite

Pour la chalcopryrite, lors de la première phase de vieillissement, le taux de sulfatation augmente en même temps que l'augmentation de la teneur superficielle en oxygène. Au cours de cette phase, il a été constaté que l'environnement chimique des atomes de cuivre n'est pas altéré et qu'il n'y a pas formation de quantités importantes d'oxydes, d'hydroxydes ou de sulfates de cuivre. Il a été donc constaté que pour cette phase, le cuivre de la chalcopryrite agit comme protecteur contre l'oxydation. Simultanément, le nombre d'atomes de fer oxydés est important comparés au nombre d'ion sulfates formés (Brion, 1980). Ainsi, l'ordre chronologique du vieillissement à l'air de la surface de la chalcopryrite s'enrichit tout d'abord en fer (formation rapide d'hydroxyde et d'oxy-hydroxyde de fer) puis de sulfates basiques de fer.

### 2.2.3 Vieillissement de la sphalérite

Dans le cas de la sphalérite, l'altération superficielle due au vieillissement est la plus lente. En effet, au cours du vieillissement, il y a une faible sulfatation à la surface, le zinc restant essentiellement sous forme de sulfure et il n'y a pas de formation ni de ZnO ni de carbonates de Zn. La formation de sulfate a été mise en évidence par analyse spectroscopique X-ray Photoelectron Spectroscopy XPS (Brion, 1980).

### 2.2.4 Vieillissement de la galène

L'analyse de la surface de la galène vieillie a montré qu'il y a formation de faibles quantités d'oxydes de plomb (Brion, 1980). Au cours du vieillissement, il n'y a pas eu de formation ni de soufre élémentaire ni de polysulfures ou même de thiosulfates. La couche superficielle est constituée de sulfates et des sulfures de plomb (Brion, 1980).

À chaque minéral, correspond une cinétique de vieillissement spécifique qui dépend principalement des éléments chimiques qui le constituent (Brion, 1980). La Figure 2.6 compare les vitesses de vieillissement pour les différents minéraux : pyrite, chalcopryrite, sphalérite et galène. Elle montre une vitesse d'oxydation plus élevée lors de la première phase de vieillissement. La différence de l'évolution du taux superficiel de sulfatation pour chaque minéral est due à la différence des quantités de sulfures disponibles. Le graphique montre également que la sulfatation de la pyrite est nettement plus rapide que celle des trois minéraux : galène, chalcopryrite et sphalérite ayant le même comportement. La sphalérite contrairement à la galène et la chalcopryrite se sulfate très peu.

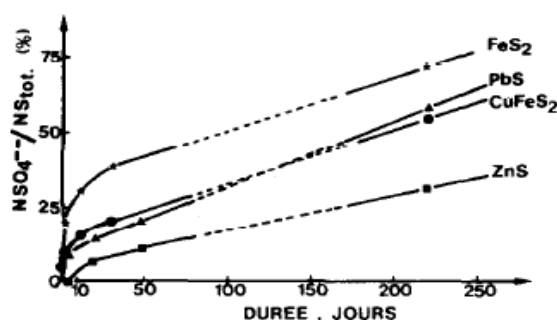
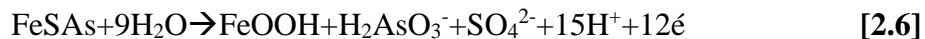


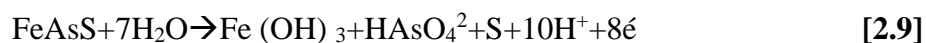
Figure 2.6 : Évolution du taux superficiel de sulfatation au cours du vieillissement à l'air (Brion, 1980)

### 2.2.5 Vieillissement de l'arsénopyrite

Selon Hiskey et Sanchez (1988), l'oxydation de l'arsénopyrite donne  $\text{FeOOH}$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$ ,  $\text{HAsO}_4^{2-}$  et  $\text{SO}_4^{2-}$  selon les réactions suivantes [2.6] et [2.7] :



Wang et al., (1992) quant à eux ont proposé d'autres réactions d'oxydation de l'arsénopyrite (réactions [2.8] et [2.9]), qui impliquent la formation du soufre élémentaire à la surface du minéral, élément ayant une stabilité très limitée dans les conditions alcalines (Monte et al., 2002).



Les principaux produits d'oxydation observés à la surface d'un minéral d'arsénopyrite vieilli sont les oxydes et les hydroxydes de fer avec l'arsenic. Le soufre et l'arsenic élémentaires sont également présents mais en faible quantité (Derycke, 2012).

## 2.3 Optimisation de la désulfuration des résidus oxydés

Une forte oxydation des surfaces des sulfures rend difficile l'adsorption du collecteur, ce qui réduit par conséquent l'efficacité de la flottation. Par contre, une oxydation partielle des surfaces des sulfures est bénéfique pour la flottation. Elle permet une meilleure adsorption du collecteur suite à une réaction chimique d'échanges ioniques avec le collecteur (Cases et al., 1991) et par la création des sites actifs, ce qui faciliterait la formation des films adsorbés hydrophobes (Clarke et al., 1995). Lors de l'oxydation, les ions métalliques dissous s'hydrolysent et les sulfures s'oxydent. Ainsi, plusieurs scénarios peuvent avoir lieu : les deux se ré adsorbent à la surface du minéral, réagissent entre eux ou peuvent dissoudre les molécules de gaz avant leur précipitation (Fornasiero et al., 1992 ; Clarke et al., 1995).

L'étude de Fuerstenau et al. (1980) a montré que l'oxydation des sulfures touche davantage les fines particules que les grossières, en raison de leurs importantes surfaces spécifiques, qui les rendent plus réactives. Lors de cette étude, différentes méthodes ont été utilisées afin de traiter les surfaces oxydées dans le but d'améliorer leur flottation par la suite. Ces méthodes de prétraitements peuvent être classées comme étant des méthodes chimiques ou mécaniques.

Les méthodes chimiques consistent à modifier l'état de surface des sulfures oxydés ainsi que leurs propriétés superficielles, notamment la charge superficielle, en des espèces ayant une plus grande affinité pour les collecteurs dont l'adsorption permet de les rendre hydrophobes (Changement du pH, sulfuration, ajout de Cu(II), etc.).

Les méthodes mécaniques quant à elles consistent à utiliser une énergie qui permet de créer une répulsion entre les produits oxydés et la surface du minéral (ex; sonication, attrition avec du quartz) (Clarke et al., 1995) et dans le cas du broyage, cette méthode de prétraitement permet de créer des nouvelles surfaces fraîches favorisant la flottation.

### **2.3.1 Ajout de Cu(II) et variation de pH**

Les ions métalliques peuvent agir comme activant ou déprimant lors de la flottation des sulfures, et ce en fonction de la valeur du pH du milieu et des concentrations des espèces métalliques. L'amélioration de la flottabilité de la sphalérite en présence de Cu(II), tel qu'illustré à la Figure 2.8, est le résultat d'activation par  $\text{CuSO}_4$ . En effet, la sphalérite se recouvre d'une couche de sulfure de cuivre plus stable formant ainsi un minéral flottant facilement, d'où il en résulte une activation efficace. Cette réduction est associée à l'oxydation des sulfures en soufre élémentaire et polysulfures qui sont chargés négativement (Clarke et al., 1995).

À la Figure 2.7, la courbe 1 présente la flottation de la sphalérite à  $\text{pH}=8,5$  en fonction de la concentration en Cu(II) rajoutée. Quant à la courbe 2, elle présente la concentration de Cu(II) adsorbée (o) et Zn relargué ( $\blacktriangle$ ) de la sphalérite à  $\text{pH}=8,5$ . Il a été observé que pour des concentrations de Cu(II) élevées, la récupération de la sphalérite par flottation chute pour atteindre un niveau encore plus bas que celui mesuré en absence de Cu(II). Cette diminution coïncide avec les précipitations de  $\text{Cu(OH)}_2(\text{s})$  sur la sphalérite rendant ainsi la surface plus hydrophile. Cette tendance n'est pas commune à toutes les valeurs de pH. En effet, pour des valeurs de pH inférieures à 7 et à un pH de 12, la récupération par flottation augmente avec la concentration de Cu(II), atteignant un plateau autour de 70 à 83% mais aucune diminution de la récupération n'est observée à ces concentrations élevées de Cu(II) (Clarke et al., 1995).

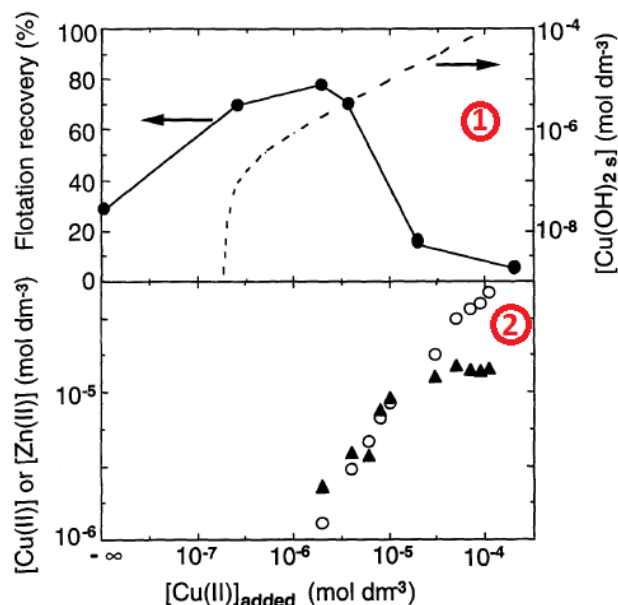


Figure 2.7 : Flottation de la sphalérite à pH= 8,5 en fonction de la concentration en Cu (II) ajoutée : Courbe 1 : Pourcentage de la récupération de la sphalérite à pH=8,5 en fonction de la concentration en Cu(II) rajoutée ; Courbe 2 : Concentration de Cu(II) adsorbée (o) et Zn relargué (▲) de la sphalérite à pH=8,5 (Clarke et al., 1995)

« La mesure du potentiel zêta donne une information sur la charge électrique de la surface du minéral. Cette mesure donne une information qualitative indirecte sur les phases adsorbées, et renseigne sur les forces d'attraction de la surface pour une molécule chargée en solution » (Mermillod-Blondin, 2005). Ceci indique que la diminution de la récupération de la sphalérite pour une concentration en Cu(II) supérieure à  $10^{-6} \text{ mol dm}^{-3}$ , en même temps que le changement de signe du potentiel zêta ( $\text{pH} > 6,5$ ) (Figure 2.8-courbe 2 (●)), ce qui vient confirmer la précipitation des hydroxydes de cuivre  $[\text{Cu}(\text{OH})_2]$  à la surface de la sphalérite, qui est chargée positivement et par conséquent devient hydrophile. Dans des conditions où l'hydroxyde de cuivre n'est pas formé, et à des faibles concentrations de Cu (II) ( $\text{pH} < 6,5$ ), la surface de la sphalérite est hydrophobe et chargée négativement en présence de Cu (II). D'ailleurs, l'hydroxyde de zinc est présent à la surface de la sphalérite. Ceci est déduit à partir de sa faible flottation sans collecteur (Figure 2.8, courbe 1 (o)), ainsi que le signe de la valeur du potentiel zêta (Clarke et al., 1995).

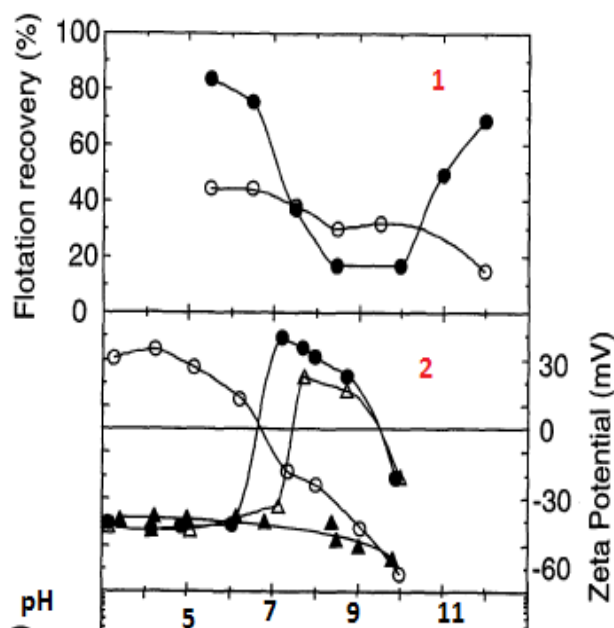


Figure 2.8 : Suivi de la récupération et du potentiel zêta à différentes valeurs de pH : Courbe 1 : Suivi de la récupération en fonction de pH sans collecteur (o) et avec collecteur (●); Courbe 2 : Variation du potentiel zêta en fonction du pH et du Cu(II) ajouté : (o): 0 mol dm<sup>-3</sup> ; (▲): 2 10<sup>-5</sup> mol dm<sup>-3</sup> ; (Δ): 2 10<sup>-4</sup> mol dm<sup>-3</sup> (Clarke et al., 1995)

### 2.3.2 Extraction à l'Acide Éthylène Diamine Tétracétique EDTA

L'Acide Éthylène Diamine Tétracétique (EDTA) est un agent complexant utilisé en minéralogie pour deux objectifs. Le premier consiste à déterminer la quantité des produits oxydés à la surface du minéral et le deuxième pour éliminer ces produits oxydés des surfaces des minéraux. Pour cette étude menée par Clarke et al. (1995), l'utilisation de l'EDTA a permis de déterminer le degré d'oxydation pour les surfaces de la sphalérite ainsi que de la galène. En effet, la Figure 2.9 montre une amélioration de la flottabilité pour la sphalérite et la galène à des concentrations intermédiaires en EDTA et une diminution dans le cas des concentrations élevées rajoutées. Une récupération optimale est expliquée par l'affinité de cet agent complexant pour différentes espèces à la surface du minéral, pouvant gêner la flottabilité des particules suite à leur complexation.

L'utilisation de l'EDTA comme agent d'extraction montre que ce dernier est capable de débarrasser la sphalérite des couches d'hydroxydes de zinc en présence de Cu(II). Ainsi, il permet de créer des surfaces fraîches à la surface de la sphalérite (Clarke et al., 1995).

À partir de certaines valeurs de concentrations, l'EDTA ne dissout pas les métaux dans certaines couches du minéral. Cette constatation a été vérifiée en mesurant les concentrations en plomb et en zinc dissout respectivement pour la galène et la sphalérite. Le résultat a montré qu'une augmentation de la concentration en EDTA donne par conséquent, à partir de certaines valeurs, des plateaux pour les concentrations en espèces dissoutes (Clarke et al., 1995).

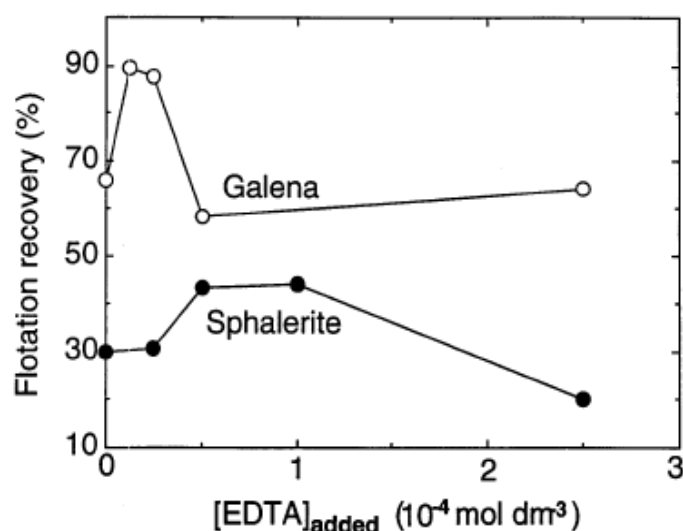


Figure 2.9 : Pourcentage de récupération en fonction de la concentration d'EDTA à pH=8,5  
(Clarke et al., 1995)

Les résultats de l'extraction des couches d'oxydation par EDTA réalisés par Rumbal et Richmond (1996) ont démontré sa capacité à éliminer les oxydes de métaux, les hydroxydes, carbonates ainsi que les sulfates des minéraux sulfurés dans un milieu alcalin ( $7 < \text{pH} < 11$ ) en ajoutant un excès d'EDTA. Pour la sphalérite et la galène, l'extraction a montré une nette amélioration au niveau de la flottabilité contrairement à la pyrite pour laquelle l'extraction est relativement lente dans le circuit de flottation et peut être incomplète. Ceci a été expliqué par le fait que les sels ferriques peuvent être insolubles en raison de l'adsorption de l'EDTA au lieu de dissoudre ces produits d'oxydation, ce qui implique que l'Eh de la pulpe augmente et les sels ferreux seront oxydés en sels ferriques (Rumbal et Richmond, 1996).

### 2.3.3 Sulfuration

Il existe d'autres méthodes de prétraitements chimiques tel que la sulfuration, qui est une méthode de récupération des minerais contenant à la fois des oxydes et des sulfures avant la flottation des



oxydes et des minerais mixtes de cuivre (Kalichini et al., 2017). Cette méthode consiste à régénérer la surface oxydée en sulfide de métal selon la réaction suivante :



Lors de cette étape d'activation des oxydes de métaux communs, les réactifs utilisés sont des sulfures alcalins comme le sulfure de sodium ( $Na_2S$ ) et l'hydrosulfure de sodium ( $NaHS$ ) (Kalichini et al., 2017).

### 2.3.4 Re-broyage

Le broyage a un impact crucial sur l'efficacité de la flottation. Il permet de libérer le minéral ainsi que de créer des nouveaux sites favorisant la fixation du collecteur. *« Le degré de libération est défini comme étant un pourcentage du minerai en tant que particules libres par rapport à tout le contenu. En effet, les minéraux de valeur économique se trouvent finement disséminés et associées à d'autres minéraux »* (Mermillod-Blondin, 2005). *« La maille de libération est définie comme étant la taille optimale de fractionnement du minerai, afin de libérer le maximum de particules monominéral »* (Mermillod-Blondin, 2005).

### 2.3.5 Attrition

Cette technique est utilisée en prétraitement pour conditionner les minéraux avant de les flotter. Grâce à une agitation résultant des forces de frottement entre les grains, des surfaces fraîches non oxydées sont créées suite à l'enlèvement des couches d'oxydes et d'hydroxydes formées suite à l'oxydation. Ceci va permettre par conséquent d'améliorer la flottabilité des minéraux oxydés. Cette opération permet également un nettoyage des surfaces minérales sans concassage excessif des composants minéraux cristallins (Clarke et al., 1995). La cellule d'attrition est un contenant fermé possédant un agitateur à l'intérieur. L'agitateur est muni de deux hélices parallèles et inversées qui forcent le mélange à rentrer en contact entre elles. C'est par ce contact que la surface des particules va rencontrer les grains et ainsi être brisée. Lors de l'attrition, une quantité de silice dont la granulométrie des grains est bien définie est ajoutée dans la cellule avec un volume bien précis en eau.

Il a été démontré que quand le quartz se trouve dans la chalcopryrite ou pyrite, la flottation de ces minéraux est améliorée. Cette observation est expliquée par le fait que les hydroxydes de métaux en solution s'adsorbent ou précipitent à la surface du quartz au lieu de celle des sulfures: c'est une

adsorption préférentielle des hydroxydes de métaux à la surface du quartz. Le nettoyage des surfaces des sulfures grâce au quartz va engendrer une amélioration de récupération en flottation (>50% dans le cas de la sphalérite, Figure 2.10) (Clarke et al., 1995).

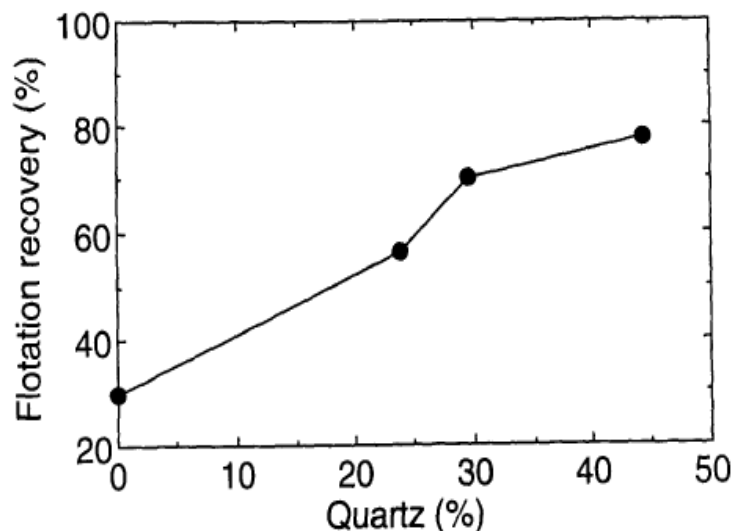


Figure 2.10 : Effet de l'attrition sur la récupération de ZnS par flottation (Clarke et al., 1995)

### 2.3.6 Sonication

C'est une technique qui consiste à appliquer une énergie sonore dans le but d'agiter les particules dans un échantillon. Elle peut avoir de nombreux effets à la fois chimiques et physiques. Les effets chimiques des ultrasons, appelés aussi « sonochemistry », ne proviennent pas d'une interaction directe avec les espèces moléculaires, mais de cavitation acoustique tel que la formation, la croissance ou l'effondrement implosive de bulles dans un liquide (Clarke et al., 1995).

Plus l'intensité des ultrasons augmente, plus le pourcentage de récupération augmente. En effet, la quantité des hydroxydes de fer et de plomb à la surface pour la chalcoppyrite et la galène diminue et sont par la suite extraits par EDTA, ce qui va créer des surfaces fraîches favorisant l'adsorption du collecteur (Clarke et al., 1995). La Figure 2.11 présente l'amélioration de la récupération pour la chalcoppyrite et la galène suite à une sonication comme technique de prétraitement afin de les débarrasser des couches d'oxydation à leurs surfaces.

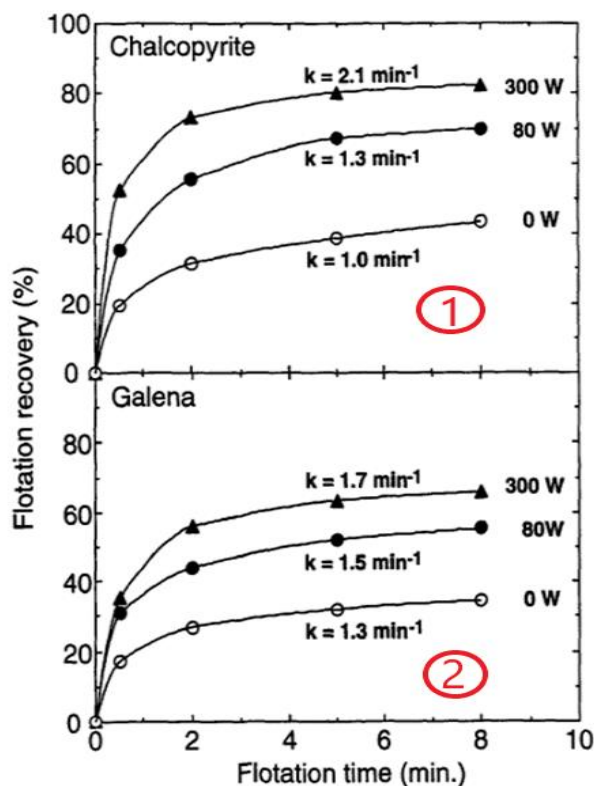


Figure 2.11 : Récupération par flottation de la chalcopyrite (1) et de la galène (2) en fonction du temps de flottation et de la puissance de sonication à pH=8,5 et un débit de flottation constant  $k$

(Clarke et al., 1995)

Toutes ces méthodes ont été testées sur la sphalérite comme méthode de prétraitement qui précède la flottation, mais selon les travaux de Clarke et al. (1995), elles seront applicables pour éliminer les couches oxydées des différents minéraux sulfurés. Ces travaux portant sur l'élimination des couches d'oxyde des surfaces des sulfures ont montré que les techniques de prétraitements chimiques et mécaniques pour l'enlèvement des couches d'oxydes et des hydroxydes des métaux sont efficaces. Cette constatation a été mise en évidence suite à des calculs du pourcentage de récupération et par les analyses de surfaces par XPS (Clarke et al., 1995).

Une fois que ces couches altérant la performance de la flottation ont été éliminées ou traitées, la désulfuration pourrait avoir lieu et permettrait de produire une fraction désulfurée non problématique et une deuxième fraction fortement génératrice d'acidité. Cette fraction riche en sulfure peut contenir de l'or toujours associé à ces sulfures que les techniques d'extraction utilisées auparavant n'étaient pas capables d'atteindre.

De ce fait, il est important de définir les différentes formes de l'or et d'expliquer sa distribution dans la roche.

## 2.4 Valorisation des vieux résidus miniers des sites abandonnés : Application de la flottation

### 2.4.1 Formes de l'or

La forme de l'or est déterminée grâce aux différentes méthodes d'analyse minéralogiques

#### ✓ Or libre

Il s'agit de la forme la plus simple à récupérer, l'or libre est récupérable par gravimétrie. Sa présence peut être mise en évidence par une simple observation au microscope optique en se basant sur ses propriétés présentées dans le Tableau 2.2 (Wills et Finch, 2016).

Tableau 2.2 : Propriétés d'un grain d'or libre

|                           |                              |
|---------------------------|------------------------------|
| <b>Couleur</b>            | Doré                         |
| <b>Dichroïsme</b>         | Absent                       |
| <b>Anisotropie</b>        | Isotrope jamais d'extinction |
| <b>Remarques</b>          | Mou                          |
| <b>Pouvoir réflecteur</b> | 70-80%                       |
| <b>Réflexion interne</b>  | Absente                      |
| <b>Dureté</b>             | A                            |

#### ✓ Or associé aux sulfures

Les principaux minéraux sulfureux porteurs d'or sont la pyrite et l'arsénopyrite (Harris, 1990). Une étude réalisée par Schwartz (1944) sur 115 gisements d'or afin d'identifier les différents minéraux sulfureux porteurs d'or a démontré l'association entre l'or et les minéraux sulfureux suivants : pyrite 48, arsénopyrite 45, galène 30, sphalérite 26, chalcopryrite >23.

Pour récupérer cette forme d'or, il est important de procéder par flottation des sulfures. Cette étape va permettre de pré concentrer les sulfures aurifères (Mermillod-Blondin, 2005) et sera suivie d'une cyanuration. Cette forme d'or associée aux sulfures peut également être observé par microscope optique.

### ✓ Or réfractaire

Cette forme n'est récupérable ni par gravité, ni par cyanuration. L'or sous cette forme peut être récupérable que par oxydation sous pression des sulfures ou par broyage extrêmement fin. L'or réfractaire ne peut être identifié que par le microscope électronique à balayage (MEB).

Les difficultés pour extraire l'or réfractaire sont dues à plusieurs facteurs qui peuvent être les suivants (Dunn et al., 1997):

- L'or est dans certains cas se trouve encapsulé dans le minéral. Ainsi, la dissolution par cyanuration serait impossible vu que celle-ci ne serait pas en mesure d'atteindre les particules d'or encapsulées.
- Certains minéraux de sulfures peuvent consommer les cyanures et l'oxygène destinés à la dissolution
- Certains minéraux d'oxydes de fer ou de plomb peuvent se former à la surface du minéral et empêchent la récupération de l'or.

Les moyens d'exploitation utilisés auparavant pour extraire l'or étaient considérablement moins développés et performants que ceux appliqués actuellement. Ainsi, une flottation des résidus contenant des teneurs appréciables en or et/ou autres métaux serait avantageuse en permettant de récupérer l'or non extrait et toujours emprisonné dans les particules.

## 2.4.2 Évolution des techniques de l'extraction de l'or

Une récupération efficace de l'or réfractaire toujours emprisonné dans les minéraux sulfureux dépend fortement des paramètres physico-chimiques dans la pulpe, tel que potentiel redox, aération, activation par  $\text{Cu}^{2+}$ . Dans ce cas, la flottation présente l'avantage d'être économique puisqu'elle permet de pré-concentrer l'or réfractaire quand les méthodes de prétraitement requises sont onéreuses (Monte et al., 2002). La flottation de l'or associé aux sulfures est une technique datant des années 80, pour les compagnies minières au Brésil (Araujo et Peres, 1995). Afin d'optimiser la récupération en flottation, la mine Rio Paracatu au Brésil utilise plusieurs types de collecteurs : le xanthate comme collecteur primaire combiné avec le dithiophosphate comme collecteur secondaire.

De plus, la Mine Goldex en Abitibi dans la province du Québec au Canada procède à une flottation des sulfures pour produire un concentré de sulfures riche en or.

### 2.4.3 Application de la désulfuration

La flottation de l'arsénopyrite est une option très intéressante quand celle-ci permet de récupérer l'arsénopyrite aurifère dans le concentré (Monte et al., 2002) et par conséquent de réduire la teneur en arsenic du rejet de la flottation. L'étude de Monte et al. (2002) a montré que pour une récupération de l'or associé à l'arsénopyrite avec un pourcentage de 80%, certains paramètres doivent être contrôlés, comme le présente le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Paramètres de flottation de l'arsénopyrite aurifère (Monte et al., 2002)

| <b>D<sub>80</sub></b> | <b>pH</b> | <b>Collecteur 1</b>             | <b>Collecteur 2</b>                 | <b>Moussant</b>                   | <b>Temps de résidence</b> |
|-----------------------|-----------|---------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------|
| 75 µm                 | 6,5       | Isobutyl<br>Xanthate<br>(13g/t) | Mercapto<br>Benzothiazol<br>(25g/t) | Isométhyl<br>carbaniol<br>(35g/t) | 15 min                    |

Dans ce cas, la flottation permet également de récupérer 30% de l'As. Cette faible valeur de récupération a été attribuée au fait que l'arsénopyrite présente une surface oxydée et qu'elle n'a pas subi de prétraitement avant la flottation.

## 2.5 Justificatif de l'étude

La revue littérature a démontré la faisabilité des différentes méthodes de prétraitement qui peuvent précéder la désulfuration. Cependant, les conditions optimales de travail permettant d'avoir la meilleure récupération en sulfures tout en concentrant l'or associé diffèrent d'une méthode à une autre. Par conséquent, certaines questions se posent :

- Laquelle, parmi ces techniques de prétraitement qui précèdent la désulfuration, serait la plus efficace et permettrait de mieux concentrer l'or tout en produisant un rejet non générateur de DMA et de DNC dans le cadre de la désulfuration environnementale d'un rejet de concentrateur pré-oxydé ?
- Quels sont les paramètres importants à contrôler lors de la désulfuration ?

## CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Pour le présent travail, deux échantillons ont été collectés : un premier fortement oxydé (R1) et un deuxième partiellement oxydé (R2). Le matériel fortement oxydé (R1) a fait l'objet de différents essais de désulfuration dans le but de produire un rejet non problématique. Pour cette partie, l'étape de désulfuration a été précédée des opérations des prétraitements mécaniques par agitation, attrition et re-broyage afin d'enlever les couches de produits d'oxydation qui affectent l'efficacité de la désulfuration. Pour le matériel partiellement oxydé (R2), seulement le prétraitement mécanique par agitation a été testé puisqu'il a donné des résultats satisfaisants.

### 3.1 Matériel

L'échantillonnage a été fait dans un ancien site minier abandonné en Abitibi Témiscamingue, situé au nord-ouest du Québec, à 58 kilomètres à l'est de la ville de Rouyn-Noranda et à quelques kilomètres de la mine Lapa, comme présenté sur la Figure 3.1. Il s'agit d'une ancienne mine aurifère sur une étendue de 15 hectares, qui était en activité de 1938 à 1943.

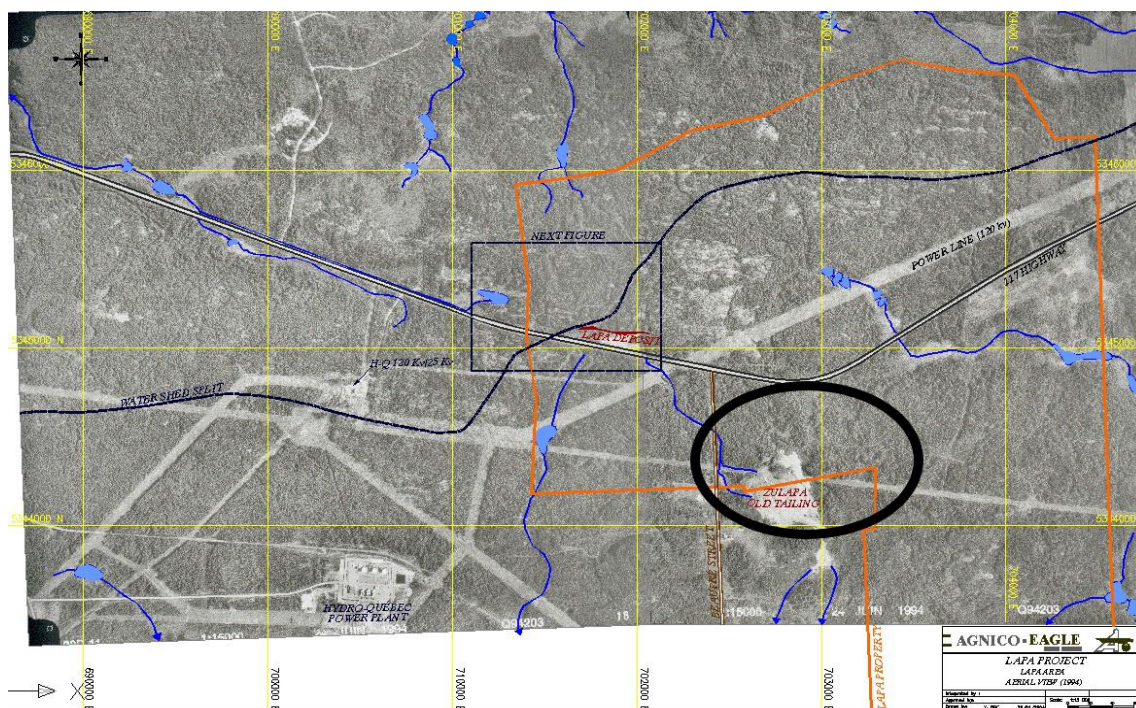


Figure 3.1 : Localisation du site Zulapa {<https://www.agnicoeagle.com>}

Les deux échantillons collectés étaient caractérisés par une couleur orange (R1) et grise (R2). Le matériel est âgé d'environ 40 à 50 ans. Les échantillons ont été collectés de façon aléatoire à

différents endroits du site puisque l'objectif du travail n'était pas d'obtenir un échantillonnage représentatif du site mais de tester l'efficacité des méthodes de prétraitement sur un matériel partiellement oxydé versus un matériel oxydé.

## 3.2 Démarches et méthodes de travail

### 3.2.1 Caractérisation initiale des échantillons

Avant de commencer les essais de flottation, les échantillons ont été séchés et homogénéisés. Les caractérisations physiques, minéralogiques et chimiques, tel que présentées à la Figure 3.2, ont été effectuées sur deux échantillons représentatifs des résidus collectés.

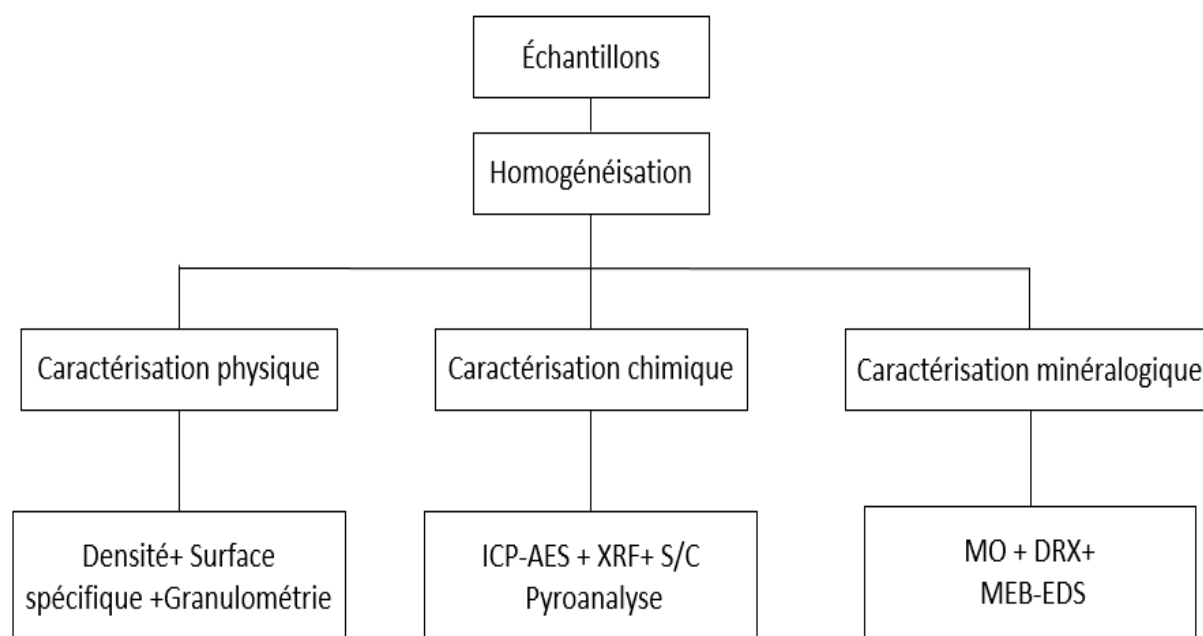


Figure 3.2 : Schéma de caractérisation initiale

#### 3.2.1.1 Caractérisation physique

Les propriétés physiques sont d'une importance capitale car la texture et la taille des particules sont considérées parmi les paramètres les plus importants de la flottation (Mermillod-Blondin, 2005).

##### Densité relative

La mesure de la densité relative se fait par pycnomètre à hélium AccuPyc 1330 de Micromeritics. Cet équipement permet de déterminer le volume d'un échantillon solide de masse connue. Le



principe de la mesure est d'injecter le gaz à une pression donnée dans une enceinte de référence, puis à détendre ce gaz dans l'enceinte de mesure contenant l'échantillon en mesurant la nouvelle pression du gaz dans cette enceinte. Le volume réellement occupé par le solide peut alors être déterminé et permettre le calcul de la masse volumique pycnométrique.

### **Surface spécifique**

L'analyse de la surface spécifique est effectuée par la méthode BET à l'azote en utilisant un analyseur de surface GEMINI de Micromeritics. Elle consiste à déterminer la quantité de gaz nécessaire pour former une couche mono-moléculaire autour de l'échantillon solide. La section des molécules étant une caractéristique propre pour chaque gaz, il est alors possible de déterminer la surface totale du solide.

### **Granulométrie**

#### Diffraction laser

La diffraction laser détermine les distributions granulométriques des particules en mesurant la variation angulaire de l'intensité de lumière diffusée lorsqu'un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées. Les grosses particules diffusent la lumière à de petits angles par rapport au faisceau laser et les petites particules diffusent la lumière à des angles supérieurs. Les données relatives à l'intensité diffusées en fonction de l'angle sont analysées pour calculer la taille des particules. La taille des particules représente le diamètre de la sphère équivalente ayant un même volume que la particule.

L'analyse de la granulométrie par diffraction laser a été effectuée en utilisant un granulomètre laser de marque Mastersizer de Malvern qui mesure la distribution granulométrique des particules de 0,06 à 879  $\mu\text{m}$ .

#### Tamisage

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes. Les masses des différents refus et tamisats sont rapportées à la masse initiale du matériau.

L'analyse granulométrique par tamisage permet d'avoir les tailles des particules d'un granulat en utilisant une série de tamis dont les ouvertures sont normalisées. Elle est faite avec les tamis de la

série ISO R-20 (Aitcin et al., 2012) dont les ouvertures normalisées sont les suivantes : 425; 300; 212; 150; 106; 75; 53; 45; 32; 20  $\mu\text{m}$

### **3.2.1.2 Caractérisation minéralogique**

Les analyses au microscope optique (OM) et au Microscopie électronique à balayage (MEB) ont nécessité la préparation de sections polies en résine époxy avec un durcisseur. En effet, l'échantillon est mélangé avec du carbone black et de la résine. L'utilisation du carbone black assure une meilleure dispersion des grains en annulant la densité des particules et par conséquent empêche leur sédimentation. Une fois que la résine durcit, cette étape est suivie de six polissages (trois avec l'eau et trois avec une solution de diamant).

#### **Microscope optique (MO)**

L'identification minéralogique au MO est basée sur l'interaction des minéraux avec la lumière. Il s'agit de la lumière transmise pour les minéraux transparents, et la de lumière réfléchie pour les minéraux opaques. L'analyse au MO permet de déterminer plusieurs caractéristiques des minéraux à savoir la couleur, le pléochroïsme, la (bi)réfringence, l'angle d'extinction, le signe optique (minéraux transparents), la bireflectance, l'anisotropie (minéraux opaques) et le pouvoir réflecteur ainsi que d'autres propriétés physiques comme le relief, le clivage, la dureté au polissage, les réflexions internes etc. Le microscope optique permet l'identification des phases minérales, leur taille, mixité et texture, tout en ciblant des zones d'intérêt à étudier avec d'autres techniques de pointe. Le microscope utilisé lors de cette étude est de marque Zeiss Axio Imager avec platine motorisée et caméra numérique.

