

Titre: Investigation de l'effet de la muscovite libre dans les résidus miniers sur la consistance et les propriétés rhéologiques des remblais miniers en pâte cimentés
Title:

Auteur: Hadj Ghani Menasria
Author:

Date: 2024

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Menasria, H. G. (2024). Investigation de l'effet de la muscovite libre dans les résidus miniers sur la consistance et les propriétés rhéologiques des remblais miniers en pâte cimentés [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/59287/>
Citation:

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

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/59287/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Mamert Mbonimpa, Tikou Belem, & Abdelkabir Maqsoud
Advisors:

Programme: Génie minéral
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

**Investigation de l'effet de la muscovite libre dans les résidus miniers sur la
consistance et les propriétés rhéologiques des remblais miniers en pâte
cimentés**

HADJ GHANI MENASRIA

Département des génies civil, géologique et des mines

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

Génie minéral

Août 2024

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Ce mémoire intitulé :

**Investigation de l'effet de la muscovite libre dans les résidus miniers sur la
consistance et les propriétés rhéologiques des remblais miniers en pâte
cimentés**

présenté par **Hadj Ghani MENASRIA**

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

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

Éric ROSA, président

Mamert MBONIMPA, membre et directeur de recherche

Tikou BELEM, membre et codirecteur de recherche

Abdelkabar MAQSUD, membre et codirecteur de recherche

Li LI, membre

DÉDICACE

Je dédie ce mémoire :

À mes parents et mon frère tant aimés, dont je ressens profondément le soutien, malgré la distance qui nous sépare.

À mes grands-parents qui n'ont pas cessé de prier pour moi et m'encourager.

REMERCIEMENTS

Ce mémoire est le fruit d'un travail de recherche intense, rendu possible grâce au soutien de nombreuses personnes. Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à toutes celles et tous ceux avec qui j'ai pu échanger et qui m'ont aidé à réaliser ce mémoire.

Je remercie particulièrement mon directeur de recherche, le Professeur Mamert Mbonimpa, pour sa grande disponibilité, ses encouragements constants tout le long de mon cursus à l'UQAT, sa bienveillance inconditionnelle. Je le remercie aussi pour tous ces efforts et sacrifices qui m'ont aidé à finir ma rédaction à temps ainsi que la relation de confiance que nous avons établie.

Je suis également reconnaissant envers mes codirecteurs, les Professeurs Tikou Belem et Abdelkabar Maksoud, pour leurs précieuses aides et le temps qu'ils m'ont consacré, leurs conseils et leurs soutiens dans mes études.

Enfin, je remercie le Fonds de Recherche du Québec - Nature et Technologies (FRQNT) via le Professeur Tikou Belem ainsi que le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) à travers mon Professeur Mamert Mbonimpa et les Mines Agnico Eagle Ltd, et l'Institut de Recherche en Mines et Environnement (IRME UQAT-POLY) pour le financement de mon projet de recherche,

Je remercie particulièrement Drissa Ouattara pour l'excellente formation en rhéométrie et tous ces précieux conseils tout le long de la réalisation de mon projet de recherche.

Mes remerciements s'adressent également à tous les professeurs de l'IRME, spécialement au Professeur Marc Legault pour ces conseils et pour m'avoir montré l'emplacement du point d'échantillonnage de la muscovite.

les professionnels de recherche et toute l'équipe technique de l'IRME/URSTM. Je tiens à mentionner particulièrement Akué-Sylvette Awoh pour sa confiance et qui a toujours fait en sorte que toutes mes tâches au laboratoire soient réalisées avec succès. je remercie aussi Joël Beauregard, Pierre-Alain Jacques, Alain Perreault, Cathy Chouinard, Jean Christophe Turcotte et Josée Grenier pour leurs aides techniques dans la réalisation de ce travail.

Je remercie aussi toute l'équipe administrative de l'IRME-UQAT pour une ambiance de travail très agréable qu'ils ont su créer au sein de l'Institut.

Je tiens à remercier Sonia Announe, Audrey Jalce, Faneva Rarison, Hassan Youssef Mahdoui, Marie Zogbili Teoro, Ikram Elkhoumsi, Nourdine Ouffa, Achraf Khaddari, Saadou Oumarou Dani, Mahamadou Traoré, Mariem Amri, Ghada Rafrat, Sabrina Rajhi, Yosra Hfaiedh, Lahcen Goumghar, Fatoumata Binta kanny Diallo, Xavier Thevenot, Suyanne Costa Silva, Juan Manuel Zuniga, Weber Anselmo, Elaura Seutin, Eléonore Lagae Capelle, Vincent Marmier, Benjamin De Castro, Sidahmed Cheniti, Neila Seray pour leur bienveillance, amitié et leur soutien.

Enfin, je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ce projet. Si certaines personnes se sentent omises, qu'elles sachent que leur soutien et leur aide ont été profondément appréciés. Je voudrais également remercier chaleureusement ma famille pour son accompagnement indéfectible, son aide précieuse, son soutien constant et ses encouragements et leurs prières tout au long de la réalisation de ce mémoire. Leur présence et leur appui ont été essentiels pour mener à bien ce travail.

RÉSUMÉ

La présence de muscovite libre dans les résidus miniers peut impacter négativement la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques des remblais en pâte cimentés, comme observé dans d'autres matériaux cimentaires. Cette étude vise à évaluer l'impact de la teneur en muscovite des résidus sur la consistance et la rhéologie des remblais en pâte cimentés (RPC). Des mélanges de RPC ont été préparés à partir de deux types de résidus (RW et RL) avec des pourcentages solides compris entre 69% et 74%. L'étude de l'influence de la muscovite s'est appuyée sur l'incorporation de muscovite libre pure allant de 14% à 25% dépendamment de la teneur initiale dans chaque résidus miniers. Ces mélanges ont été cimentés avec 5% de liant binaire GU (ciment Portland à usage général)/Slag(scories) (20/80). De plus, d'autres mélanges de RPC ont été confectionnés cette fois-ci avec 5% de ciment HE dans l'intérêt de comparer l'effet du type de liant. Dans ce cas, les teneurs de la muscovite amendée vont de 15% à 19% pour un seul type de résidus minier. Aussi, des pâtes de muscovite pure seule et cimentée ont été élaborées afin d'étudier le minéral problématique isolé du système. Ces pâtes monominérales comportent des pourcentages solides variés, allant de 68% à 76% et des $P_{20\mu m}$ qui varient de 31% à 63%. Des essais d'affaissement au cône d'Abrams et des analyses rhéologiques ont été réalisés pour chaque mélange de RPC. Les résultats indiquent une réduction de la hauteur d'affaissement ainsi qu'une augmentation du seuil de cisaillement et de l'indice d'écoulement de Herschel-Bulkley et de la viscosité au taux de cisaillement infini de Cross, avec l'augmentation de la teneur en muscovite dans le RPC pour un pourcentage solide donné. Par conséquent, une augmentation de la quantité d'eau doit être envisagée pour maintenir la fluidité requise du remblai en pâte cimenté, ce qui augmente le rapport eau-liant et peut affecter la résistance mécanique. Une méthode est présentée pour déterminer la quantité de ciment à incorporer dans le remblai en pâte cimenté afin de maintenir un rapport eau-liant de la recette de remblai en pâte cimenté initiale. De plus, même en variant le type de liant, les mêmes tendances sont observées en termes de rhéologie. Concernant l'étude des pâtes de muscovite pure, le seuil de cisaillement et la viscosité sont directement proportionnels au pourcentage solide, mais sont inversement proportionnels au pourcentage de particule fines. La présence de 5% GU/Slag avec la muscovite pure a provoqué une augmentation considérable du seuil de cisaillement.

ABSTRACT

The presence of free muscovite in mine tailings can have a negative effect on the mechanical strength and rheological properties of cement paste backfill, as observed in other cementitious materials. The objective of this study was to evaluate the effect of muscovite content in mine tailings on the consistency and rheology of cemented paste backfill (CPB). CPB mixes were prepared from two types of tailings (RW and RL) with solids contents ranging from 69% to 74%. The study of the influence of muscovite was based on the incorporation of pure free muscovite ranging from 14% to 25% depending on the initial muscovite content of each tailing. These mixes were cemented with 5% GU (general uses Portland cement)/slag (20/80) binary binder. In addition, more CPB mixes were made, this time with 5% HE cement, to compare the effect of the type of binder on the rheological behavior of CPB. In this case, grades of modified muscovite ranged from 15% to 19% for one type of tailings. Pure muscovite alone and cemented pastes were also prepared to investigate the problem mineral isolated from the system. These monomineral pastes had varying solids contents ranging from 68% to 76% and $P_{20\mu m}$ ranging from 31% to 63%. Abrams cone slump tests and rheological analyses were carried out on each CPB mixture. The results show a decrease in slump height as well as an increase in Herschel-Bulkley yield stress and flow index and Cross infinite shear rate viscosity with increasing muscovite content in the CPB for a given solids content. Therefore, an increase in the amount of water must be considered to maintain the required fluidity of CPB. An increase in the water/binder ratio may affect the mechanical strength of CPB. A method is presented for determining the amount of cement to be incorporated into the CPB in order to maintain the water/binder ratio of the original cemented paste backfill recipe. Furthermore, the same trends in paste rheology are observed when the type of binder is varied. In the case of pure muscovite pastes, the yield stress and viscosity are directly proportional to the solids content, but inversely proportional to the fine particle content. The presence of 5% GU/slag in pure muscovite caused a significant increase in the yield stress.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	VI
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XIII
LISTE DES FIGURES.....	XV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XXIX
LISTE DES ANNEXES.....	XXXII
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	33
1.1 Contexte	33
1.2 Problématique.....	35
1.3 Objectifs de recherche	37
1.4 Hypothèse de recherche	37
1.5 Plan du mémoire.....	38
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	39
2.1 Gestion des rejets miniers en surface	39
2.1.1 Roches stériles.....	40
2.1.2 Résidus miniers	41
2.1.3 Problématique du drainage minier acide	42
2.2 Remblais miniers.....	44
2.2.1 Types de remblais miniers les plus utilisés	45
2.2.2 Composition des RPC	47

2.2.3	Conception des RPC.....	59
2.2.4	Transport des RPC	62
2.3	Consistance et fluidité du RPC.....	63
2.4	Propriétés rhéologiques des RPC	66
2.4.1	Notions de base de rhéologie	66
2.4.2	Méthodes de mesure rhéologique.....	68
2.4.3	Types de fluides et leurs comportements	71
2.4.4	Détermination des pertes de charge durant le transport du RPC.....	78
2.5	Phyllosilicates.....	84
2.5.1	Structure des phyllosilicates.....	84
2.5.2	Classification chimique des phyllosilicates.....	86
2.5.3	Classification cristallographique des phyllosilicates.....	86
2.5.4	Aspect physique des phyllosilicates	89
2.5.5	Groupe des micas	89
2.6	Propriétés électrostatiques des particules en suspension.....	92
2.6.1	Charge électrique autour d'une particule isotrope en suspension	92
2.6.2	Charges électriques autour d'une particule anisotrope (cas des phyllosilicates) ...	93
2.6.3	Le potentiel Zêta.....	97
2.6.4	Comportement électrophorétique et rhéologique des phyllosilicates planaires (muscovite et vermiculite).....	98
2.6.5	Caractéristique de sorption et demande en eau de la muscovite	104
2.7	Influence des phyllosilicates sur les propriétés rhéologique et mécanique de matériaux cimentaires.	105
2.7.1	Consistance, rhéologie et demande en eau.....	105
2.7.2	Propriétés mécaniques.....	113

2.8	Récapitulatif et besoins en recherche	117
CHAPITRE 3 DESCRIPTION DES MATÉRIAUX UTILISÉS ET PROTOCOLE		
EXPÉRIMENTAL		118
3.1	Matériaux utilisés	118
3.1.1	Résidus miniers	118
3.1.2	Muscovite	120
3.1.3	Liant et eau de mélange	125
3.2	Caractérisation des matériaux	126
3.2.1	Teneur en eau massique	126
3.2.2	Analyses granulométriques	127
3.2.3	Pulvérisation et analyse granulométrique de la muscovite	130
3.2.4	Densité relative des grains solides	135
3.2.5	Surface spécifique massique des grains solides	136
3.2.6	Composition minéralogique	137
3.3	Protocole expérimental.....	141
3.3.1	Programme expérimental	141
3.3.2	Calcul des proportions des ingrédients des mélanges pour la préparation des recettes	142
3.3.3	Préparation des mélanges de remblais miniers en pâte cimentés.....	144
3.3.4	Essai d'affaissement ou « slump test ».....	153
3.3.5	Essais rhéométriques	157
CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : CONSISTENCY AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF		
CEMENTED PASTE BACKFILLS PREPARED WITH TAILINGS WITH VARYING FREE		
MUSCOVITE CONTENT.....		162
4.1	Introduction	163

4.2	Material characterization and methodology	167
4.2.1	Physical characterisation of mine tailings and muscovite.....	168
4.2.2	Mineralogical characterisation of tailings and muscovite.....	172
4.2.3	Mixtures preparation	174
4.2.4	Measurement of cone slumps.....	176
4.2.5	Rheological measurements and analysis	176
4.3	Experimental results.....	180
4.3.1	Effect of solid and muscovite contents on the Abrams cone slump of CPB mixtures	180
4.3.2	Effect of solid content and muscovite content on flow curves	182
4.3.3	Effect of solid and muscovite contents on dynamic viscosity curves	185
4.4	Discussion of the results.....	187
4.4.1	Impact of muscovite content on the solid content required to maintain a given slump of CPB mixtures	187
4.4.2	Effect of tailings type	189
4.5	Conclusion.....	190
4.6	Acknowledgment	191
4.7	References	191
CHAPITRE 5	DISCUSSIONS	198
5.1	Impact de la teneur en muscovite sur la demande en eau et en liant des mélanges de RPC suivant le critère de l'affaissement au cône d'Abrams	198
5.2	Impact de la teneur en muscovite sur le seuil de cisaillement des mélanges de RPC pour maintenir un affaissement au cône donné	199
5.3	Effet de la muscovite sur l'hystérésis des RPC.....	200

5.4	Effet de la muscovite sur certains paramètres des équations des modèles rhéologiques utilisés	203
5.4.1	Effet de la muscovite sur l'indice de consistance K_{HB} du modèle Herschel-Bulkley	203
5.4.2	Effet de la muscovite sur l'indice n_c du modèle de Cross	204
5.5	Effet du liant sur les propriétés rhéologiques des RPC	205
5.5.1	Effet du type de liant sur la consistance des RPC témoins (15% de muscovite) .	206
5.5.2	Effet de la muscovite sur le comportement rhéologique des RPC à base d'un autre liant (HE)	207
5.6	Essais rhéologiques sur la muscovite pure	210
5.6.1	Effet du pourcentage solide sur les propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite pure	210
5.6.2	Effet de la granulométrie de la muscovite sur les propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite pure	213
5.7	Essais rhéologiques sur d'une pâte de muscovite cimentée	215
CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS		217
6.1	Conclusions	217
6.2	Recommandations	220
RÉFÉRENCES		222
ANNEXES		237

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Composition minéralogique typique des résidus miniers de mines canadiennes (Ouffa, 2019).....	54
Tableau 2.2 : Teneurs des constituants de divers ciments (Suez, 2005).	55
Tableau 2.3 : Désignation canadienne des ciments Portland et ciments hydrauliques composés comparés à la désignation américaine (Association canadienne du ciment - normes CSA). 56	
Tableau 3.1 : Teneurs en eau massique et pourcentage solide initiaux des résidus RL et RW et de la muscovite.....	127
Tableau 3.2 Caractéristiques granulométriques des matériaux.	130
Tableau 3.3 Caractéristiques granulométriques des différentes poudres de muscovite.	132
Tableau 3.4 Densité relative des grains solides des matériaux utilisés.	136
Tableau 3.5 Résultats des mesures de la surface spécifique des résidus et de la muscovite.....	137
Tableau 3.6 Composition minéralogique (en wt%) des matériaux utilisés.	139
Tableau 3.7 Recettes de mélanges de RPC à base de résidus RW avec des teneurs en muscovite X variant de 14 à 24%.	149
Tableau 3.8 Recettes de mélanges de RPC à base de résidus RL avec des teneurs en muscovite X variant de 15 à 25%.	150
Tableau 3.9 Recettes de pâte de muscovite M7 dont le pourcentage solide varie entre 68% et 76%.	152
Tableau 3.10 Recettes de pâte de muscovite dont le $P_{20\mu m}$ varie entre 31,2 % et 63 %.	152
Tableau 3.11 Recette unique de muscovite cimentée à 5% GU/Slag.	153
Table 4.1 Grain size distribution characteristics of materials.	171
Table 4.2 Mineralogical composition (in wt%) of the materials used.	173

Tableau A.1 Affaïssement au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RW.	237
Tableau A.2 Affaïssement au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RL.....	238
Tableau A.3 Essais d'affaïssement préliminaires au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RL.	239

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 Organigramme de gestion des rejets miniers.....	40
Figure 2.2: Le dépôt cumulé de résidus entre 1915 et 2019 (modifié d'après WMTW, 2020). ...	41
Figure 2.3 : Étapes de la formation du DMA (Aubertin et al., 2002a).	43
Figure 2.4 : Méthode de remblayage souterrain avec barricade (Belem et al., 2003).....	47
Figure 2.5 (a) courbes granulométriques de 5 résidus différents (b) Résistance la compression de RPC à base de 5 résidus à 4,5% de liant (Benzaazoua et al., 2003).....	49
Figure 2.6 Influence du pourcentage de particules fines (P_{20}) sur la résistance à l'écoulement (modifié d'après (Landriault et al., 1996).	50
Figure 2.7 Variations typiques du pourcentage solide volumique (C_v) en fonction de la concentration en poids des solides (C_w) pour cinq mélanges de RPC contenant cinq résidus différents et un seul agent liant à 4,5% (GU/Slag) à une saturation en eau de 100 % (Belem & Benzaazoua, 2008).	52
Figure 2.8 Variation typique de la teneur en liant ajustée $B_w\%_{adj}$ (wt%) avec la densité des grains de résidus ρ_{s-t} variant à partir de la valeur initiale supposée de $3,85 \text{ g/cm}^3$ et pour trois teneurs en liant différentes (3, 4,5, et 7 wt%) (Belem & Benzaazoua, 2008).	53
Figure 2.9 : Diagramme ternaire $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ schématisant plusieurs types de liants hydrauliques et pouzzolaniques (Coussy, 2011).	56
Figure 2.10 : Granulométrie de liants hydrauliques et pouzzolanique généralement utilisé pour la confection de RPC (Malhotra & Hammings, 1995).....	57
Figure 2.11 Variations typiques du rapport eau/ciment W/B des mélanges de RPC en fonction du pourcentage solide (C_w), pour quatre proportions en liant différentes (B_w) couramment utilisées dans l'industrie minière (Belem & Benzaazoua, 2008).	58
Figure 2.12 Effet de la concentration en sulfate de l'eau totale sur la résistance mécanique des RPC à base de Ciment Portland et après 28 jours de cure (Benzaazoua et al., 2003).	59