#### **Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Quand l'analyse minéralogique au MO est imprécise et pas assez concluante, le MEB est sollicité pour aider à l'identification minéralogique. Il permet d'étudier simultanément la morphologie et la composition chimique des minéraux. Son principe de fonctionnement consiste à envoyer sur l'échantillon, placé dans une chambre sous vide, un faisceau d'électrons arrachés à un filament de tungstène ou d'hexaborure de lanthane ( $\text{LaB}_6$ ) en lui appliquant une haute tension. Quand le faisceau d'électrons pénètre dans l'échantillon, il diffuse dans un volume appelé poire de diffusion ( $\sim 1,5\mu\text{m}^3$ ). Les électrons incidents peuvent subir deux types d'interactions qui peuvent être soit

élastique ou inélastique. Le MEB devient un outil d'analyse chimique quand il est équipé d'un détecteur qui enregistre les rayons X (Energy dispersive spectrometer (EDS) et Wavelength Dispersive Spectroscopy (WDS)). L'acquisition de la composition chimique peut se faire sur toute la surface de l'image (analyse chimique globale ou cartographie élémentaire de Rayon X) ou de manière ponctuelle (micro-analyse). Toutes ces informations permettent de caractériser plus précisément l'échantillon. L'identification est basée sur une comparaison des compositions élémentaires de ces minéraux avec un minéral de référence du site [webmineral.com](http://webmineral.com). Par contre, il a une limite de détection de 1000 ppm et l'appareil ne permet pas une bonne mobilité sur l'échantillon. Dans le cadre du projet, un microscope Hitachi S-3500N a été utilisé.

### **Diffraction rayons X (DRX)**

Avant de commencer l'analyse DRX, l'échantillon a été micronisé dans de l'alcool (isopropanol) à l'aide d'un microniseur McCrone dont environ 90% des particules ont une taille inférieure à 10 µm. La poudre obtenue est par la suite séchée, homogénéisée et déposée sur une plaquette pour analyse au diffractomètre. Le diffractomètre consiste à bombarder l'échantillon par un faisceau de rayons X en faisant varier l'angle d'incidence ( $\theta$ ). Au contact de l'échantillon, les rayons X sont diffractés selon la loi de Bragg ( $n\lambda = 2d\sin\theta$ ) et recueillis par le détecteur de l'appareil. Connaissant la longueur d'onde ( $\lambda$ ) du faisceau incident (général par une anticathode de Co ou de Cu) et l'angle de diffraction ( $\theta$ ), il est possible de calculer les distances ( $d$ ) spécifique à chaque minéral, et ainsi identifier le ou les minéraux présents dans l'échantillon. Pour quantifier les minéraux cristallins présents dans le matériel, l'analyse a été effectuée à l'aide du logiciel TOPAS basé sur la méthode Rietveld. L'identification des minéraux référencés est effectuée avec le logiciel EVA connecté à la base de données.

#### **3.2.1.3 Caractérisation chimique**

##### **Inductively coupled plasma and atomic emission spectroscopy (ICP-AES)**

L'ICP-AES permet d'identifier et de quantifier les éléments. L'analyse se fait sur un échantillon liquide, c'est pourquoi elle est précédée d'une digestion complète en  $\text{HNO}_3/\text{Br}_2/\text{HF}/\text{HCl}$ . L'appareil Perkin Elmer 3000 DV a été utilisé pour effectuer l'analyse dans le cadre de ce travail. De ce fait, l'échantillon liquide est nébulisé, puis transporté et ionisé par le plasma. Les éléments

sont alors excités et émettent des radiations caractéristiques qui sont captées (monochromateur) et analysées.

### **Fluorescence des rayons X (XRF)**

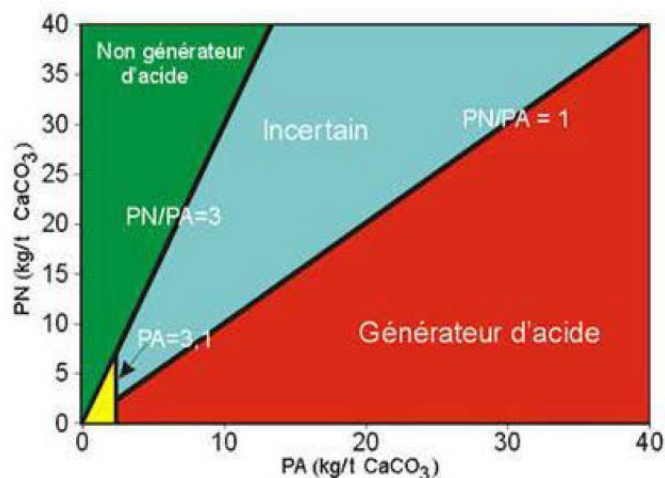
L'analyse XRF est une méthode non-destructive permettant d'identifier et de quantifier les éléments en donnant le pourcentage massique de chaque élément détecté dans l'échantillon sous forme d'oxydes. Son principe d'analyse est le suivant : une fois que l'échantillon est excité par un faisceau de rayons X, un flux d'électrons ou une source radioactive, une émission d'une énergie sous forme d'un spectre de rayons X aura lieu qui est diffracté par un cristal puis capté par un détecteur mobile. Chaque spectre est caractéristique de la composition chimique de l'échantillon.

### **Analyse S/C**

L'analyse soufre-carbone permet de quantifier le soufre et le carbone dans l'échantillon. Il s'agit d'un dosage rapide du soufre (pour calculer le PA) et carbone (pour calculer le PN). La fournaise LECO chauffe l'échantillon à une température de 1500 à 1700°C sous une atmosphère d'oxygène pur jusqu'à en évaporer tout le contenu. Le carbone et le soufre s'échappent sous forme gazeuse et ils sont captés et quantifiés. L'analyse du soufre (SO<sub>2</sub>) et du carbone (CO<sub>2</sub>) se fait séparément grâce aux détecteurs infrarouges. Dans ce travail, l'analyse s'est faite avec un appareil de marque Eltra CS-2000. Grâce à la détermination des pourcentages en S et C, il a été possible de statuer sur le potentiel de génération de DMA en se référant aux formules de calcul des essais statiques en déterminant les paramètres suivants : PA, PN, PNN et RPN :

- ✓ PA : potentiel de génération d'acide ( $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ ) =  $31,25 \times \%S$  total
- ✓ PN : potentiel de neutralisation ( $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ ) =  $83,3 \times \%C$
- ✓ RPN = PN/PA
- ✓ PNN : potentiel net de neutralisation ( $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ ) = PN-PA

En effet, l'échantillon est considéré comme générateur d'acide lorsque la concentration en soufre totale est plus importante que de celle du carbone. La Figure 3.3 montre une représentation graphique du PA.



RPN < 1 : Échantillon générateur d'acide

RPN > 3 : Non générateur d'acide

1 < RPN < 3 : Zone incertaine

Figure 3.3 : Méthode graphique pour statuer sur le potentiel de génération de DMA (Hane, 2015)

### Teneur en or

L'analyse de la teneur en or a été effectuée à l'externe par spectroscopie d'absorption atomique. L'échantillon est pesé, pulvérisé et mélangé avec du plomb. Ce mélange est ensuite chauffé dans un four à environ 1 000 degrés durant environ 20 minutes. Le chauffage va permettre la fusion de l'échantillon et par conséquent la séparation de l'or des scories pour former une bille contenant les minéraux précieux. Après refroidissement, la bille est placée dans une éprouvette où dans un premier lieu, un volume de 0.2 ml d'acide nitrique est ajouté pour permettre la dissolution de l'argent. En second lieu, l'éprouvette est transférée directement dans un bain d'eau pour environ 30 minutes. Ensuite, 0.3 ml de HCl concentré est ajouté pour dissoudre l'or, toujours dans un bain d'eau pour 30 minutes. L'ajout de HNO<sub>3</sub> et de HCl va permettre de former un agent puissant Cl<sub>2</sub> pour dissoudre l'or selon la réaction suivante :



L'éprouvette est ensuite retirée du bain d'eau et un volume de 4.5 ml d'eau distillée y est ajouté. La dernière étape est de bien homogénéiser le mélange avant de l'analyser par absorption atomique.

### 3.2.2 Désulfuration

Afin de mettre en évidence l'efficacité des prétraitements, il est important d'effectuer un test de désulfuration sans prétraitements pour lequel des analyses S/C sont effectuées. Ces analyses ont

permis d'établir les bilans des masses et de calculer par conséquent le pourcentage de récupération (pourcentage référence que l'on vise à améliorer au moyen des prétraitements ultérieurs).

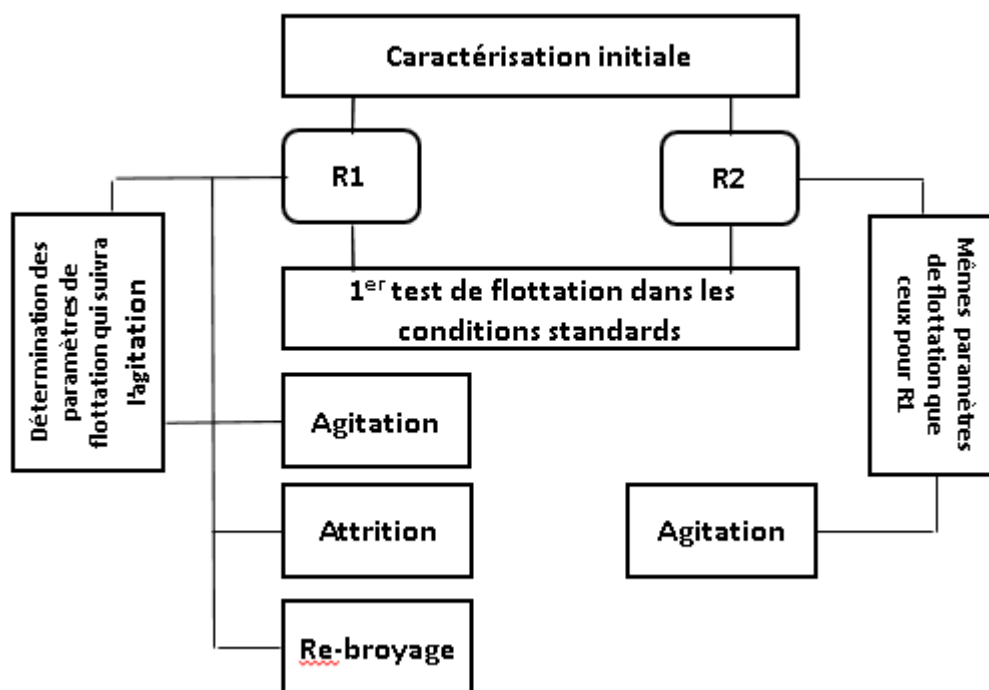


Figure 3.4 : Méthodologie suivie pour les deux échantillons

En ce qui concerne les étapes de la désulfuration, une fois que le matériel est séché et homogénéisé, des petits sacs de matériel de 1000 g ont été préparés. La flottation a été réalisée dans une cellule Denver de volume de 2,5 L. L'eau du robinet a été ajoutée pour former une pulpe d'une densité solide entre 30 % et 35 % (p/p) pour l'ébauchage. Pour la présente étude, la flottation est effectuée en 3 étapes : une étape d'ébauchage, deux étapes d'épuisage, comme présenté à la Figure 3.5.

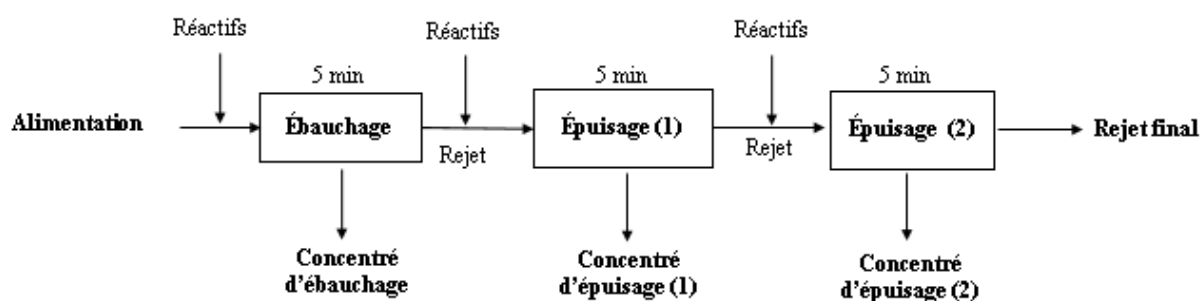


Figure 3.5 : Circuit de flottation pour la désulfuration

Durant les étapes d'épuisage (1) et (2), le niveau d'eau a été réajusté à 1 cm du bord de la cellule de flottation. L'amyl xanthate de potassium (KAX) a été utilisé comme collecteur pour une durée de conditionnement de 15 min. Le moussant utilisé pour les essais est le Methyl Iso-Butyl Carbinol (MIBC), et a été conditionné pendant 1 minute avant d'introduire l'air dans la pulpe. Pour certains tests, le sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4$ ) a été utilisé comme activant pendant 10 min. Chaque étape de flottation a duré 5 min. Pendant la désulfuration, le pH n'a pas été contrôlé, sauf pour le test d'attrition (pH=11) où le pH a été modifié avec de la chaux. Les concentrations en réactifs chimiques ajoutés lors de la flottation sont présentées dans le Tableau 3.1.

Avant de commencer les essais de prétraitement, il a été nécessaire d'effectuer des essais de flottation en variant différents paramètres tel que présentés au Tableau 3.1 afin de déterminer les conditions optimales de flottation sans prétraitement. À la fin de la désulfuration, tous les concentrés et les rejets ont été collectés, séchés, pesés et analysés pour Au et S. À l'issue des résultats de flottation, les paramètres optimaux de flottation sont les conditions de flottation qui suivront le prétraitement mécanique agitation (T6).

Tableau 3.1 : Détermination des paramètres de flottation sans prétraitement

|               | Essai                          | T1         | T2         | T3         | T4         | T5         |
|---------------|--------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Flottation    | Vitesse de flottation (tr/min) | 1200       | 1800       | 1800       | 1800       | 1800       |
|               | Débit d'air (L/min)            | 3          | 3          | 6          | 9          | 6          |
| Ébauchage     | Régulateur de pH               | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel |
|               | $\text{CuSO}_4$ (g/t)          | -          | -          | -          | -          | 200        |
|               | KAX (g/t)                      | 180        | 180        | 180        | 180        | 180        |
|               | MIBC (g/t)                     | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        |
| Épuisage<br>1 | Régulateur de pH               | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel |
|               | $\text{CuSO}_4$ (g/t)          | -          | -          | -          | -          | 200        |
|               | KAX (g/t)                      | 90         | 90         | 90         | 90         | 90         |
|               | MIBC (g/t)                     | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        |
| Épuisage<br>2 | Régulateur de pH               | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel | pH naturel |
|               | $\text{CuSO}_4$ (g/t)          | -          | -          | -          | -          | 200        |
|               | KAX (g/t)                      | 90         | 90         | 90         | 90         | 90         |
|               | MIBC (g/t)                     | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        | 8,6        |

### 3.2.3 Prétraitements mécaniques

À l'issue des résultats de la caractérisation initiale, plusieurs méthodes de prétraitements mécaniques ont été testées : une agitation (T6), une attrition (T7) et un re-broyage (T8+T9) comme mentionné dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Conditions opératoires des prétraitements mécaniques

|                                  | Paramètres              | Agitation<br>(T6) | Attrition<br>(T7) | Re-broyage<br>(T8)      | Re-broyage<br>(T9)      |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-------------------------|
| Conditions<br>de<br>prétraitemen | Vitesse<br>(tr/min)     | 1800              | 2480              | 50% vitesse<br>critique | 66% vitesse<br>critique |
|                                  | Durée<br>(min)          | 30                | 30                | 60                      | 120                     |
| Conditions<br>de<br>flottation   | Vitesse<br>(tr/min)     | 1800              | 1500              | 1200                    | 1200                    |
|                                  | Débit d'air<br>(L/min)  | 6                 | 6,7               | 3                       | 3                       |
| Ébauchage                        | Régulateur de<br>pH     | pH naturel        | Chaux<br>(pH=11)  | pH naturel              | pH naturel              |
|                                  | CuSO <sub>4</sub> (g/t) | -                 | 200               | -                       | 200                     |
|                                  | KAX (g/t)               | 180               | 200               | 180                     | 180                     |
|                                  | MIBC (g/t)              | 8,6               | 8,6               | 8,6                     | 8, 6                    |
| Épuisage 1                       | Régulateur de<br>pH     | pH naturel        | Chaux<br>(pH=11)  | pH naturel              | pH naturel              |
|                                  | CuSO <sub>4</sub> (g/t) | -                 | 200               | -                       | 200                     |
|                                  | KAX (g/t)               | 90                | 200               | 90                      | 90                      |
|                                  | MIBC (g/t)              | 8,6               | 8,6               | 8,6                     | 8,6                     |
| Épuisage 2                       | Régulateur de<br>pH     | pH naturel        | Chaux<br>(pH=11)  | pH naturel              | pH naturel              |
|                                  | CuSO <sub>4</sub> (g/t) | -                 | 200               | -                       | 200                     |
|                                  | KAX (g/t)               | 90                | 200               | 90                      | 90                      |
|                                  | MIBC (g/t)              | 8,6               | 8,6               | 8,6                     | 8,6                     |

#### Agitation

Ce prétraitement consiste à laisser agiter les particules pendant 30 min dans la cellule de flottation à une vitesse de 1800 tr/min avant de commencer la désulfuration. Selon les résultats des différents essais présentés au Tableau 3.2, la flottation qui suit l'agitation a été réalisée à 1800 tr/min avec un débit d'air de 6L/min sans activateur (T6). Ce prétraitement a été réalisé pour les deux échantillons R1 et R2.



## Attrition

L'attrition est effectuée dans une cellule d'attrition. Il s'agit d'un contenant fermé, équipé de deux hélices parallèles permettant ainsi l'agitation pour favoriser le contact entre les grains de silice et le matériel. La Figure 3.6 est une image réelle du dispositif utilisé au laboratoire de l'URSTM pour effectuer l'attrition.

Lors de cette étape, une quantité d'eau bien précise est ajoutée avec des graines de silice de granulométrie  $> 170 \mu\text{m}$ . A la fin de cet essai, les grains de silice sont récupérés par tamisage. Le résidu mouillé est récupéré et envoyé vers la cellule de flottation. La chaux est rajoutée lors du conditionnement pour atteindre le pH basique. La Figure 3.7 présente les différentes étapes du test d'attrition.



Figure 3.6 : Cellule d'attrition

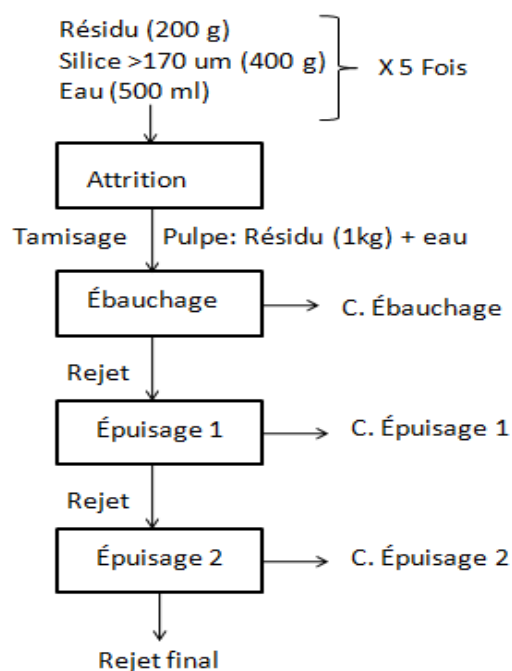


Figure 3.7 : Étapes d'attrition

Pour cet essai (T7), la flottation a été réalisée à 1500 tr/min, un débit d'air de 6,7 L/min avec activateur et en pH alcalin par addition de chaux, comme indiqué au Tableau 3.3. Le protocole d'attrition avait déjà été testé lors d'un stage à l'URSTM, donc les paramètres de flottation testés précédemment ont été conservés pour le présent test. T7 a été reproduit pour ce travail afin de valider les résultats précédemment obtenus. Ce prétraitement a été réalisé uniquement pour l'échantillon R1.

## **Re-broyage**

Pour chaque test, 1200 g de matériel a été broyé dans un broyeur à barres en acier inoxydable de volume de 8,8 L à un pourcentage solide de 50 % et une vitesse de broyage de 50 % et 66 % de la vitesse critique, respectivement, pour T8 et T9. Les dimensions du broyeur sont les suivantes : un diamètre de 20,77 cm et une longueur de 25,85 cm. Avant de broyer le matériel, des barres en acier ont été introduites dont les poids et les dimensions sont les suivants : 4659 g de 1,27 cm, 4516 g de 1,58 cm, 10563 g de 1,90 cm. Pour ces essais, les paramètres de flottation sont les suivants : une vitesse de 1200 tr/min et un débit d'air de 3L/min en raison de la répartition granulométrique et de l'état de surface du matériau après le re-broyage. Ce prétraitement a été réalisé uniquement pour l'échantillon R1.

### **3.2.4 Étude du comportement environnemental**

Le comportement environnemental des matériaux a été évalué par des essais en mini-cellules d'altération. Le montage des mini-cellules d'altération est tiré de Cruz et al (2001). Pour le présent essai, environ 67 g d'échantillon sec sont déposés dans un entonnoir Büchner de 10 cm de diamètre muni d'un filtre à membrane de nylon pour filtrer les eaux de rinçage (Figure 3.8). Généralement, la durée des cycles de rinçage varie selon les objectifs du travail. Pour cette étude, la durée fixée au départ était entre 20 et 40 cycles, où chaque lundi et jeudi, un rinçage à l'eau déionisée est effectué et le reste des jours les mini-cellules sont exposées à l'air ambiant. Ensuite, une analyse de lixiviats est réalisée afin de déterminer le pH, l'ORP, la conductivité, ainsi que les concentrations en métaux.

Pour ce projet, l'étude cinétique en mini-cellules d'altération a été effectuée uniquement pour le matériel fortement oxydé et concernait 3 échantillons où M1 correspond à l'alimentation (R1), M2 est le rejet du test d'agitation (T6) et M3 est le rejet du test de re-broyage (T9).

Le pH a été mesuré par une électrode Orion GD9156BNWP double jonction couplé à un multimètre VWR Symphony SB90M5. Le potentiel redox Eh (dont les valeurs ont été corrigées par rapport à l'électrode normale à l'hydrogène (ENH) en ajoutant la valeur 204 mV) a été mesuré à l'aide d'une électrode Orbisint CPS12-OPA2GSA Pt/Ag/AgCl et un appareil Benchtop Meter Symphony B30PCI. La conductivité électrique a été mesurée à l'aide d'un appareil portable Oakton Acorn

CON 6. La composition chimique a été déterminée par ICP-AES avec un appareil Perkin Elmer 3000 DV.

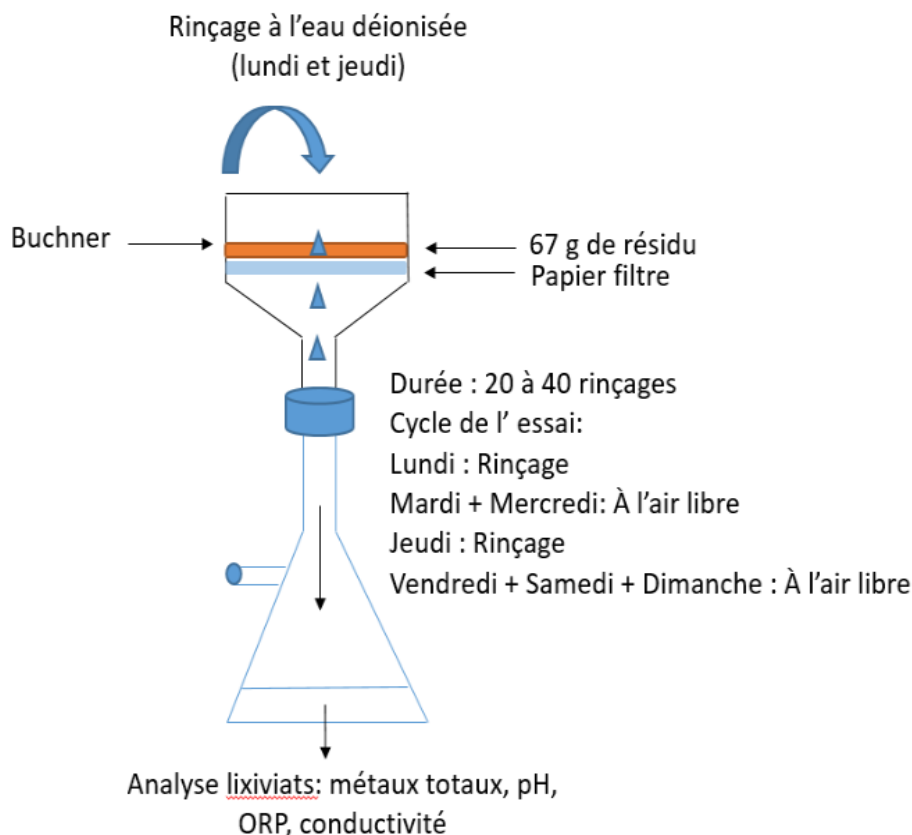


Figure 3.8 : Essai cinétique en mini cellule d'altération

### 3.3 Résultats de la caractérisation du matériel

#### 3.3.1 Caractéristiques physiques

La densité relative des grains est liée à leur minéralogie. Dans le cas de résidus miniers, l'augmentation du Dr est proportionnelle à la quantité de minéraux sulfureux et/ou de métaux. Les valeurs de densité relative des grains mesurées pour les résidus rencontrés au Québec sont généralement comprises entre 2,6 à 4,0 (Bussière, 2007). Les deux échantillons présentent des valeurs de densité presque similaires égales à 2,84 et 2,87 respectivement pour R1 et R2. Ceci pourrait être attribué au fait que les deux échantillons ont une composition chimique presque identique.

La surface spécifique de l'échantillon R1 est deux fois plus importante que celle de l'échantillon R2 et est égale 7,40 (R1) comparativement à 4,41 (R2). Cette propriété physique est généralement proportionnelle à la réactivité du matériau. En effet, plus cette surface est importante, plus il peut se produire de réaction entre sa surface et le milieu environnant. Le Tableau 3.3 donne les valeurs des propriétés physiques pour chacun des échantillons mesurés avant le début des essais en colonne de flottation.

L'échantillon R1 présente une granulométrie grossière par rapport à l'échantillon R2. En effet, pour le matériel R1,  $D_{80}$  est égal à 102,73  $\mu\text{m}$  comparé à un  $D_{80}$  égal à 41,60 pour R2. Selon la valeur du coefficient d'uniformité (Cu), les deux échantillons présentent une granulométrie semi-étalée ( $5 < \text{Cu} < 20$ ) selon Aitcin et al. (2012). Quant aux coefficients de courbure (Cc), les deux échantillons sont bien gradués et la continuité est bien répartie pour une valeur de Cc comprise entre 1 et 3.

Tableau 3.3 : Propriétés physiques des échantillons étudiés

| Paramètre                                | Unité                 | Matériel fortement oxydé<br>(R1) | Matériel partiellement oxydé<br>(R2) |
|--|-----------------------|----------------------------------|--------------------------------------|
| Gs                                       | -                     | 2,84                             | 2,87                                 |
| Ss                                       | $\text{m}^2/\text{g}$ | 7,40                             | 4,41                                 |
| $\text{Cu} = D_{60}/D_{10}$              | -                     | 9,83                             | 6,86                                 |
| $\text{Cc} = D_{30}^2/(D_{60} * D_{10})$ | -                     | 1,11                             | 1,08                                 |
| $D_{10}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 6,10                             | 3,60                                 |
| $D_{20}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 11,85                            | 6,52                                 |
| $D_{30}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 20,12                            | 9,85                                 |
| $D_{40}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 30,67                            | 13,86                                |
| $D_{50}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 21,07                            | 18,76                                |
| $D_{60}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 27,79                            | 24,78                                |
| $D_{70}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 78,74                            | 32,17                                |
| $D_{80}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 102,73                           | 41,60                                |
| $D_{90}$                                 | ( $\mu\text{m}$ )     | 139,57                           | 56,10                                |

### 3.3.2 Caractéristiques chimiques

Les résultats des analyses chimiques (ICP-AES, XRF, S/Cet Au) sont présentés dans le Tableau 3.4. Les teneurs en soufre sont similaires pour les deux échantillons R1 et R2 et sont égales à 0,95%. L'échantillon R1 est plus riche que R2 en As et présente une teneur égale à 0,53% comparativement à 0,21% pour R2. Pour les teneurs en Au, R1 présente une teneur nettement plus importante qui est égale à 3,82 g/t par rapport à R2 qui contient 1,41 g/t.

Tableau 3.4 : Résultats de la caractérisation chimique

|    |       | <b>Matériel fortement oxydé (R1)</b> | <b>Matériel partiellement oxydé (R2)</b> |
|----|-------|--------------------------------------|--|
| Al | %     | 3,98                                 | 3,70                                     |
| As | mg/kg | 5309                                 | 2088                                     |
| Ba | mg/kg | 263                                  | 264                                      |
| C  | %     | 2,41                                 | 2,59                                     |
| Ca | mg/kg | 44630                                | 35150                                    |
| Cr | mg/kg | 583                                  | 457                                      |
| Fe | %     | 6,89                                 | 6,39                                     |
| K  | %     | 0,95                                 | 0,82                                     |
| Mg | %     | 5,52                                 | 4,71                                     |
| Mn | mg/kg | 1021                                 | 1084                                     |
| Na | mg/kg | 8970                                 | 12300                                    |
| Ni | mg/kg | 376                                  | 151                                      |
| S  | %     | 0,97                                 | 0,95                                     |
| Ti | mg/kg | 2945                                 | 4353                                     |
| Zn | mg/kg | 79                                   | < LD                                     |
| Si | %     | 21,62                                | 21,93                                    |
| Au | g/t   | 3,82                                 | 1,41                                     |

A l'issue des résultats de caractérisation chimique et plus précisément l'analyse S/C, il a été possible de calculer les PNN et RPN, respectivement, pour les deux échantillons R1 et R2, afin de statuer sur le pouvoir de génération de DMA comme présenté dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 : Analyse environnementale

|           | <b>S<sub>tot</sub></b> | <b>PA</b> | <b>C<sub>tot</sub></b> | <b>PN</b> | <b>PNN</b> | <b>RPN</b> |
|-----------|------------------------|-----------|------------------------|-----------|------------|------------|
| <b>R1</b> | 0,97                   | 30,31     | 2,41                   | 200,75    | 182,68     | 7,02       |
| <b>R2</b> | 0,95                   | 26,68     | 2,59                   | 215,74    | 186,05     | 7,26       |

Les résultats du DRX (Tableau 3.6) confirment le fort pouvoir neutralisant pour les deux échantillons avec des teneurs en dolomite de 21,92% et 23,11%, respectivement, pour R1 et R2. Les teneurs en arsénopyrite sont inférieures à la limite de détection et donc ne sont pas détectables par DRX.

Tableau 3.6 : Résultats des analyses DRX

| Matériel fortement oxydé (R1) |                          | Matériel partiellement oxydé (R2) |                          |
|-------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|
| Minéraux                      | Pourcentage massique (%) | Minéraux                          | Pourcentage massique (%) |
| Quartz                        | 28,05                    | Quartz                            | 26,45                    |
| Dolomite                      | 21,92                    | Dolomite                          | 23,11                    |
| Albite                        | 11,63                    | Albite                            | 15,76                    |
| Talc                          | 11,41                    | Talc                              | 11,48                    |
| Chamosite                     | 1,10                     | Chamosite                         | 0,01                     |
| Muscovite                     | 2,60                     | Muscovite                         | 2,69                     |
| Biotite                       | 5,07                     | Biotite                           | 7,14                     |
| Titanite                      | 2,13                     | Titanite                          | 3,45                     |
| Gypsum                        | 2,22                     | Pyrite                            | 0,33                     |
| Chlorite                      | 12,97                    | Chlorite                          | 3,24                     |
|                               |                          | Labratoridite                     | 4,35                     |

### 3.3.3 Caractéristiques minéralogiques

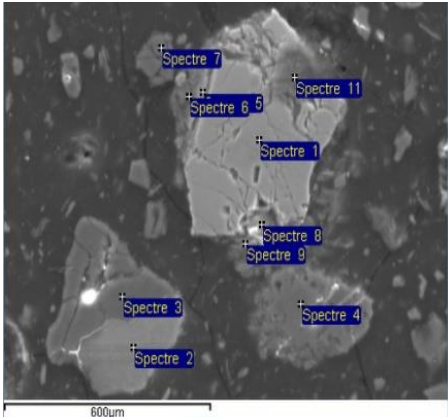
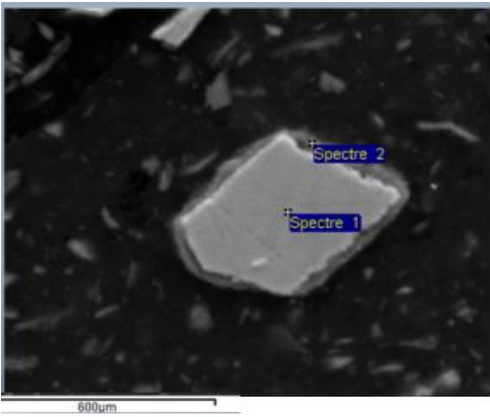
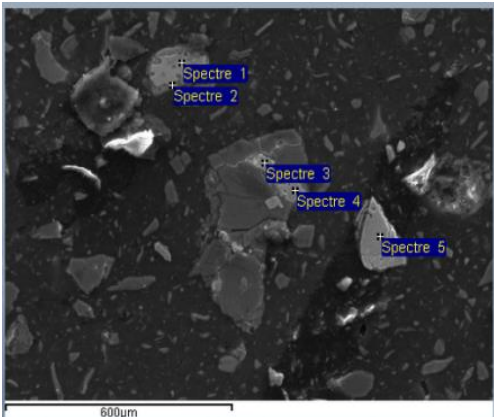
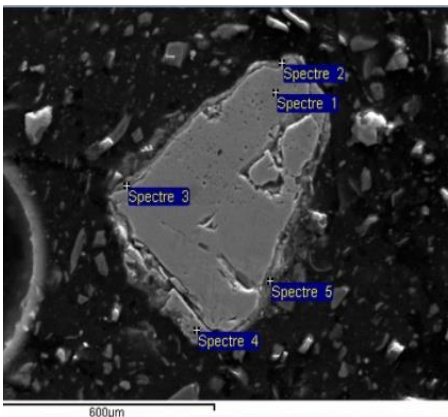
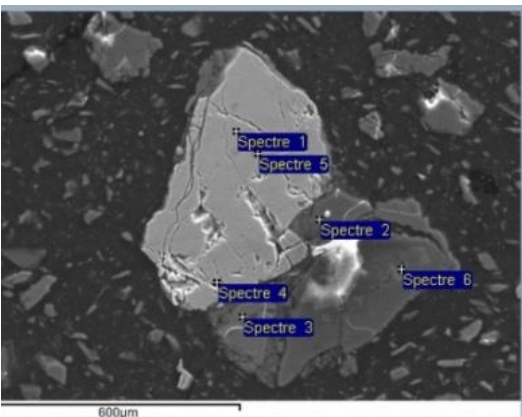
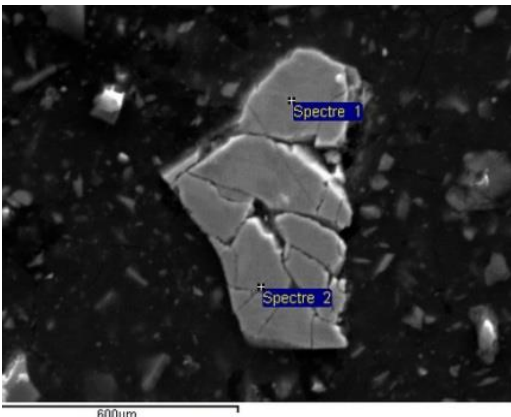
Pour identifier les minéraux présents dans les deux échantillons R1 et R2, la microscopie optique (MO) en lumière réfléchie a été utilisée. Deux sections polies ont été préparées et ensuite observées au MO en lumière polarisée non analysée (LPNA) et en lumière polarisée analysée (LPA). Les minéraux identifiés sont rassemblés dans les Tableau 3.7.

Tableau 3.7 : Identification des minéraux observés par MO

|                                 |                    | Matériel fortement oxydé (R1) |                           | Matériel partiellement oxydé (R2) |                           |
|---------------------------------|--------------------|-------------------------------|---------------------------|-----------------------------------|---------------------------|
| Critères d'identification au MO |                    | Pyrite                        | Arsénopyrite              | Pyrite                            | Arsénopyrite              |
| LPN                             | Couleur            | Blanc jaune, très clair       | Blanc avec point de crème | Blanc jaune, très clair           | Blanc avec point de crème |
|                                 | Forme              | Cubique                       | Losange                   | Cubique                           | Losange                   |
|                                 | Dureté             | Élevée                        | -                         | Élevée                            | -                         |
|                                 | Pouvoir réflecteur | Élevé                         | Élevé                     | Élevé                             | Élevé                     |
|                                 | Pléochroïsme       | Non                           | Faible                    | Non                               | Faible                    |
| LPA                             | Anisotropie        | Isotrope                      | Moyenne                   | Isotrope                          | Moyenne                   |
|                                 | Réflexion interne  | Non                           | Non                       | Non                               | Non                       |
|                                 | Macles             | Non                           | Oui                       | Non                               | Oui                       |
| Abondance                       |                    | +++                           | +++                       | +++                               | +++                       |

Grâce au MO, la pyrite et l'arsénopyrite ont été identifiées comme étant les deux principaux minéraux sulfureux pour les deux échantillons R1 et R2. À la suite de ces observations, plusieurs zones d'intérêts ont été encerclées afin d'être analysée au MEB. Les cercles analysés sont représentés dans le Tableau 3.8. L'analyse minéralogique a confirmé les résultats obtenus par MO et a révélé que les minéraux sulfureux présents dans les deux échantillons sont principalement la pyrite et l'arsénopyrite. La caractérisation initiale a confirmé l'état d'oxydation de surface pour les deux échantillons, mais principalement pour R1. Les produits d'oxydation ont été identifiés par MEB-EDS. Le contour d'une pyrite altérée est principalement la szomolnokite  $\text{Fe}(\text{SO}_4) \times (\text{H}_2\text{O})$  (R1 et R2) et pour les minéraux formés par oxydation de l'arsénopyrite, ce sont principalement l'arséniosidélite  $\text{Ca}_2 \text{Fe}_3 (\text{AsO}_4)_3 \text{O}_3 \times 3(\text{H}_2\text{O})$  et l'angélite  $\text{Fe}_4 (\text{AsO}_4)_2 \text{O}_3$  (R1). La présence de ces minéraux secondaires en conséquence de la longue exposition du matériel aux conditions atmosphériques réduit l'hydrophobicité des minéraux et les rend moins accessibles aux collecteurs (Clarke et al., 1995). L'échantillon R2 présente des surfaces oxydées moins importantes comparativement à l'échantillon R1. En effet, il a été possible d'observer des grains de pyrite et d'arsénopyrite sans contour altéré.

Tableau 3.8 : Identification des minéraux sulfureux et de leurs produits d'oxydation par  
MEB-EDS

|                                   |  |   |  |
|-----------------------------------|--|---|--|
| Matériel fortement oxydé (R1)     |   |   |   |
|                                   | Sp1+Sp8:Pyrite;Sp5:<br>Szomolnokite  | Sp1: Arsenopyrite ; Sp2: Angellelite  | Sp1+Sp3+Sp5: Arsenopyrite;<br>Sp2:Arseniosiderite                                    |
| Matériel partiellement oxydé (R2) |  |  |  |
|                                   | Sp1 :Pyrite;Sp2+3+4 :Szomolnok<br>ite;<br>Sp5 :Jarosite                            | Sp1+4+5:Arsénopyrite;Sp2 :Quartz;Sp3+6<br>:Chamosite                                | Sp1+2 :Pyrite  |



Une fois que toutes les données ont été rassemblées et comparées, les résultats des analyses ont été ajustés pour réconcilier le minéral afin de faire correspondre au mieux les valeurs des éléments chimiques obtenus par l'analyse chimique et par calcul à partir de la minéralogie (Figure 3.9 et 3.10). Ceci permet d'améliorer la fiabilité du résultat final.