Figure 2.13 : Schéma typique de la procédure complète de la fabrication du remblai en pâte à l'usine (Belem et al., 2003).	61
Figure 2.14 : Méthodes de transport de remblais miniers en pâte cimentée (Belem et al., 2003).	63
Figure 2.15 : Cône d'Abrams selon ASTM C143-15 (2015).	64
Figure 2.16 : Différents types d'affaissement du béton (modifié de travauxbéton, 2024).	64
Figure 2.17 Représentation de la distribution des contraintes lors d'un essai d'affaissement au cône d'Abrams $H = 300$ mm, $R_0 = 50$ mm et $R_H = 2R_0 = 100$ mm (Heirman, 2011; Murata, 1984; Schowalter & Christensen, 1998).	65
Figure 2.18 : « Slump Test » au cône modifié (Ferraris & de Larrard, 1998).	66
Figure 2.19 : Cisaillement d'un fluide visqueux entre deux plaques parallèles (Sang, 2009).	67
Figure 2.20 : Rhéomètre à moulinet ou « vane » (adaptée de Boger, 2009).	69
Figure 2.21 Représentation des comportements rhéologiques des fluides de type newtonien et non newtonien sous forme de : a) courbe d'écoulement ou rhéogramme b) courbe de viscosité dynamique (del-Mazo-Barbara & Ginebra, 2021).	71
Figure 2.22 Différence entre le seuil de cisaillement : a) dynamique et b) statique (Heirman, 2011).	74
Figure 2.23 Types de fluide dépendant du temps comparé aux fluides indépendants du temps présenté dans un graphique générique avec la contrainte de cisaillement en fonction du temps (Sochi, 2010).	76
Figure 2.24 Schémas représentatifs de différentes boucles d'hystérésis qui peuvent être obtenues (Mewis & Wagner, 2009).	78
Figure 2.25 : Schéma du circuit d'essai d'écoulement en boucle (Liu al., 2021).	80
Figure 2.26 : Effet du pourcentage solide sur la chute de pression ΔP mesurée avec un « flow loop test » : (a) pâte de résidus sans ciment et (b) pâte de résidus avec ciment à (Liu et al., 2021).	81

Figure 2.27 : Influence de la vitesse d'écoulement sur les chutes de pression pour différents pourcentages solides lors d'un essai d'écoulement en boucle : (a) tuyau horizontal, (b) tuyau vertical (Liu et al., 2021).....	82
Figure 2.28 : Effet du rapport entre le ciment et les résidus sur la perte de pression du mélange CPB avec 78% de solides à travers un tuyau en boucle (Liu et al., 2021).	83
Figure 2.29 Effet du pourcentage solide et du type de résidus sur l'affaissement impactant le gradient de pression des RPC à un débit d'écoulement de 25m ³ /h à travers une conduite de 154 mm de diamètre (Clark et al., 1995).....	84
Figure 2.30 : Schéma représentatif de la structure tétraédrique des phyllosilicates en 2D (de La Calle et al., 1980).	85
Figure 2.31 : Schéma représentant les octaèdres formant la couche octaédrique des phyllosilicates (Klein & Hurlbut, 1999).....	85
Figure 2.32 : Classification simplifiée des phyllosilicates (inspirée de Kumari et Mohan, 2021).	87
Figure 2.33 Représentations de la cristallographie des différents types de phyllosilicates (d'après Sedighi et Thomas, 2014).....	88
Figure 2.34 Illustration de la cristallographie de quelques types de phyllosilicates (Perkins, 2020).	88
Figure 2.35 Structure des phyllosilicates à différentes échelles (d'après Sedighi et Thomas, 2014).	89
Figure 2.36 Schéma représentant la structure cristallographique des micas trioctaédrique et dioctaédrique (Nelson, 2015).	90
Figure 2.37 Images MEB : a) particules de sol granulaire b) particules de muscovite (Mshali & Visser, 2012).	91
Figure 2.38 : Schéma représentatif de la double couche électrique (modifié de Hovhannissian, 2000).....	93
Figure 2.39 : Représentation schématique de la charge de surface d'une particule sphérique isotrope dans une solution ionique (inspiré de Malvern, 2015).	94

Figure 2.40 : schéma montrant la répartition des charges de surface d'une particule de phyllosilicate (kaolinite) selon (Carty, 2001).	94
Figure 2.41 : Schéma montrant la répartition des charges de surface d'une particule de phyllosilicate selon (Carty, 2001).	95
Figure 2.42 : Sites de surface actifs au bord de (a) argiles 1:1 (kaolinite) et (b) argiles 2:1 (smectite ou illite) (modifié d'après Leroy & Revil, 2009).	96
Figure 2.43 : Schéma du modèle électrique à trois couches pour la kaolinite (modifié d'après Leroy & Revil, 2009).	96
Figure 2.44 : Tracé typique du potentiel zêta en fonction du pH montrant la position du point isoélectrique (adapté de Malvern, 2015).	97
Figure 2.45 : a) Courbe du potentiel zêta (ζ) b) Courbe de titration potentiométrique de la muscovite et de la vermiculite en fonction de pH (les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance à 95 % des valeurs moyennes) (Ndlovu et al., 2011a).	100
Figure 2.46 : Rhéogramme des solutions à pH = 9 de muscovite et vermiculite à 20% de solide par volume (Ndlovu et al., 2011a).	101
Figure 2.47 : Effet du pourcentage solide volumique des suspensions de vermiculite, de muscovite et de quartz à pH 9 sur a) le seuil de cisaillement de Bingham b) la viscosité plastique de Bingham (les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance à 95 % des valeurs moyennes) (Ndlovu et al., 2011a).	103
Figure 2.48 : Effet du pH sur le seuil de cisaillement de suspensions à différents pourcentages solides massiques a) muscovite et b) kaolinite (Au et al., 2014).	104
Figure 2.49 : Courbes de sorption d'eau du groupe des micas (White & Pichler, 1959).	105
Figure 2.50 Proportion des micas dans les différentes fractions granulométriques de granulats de roche dure broyée (Loorents et al., 2007).	106
Figure 2.51 Influence des micas libres sur la demande en eau des mortiers (Danielsen & Rueslåtten, 1984).	107
Figure 2.52 Effet des micas sur l'affaissement des bétons, a) effet de la muscovite b) effet de la biotite (Muller, 1971).	107

Figure 2.53 Effet des phyllosilicates sur l'affaissement des mortiers pour deux ratios sable/ciment (Fernandes et al., 2007).	108
Figure 2.54 Dimensions du cône utilisé pour l'essai d'affaissement relatif de l'écoulement (EFNARC, 2002).	109
Figure 2.55 Écoulement relatif de l'affaissement des mélanges de mortiers (Khoshkbijari et al., 2020).	110
Figure 2.56 : Résultat des essais de vitesse relative d'écoulement en entonnoir en V (Khoshkbijari et al., 2020).	111
Figure 2.57 Fluidité des pâtes cimentaires fraîches en fonction : a) de la proportion en PCE b) de la proportion en muscovite (Chi et al., 2024).	112
Figure 2.58 Effet de la muscovite sur a) les rhéogrammes b) le seuil de cisaillement et la viscosité plastic des pâtes cimentaires à 0,14 wt% de PCE (Chi et al., 2024).	113
Figure 2.59 Effet de la muscovite et de la kaolinite sur la résistance à la compression uniaxiale (Bw (75GGBFS/25FA_F) = 3,5%; NaOH = 0,75N, T=20 °C de mélanges de remblai géopolymères (à 7 jours de cure (Ouffa, 2019).	114
Figure 2.60 Effet de la teneur en biotite sur les propriétés mécaniques du béton : (a) résistance à la compression et (b) résistance à la traction par fendage (Xue et al., 2022).	115
Figure 2.61 : Image au MEB d'un mélange de 15% de mica avec gravier et une proportion de 2% de GU et une figure schématique des feuillets de muscovite empêchant les grains de sol de remplir les vides (Mshali & Visser, 2012).	115
Figure 2.62 Effet de la muscovite sur la résistance à la compression uniaxiale (UCS) à 7 jours (Mshali & Visser, 2012).	116
Figure 2.63 Effet de la muscovite sur la résistance à la compression uniaxiale (UCS) à 28 jours (Mshali & Visser, 2012).	117
Figure 3.1 Étape de mélange des résidus miniers : a) Laronde (RL) b) Westwood (RW).	119
Figure 3.2 Chaudières prêtes à l'emploi contenant les résidus homogénéisés : a) Laronde (RL) b) Westwood (RW).	119