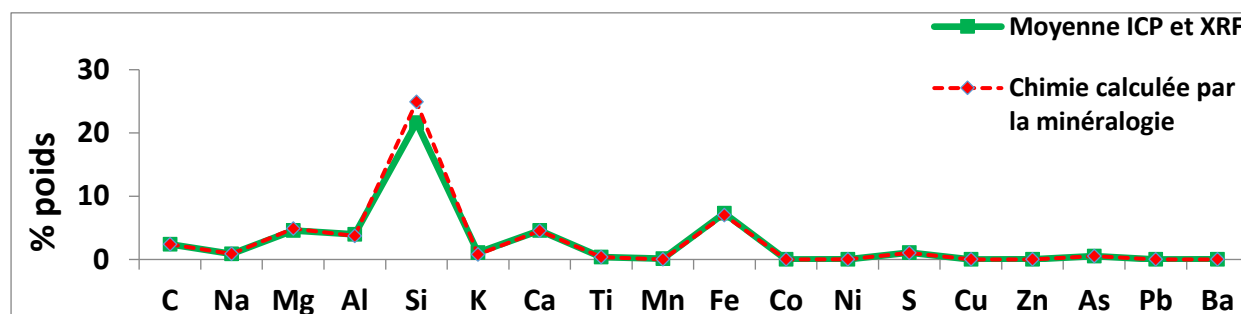


Figure 3.9: Réconciliation minéralogique pour l'échantillon R1

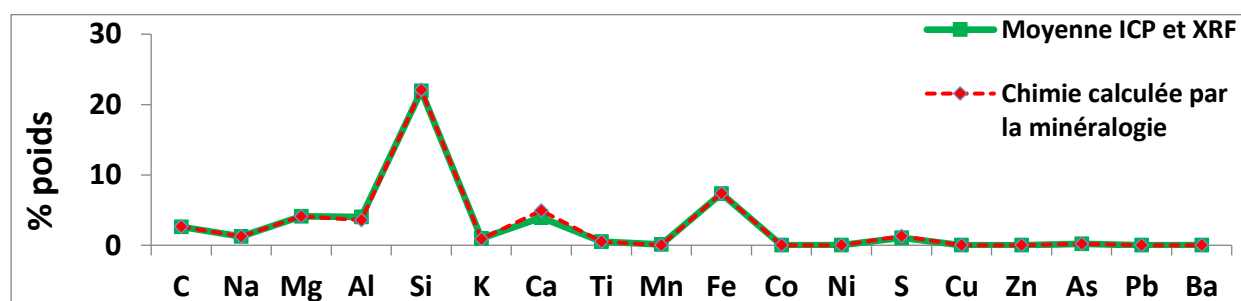


Figure 3.10 : Réconciliation minéralogique pour l'échantillon R2

Le prochain chapitre sera sous forme d'un article publié dans le journal Minerals Engineering où les résultats de désulfuration environnementale pour le matériel R1 seront présentés et discutés. Ce chapitre permet de répondre en partie à l'objectif principal de cette étude et qui est de produire un rejet non problématique pouvant servir comme couverture pour la restauration des parcs à résidu.

Cet article répond également à deux objectifs spécifiques et qui sont les suivants :

- Tester différentes méthodes de prétraitement mécaniques afin d'améliorer le processus de flottation pour le matériel R1
- Récupérer l'or dans les concentrés de sulfures pour le matériel R1.

## **CHAPITRE 4     ARTICLE 1: DESULFURIZATION OF AGED GOLD-BEARING MINE TAILINGS**

Ce chapitre est un article de Skandrani, A., Demers, I., et Kongolo, M. publié au journal «Minerals Engineering» le 16 mai 2019, Volume 138, pages 195-203. Il met l'accent sur les résultats des essais de désulfuration sur un matériel fortement oxydé. Dans ce chapitre, l'efficacité des méthodes de prétraitements mécaniques pour nettoyer les surfaces altérées du matériel ainsi que la récupération de l'or ont été également présentées.

### **Abstract**

Desulfurization is a novel approach for the reclamation of abandoned mine sites that can have environmental and economic benefits, particularly when combined with the recovery of valuable elements. Desulfurization by flotation produces sulfide-lean tailings, which can be used as cover materials, and sulfide-rich concentrates, which may contain valuable sulfide-associated metals such as gold. Because unreclaimed, aged tailings are often at advanced stages of the weathering process the surfaces of sulfide minerals are usually encapsulated by oxidation products. This surface oxidation reduces sulfide hydrophobicity and, thus, flotation efficiency. Therefore, the main goal of this study was to evaluate how effectively various mechanical pretreatment processes enhance the flotation process for aged tailings. After initial characterization of an aged tailings sample, various parameters were adjusted to optimize the desulfurization process. Subsequently, several mechanical pretreatments (i.e., agitation, attrition, regrinding) were tested. Results show the possibility to produce a concentrate rich in sulfides and gold.

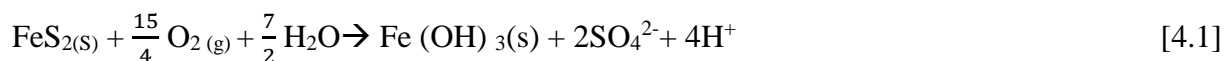
**Keywords:** Aged tailings, desulfurization, flotation, gold recovery, pretreatment.

### **4.1 Introduction**

In Canada, the mining industry has left a legacy of environmental damage after many decades of poorly regulated mineral resource exploitation. Many abandoned sites continue to have issues related to surface and groundwater pollution, land-cover and land-use change, and wind erosion (Hilson et Murck, 2000). Thus, the reclamation of abandoned sites represents a major challenge for government agencies.

From an environmental perspective, one of the most serious challenges with abandoned sites is the continual production of acid mine drainage (AMD), which occurs when sulfide minerals come into

contact with water and atmospheric oxygen. Typically, these reactions result in the production of acid and sulfate, as well as the dissolution of potentially toxic metals (Aubertin et al., 2002). Given the prevalence of pyrite in a wide variety of deposit types, the oxidation of pyrite is often used to describe the general chemistry of sulfide oxidation. The global oxidation reaction of pyrite is given by Eq. [4.1] (Aubertin et al., 2002; Lindsay et al., 2015; Nordstorm et al., 2015).



Abandoned tailings exposed to atmospheric conditions for an indeterminate amount of time, cause AMD generation and neutralization reactions to occur and produce secondary mineral precipitation (Aubertin et al., 2002). These metal oxy-hydroxides generally deposit on the particles' surface and coat the particles with a layer of secondary mineral precipitates (Mermillod, 2005).

The reclamation of abandoned mine sites can also be challenging due to the lack of existing operations on site. Indeed, adequate material for the construction of an engineered cover system may be difficult to find within a reasonable distance from the site. With the rise in the price of gold from a level of \$250 (USD) per troy ounce (2001) to around \$1200 (USD) at the end of June 2013 (Bialkowski et al., 2015), some tailings ponds can be actually be considered as secondary gold deposits since they can contain significant amounts of potentially recoverable gold. The gold recovery process can be profitable as long as it is not overly complex. Furthermore, the gold recovered from these abandoned sites that require reclamation should be considered a financial asset since it will pay, in part or in full, for the costs of reclamation work. In 2017, the quantity of gold mine tailings in Canada was about one billion tonnes, with an associated metal value estimated at \$10 billion USD. Gold frequently occurs with other minerals such as pyrite, pyrrhotite, and arsenopyrite (Monte et al., 1997). Most of the time, gold recovery is achieved by conventional techniques such as gravity separation, flotation, and cyanidation (Harris, 1990). In other cases, it is necessary to concentrate the gold-bearing sulfides using processes such as flotation (Mermillod, 2005). For example, in Brazil at Raposos (Anglo American Co.), the Morro Velho mine floats residual gold ore associated with pyrite. In this case, the gold-bearing pyrite is floated with the addition of dithiophosphate as a collector (Monte et al., 1997).

The main objective of this study was to produce desulfurized tailings, and additionally, to concentrate gold associated to sulfides. The proposed method is environmental desulfurization which consists of a physico-chemical separation process that recovers sulfur from mine tailings

based on the tailings' surface properties (e.g., Bussière et al., 1998). This method has gathered a great deal of interest and research due to its satisfactory results in terms of sulfur recovery (around 90%) to control AMD (Benzaazoua et al., 2008; Benzaazoua et al., 2000; Bussière et al., 1998; Humber, 1997). This integrated management approach to reclamation produces two distinct fractions (Benzaazoua et al., 2000; Derycke, 2012; Hesketh et al., 2010; Mermillod, 2005): first, a non-acid generating desulfurized fraction deposited directly into tailings impoundments or used either as a monolayer cover or a water retention layer in a multi-layer cover, and a second fraction, smaller in quantity but rich in sulfides, which can be used in the manufacturing of cemented paste backfill or potentially for extracting high-value metals (Benzaazoua et al., 2008; Bois et al., 2005; Demers et al., 2008) such as gold or silver.

Environmental desulfurization is a process whose performance depends heavily on the surface chemistry of the particles to be floated (Mermillod, 2005). However, in the case of abandoned mine tailings, after years-long exposure to different weathering and atmospheric conditions, layers of secondary minerals form on the tailings particle surfaces. These oxidation products have a poor affinity with the flotation collector, which adsorbs ineffectively to the altered surface of the particles and therefore constitute a barrier to collector adsorption and reduces flotation performance (Clarke et al., 1995). Thus, to improve the efficiency of sulfide recovery by flotation, it is necessary to test different pretreatment methods. These methods can be either chemical or mechanical and are intended to clean oxidized surfaces to make them more reactive prior to starting the flotation process (Clarke et al., 1995; Fornasiero et al., 1992).

Chemical methods consist of modifying the surface state of oxidized sulfides as well as their surface properties (e.g. pH change, sulfidisation, addition of Cu (II), EDTA extraction). Mechanical methods consist of using an energy that creates a repulsion between oxidized products and the mineral surface (e.g. sonication, attrition with quartz). Clarke et al., (1995) tested the feasibility of both chemical and mechanical methods and showed that is possible to remove oxidation products from sulfide mineral surfaces.

The main goal of this study is to produce desulfurized tailings (non-acid generating) and a sulfide-rich concentrate, with possible gold recovery using material from an aged tailings storage area. Mechanical pretreatment methods were tested as possible methods to enhance flotation and desulfurization efficiency, as well as gold recovery.

## 4.2 Experimental methods

### 4.2.1 Material Characterisation

Tailings deposited approximately 40 years ago with minimal containment and no reclamation strategy were sampled from an abandoned mine site in Canada. Roughly 63 kg of tailings were collected by shovel approximately 30 cm from the surface. Given that the purpose of this study was to test pretreatment methods, it was deemed acceptable to collect samples from a single location and not a more representative sampling of the tailings pond.

Before beginning the flotation tests, the tailings were dried and homogenized. Physical, mineralogical, and chemical characterizations of the material were performed on subsamples using the methods described in Table 4.1. The characterization results confirmed the advanced oxidation of the material and helped to determine the flotation parameters. Once all the data were collected and compared, the results of the final analyses were adjusted to reconcile the mineralogical composition with the data obtained by bulk chemical analyses.

Table 4.1 : Methods used for the initial characterization of the feed sample

| <b>Analyses</b> | <b>Parameter</b>                          | <b>Method &amp; Instrument</b>  |
|-----------------|---|---|
| Physical        | Relative density                          | Helium gas pycnometry-Micromeritics Accupyc 1330  |
|                 | Specific surface                          | Specific surface analyzer by the BET method-Gimini III 2375                             |
|                 | Particle-size distribution                | Malvern Mastersizer by laser diffraction  |
| Chemical        | Bulk chemistry                            | Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES)-Perkin Elmer 3000 DV  |
|                 | Sulfur and carbon content                 | Sulfur and carbon analyser by induction furnace-Eltra CS-2000                           |
|                 | Mass percentage of elements in oxide form | X-ray fluorescence analyser (XRF)   |
|                 | Gold content                              | Fire assay with flame atomic absorption spectrometry (FAAS)                             |
| Mineralogical   | Mineralogical composition                 | Optical microscopy (OM)-Zeiss Axio Imager   |
|                 |   | Scanning electron microscopy - Energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS)-Hitachi S-3500N |
|                 |   | X-ray diffractometer (XRD)-Bruker AXS Advance D8  |

Analyses of the S and C content of the tailings made it possible to estimate the acid-generating potential (AP) and the neutralization potential (NP) using the Sobek method (Sobek et al., 1978) and Lawrence and Wang method (Lawrence and Wang, 1996), respectively. The net neutralization potential ( $NNP = NP - AP$ ) and the neutralization potential ratio ( $NPR = NP/AP$ ) were used to interpret the results of the static tests. To better understand the distribution of Au and S in the feed sample, wet and dry screening of 1400 g of material were carried out, followed by a Au and S analysis for each particle-size fraction.

#### 4.2.2 Desulfurization conditions

For the desulfurization tests, 1000-g dry subsamples were carefully prepared and transferred to a 2.5-L Denver flotation cell. Tap water was added to form a slurry between 30% and 35% (w/w) solids for rougher. A rougher scavenger (1), scavenger (2) circuit was adopted, in which the scavenger (1) feed contained the rougher flotation tailings, and the scavenger (2) feed contained the scavenger (1) flotation tailings. A schematic representation of the circuit is shown in Figure 4.1.

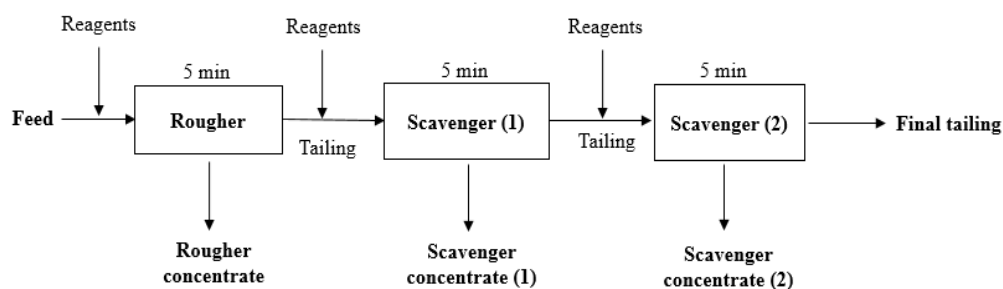


Figure 4.1 : Schematic representation of the flotation circuit

During the scavenger (1) and (2) flotation steps, the water level was readjusted to 1 cm from the edge of the flotation cell. Potassium amyl xanthate (KAX) was used as a collector. It was added as different concentrations in the flotation steps: 180 g/t and 90 g/t for the rougher and scavenger steps, respectively, in all tests except for those with attrition as the pretreatment. In these tests the collector concentration was maintained at 200 g/t for all flotation steps. The duration of collector conditioning was 15 min. The frother, methyl isobutyl carbinol (MIBC) (8.6 g/t), was then conditioned for 1 min before introducing air into the slurry. T1, T2, T3, T4 and T5 referred to flotation tests carried out without pretreatment of the feed material (Table 4.2), and for T6, T7, T8 and T9 these are the tests for which the feed material has been pre-treated (Table 4.3). Three

experiments (T5, T7 and T9) (Table 4.2 and Table 4.3) were carried out after the slurry was preconditioned with a copper sulfate ( $\text{CuSO}_4$ ) activator for 10 min at a concentration of 200 g/t for all flotation steps. During desulfurization, the pH was not controlled except during the attrition test ( $\text{pH} = 11$ ) during which the pH was modified with lime. All reagents were analytically pure. Each flotation step was carried out for 5 min. Airflow rate and rotation speed were fixed for each flotation test as reported in Table 4.2. All concentrate and tailings samples were collected, dried, weighed, and analyzed for Au and S.

Prior to the pretreatment tests, it was necessary to perform tests by varying the parameters presented in Table 4.2 to determine the optimal flotation conditions that would be used to test the mechanical pretreatments.

Table 4.2 : Optimization of desulfurization conditions

|                       | Test # | rpm  | Airflow ( $\text{L.min}^{-1}$ ) | Activator       |
|-----------------------|--------|------|---------------------------------|-----------------|
| Rotation speed effect | T 1    | 1200 | 3                               | -               |
|                       | T 2    | 1800 | 3                               | -               |
| Airflow effect        | T 2    | 1800 | 3                               | -               |
|                       | T 3    | 1800 | 6                               | -               |
|                       | T 4    | 1800 | 9                               | -               |
| Activator effect      | T 3    | 1800 | 6                               | -               |
|                       | T 5    | 1800 | 6                               | $\text{CuSO}_4$ |

When the regrinding pretreatment was completed, a particle-size analysis was performed to obtain the new particle-size distribution of the feed sample. Select rougher concentrate and tailings samples were also analyzed by optical microscopy and SEM-EDS.

### 4.2.3 Pretreatments

Considering that the tailings used in this study originated from an abandoned mine site, it was necessary to carry out pretreatments to clean particle surfaces before starting flotation. Following the initial characterization of the tailings, agitation, attrition, and regrinding were selected as the pretreatment methods (Table 4.3).

Table 4.3 : Mechanical pretreatment and flotation conditions

| Pretreatment conditions |       | Flotation conditions |         |           |              |    |
|-------------------------|-------|----------------------|---------|-----------|--------------|----|
| Duration                | Speed | Speed                | Airflow | Activator | pH regulator | pH |

|                        | min | rpm                | rpm  | L.min <sup>-1</sup> |                   |      |      |
|------------------------|-----|--------------------|------|---------------------|-------------------|------|------|
| <b>Agitation (T6)</b>  | 30  | 1800               | 1800 | 6                   | -                 | -    | 7.8  |
| <b>Attrition (T7)</b>  | 30  | 2480               | 1500 | 6                   | CuSO <sub>4</sub> | Lime | 11.0 |
| <b>Regrinding (T8)</b> | 60  | 50% critical speed | 1200 | 3                   | -                 | -    | 7.8  |
| <b>Regrinding (T9)</b> | 120 | 66% critical speed | 1200 | 3                   | CuSO <sub>4</sub> | -    | 7.8  |

#### 4.2.3.1 Agitation

The agitation pretreatment consisted of letting the particles agitate for 30 min in the flotation cell at a speed of 1800 rpm before beginning the desulfurization process. According to the results of the preliminary trials presented in Table 4.2, the flotation was carried out at 1800 rpm and an airflow rate of 6 L.min<sup>-1</sup> without activator (T6).

#### 4.2.3.2 Attrition

The attrition cell used in this study was a closed container equipped with two parallel propellers designed to agitate the sample and promote contact between silica seeds and the tailings in order to remove oxidation products. The effectiveness of this pretreatment depends closely on its duration. For this test, an attrition time of 30 min was selected for each series. Due to the limited volume of the attrition cell (800 mL), attrition was carried out in five series. For each series, a mass of 200 g of tailings was introduced into the attrition cell with 400 g of silica with a well-defined particle size (>170 µm) to make separation easier during screening. Prior to attrition testing, a precise volume of water (500 mL) was added to the cell. Once attrition was completed, silica separation was performed by screening. Figure 4.2 shows the particle-size distribution of the tailings following attrition; the D<sub>80</sub> of the tailings (diameter at which 80% of particles pass through the screen) was 58.02 µm.



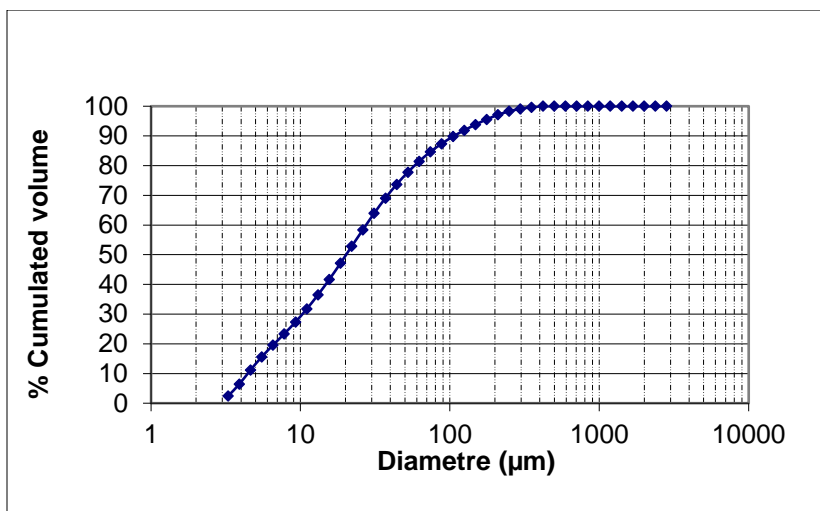


Figure 4.2 : Particle-size distribution of tailings after attrition

For this test (T7), flotation was carried out at 1500 rpm at an airflow rate of 6 L.min<sup>-1</sup>, with activator, and at an alkaline pH (by adding lime). This attrition protocol was tested previously, thus the established flotation parameters were retained for the present test. T7 was reproduced for this effort in order to validate the effectiveness of the pretreatment method.

#### 4.2.3.3 Regrinding

In the regrinding pretreatment, 1200 g of tailings were ground in an 8.8-L stainless-steel rod mill at 50% solids by weight and a grinding speed of 50% and 66% of the critical speed for T8 and T9, respectively. The mill was 20.77 cm in diameter and 25.85 cm in length. Before regrinding, the steel bars introduced into the mill were as follows: 4659 g of 1.27 cm, 4516 g of 1.58 cm, 10563 g of 1.90 cm. The flotation conditions used were standard (1200 rpm; airflow rate of 3 L.min<sup>-1</sup>) given the particle-size distribution and the surface conditions of the material after regrinding.

### 4.3 Results

#### 4.3.1 Initial characterisation

Mineralogical analyses revealed that the main sulfide minerals present in the tailings (feed) sample were pyrite and arsenopyrite. The initial characterization confirmed surface oxidation of the sample caused by exposure to atmospheric conditions. The oxidation products were identified by SEM-EDS. Figure 4.3 shows an altered pyrite grain with an oxidation rim comprised mainly of szomolnokite [Fe(SO<sub>4</sub>) • H<sub>2</sub>O]. Figure 4.4 shows an oxidized arsenopyrite grain with the main

oxidation products arseniosiderite [ $\text{Ca}_2 \text{Fe}_3 (\text{AsO}_4)_3 \text{O}_3 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$ ] and angellelite [ $\text{Fe}_4 (\text{AsO}_4)_2 \text{O}_3$ ] coating the grain. These altered surfaces may passivate sulfur minerals and make them less accessible to collectors (Clarke et al., 1995).

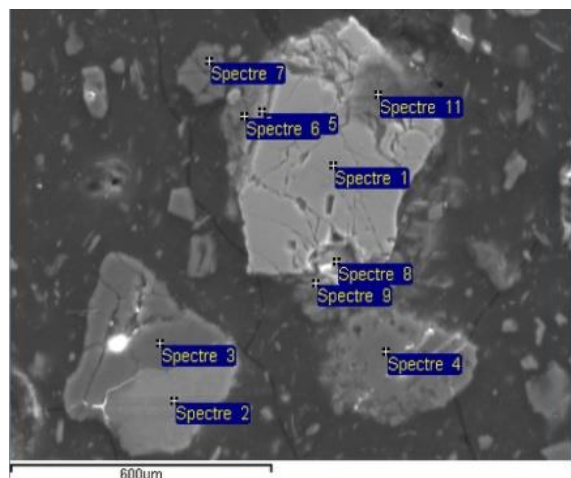


Figure 4.3 : SEM-EDS analyses of pyrite grains in the feed sample

Spectre1+Spectre8 –Pyrite; Spectre5 – Szomolnokite

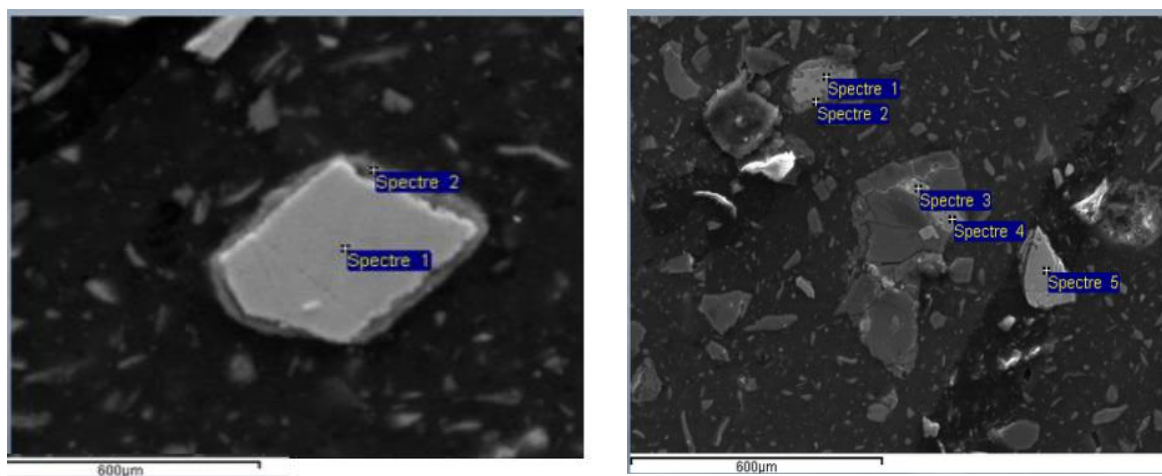


Figure 4.4 : SEM-EDS analyses of arsenopyrite grains for the feed sample

Left: Spectre1 – Arsenopyrite; Spectre2 – Angellelite. Right: Spectre1+Spectre3+Spectre5 – Arsenopyrite; Spectre2 – Arseniosiderite

Mineralogical analyses by XRD also confirmed the presence of gangue minerals, including: dolomite, albite, talc, and quartz (Table 4.4). Dolomite is a carbonate mineral that is characterized

by a very high neutralization potential. This information about the sample's mineralogy is crucial to the interpretation of the static test results.

Selected results from chemical, mineralogical, and physical characterizations of the feed sample are presented in Table 4.4. The data confirmed the presence of Fe and As-bearing minerals (pyrite, arsenopyrite, szomolnokite, angellelite, and arseniosiderite), which were previously identified by mineralogical analyses.

Table 4.4 : Results of chemical, physical, and mineralogical characterizations of the feed sample

|                                       |                        |               |                      |               |
|---------------------------------------|------------------------|---------------|----------------------|---------------|
| <b>Chemical characterization</b>      | <b>As</b>              | <b>Fe</b>     | <b>Ca</b>            | <b>Al</b>     |
|                                       | 0.53%                  | 6.86%         | 4.46%                | 3.98%         |
| <b>Mineralogical characterization</b> | <b>S</b>               | <b>C</b>      | <b>Au</b>            | <b>Mg</b>     |
|                                       | 0.97%                  | 2.41%         | 3.82 g/t             | 5.52%         |
| <b>Physical characterization</b>      | <b>Dolomite</b>        | <b>Albite</b> | <b>Talc</b>          | <b>Quartz</b> |
|                                       | 21.92 %                | 11.63%        | 11.41%               | 28.05%        |
| <b>Physical characterization</b>      | <b>S<sub>s</sub></b>   |               | <b>D<sub>r</sub></b> |               |
|                                       | 7.40 m <sup>2</sup> /g |               | 2.83                 |               |

The initial sample contained 3.82 g/t gold. This high residual gold content may be due to the difficulty in separating gold from its carrier minerals, mainly pyrite and arsenopyrite, in past beneficiation processes. For physical characterization, the specific surface area of 7.40 m<sup>2</sup>/g represents available surface for reaction. This is certainly the result of the high alteration state of the material surface due to its exposure to atmospheric conditions for decades.

The particle-size distribution of the feed sample showed a D<sub>80</sub> of 102 µm (Figure 4.5), with 8% of the material coarser than 212 µm. This particle size can influence the efficiency of desulfurization by reducing sulfide recovery. In fact, the optimal particle size for flotation is between 10 and 100 µm. Tortorelli et al., (1997) demonstrated that particles larger than 100 µm are difficult to lift with air bubbles, while particles smaller than 10 µm are too small to collide and attach to air bubbles. Thus, to enhance the flotation performance for the present tests, it was important to increase the rotation speed to properly condition the pulp and ensure that all particles are in motion.

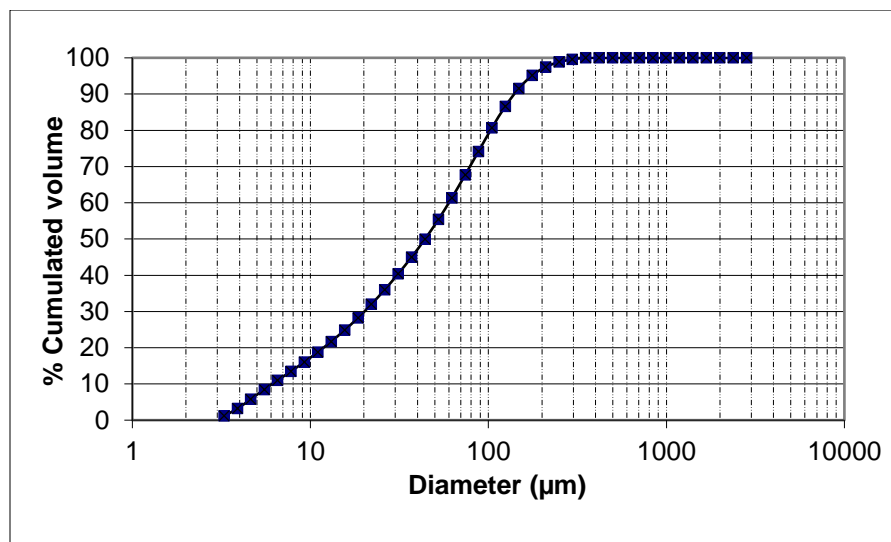


Figure 4.5 : Particle-size distribution of the feed sample

Figure 4.6 presents the Au and S distribution in the different particle-size fractions. Gold was mainly associated with the fine fraction, with 64% associated with particles  $\leq 32 \mu\text{m}$ . Gold assays of the fine fractions were also high at 9.21 g/t and 6.15 g/t for the 53 to 32  $\mu\text{m}$  and  $< 32 \mu\text{m}$  fractions, respectively. In contrast, sulfur was mainly associated with the coarse fraction, with about 50% in the 425  $\mu\text{m}$  to 212  $\mu\text{m}$  fraction. An assay of this fraction showed a S content of 5.18%.

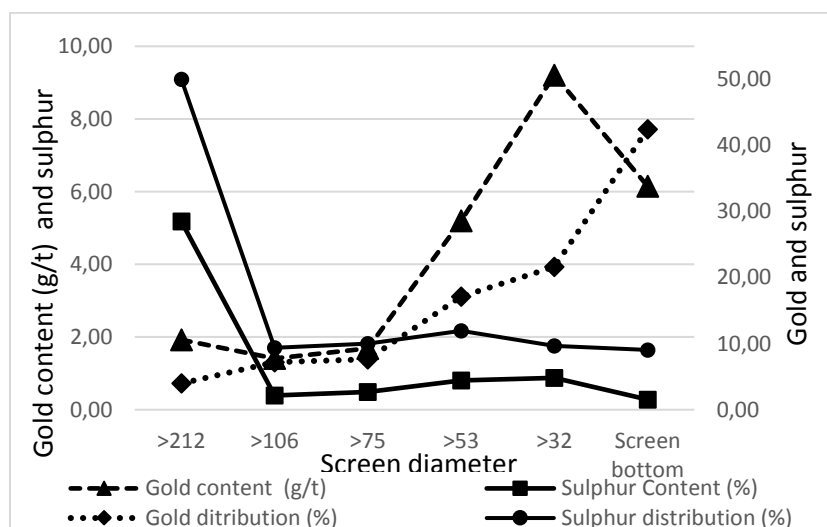


Figure 4.6 : Analysis of Au and S contents and distributions for each particle-size fraction following wet and dry screening of the feed sample

The NP and the AP were calculated using Eq [4.2] and Eq [4.3], where:  $M_{CaCO_3}$  is the molar mass of calcite (100.09 g/mol);  $M_C$  is the molar mass of carbon (12.01 g/mol); and  $M_S$  is the molar mass of sulfur (32.06 g/mol).

$$NP = \%C_{inorg} \times \frac{M_{CaCO_3}}{M_C} \times \frac{1000 \text{ kg} \cdot t^{-1}}{100\%} = \%C_{inorg} \times 83.33 \quad [4.2]$$

$$AP = \%S_{total} \times \frac{M_{CaCO_3}}{M_S} \times \frac{1000 \text{ kg} \cdot t^{-1}}{100\%} = \%S_{total} \times 31.25 \quad [4.3]$$

The NP was 200.83 kg  $CaCO_3 \cdot t^{-1}$  and the AP was 30.31 kg  $CaCO_3 \cdot t^{-1}$  (Frostad et al., 2003; Lawrence et al., 1989). Calculation of the NPR and NNP yielded values of 7.02 and 182.68, respectively, and according to the criteria outlined by Miller et al., (1991), the feed sample was classified as non-acid generating. In addition to the static test results, mineralogical characterizations detected the presence of 22% dolomite, which further demonstrates the strong neutralizing potential of the material (Miller et al., 1991; Lapakko, 1994; Plante et al., 2011). Although the material is non-acid generating and has a relatively low sulfur content (0.97%), it is still important that the sample undergo desulfurization since some of the sulfides are in the form of arsenopyrite, which could release As during weathering (Monte el al., 2002). Therefore, there is a potential risk of contaminated neutral drainage (CND). For the desulfurized tailings, environmental tests were carried out to ensure that the tailings did not generate CND; these results will be published in an upcoming publication.

Table 4.5 : Environmental analysis of the feed sample by chemical static tests

|      | AP(kg $CaCO_3$ /tonne) | NP(kg $CaCO_3$ /tonne) | NNP (kg $CaCO_3$ /tonne) | NP/AP |
|------|------------------------|------------------------|--------------------------|-------|
| Feed | 30.31                  | 200.75                 | 182.68                   | 7.02  |

## 4.3.2 Desulfurization results

### 4.3.2.1 Standard flotation

Before optimizing the desulfurization conditions, a first flotation test (T1) was carried out under standard conditions (1200 rpm). This test gave unsatisfactory results in terms of S recovery in the rougher concentrate (5.80%, Figure 4.7), likely due to several factors. First, significant surface oxidation of sulfides can affect collector adsorption. The adsorption mechanism on the sulfide mineral surface is a result of electrochemical interactions involving chemisorption, ion exchange,

or oxidation to dithiols, which requires a moderate oxidation; (Monte et al., 2002). Consequently, in the case of strong oxidation, flotation efficiency is lower. Second, the material was relatively coarse, therefore, requiring a higher rotation speed to keep all particles in motion and prevent the slurry from settling. For this reason, it was important to optimize the flotation parameters that follow the agitation pretreatment.

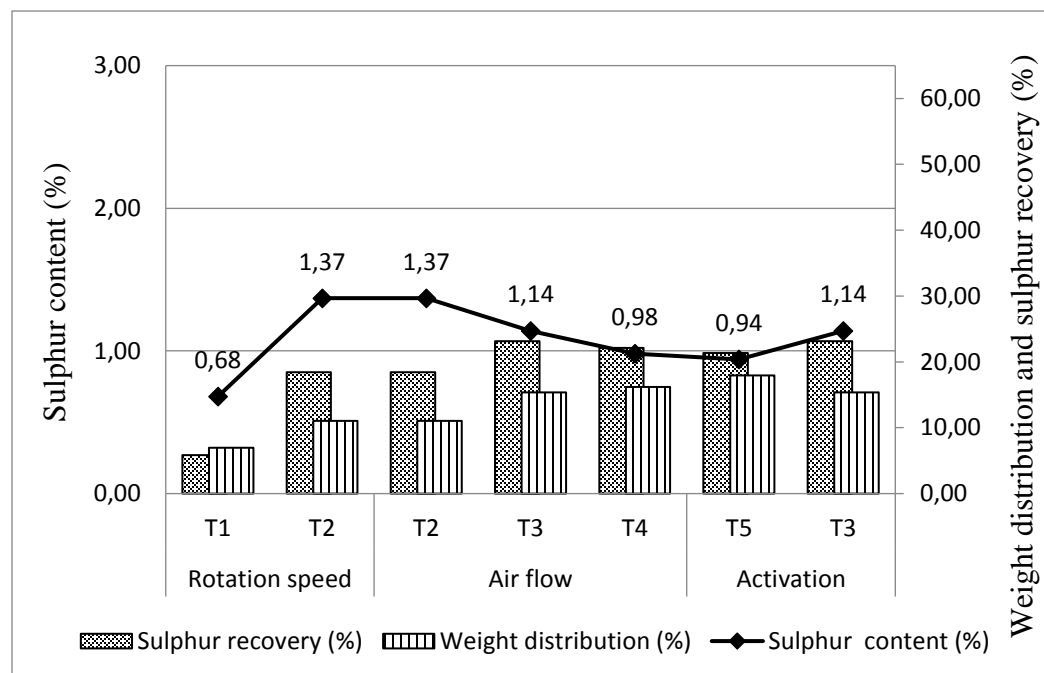


Figure 4.7 : Determination of flotation conditions for the agitation tests by varying the following parameters: Rotation speed (T1=1200 rpm; T2=1800 rpm), Airflow (T2=3 L.min<sup>-1</sup>; T3=6 L.min<sup>-1</sup>; T4=9 L.min<sup>-1</sup>) and activation (T3= with CuSO<sub>4</sub>; T5 = without CuSO<sub>4</sub>)

The first parameter tested was rotation speed (T2=1800 rpm, Figure 4.7). This test showed an improvement in sulfur content in the rougher concentrate from 0.68% in T1 (1200 rpm) to 1.37% (Figure 4.7). Sulfur recovery in the rougher concentrate was around 18.41%, but could still be improved. The airflow rate is also a very important parameter in flotation, thus, it was the second parameter included in the optimization. Three tests were carried out at different airflow rates: T2 = 3 L.min<sup>-1</sup>, T3 = 6 L.min<sup>-1</sup>, T4 = 9 L.min<sup>-1</sup> (Figure 4.7). Test T3 gave the best results in terms of sulfur recovery, with a value of 23.15% and a sulfur content of 1.14% for the rougher concentrate. In test T4, which was performed at 9 L.min<sup>-1</sup>, it was hypothesized that the relatively high airflow rate could influence the air bubble size distribution towards larger bubble sizes and, therefore, reduce the particles' recovery probability (Gorain, 1995). The addition of activators

promotes the selectivity of hydrophobization, thus enhancing the attachment of the collector to particle surfaces (Leppinen, 1990; Mermillod, 2005). Test T5 was carried out to determine the importance of adding an activator (i.e.,  $\text{CuSO}_4$ ). For the tested material, the addition of an activator did not improve the desulfurization efficiency. Overall, the conditions of test T3, which was carried out at 1800 rpm, with an airflow of  $6 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , and without an activator, gave the best results. These conditions were carried forward as the flotation protocol for further tests.

### **4.3.3 Mechanical pretreatments**

The desulfurization efficiency was evaluated by overall sulfur recovery and its weight distribution in the rougher concentrate for each pretreatment. The best flotation conditions corresponded to the tests that yielded the highest sulfur contents and recoveries for the lowest mass distribution in the rougher concentrate without any pretreatment.

#### **4.3.3.1 Agitation**

Referring to the results of the tests carried out (Table 4.2), T3 yielded the best results with a sulfur content of 1.14%, a mass distribution of 15.35% and a recovery of 23.15%, which means that the flotation following the agitation pretreatment T6 will be carried out under the same conditions as T3.

Test T6 was performed to determine the influence of agitation. By agitating the material for 30 mins, desulfurization efficiency was significantly improved. The sulfur content in the rougher concentrate increased from 1.14% (T3) to 1.87% (T6), while the mass distribution decreased from 15.35% to 8.40% (Figure 4.8). This improvement is likely due to the frictional forces that are created as a result of particle movement. This eliminates the layers of oxidation products and cleans the surfaces of the particles. Therefore, the adsorption of collectors is increased and more selective, and the desulfurization efficiency is enhanced.

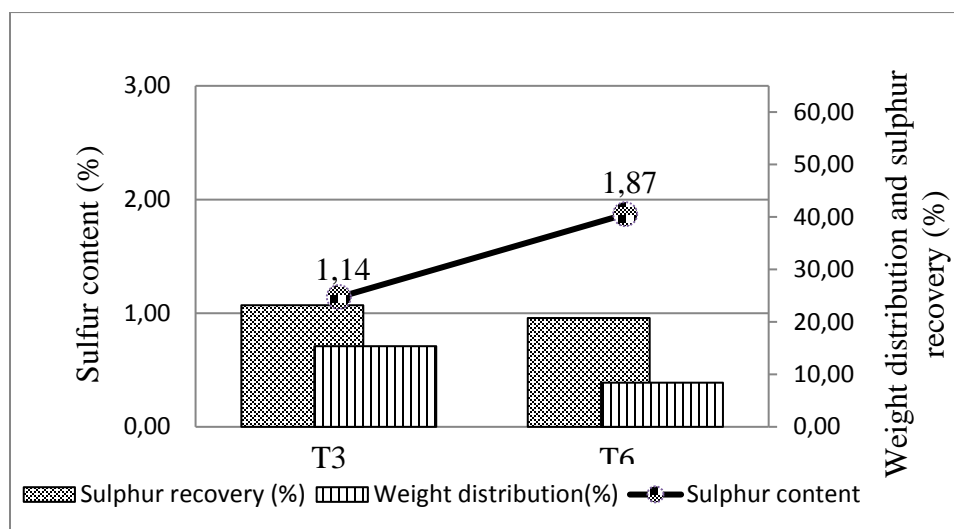


Figure 4.8 : Effect of agitation pretreatment (T6) compared to T3 on sulfur recovery and its mass distribution in the rougher concentrate

#### 4.3.3.2 Attrition with quartz

The results of the attrition with quartz (T7) were compared with the results of T3 as presented in Figure 4.9. The sulfur content decreased slightly from 1.14 % in T3 to 1.07% in T7. It was hypothesized that, although the particle size of the silica was initially relatively coarse, the lower sulfur content could be due to the presence of silica that was fragmented during the attrition process. However, XRF analyses performed on the rougher concentrates following tests T3 and T7 showed similar Si concentrations of 18.26% and 17.51%, respectively. Collected concentrate masses for T3, and T7, were 149 g; and 432 g, respectively. For the tailings' weight distribution, it represents 71.48%, and 42.76% of the total mass for T3, and T7, respectively (Table 4.6). This observation confirms that unlike test T3, attrition test T7, had a significant entrainment phenomenon, characterized by high recovered masses for the concentrates which can therefore lead to low sulfur contents.