Figure 3.3 : Carte géologique de la zone d'échantillonnage de la muscovite à Aldous (SIGÉOM, 2024).....	121
Figure 3.4 Photographies a) de l'affleurement du dyke pegmatitique du site Aldous et b) d'une veine de muscovite in situ.	121
Figure 3.5 Triage en choisissant visuellement les échantillons les plus purs.	122
Figure 3.6 Lavage de la muscovite.....	123
Figure 3.7 Triage et séparation des feuillets de muscovite.	123
Figure 3.8 Pulvérisation de la muscovite à l'aide du broyeur à billes planétaire (Fritsch Planetary Ball Mill Pulverisette 5) de l'URSTM.	124
Figure 3.9 Différents états de la muscovite après chaque étape de préparation.....	125
Figure 3.10 Granulomètre laser Malvern Panalytical Mastersizer 3000 (URSTM).	128
Figure 3.11 Comparaison des courbes granulométriques des deux résidus miniers étudiés : a) courbes granulométriques et b) courbes de fréquence.	129
Figure 3.12 Comparaison entre les courbes granulométriques de la muscovite à différent temps de pulvérisation avec celle des résidus LaRonde et Westwood.....	131
Figure 3.13 Influence de la pulvérisation de la fraction de muscovite < 300 µm sur le pourcentage de particules inférieures à : (a) 20µm et (b) 80µm.....	132
Figure 3.14 Influence de la pulvérisation de la fraction de muscovite < 300 µm sur les particules : a) D ₁₀ et b) D ₆₀	133
Figure 3.15 Influence de la pulvérisation de la fraction de muscovite < 300 µm sur : (a) le coefficient de courbure (b) le coefficient d'uniformité.	134
Figure 3.16 Pycnomètre à hélium ULTRAPYC 1200e utilisé à l'URSTM.....	135
Figure 3.17 Mesureur de surface spécifique Gemini 2375 de Micromeritics de l'URSTM.....	136
Figure 3.18 Spectre de diffraction des rayons X des résidus : (a) LaRonde et (b) Westwood. .	138
Figure 3.19 Spectre de diffraction des rayons X de la muscovite utilisée.	138

Figure 3.20 Organigramme résumant le conditionnement, la caractérisation et la confection des mélanges de RPC.	141
Figure 3.21 Organigramme illustrant les différents essais employés.....	142
Figure 3.22 Distribution granulométrique des particules des résidus, de la muscovite et de mélanges de résidus avec 13% de muscovite : a) résidus RW et b) résidus RL.	144
Figure 3.23 Malaxeur à pâte OMCAN utilisé.	145
Figure 3.24 Processus de malaxage des RPC.....	146
Figure 3.25 Comparaison des pourcentages solides mesurés et visés pour des mélanges de RPC contenant différentes teneurs en muscovite: a) résidus RW et b) résidus RL.	147
Figure 3.26 Pourcentage solide mesuré en fonction du pourcentage solide théorique pour des mélanges de muscovite pure.	148
Figure 3.27 Préparation des pâtes de muscovite.	151
Figure 3.28 Pâte de muscovite cimentée à 72 % solide.	153
Figure 3.29 Grand cône d'Abrams et petit cône utilisés pour nos essais.	154
Figure 3.30 a) Corrélation entre les valeurs de l'AGC et celles de l'APC pour des mélanges de RPC à base de résidus RW et b) Comparaison ente les valeurs de l'AGC mesurées (axe Y) et les valeurs de l'AGC estimées (axe X) pour les mêmes mélanges de RPC.	156
Figure 3.31 a) Corrélation entre les valeurs de l'AGC et celles de l'APC pour des mélanges de RPC à base de résidus RL, et b) Comparaison entre les valeurs de l'AGC mesurées (axe Y) et les valeurs de l'AGC estimées (axe X) pour les mêmes mélanges de RPC.	156
Figure 3.32 Rhéomètre AR2000 (TA Instrument) de l'URSTM, UQAT.	157
Figure 3.33 Procédure du mode écoulement utilisé (Ouattara, 2011).....	158
Figure 3.34 Comparaison entre les seuils de cisaillement du modèle Herschel-Bulkley et du modèle polynomial : a) RPC à base de résidus RW b) RPC à base de résidus RL.	160
Figure 3.35 Comparaison entre les seuils de cisaillement du modèle Herschel-Bulkley corrigés et du modèle polynomial : a) RPC à base de résidus RW b) RPC à base de résidus RL.....	161
Figure 4.1 Muscovite preparation steps.	168

Figure 4.2 Grain size distribution curves of used tailings.....	169
Figure 4.3 Particle size distribution of tailings, muscovite and mixtures of tailings with 13% muscovite: a) RW tailings and b) RL tailings.	171
Figure 4.4 Comparison of measured and targeted solid contents for CPB mixtures containing different muscovite contents: a) RW tailings and b) RL tailings.....	176
Figure 4.5 Comparison between the yield stress values of the Herschel-Bulkley and the polynomial models: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.....	179
Figure 4.6 Impact of solid content on the Abrams cone slump of CPB mixtures based on: a) RW tailings and b) RL tailings.	181
Figure 4.7 Impact of muscovite content on Abrams cone slump of CPB mixtures based on: a) RW tailings and b) RL tailings.	181
Figure 4.8 Typical rheograms of CPB mixtures containing different levels of muscovite X : a) 70 % solid content CPB based on RW tailings and b) 71 % solid content CPB based on RL tailings.	182
Figure 4.9 Influence of the solid content on the yield stress of CPB mixtures containing different levels of muscovite X: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings. ..	183
Figure 4.10 Influence of muscovite content X on the yield stress of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.	184
Figure 4.11 Influence of muscovite content X on the flow index n of the Herschel-Bulkley model of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.....	185
Figure 4.12. Dynamic viscosity curves of CPB mixtures for different muscovite contents X: a) CPB based on RW tailings at $C_w = 72\%$ and b) CPB based on RL tailings at $C_w = 71\%$	186
Figure 4.13 Influence of muscovite content X on the infinite viscosity of the Cross η_∞ model of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.....	187
Figure 4.14 Impact of muscovite content on the solid content required to maintain a given slump for: a) RW tailings-based CPB and b) RL tailings-based CPB.....	188

Figure 5.1 Impact de la muscovite sur : a) la masse d'eau à ajouter aux RPC à base de résidus RW pour maintenir un affaissement donné et b) la masse de liant à ajouter aux RPC à base de résidus RW afin de maintenir le W/B initial.	199
Figure 5.2 Impact de la muscovite sur le seuil de cisaillement des mélanges de RPC à un affaissement donné : a) RPC à base de résidus RW et b) RPC à base de résidus RL.....	200
Figure 5.3 Effet de la muscovite et du pourcentage solide sur la surface entre les rhéogrammes ascendante et descendant pour des recettes de mélange de RPC à base de résidus RW avec C_w de : a) 70%, b) 72%, et c) 74%.	201
Figure 5.4 Effet de la muscovite et du pourcentage sur la surface entre les rhéogrammes ascendants et descendants pour des recettes de mélange de RPC à base de résidus RL à C_w de : a) 71% et b) 73%.	202
Figure 5.5 Effet du pourcentage solide et de la teneur en muscovite sur l'hystérésis des mélanges de RPC à base de résidus: a) RW et b) RL.....	203
Figure 5.6 Effet de la teneur en muscovite et de C_w sur la Constante K du modèle Herschel-Bulkley pour des mélanges de RPC à base de résidus RW (courbes continues) résidus RL (courbes discontinues).....	204
Figure 5.7 Impacts du pourcentage solide et de la teneur muscovite sur l'indice n_c du modèle rhéologique de Cross pour des mélanges de RPC à base de résidus RW (courbes continues) et RL (courbes discontinues).....	205
Figure 5.8 Effet du type de liant sur l'affaissement au cône d'Abrams des mélanges de RPC..	206
Figure 5.9 Impact du type de liant sur le seuil de cisaillement des RPC à base de résidus miniers RL (15% de muscovite).....	207
Figure 5.10 Influence du pourcentage solide sur : a) le seuil de cisaillement, b) l'indice d'écoulement et c) la viscosité dynamique à l'infini pour des mélanges de RPC à base de résidus RL contenant différentes teneurs en muscovite X : RPC à base de ciment HE (courbes continues) et b) RPC à base de liant GU/Slag (courbes discontinues).....	209
Figure 5.11 Résultats des essais rhéologiques sur des pâtes de muscovite pure à différents pourcentages solides: a) rhéogrammes et b) courbes de viscosité dynamique.	211

Figure 5.12 Effet du pourcentage solide sur des pâtes de muscovite pure sur : a) le seuil de cisaillement, b) l'indice d'écoulement n du modèle Herschel-Bulkley et c) la viscosité plastique de Bingham.	212
Figure 5.13 Résultats des essais rhéologiques sur des pâtes de muscovite pure (avec C_w autour de 71.7%) dont la granulométrie varie, sous forme de : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité dynamique.	213
Figure 5.14 Effet du $P_{20\mu m}$ sur : a) le seuil de cisaillement Bingham, b) l'indice d'écoulement du modèle Hersche-Bulkley et c) la viscosité plastique de Bingham des pâtes de muscovite pures.	214
Figure 5.15 Résultats des essais rhéologiques sur la muscovite cimentée et un mélange de RPC en termes de : a) rhéogrammes b) courbes de viscosité dynamique.	216
Figure A.1 Affaissement au cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite X pour des mélanges de RPC avec 5% HE à base de résidus RL.	240
Figure C.1 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 0=14% de muscovite.	249
Figure C.2 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 14% de muscovite.	250
Figure C.3 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 14% de muscovite.	251
Figure C.4 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 16% de muscovite.	252
Figure C.5 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 16% de muscovite.	253
Figure C.6 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 16% de muscovite.	254
Figure C.7 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 18% de muscovite.	255

Figure C.8 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 18% de muscovite.	256
Figure C.9 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 18% de muscovite.	257
Figure C.10 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 20% de muscovite.	258
Figure C.11 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 20% de muscovite.	259
Figure C.12 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 20% de muscovite.	260
Figure C.13 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 22% de muscovite	261
Figure C.14 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 22% de muscovite.	262
Figure C.15 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 22% de muscovite	263
Figure C.16 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 24% de muscovite.	264
Figure C.17 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 24% de muscovite.	265
Figure C.18 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 24% de muscovite.	266
Figure D.1 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 15% de muscovite.	267
Figure D.2 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 15% de muscovite.	268

Figure D.3 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 15% de muscovite.	269
Figure D.4 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 17% de muscovite.	270
Figure D.5 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 17% de muscovite.	271
Figure D.6 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 17% de muscovite.	272
Figure D.7 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 17% de muscovite.	273
Figure D.8 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 19% de muscovite.	274
Figure D.9 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 19% de muscovite.	275
Figure D.10 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 21% de muscovite.	276
Figure D.11 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 21% de muscovite.	277
Figure D.12 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 21% de muscovite.	278
Figure D.13 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 23% de muscovite.	279
Figure D.14 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 23% de muscovite.	280
Figure D.15 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 23% de muscovite.	281

Figure D.16 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 25% de muscovite	282
Figure D.17 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 25% de muscovite.	283
Figure D.18 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 25% de muscovite.	284
Figure E.1 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 68% solide.	285
Figure E.2 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 70% solide.	285
Figure E.3 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide	286
Figure E.4 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 74% solide.	286
Figure E.5 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 76% solide.	287
Figure E.6 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 31%.	287
Figure E.7 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 50%.	288
Figure E.8 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 56%.	288
Figure E.9 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 57%.	289
Figure E.10 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 63%.	289
Figure F.1 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 67,5% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité.....	290
Figure F.2 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 69,4% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité.	290

Figure F.3 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 71,5% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité. 291

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

RPC	Remblai en pâte cimenté
RR	Remblai rocheux
RRC	Remblai rocheux cimenté
RRCS	Remblai rocheux cimenté avec sable
RSCS	Remblai de stériles cimenté avec sable
RW	Résidus de la mine Wetswood
RL	Résidus de la mine LaRonde
X	Pourcentage de muscovite (%)
X_i	Pourcentage initial de muscovite (%)
X_f	Pourcentage final de muscovite (%)
C_w	Percentage solide massique (%)
C_v	Percentage solide volumique (%)
B_w	Proportion massique de liant (%)
B_v	Proportion volumique de liant (%)
w	Teneur en eau (%)
α	Pourcentage solide de muscovite incorporé dans le mélange de RPC (%)
β	Pourcentage solide de muscovite incorporé dans le mélange de RPC (%)
G_s	Densité des grains solides (-)
S_s	Surface spécifique (m ² /g)
ΔM_{mu}	Masse de muscovite ajoutée (g)
M_{s-t}	Masse des résidus secs (g)
M_{t-w}	Masse des résidus humides (g)

D_{10}	Diamètre correspondant 10% du passant cumulé sur la courbe granulométrique (μm)
D_{30}	Diamètre correspondant 30% du passant cumulé sur la courbe granulométrique (μm)
D_{50}	Diamètre correspondant 50% du passant cumulé sur la courbe granulométrique (μm)
D_{60}	Diamètre correspondant 60% du passant cumulé sur la courbe granulométrique (μm)
D_{90}	Diamètre correspondant 90% du passant cumulé sur la courbe granulométrique (μm)
C_u	Coefficient d'uniformité (-)
C_c	Coefficient de courbure (-)
$P_{20\mu\text{m}}$	Pourcentage de particule inférieur à $20\mu\text{m}$ (%)
$P_{80\mu\text{m}}$	Pourcentage de particule inférieur à $80\mu\text{m}$ (%)
M2	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 2 minutes à 300tr/min
M4	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 4 minutes à 300tr/min
M6	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 6 minutes à 300tr/min
M7	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 7 minutes à 300tr/min
M8	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 8 minutes à 300tr/min
M10	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 10 minutes à 300tr/min
M12	Poudre de muscovite pulvérisée pendant 12 minutes à 300tr/min
P_{R-d}	Passant volumique cumulé du des résidus pour un diamètre donné d (%)
P_{M-d}	Passant volumique cumulé de la muscovite pour un diamètre donné d (%)
$P_{\text{mix-d}}$	Passant volumique cumulé du du mélange de résidus avec amendement de muscovite pour un diamètre donné d (%)
$P_{\text{mineral-i}}$	Proportion initiale du minéral i dans les résidus (%)
$P_{\text{mineral-f}}$	Proportion finale du minéral i dans le mélange résidus -muscovite (%)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s^{-1})
τ	Contrainte de cisaillement (Pa)
γ	Déplacement ou déformation (-)

τ_0	Seuil de cisaillement (Pa)
η	Viscosité dynamique (Pa.s)
ν	Viscosité cinématique (m ² /s)
η_∞	Viscosité dynamique à l'infini de Cross (Pa.s)
K_B ou η_B	Viscosité dynamique Bingham (Pa.s)
K_{HB}	Constante de consistance du modèle Herschel-Bulkley (Pa.s ⁿ)
n	indice d'écoulement du modèle Herschel-Bulkely (-)
n_c	indice d'écoulement du modèle Cross (-)
ρ	Masse volumique (g/cm ³)
ζ	Zêta potentiel
p.i.é	Point isoélectrique (-)
PZC	Point de charge zéro (valeur de pH)
pH	Potentiel hydrogène (valeur de pH)
Eh	Potentiel redox (mV)
GU	Ciment Portland à usage courant
Slag	Laitier de haut fourneaux
GU/Slag	Liant binaire à base de ciment 20% de GU et 80% de Slag
HE	Ciment Portland de haute performance

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A Recettes des mélanges.....	237
ANNEXE B Article de conférence	241
ANNEXE C Rhéogrammes : RPC à base de résidus RW.....	249
ANNEXE D Rhéogrammes : RPC à base de résidus RL.....	267
ANNEXE E Rhéogrammes : Pâtes de muscovite pure	285
ANNEXE F Effet de la muscovite sur les rhéogrammes des RPC à base de ciment HE	290

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte

Le secteur minier a historiquement joué un rôle de première importance dans l'évolution économique, politique et sociale du Québec. Couvrant une superficie de $1,668 \times 10^6$ km², la province recèle une diversité de ressources minières, principalement concentrées dans les régions de l'Abitibi-Témiscamingue, de la Côte-Nord et du Nord-du-Québec (ISQ, 2018).

L'exploitation des métaux précieux et de base, dont la rareté et les coûts ne cessent d'augmenter, est fortement influencée par la croissance de la demande mondiale pour ces matières premières. Cependant, l'extraction minière génère une quantité substantielle de rejets miniers (roches stériles et rejets de concentrateur couramment appelés résidus miniers). Ces rejets solides sont majoritairement stockés en surface, en halde pour les roches stériles, ou confinés dans des parcs à résidus par des digues pour les résidus miniers. Selon la paragenèse minérale du minerai traité, ces rejets peuvent contenir des sulfures métalliques qui, en réagissant avec l'eau et l'oxygène de l'air, peuvent générer le drainage minier acide (DMA) ou dans certains cas le drainage neutre contaminé (DNC). Malgré les retombées économiques positives de l'industrie minière, une gestion inadéquate de ces rejets peut alors entraîner des répercussions désastreuses sur l'environnement (perturbation chimique des réseaux hydrographiques et des nappes d'eaux souterraines, déstabilisation des écosystèmes faune et flore).

Les résidus miniers sont généralement entreposés sous forme de pulpe « slurry », avec des pourcentages solides massiques (C_w) compris entre 25% et 45% (Bussiere, 2007). Cependant, ce mode d'entreposage présente des risques d'instabilité hydrogéotechnique, pouvant conduire à la rupture des digues de rétention. Pour pallier ces problèmes, certaines compagnies minières adoptent de plus en plus le dépôt de rejets miniers densifiés (rejets épaissis, en pâte ou filtrés), l'eau étant le principal facteur d'instabilité. Il est également envisageable de solidifier/stabiliser les résidus densifiés déposés en surface à l'aide de liants. Les rejets miniers densifiés solidifiés/stabilisés offrent l'avantage de réduire la formation de DMA, de fournir une certaine résistance mécanique et d'améliorer les caractéristiques hydrogéologiques en termes de perméabilité, fissuration et rétention (Deschamps et al., 2009).