Table 4.6 : Metallurgical balance sheet for tests T3, T7, T8 and T9

|                         | Weight (g) |     |     |     | Sulfur content (%) |      |      |      | Weight distribution (%) |       |       |       |
|-------------------------|------------|-----|-----|-----|--------------------|------|------|------|-------------------------|-------|-------|-------|
|                         | T3         | T7  | T8  | T9  | T3                 | T7   | T8   | T9   | T3                      | T7    | T8    | T9    |
| Rougher concentrate     | 149        | 432 | 163 | 126 | 1.14               | 1.07 | 2.06 | 2.80 | 15.35                   | 41.70 | 13.73 | 12.21 |
| Scavenger concentrate 1 | 74         | 104 | 147 | 81  | 1.21               | 0.38 | 0.69 | 0.56 | 7.61                    | 10.04 | 12.36 | 7.85  |
| Scavenger concentrate 2 | 54         | 57  | 99  | 62  | 1.08               | 0.30 | 0.59 | 0.33 | 5.56                    | 5.50  | 8.37  | 6.01  |
| Tailings                | 696        | 443 | 780 | 736 | 0.60               | 0.43 | 0.46 | 0.41 | 71.48                   | 42.76 | 65.55 | 73.93 |



Following flotation, some gangue minerals (Table 4.7) are supposed to be found in the tailing of test (T7), however, the XRD analysis shows the opposite and therefore, these minerals probably ended up in one of the concentrates of test (T7), which confirms also the entrainment phenomenon.

Table 4.7 : XRD analysis for the feed sample and T7 tailing's

|          | <b>Feed</b> | <b>Tailing (T7)</b> |
|----------|-------------|---------------------|
| Talc     | 11.41 %     | -                   |
| Chlorite | 12.97 %     | 7.46 %              |
| Biotite  | 5.07 %      | -                   |

In the case of attrition with quartz, sulfur recovery increased significantly from 23.15% in T3 to 61.63% in T7. This improved recovery was previously attributed by Chander (1991) to the preferential adsorption or precipitation of metal hydroxides formed in solution following their dissolution from the corresponding metal sulfide mineral on the quartz surface rather than the sulfide surface. This occurs as a result of a repulsive force created between oxide and hydroxide layers and the surface of minerals. New sites favoring collector adsorption improve the floatability of minerals.

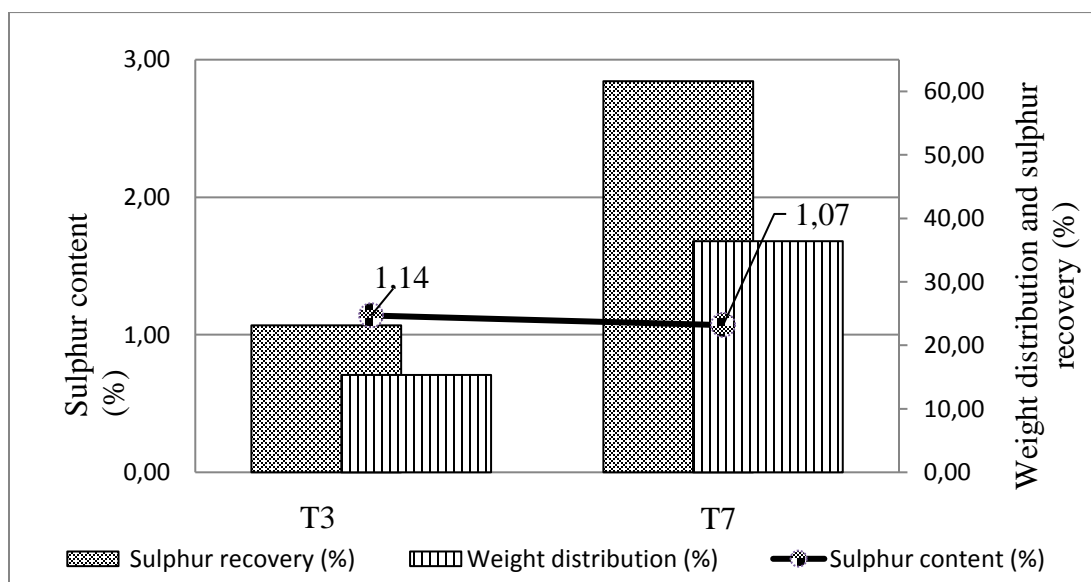


Figure 4.9 : Effect of the attrition pretreatment on sulfur recovery and weight distribution in the rougher concentrates from T7 compared to T3

#### 4.3.3.3 Regrinding

The objective of regrinding was to improve sulfur recovery by creating fresh surfaces for collector adsorption. The feed sample was ground to achieve a  $D_{80}$  size of 30  $\mu\text{m}$  and 26  $\mu\text{m}$  for T8 and T9,

respectively. Once completed, the reground material was floated following the conditions presented in Table 4.3. The results of the regrinding-flotation tests are presented in Figure 4.10.

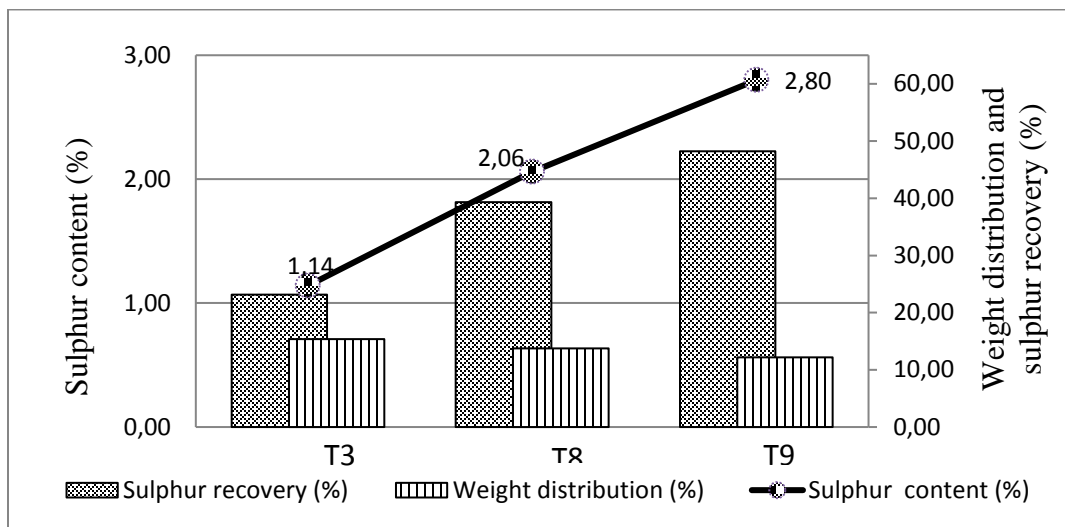


Figure 4.10 : Effect of the regrinding pretreatment on sulfur recovery and weight distribution in the rougher concentrates from T8 and T9 compared to T3

After regrinding, the sulfur content increased from 1.14% in T3 to 2.06% and 2.80% for T8 and T9, respectively. Sulfur recovery was 39.33% for T8 and 48.23% for T9. In terms of weight distribution, it decreased from 15.35% in T3 to 13.73% in T8 and 12.21% in T9. These results demonstrate that the flotation tests under these conditions were more selective because the mass collected during roughing was low, while sulfur recovery at this stage was higher. For both T8 and T9, the sulfur content in the tailings was approximately equal to 0.48%, but this value could be further optimized. SEM-EDS analyses of a polished section prepared from the reground tailings of T9 revealed the presence of several seeds of pyrite and arsenopyrite. Although the regrinding created fresh surfaces and promoted the adsorption of collectors, it also liberated fine sulfide minerals previously encapsulated in gangue minerals. However, their particle sizes were too fine to be optimally responsive to flotation, which explains why these sulfide minerals were not recovered. Regrinding remains an interesting option, though if particle size is very fine, this pretreatment becomes problematic and difficult due to the low probability of particle-bubble collision (Yoon, 2000).

## 4.4 Discussion

### 4.4.1 Mechanical pre-treatments

Tests T3 and T5 demonstrated that activation by  $\text{CuSO}_4$  has no significant effect on the yield for a highly oxidized sample. Test T3 served as a reference for studying the influence of mechanical pretreatments on the flotation performance of a sample of aged tailings. For comparative purposes, mechanical pretreatments (Figure 4.11) improved desulfurization efficiency in terms of sulfur content in the rougher concentrates, except for in the attrition test (T7). In fact, sulfur contents increased from 1.14% for the reference test (T3) to 1.87%, 2.06%, and 2.80% for tests T6, T8, and T9, respectively. Except for T6, sulfur recovery increased from 23.15% (T3) to 61.63% (T7), 39.33% (T8), and 48.23% (T9). Finally, for the weight distribution, the attrition test (T7) had the highest value at 36.42% and showed significant entrainment during the rougher step.

Regrinding gave the best results in terms of sulfide recovery. Weight distribution in the rougher concentrate was 13.73% and 12.21% for T8 and T9, respectively, which means that entrainment was lower compared to attrition. Although the sulfur recoveries were 39.33% (T8) and 48.23% (T9), these values can be further optimized. While the results of the T9 test were more satisfactory, the T8 test was more interesting not only in terms of recovery but also because of its economic viability. The significantly shorter regrinding time and the absence of an activator compensate for the marginally less effective sulfide recovery.

Agitation allowed for good sulfur contents in the rougher concentrate, but sulfur recovery was relatively low at 20.75%. Slow flotation kinetics were observed for this pretreatment, which requires more optimization. Indeed, the sulfur distribution at scavenger step 1 was equal to 17.54%, a value which is almost similar to its distribution at the roughing step (20.75%).

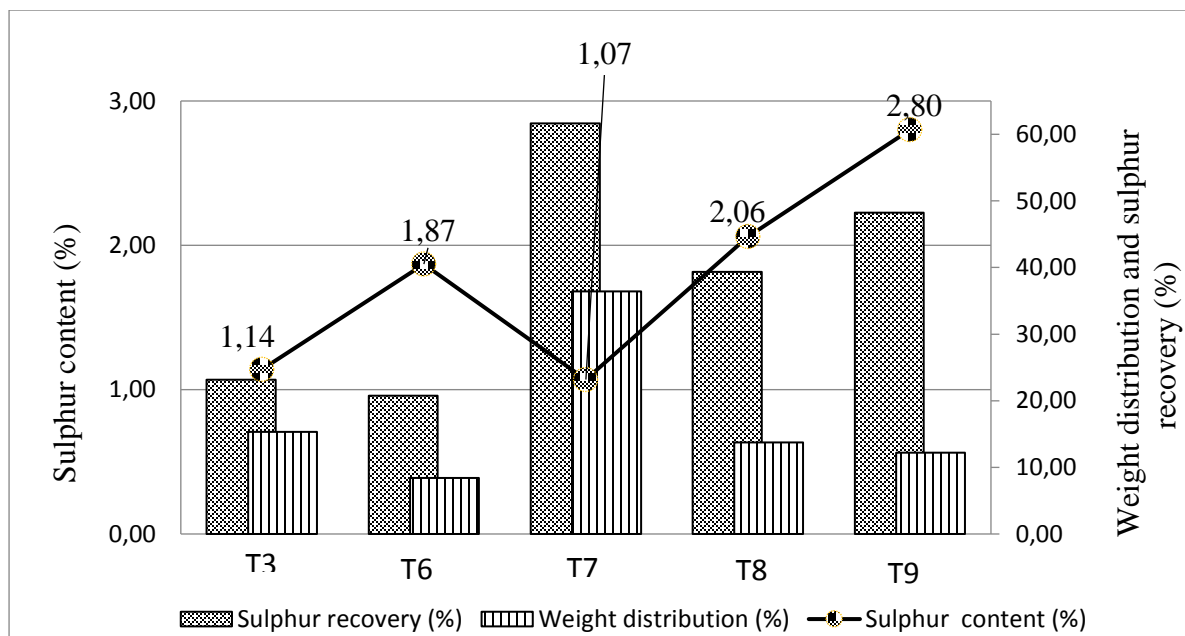


Figure 4.11: Comparison of the efficiencies of mechanical pretreatments: sulfur recovery, sulfur content, and mass distribution in the rougher concentrates

#### 4.4.2 Gold recovery

The results of gold analysis for concentrates and tailings for agitation (T6), attrition (T7), and regrinding (T9) are presented in Table 8. Initial characterizations for the feed sample showed a gold concentration of 3.82 g/t. This high gold content in tailings may be attributed to a number of parameters that could make gold recovery difficult. Many authors discussed these reasons and classified them in six categories (Cabri, 1988; Gasparini, 1983; Henley, 1975): (1) the nature of the gold-containing minerals, (2) the particle size of the gold-bearing minerals, (3) the nature of the gangue minerals, (4) the associated sulfide minerals, (5) coatings present on the gold, and (6) chemically bound or "invisible" gold (Harris, 1990).

As mentioned in Table 4.8, the gold distribution was calculated according to the following formula:

$$(\text{Gold distribution})_i = \frac{\left( \text{Gold content} \left( \frac{\text{g}}{\text{t}} \right) \times \text{Weight (g)} \right)_i}{\left( \text{Gold content} \left( \frac{\text{g}}{\text{t}} \right) \times \text{Weight (g)} \right)_{\text{Feed}}}$$

Where  $i$  refers to: roughing; scavenging 1; scavenging 2 or tailings.

The agitation pretreatment (T6) led to an increase in gold content in the concentrates: gold contents were 6.67 g/t, 12.60 g/t, and 13.93 g/t for the rougher, scavenger 1, and scavenger 2 concentrates,

respectively. For attrition (T7), gold content was highest in the rougher concentrate and was equal to 6.94 g/t. Regrinding (T9) allowed the release of gold still trapped in the minerals to produce a rougher concentrate; 68.38% of the initial gold content was recovered in the rougher concentrate (Table 8), thus allowing the gold content to increase from 3.82 g/t to 20.60 g/t. Given the relatively low gold content for T7 (high entrainment), only the results of tests T6 and T9 will be discussed further.

To interpret these results, it was assumed that some of the residual gold was associated with sulfides. However, with this particular material this general assumption was questioned, as seen in Figure 6, where the very coarse particle size was enriched in S. Nevertheless, it was thought that an improved S recovery in the fine fractions would promote higher Au recovery. Two mechanisms were involved in the pretreatments; agitation made it possible to clean the oxidized surfaces and improve the adsorption of the collector, while regrinding created new sites on particle surfaces. Thus, in the case of agitation, concentrating the gold required longer conditioning and flotation times. Following this pretreatment (T6), flotation recovered only 14.33% of the gold in the rougher concentrate, and overall Au recovery was approximately 50% after two scavenger steps.

For regrinding (T9), the percentage of gold remaining in tailings was 18.09%, which calculates to < 80% recovery. The residual gold was either associated with sulfide minerals found in the tailings or present as native gold, which is difficult to float once encapsulated in iron precipitates (Harris, 1990; Monte et al., 1997; Taggart et al., 1945). Gold recovery was considered satisfactory for these preliminary tests but could also be improved with further optimization.

Table 4.8 : Gold analyses for tailings and concentrates after desulfurization tests

|    | <b>Feed</b>      | <b>Rougher<br/>concentrate</b> | <b>Scavenger<br/>concentrate<br/>1</b> | <b>Scavenger<br/>concentrate<br/>2</b> | <b>Tailings</b> |
|----|------------------|--------------------------------|--|--|-----------------|
| T6 | Content (g/t)    | 3.91                           | 6.67                                   | 12.60                                  | 13.93           |
|    | Units            | 38.17                          | 5.47                                   | 10.08                                  | 3.34            |
|    | Distribution (%) | 100.00                         | 14.33                                  | 26.41                                  | 8.76            |
| T7 | Content (g/t)    | 3.84                           | 6.94                                   | 3.92                                   | 2.82            |
|    | Units            | 39.76                          | 29.98                                  | 4.08                                   | 1.61            |
|    | Distribution (%) | 100.00                         | 75.41                                  | 10.25                                  | 4.04            |
| T9 | Content (g/t)    | 3.82                           | 20.60                                  | 4.20                                   | 2.80            |
|    | Units            | 37.90                          | 25.95                                  | 3.40                                   | 1.73            |
|    | Distribution (%) | 100.00                         | 68.38                                  | 8.96                                   | 4.57            |

Regrinding has a crucial impact on flotation efficiency. It allowed gold associated with sulfides to be released, especially in the case where the feed sample was ground to a  $D_{80}$  size of 26  $\mu\text{m}$ . This particle size corresponds to the fraction richest in gold, as seen from the results of chemical analyses of different particle-size fractions that showed that 64% of the gold was found at a particle size lower than 32  $\mu\text{m}$ .

Further optimization could involve the determination of the optimum grind size for gold recovery and economic efficiency, and/or the selection of collectors specific for gold recovery. However, regrinding of old tailings may not be a practical economic solution to gold recovery, especially if the collection site is in a remote location.

#### **4.4.3 Desulfurization and reclamation**

Reclamation projects and their legal frameworks impose obligations and challenges to governments and mining companies, thus there is great interest in adopting integrated management methods for mine tailings. Desulfurization is an essential part of integrated tailings management and can be applied at the studied site. The site is non-acid generating but generates an effluent with As concentrations above regulatory limits. The main sources of As are arsenopyrite and pyrite.

As the original assumptions indicated, the gold content present in this material is likely mainly associated with sulfide minerals, specifically pyrite and arsenopyrite (Monte et al., 1997), thus by concentrating the sulfides it would also be possible to concentrate the gold. With desulfurization, the volume of the problematic fraction (As-bearing sulfides) of the solid wastes is reduced while the gold that it contains is recovered, thus making it possible to offset part of the processing costs. Environmental tests that will be detailed in an upcoming publication show that desulfurized tailings do not generate acidic or contaminated drainage. Thus, these properties could make them suitable to be used as cover materials, which would reduce the need to use natural materials for reclamation (Benzaazoua et al., 2008; Demers et al., 2008). A possible treatment scenario would be to desulfurize the zones of the sites where sulfide concentrations are highest, in order to produce enough low-sulfide tailings to be able to cover the site and prevent further oxidation. The gold content of the sulfide concentrate could be an incentive to move forward with reclamation of this site. Thus, for this study, desulfurization proves to be an important integrated management tool that allows for site reclamation and recovery of high-value metals.

## 4.5 Conclusion

Given the environmental and economic pressures faced by Canada's mining industry, environmental desulfurization by selective flotation is an attractive method to reclaim abandoned mine sites at low cost or, in some cases, at a profit due to the recovery of high-value metals. For this study, a sample of tailings from an abandoned gold mine was collected. Initial characterizations confirmed that the material was non-acid generating due to its high dolomite content. It also showed surface oxidation on the particles and a gold content of 3.82 g/t. Due to long-term exposure to atmospheric weather conditions, altered surfaces passivated sulfide minerals and made them less reactive to collectors, which reduced desulfurization efficiency.

The results presented in this paper indicate that several pretreatments can be used to remove oxidation products from sulfide mineral surfaces to enhance desulfurization performance. By agitating the material for 30 min, sulfur and gold recoveries were promising, but the flotation kinetics were slow, requiring a longer conditioning and flotation time to optimize this pretreatment. The sulfur content in the rougher concentrate increased from 1.14% without pretreatments to 1.87% after agitation. A longer conditioning time was required to float the gold associated with sulfides. Concerning attrition, the complexity of silica handling and its associated chemical reactions led to an increase of sulfate during the process, thus penalizing this approach. The operating conditions of this test reduced the selectivity by entrainment of the material in the rougher concentrate. For this pretreatment, the gold content in the rougher concentrate was low compared to the other tests (6.94 g/t), probably due to high entrainment. Regrinding had a significant impact on flotation efficiency, with a sulfur content of 2.80% and a sulfur recovery of 48.23% in the rougher concentrate. Regrinding to 30  $\mu\text{m}$  enabled the release of previously encapsulated gold and resulted in a gold recovery of over 80% in the combined rougher and scavenger concentrates.

According to static test results, all desulfurized tailings were non-acid generating due to their high neutralization potential. However, because of the presence of As, kinetic tests were carried out in order to evaluate the potential of contaminated neutral drainage.

The results obtained in this study are very promising and provide multiple optimization opportunities to make the flotation process as efficient and cost-effective as possible. Future work on the optimization of regrind time and size, as well as the use of gold-specific collectors during

flotation, is warranted to provide optimal solutions for the reclamation of aged gold-bearing tailings.

### **Acknowledgements**

The authors gratefully acknowledge Québec's Research Funds-Nature and Technologies (QRFNT) and Iamgold Corp for financial supporting of this research. Sincere thanks are due to Tony Grondin and Janie Guimond-Rousson for their assistance during the experiments.



## References

- Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B. et Kontopoulos, A. (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. (2002). *Environnement et gestion des rejets miniers: manual sur cédérom; [... 100 tableaux].* : Presses International Polytechnique.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É. and Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulfurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. *Minerals Engineering*, 21(4), 330-340.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J. and Marion, P. (2000). Environmental desulfurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 60(1), 57-74.
- Białkowski, J., Bohl, M.T., Stephan, P.M. and Wisniewski, T.P. (2015). The gold price in times of crisis. *International Review of Financial Analysis*, 41, 329-339.
- Bois, D., Poirier, P., Benzaazoua, M., Bussière, B. and Kongolo, M. (2005). A feasibility study on the use of desulfurized tailings to control acid mine drainage. *Cim Bulletin*, 98(1087), 1.
- Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., Lelièvre, J., Bois, D. and Servant, S. (1998). Valorisation des résidus miniers: une approche intégrée–Phase II. *Rapport final soumis au ministère des Ressources naturelles du Québec*.
- Cabri, L.J. (1988). The role of mineralogy in gold metallurgy. Proceedings of Symposium on Heap Leaching of Gold in a Canadian Environment Timmins, Ontario, Canada. Canad. Mineral Processors, CIM, Paper.
- Chander, S. (1991). Electrochemistry of sulfide flotation: Growth characteristics of surface coatings and their properties, with special reference to chalcopyrite and pyrite. *International Journal of Mineral Processing*, 33(1-4), 121-134.
- Clarke, P., Fornasiero, D., Ralston, J. and Smart, R.S.C. (1995). A study of the removal of oxidation products from sulfide mineral surfaces. *Minerals Engineering*, 8(11), 1347-1357.

- Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M. and Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulfurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering*, 21(4), 317-329.
- Derycke, V. (2012). *Optimisation de la désulfuration de produits miniers en vue de la diminution de leur potentiel polluant: effet de la granulométrie, du type de sulfures et évaluation de la qualité des eaux de drainage post-traitement*. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Fornasiero, D. and Ralston, J. (1992). Iron hydroxide complexes and their influence on the interaction between ethyl xanthate and pyrite. *Journal of Colloid and Interface Science*, 151(1), 225-235.
- Frostad, S.R., Price, W.A. and 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.
- Gasparrini, C. (1983). The mineralogy of gold and its significance in metal extraction. *Canadian Mining and Metallurgical Bulletin*, 76(851), 144-153.
- Gorain, B., Franzidis, J.-P. and Manlapig, E. (1995). Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell—Part 1: Effect on bubble size distribution. *Minerals Science Engineering.*, 8(6), 615-635.
- Harris, D. (1990). The mineralogy of gold and its relevance to gold recoveries. *Mineralium Deposita*, 25(1), S3-S7.
- Henley, K. (1975). Gold-ore mineralogy and its relation to metallurgical treatment. *Minerals Science Engineering.*, 7(4), 284-312.
- Hesketh, A.H., Broadhurst, J.L., Harrison, S.T.L. (2010). Mitigating generation of acid mine drainage from copper sulfide tailings impoundments in perpetuity: a case study for an integrated management strategy. *Minerals Science Engineering.*, 23 (3), 225-229.
- Hilson, G. and Murck, B. (2000). Sustainable development in the mining industry: clarifying the corporate perspective. *Resources policy*, 26 (4), 227-238.
- Humber, A. (1997). Separation of sulfide minerals from mill tailings. *Land Contamination & Reclamation*, 5(2), 109-116.

- Lapakko, K.A. (1994). *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative*. Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April.
- Lawrence, R., Marchant, P. and Poling, G. (1989). *Investigation of prediction techniques for acid mine drainage*: Coastech Research Incorporated.
- Leppinen, J. (1990). "FTIR and flotation investigation of the adsorption of ethyl xanthate on activated and non-activated sulfide minerals." *International Journal of Mineral Processing* 30(3-4): 245-263.
- Lindsay, M.B., Moncur, M.C., Bain, J.G., Jambor, J.L., Ptacek, C.J. and Blowes, D.W. (2015). Geochemical and mineralogical aspects of sulfide mine tailings. *Applied Geochemistry*, 57, 157-177.
- Mermillod-Blondin, R. (2005). *Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées: application à la désulfuration des résidus miniers*. Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- Miller, S.D., Jeffrey, J.J., Wong, J.W.C. (1991). Use and misuse of the acid base account for "AMD" prediction. Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Canada.
- Miller, S.D., Stewart, W.S., Rusdinar, Y., Schumann, R.E., Ciccarelli, J.M., Li, J. and Smart, R.S.C. (2010). Methods for estimation of long-term non-carbonate neutralisation of acid rock drainage. *Science of the Total Environment*, 408(9), 2129-2135.
- Monte, M., Dutra, A., Albuquerque Jr, C., Tondo, L. and Lins, F. (2002). The influence of the oxidation state of pyrite and arsenopyrite on the flotation of an auriferous sulfide ore. *Minerals Engineering*, 15(12), 1113-1120.
- Monte, M., Lins, F. and Oliveira, J. (1997). Selective flotation of gold from pyrite under oxidizing conditions. *International journal of mineral processing*, 51(1-4), 255-267.
- Neculita C.M., Zagury G.J., Bussière B., 2007. Passive treatment of acid mine drainage in bioreactors using sulfate-reducing bacteria: critical review and research needs. *Environ Qual* 36:1–16.

- Nordstrom, D.K., Blowes, D.W. and Ptacek, C.J. (2015). Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: an update. *Applied Geochemistry*, 57, 3-16.
- Plante, B., Benzaazoua, M. and Bussière, B. (2011). Predicting geochemical behaviour of waste rock with low acid generating potential using laboratory kinetic tests. *Mine Water and the Environment*, 30(1), 2-21.
- Sherlock, E., Lawrence, R. and Poulin, R. (1995). On the neutralization of acid rock drainage by carbonate and silicate minerals. *Environmental Geology*, 25(1), 43-54.
- Sobek, A.A., Schuller, W., Freeman, J. and Smith, R. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils, 1978. *US Environmental Protection Agency Report EPA-600/2-78-054*, 204.
- Tortorelli, J.P., Craven, J., Toguri, J., Dobby, G. and Agar, G. (1997). The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles. *Minerals Engineering*, 10(10), 1127-1138.
- Yoon, R.-H. (2000). The role of hydrodynamic and surface forces in bubble–particle interaction. *International Journal of Mineral Processing*, 58(1-4), 129-143.

## CHAPITRE 5 ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES

Ce chapitre sera divisé en deux parties : une première consacrée à l'étude du comportement géochimique des matériaux suite à la désulfuration dans des mini-cellules d'altération pour les échantillons M1, M2 et M3 précédemment définis. Cette partie a comme objectif la détermination du comportement chimique et géochimique du matériel en étudiant son potentiel de génération de DMA ou de DNC. Une deuxième partie est consacrée à l'échantillon partiellement oxydé, où sont présentés les résultats des essais de désulfuration.

### 5.1 Étude du comportement géochimique

L'étude cinétique en mini-cellules d'altération a été effectuée pour le matériel fortement oxydé et concernait les trois échantillons où M1 correspond à l'alimentation (R1), M2 est le rejet du test d'agitation (T6) et M3 est le rejet du test de re-broyage (T9). L'étude a consisté à une analyse des lixiviats des mini-cellules d'altération réalisée à la suite des rinçages à l'eau déionisée effectués 2 fois par semaine durant approximativement 40 cycles. Ces analyses avaient comme objectif de déterminer le pH, Eh, la conductivité, ainsi que les concentrations en métaux.

L'analyse du pH, de la conductivité et du Eh des lixiviats des échantillons testés en mini-cellules d'altération est présentée à la figure 5.1.

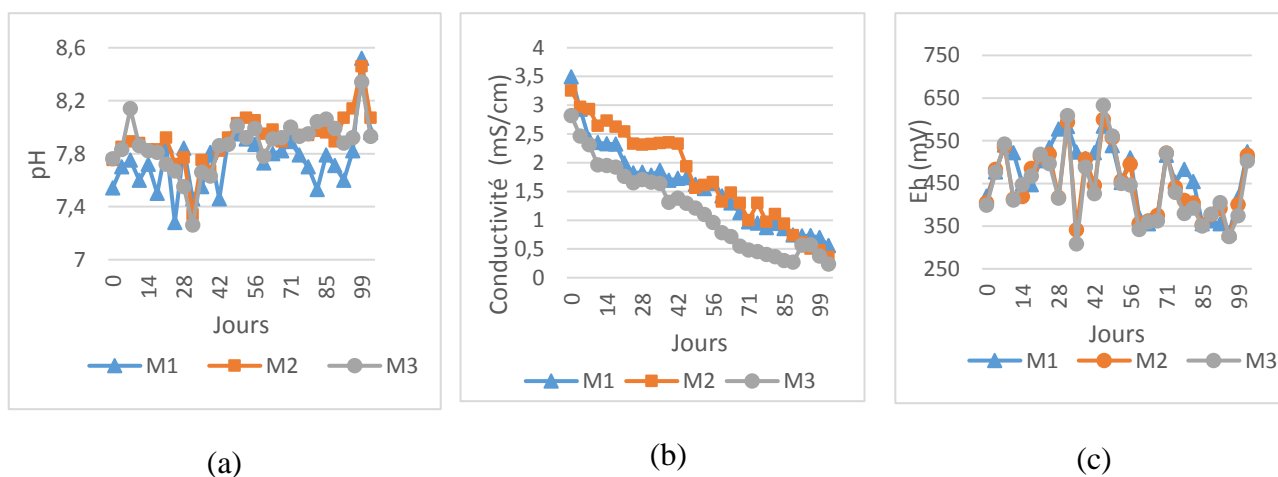


Figure 5.1 : Évolution du pH, conductivité et Eh du matériel M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)

Pour les trois échantillons, tel que présenté à la figure 5.1, l'évolution du pH en fonction de la durée en nombre de jours (Figure 5.1 a) présente des valeurs proches de la neutralité avec des légères variations tout en restant supérieures à 7 et inférieures à 8,5.

La courbe de la variation de la conductivité (Figure 5.1 b) présente une diminution importante pour les trois échantillons lors des essais, qui pourrait être expliquée par la formation des minéraux secondaires. Ce résultat est confirmé suite à la diminution progressive des concentrations des  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  au cours du même cycle. Ainsi, ceci peut mener à l'hypothèse qu'il y a eu formation de  $\text{CaSO}_4$  dans le milieu.

Pour l'analyse de l'évolution d'Eh en fonction du nombre de jours (Figure 5.1 c), il a été observé que les valeurs oscillent entre 375mV et 620 mV : il s'agit alors d'un milieu oxydant pour les trois échantillons.

Les métaux (Fe, As, Zn, Ni, etc.) sont les produits suite à l'oxydation des sulfures tandis que les cations provenant du processus de neutralisation sont principalement Ca, Mg et Si. En effet, pour ce matériel, la neutralisation de l'acide produite lors de l'oxydation des sulfures est assurée principalement par la dolomite, mais peut provenir également de l'albite, chamosite, muscovite (minéraux contenant Si identifiés par DRX). Il est important de mentionner que le suivi des concentrations de ces éléments est d'une importance capitale puisqu'il peut apporter des informations sur les éventuelles réactions dans l'échantillon (Bouzahzah, 2013).

Les résultats d'analyse des concentrations en métaux obtenus dans les lixiviats dans les mini-cellules d'altération pour les trois échantillons sont présentés à la Figure 5.2.

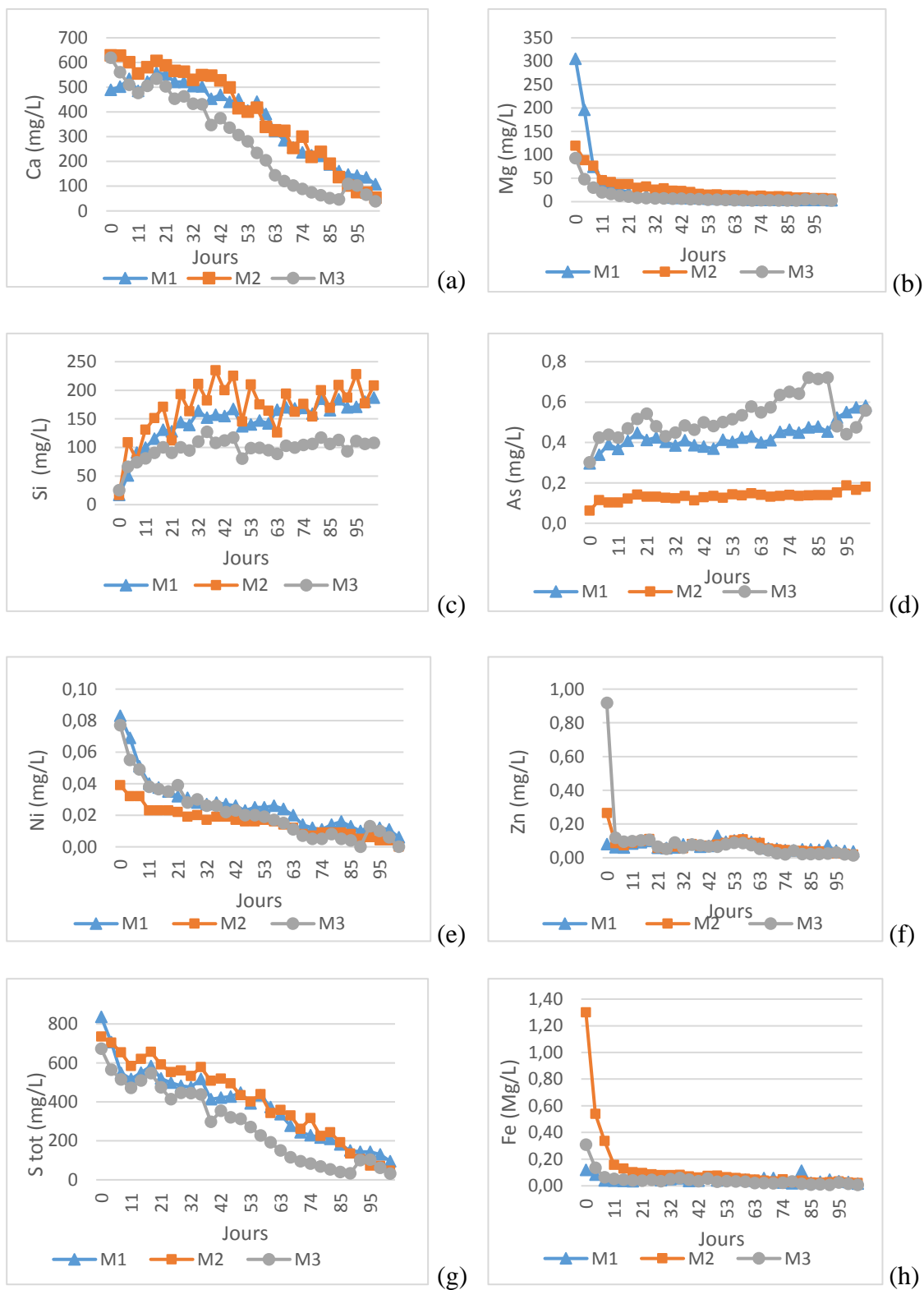


Figure 5.2 : Concentrations des éléments majeurs dans les lixiviats du matériel  
M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)

Lors du suivi de l'évolution des concentrations en Ca (Figure 5.2 a), ces dernières diminuent pour les trois échantillons : en effet, il serait possible que suite à l'oxydation des sulfures, il y a eu une dissolution des minéraux neutralisants (minéraux contenant du calcium : principalement la dolomite) pour neutraliser l'acidité produite par oxydation des sulfures.

Pour les concentrations en Mg (Figure 5.2 b), il a été observé que pour l'échantillon M1, la concentration initiale en Mg est deux fois plus importante que celle pour M2 et M3. Durant les 10 premiers jours du test, les concentrations en Mg pour les trois échantillons chutent jusqu'à l'épuisement. Pour déterminer si la dolomite est le seul minéral qui intervient dans le processus de neutralisation, un graphique Mg en fonction de Ca en (mg/Kg) (Figure 5.3) a été tracé dont la pente pour chaque échantillon correspond au ratio Mg/Ca. Si ce ratio est égal à 0,66 (rapport des masses molaires de Mg/Ca), la dolomite serait alors identifiée comme étant le seul minéral qui intervient dans le processus de neutralisation. Les résultats obtenus montrent des valeurs de pentes égales à 0,03 ; 0,05 et 0,02 respectivement pour M1, M2 et M3, ce qui démontre ainsi que les cations Ca et Mg ne proviennent pas uniquement de la dolomite, ce résultat est en accord avec la minéralogie complexe de l'échantillon et qui montre différents minéraux porteurs de Mg (talc, chamosite, biotite, chlinochlore) ainsi que de Ca (gypse, dolomite, albite, titanite, arséniosidérite).

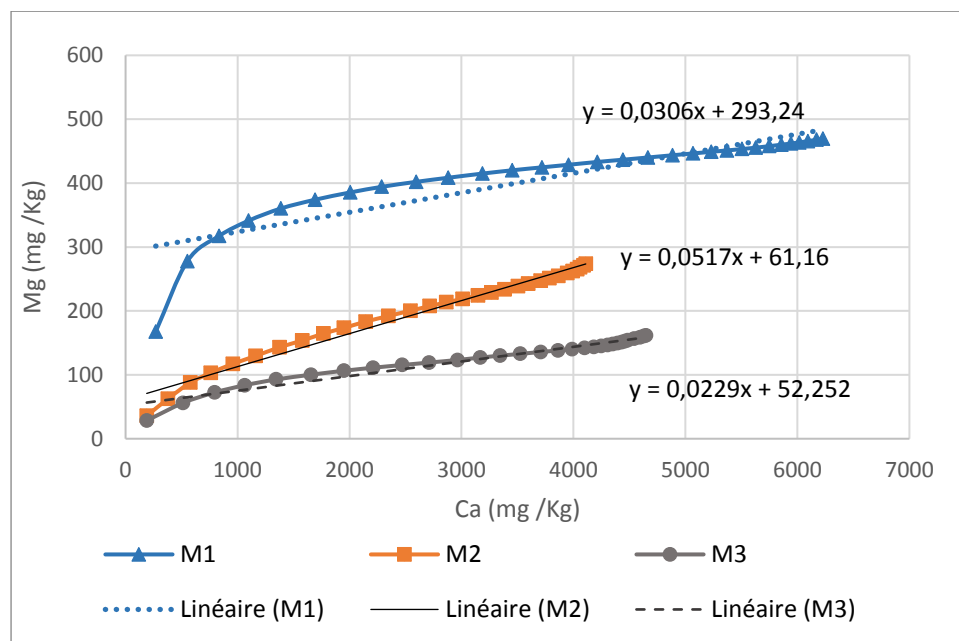


Figure 5.3 : Valeurs cumulées de Mg en fonction des valeurs cumulées de Ca pour M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)



En ce qui concerne les concentrations en Si (Figure 5.2 c), la variation pour les trois échantillons est presque similaire avec des concentrations toujours instables, oscillant tout le long de l'essai entre 125-175 mg/L, 100-260 mg/L et 75-100 mg/L respectivement pour M1, M2 et M3. La composition minéralogique du gisement montre la présence des silicates à savoir le quartz, mais aussi d'autres minéraux porteurs de Si, tel que l'albite, chamosite et muscovite qui peuvent participer aux réactions de neutralisation mais dont la cinétique de dissolution est relativement trop lente comparativement à la dolomite. La silice peut provenir également de la graisse servant comme lubrifiant lors de la mise en place des mini-cellules d'altération. Ainsi, dans ce cas d'étude, le suivi de la variation en silice n'est pas trop concluant.

Pour l'élément As (Figure 5.2 d), M1 présente des légères variations pour atteindre une concentration maximale à la fin du test égale à 0,6 mg/L. Pour M2, les concentrations sont presque stables et varient très peu entre 0,1 et 0,2 mg/L. L'échantillon M2, au début de l'essai, présente une concentration en As nulle et atteint sa valeur maximale au 100<sup>ème</sup> jour avec une valeur de 0,18 mg/L. À la fin du test, la teneur en As pour M3 est égale à 0,6 mg/L. Ainsi, les deux échantillons M1 et M3 présentent des teneurs supérieures à la limite fixée à 0,2 mg/L par la directive 019 (2005) pour les décharges aqueuses moyennes maximales d'arsenic, contrairement à l'échantillon M2 qui est resté dans ces limites.

Les deux échantillons M1 et M3 présentent une concentration initiale en Ni deux fois supérieure (0,8 mg/L) à celle de l'échantillon M2 (0,4 mg/L) (Figure 5.2 e). Au cours des dix premiers jours, les concentrations diminuent pour atteindre 0,4 mg/L pour les deux échantillons M1 et M3 et 0,2 mg/L pour M2. La valeur de la concentration fixée par la directive 019 pour le Ni est de 0,5 mg/L.

La pente des graphiques Ni en fonction d'As en (mg/Kg) correspond au ratio Ni/As. Si ce dernier Ni/As est égal à 0,78 qui correspond aux rapports des masses molaires de Ni/As, la gersdorffite serait alors le seul minéral qui génère l'As. Or, connaissant la minéralogie des échantillons étudiés, ces derniers contiennent d'autres minéraux porteurs d'As, ce qui justifie alors la différence des valeurs des pentes obtenues avec celle du ratio Ni/As. Il est à noter aussi que la gersdorffite est très réactive comparativement à l'arsénopyrite (Chopard et al., 2015), donc probablement celle-ci a libéré l'arsenic en premier lieu suivi de l'arsénopyrite.

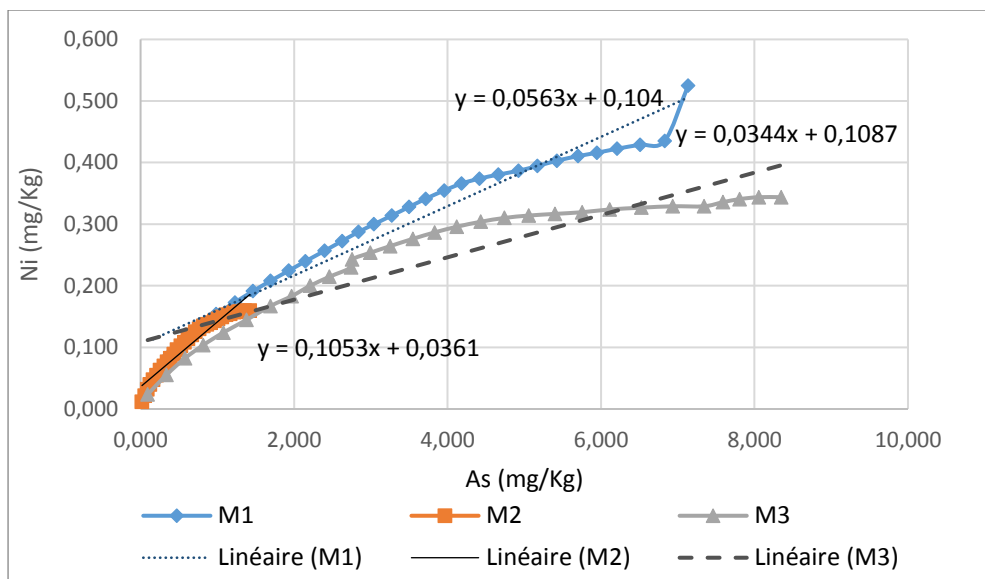


Figure 5.4 : Valeurs cumulées de Ni en fonction des valeurs cumulées de As pour M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)

Pour les concentrations en Zn (Figure 5.2 f), M3 présente la concentration initiale la plus importante, soit presque trois fois la concentration initiale pour les échantillons M2 et M1. Pour M3, au cours des 10 jours du test, la valeur chute de 0,9 mg/L à 0,1 mg/L. À partir du 10<sup>ème</sup> jour, les concentrations en Zn varient très peu et ce de façon similaire pour les trois échantillons jusqu'à atteindre la limite de détection au 70<sup>ème</sup> jour de l'essai.

Pour les teneurs en S (Figure 5.2 g), celles-ci diminuent progressivement pour les trois échantillons jusqu'à s'annuler, ceci pourrait être attribué probablement au phénomène d'oxydation des sulfures et leur épuisement.

Pour les teneurs en Fe (Figure 5.2 h), l'échantillon M2 présente la teneur initiale la plus importante (1,2 mg/L comparativement à 0,1 mg/L (M1) et 0,3 mg/L (M3)). Pour les trois échantillons, au cours des dix premiers jours, les concentrations en fer chutent jusqu'à atteindre la limite de détection. Ce résultat est attendu vu la faible solubilité du Fe à des valeurs de pH proche de la neutralité et il serait possible par conséquent que la plupart du fer produit soit précipité sous forme d'hydroxyde ferrique solide en raison du pH neutre.

Un autre graphique (Figure 5.5) a été analysé afin de mieux comprendre le comportement du soufre pour ces 3 échantillons. La figure présente les charges cumulatives normalisées du S en fonction du temps pour les 3 échantillons. Pour la compilation des données cumulées normalisées (mg/kg) en

fonction du temps sous forme de graphiques, il a été nécessaire de calculer certains paramètres selon les formules suivantes :

✓ La masse ponctuelle extraite de l'élément  $i$   $M_i$  (mg) :

$M_i = \text{concentration massique de } i \text{ (mg/L)} \times \text{volume récupéré (L)}$

✓ La masse extraite cumulée de l'élément  $MC_i$  (mg) :

$MC_i = M(i)_j + M(i)_{j+1}$

✓ Normalisation de la masse cumulée par rapport à la masse de matériel  $MCN_i$  :

$MCN_i = \text{masse cumulée } MC_i \text{ (mg)} / \text{masse du matériel (kg)}$

Pour cette étude, les masses des 3 échantillons sont presque similaires (Tableau 5.1). Ainsi, la normalisation ne serait pas vraiment nécessaire. Cependant, dans le cas où les masses sont différentes, il est important de normaliser afin de pouvoir comparer les résultats entre eux. La normalisation est aussi nécessaire dans le cas de comparer des résultats à des échelles différentes comme par exemples des essais cinétiques en colonne et des essais en mini cellule.

Tableau 5.1 : Masses des 3 échantillons

| Échantillon | M1 (Alimentation) | M2 (Rejet du test T6) | M3 (Rejet du test T9) |
|-------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|
| Masse (g)   | 67,04             | 67,02                 | 67,04                 |

La Figure 5.5 représente les charges cumulatives normalisées de S en fonction du temps du matériel M1, M2 et M3.

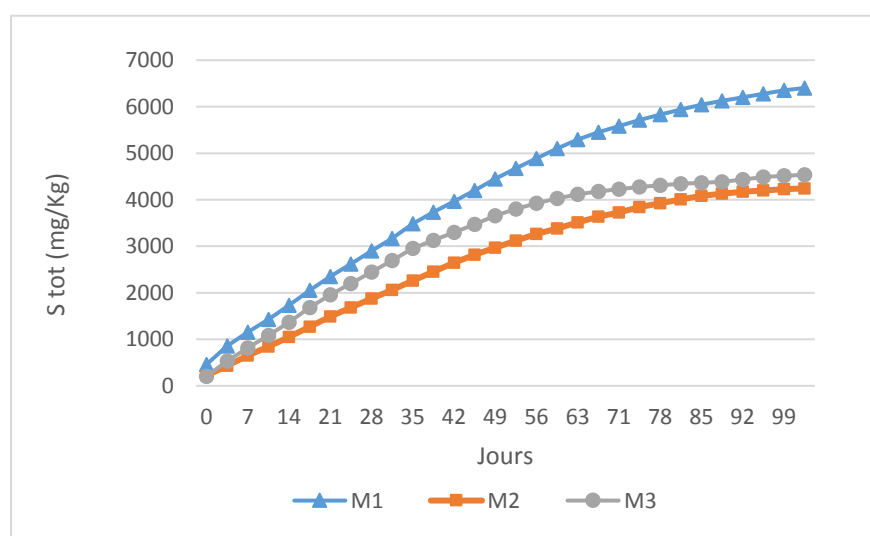


Figure 5.5 : Charges cumulatives normalisées de S en fonction du temps du matériels M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)

Il a été observé que la lixiviation du soufre est plus importante pour M1 comparativement à M2 et M3 qui présentaient des comportements similaires. En effet, vu que le matériel M1 est l'alimentation et que M2 et M3 sont des rejets de désulfuration, il serait clair que la quantité de soufre serait plus importante pour M1.

Afin de mieux statuer sur le potentiel de génération d'acide à long terme, il y a eu recours à la courbe d'oxydation-neutralisation (Éthier, et al., 2010). Pour cette étude, les concentrations en Ca, Mg et Mn, considérés comme produits de neutralisation, ont permis de tracer la courbe Ca, Mg et Mn en fonction des produits d'oxydation (S) cumulés et normalisés sur la Figure 5.6.

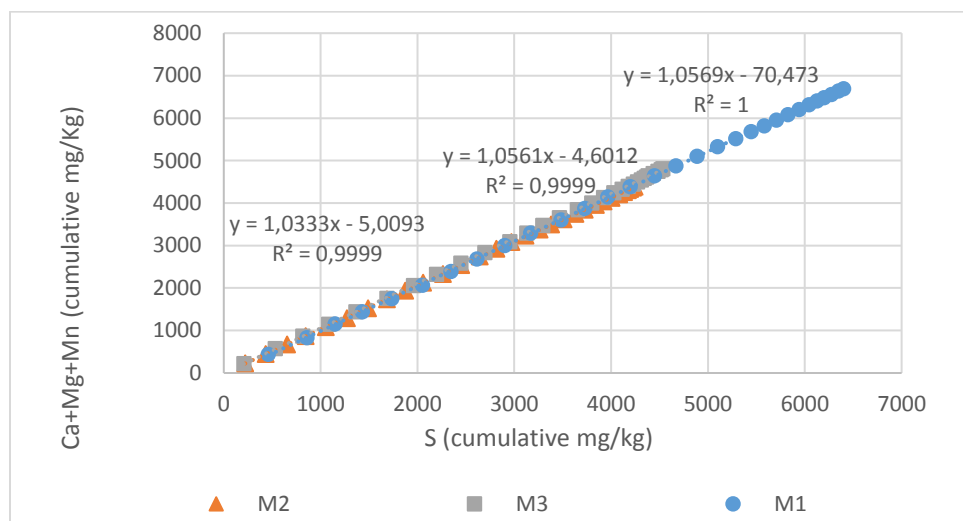


Figure 5.6 : Charges cumulatives normalisées du Ca, Mg et Mn en fonction du S des matériels  
M1 : Alimentation ; M2 : Rejet (T6) et M3 : Rejet (T9)

Les courbes d'oxydation neutralisation prolongées sont présentées à la Figure 5.7 selon les équations suivantes :

$Y1 = 1,0569X - 70,473$  pour M1 ;

$Y2 = 1,0333X - 5,0093$  pour M2 ;

$Y3 = 1,0561X - 4,6012$  pour M3.

En ce qui concerne l'interprétation de ces résultats, si les teneurs initiales se situent au-dessus des courbes d'oxydation-neutralisation, l'échantillon est considéré comme étant non-générateur. Un matériau générateur de DMA est situé en dessous de la courbe d'oxydation neutralisation prolongée tandis qu'un matériau situé directement sur la droite, a un potentiel incertain.

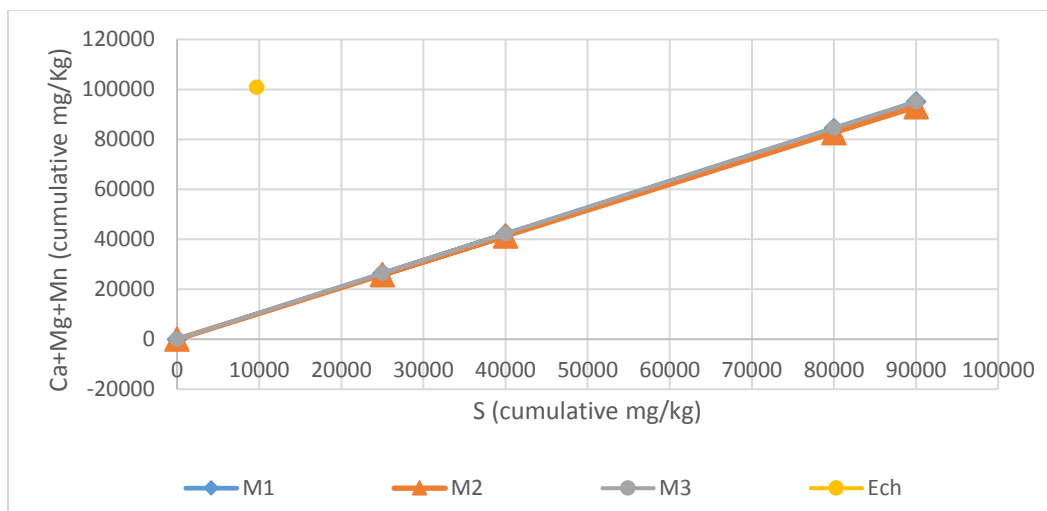


Figure 5.7 : Prolongement de la courbe d'oxydation neutralisation

Le point représentant les teneurs initiales est situé au-dessus des courbes d'oxydation-neutralisation. Le matériel est donc considéré comme non générateur de DMA.

Bien que les essais cinétiques soient considérés comme étant fiables pour prédire le DMA, le diagnostic du DNC reste assez difficile avec cette méthode de prédiction. Avec les résultats obtenus en mini-cellules d'altération, les 3 échantillons M1, M2 et M3 sont non générateurs de DMA. Cependant, les échantillons M1 (Alimentation) et M3 (Rejet re-broyé) sont générateurs de DNC. En effet, comparativement à l'échantillon M2, M1 et M3 représentent des concentrations en As relativement élevées qui dépassent la limite établie par la directive 019. Pour l'échantillon M3, ceci est dû probablement à la libération par re-broyage des minéraux porteurs d'As encapsulés dans les minéraux de gangue. Pour l'échantillon M2, bien que les résultats n'ont pas révélé le fait qu'ils soient problématiques, ces derniers peuvent présenter un risque potentiel de génération de DNC, d'où l'importance de rester prudent. En effet, l'analyse en mini-cellules d'altération est une bonne méthode pour accélérer le processus d'oxydation des sulfures dans des conditions assez extrêmes et agressantes. Toutefois, pour avoir des concentrations assez précises en éléments dissouts, des essais en colonnes sont fortement recommandés puisqu'ils sont plus représentatifs de la réalité (Plante, 2010).

## 5.2 Résultats de la flottation pour le matériel partiellement oxydé

### 5.2.1 Flottation standard

L'échantillon R2 est le matériel partiellement oxydé comparativement à R1. Cet échantillon grâce à la caractérisation minéralogique par MEB-EDS, a montré des surfaces altérées moins importante que le matériel R1. Cette observation a été également confirmée par une valeur de Ss égale à 4,41 m<sup>2</sup>/g nettement moins importante que celle pour R1 (7,40 m<sup>2</sup>/g). L'échantillon R2 présente un D<sub>80</sub> égal à 41,60 et une granulométrie semi étalée selon le coefficient d'uniformité, quant à la Dr, celle-ci est située dans l'intervalle des densités relatives des grains mesurées pour les résidus rencontrés au Québec (entre 2,6 à 4,0).

Pour les caractéristiques chimiques et minéralogiques, ces propriétés sont très similaires à celles du matériel R1 et sont présentés dans le tableau 5.2.

Tableau 5.2 : Propriétés du matériel R2

|                                      | As                     | Fe      | Ca       | Al      |
|--------------------------------------|------------------------|---------|----------|---------|
| <b>Caractérisation chimique</b>      | 0,21 %                 | 6,39 %  | 3,51 %   | 3,70 %  |
|                                      | S                      | C       | Au       | Mg      |
|                                      | 0,95 %                 | 2,59 %  | 1,41 g/t | 4,71%   |
| <b>Caractérisation minéralogique</b> | Dolomite               | Albite  | Talc     | Quartz  |
|                                      | 23,11 %                | 15,76 % | 11,48 %  | 26,45 % |
| <b>Caractérisation physique</b>      | Ss                     |         | Dr       |         |
|                                      | 4,41 m <sup>2</sup> /g |         | 2,87     |         |

Un premier test de flottation a été effectué dans des conditions standard (1200 tr/min et 3L/min) pour du matériel partiellement oxydé (R2) et a donné les résultats présentés dans le tableau 5.3. Le premier test est considéré comme un test de référence dont les résultats seront améliorés ultérieurement. Les bilans métallurgiques pour le test de flottation standard sur le matériel partiellement oxydé sont présentés dans le tableau 5.3. L'unité S est calculée par la formule suivante : Unité S = (Teneur en S (%) X Masse) / 100, elle correspond à la quantité de soufre à chaque étape de flottation et est exprimée sans unité.

Tableau 5.3 : Bilan métallurgique du soufre de la 1ère série flottation

|               | <b>Masse<br/>(g)</b> | <b>Récupération<br/>massique (%)</b> | <b>Teneur en S<br/>(%)</b> | <b>Unité S</b> | <b>Récupération<br/>en S (%)</b> |
|---------------|----------------------|--------------------------------------|----------------------------|----------------|----------------------------------|
| Alimentation  | 1000                 | 100                                  | 0,9                        | 9              | 100                              |
| C. Ébauchage  | 78,2                 | 7,89                                 | 1,74                       | 1,36           | 15,90                            |
| C. Épuisage 1 | 42                   | 4,24                                 | 2,44                       | 1,02           | 11,99                            |
| C. Épuisage 2 | 20,90                | 2,11                                 | 2,25                       | 0,47           | 5,50                             |
| Rejet         | 849,90               | 85,76                                | 0,67                       | 5,69           | 66,61                            |

Cet essai a permis de concentrer les sulfures en passant d'une teneur initiale de 0,9 % à 1,74 %, 2,44 % et 2,25 % respectivement pour les concentrés ébauchage, épuisage 1 et épuisage 2. Les analyses ont montré également que la teneur la plus importante en soufre a été observée lors de l'épuisage 1. En effet, il est possible que pour ce matériel, la cinétique d'adsorption du collecteur à la surface du minéral sulfureux soit plus lente. En ce qui concerne le rejet, 66 % du soufre s'y retrouvent toujours avec une teneur égale à 0,67 % (supérieur à la valeur exigée par la réglementation) et par conséquent, le rejet pourrait être problématique d'un point de vue environnemental. Ces résultats ne sont guère satisfaisants et pourraient être d'avantage améliorés puisque l'état de surface altérée du matériel a réduit l'efficacité de la désulfuration.

Un autre facteur aussi très important dans la flottation et qui peut affecter l'efficacité de la désulfuration est la granulométrie relativement grossière du matériel. Ainsi, afin de maintenir toutes les particules en mouvement, pour s'assurer de l'homogénéité de la pulpe et pouvoir comparer avec l'essai T6 (R 1), il sera nécessaire de travailler avec une vitesse de rotation plus élevée. Par conséquent, d'autres paramètres sont modifiés également à l'issue des résultats de plusieurs tests d'optimisation.

### 5.2.2 Agitation

Pour ce prétraitement, il consiste à laisser la pulpe agiter durant 30 min dans la cellule de flottation à une vitesse de 1800 tr/min avant de commencer le processus de désulfuration. Les bilans métallurgiques pour le soufre suite au prétraitement par agitation sont présentés dans le tableau 5.4.

Tableau 5. 4 : Bilan métallurgique du soufre de la 2<sup>ème</sup> série flottation

|               | <b>Masse<br/>(g)</b> | <b>Récupération<br/>massique (%)</b> | <b>Teneur en S<br/>(%)</b> | <b>Unité S</b> | <b>Récupération<br/>en S (%)</b> |
|---------------|----------------------|--------------------------------------|----------------------------|----------------|----------------------------------|
| Alimentation  | 1000                 | 100                                  | 0,9                        | 9              | 100                              |
| C. Ébauchage  | 108                  | 10,93                                | 3,42                       | 3,69           | 44,66                            |
| C. Épuisage 1 | 51                   | 5,16                                 | 3,37                       | 1,72           | 20,78                            |
| C. Épuisage 2 | 39                   | 3,95                                 | 1,86                       | 0,73           | 8,77                             |
| Rejet         | 790                  | 79,96                                | 0,27                       | 2,13           | 25,79                            |

Comparé aux résultats de désulfuration dans les conditions de flottation standard (Tableau 5.3), le prétraitement par agitation a permis d'améliorer la récupération des sulfures. En effet, 74% du soufre a été récupéré dans les concentrés versus 26 % restant dans le rejet avec une teneur égale à 0,27 % (<0,3 valeur fixée par la directive 019). Les teneurs en soufre ont passé de 0,9% (alimentation) à 3,42 %; 3,37% et 1,86 % respectivement pour les concentrés ébauchage, épuisage 1 et épuisage 2. Les analyses des teneurs en or ont été effectuées dans un laboratoire externe et sont présentées dans le tableau 5.5.

Tableau 5. 5 : Bilan métallurgique de l'or de la 2<sup>ème</sup> série flottation

|               | <b>Masse<br/>(g)</b> | <b>Récupération<br/>massique (%)</b> | <b>Teneur en Au<br/>(g/t)</b> | <b>Unité<br/>Au</b> | <b>Récupération en Au<br/>(%)</b> |
|---------------|----------------------|--------------------------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------------|
| Alimentation  | 1000                 | 100                                  | 1,41                          | 14,10               | 100                               |
| C. Ébauchage  | 108                  | 10,93                                | 4,05                          | 4,37                | 27,74                             |
| C. Épuisage 1 | 51                   | 5,16                                 | 5,54                          | 2,82                | 17,92                             |
| C. Épuisage 2 | 39                   | 3,95                                 | 3,53                          | 1,37                | 8,73                              |
| Rejet         | 790                  | 79,96                                | 0,91                          | 7,18                | 45,06                             |

Les résultats d'analyse de l'or ont montré que lors de l'ébauchage, la teneur en or a augmenté de 1,41 g/t à 4,05 g/t. Cette teneur est encore plus importante à l'épuisage 1 et est égale à 5,54 g/t. En analysant ces deux teneurs, il est possible que le temps nécessaire de conditionnement pour l'or serait plus long et c'est pour cette raison que la teneur est plus importante à l'épuisage 1 comparativement à l'ébauchage. La récupération de l'or dans les concentrés est égale à 55 %, 45% se retrouvant encore dans le rejet. Il s'agit donc ici d'une importante quantité d'Au restante dans le rejet, ce qui devra faire l'objet de tests subséquent afin d'optimiser la récupération.



## CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE

Dans le présent chapitre, l'effet des prétraitements mécaniques sur le matériel fortement oxydé (R1) et partiellement oxydé (R2) sera discuté ainsi que l'étude de la récupération de l'or.

### 6.1 Matériel fortement oxydé (R1)

#### 6.1.1 Effet des prétraitements mécaniques

La Figure 6.1 présente l'effet des prétraitements sur les récupérations en soufre ainsi que les teneurs en soufre pour les différents tests de flottation. Le test (T3) est le test de référence, T6 est le prétraitement mécanique par agitation, T7 concerne le test d'attrition quant aux T8 et T9, il s'agit de deux tests de re-broyage. Les 3 figures, 6.1 a, 6.1 b et 6.1 c, correspondent aux T3, T6, T7, T8 et T9. Pour la Figure 6.1 a, il s'agit des pourcentages de récupération de soufre dans les concentrés et le rejet, la Figure 6.1 b représente les teneurs en soufre dans les concentrés et le rejet, quant à la Figure 6.1 c, elle décrit la cinétique de flottation pour les tests réalisés. La Figure 6.1 a été tracée à partir des résultats présentés dans le Tableau 6.1.

La Figure 6.1 démontre des valeurs de récupération en soufre presque identiques pour les tests T3 et T6. Ce résultat est en accord avec la Figure 6.1 (c) qui présente la cinétique de flottation des tests et montre une variation similaire pour T3 et T6 en termes de récupération du soufre en fonction du temps cumulé

Tableau 6.1 : Analyse des teneurs et des récupérations en S

|            | Teneur en S (%) |      |      |      |      | Récupération en S (%) |       |       |       |       |
|------------|-----------------|------|------|------|------|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
|            | T3              | T6   | T7   | T8   | T9   | T3                    | T6    | T7    | T8    | T9    |
| Ébauchage  | 1,14            | 1,87 | 1,07 | 2,06 | 2,80 | 23,15                 | 20,75 | 61,63 | 39,33 | 48,23 |
| Épuisage 1 | 1,21            | 1,62 | 0,38 | 0,69 | 0,56 | 12,18                 | 17,54 | 5,27  | 11,86 | 6,20  |
| Épuisage 2 | 1,08            | 1,56 | 0,30 | 0,59 | 0,33 | 7,94                  | 5,07  | 2,28  | 6,87  | 2,80  |
| Concentrés | 1,15            | 1,72 | 0,87 | 1,21 | 1,56 | 43,27                 | 43,35 | 74,72 | 58,06 | 57,23 |
| Rejet      | 0,60            | 0,53 | 0,43 | 0,46 | 0,41 | 56,73                 | 56,65 | 25,28 | 41,94 | 42,77 |

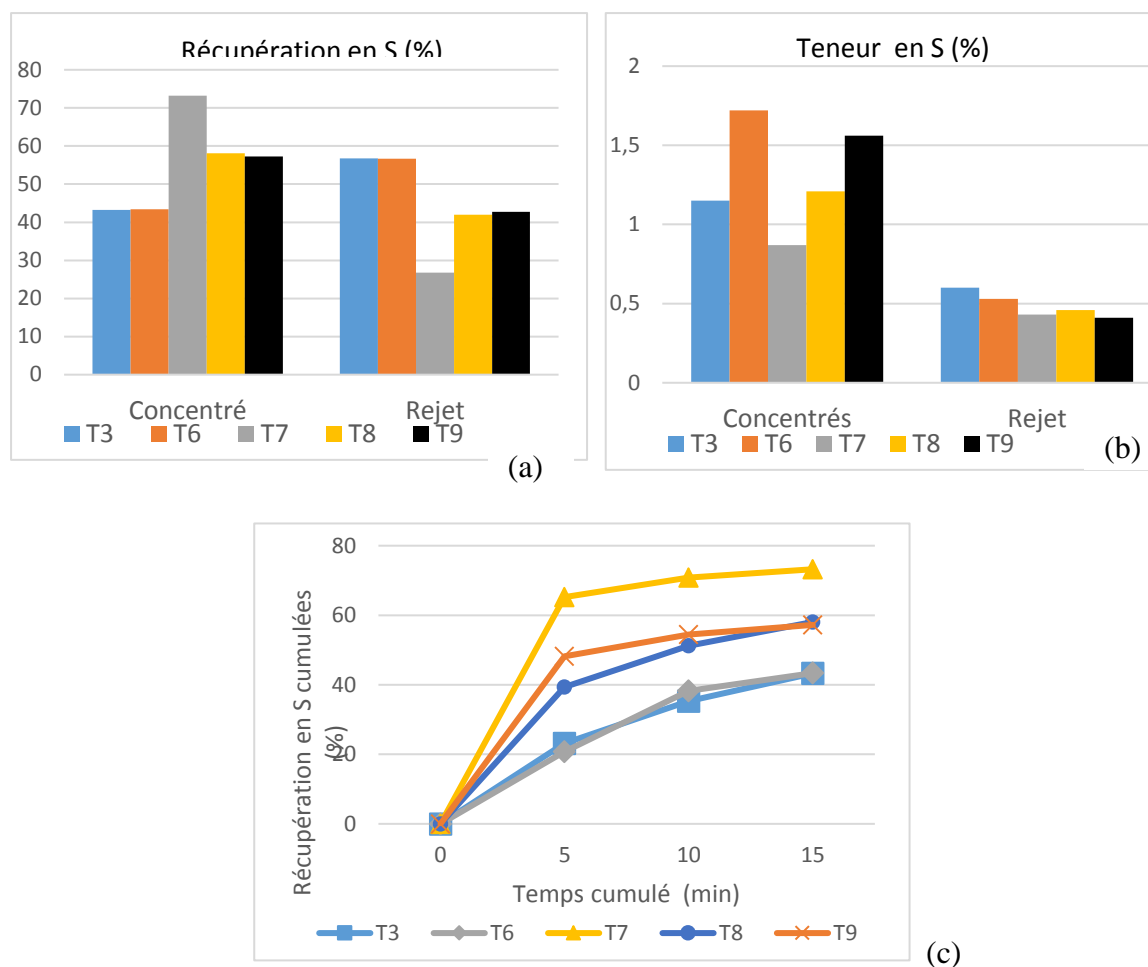


Figure 6.1 : Effet des prétraitements mécaniques pour R1

La variation de la cinétique pour les deux tests de re-broyage T8 et T9 est presque identique, ce qui mène à en déduire qu'un re-broyage d'une heure donne pratiquement les mêmes résultats en terme de récupération en soufre qu'un re-broyage de deux heures. En ce qui concerne la teneur en soufre dans le concentré pour le test T6, celle-ci a augmenté de 1,15 % (T3) à 1,72 % (T6). Cependant, pour le rejet, elle reste toujours supérieure à la valeur fixée par la norme (0,3 %) et est égale à 0,53 % (T6). Cette teneur relativement élevée est concordante avec les observations au MEB des sections préparées à partir du rejet (Figure 6.2) et qui montrent des sulfures encapsulés. En effet, cette forme de sulfure n'est pas accessible aux collecteurs pour être flottée, et par conséquent, tant que ces sulfures n'ont pas été libérés, ils se retrouveront toujours dans le rejet. Cependant, comme ces sulfures sont encapsulés, ils ne sont pas facilement disponibles pour participer aux réactions

d'oxydation et de génération de DMA. Sur la figure 6.2, les zones claires des deux images au MEB présentent de l'arsénopyrite incluse dans un minéral de gangue.

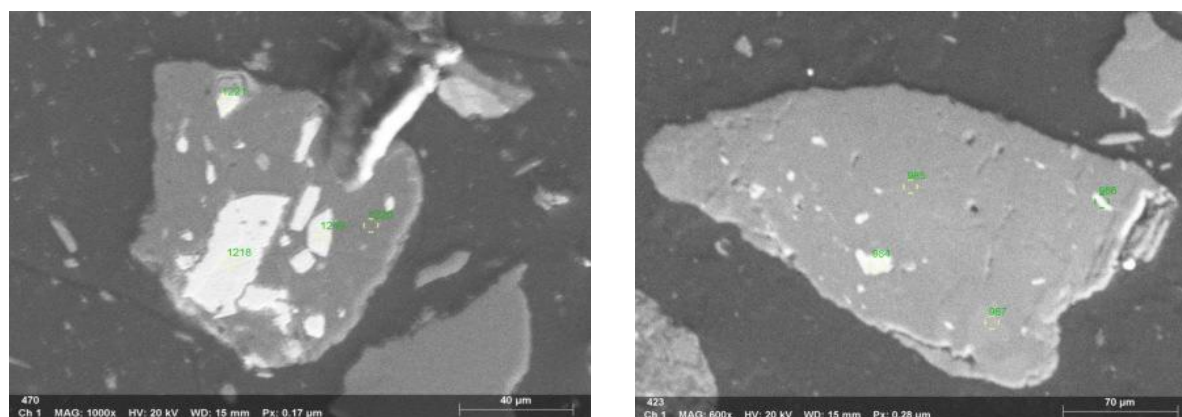


Figure 6.2 : Observation au MEB d'une section préparée à partir du rejet du test (T6)

En ce qui concerne le test d'attrition T7, bien que la récupération soit nettement plus importante comparativement au test T3, les teneurs en soufre dans le concentré ne sont pas satisfaisantes (0,87 %). En effet, une teneur inférieure à la teneur initiale du matériel (0,9%) fut obtenue. Ceci est attribué au fait qu'il y a eu de l'entraînement des minéraux de gangue dans le concentré lors de l'essai d'attrition tel que détaillé au Tableau 6.2.

Tableau 6.2 : Bilan métallurgique pour les tests T3, T6, T7, T8 et T9

|                                      |           | Ébauchage | Épuisage 1 | Épuisage 2 | Rejet |
|--------------------------------------|-----------|-----------|------------|------------|-------|
| <b>Masse<br/>(g)</b>                 | <b>T3</b> | 149       | 74         | 54         | 696   |
|                                      | <b>T6</b> | 82        | 80         | 24         | 790   |
|                                      | <b>T7</b> | 432       | 104        | 57         | 443   |
|                                      | <b>T8</b> | 163       | 147        | 99         | 780   |
|                                      | <b>T9</b> | 126       | 81         | 62         | 736   |
| <b>Teneur en S<br/>(%)</b>           | <b>T3</b> | 1,14      | 1,21       | 1,08       | 0,60  |
|                                      | <b>T6</b> | 1,87      | 1,62       | 1,56       | 0,53  |
|                                      | <b>T7</b> | 1,07      | 0,38       | 0,30       | 0,43  |
|                                      | <b>T8</b> | 2,06      | 0,69       | 0,59       | 0,46  |
|                                      | <b>T9</b> | 2,80      | 0,56       | 0,33       | 0,41  |
| <b>Récupération massique<br/>(%)</b> | <b>T3</b> | 15,35     | 7,61       | 5,56       | 71,48 |
|                                      | <b>T6</b> | 8,40      | 8,20       | 2,46       | 80,94 |
|                                      | <b>T7</b> | 41,70     | 10,04      | 5,50       | 42,76 |
|                                      | <b>T8</b> | 13,73     | 12,36      | 8,37       | 65,55 |
|                                      | <b>T9</b> | 12,21     | 7,85       | 6,01       | 73,93 |

Les masses récupérées au concentré pour T3, T6, T8, T9 et T7 sont respectivement de 149 g ; 82 g ; 163 g ; 126 g et 432 g. De plus, les distributions massiques pour les rejets représentent 71,48% ; 80,94% ; 65,55% ; 73,93% et 42,76% respectivement pour T3, T6, T8, T9 et T7 (Tableau 6.2). Cette observation confirme que contrairement aux essais T3, T6, T8 et T9, il existe un phénomène d'entraînement significatif pour l'essai d'attrition (T7), caractérisé par des masses récupérées élevées pour les concentrés pouvant donc conduire à une dilution de la teneur en soufre.

Toujours pour le test T7, les analyses DRX ont révélé pour le rejet un pourcentage en quartz relativement élevé, soit 53,73 % comparé aux rejets des autres essais et qui sont de 27,73 % et 24,91 respectivement pour T6 et T8 (Tableau 6.3). Ceci laisse penser que le procédé de séparation suite à l'attrition et avant d'entamer la désulfuration serait probablement inefficace et que la silice utilisée lors de ce prétraitement se retrouve dans le processus de flottation pour finir dans le rejet.

Tableau 6.3 : Résultats analyses DRX pour le quartz

|          | <b>Alimentation</b> | <b>Rejet (T6)</b> | <b>Rejet (T7)</b> | <b>Rejet (T8)</b> |
|----------|---------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| % Quartz | 28,05               | 27,37             | 53,73             | 24,91             |

Suite à la flottation, les minéraux présentés dans le tableau 6.4 pourraient se retrouver dans le rejet du test (T7). Cependant, l'analyse DRX a démontré le contraire. Par conséquent, ces minéraux ont probablement fini dans l'un des concentrés, ce qui explique ainsi le phénomène d'entraînement.

Tableau 6.4 : Analyse DRX de l'alimentation et du rejet (T7)

|          | <b>Alimentation</b> | <b>Rejet (T7)</b> |
|----------|---------------------|-------------------|
| Talc     | 11.41 %             | -                 |
| Chlorite | 12.97 %             | 7.46 %            |
| Biotite  | 5.07 %              | -                 |

Autre que le phénomène d'entraînement et la séparation inefficace de la silice du matériel, il est clair qu'en travaillant dans des conditions alcalines (pH=11), la pyrite est déprimée, et ce, malgré une concentration relativement importante en xanthate (Forrest et Dunne, 2001). L'essai de prétraitement par attrition a été reproduit afin de s'assurer de la répétabilité des résultats d'analyses. Il serait fortement recommandé de faire cet essai mais dans des conditions de flottation à pH naturel.

Pour T8 et T9, il s'agit de deux tests de re-broyage. Pour T8, le matériel est re-broyé 60 min sans ajout d'activant, tandis que pour T9, l'échantillon est re-broyé 120 min avec ajout d'activant. Les  $D_{80}$  sont similaires et sont 30  $\mu\text{m}$  (T8) et 26  $\mu\text{m}$  (T9). Ainsi, vu l'existence de sulfures inclus

précédemment observés au MEB, ces derniers sont libérés et il est alors possible d'aller les récupérer. Ce prétraitement permet également de créer des nouvelles surfaces fraîches qui vont favoriser l'adsorption du collecteur et par conséquent améliorer la récupération des sulfures. Comparé au test T3, la récupération des sulfures a augmenté de 43,27% (T3) à 58,06 % et 57,23% respectivement pour T8 et T9. En ce qui concerne l'ébauchage, les teneurs en soufre ont augmenté de 1,14 % (T3) à 2,06 % (T8) et 2,80 % (T9). Cependant, les teneurs dans les rejets sont toujours supérieurs à 0,3%. Des observations au MEB ont été réalisées sur une section préparée à partir du rejet du test (T9) et ont révélé la présence de grains de pyrite et d'arsénopyrite (zones claires, Figure 6.3). Ainsi, vu la granulométrie très fine du matériel après re-broyage, l'efficacité du processus de flottation est moins bonne en raison de la faible récupération des sulfures fins.

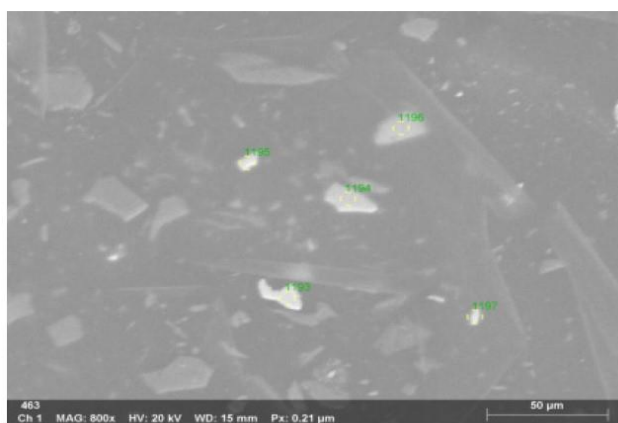


Figure 6.3 : Observation au MEB d'une section préparée à partir du rejet du test (T9)

Le prétraitement mécanique par re-broyage a permis de libérer les sulfures en enlevant les couches de produits d'oxydation. Cette constatation a été validée par l'aspect visuel de la pulpe présenté à la Figure 6.4.

Matériel sans re-broyage



Matériel avec re-broyage

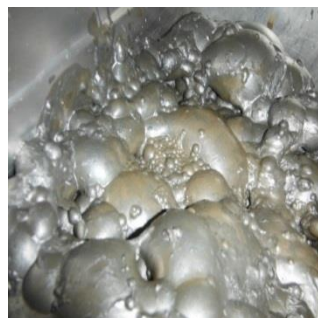


Figure 6.4 : Aspect visuel de la pulpe

La Figure 6.4 montre un changement au niveau de la couleur de la pulpe après re-broyage : Une couleur orange caractéristique des couches d'oxydes et des hydroxydes de fer se transformant en une couleur grise caractéristique d'une pyrite fraîche. L'aspect de la mousse démontre également une amélioration au niveau de la texture de la pulpe favorable au procédé de flottation. En effet, la mousse formée après le re-broyage est nettement plus stable et volumineuse que celle qui n'a pas subi de prétraitement. Il en découle ainsi qu'en re-broyant un matériel fortement oxydé, la surface des particules est nettement améliorée et ceci même en se référant juste à l'aspect visuel de la pulpe.

### 6.1.2 Récupération de l'or

Les bilans métallurgiques pour le matériel R1 ayant suivi des prétraitements mécaniques par agitation, attrition et re-broyage sont présentés dans le Tableau 6.5.

Tableau 6.5 : Bilan métallurgique sur l'or pour le matériel R1

|    |                  | Alimentation | Ébauchage | Épuisage 1 | Épuisage 2 | Rejet |
|----|------------------|--------------|-----------|------------|------------|-------|
| T6 | Teneur (g/t)     | 3,91         | 6,67      | 12,60      | 13,93      | 2,44  |
|    | Unité            | 38,17        | 5,47      | 10,08      | 3,34       | 19,28 |
|    | Récupération (%) | 100,00       | 14,33     | 26,41      | 8,76       | 50,50 |
| T7 | Teneur (g/t)     | 3,84         | 6,94      | 3,92       | 2,82       | 0,69  |
|    | Unité            | 39,76        | 29,98     | 4,08       | 1,61       | 4,09  |
|    | Récupération (%) | 100,00       | 75,41     | 10,25      | 4,04       | 10,29 |
| T8 | Teneur (g/t)     | 3,59         | 13,39     | 4,09       | 3,73       | 1,41  |
|    | Unité            | 42,62        | 21,88     | 6,02       | 3,72       | 11,00 |
|    | Récupération (%) | 100,00       | 51,35     | 14,12      | 8,72       | 25,82 |
| T9 | Teneur (g/t)     | 3,82         | 20,60     | 4,20       | 2,80       | 0,90  |
|    | Unité            | 37,90        | 25,95     | 3,40       | 1,73       | 6,86  |
|    | Récupération (%) | 100,00       | 68,38     | 8,96       | 4,57       | 18,09 |

Grace à l'agitation (T6) la teneur en or dans les concentrés a augmenté de 3,82 g/t à 6,67 g/t, 12,60 g/t et 13,93 g/t respectivement pour l'ébauchage, l'épuisage 1 et l'épuisage 2. La teneur la plus élevée a été observé à l'épuisage 2. Ainsi, il est possible que la cinétique de conditionnement pour cet essai soit plus lente puisque l'agitation consiste à nettoyer les surfaces altérées afin de favoriser l'adsorption du collecteur. En ce qui concerne les récupérations, la valeur pour les concentrés est égale à 49,50 % avec 50,50 % d'or toujours présent dans le rejet. Ceci est la conséquence probable des sulfures inclus pouvant contenir de l'or précédemment observés au MEB dans la section polie préparée pour le rejet de cet essai.