De plus, une approche innovante, appelée remblayage minier en pâte cimenté, permet de diminuer jusqu'à 50% les volumes de résidus à entreposer en surface (Paynter & Dodd, 1997). Le remblai en pâte cimenté (RPC) est élaboré à partir de résidus miniers filtrés, de liant et d'eau de mélange (gâchage). Le remblayage souterrain vise à assurer une stabilité structurale pour le maintien des masses rocheuses autour des zones exploitées (vides), renforçant ainsi la sécurité du personnel, du matériel et des infrastructures en surface contre divers incidents susceptibles de compromettre la stabilité du terrain. Cette consolidation des mines permet la récupération des piliers de minerai économiquement exploitables qui agissaient comme supports (Belem et al., 2000; Benzaazoua et al., 2002; Hassani & Archibald, 1998).

Bien que le remblayage réduise les coûts liés aux taxes environnementales associées aux volumes de résidus miniers à stocker en surface dans les parcs à résidus, il convient de noter que l'utilisation de liants accroît les dépenses opérationnelles. Le liant est l'élément le plus onéreux de l'opération de remblayage minier. En effet, Belem et al. (2003) ont indiqué que les coûts de remblayage minier cimenté représentent généralement 20% du coût total des opérations minières et les coûts de liants représentent 75% des coûts de remblayage au Canada. Wang et al. (2021) indiquent que les coûts de remblayage minier cimenté représentent généralement 25–40% du coût total des opérations minières en Chine et les coûts des agents cimentaires représentent environ 70 à 80 % des coûts de remblayage. C'est pour cette raison que les entreprises minières poursuivent leurs efforts pour développer et rechercher des liants alternatifs moins coûteux, tout en répondant aux exigences des conceptions de remblai en termes de rhéologie et de résistance mécanique (Peyronnard & Benzaazoua, 2012).

Bien que la propriété recherchée pour les RPC soit sa résistance mécanique, exprimée en termes de résistance à la compression uni-axiale, la rhéologie de ces matériaux est aussi importante. Le transport du RPC de l'usine de préparation vers les chantiers excavés à remplir s'effectue généralement par pipelines et trous de forage. Ce transport des RPC (comme d'ailleurs pour plusieurs autres fluides) est gouverné par leur consistance et leurs propriétés rhéologiques qui permettent un transport par gravité, ou par pompage et gravité combinés (Thomas, 1979). Il est essentiel d'éviter les phénomènes de bouchon sur les lignes de distribution du RPC, phénomènes qui représentent 35 % de l'ensemble des problèmes inhérents à la technologie de remblayage en

pâte cimenté, et 65 % des problèmes spécifiques au transport (De Souza et al., 2003). C'est pour ces raisons qu'un design approprié de la ligne de distribution est requis. Des essais d'écoulement en boucles restent le meilleur outil pour ce design (Clark et al., 1995; Kalonji et al., 2023; Liu, H.-l. et al., 2021; Qi et al., 2020). Néanmoins, il n'est pas possible de faire ce genre d'essais coûteux chaque fois que les propriétés physiques, chimiques et minéralogiques du RPC changent. Le design permettant d'estimer les pertes de charge les pressions de pompage à partir des propriétés rhéologiques des RPC et de modélisations numériques (Kalonji et al., 2023; Qi et al., 2020) devient une solution alternative et moins coûteuse par rapport à la réalisation des essais d'écoulement en boucle.

1.2 Problématique

Comme précédemment mentionné, la composition du RPC résulte d'un mélange de résidus filtrés, de liant et d'eau (Benzaazoua et al., 2004; Landriault, 1995). Le choix du type de liant ajouté au mélange, à un pourcentage B_w (masse du liant par rapport à la masse sèche des solides dans le RPC), est crucial pour atteindre une résistance mécanique désirée. Ce pourcentage de liant B_w se situe généralement entre 3 et 10 % (Benzaazoua et al., 2003; Brackebusch, 1995; Tariq & Yanful, 2013). De même, le type d'eau de mélange (eau fraîche, eau de lac ou eau de procédé recyclée) et sa quantité sont des facteurs déterminants pour obtenir une consistance spécifique, généralement exprimée en termes d'affaissement au cône d'Abrams, avec un intervalle typique entre 6 et 10 pouces (15,2 et 25,4 cm) (Belem & Benzaazoua, 2008; Benzaazoua et al., 2003; Landriault, 2006).

Si ces derniers paramètres sont relativement contrôlables dans le processus de fabrication du RPC, ce n'est pas le cas pour les résidus miniers qui peuvent présenter une grande variabilité au fil du temps lors des opérations de remblayage minier. En effet, une mine peut produire des résidus miniers ayant des caractéristiques physiques (granulométrie qui dépend de la maille de libération, densité relative des grains solide, surface spécifique), chimiques et minéralogiques différentes au cours de son exploitation. C'est la variabilité minéralogique qui retiendra notre attention dans cette étude, en particulier la variabilité de la teneur en phyllosilicates dans les résidus, et notamment la muscovite (séricite) qui appartient au groupe des micas. La présence de muscovite est courante dans les districts miniers du Québec (Amri et al., 2023; Benzaazoua et al., 2008; Ethier et al., 2018; Ouffa, 2019). Plusieurs auteurs ont établi que la présence de muscovite dans le minerai aurifère de

ces sites miniers était dû à une altération hydrothermale caractéristique telle que la séricitisation (Couture & Goutier, 1996; Dubé et al., 2007; Phillips, 1986).

Dans le domaine des bétons et des mortiers, il est bien connu que les phyllosilicates libres, notamment ceux du groupe des micas, peuvent être préjudiciables (la muscovite libre plus que la biotite libre) en ce qui concerne l'absorption d'eau, la consistance et la résistance de ces matériaux cimentaires (Danielsen & Rueslåtten, 1984; Khoshkbijari et al., 2020; Mshali & Visser, 2012; Xue et al., 2022). Il est largement reconnu que la présence de phyllosilicates tels que la muscovite peut significativement influencer la rhéologie des matériaux cimentaires. Dans le cas de pâtes de ciment fraîches contenant un superplastifiant de type polycarboxylate, la muscovite nuit fortement la capacité de dispersion du superplastifiant, entraînant une perte de fluidité et une augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique de la pâte (Chi et al., 2024). La muscovite ou les phyllosilicates en général sont caractérisés par un arrangement cristallographique unique. Ces minéraux se présentent sous une morphologie planaire où les cristaux se succèdent en feuillets (Radoslovich, 1960). Cependant, les autres familles de silicates ne présentent pas cet habitus et tendent à former des grains dont la forme dépend du système de cristallisation (Liebau, 2012).

Cette forme typique confère à la muscovite en suspension une anisotropie électrostatique particulière retrouvée dans beaucoup d'autres phyllosilicates tandis que les autres familles minérales sont isotropes (Burdukova et al., 2007; Carty, 2001; Miller et al., 2007; Van Olphen & Hsu, 1978). Cette anisotropie électrostatique affecte le type d'interactions entre les particules de muscovite. Selon Luckham et Rossi (1999) et Rand et Melton (1977), trois modes principaux d'association des particules peuvent se produire pour les minéraux planaires dépendamment du pH: les associations face-face, bord-face, et bord-bord. Les propriétés rhéologiques sont influencées par ces interactions interparticulaires ainsi que par l'eau absorbée et/ou adsorbée par les feuillets (Burdukova et al., 2008; Burdukova et al., 2007; Leroy & Revil, 2009; Ndlovu et al., 2011a; Ndlovu et al., 2011b).

À ce jour, très peu de travaux de recherche ont été menés sur l'impact de la minéralogie des résidus miniers sur la consistance, et les propriétés rhéologiques des RPCs. Il est donc concevable que la présence de phyllosilicates libres dans les résidus, en particulier de la muscovite libre, puisse avoir un impact négatif sur les propriétés rhéologiques et la résistance mécanique des RPCs. L'impact

négatif sur les propriétés rhéologiques peut entraîner une demande élevée en énergie de pompage dans le but d'éviter un blocage du pipeline. Étant donné que les teneurs de muscovite peuvent varier avec le temps, l'application d'une même recette de RPC définie par un affaissement au cône standard (déterminée lors d'essais d'écoulement en boucle) n'est pas idéale. Ces mélanges devraient être accompagnés de la vérification récurrente de l'affaissement et de la minéralogie pour être à mesure d'apporter toute correction de la recette. La connaissance des propriétés rhéologiques peut aussi apporter un complément d'information pour une meilleure compréhension de l'effet de cette variation minéralogique.

1.3 Objectifs de recherche

L'objectif de cette étude est de déterminer l'impact de la teneur en muscovite libre (X) dans les résidus ($X = \text{masse de muscovite sèche} / \text{masse des résidus secs}$) sur la consistance et les propriétés rhéologiques des mélanges de RPCs. Pour cela, plusieurs étapes de travail en découlent :

- Conditionnement de la muscovite : la muscovite qui va être ajoutée aux mélanges de RPC doit avoir une granulométrie similaire ou proche de celle des résidus miniers, dans l'intérêt de limiter l'influence de cette variable sur les résultats.
- Réalisation d'essais de consistance et d'analyses rhéologiques sur des mélanges de RPC préparés en utilisant ces résidus miniers, de l'eau du robinet, des teneurs en muscovite qui varient et deux types de liants (GU/Slag et HE).
- Formulation de directives opérationnelles pour aider les responsables des opérations de remblayage minier souterrain à prendre en compte la variabilité de la muscovite dans les résidus sur le rapport eau-liant du RPC.