Pour l'attrition (T7), la teneur en or la plus élevée a été observée à l'ébauchage et est égale à 6,94 g/t. Selon les résultats présentés dans le Tableau 6.2, 90 % de l'or a été récupéré dans les concentrés versus 10% comme quantité restante dans le rejet. Ce résultat semble très intéressant mais en analysant les données pour les bilans de masse, présentés précédemment dans le Tableau 6.1, il a été constaté que pour l'essai d'attrition (T7), il existe un phénomène d'entraînement significatif, caractérisé par des masses récupérées élevées pour les concentrés qui ont conduit probablement à une dilution de la teneur en soufre et par conséquent de la teneur en or.

Comme précédemment mentionné pour T7, ce test de désulfuration a été réalisé dans des conditions alcalines ( $\text{pH} > 11$ ). Selon les travaux de Forrest et Dunne (2001), bien que la pyrite soit complètement déprimée à pH alcalin, l'addition de xanthate de potassium amyl (PAX) rend la surface de l'or hydrophobe à un pH supérieur à 10, ce qui permet d'expliquer la teneur en or la plus élevée observée à l'ébauchage malgré une teneur en soufre faible (Forrest et Dunne, 2001).

Pour plus de compréhension des résultats de la flottation, il est important de noter que l'agitation et l'attrition permettent de nettoyer les surfaces oxydées pour améliorer l'adsorption du collecteur, tandis que le broyage crée de nouveaux sites sur les surfaces des particules. Ceci pourrait justifier que dans le cas de l'agitation et avec 14,33 % de l'Au dans le concentré d'ébauchage, la concentration de l'or nécessite un temps de conditionnement et de flottation plus long. 51% d'or sont toujours dans le rejet de T6, versus une distribution de S égale à 57%.

Les tests de re-broyage (T8) et (T9) ont permis de libérer l'or toujours emprisonné dans les minéraux et de les concentrer à l'ébauchage en passant de 3,82 g/t à 13,39 g/t (T8) et 20,60 g/t (T9). Bien que l'or se trouve principalement dans les concentrés de sulfures avec des récupérations égales à 51 % (T8) et 68 % (T9) à l'ébauchage, il est également présent dans les rejets désulfurés en distributions relativement importantes égales à 26 % (T8) et 18 % (T9).

Afin d'essayer de connaître la forme de l'or et plus précisément à quel minéral il serait associé, la distribution de l'or et des sulfures a été comparé pour R1 à l'ébauchage, épuisage 1, 2 et dans le rejet, tel que démontré à la figure 6.5.

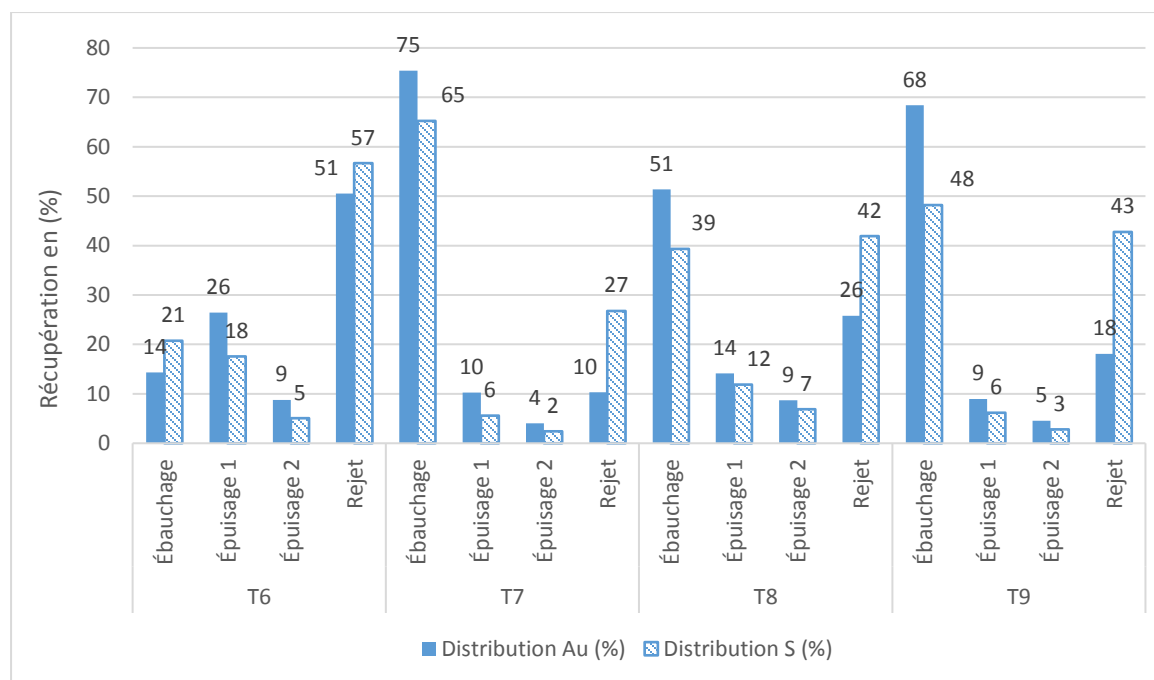


Figure 6.5 : Distribution de l'or et des sulfures pour R1

L'hypothèse de départ considère que l'or est associé aux sulfures. La Figure 6.5 montre effectivement une certaine corrélation entre la distribution du soufre et la distribution de l'or. Cependant, cette hypothèse ne peut pas être confirmée à 100 % sans avoir recours à des techniques de caractérisation minéralogiques plus sophistiquées. En effet, puisqu'une partie de l'or est associé aux sulfures, il est normal que la teneur en or ait augmenté lorsqu'on a augmenté la teneur en sulfures. Cependant, des teneurs importantes autant en or qu'en sulfures se retrouvent encore dans le rejet.

Pour les essais de re-broyage (T8) et (T9), les récupérations sont aux alentours de 80 %. La récupération de l'or est jugée satisfaisante pour ces essais préliminaires, mais peut également être améliorée par optimisation.

## 6.2 Matériel partiellement oxydé (R2)

### 6.2.1 Effet des prétraitements mécaniques

En laissant agiter le matériel oxydé pendant 30 min à une vitesse de 1800 tr/min avant de commencer la désulfuration, une nette amélioration de la récupération des sulfures a été observée. En effet, comme présenté sur la Figure 6.6, grâce à l'agitation, les récupérations en soufre sont



passées de 16 % à 45 %, de 12 % à 21% et de 6 % à 9 % respectivement pour les étapes d'ébauchage, d'épuisage 1 et 2. Les valeurs des teneurs en soufre pour les concentrés ont montré une nette amélioration comparativement à l'essai de flottation standard. En effet, avec des masses récupérées similaires à ceux de la flottation standard, les teneurs en soufre sont deux fois plus importantes pour les concentrés du test d'agitation. En ce qui concerne le rejet, la quantité de soufre restante est environ trois fois inférieure à celle du test sans prétraitement. Quant à la teneur en soufre, celle-ci est égale à 0,27% et respecte ainsi la limite de la directive 019 fixée à 0,3 % pour le soufre.

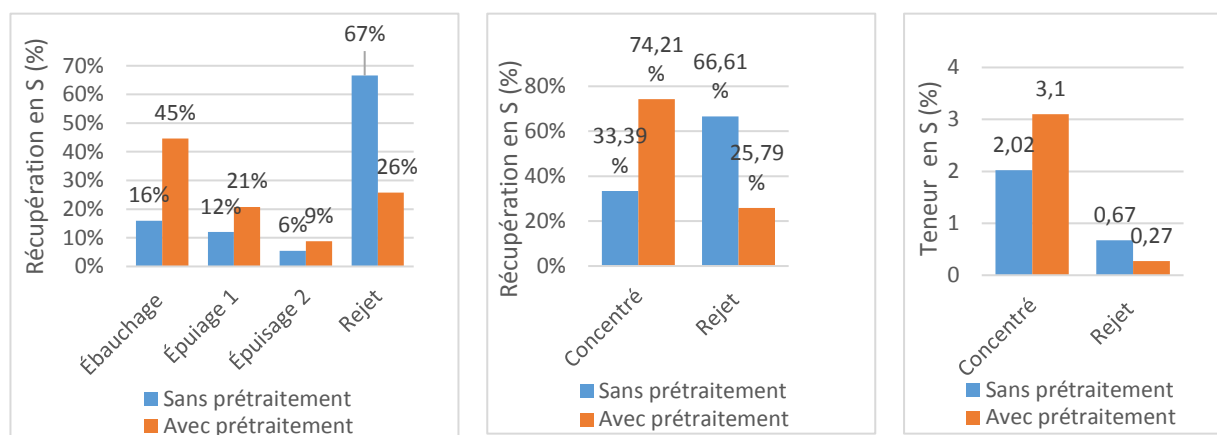


Figure 6.6: Effet de l'agitation sur la désulfuration du matériel partiellement oxydé (R2)

La Figure 6.7 présente la cinétique de désulfuration du matériel partiellement oxydé (R2) pour les deux tests sans prétraitement et avec prétraitement. La cinétique du test sans prétraitement est plus lente que le test avec prétraitement. Le graphique montre également une différence en terme de récupération du soufre cumulé en fonction du temps pour les deux tests, et démontre ainsi que laisser agiter un matériel partiellement oxydé permet une nette amélioration de l'efficacité de la désulfuration.

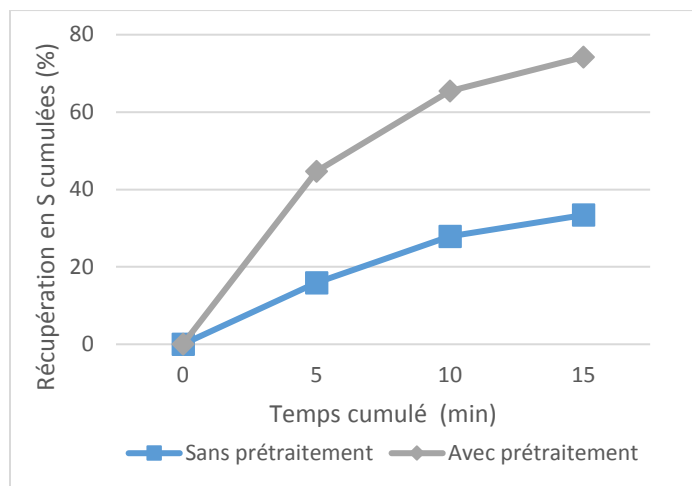


Figure 6.7 : Cinétique de flottation pour les tests réalisés sur le Matériel R2

### 6.2.2. Récupération de l'or

A l'ébauchage, épuisage 1 et épuisage 2, les variations des récupérations en S et en Au sont presque similaires (Figure 6.8) pour le test de prétraitement par agitation du matériel R2. Il a été observé que lorsque la teneur en S augmente, la concentration en or croît aussi avec un temps de conditionnement pour l'or probablement plus lent, ce qui pourrait justifier la teneur en or la plus élevée à l'épuisage 1. À ce niveau, l'hypothèse que l'or est associé aux sulfures ne serait pas complètement validée. Cependant, un pourcentage égal à 45 % d'or dans le rejet comparativement à 26% de sulfures indique que probablement un minéral autre que les sulfures pourrait aussi être porteur d'or. Ainsi, plusieurs hypothèses peuvent être émises :

- L'or peut être associé à d'autres minéraux à part les sulfures, tel que les silicates.
- L'or peut se retrouver dans les sulfures inclus, d'où la difficulté d'aller le chercher sans passer par le re-broyage

Toutes ces hypothèses ne peuvent être validées qu'à travers des techniques de caractérisation minéralogique plus sophistiquées et poussées que le MEB-EDS, et sur un grand nombre d'échantillons vu la faible occurrence de l'or dans les matériaux testés.

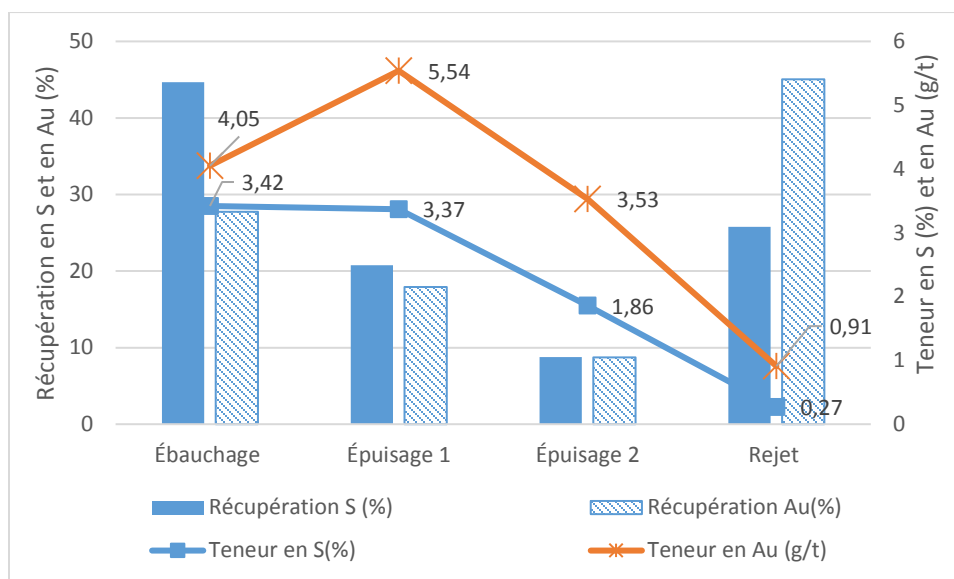


Figure 6.8 : Distribution de l'or et du soufre

### 6.3 Applicabilité de la désulfuration à la valorisation des sites abandonnés

L'objectif principal de cette étude est atteint en validant la faisabilité de la désulfuration par flottation comme étant un outil de valorisation des sites miniers abandonnés.

En effet, selon plusieurs études (Antonijevic et al., 2008; Yin et al., 2018), la valorisation des résidus miniers en récupérant les métaux précieux est avantageuse pour différentes raisons. Tout d'abord, il est évident qu'il serait moins coûteux de récupérer les métaux provenant des résidus qu'en exploitant une nouvelle mine. Ensuite, cette valorisation serait un complément appréciable à l'exploitation de nouvelles ressources, assurant ainsi le développement durable de l'industrie minière. Finalement, le traitement des résidus réduit la contamination incontrôlée de l'environnement pendant le processus de lixiviation des minéraux sulfureux.

Pour les prochains travaux et afin d'explorer les optimisations potentielles du procédé pour le rendre le plus performant possible, il faut d'abord penser dès le départ, à mieux caractériser le matériel à traiter, notamment, l'identification du statut de l'or présent, ce qui permettra de mieux cibler les particules à flotter et ainsi améliorer la rentabilité du procédé. Également, l'étude approfondie des surfaces avant et après prétraitement permettra d'avoir une meilleure idée sur son effet. Ensuite, l'identification du potentiel de génération de DMA et/ou de DNC du minerai fournira dans l'affirmative une importante justification du recours au procédé de désulfuration. Une fois ces études effectuées et grâce à toutes les informations collectées, le plan sera d'établir un procédé

expérimental efficace permettant de déterminer si oui ou non le matériel convient aux différents projets. Éventuellement, il sera possible de prévoir le concentré qui sera obtenu et d'établir un plan de traitement à l'intérieur même des infrastructures existantes s'il y a lieu, ou via des unités de traitement mobiles, que ce soit par flottation de l'or, par cyanuration ou par gravimétrie. La même réflexion s'applique aux rejets qui seront générés et pourront s'intégrer aux stratégies environnementales que ce soit comme matériel de recouvrement ou par leur dépôt directement dans parcs à résidus, étant devenus des résidus non problématiques.

## CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Les projets de restauration et leur encadrement légal apportent leurs lots d'obligation et de défis aux gouvernement et compagnies minières. C'est pourquoi celles-ci ont grandement intérêt à adopter des méthodes de gestion intégrées des rejets miniers. L'objectif principal de cette étude était d'évaluer l'applicabilité de la désulfuration environnementale dans le cadre de la restauration des parcs à résidus oxydés et/ ou abandonnés. Il était aussi question d'objectifs spécifiques qui consistaient à, tout d'abord, produire un rejet non problématique pouvant servir comme couverture pour la restauration des parcs à résidu, par la suite, tester différentes méthodes de prétraitement mécaniques afin d'améliorer le processus de flottation des résidus oxydés, et ainsi récupérer l'or dans les concentrés de sulfures. Dans cette même logique, une hypothèse de recherche a été émise en se référant à plusieurs travaux. Celle-ci considère que l'or est généralement associé aux sulfures et principalement à la pyrite et l'arsénopyrite, principaux minéraux sulfureux pour les échantillons étudiés, alors possiblement récupérable lors de la flottation des sulfures.

Pour répondre à tous ces objectifs, la désulfuration environnementale a été la méthode préconisée, d'abord pour prévenir les problèmes environnementaux tel que le DMA et le DNC, et tout en étant un outil important de gestion intégrée des rejets miniers. En effet, la désulfuration environnementale permet de concentrer les sulfures, ce qui va donner par conséquent des quantités de rejets problématiques réduites. Si l'or est associé aux sulfures, la désulfuration environnementale permettra de récupérer l'or. Grâce à ceci, les coûts de restauration seront également réduits et les rejets non problématiques générés pourront être utilisés comme matériel de recouvrement, ce qui va réduire ainsi le recours à des matériaux naturels pour la restauration.

Les résidus des sites miniers abandonnés ont été exposés pendant des longues années aux conditions atmosphériques. Ainsi, des couches des produits d'altération se sont formées à la surface de ces résidus, ce qui réduit l'efficacité de la séparation par flottation pour ce matériel. Dans ce projet, des rejets d'une ancienne opération aurifère ont été échantillonnés sur un parc à résidus exposé à l'environnement depuis environ 40 ans. Des rejets fortement oxydés et partiellement oxydés ont été récoltés.

La première étape suite à l'échantillonnage était la caractérisation chimique, physique et minéralogique des deux échantillons (R1) et (R2). Les teneurs en soufre sont presque similaires pour les deux échantillons R1 et R2 et sont égales à 0,95%. L'échantillon R1 est plus riche que R2 en As et

présente une teneur égale à 0,53% comparativement à 0,21% pour R2. Pour les teneurs en Au, R1 présente une teneur nettement plus importante égale à 3,82 g/t par rapport à R2 qui contient 1,41 g/t. Les résultats ont démontré également que le matériel R1 est fortement oxydé comparativement à l'échantillon R2 grâce à l'identification des produits d'oxydation par MEB-EDS. Il a été démontré que le contour d'une pyrite altérée est principalement la szomolnokite  $\text{Fe}(\text{SO}_4) \times (\text{H}_2\text{O})$  (R1 et R2) et pour les minéraux formés par oxydation de l'arsénopyrite, ce sont principalement l'arséniosidérite  $\text{Ca}_2\text{Fe}_3(\text{AsO}_4)_3\text{O}_3 \times 3(\text{H}_2\text{O})$  et l'angérite  $\text{Fe}_4(\text{AsO}_4)_2\text{O}_3$  (R1).

R1 a fait l'objet d'un plus grand nombre d'essais de désulfuration comparativement à R2, qui lui a donné des résultats satisfaisants seulement après un prétraitement mécanique par agitation.

En effet pour le matériel R1, le premier test de prétraitement consiste à l'agitation du matériel pendant 30 minutes (T6). Les résultats ont montré une récupération en soufre améliorée en la comparant au test de référence (T3) à l'étape d'ébauchage. Cependant, pour le rejet, sa teneur en soufre reste toujours supérieure à la valeur fixée par la norme et est égale à 0,53 % (T6). La cinétique de flottation pour le test (T6) est lente, ce qui laisse supposer qu'un temps de conditionnement plus long serait probablement nécessaire pour les futurs essais. Grâce à ce prétraitement (T6), les teneurs en or dans les concentrés sont de 6,67 g/t, 12,60 g/t et 13,93 g/t respectivement pour l'ébauchage, l'épuisage 1 et l'épuisage 2. La teneur la plus élevée a été observée à l'épuisage 2, ce qui pourrait être expliqué, comme pour les sulfures, par la cinétique de conditionnement et de flottation relativement lente. En ce qui concerne les récupérations, la valeur pour les concentrés est égale à 49,50 % avec 50,50 % d'or toujours présent dans le rejet. Ceci est la conséquence probable des sulfures inclus pouvant contenir de l'or précédemment observés au MEB.

En ce qui concerne le test d'attrition, bien que la récupération soit nettement plus importante comparativement au test (T3), les teneurs en soufre dans les concentrés sont plus élevées (0,87 %). Ceci est attribué au fait qu'il y a eu de l'entraînement des minéraux de gangue dans le concentré lors de l'essai d'attrition comme précédemment démontré avec les bilans de masse, en plus des conditions alcalines (pH 11) qui ne favorisent pas la flottation de la pyrite et contribuent à sa dépression et ce, malgré une concentration relativement importante en xanthate. Certes ces conditions sont défavorables pour la flottation de la pyrite mais elles rendent la surface de l'or

hydrophobe à un pH supérieur à 10, ce qui permet d'expliquer la teneur en or la plus élevée observée à l'ébauchage (6,2 g/t) malgré une teneur en soufre faible (1,07 %).

Finalement pour le re-broyage, ce prétraitement a un impact crucial sur l'efficacité de flottation. Il permet en effet de créer des nouvelles surfaces fraîches qui vont favoriser l'adsorption du collecteur. Comparé au test T3, la récupération des sulfures a augmenté de 43,27% (T3) à 58,06 % et 57,23%, respectivement, pour T8 et T9. En ce qui concerne l'ébauchage, les teneurs en soufre ont augmenté de 1,14 % (T3) à 2,06 % (T8) et 2,80 % (T9). Cependant, les teneurs dans les rejets sont toujours supérieures à 0,3%. Les tests de re-broyage (T8) et (T9) ont permis de libérer l'or toujours emprisonné dans les minéraux et de les concentrer à l'ébauchage en passant de 3,82 g/t à 13,39 g/t (T8) et 20,60 g/t (T9). Bien que l'or se trouve principalement dans les concentrés de sulfures avec des récupérations égales à 51 % (T8) et 68 % (T9) à l'ébauchage, il est également présent dans les rejets désulfurés en quantités relativement importantes égales à 26 % (T8) et 18 % (T9).

Le re-broyage peut sembler être une alternative intéressante puisqu'elle permet de libérer l'or encapsulé dans les minéraux sulfureux. Cependant, ce procédé reste toujours très coûteux et peu attrayant d'un point de vue économique. De plus, dans certains cas, il peut engendrer des problématiques environnementales en libérant des éléments pénalisants tels que l'As.

Pour ce qui est de l'aspect environnemental des rejets désulfurés produits, la directive 019 est un critère très important pour les industriels. Cependant, elle ne peut être la seule base de réflexion lorsque l'on parle de DMA puisque la minéralogie et la libération ont aussi un rôle à jouer. Pour cette étude, les teneurs en soufre des rejets désulfurés pour le matériel R1 sont supérieures à 0,3 %. Ainsi, il a été nécessaire de réaliser des tests statiques et cinétiques, qui permettent de statuer sur le PGA et de lixiviation à court et long terme.

Selon les résultats des essais statiques, tous les rejets désulfurés ne produisent pas de DMA, ceci est prévisible en raison de leur potentiel élevé de neutralisation dû à la présence d'une teneur élevée en dolomite. Cependant, en raison de la présence d'arsenic, des tests cinétiques ont été également effectués afin d'évaluer le potentiel de DNC. Les résultats des essais cinétiques ont confirmé que les 3 échantillons M1, M2 et M3 sont non générateurs de DMA. Cependant, pour les échantillons M1 et M3, les concentrations en As sont relativement élevées et dépassent la limite établie par la

directive 019. Ainsi, cela représente une problématique en raison du risque de génération de DNC en arsenic.

Pour le matériel partiellement oxydé (R2), grâce à l'agitation, les valeurs des teneurs en soufre pour les concentrés ont montré une nette amélioration comparativement à l'essai de flottation standard : les récupérations en soufre sont passées de 16 % à 45 %, de 12 % à 21% et de 6 % à 9 %, respectivement, pour les étapes d'ébauchage, d'épuisage 1 et 2. Pour le rejet, celui-ci présente une teneur en soufre égale à 0,27% et respecte ainsi le critère de la directive 019. Pour le même test, il a été observé que lorsque la teneur en S augmente, la concentration en or croît aussi avec un temps de conditionnement pour l'or probablement plus lent, ce qui pourrait justifier la teneur en or la plus élevée à l'épuisage 1. Cependant, un pourcentage égal à 45 % d'or dans le rejet comparativement à 26% de sulfures indique que probablement un minéral autre que les sulfures pourrait être porteur d'or.

S'agissant d'une étude de faisabilité, les résultats obtenus sont très prometteurs et offrent de multiples pistes d'optimisation pour rendre le procédé de désulfuration aussi efficace et rentable que possible dans le cas des rejets partiellement ou fortement oxydés. Ainsi pour parfaire ce travail, les recommandations suivantes sont formulées :

- Optimiser le temps et la taille du re-broyage, ainsi que l'utilisation de collecteurs spécifiques à l'or pendant la flottation, afin de déterminer les solutions optimales pour la récupération de l'or des vieux résidus aurifères.
- Faire le suivi des teneurs en As en plus des teneurs en soufre.
- Identifier la forme de l'or dans le matériel, à l'aide de techniques de caractérisation minéralogiques qui sont plus dispendieuses certes, mais qui apportent beaucoup d'information et permettent par conséquent de guider les choix des collecteurs et des différents paramètres de flottation.
- Axer les prochains essais sur l'optimisation des paramètres d'agitation plutôt que sur le re-broyage, puisqu'il s'agit d'un procédé nettement plus avantageux économiquement tel que démontré à l'issue des résultats des essais cinétiques qui ont donné un rejet désulfuré qui serait non problématique à long terme (pas de libération d'arsenic).



## BIBLIOGRAPHIE

- Acheampong, M. A., Meulepas, R. J., & Lens, P. N. (2010). Removal of heavy metals and cyanide from gold mine wastewater. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 85(5), 590-613.
- Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B., & Kontopoulos, A. (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites.
- Aitcin, P.C., Généreux, F., Jolicoeur, G., & Maurice, Y. (2012). Technologie des granulats, 3ième édition Modulo.
- Araujo, A.C., & Peres, A.E.C. (1995). Froth flotation: relevant facts and the Brazilian case. *In Tecnologia Mineral*, 70. CETEM, Rio de Janeiro, 38 p.
- 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. Report CDT P*, 1899.
- Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002). *Environnement et gestion des rejets miniers: manual sur cédérom; [... 100 tableaux].* : Presses International Polytechnique.
- Aubertin, M., Pabst, T., Bussière, B., James, M., Mbonimpa, M., Benzaazoua, M., & Maqsoud, A. (2015). Revue des meilleures pratiques de restauration des sites d'entreposage de rejets miniers générateurs de DMA. In *Proc. Symposium 2015 on Mines and the Environment, Rouyn-Noranda* (p. 67).
- Awoh, A. S., Mbonimpa, M., & Bussière, B. (2013). Field study of the chemical and physical stability of highly sulphide-rich tailings stored under a shallow water cover. *Mine Water and the Environment*, 32(1), 42-55.

- Ayora, C., Caraballo, M. A., Macias, F., Rötting, T. S., Carrera, J., & Nieto, J. M. (2013). Acid mine drainage in the Iberian Pyrite Belt: 2. Lessons learned from recent passive remediation experiences. *Environmental Science and Pollution Research*, 20(11), 7837-7853.
- Beal International Incorporated. 1997. Assessment of Potential Contamination Effects in the Environment, Voisey's Bay Mine/fill Project, mise à jour en décembre 1997, St. John's, rapport préparé pour la Voisey's Bay Nickel Company, Voisey's Bay Nickel Company.
- 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.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É., & Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulphurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. *Minerals Engineering*, 21(4), 330-340.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J., & Marion, P. (2000). Environmental desulphurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 60 (1), 57-74.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Plante, B., Pepin, G., Aubertin, M., & Monzon, M. (2013). Comportement géochimique et hydrogéologique des stériles de la mine Lac Tio. *Déchets Sciences et Techniques*, 64, 14-23.
- Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Taha, Y., Kormos, L., Kabombo, D., Lessard, F., & Kongolo, M. (2017). Integrated environmental management of pyrrhotite tailings at Raglan Mine: Part 1 challenges of desulphurization process and reactivity prediction. *Journal of Cleaner Production*, 162, 86-95.

- Blazy, P. (1970). *La valorisation des minerais: manuel de minéralurgie* (Vol. 2). Presses universitaires de France.
- Blazy, P., & Jdid, E. A. (2000). Flottation: Mécanismes et réactifs. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, 3, J3350-1.
- Bois, D., Poirier, P., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Kongolo, M. (2005). A feasibility study on the use of desulphurized tailings to control acid mine drainage. *Cim Bulletin*, 98(1087), 1.
- Bouzahzah, H. (2013). *Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide* (Doctoral dissertation, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Plante, B., & Bussiere, B. (2015). A quantitative approach for the estimation of the “fizz rating” parameter in the acid-base accounting tests: a new adaptations of the Sobek test. *Journal of Geochemical Exploration*, 153, 53-65.
- Brion, D. (1980). Etude par spectroscopie de photoelectrons de la degradation superficielle de FeS<sub>2</sub>, CuFeS<sub>2</sub>, ZnS et PbS a l'air et dans l'eau. *Applications of Surface Science*, 5(2), 133-152.
- Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R., & Benzaazoua, M. (2005). Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées. In *Symposium 2005 sur l'environnement et les mines*.
- Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., Lelièvre, J., Bois, D. et Servant, S. (1998). Valorisation des résidus miniers: une approche intégrée–Phase II. *Rapport final soumis au ministère des Ressources naturelles du Québec*.

- Bussiere, B. (2007). Colloquium 2004: Hydrogeotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geoenvironmental disposal approaches. *Canadian Geotechnical Journal*, 44(9), 1019-1052.
- Cases, J., De Donato, P., & Kongolo, M. (1991). Mécanisme d'adsorption de l'amyloxanthate sur la galène et la pyrite: Conséquences pour la flottation des minéraux. Valorisation des ressources minérales: Recueil des communications, Paris: Bureau des Recherches Géologiques et Minières, 182, 279-287.
- Chopard, A., Benzaazoua, M., Plante, B., Bouzahzah, H., & Marion, P. (2015). Kinetic tests to evaluate the relative oxidation rates of various sulfides and sulfosalts. *ICARDS2015 Proceedings, Santiago du Chile (Chile)*.
- Clarke, P., Fornasiero, D., Ralston, J., & Smart, R.S.C. (1995). A study of the removal of oxidation products from sulfide mineral surfaces. *Minerals Engineering*, 8(11), 1347-1357.
- Cosset, G. (2009). *Comportement hydrogéologique d'une couverture monocouche sur des résidus miniers sulfureux: Essais en colonne et simulations numériques* (Doctoral dissertation, École Polytechnique de Montréal).
- Demers, I., Benzaazoua, M., Bussière, B., Mbonimpa, M., Fried, E., & Blier, A. (2009). Évaluation de l'application de la gestion intégrée des résidus à la mine Doyon. *DÉCHE TS*, 31.
- Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., & Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering*, 21(4), 317-329.
- Derycke, V. (2012). *Optimisation de la désulfuration de produits miniers en vue de la diminution de leur potentiel polluant: effet de la granulométrie, du type de sulfures et évaluation de la qualité des eaux de drainage post-traitement*. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

- Duncan, D.W et Bruynesteyn, A. (1979). Determination of acid production potential of waste materials. Met. Soc. AIME, paper A79-29, 10p.
- Dunn, J. G. (1997). The oxidation of sulphide minerals. *Thermochimica Acta*, 300(1-2), 127-139.
- Eisler, R., & Wiemeyer, S. N. (2004). Cyanide hazards to plants and animals from gold mining and related water issues. In *Reviews of environmental contamination and toxicology* (pp. 21-54). Springer, New York, NY.
- Ethier, M. P. (2018). *Évaluation de la performance d'un système de recouvrement monocouche avec nappe surélevée pour la restauration d'un parc à résidus miniers abandonné* (Doctoral dissertation, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Éthier, M. P., Bussière, B., Benzaazoua, M., Nicholson, R. V., & Garneau, P. (2010). Potential of contaminated neutral drainage generation from waste rock at Raglan. In *Proceedings of the Canadian Geotechnical Conference Geo* (pp. 1145-1152).
- Fennemore, G. G., Neller, W. C., & Davis, A. (1998). Modeling pyrite oxidation in arid environments. *Environmental Science and Technology*, 32(18), 2680-2687.
- Finch, J. A., Nasset, J. E., & Acuña, C. (2008). Role of frother on bubble production and behaviour in flotation. *Minerals Engineering*, 21(12-14), 949-957.
- Fornasiero, D., & Ralston, J. (1992). Iron hydroxide complexes and their influence on the interaction between ethyl xanthate and pyrite. *Journal of Colloid and Interface Science*, 151(1), 225-235.
- Fuerstenau, D. W. (1980). Fine particle flotation. Fine particle processing, P. Samasundaran (Ed.), Vol. 1, 669-705.

- Glembotskii, V.A., Klassen, V.I., & Plaksin, I.N. (1972). Flotation primary sources, New York, 663.
- Haffert, L., & Craw, D. (2008). Mineralogical controls on environmental mobility of arsenic from historic mine processing residues, New Zealand. *Applied Geochemistry*, 23(6), 1467-1483.
- Hane, I. (2015). *Caractérisation en laboratoire des remblais en pâte cimentés avec ajout de granulats (stériles concassés)* (Doctoral dissertation, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Harris, D. (1990). The mineralogy of gold and its relevance to gold recoveries. *Mineralium Deposita*, 25(1), S3-S7.
- Hesketh, A.H., Broadhurst, J.L., & Harrison, S.T.L. (2010). Mitigating generation of acid mine drainage from copper sulphide tailings impoundments in perpetuity: a case study for an integrated management strategy. *Minerals Science Engineering*, 23 (3), 225-229.
- Kachhwal, L. K., Yanful, E. K., & Lanteigne, L. (2011). Water cover technology for reactive tailings management: a case study of field measurement and model predictions. *Water, Air, and Soil Pollution*, 214(1-4), 357-382.
- Kalichini, M., Corin, K. C., O'Connor, C. T., & Simukanga, S. (2017). The role of pulp potential and the sulphidization technique in the recovery of sulphide and oxide copper minerals from a complex ore. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 117(8), 803-810.
- Kwong, Y. J., & Ferguson, K. D. (1997, May). Mineralogical changes during NP determinations and their implications. In *Proc. 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC* (pp. 435-447).

- Lapakko, K.A. (1994). *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative*. Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April.
- Lawrence, R., Marchant, P. et Poling, G. (1989). *Investigation of prediction techniques for acid mine drainage*. : Coastech Research Incorporated.
- Martin, J., and Fyfe, J. (2007). Innovative closure concepts for the Xstrata Nickel Onaping operations. In Mining and the Environment IV Conference. Sudbury, Ontario. October 19-27, 2007, p. 119.
- Maurice, R. (2002). Restauration du site minier Poirier (Joutel)—expériences acquises et suivi des travaux. In *Défis & Perspectives: Symposium 2002 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, 3-5 novembre 2002, Comptes-rendus sur CD-ROM*. Développement Économique Canada/Ministère des Ressources Naturelles du Québec/CIM, papier s32 a1021 p545.
- Mermillod-Blondin, R. (2005). *Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées: application à la désulfuration des résidus miniers*. Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- MERN. 2013. Guide sur la restauration minière. [en ligne]. Adresse URL : <http://www.mern.gouv.qc.ca/mines/restauration/restauration-guide.jsp>
- Miller, S.D., Jeffrey, J.J., Wong, J.W.C. (1991). Use and misuse of the acid base account for “AMD” prediction. Proceedings of the 2nd International. *Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Canada*.
- Miller, S.D., Stewart, W.S., Rusdinar, Y., Schumann, R.E., Ciccarelli, J.M., Li, J. et Smart, R.S.C. (2010). Methods for estimation of long-term non-carbonate neutralisation of acid rock drainage. *Science of the Total Environment*, 408(9), 2129-2135.

Ministère de la Justice. (2012). Règlement sur les effluents des mines de métaux (REMM). DORS/2002. Gouvernement du Canada [http://laws/lois.justice.gc.ca/fra/reglements/DORS].

Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et Lutte Contre les Changements Climatiques. Directive 019 sur l'industrie minière. Gouvernement du Québec [http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/milieu\_ind/directive019/].

Monte, M., Dutra, A., Albuquerque Jr, C., Tondo, L., & Lins, F. (2002). The influence of the oxidation state of pyrite and arsenopyrite on the flotation of an auriferous sulphide ore. *Minerals Engineering*, 15(12), 1113-1120.

Newcombe, B., Bradshaw, D., & Wightman, E. (2012). Flash flotation... and the plight of the coarse particle. *Minerals Engineering*, 34, 1-10.

Nordstrom, D. K., Blowes, D. W., & Ptacek, C. J. (2015). Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: an update. *Applied Geochemistry*, 57, 3-16.

Ouangrawa, M., Aubertin, M., Molson, J. W., Bussière, B., & Zagury, G. J. (2010). Preventing acid mine drainage with an elevated water table: Long-term column experiments and parameter analysis. *Water, Air, & Soil Pollution*, 213(1-4), 437-458.

Pålsson, B. I., & Persson, H. (1996). Redox control in a pilot flotation column. *Minerals engineering*, 9(1), 73-83.

Plante, B. (2010). *Principaux facteurs d'influence dans la prédiction du drainage neutre contaminé : cas de la mine Tio*. (Thèse de doctorat en Sciences de l'environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).



- 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.
- Poling, G. W. (1976). Reactions between thiol reagents and sulphide minerals. *Flotation--A. M. Gaudin Memorial*.
- Proulx, M. (2000). *Amélioration du rendement des particules grossières par la stratégie d'addition des réactifs dans un banc de flottation*. (Mémoire de maîtrise, Université Laval).
- Rao, S.R. (1971). Xanthates and related compound. Marcel Dekker. New York
- Rinker, M. J., Nicholson, R. V., Venhuis, M. A., & Swarbrick, B. (2003, May). Implications of Non-Acid Metal Leaching on Mine Rock Management at a Nickel Mine in Permafrost Terrain: 1–Mine Rock Evaluation. In *Sudbury 2003 Mining and the Environment Conference* (Vol. 1).
- Rumball, J. A., & Richmond, G. D. (1996). Measurement of oxidation in a base metal flotation circuit by selective leaching with EDTA. *International Journal of Mineral Processing*, 48(1-2), 1-20.
- Sanchez, V., & Hiskey, J. B. (1988). An electrochemical study of the surface oxidation of arsenopyrite in alkaline media. *Metallurgical Transactions B*, 19(6), 943-949.
- Sherlock, E., Lawrence, R., & Poulin, R. (1995). On the neutralization of acid rock drainage by carbonate and silicate minerals. *Environmental Geology*, 25(1), 43-54.
- Sobek, A.A., Schuller, W., Freeman, J., & Smith, R. (1978). Field and Laboratory Methods Applicable to Overburdens and Minesoils, 1978. *US Environmental Protection Agency Report EPA-600/2-78-054*, 204.

- Tortorelli, J.P., Craven, J., Toguri, J., Dobby, G., & Agar, G. (1997). The effect of external gas/slurry contact on the flotation of fine particles. *Minerals Engineering*, 10(10), 1127-1138.
- Van zyl, D., Sassoon, M., Digby, C., Fleury, A-M., & Kyeyune, S. (2002). Mining for the future. Paper prepared for Mining, Minerals and Sustainable Development (MMSD). *Breaking new ground: mining, minerals, and sustainable development: the report of the MMSD project*. Routledge.
- Wang, X. H., Ahlberg, E., & Forssberg, K. S. E. (1992). Electrochemical study of surface oxidation and collectorless flotation of arsenopyrite. *Journal of Applied Electrochemistry*, 22(11), 1095-1103.
- Wills, B.A & Finch, J.A. (2016) Chapter 12 - Froth Flotation. In: Finch BAWA (ed) Wills' Mineral Processing Technology (Eighth Edition). Boston, Butterworth-Heinemann: 265-380.
- Woods, R., Richardson, P.E. (1986). The flotation of sulfide minerals-Electrochemical aspects in: *Advances in Mineral Processing*, 154-170.
- Xie, Y., Xu, Y., Yan, L., & Yang, R. (2005). Recovery of nickel, copper and cobalt from low-grade Ni-Cu sulfide tailings. *Hydrometallurgy*, 80(1-2), 54-58.
- Yin, Z., Sun, W., Hu, Y., Zhang, C., Guan, Q., & Wu, K. (2018). Evaluation of the possibility of copper recovery from tailings by flotation through bench-scale, commissioning, and industrial tests. *Journal of Cleaner Production*, 171, 1039-1048.

## ANNEXES

### ANNEXE A-Bilan métallurgique

Les résultats d'analyse pour le soufre ont été effectués dans les laboratoires de l'URSTM par l'appareil soufre-carbone. Les résultats de récupération de l'or ont été effectués dans un laboratoire extérieur. Certains essais ont été reproduits afin de s'assurer de la répétabilité des résultats.

#### **Matériel fortement oxydé (R1)**

✓ Sans prétraitements

|                 | T1           |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 68           | 6,94                      | 0,67       | 0,46  | 5,84                       |
| Épuisage 1      | 30           | 3,14                      | 1,89       | 0,58  | 7,44                       |
| Épuisage 2      | 23           | 2,34                      | 1,54       | 0,35  | 4,51                       |
| Rejet           | 860          | 87,58                     | 0,75       | 6,49  | 82,21                      |
| Masse récupérée | 982          | 100,00                    | 0,80       | 7,85  | 100,00                     |

|                 | T1'          |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 26           | 7,43                      | 0,97       | 0,60  | 7,43                       |
| Épuisage 1      | 35           | 3,02                      | 1,59       | 0,58  | 5,87                       |
| Épuisage 2      | 29           | 0,61                      | 0,97       | 0,35  | 0,72                       |
| Rejet           | 890          | 90,16                     | 0,78       | 6,49  | 85,98                      |
| Masse récupérée | 987          | 100,00                    | 0,80       | 7,85  | 100,00                     |

|                 | T2           |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 105          | 11,05                     | 1,37       | 1,45  | 18,41                      |
| Épuisage 1      | 46           | 4,80                      | 1,02       | 0,47  | 6,00                       |
| Épuisage 2      | 34           | 3,60                      | 1,12       | 0,38  | 5,00                       |
| Rejet           | 776          | 81,10                     | 0,72       | 5,59  | 71,00                      |
| Masse récupérée | 957          | 100,00                    | 0,82       | 7,88  | 100,00                     |

|                 | <b>T3</b>    |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 149          | 15,35                     | 1,14       | 1,70  | 23,15                      |
| Épuisage 1      | 74           | 7,61                      | 1,21       | 0,90  | 12,18                      |
| Épuisage 2      | 54           | 5,56                      | 1,08       | 0,58  | 7,94                       |
| Rejet           | 696          | 71,48                     | 0,6        | 4,18  | 56,73                      |
| Masse récupérée | 973          | 100,00                    | 0,76       | 7,36  | 100,00                     |

|                 | <b>T4</b>    |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 159          | 16,19                     | 0,98       | 1,56  | 22,07                      |
| Épuisage 1      | 88           | 8,96                      | 1          | 0,88  | 12,46                      |
| Épuisage 2      | 71           | 7,23                      | 0,9        | 0,64  | 9,05                       |
| Rejet           | 664          | 67,62                     | 0,6        | 3,98  | 56,42                      |
| Masse récupérée | 982          | 100,00                    | 0,72%      | 7,06  | 100,0                      |

|                 | <b>T5</b>    |                           |            |       |                            |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 175          | 17,95                     | 0,94       | 1,65  | 21,36                      |
| Épuisage 1      | 71           | 7,28                      | 1,55       | 1,10  | 14,29                      |
| Épuisage 2      | 35           | 3,59                      | 1,47       | 0,51  | 6,68                       |
| Rejet           | 694          | 71,18                     | 0,64       | 4,44  | 57,67                      |
| Masse récupérée | 975          | 100,00                    | 0,79       | 7,70  | 100,00                     |

✓ Avec prétraitements

|                 | <b>Agitation (T6)</b> |                           |            |       |                            |              |       |                        |
|-----------------|-----------------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|--------------|-------|------------------------|
|                 |                       |                           | <b>S</b>   |       |                            | <b>Au</b>    |       |                        |
|                 | Masse en (g)          | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) | Teneur (g/t) | Unité | Récupération en Au (%) |
| Ébauchage       | 82                    | 8,40                      | 1,87       | 1,53  | 20,75                      | 6,67         | 5,47  | 14,33                  |
| Épuisage 1      | 80                    | 8,20                      | 1,62       | 1,30  | 17,54                      | 12,60        | 10,08 | 26,41                  |
| Épuisage        | 24                    | 2,46                      | 1,56       | 0,37  | 5,07                       | 13,93        | 3,34  | 8,76                   |
| Rejet           | 790                   | 80,94                     | 0,53       | 4,19  | 56,65                      | 2,44         | 19,28 | 50,50                  |
| Masse récupérée | 976                   | 100,00                    | 0,76       | 7,39  | 100,00                     | 3,91         | 38,17 | 100,00                 |

|                 | <b>Agitation (T6')</b> |                           |            |       |                            |  |
|-----------------|------------------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|--|
|                 |                        |                           | <b>S</b>   |       |                            |  |
|                 | Masse en (g)           | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |  |
| Ébauchage       | 114                    | 11,60                     | 1,54       | 1,76  | 23,8                       |  |
| Épuisage 1      | 44                     | 4,48                      | 1,40       | 0,62  | 8,3                        |  |
| Épuisage        | 30                     | 3,05                      | 1,34       | 0,40  | 5,4                        |  |
| Rejet           | 795                    | 80,87                     | 0,58       | 4,61  | 62,4                       |  |
| Masse récupérée | 983                    | 100,00                    | 0,75       | 7,38  | 100,00                     |  |

|                 | <b>Attrition (T7)</b> |                           |            |       |                            |              |       |                        |
|-----------------|-----------------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|--------------|-------|------------------------|
|                 |                       |                           | <b>S</b>   |       |                            | <b>Au</b>    |       |                        |
|                 | Masse en (g)          | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) | Teneur (g/t) | Unité | Récupération en Au (%) |
| Ébauchage       | 432                   | 41,70                     | 1,07       | 4,62  | 65,24                      | 6,94         | 29,98 | 75,41                  |
| Épuisage 1      | 104                   | 10,04                     | 0,38       | 0,40  | 5,58                       | 3,92         | 4,08  | 10,25                  |
| Épuisage 2      | 57                    | 5,50                      | 0,30       | 0,17  | 2,41                       | 2,82         | 1,61  | 4,04                   |
| Rejet           | 443                   | 42,76                     | 0,43       | 1,90  | 26,77                      | 0,69         | 4,09  | 10,29                  |
| Masse récupérée | 1036                  | 100,00                    | 0,72       | 7,08  | 100,00                     | 3,84         | 39,76 | 100,00                 |

| <b>Attrition (T7')</b> |           |                           |                 |       |                            |
|------------------------|-----------|---------------------------|-----------------|-------|----------------------------|
|                        | Masse (g) | Récupération massique (%) | Teneur en S (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage              | 224       | 23,80                     | 1,42            | 3,18  | 62,80                      |
| Épuisage 1             | 125       | 12,80                     | 0,61            | 0,76  | 15,10                      |
| Épuisage 2             | 60        | 6,20                      | 0,41            | 0,25  | 4,90                       |
| Rejet                  | 727       | 74,60                     | 0,46            | 3,31  | 17,20                      |
| Masse récupérée        | 975       | 100,00                    | 0,77            | 7,5   | 100,00                     |

| <b>Re-broyage 60 min (T8)</b> |              |                           |            |       |                            |              |       |                        |
|-------------------------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|--------------|-------|------------------------|
|                               |              |                           | <b>S</b>   |       |                            | <b>Au</b>    |       |                        |
|                               | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) | Teneur (g/t) | Unité | Récupération en Au (%) |
| Ébauchage                     | 163          | 13,73                     | 2,06       | 3,36  | 39,33                      | 13,39        | 21,88 | 51,35                  |
| Épuisage 1                    | 147          | 12,36                     | 0,69       | 1,01  | 11,86                      | 4,09         | 6,01  | 14,12                  |
| Épuisage 2                    | 99           | 8,37                      | 0,59       | 0,58  | 6,87                       | 3,73         | 3,71  | 8,72                   |
| Rejet                         | 780          | 65,55                     | 0,46       | 3,58  | 41,94                      | 1,41         | 11,00 | 25,82                  |
| Masse récupérée               | 1190         | 100,00                    | 0,72       | 8,56  | 100,00                     | 3,59         | 42,62 | 100,00                 |

| <b>Re-broyage 120 min (T9)</b> |              |                           |            |       |                            |              |       |                        |
|--------------------------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|--------------|-------|------------------------|
|                                |              |                           | <b>S</b>   |       |                            | <b>Au</b>    |       |                        |
|                                | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) | Teneur (g/t) | Unité | Récupération en Au (%) |
| Ébauchage                      | 126          | 12,21                     | 2,80       | 3,53  | 48,23                      | 20,6         | 25,95 | 68,38                  |
| Épuisage 1                     | 81           | 7,85                      | 0,56       | 0,45  | 6,20                       | 4,21         | 3,40  | 8,96                   |
| Épuisage 2                     | 62           | 6,01                      | 0,33       | 0,20  | 2,80                       | 2,80         | 1,73  | 4,57                   |
| Rejet                          | 736          | 73,93                     | 0,41       | 3,13  | 42,77                      | 0,92         | 6,86  | 18,09                  |
| Masse récupérée                | 1032         | 100,00                    | 0,71       | 7,31  | 100,00                     | 3,68         | 37,96 | 100,00                 |

**Matériel partiellement oxydé (R2)**

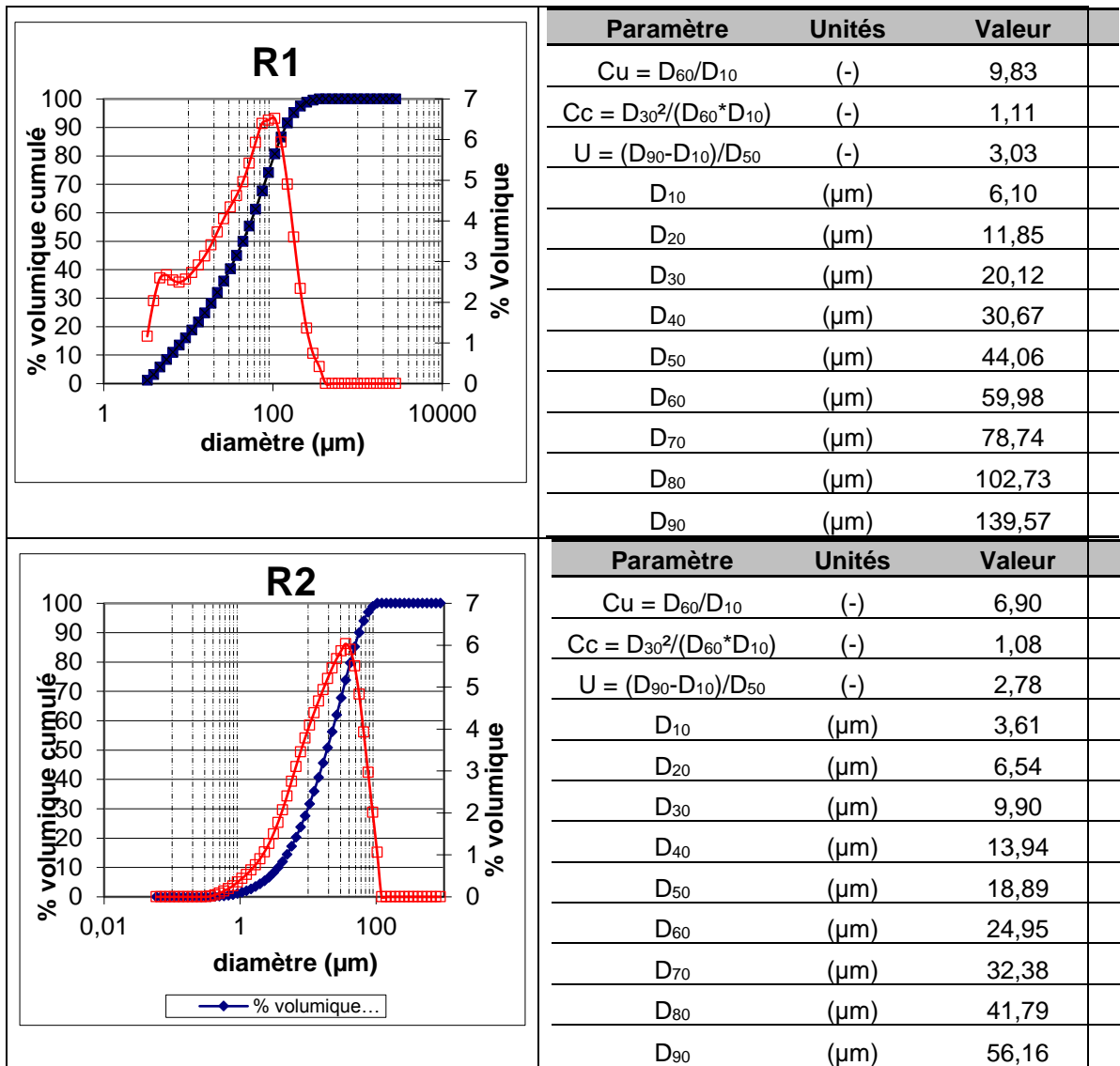
✓ Sans prétraitements

|                 | Flottation standard |                           |            |       |                            |
|-----------------|---------------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|
|                 |                     |                           | S          |       |                            |
|                 | Masse en (g)        | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) |
| Ébauchage       | 77                  | 7,89                      | 1,75       | 1,36  | 15,90                      |
| Épuisage 1      | 42                  | 4,24                      | 2,44       | 1,02  | 11,99                      |
| Épuisage 2      | 20                  | 2,11                      | 2,25       | 0,47  | 5,50                       |
| Rejet           | 849                 | 85,76                     | 0,67       | 5,69  | 66,61                      |
| Masse récupérée | 991                 | 100,00                    | 0,86       | 8,55  | 100,00                     |

✓ Avec prétraitements

|                 | Agitation    |                           |            |       |                            |                 |       |                        |
|-----------------|--------------|---------------------------|------------|-------|----------------------------|-----------------|-------|------------------------|
|                 |              |                           | S          |       |                            | Au              |       |                        |
|                 | Masse en (g) | Récupération massique (%) | Teneur (%) | Unité | Récupération en soufre (%) | Teneur Au (g/t) | Unité | Récupération en Au (%) |
| Ébauchage       | 108          | 10,93                     | 3,42       | 3,69  | 44,66                      | 4,05            | 4,37  | 27,74                  |
| Épuisage 1      | 51           | 5,16                      | 3,37       | 1,72  | 20,78                      | 5,54            | 2,83  | 17,92                  |
| Épuisage 2      | 39           | 3,95                      | 1,86       | 0,73  | 8,77                       | 3,53            | 1,38  | 8,73                   |
| Rejet           | 790          | 79,69                     | 0,27       | 2,13  | 25,79                      | 0,91            | 7,19  | 45,60                  |
| Masse récupérée | 988          | 100,00                    | 0,84       | 8,27  | 100,00                     | 1,60            | 15,77 | 100,00                 |

## ANNEXE B – Analyses physiques





Une séparation granulométrique par tamisage humide et sec a été effectuée pour l'échantillon R1, suivie d'une analyse de l'or et du soufre pour les différentes fractions granulométriques récupérées.

| <b>Tamis<br/>ouverture<br/>en (um)</b> | <b>Masse<br/>en (g)</b> | <b>Distribution<br/>massique (%)</b> | <b>Teneur en<br/>S (%)</b> | <b>Distribution<br/>en S (%)</b> | <b>Teneur en<br/>Or (g/t)</b> | <b>Distribution<br/>en Or (%)</b> |
|--|-------------------------|--------------------------------------|----------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|
| >212                                   | 115,76                  | 8,55                                 | 5,18                       | 50,01                            | 1,92                          | 3,98                              |
| >106                                   | 284,96                  | 21,05                                | 0,39                       | 9,39                             | 1,41                          | 7,19                              |
| >75                                    | 252                     | 18,62                                | 0,49                       | 9,99                             | 1,69                          | 7,62                              |
| >53                                    | 184                     | 13,59                                | 0,51                       | 11,92                            | 5,2                           | 17,13                             |
| >32                                    | 131,1                   | 9,69                                 | 0,82                       | 9,64                             | 9,21                          | 21,62                             |
| <32                                    | 385,62                  | 28,49                                | 0,28                       | 9,05                             | 6,15                          | 42,46                             |

## ANNEXE C- Analyses chimiques



Unité de recherche et de service en technologie minière  
de l'Abitibi-Témiscamingue  
445, boul. de l'Université  
Rouyn-Noranda (Québec) J8R 5G4  
Tél.: (819) 762-0871 poste 2553 • Fax: (819) 767-6872

## Métaux par Fluorescence des rayons-X

Préparation: Ahlem Skandari  
Analyse: Mathieu Villeneuve  
Date: 31 mai 2017  
Vérification: Mathieu Villeneuve  
Conditions: Grains libres - cellule en plastique, film proline, mode compteur, méthode TestARGeo, purge d'hélium  
Projet: PI-Ahlem

|    |       | 53278              | 53279              |
|----|-------|--------------------|--------------------|
|    |       | Vieux résidus Lape | Vieux Résidus Lape |
|    |       | Oxydé              | Non-Oxydé          |
| Ag | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 18                 | 18                 |
| Al | mg/kg | 39723              | 43038              |
|    | ±2σ   | 803                | 820                |
| As | mg/kg | 5757               | 2327               |
|    | ±2σ   | 36                 | 22                 |
| Au | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 12                 | 9                  |
| Ba | mg/kg | 179                | 241                |
|    | ±2σ   | 32                 | 33                 |
| Bi | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 13                 | 12                 |
| Ca | mg/kg | 47054              | 43559              |
|    | ±2σ   | 740                | 722                |
| Cd | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 9                  | 10                 |
| Ce | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 70                 | 78                 |
| Cl | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 61                 | 60                 |
| Co | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 204                | 205                |
| Cr | mg/kg | 617                | 582                |
|    | ±2σ   | 18                 | 18                 |
| Cs | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 10                 | 10                 |
| Cu | mg/kg | 73                 | 75                 |
|    | ±2σ   | 14                 | 13                 |
| Fe | mg/kg | 77643              | 82607              |
|    | ±2σ   | 516                | 535                |
| Hg | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 10                 | 9                  |
| K  | mg/kg | 11869              | 11234              |
|    | ±2σ   | 247                | 242                |
| La | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 68                 | 71                 |
| Mg | mg/kg | 36455              | 35032              |
|    | ±2σ   | 1429               | 1387               |
| Mn | mg/kg | 1226               | 1511               |
|    | ±2σ   | 72                 | 75                 |
| Mo | mg/kg | < LOD              | 6                  |
|    | ±2σ   | 3                  | 2                  |
| Nb | mg/kg | 4                  | 5                  |
|    | ±2σ   | 2                  | 2                  |
| Nd | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 132                | 166                |

|    |       | 53278              | 53279              |
|----|-------|--------------------|--------------------|
|    |       | Vieux résidus Lape | Vieux Résidus Lape |
|    |       | Oxydé              | Non-Oxydé          |
| Ni | mg/kg | 477                | 339                |
|    | ±2σ   | 27                 | 24                 |
| P  | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 272                | 428                |
| Pb | mg/kg | < LOD              | 10                 |
|    | ±2σ   | 7                  | 3                  |
| Pd | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 9                  | 9                  |
| Pr | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 81                 | 124                |
| Rb | mg/kg | 16                 | 28                 |
|    | ±2σ   | 1                  | 2                  |
| S  | mg/kg | 16944              | 9961               |
|    | ±2σ   | 199                | 148                |
| Sb | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 12                 | 12                 |
| Sc | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 71                 | 69                 |
| Se | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 5                  | 4                  |
| Si | mg/kg | 216265             | 219308             |
|    | ±2σ   | 1305               | 1377               |
| Sn | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 12                 | 12                 |
| Sr | mg/kg | 263                | 210                |
|    | ±2σ   | 5                  | 4                  |
| Te | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 29                 | 30                 |
| Th | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 3                  | 3                  |
| Ti | mg/kg | 4200               | 6251               |
|    | ±2σ   | 93                 | 110                |
| U  | mg/kg | < LOD              | < LOD              |
|    | ±2σ   | 6                  | 5                  |
| V  | mg/kg | 174                | 210                |
|    | ±2σ   | 27                 | 31                 |
| W  | mg/kg | 117                | 63                 |
|    | ±2σ   | 51                 | 29                 |
| Y  | mg/kg | 10                 | 15                 |
|    | ±2σ   | 2                  | 2                  |
| Zn | mg/kg | 102                | 87                 |
|    | ±2σ   | 9                  | 8                  |
| Zr | mg/kg | 54                 | 63                 |
|    | ±2σ   | 3                  | 3                  |

Notes: ±2σ Erreur sur la mesure  
<LOD Inférieur à la limite de l'appareil dans les conditions de l'essai  
Les résultats sont à titre indicatif seulement appareil en cours de développement

Approuvé par :

Mathieu Villeneuve  
2017.05.31 16:29:34  
-04'00'



Unité de recherche et de service en technologie minière  
de l'AMBA-Terré-Québec  
485, boulevard Desmarès  
Rouyn-Noranda (Québec) J8T 0B8  
Tél. (819) 763-0811 poste 2001 Fax (819) 767-8872

Préparation: Annie-Claude Drouin  
Analyse: Annie-Claude Drouin  
Date d'analyse: 30 septembre 2016  
Vérification: Marc Paquin  
Projet: CRC Isabelle

| Éléments<br>LOM                             | Al<br>60 | As<br>3 | Ba<br>3 | Be<br>3 | Bi<br>3 | Ca<br>60 | Cd<br>3 | Co<br>3 | Cr<br>3 | Cu<br>10 | Fe<br>10 | K<br>1 | Mg<br>15 | Mn<br>3 | Mo<br>3 | Na<br>1 | Ni<br>3 | Pb<br>3 | S<br>200 | Sb<br>3 | Se<br>3 | Sn<br>3 | Ti<br>25 | Zn<br>55 |
|---|----------|---------|---------|---------|---------|----------|---------|---------|---------|----------|----------|--------|----------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|---------|---------|---------|----------|----------|
| Vieux résidus Lapa Oxyde (U68278)           | 38830    | 5309    | 263     | <3      | <3      | 44630    | <3      | <3      | 583     | <10      | 68690    | 9510   | 55230    | 1021    | <3      | 8970    | 376     | <3      | <200     | <3      | <3      | <3      | 2943     | 79       |
| Vieux résidus Lapa Oxyde (U68278) duplicata | 40520    | 5414    | 270     | <3      | <3      | 45660    | <3      | <3      | 593     | <10      | 70020    | 9630   | 56530    | 1044    | <3      | 9010    | 395     | <3      | <200     | <3      | <3      | <3      | 2833     | 76       |
| Vieux Résidus Lapa Non-Oxyde (U68278)       | 37010    | 2088    | 264     | <3      | <3      | 35130    | <3      | <3      | 457     | <10      | 63990    | 8230   | 47100    | 1084    | <3      | 12300   | 151     | <3      | <200     | <3      | <3      | <3      | 4833     | <35      |

Notes:

Tous les résultats sont exprimés en mg/kg

À moins d'avis contraire, la digestion est totale par HNO<sub>3</sub>/Br<sub>2</sub>/HF/HCL

\*: La méthode de digestion utilisée peut volatiliser ces éléments(As, Se, Sb)

Marc Paquin

2016.10.19

11:30:44 -04'00'

Approuvé par:

| Date    | Cycle | Jours | Ech               | Volume | Volume  | pH   | Conductivité | ORP | Eh  |
|---------|-------|-------|-------------------|--------|---------|------|--------------|-----|-----|
|         |       |       |                   | mL     | L       |      | mS           | mV  | mV  |
| 12-janv | 1     | 0     | M1 (U68324)       | 36,81  | 0,03681 | 7,54 | 3,49         | 200 | 420 |
| 16-janv | 2     | 4     | M1 (U68778)       | 37,68  | 0,03768 | 7,7  | 2,93         | 257 | 477 |
| 19-janv | 3     | 7     | M1 (U69255)       | 35,6   | 0,0356  | 7,75 | 2,4          | 320 | 540 |
| 23-janv | 4     | 11    | M1 (U69452)       | 36,44  | 0,03644 | 7,6  | 2,35         | 302 | 522 |
| 26-janv | 5     | 14    | M1 (70504)        | 36,95  | 0,03695 | 7,72 | 2,33         | 228 | 448 |
| 30-janv | 6     | 18    | M1 (70564)        | 36,41  | 0,03641 | 7,5  | 2,32         | 227 | 447 |
| 02-févr | 7     | 21    | M11 (U70680)      | 38,13  | 0,03813 | 7,86 | 1,995        | 283 | 503 |
| 06-févr | 8     | 25    | M1 (U70904)       | 36,24  | 0,03624 | 7,28 | 1,823        | 314 | 534 |
| 09-févr | 9     | 28    | M1 (U71042)       | 39,52  | 0,03952 | 7,84 | 1,83         | 357 | 577 |
| 13-févr | 10    | 32    | M1 (U71105)       | 38,14  | 0,03814 | 7,46 | 1,784        | 363 | 583 |
| 16-févr | 11    | 35    | M1 (U71160)       | 40,64  | 0,04064 | 7,55 | 1,864        | 303 | 523 |
| 20-févr | 12    | 39    | M1 (U71232)       | 39,46  | 0,03946 | 7,81 | 1,695        | 288 | 508 |
| 23-févr | 13    | 42    | M1 (U71276)       | 37,94  | 0,03794 | 7,46 | 1,729        | 302 | 522 |
| 27-févr | 14    | 46    | M1 (U71555)       | 36,04  | 0,03604 | 7,91 | 1,74         | 364 | 584 |
| 02-mars | 15    | 49    | M1 (U71649)       | 37,94  | 0,03794 | 7,95 | 1,619        | 318 | 538 |
| 06-mars | 16    | 53    | M1-06-03 (U71694) | 37,73  | 0,03773 | 7,91 | 1,548        | 232 | 452 |
| 09-mars | 17    | 56    | M1-09-03 (U71800) | 33,8   | 0,0338  | 7,87 | 1,638        | 290 | 510 |
| 13-mars | 18    | 60    | M1-13-03 (U71860) | 37,72  | 0,03772 | 7,73 | 1,42         | 150 | 370 |
| 16-mars | 19    | 63    | M1-16-03 (U71927) | 38,01  | 0,03801 | 7,8  | 1,298        | 135 | 355 |
| 20-mars | 20    | 67    | M1-20-03 (U71973) | 38,26  | 0,03826 | 7,82 | 1,131        | 156 | 376 |
| 23-mars | 21    | 71    | M1-23-03 (U72067) | 36,53  | 0,03653 | 7,89 | 0,968        | 296 | 516 |
| 27-mars | 22    | 74    | M1-27-03 (U72137) | 37,58  | 0,03758 | 7,79 | 0,95         | 233 | 453 |
| 30-mars | 23    | 78    | M1-30-03 (U72232) | 36,93  | 0,03693 | 7,7  | 0,87         | 263 | 483 |
| 03-avr  | 24    | 81    | M1-03-04 (U72285) | 36,07  | 0,03607 | 7,53 | 0,943        | 234 | 454 |
| 06-avr  | 25    | 85    | M1-06-04 (U72329) | 38,23  | 0,03823 | 7,79 | 0,854        | 135 | 355 |
| 10-avr  | 26    | 88    | M1-10-04 (U72364) | 36,6   | 0,0366  | 7,71 | 0,74         | 142 | 362 |
| 13-avr  | 27    | 92    | M1-13-04 (U72530) | 33,98  | 0,03398 | 7,6  | 0,722        | 135 | 355 |
| 17-avr  | 28    | 95    | M1-17-04 (U72586) | 36,23  | 0,03623 | 7,82 | 0,731        | 114 | 334 |
| 20-avr  | 29    | 99    | M1-20-04 (U72606) | 37,44  | 0,03744 | 8,52 | 0,696        | 196 | 416 |
| 24-avr  | 30    | 102   | M1-24-04 (U72688) | 35,24  | 0,03524 | 7,96 | 0,558        | 304 | 524 |

| Échantillon M1-Concentration en éléments (mg/L) |       |       |       |         |       |        |       |         |         |       |
|---|-------|-------|-------|---------|-------|--------|-------|---------|---------|-------|
| Date  | Cycle | Jours | As    | Ca      | Fe    | Mg     | Ni    | S       | Si      | Zn    |
|   |       |       | 0,060 | 0,030   | 0,006 | 0,001  | 0,004 | 0,090   | 0,040   | 0,005 |
| 12-janv   | 1     | 0     | 0,296 | 490     | 0,118 | 305    | 0,083 | 836     | 16,9    | 0,080 |
| 16-janv   | 2     | 4     | 0,339 | 502     | 0,084 | 196    | 0,069 | 707     | 51,0    | 0,062 |
| 19-janv   | 3     | 7     | 0,391 | 534     | 0,040 | 74,4   | 0,051 | 549     | 90,9    | 0,061 |
| 23-janv   | 4     | 11    | 0,368 | 485     | 0,039 | 44,0   | 0,040 | 517     | 99,6    | 0,083 |
| 26-janv   | 5     | 14    | 0,408 | 522,500 | 0,037 | 34,600 | 0,038 | 550,000 | 115,300 | 0,091 |
| 30-janv   | 6     | 18    | 0,447 | 560     | 0,035 | 25,2   | 0,035 | 583     | 131     | 0,099 |
| 02-févr   | 7     | 21    | 0,412 | 552     | 0,060 | 20,0   | 0,032 | 520     | 128     | 0,059 |
| 06-févr   | 8     | 25    | 0,425 | 521     | 0,062 | 16,3   | 0,031 | 498     | 144     | 0,057 |
| 09-févr   | 9     | 28    | 0,403 | 521     | 0,042 | 13,2   | 0,028 | 483     | 139     | 0,061 |
| 13-févr   | 10    | 32    | 0,384 | 504     | 0,049 | 11,3   | 0,027 | 475     | 164     | 0,079 |
| 16-févr   | 11    | 35    | 0,411 | 503     | 0,056 | 10,7   | 0,028 | 517     | 152     | 0,079 |
| 20-févr   | 12    | 39    | 0,386 | 454     | 0,037 | 8,80   | 0,027 | 414     | 157     | 0,065 |
| 23-févr   | 13    | 42    | 0,379 | 469     | 0,039 | 8,16   | 0,026 | 422     | 155     | 0,069 |
| 27-févr   | 14    | 46    | 0,369 | 441     | 0,061 | 7,48   | 0,023 | 427     | 167     | 0,129 |
| 02-mars   | 15    | 49    | 0,413 | 451     | 0,040 | 7,76   | 0,025 | 447     | 137     | 0,094 |
| 06-mars   | 16    | 53    | 0,403 | 406     | 0,051 | 6,24   | 0,025 | 392     | 140     | 0,103 |
| 09-mars   | 17    | 56    | 0,424 | 442     | 0,048 | 6,86   | 0,026 | 434     | 147     | 0,109 |
| 13-mars   | 18    | 60    | 0,430 | 392     | 0,045 | 6,21   | 0,024 | 373     | 142     | 0,093 |
| 16-mars   | 19    | 63    | 0,400 | 323     | 0,038 | 5,05   | 0,020 | 336     | 166     | 0,087 |
| 20-mars   | 20    | 67    | 0,410 | 285     | 0,057 | 4,45   | 0,014 | 277     | 170     | 0,055 |
| 23-mars   | 21    | 71    | 0,452 | 257     | 0,058 | 3,93   | 0,012 | 244     | 168     | 0,052 |
| 27-mars   | 22    | 74    | 0,463 | 237     | 0,024 | 3,85   | 0,011 | 229     | 169     | 0,045 |
| 30-mars   | 23    | 78    | 0,448 | 225     | 0,019 | 3,97   | 0,014 | 216     | 159     | 0,043 |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,475 | 223     | 0,113 | 4,37   | 0,016 | 210     | 185     | 0,049 |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,478 | 188     | 0,022 | 3,92   | 0,013 | 182     | 165     | 0,049 |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,454 | 161     | 0,030 | 3,51   | 0,010 | 150     | 184     | 0,047 |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,522 | 147     | 0,046 | 3,47   | 0,013 | 144     | 170     | 0,071 |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,550 | 143     | 0,034 | 3,69   | 0,012 | 144     | 171     | 0,042 |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,573 | 136     | 0,029 | 3,72   | 0,011 | 130     | 180     | 0,040 |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,581 | 108     | 0,017 | 3,05   | 0,006 | 95,4    | 187     | 0,037 |

| Échantillon M1-Charge ponctuelle cumulée (mg) |       |       |       |         |       |        |       |         |         |       |
|---|-------|-------|-------|---------|-------|--------|-------|---------|---------|-------|
| Date  | Cycle | Jours | As    | Ca      | Fe    | Mg     | Ni    | S       | Si      | Zn    |
|   |       |       | 0,06  | 0,03    | 0,006 | 0,001  | 0,004 | 0,09    | 0,04    | 0,005 |
| 12-janv                                       | 1     | 0     | 0,011 | 18,037  | 0,004 | 11,227 | 0,003 | 30,773  | 0,622   | 0,003 |
| 16-janv                                       | 2     | 4     | 0,024 | 36,952  | 0,008 | 18,612 | 0,006 | 57,413  | 2,544   | 0,005 |
| 19-janv                                       | 3     | 7     | 0,038 | 55,963  | 0,009 | 21,261 | 0,007 | 76,957  | 5,780   | 0,007 |
| 23-janv                                       | 4     | 11    | 0,051 | 73,636  | 0,010 | 22,864 | 0,009 | 95,797  | 9,409   | 0,010 |
| 26-janv                                       | 5     | 14    | 0,066 | 92,942  | 0,012 | 24,143 | 0,010 | 116,119 | 13,670  | 0,014 |
| 30-janv                                       | 6     | 18    | 0,082 | 113,332 | 0,013 | 25,060 | 0,012 | 137,346 | 18,439  | 0,017 |
| 02-févr                                       | 7     | 21    | 0,098 | 134,380 | 0,015 | 25,823 | 0,013 | 157,174 | 23,320  | 0,020 |
| 06-févr                                       | 8     | 25    | 0,113 | 153,261 | 0,018 | 26,414 | 0,014 | 175,221 | 28,538  | 0,022 |
| 09-févr                                       | 9     | 28    | 0,129 | 173,851 | 0,019 | 26,935 | 0,015 | 194,310 | 34,032  | 0,024 |
| 13-févr                                       | 10    | 32    | 0,144 | 193,073 | 0,021 | 27,366 | 0,016 | 212,426 | 40,287  | 0,027 |
| 16-févr                                       | 11    | 35    | 0,161 | 213,515 | 0,023 | 27,801 | 0,017 | 233,437 | 46,464  | 0,030 |
| 20-févr                                       | 12    | 39    | 0,176 | 231,430 | 0,025 | 28,148 | 0,018 | 249,773 | 52,659  | 0,033 |
| 23-févr                                       | 13    | 42    | 0,190 | 249,224 | 0,026 | 28,458 | 0,019 | 265,784 | 58,540  | 0,036 |
| 27-févr                                       | 14    | 46    | 0,204 | 265,118 | 0,028 | 28,728 | 0,020 | 281,173 | 64,559  | 0,040 |
| 02-mars                                       | 15    | 49    | 0,219 | 282,229 | 0,030 | 29,022 | 0,021 | 298,132 | 69,756  | 0,044 |
| 06-mars                                       | 16    | 53    | 0,235 | 297,547 | 0,032 | 29,257 | 0,022 | 312,923 | 75,039  | 0,048 |
| 09-mars                                       | 17    | 56    | 0,249 | 312,486 | 0,034 | 29,489 | 0,023 | 327,592 | 80,007  | 0,051 |
| 13-mars                                       | 18    | 60    | 0,265 | 327,273 | 0,035 | 29,724 | 0,024 | 341,661 | 85,363  | 0,055 |
| 16-mars                                       | 19    | 63    | 0,280 | 339,550 | 0,037 | 29,915 | 0,025 | 354,433 | 91,673  | 0,058 |
| 20-mars                                       | 20    | 67    | 0,296 | 350,454 | 0,039 | 30,086 | 0,025 | 365,031 | 98,177  | 0,060 |
| 23-mars                                       | 21    | 71    | 0,312 | 359,842 | 0,041 | 30,229 | 0,025 | 373,944 | 104,314 | 0,062 |
| 27-mars                                       | 22    | 74    | 0,330 | 368,749 | 0,042 | 30,374 | 0,026 | 382,550 | 110,665 | 0,064 |
| 30-mars                                       | 23    | 78    | 0,346 | 377,058 | 0,043 | 30,521 | 0,026 | 390,527 | 116,537 | 0,065 |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,364 | 385,102 | 0,047 | 30,678 | 0,027 | 398,101 | 123,210 | 0,067 |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,382 | 392,289 | 0,047 | 30,828 | 0,028 | 405,059 | 129,518 | 0,069 |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,398 | 398,181 | 0,049 | 30,957 | 0,028 | 410,549 | 136,253 | 0,071 |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,416 | 403,176 | 0,050 | 31,074 | 0,028 | 415,442 | 142,029 | 0,073 |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,436 | 408,357 | 0,051 | 31,208 | 0,029 | 420,659 | 148,224 | 0,075 |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,458 | 413,449 | 0,052 | 31,347 | 0,029 | 425,527 | 154,964 | 0,076 |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,478 | 417,255 | 0,053 | 31,455 | 0,035 | 428,889 | 161,554 | 0,078 |

| Échantillon M1-Cumulée normalisée (mg/kg) |       |       |       |       |       |       |       |       |        |       |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|
| Date                                      | Cycle | Jours | As    | Ca    | Fe    | Mg    | Ni    | S     | Si     | Zn    |
|   |       |       | 0,060 | 0,030 | 0,006 | 0,001 | 0,004 | 0,090 | 0,040  | 0,005 |
| 12-janv                                   | 1     | 0     | 0,163 | 269   | 0,065 | 168   | 0,046 | 459   | 9,3    | 0,044 |
| 16-janv                                   | 2     | 4     | 0,353 | 552   | 0,112 | 278   | 0,084 | 857   | 38,0   | 0,079 |
| 19-janv                                   | 3     | 7     | 0,561 | 835   | 0,133 | 317   | 0,112 | 1149  | 86,3   | 0,111 |
| 23-janv                                   | 4     | 11    | 0,761 | 1099  | 0,155 | 341   | 0,133 | 1430  | 140,4  | 0,156 |
| 26-janv                                   | 5     | 14    | 0,986 | 1387  | 0,175 | 360   | 0,154 | 1733  | 204,0  | 0,207 |
| 30-janv                                   | 6     | 18    | 1,229 | 1692  | 0,194 | 374   | 0,173 | 2050  | 275,2  | 0,260 |
| 02-févr                                   | 7     | 21    | 1,463 | 2006  | 0,228 | 385   | 0,191 | 2346  | 348,1  | 0,294 |
| 06-févr                                   | 8     | 25    | 1,693 | 2287  | 0,262 | 394   | 0,208 | 2615  | 425,9  | 0,325 |
| 09-févr                                   | 9     | 28    | 1,931 | 2595  | 0,286 | 402   | 0,224 | 2900  | 507,9  | 0,361 |
| 13-févr                                   | 10    | 32    | 2,149 | 2882  | 0,314 | 408   | 0,240 | 3171  | 601,3  | 0,406 |
| 16-févr                                   | 11    | 35    | 2,399 | 3187  | 0,348 | 415   | 0,257 | 3484  | 693,5  | 0,454 |
| 20-févr                                   | 12    | 39    | 2,626 | 3454  | 0,370 | 420   | 0,273 | 3728  | 786,0  | 0,492 |
| 23-févr                                   | 13    | 42    | 2,841 | 3720  | 0,392 | 425   | 0,287 | 3967  | 873,7  | 0,531 |
| 27-févr                                   | 14    | 46    | 3,039 | 3957  | 0,425 | 429   | 0,300 | 4197  | 963,6  | 0,600 |
| 02-mars                                   | 15    | 49    | 3,273 | 4212  | 0,448 | 433   | 0,314 | 4450  | 1041,1 | 0,654 |
| 06-mars                                   | 16    | 53    | 3,500 | 4441  | 0,476 | 437   | 0,328 | 4670  | 1120,0 | 0,712 |
| 09-mars                                   | 17    | 56    | 3,714 | 4664  | 0,501 | 440   | 0,341 | 4889  | 1194,1 | 0,767 |
| 13-mars                                   | 18    | 60    | 3,956 | 4885  | 0,526 | 444   | 0,355 | 5099  | 1274,1 | 0,819 |
| 16-mars                                   | 19    | 63    | 4,183 | 5068  | 0,547 | 446   | 0,366 | 5290  | 1368,3 | 0,868 |
| 20-mars                                   | 20    | 67    | 4,417 | 5231  | 0,580 | 449   | 0,374 | 5448  | 1465,3 | 0,900 |
| 23-mars                                   | 21    | 71    | 4,664 | 5371  | 0,612 | 451   | 0,381 | 5581  | 1556,9 | 0,928 |
| 27-mars                                   | 22    | 74    | 4,923 | 5504  | 0,625 | 453   | 0,387 | 5710  | 1651,7 | 0,953 |
| 30-mars                                   | 23    | 78    | 5,170 | 5628  | 0,636 | 456   | 0,394 | 5829  | 1739,4 | 0,977 |
| 03-avr                                    | 24    | 81    | 5,426 | 5748  | 0,696 | 458   | 0,403 | 5942  | 1839,0 | 1,003 |
| 06-avr                                    | 25    | 85    | 5,699 | 5855  | 0,709 | 460   | 0,410 | 6046  | 1933,1 | 1,031 |
| 10-avr                                    | 26    | 88    | 5,947 | 5943  | 0,725 | 462   | 0,416 | 6128  | 2033,6 | 1,057 |
| 13-avr                                    | 27    | 92    | 6,211 | 6018  | 0,749 | 464   | 0,423 | 6201  | 2119,8 | 1,093 |
| 17-avr                                    | 28    | 95    | 6,509 | 6095  | 0,767 | 466   | 0,429 | 6278  | 2212,3 | 1,116 |
| 20-avr                                    | 29    | 99    | 6,829 | 6171  | 0,783 | 468   | 0,435 | 6351  | 2312,9 | 1,138 |
| 24-avr                                    | 30    | 102   | 7,135 | 6228  | 0,792 | 469   | 0,525 | 6401  | 2411,2 | 1,158 |