1.4 Hypothèse de recherche

Trois hypothèses sous-tendent les objectifs spécifiques ci-dessus :

- Si des résidus miniers et de la poudre de muscovite ont des courbes granulométriques relativement identiques, l'ajout de muscovite aux résidus ne modifie pas la granulométrie des résidus.

- La muscovite, avec sa morphologie planaire et son anisotropie de charge de surface induirait une réduction de l'affaissement des mélanges de RPC et une augmentation des propriétés rhéologiques tel que le seuil de cisaillement, et la viscosité dynamique en raison de la sorption de l'eau et la tendance à la floculation des feuilles de muscovite.
- Pour atteindre un affaissement donné, l'augmentation des teneurs en muscovite provoquerait une hausse du rapport eau/liant, ce qui se traduit par l'ajout d'une quantité d'eau au mélange de RPC.

1.5 Plan du mémoire

Ce mémoire est structuré en six chapitres. Le chapitre 1 présente le contexte, les problématiques, les besoins de recherche, ainsi que les objectifs et hypothèses du projet. Le chapitre 2 est consacré à une revue de littérature variée approfondissant la compréhension du sujet, abordant notamment le remblayage minier, la rhéologie, la minéralogie des phyllosilicates (muscovite) et le comportement électrophorétique des particules en suspension en lien avec la rhéologie des phyllosilicates. De plus, ce chapitre 2 parle de l'influence des micas sur la résistance mécanique et la rhéologie des matériaux cimentaires. Le chapitre 3 détaille la caractérisation des matériaux utilisés pour les essais et les méthodes expérimentales appliquées. Le chapitre 4 est consacré à la présentation des résultats des essais expérimentaux sous forme d'un article de revue. Le cinquième chapitre est réservé aux discussions des résultats, mettant l'accent sur leur compréhension par l'ajout d'études confirmant certaines observations. Enfin, le chapitre 6 présente la conclusion générale ainsi que les recommandations.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une revue de littérature qui englobe des notions sur la gestion des rejets miniers en plus d'aborder les connaissances de base du remblayage minier, en définissant chaque type de remblai minier, et plus particulièrement le RPC qui fait l'objet de notre recherche. On survolera les différentes méthodes de contrôle qualité des RPC en termes de consistance et de ces propriétés rhéologiques. De plus, quelques notions théoriques en rhéologie ainsi que les méthodes de mesure. Étant donné que les propriétés rhéologiques et mécaniques des RPC dépendent de plusieurs variables intrinsèques aux ingrédients qui les composent, l'influence de certains de ces facteurs sur la rhéologie des RPC sera discutée. Aussi, ce chapitre introduira la minéralogie des phyllosilicates, dont la muscovite qui sera la variable principale de notre sujet de recherche. On survolera aussi, les propriétés électrophorétiques des particules minérales en suspension ainsi que la rhéologie de suspension de muscovite et les propriétés de sorption de ce minéral. Finalement, l'impact de ces minéraux planaire sur les propriétés mécaniques et rhéologiques de différents matériaux cimentaires (bétons, mortiers et RPC) est présenté.

2.1 Gestion des rejets miniers en surface

L'exploitation minière engendre de manière continue des rejets durant son exploitation, et la gestion appropriée de ces matériaux problématiques constitue un défi majeur pour les entreprises minières, visant à minimiser leur impact environnemental. Comme illustré dans la figure 2.1, ces rejets comprennent d'une part les roches stériles et d'autre part les rejets de concentrateurs, résultant du traitement du minerai, communément appelés résidus miniers.

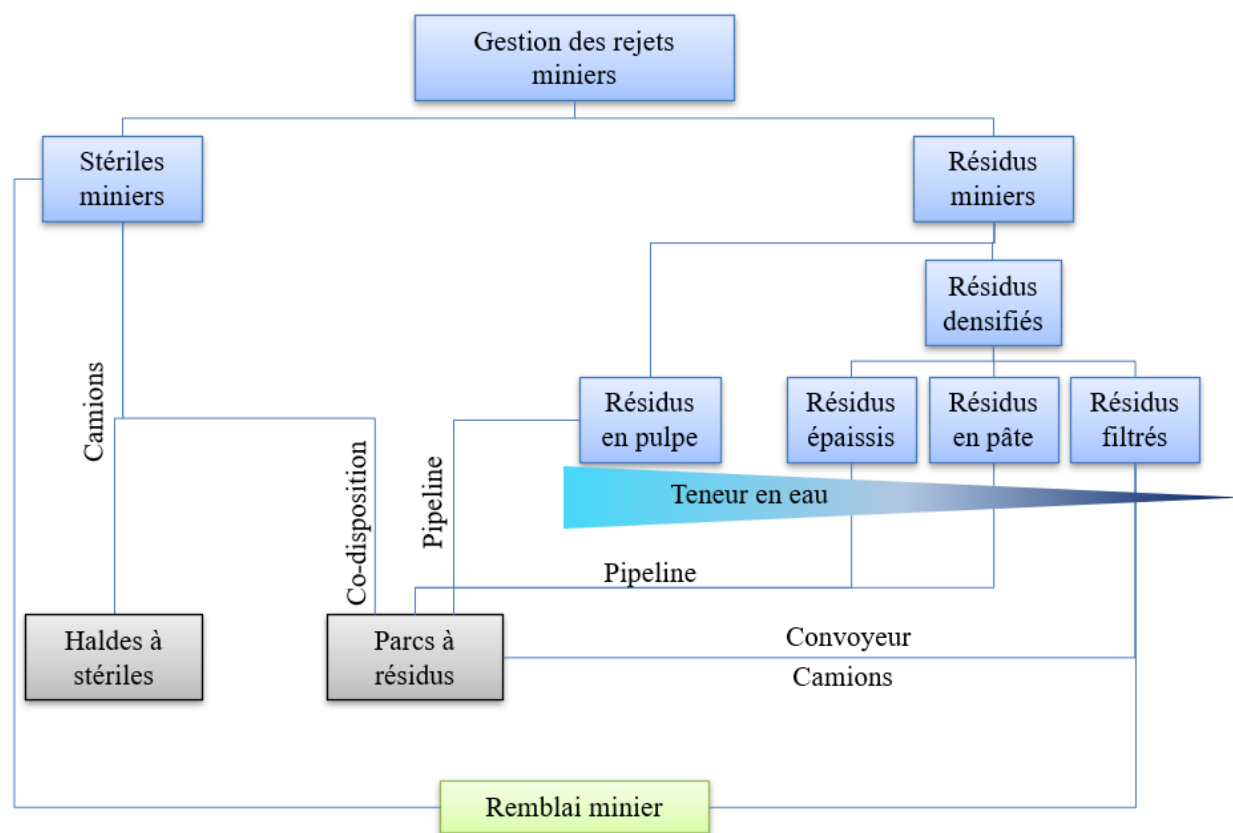


Figure 2.1 Organigramme de gestion des rejets miniers.

2.1.1 Roches stériles

Les stériles sont constitués principalement par l'encaissant de la minéralisation, pouvant également contenir du minerai non économique. Ces matériaux comprennent une large répartition granulométrique, s'étendant des particules fines micrométriques à des blocs métriques. Les stériles, en tant que type de rejets miniers sont transportés depuis les sites d'extraction par camion ou convoyeur et sont entreposés en surface sous forme de halde, selon divers modes d'entreposage (Aubertin et al., 2002a; Aubertin et al., 2002c; Fala, 2003; Morin, 1990).

La quantité de stériles extraits dépend principalement du type d'exploitation minière, qu'il s'agisse d'une exploitation à ciel ouvert ou souterraine. Ces stériles peuvent être utilisés en co-disposition

avec les résidus en raison de leur conductivité hydraulique saturée élevée. Les stériles miniers sont soit mélangés aux résidus (Gowan et al., 2010; Wickland et al., 2010; Wickland et al., 2006; Wilson et al., 2000) ou inclus au sein des parcs à résidus afin de favoriser le drainage de ces derniers (Aubertin et al., 2002a; James et al., 2013).

2.1.2 Résidus miniers

Les résidus miniers sont conventionnellement déposés dans les parcs à résidus ceinturés par des digues sous forme de pulpe ou de "slurry", avec des pourcentages solides massiques (C_w = Masse de solide/masse totale des résidus) compris entre 25% et 45% selon Bussière (2007), ou des pourcentages solides volumiques (C_v = volume des solides/volume total du RPC) inférieurs à 40%, conformément aux observations de Pullum (2007). La figure 2.2 montre la masse de résidus miniers déposée entre 1915 et 2019 à travers le monde. On observe une augmentation drastique du dépôt de résidus miniers dans le monde.