| Date    | Cycle | Jours | Ech                      | Volume<br>mL | Volume<br>L | pH   | Conductivité<br>mS | ORP<br>mV | Eh<br>mV |
|---------|-------|-------|--------------------------|--------------|-------------|------|--------------------|-----------|----------|
| 12-janv | 1     | 0     | <b>M2 (U68325)</b>       | 20,11        | 0,02011     | 7,75 | 3,25               | 185       | 405      |
| 16-janv | 2     | 4     | <b>M2 (U68779)</b>       | 20,22        | 0,02022     | 7,85 | 2,97               | 263       | 483      |
| 19-janv | 3     | 7     | <b>M2 (U69256)</b>       | 22,44        | 0,02244     | 7,89 | 2,93               | 315       | 535      |
| 23-janv | 4     | 11    | <b>M2 (U69453)</b>       | 21,95        | 0,02195     | 7,88 | 2,64               | 193       | 413      |
| 26-janv | 5     | 14    | <b>M2 (70505)</b>        | <b>22,5</b>  | 0,0225      | 7,83 | 2,73               | 199       | 419      |
| 30-janv | 6     | 18    | <b>M2 (70565)</b>        | 22,45        | 0,02245     | 7,83 | 2,62               | 265       | 485      |
| 02-févr | 7     | 21    | <b>M22 (U70681)</b>      | 24,51        | 0,02451     | 7,92 | 2,54               | 293       | 513      |
| 06-févr | 8     | 25    | <b>M2 (U70905)</b>       | 23,85        | 0,02385     | 7,72 | 2,33               | 298       | 518      |
| 09-févr | 9     | 28    | <b>M2 (U71043)</b>       | 22,65        | 0,02265     | 7,77 | 2,31               | 197       | 417      |
| 13-févr | 10    | 32    | <b>M2 (U71106)</b>       | 23,08        | 0,02308     | 7,34 | 2,32               | 374       | 594      |
| 16-févr | 11    | 35    | <b>M2 (U71161)</b>       | 23,64        | 0,02364     | 7,75 | 2,34               | 121       | 341      |
| 20-févr | 12    | 39    | <b>M2 (U71233)</b>       | 24,88        | 0,02488     | 7,67 | 2,35               | 287       | 507      |
| 23-févr | 13    | 42    | <b>M2 (U71277)</b>       | 24,9         | 0,0249      | 7,82 | 2,33               | 225       | 445      |
| 27-févr | 14    | 46    | <b>M2 (U71556)</b>       | 23,12        | 0,02312     | 7,92 | 1,93               | 380       | 600      |
| 02-mars | 15    | 49    | <b>M2 (U71650)</b>       | 24,12        | 0,02412     | 8,03 | 1,56               | 337       | 557      |
| 06-mars | 16    | 53    | <b>M2-06-03 (U71695)</b> | 24,44        | 0,02444     | 8,07 | 1,612              | 236       | 456      |
| 09-mars | 17    | 56    | <b>M2-09-03 (U71801)</b> | 22,02        | 0,02202     | 8,05 | 1,657              | 275       | 495      |
| 13-mars | 18    | 60    | <b>M2-13-03 (U71861)</b> | 23,35        | 0,02335     | 7,95 | 1,32               | 136       | 356      |
| 16-mars | 19    | 63    | <b>M2-16-03 (U71928)</b> | 24,4         | 0,0244      | 7,98 | 1,475              | 142       | 362      |
| 20-mars | 20    | 67    | <b>M2-20-03 (U71974)</b> | 24,77        | 0,02477     | 7,89 | 1,3                | 155       | 375      |
| 23-mars | 21    | 71    | <b>M2-23-03 (U72068)</b> | 23,98        | 0,02398     | 7,99 | 1                  | 301       | 521      |
| 27-mars | 22    | 74    | <b>M2-27-03 (U72138)</b> | 24,92        | 0,02492     | 7,94 | 1,296              | 221       | 441      |
| 30-mars | 23    | 78    | <b>M2-30-03 (U72233)</b> | 23,22        | 0,02322     | 7,94 | 0,971              | 190       | 410      |
| 03-avr  | 24    | 81    | <b>M2-03-04 (U72286)</b> | 23,08        | 0,02308     | 7,97 | 1,102              | 184       | 404      |
| 06-avr  | 25    | 85    | <b>M2-06-04 (U72330)</b> | 27,24        | 0,02724     | 7,96 | 0,937              | 133       | 353      |
| 10-avr  | 26    | 88    | <b>M2-10-04 (U72365)</b> | 24,87        | 0,02487     | 7,89 | 0,735              | 156       | 376      |
| 13-avr  | 27    | 92    | <b>M2-13-04 (U72531)</b> | 24,76        | 0,02476     | 8,07 | 0,614              | 171       | 391      |
| 17-avr  | 28    | 95    | <b>M2-17-04 (U72587)</b> | 23,87        | 0,02387     | 8,14 | 0,504              | 106       | 326      |
| 20-avr  | 29    | 99    | <b>M2-20-04 (U72607)</b> | 26,87        | 0,02687     | 8,46 | 0,474              | 180       | 400      |
| 24-avr  | 30    | 102   | <b>M2-24-04 (U72689)</b> | 25,73        | 0,02573     | 8,07 | 0,36               | 296       | 516      |



| Échantillon M2-Concentration en éléments (mg/L) |       |       |       |         |       |        |       |         |         |       |
|---|-------|-------|-------|---------|-------|--------|-------|---------|---------|-------|
| Date  | Cycle | Jours | As    | Ca      | Fe    | Mg     | Ni    | S       | Si      | Zn    |
|   |       |       | 0,060 | 0,030   | 0,006 | 0,001  | 0,004 | 0,090   | 0,040   | 0,005 |
| 12-janv   | 1     | 0     | 0,061 | 629     | 1,30  | 119    | 0,039 | 735     | 16,4    | 0,264 |
| 16-janv   | 2     | 4     | 0,114 | 628     | 0,539 | 88,6   | 0,032 | 703     | 109     | 0,085 |
| 19-janv   | 3     | 7     | 0,102 | 601     | 0,336 | 76,4   | 0,032 | 654     | 78,4    | 0,073 |
| 23-janv   | 4     | 11    | 0,102 | 556     | 0,156 | 45,9   | 0,023 | 584     | 131     | 0,087 |
| 26-janv   | 5     | 14    | 0,122 | 581,500 | 0,129 | 41,550 | 0,023 | 620,500 | 151,000 | 0,099 |
| 30-janv   | 6     | 18    | 0,141 | 607     | 0,101 | 37,2   | 0,023 | 657     | 171     | 0,110 |
| 02-févr   | 7     | 21    | 0,131 | 589     | 0,096 | 37,3   | 0,022 | 591     | 112     | 0,057 |
| 06-févr   | 8     | 25    | 0,131 | 566     | 0,086 | 29,5   | 0,019 | 552     | 193     | 0,052 |
| 09-févr   | 9     | 28    | 0,126 | 563     | 0,079 | 32,4   | 0,020 | 561     | 163     | 0,065 |
| 13-févr   | 10    | 32    | 0,123 | 530     | 0,079 | 25,5   | 0,017 | 532     | 211     | 0,056 |
| 16-févr   | 11    | 35    | 0,135 | 549     | 0,082 | 28,1   | 0,019 | 578     | 182     | 0,081 |
| 20-févr   | 12    | 39    | 0,113 | 547     | 0,070 | 23,4   | 0,019 | 508     | 235     | 0,069 |
| 23-févr   | 13    | 42    | 0,128 | 528     | 0,062 | 22,6   | 0,017 | 519     | 200     | 0,071 |
| 27-févr   | 14    | 46    | 0,135 | 499     | 0,073 | 20,5   | 0,016 | 494     | 225     | 0,078 |
| 02-mars   | 15    | 49    | 0,126 | 415     | 0,075 | 16,6   | 0,016 | 434     | 145     | 0,087 |
| 06-mars   | 16    | 53    | 0,142 | 401     | 0,064 | 14,9   | 0,017 | 402     | 210     | 0,102 |
| 09-mars   | 17    | 56    | 0,137 | 417     | 0,057 | 15,5   | 0,016 | 439     | 175     | 0,109 |
| 13-mars   | 18    | 60    | 0,148 | 340     | 0,052 | 13,6   | 0,014 | 342     | 164     | 0,087 |
| 16-mars   | 19    | 63    | 0,140 | 326     | 0,045 | 13,8   | 0,012 | 358     | 126     | 0,087 |
| 20-mars   | 20    | 67    | 0,131 | 324     | 0,038 | 13,1   | 0,008 | 330     | 194     | 0,054 |
| 23-mars   | 21    | 71    | 0,134 | 255     | 0,032 | 11,3   | 0,007 | 261     | 162     | 0,050 |
| 27-mars   | 22    | 74    | 0,140 | 300     | 0,048 | 12,3   | 0,009 | 317     | 176     | 0,044 |
| 30-mars   | 23    | 78    | 0,134 | 218     | 0,026 | 11,0   | 0,009 | 225     | 154     | 0,039 |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,137 | 239     | 0,038 | 11,5   | 0,009 | 243     | 200     | 0,040 |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,139 | 191     | 0,025 | 10,4   | 0,008 | 192     | 169     | 0,036 |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,138 | 137     | 0,023 | 8,60   | 0,005 | 134     | 209     | 0,037 |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,151 | 103     | 0,027 | 8,40   | 0,006 | 106     | 187     | 0,025 |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,186 | 76,2    | 0,032 | 7,73   | 0,004 | 71,8    | 228     | 0,025 |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,165 | 74,1    | 0,024 | 7,38   | 0,004 | 70,4    | 177     | 0,023 |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,180 | 53,3    | 0,021 | 6,60   | 0     | 46,0    | 208     | 0,019 |

| Échantillon M2-Charge ponctuelle cumulée (mg) |       |       |            |         |       |        |       |         |         |       |
|---|-------|-------|------------|---------|-------|--------|-------|---------|---------|-------|
| Date  | Cycle | Jours | As         | Ca      | Fe    | Mg     | Ni    | S       | Si      | Zn    |
|   |       |       | 0,06       | 0,03    | 0,006 | 0,001  | 0,004 | 0,09    | 0,04    | 0,005 |
| 12-janv                                       | 1     | 0     | 0,00122671 | 12,649  | 0,026 | 2,393  | 0,001 | 14,781  | 0,330   | 0,005 |
| 16-janv                                       | 2     | 4     | 0,00353179 | 25,347  | 0,037 | 4,185  | 0,001 | 28,996  | 2,534   | 0,007 |
| 19-janv                                       | 3     | 7     | 0,00582067 | 38,834  | 0,045 | 5,899  | 0,002 | 43,671  | 4,293   | 0,009 |
| 23-janv                                       | 4     | 11    | 0,00805957 | 51,038  | 0,048 | 6,907  | 0,003 | 56,490  | 7,169   | 0,011 |
| 26-janv                                       | 5     | 14    | 0,01079332 | 64,122  | 0,051 | 7,841  | 0,003 | 70,451  | 10,566  | 0,013 |
| 30-janv                                       | 6     | 18    | 0,01395877 | 77,749  | 0,053 | 8,677  | 0,004 | 85,201  | 14,405  | 0,015 |
| 02-févr                                       | 7     | 21    | 0,01716958 | 92,185  | 0,056 | 9,591  | 0,004 | 99,686  | 17,150  | 0,017 |
| 06-févr                                       | 8     | 25    | 0,02029393 | 105,684 | 0,058 | 10,294 | 0,005 | 112,852 | 21,753  | 0,018 |
| 09-févr                                       | 9     | 28    | 0,02314783 | 118,436 | 0,059 | 11,028 | 0,005 | 125,558 | 25,445  | 0,019 |
| 13-févr                                       | 10    | 32    | 0,02598667 | 130,669 | 0,061 | 11,617 | 0,006 | 137,837 | 30,315  | 0,021 |
| 16-févr                                       | 11    | 35    | 0,02917807 | 143,647 | 0,063 | 12,281 | 0,006 | 151,501 | 34,617  | 0,023 |
| 20-févr                                       | 12    | 39    | 0,03198951 | 157,256 | 0,065 | 12,863 | 0,006 | 164,140 | 40,464  | 0,024 |
| 23-févr                                       | 13    | 42    | 0,03517671 | 170,404 | 0,066 | 13,426 | 0,007 | 177,063 | 45,444  | 0,026 |
| 27-févr                                       | 14    | 46    | 0,03829791 | 181,941 | 0,068 | 13,900 | 0,007 | 188,484 | 50,646  | 0,028 |
| 02-mars                                       | 15    | 49    | 0,04133703 | 191,950 | 0,070 | 14,300 | 0,008 | 198,952 | 54,144  | 0,030 |
| 06-mars                                       | 16    | 53    | 0,04480751 | 201,751 | 0,071 | 14,664 | 0,008 | 208,777 | 59,276  | 0,032 |
| 09-mars                                       | 17    | 56    | 0,04782425 | 210,933 | 0,073 | 15,006 | 0,008 | 218,444 | 63,130  | 0,035 |
| 13-mars                                       | 18    | 60    | 0,05128005 | 218,872 | 0,074 | 15,323 | 0,009 | 226,430 | 66,959  | 0,037 |
| 16-mars                                       | 19    | 63    | 0,05469605 | 226,827 | 0,075 | 15,660 | 0,009 | 235,165 | 70,033  | 0,039 |
| 20-mars                                       | 20    | 67    | 0,05794092 | 234,852 | 0,076 | 15,985 | 0,009 | 243,339 | 74,839  | 0,040 |
| 23-mars                                       | 21    | 71    | 0,06115424 | 240,967 | 0,077 | 16,255 | 0,009 | 249,598 | 78,724  | 0,042 |
| 27-mars                                       | 22    | 74    | 0,06464304 | 248,443 | 0,078 | 16,562 | 0,010 | 257,497 | 83,109  | 0,043 |
| 30-mars                                       | 23    | 78    | 0,06775452 | 253,505 | 0,079 | 16,817 | 0,010 | 262,722 | 86,685  | 0,044 |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,07091648 | 259,021 | 0,079 | 17,083 | 0,010 | 268,330 | 91,301  | 0,044 |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,07470284 | 264,224 | 0,080 | 17,366 | 0,010 | 273,560 | 95,905  | 0,045 |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,0781349  | 267,631 | 0,081 | 17,580 | 0,010 | 276,893 | 101,103 | 0,046 |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,08187366 | 270,181 | 0,081 | 17,788 | 0,011 | 279,517 | 105,733 | 0,047 |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,08631348 | 272,000 | 0,082 | 17,973 | 0,011 | 281,231 | 111,175 | 0,048 |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,09074703 | 273,991 | 0,083 | 18,171 | 0,011 | 283,123 | 115,931 | 0,048 |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,09537843 | 275,363 | 0,083 | 18,341 | 0,011 | 284,307 | 121,283 | 0,049 |

| Échantillon M2-Cumulée normalisée (mg/kg) |       |       |            |          |       |         |       |          |          |       |
|---|-------|-------|------------|----------|-------|---------|-------|----------|----------|-------|
| Date                                      | Cycle | Jours | As         | Ca       | Fe    | Mg      | Ni    | S        | Si       | Zn    |
|   |       |       | 0,060      | 0,030    | 0,006 | 0,001   | 0,004 | 0,090    | 0,040    | 0,005 |
| 12-janv                                   | 1     | 0     | 0,0183091  | 188,794  | 0,390 | 35,718  | 0,012 | 220,610  | 4,922    | 0,079 |
| 16-janv                                   | 2     | 4     | 0,05271328 | 378,319  | 0,553 | 62,456  | 0,021 | 432,769  | 37,818   | 0,105 |
| 19-janv                                   | 3     | 7     | 0,08687567 | 579,609  | 0,665 | 88,045  | 0,032 | 651,810  | 64,076   | 0,129 |
| 23-janv                                   | 4     | 11    | 0,12029209 | 761,761  | 0,717 | 103,082 | 0,040 | 843,135  | 106,993  | 0,158 |
| 26-janv                                   | 5     | 14    | 0,16109433 | 957,041  | 0,760 | 117,035 | 0,047 | 1051,512 | 157,702  | 0,191 |
| 30-janv                                   | 6     | 18    | 0,20833985 | 1160,431 | 0,793 | 129,500 | 0,055 | 1271,656 | 215,000  | 0,228 |
| 02-févr                                   | 7     | 21    | 0,25626239 | 1375,900 | 0,829 | 143,145 | 0,063 | 1487,856 | 255,972  | 0,249 |
| 06-févr                                   | 8     | 25    | 0,30289448 | 1577,379 | 0,859 | 153,647 | 0,070 | 1684,352 | 324,674  | 0,267 |
| 09-févr                                   | 9     | 28    | 0,34549    | 1767,706 | 0,886 | 164,600 | 0,077 | 1874,003 | 379,778  | 0,289 |
| 13-févr                                   | 10    | 32    | 0,38786075 | 1950,280 | 0,913 | 173,384 | 0,082 | 2057,266 | 452,462  | 0,308 |
| 16-févr                                   | 11    | 35    | 0,43549358 | 2143,986 | 0,942 | 183,299 | 0,089 | 2261,205 | 516,679  | 0,337 |
| 20-févr                                   | 12    | 39    | 0,47745537 | 2347,111 | 0,968 | 191,988 | 0,096 | 2449,847 | 603,944  | 0,363 |
| 23-févr                                   | 13    | 42    | 0,52502552 | 2543,338 | 0,991 | 200,387 | 0,103 | 2642,729 | 678,273  | 0,389 |
| 27-févr                                   | 14    | 46    | 0,5716106  | 2715,530 | 1,016 | 207,461 | 0,108 | 2813,196 | 755,914  | 0,416 |
| 02-mars                                   | 15    | 49    | 0,6169706  | 2864,930 | 1,043 | 213,437 | 0,114 | 2969,436 | 808,114  | 0,447 |
| 06-mars                                   | 16    | 53    | 0,66876881 | 3011,206 | 1,067 | 218,872 | 0,120 | 3116,076 | 884,717  | 0,484 |
| 09-mars                                   | 17    | 56    | 0,71379478 | 3148,255 | 1,085 | 223,966 | 0,125 | 3260,356 | 942,232  | 0,520 |
| 13-mars                                   | 18    | 60    | 0,76537388 | 3266,748 | 1,104 | 228,706 | 0,130 | 3379,546 | 999,387  | 0,551 |
| 16-mars                                   | 19    | 63    | 0,81635896 | 3385,470 | 1,120 | 233,732 | 0,135 | 3509,922 | 1045,274 | 0,582 |
| 20-mars                                   | 20    | 67    | 0,86478985 | 3505,254 | 1,134 | 238,575 | 0,138 | 3631,923 | 1116,996 | 0,602 |
| 23-mars                                   | 21    | 71    | 0,91274985 | 3596,521 | 1,145 | 242,619 | 0,140 | 3725,338 | 1174,978 | 0,620 |
| 27-mars                                   | 22    | 74    | 0,96482149 | 3708,103 | 1,163 | 247,194 | 0,143 | 3843,243 | 1240,439 | 0,636 |
| 30-mars                                   | 23    | 78    | 1,01126149 | 3783,654 | 1,172 | 251,006 | 0,146 | 3921,221 | 1293,810 | 0,650 |
| 03-avr                                    | 24    | 81    | 1,05845493 | 3865,985 | 1,185 | 254,968 | 0,150 | 4004,929 | 1362,706 | 0,664 |
| 06-avr                                    | 25    | 85    | 1,11496776 | 3943,639 | 1,196 | 259,196 | 0,153 | 4082,990 | 1431,416 | 0,678 |
| 10-avr                                    | 26    | 88    | 1,16619254 | 3994,493 | 1,204 | 262,388 | 0,155 | 4132,730 | 1508,995 | 0,692 |
| 13-avr                                    | 27    | 92    | 1,22199493 | 4032,556 | 1,214 | 265,493 | 0,157 | 4171,902 | 1578,102 | 0,701 |
| 17-avr                                    | 28    | 95    | 1,2882609  | 4059,704 | 1,225 | 268,247 | 0,158 | 4197,482 | 1659,331 | 0,710 |
| 20-avr                                    | 29    | 99    | 1,35443328 | 4089,422 | 1,235 | 271,206 | 0,160 | 4225,716 | 1730,316 | 0,720 |
| 24-avr                                    | 30    | 102   | 1,42355866 | 4109,890 | 1,243 | 273,741 | 0,160 | 4243,381 | 1810,194 | 0,727 |

| Date    | Cycle | Jours | Ech                  | Volume<br>mL | Volume<br>L | pH   | Conductivité<br>mS | ORP<br>mV | Eh<br>mV |
|---------|-------|-------|----------------------|--------------|-------------|------|--------------------|-----------|----------|
| 12-janv | 1     | 0     | M3 (U68326)          | 20,49        | 0,02049     | 7,76 | 2,82               | 179       | 399      |
| 16-janv | 2     | 4     | M3 (U68780)          | 38,65        | 0,03865     | 7,83 | 2,46               | 256       | 476      |
| 19-janv | 3     | 7     | M3 (U69257)          | 37,03        | 0,03703     | 8,14 | 2,31               | 322       | 542      |
| 23-janv | 4     | 11    | M3 (U69454)          | 37,95        | 0,03795     | 7,86 | 1,963              | 191       | 411      |
| 26-janv | 5     | 14    | M3 (70506)           | 37,15        | 0,03715     | 7,82 | 1,95               | 227       | 447      |
| 30-janv | 6     | 18    | M3 (70566)           | 39,01        | 0,03901     | 7,81 | 1,921              | 247       | 467      |
| 02-févr | 7     | 21    | M3 (U70682)          | 38,95        | 0,03895     | 7,72 | 1,761              | 298       | 518      |
| 06-févr | 8     | 25    | M3 (U70906)          | 38,48        | 0,03848     | 7,67 | 1,65               | 276       | 496      |
| 09-févr | 9     | 28    | M3 (U71044)          | 37,6         | 0,0376      | 7,55 | 1,703              | 195       | 415      |
| 13-févr | 10    | 32    | M3 (U71107)          | 37,44        | 0,03744     | 7,26 | 1,662              | 389       | 609      |
| 16-févr | 11    | 35    | M3 (U71162)          | 39,37        | 0,03937     | 7,66 | 1,637              | 88        | 308      |
| 20-Fev  | 12    | 39    | M3 (U71234)          | 39,36        | 0,03936     | 7,63 | 1,307              | 268       | 488      |
| 23-févr | 13    | 42    | M3 (U71278)          | 31,71        | 0,03171     | 7,86 | 1,382              | 206       | 426      |
| 27-févr | 14    | 46    | M3 (U71557)          | 35,93        | 0,03593     | 7,87 | 1,29               | 413       | 633      |
| 02-mars | 15    | 49    | M3 (U71651)          | 39,6         | 0,0396      | 8,01 | 1,207              | 341       | 561      |
| 06-mars | 16    | 53    | M3-06-03<br>(U71696) | 36,88        | 0,03688     | 7,92 | 1,1                | 230       | 450      |
| 09-mars | 17    | 56    | M3-09-03<br>(U71802) | 36,15        | 0,03615     | 7,99 | 0,96               | 226       | 446      |
| 13-mars | 18    | 60    | M3-13-03<br>(U71862) | 36,28        | 0,03628     | 7,78 | 0,78               | 122       | 342      |
| 16-mars | 19    | 63    | M3-16-03<br>(U71929) | 38,05        | 0,03805     | 7,91 | 0,711              | 140       | 360      |
| 20-mars | 20    | 67    | M3-20-03<br>(U71975) | 36,72        | 0,03672     | 7,92 | 0,544              | 142       | 362      |
| 23-mars | 21    | 71    | M3-23-03<br>(U72069) | 36,35        | 0,03635     | 8    | 0,479              | 300       | 520      |
| 27-mars | 22    | 74    | M3-27-03<br>(U72139) | 36,34        | 0,03634     | 7,93 | 0,451              | 209       | 429      |
| 30-mars | 23    | 78    | M3-30-03<br>(U72234) | 37,64        | 0,03764     | 7,95 | 0,403              | 159       | 379      |
| 03-avr  | 24    | 81    | M3-03-04<br>(U72287) | 38,51        | 0,03851     | 8,04 | 0,362              | 172       | 392      |
| 06-avr  | 25    | 85    | M3-06-04<br>(U72331) | 38,33        | 0,03833     | 8,06 | 0,295              | 130       | 350      |
| 10-avr  | 26    | 88    | M3-10-04<br>(U72366) | 37,84        | 0,03784     | 7,99 | 0,269              | 158       | 378      |
| 13-avr  | 27    | 92    | M3-13-04<br>(U72532) | 34,54        | 0,03454     | 7,88 | 0,561              | 185       | 405      |
| 17-avr  | 28    | 95    | M3-17-04<br>(U72588) | 32,95        | 0,03295     | 7,92 | 0,568              | 105       | 325      |
| 20-avr  | 29    | 99    | M3-20-04<br>(U72608) | 34,99        | 0,03499     | 8,34 | 0,374              | 154       | 374      |
| 24-avr  | 30    | 102   | M3-24-04<br>(U72690) | 35,36        | 0,03536     | 7,93 | 0,237              | 282       | 502      |

| Échantillon M3-Concentration en éléments (mg/L) |       |       |              |              |              |              |              |              |              |              |
|---|-------|-------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Date  | Cycle | Jours | As           | Ca           | Fe           | Mg           | Ni           | S            | Si           | Zn           |
|   |       |       | <b>0,060</b> | <b>0,030</b> | <b>0,006</b> | <b>0,001</b> | <b>0,004</b> | <b>0,090</b> | <b>0,040</b> | <b>0,005</b> |
| 12-janv   | 1     | 0     | 0,301        | 619          | 0,309        | 93,0         | 0,077        | 672          | 24,9         | 0,917        |
| 16-janv   | 2     | 4     | 0,424        | 561          | 0,134        | 47,7         | 0,055        | 564          | 65,9         | 0,118        |
| 19-janv   | 3     | 7     | 0,438        | 510          | 0,063        | 29,7         | 0,049        | 515          | 73,8         | 0,094        |
| 23-janv   | 4     | 11    | 0,423        | 477          | 0,052        | 20,0         | 0,038        | 472          | 80,6         | 0,098        |
| 26-janv   | 5     | 14    | 0,4695       | 505,5        | 0,046        | 16,35        | 0,0365       | 509,5        | 90,3         | 0,102        |
| 30-janv   | 6     | 18    | 0,516        | 534          | 0,040        | 12,7         | 0,035        | 547          | 100,0        | 0,106        |
| 02-févr   | 7     | 21    | 0,542        | 503          | 0,039        | 10,6         | 0,039        | 474          | 90,3         | 0,065        |
| 06-févr   | 8     | 25    | 0,479        | 454          | 0,043        | 8,27         | 0,028        | 414          | 100          | 0,053        |
| 09-févr   | 9     | 28    | 0,430        | 463          | 0,035        | 7,63         | 0,030        | 446          | 94,6         | 0,090        |
| 13-févr   | 10    | 32    | 0,448        | 433          | 0,050        | 6,84         | 0,026        | 445          | 110          | 0,059        |
| 16-févr   | 11    | 35    | 0,483        | 431          | 0,057        | 6,93         | 0,026        | 438          | 127          | 0,078        |
| 20-Fev  | 12    | 39    | <b>0,463</b> | 347          | 0,045        | 6,43         | 0,022        | 297          | 108          | 0,073        |
| 23-févr   | 13    | 42    | 0,499        | 375          | 0,035        | 6,25         | 0,023        | 354          | 112          | 0,066        |
| 27-févr   | 14    | 46    | 0,481        | 336          | 0,053        | 5,25         | 0,020        | 321          | 117          | 0,065        |
| 02-mars   | 15    | 49    | 0,501        | 307          | 0,030        | 5,05         | 0,020        | 313          | 80,1         | 0,079        |
| 06-mars   | 16    | 53    | 0,515        | 281          | 0,035        | 4,22         | 0,019        | 271          | 99           | 0,089        |
| 09-mars   | 17    | 56    | 0,534        | 234          | 0,032        | 3,86         | 0,017        | 227          | 99,2         | 0,087        |
| 13-mars   | 18    | 60    | 0,577        | 205          | 0,030        | 3,60         | 0,015        | 192          | 95           | 0,074        |
| 16-mars   | 19    | 63    | 0,548        | 144          | 0,021        | 2,83         | 0,011        | 151          | 88,7         | 0,053        |
| 20-mars   | 20    | 67    | 0,573        | 121          | 0,020        | 2,73         | 0,007        | 116          | 103          | 0,043        |
| 23-mars   | 21    | 71    | 0,635        | 103          | 0,018        | 2,69         | 0,005        | 94,9         | 100          | 0,026        |
| 27-mars   | 22    | 74    | 0,650        | 89,1         | 0,022        | 2,73         | 0,005        | 82,9         | 104          | 0,020        |
| 30-mars   | 23    | 78    | 0,641        | 74,7         | 0,032        | 2,73         | 0,008        | 68,0         | 106          | 0,042        |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,720        | 63,3         | 0,015        | 2,70         | 0,005        | 53,6         | 117          | 0,022        |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,714        | 51,8         | 0,008        | 2,41         | 0,004        | 39,6         | 106          | 0,021        |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,720        | 46,2         | 0,011        | 2,47         | 0            | 32,8         | 113          | 0,021        |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,480        | 109          | 0,007        | 4,88         | 0,013        | 100,0        | 93,4         | 0,024        |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,441        | 103          | 0,025        | 4,62         | 0,010        | 103          | 111          | 0,031        |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,475        | 65,9         | 0,015        | 3,41         | 0,006        | 62,0         | 106          | 0,020        |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,558        | 39,3         | 0,006        | 2,26         | 0            | 31,1         | 108          | 0,014        |

| Échantillon M1-Charge ponctuelle cumulée (mg) |       |       |            |         |       |        |       |         |         |       |
|---|-------|-------|------------|---------|-------|--------|-------|---------|---------|-------|
| Date  | Cycle | Jours | As         | Ca      | Fe    | Mg     | Ni    | S       | Si      | Zn    |
|   |       |       | 0,06       | 0,03    | 0,006 | 0,001  | 0,004 | 0,09    | 0,04    | 0,005 |
| 12-janv                                       | 1     | 0     | 0,00616749 | 12,683  | 0,006 | 1,906  | 0,002 | 13,769  | 0,510   | 0,019 |
| 16-janv                                       | 2     | 4     | 0,02255509 | 34,366  | 0,012 | 3,749  | 0,004 | 35,568  | 3,057   | 0,023 |
| 19-janv                                       | 3     | 7     | 0,03877423 | 53,251  | 0,014 | 4,849  | 0,006 | 54,638  | 5,790   | 0,027 |
| 23-janv                                       | 4     | 11    | 0,05482708 | 71,353  | 0,016 | 5,608  | 0,007 | 72,551  | 8,849   | 0,031 |
| 26-janv                                       | 5     | 14    | 0,07226901 | 90,133  | 0,018 | 6,215  | 0,008 | 91,479  | 12,203  | 0,034 |
| 30-janv                                       | 6     | 18    | 0,09239817 | 110,964 | 0,019 | 6,711  | 0,010 | 112,817 | 16,104  | 0,038 |
| 02-févr                                       | 7     | 21    | 0,11350907 | 130,556 | 0,021 | 7,124  | 0,011 | 131,279 | 19,622  | 0,041 |
| 06-févr                                       | 8     | 25    | 0,13194099 | 148,026 | 0,022 | 7,442  | 0,012 | 147,210 | 23,470  | 0,043 |
| 09-févr                                       | 9     | 28    | 0,14810899 | 165,435 | 0,024 | 7,729  | 0,013 | 163,980 | 27,027  | 0,046 |
| 13-févr                                       | 10    | 32    | 0,16488211 | 181,646 | 0,025 | 7,985  | 0,014 | 180,641 | 31,145  | 0,049 |
| 16-févr                                       | 11    | 35    | 0,18389782 | 198,615 | 0,028 | 8,258  | 0,015 | 197,885 | 36,145  | 0,052 |
| 20 Fév  | 12    | 39    | 0,18475906 | 212,273 | 0,195 | 8,511  | 0,016 | 209,575 | 40,396  | 0,055 |
| 23-févr                                       | 13    | 42    | 0,20058235 | 224,164 | 0,196 | 8,709  | 0,017 | 220,800 | 43,947  | 0,057 |
| 27-févr                                       | 14    | 46    | 0,21786468 | 236,236 | 0,198 | 8,898  | 0,018 | 232,333 | 48,151  | 0,059 |
| 02-mars                                       | 15    | 49    | 0,23770428 | 248,393 | 0,199 | 9,098  | 0,019 | 244,728 | 51,323  | 0,062 |
| 06-mars                                       | 16    | 53    | 0,25669748 | 258,757 | 0,200 | 9,253  | 0,019 | 254,723 | 54,960  | 0,065 |
| 09-mars                                       | 17    | 56    | 0,27600158 | 267,216 | 0,201 | 9,393  | 0,020 | 262,929 | 58,546  | 0,069 |
| 13-mars                                       | 18    | 60    | 0,29693514 | 274,653 | 0,202 | 9,523  | 0,020 | 269,894 | 61,996  | 0,071 |
| 16-mars                                       | 19    | 63    | 0,31778654 | 280,132 | 0,203 | 9,631  | 0,021 | 275,640 | 65,371  | 0,073 |
| 20-mars                                       | 20    | 67    | 0,3388271  | 284,576 | 0,204 | 9,731  | 0,021 | 279,900 | 69,153  | 0,075 |
| 23-mars                                       | 21    | 71    | 0,36190935 | 288,320 | 0,205 | 9,829  | 0,021 | 283,349 | 72,774  | 0,076 |
| 27-mars                                       | 22    | 74    | 0,38553035 | 291,558 | 0,205 | 9,928  | 0,021 | 286,362 | 76,553  | 0,077 |
| 30-mars                                       | 23    | 78    | 0,40965759 | 294,369 | 0,207 | 10,031 | 0,022 | 288,921 | 80,543  | 0,078 |
| 03-avr  | 24    | 81    | 0,43738479 | 296,807 | 0,207 | 10,135 | 0,022 | 290,985 | 85,048  | 0,079 |
| 06-avr  | 25    | 85    | 0,46475241 | 298,792 | 0,208 | 10,227 | 0,022 | 292,503 | 89,111  | 0,080 |
| 10-avr  | 26    | 88    | 0,49199721 | 300,541 | 0,208 | 10,321 | 0,022 | 293,744 | 93,387  | 0,081 |
| 13-avr  | 27    | 92    | 0,50857641 | 304,305 | 0,208 | 10,489 | 0,022 | 297,198 | 96,613  | 0,081 |
| 17-avr  | 28    | 95    | 0,52310736 | 307,699 | 0,209 | 10,642 | 0,023 | 300,592 | 100,271 | 0,082 |
| 20-avr  | 29    | 99    | 0,53972761 | 310,005 | 0,210 | 10,761 | 0,023 | 302,762 | 103,980 | 0,083 |
| 24-avr  | 30    | 102   | 0,55945849 | 311,395 | 0,210 | 10,841 | 0,023 | 303,861 | 107,799 | 0,084 |

| Échantillon M3-Cumulée normalisée (mg/kg) |       |       |            |          |       |         |       |          |          |       |
|---|-------|-------|------------|----------|-------|---------|-------|----------|----------|-------|
| Date                                      | Cycle | Jours | As         | Ca       | Fe    | Mg      | Ni    | S        | Si       | Zn    |
|   |       |       | 0,060      | 0,030    | 0,006 | 0,001   | 0,004 | 0,090    | 0,040    | 0,005 |
| 12-janv                                   | 1     | 0     | 0,09205209 | 189,303  | 0,094 | 28,441  | 0,024 | 205,512  | 7,615    | 0,280 |
| 16-janv                                   | 2     | 4     | 0,33664313 | 512,925  | 0,172 | 55,958  | 0,055 | 530,864  | 45,630   | 0,349 |
| 19-janv                                   | 3     | 7     | 0,57871985 | 794,795  | 0,207 | 72,373  | 0,082 | 815,497  | 86,419   | 0,400 |
| 23-janv                                   | 4     | 11    | 0,81831463 | 1064,976 | 0,236 | 83,701  | 0,104 | 1082,847 | 132,072  | 0,456 |
| 26-janv                                   | 5     | 14    | 1,07864187 | 1345,265 | 0,262 | 92,767  | 0,124 | 1365,353 | 182,141  | 0,513 |
| 30-janv                                   | 6     | 18    | 1,37907709 | 1656,180 | 0,285 | 100,161 | 0,144 | 1683,838 | 240,365  | 0,574 |
| 02-févr                                   | 7     | 21    | 1,69416515 | 1948,596 | 0,308 | 106,323 | 0,167 | 1959,394 | 292,860  | 0,612 |
| 06-févr                                   | 8     | 25    | 1,96926843 | 2209,341 | 0,333 | 111,073 | 0,183 | 2197,166 | 350,293  | 0,642 |
| 09-févr                                   | 9     | 28    | 2,21058187 | 2469,174 | 0,352 | 115,355 | 0,200 | 2447,459 | 403,382  | 0,693 |
| 13-févr                                   | 10    | 32    | 2,46092694 | 2711,137 | 0,380 | 119,177 | 0,215 | 2696,128 | 464,851  | 0,726 |
| 16-févr                                   | 11    | 35    | 2,74474351 | 2964,398 | 0,414 | 123,249 | 0,230 | 2953,502 | 539,478  | 0,772 |
| 20-Fev                                    | 12    | 39    | 2,75759795 | 3168,247 | 2,906 | 127,027 | 0,243 | 3127,978 | 602,924  | 0,815 |
| 23-févr                                   | 13    | 42    | 2,99376646 | 3345,728 | 2,922 | 129,985 | 0,254 | 3295,520 | 655,931  | 0,846 |
| 27-févr                                   | 14    | 46    | 3,25171168 | 3525,915 | 2,951 | 132,800 | 0,264 | 3467,663 | 718,675  | 0,881 |
| 02-mars                                   | 15    | 49    | 3,54782511 | 3707,365 | 2,969 | 135,785 | 0,276 | 3652,660 | 766,017  | 0,927 |
| 06-mars                                   | 16    | 53    | 3,83130571 | 3862,041 | 2,988 | 138,108 | 0,287 | 3801,831 | 820,292  | 0,976 |
| 09-mars                                   | 17    | 56    | 4,1194266  | 3988,296 | 3,005 | 140,191 | 0,296 | 3924,309 | 873,815  | 1,023 |
| 13-mars                                   | 18    | 60    | 4,4318678  | 4099,302 | 3,021 | 142,140 | 0,304 | 4028,276 | 925,311  | 1,063 |
| 16-mars                                   | 19    | 63    | 4,74308272 | 4181,082 | 3,033 | 143,747 | 0,310 | 4114,030 | 975,685  | 1,094 |
| 20-mars                                   | 20    | 67    | 5,05712093 | 4247,397 | 3,044 | 145,243 | 0,314 | 4177,605 | 1032,135 | 1,117 |
| 23-mars                                   | 21    | 71    | 5,40163213 | 4303,278 | 3,054 | 146,703 | 0,317 | 4229,092 | 1086,172 | 1,131 |
| 27-mars                                   | 22    | 74    | 5,75418437 | 4351,605 | 3,066 | 148,183 | 0,319 | 4274,056 | 1142,580 | 1,142 |
| 30-mars                                   | 23    | 78    | 6,11429243 | 4393,571 | 3,084 | 149,717 | 0,324 | 4312,258 | 1202,130 | 1,166 |
| 03-avr                                    | 24    | 81    | 6,52813123 | 4429,954 | 3,093 | 151,269 | 0,327 | 4343,066 | 1269,379 | 1,178 |
| 06-avr                                    | 25    | 85    | 6,93660317 | 4459,588 | 3,097 | 152,648 | 0,329 | 4365,721 | 1330,020 | 1,190 |
| 10-avr                                    | 26    | 88    | 7,34324198 | 4485,681 | 3,103 | 154,043 | 0,329 | 4384,245 | 1393,840 | 1,202 |
| 13-avr                                    | 27    | 92    | 7,59069272 | 4541,873 | 3,107 | 156,558 | 0,336 | 4435,797 | 1441,990 | 1,215 |
| 17-avr                                    | 28    | 95    | 7,80757257 | 4592,527 | 3,119 | 158,831 | 0,341 | 4486,452 | 1496,578 | 1,230 |
| 20-avr                                    | 29    | 99    | 8,05563601 | 4626,943 | 3,127 | 160,611 | 0,344 | 4518,831 | 1551,936 | 1,240 |
| 24-avr                                    | 30    | 102   | 8,35012675 | 4647,684 | 3,130 | 161,804 | 0,344 | 4535,244 | 1608,934 | 1,248 |

## ANNEXE D- Analyses minéralogique