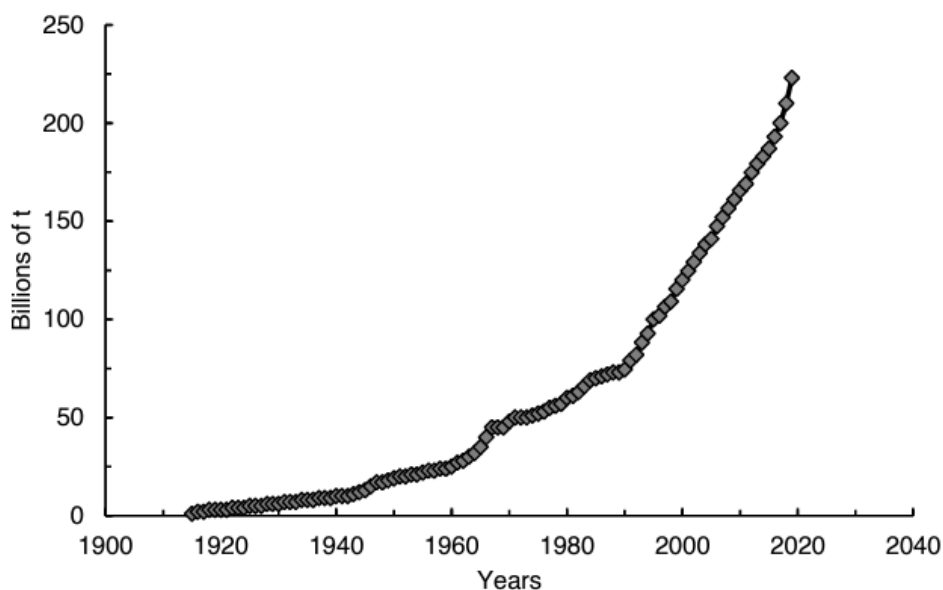


Figure 2.2: Le dépôt cumulé de résidus entre 1915 et 2019 (modifié d'après WMTW, 2020).

La fraction solide de ces résidus se compose de roches finement broyées, caractérisées par un diamètre de grains aligné sur la maille de libération, une propriété propre à chaque minéral. Du

point de vue minéralogique, ces résidus renferment des minéraux économiquement non rentables présents dans le minerai traité (silicates, sulfures, carbonates, sulfosels,). On peut aussi retrouver les minéraux ou métaux utiles, mais à des teneurs en dessous de la teneur de coupure.

Cependant, le mode de stockage en pulpe riche en eau présente des risques d'instabilité hydro-géotechnique pouvant conduire à la rupture des digues de retenue. Pour remédier à ces problèmes, certaines compagnies minières adoptent de plus en plus le dépôt de résidus miniers densifiés. C'est une approche introduite initialement par Robinski en 1975, qui implique l'extraction d'une quantité déterminée d'eau à partir des résidus miniers en pulpe à l'aide d'équipements qui dépendent de la valeur C_w visée. Ce processus permet de réduire la ségrégation des grains, de mieux contrôler les tassements, et d'augmenter la stabilité parcs à résidus (Melis, 1983; Newman et al., 2001; Robinsky et al., 1991). Il existe trois principaux types de résidus densifiés (voir figure 2.1), et leur classification la plus simpliste est fondée sur le pourcentage solide massique (Crowder, 2004; Jewell, 2010; Martin et al., 2006).

Les résidus épaissis sont obtenus à l'aide d'un épaississeur conventionnel, ce qui va amener les résidus à un C_w entre 45% et 70%. Le choix des dimensions de l'épaississeur dépend de plusieurs paramètres (Coe, 1916). Les résidus en pâte quant à eux sont obtenus après leur passage dans un épaississeur à haut rendement ou haute densité jusqu'à C_w entre 70% et 85%. Enfin, les résidus miniers filtrés sont obtenus après le passage des résidus épaissis à travers des filtres à disque ou une presse filtrante jusqu'à C_w supérieur à 85%. Contrairement, aux résidus en pulpe, épaissis ou en pâtes, ces derniers sont transportés en convoyeur ou en camion et non par pipeline. Les résidus filtrés sont utilisés généralement pour la confection des RPC, car leurs très faibles teneurs en eau initiale nous permettent de mieux contrôler le pourcentage solide ($\%C_w$) et par conséquent la consistance voulue.

2.1.3 Problématique du drainage minier acide

Les résidus miniers peuvent être potentiellement générateurs d'acide en raison de plusieurs processus géochimiques. Ces processus consistent en l'oxydation et l'hydrolyse des sulfures de fer présents dans les résidus miniers, à titre d'exemple, la pyrite, la marcassite et la pyrrhotite. La

figure 2.3 donne un exemple du processus d'oxydation de la pyrite (minéral sulfureux le plus abondant dans la nature) et de formation du drainage minier acide (DMA).

L'oxydation de la pyrite débute par une réaction directe en phases (I) et (II), où une mole de pyrite réagit avec le dioxyde d'oxygène pour produire 2 moles d'acide et 1 mole de fer ferreux (Fe^{2+}). Le fer ferreux produit (Fe^{2+}) s'oxyde à son tour pour donner du fer ferrique (Fe^{3+}). Par la suite, sous certaines conditions de pH et d'Eh, ce fer ferrique précipite en réaction avec l'eau sous forme d'hydroxyde de fer, dégageant 3 moles d'acide. À ce stade surviennent les réactions indirectes en phase (III), où le fer ferrique produit par les phases précédentes réagit vivement avec la pyrite, jouant le rôle d'oxydant même en l'absence d'oxygène, et produisant 8 fois plus d'acide. Il initie ainsi le drainage minier acide, mobilisant des éléments traces métalliques tels que le Fe, Zn, Cd, Pb, As, Hg, Sb, Cu, contenus dans ces résidus miniers. Ces éléments peuvent se retrouver dans divers environnements, se complexifiant et s'amalgamant aux molécules organiques, créant ainsi un danger pour les écosystèmes.

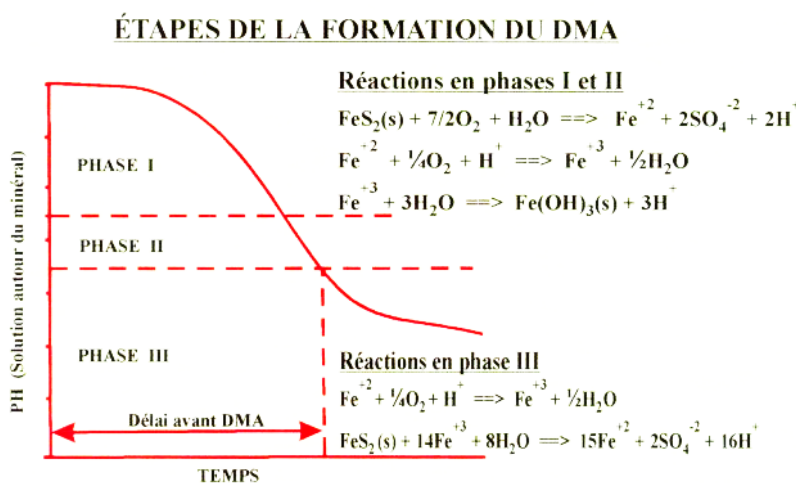


Figure 2.3 : Étapes de la formation du DMA (Aubertin et al., 2002a).

Actuellement, plusieurs méthodes ont été développées pour atténuer l'oxydation de ces résidus acidogènes. Ces approches visent généralement à éliminer au moins l'un des trois facteurs responsables de la génération du DMA, à savoir le dioxygène (O_2), les sulfures et l'eau (H_2O). Parmi ces méthodes, on retrouve celles qui visent à réduire la diffusion de l' O_2 dans les résidus avec l'utilisation de recouvrements multicouches avec les couvertures à effet de barrière capillaire

(CEBC), de recouvrements monocouches avec nappe surélevée et les couvertures en eau. On retrouve aussi des méthodes qui réduisent l'eau en utilisant des recouvrements comportant au moins une couche de faible conductivité hydraulique ($k_{\text{sat}} < 10^{-9}$ m/s; tel que les argiles compactées, les géocomposites bentonitiques et les géomembranes (Bissière & Guittony, 2020). Dans certains cas, il est possible d'éliminer l'agent acidogène c'est-à-dire les sulfures par désulfuration. Il a été constaté qu'avec l'enlèvement suffisant de sulfures à l'usine de concentration du minerai, la quantité de DMA provenant des matériaux désulfurés sera négligeable (Bussière et al., 1995).

2.2 Remblais miniers

Le remblayage minier est une pratique incontournable au sein des stratégies de gestion des rejets miniers concernant les mines souterraines, s'inscrivant de manière routinière et intégrale dans le cycle minier. Cette méthode revêt une importance cruciale en optimisant l'efficacité opérationnelle tout en minimisant l'impact des rejets miniers potentiellement générateurs de DMA ou de DNC en surface. Dans le contexte actuel du paysage minier, la conformité à la législation environnementale dicte l'adoption de telles pratiques, conférant ainsi au remblayage minier un rôle essentiel au sein des opérations minières.

Le remblayage minier présente plusieurs avantages, notamment la réduction significative du volume des stériles en surface, dans le cas du remblai rocheux. De plus, la diminution des résidus miniers riches en sulfures à stocker dans les parcs à résidus dans le cas des RPC (près de 50% des résidus peuvent être retournés sous terre) (Paynter & Dodd, 1997). Cette réduction des résidus miniers en surface contribue à diminuer la pression sur les digues, réduisant ainsi le risque de rupture et minimisant les coûts associés à la gestion des parcs à résidus (Aubertin et al., 2002b). Le rôle principal du remblayage souterrain est d'assurer une stabilité structurale pour le maintien des masses rocheuses autour des zones exploitées (chantiers vides), renforçant ainsi la sécurité du personnel, du matériel et des infrastructures contre divers incidents susceptibles de compromettre la stabilité de terrain. Le remblayage minier permet la récupération des piliers de minerai économiquement exploitables qui agissaient comme supports (Belem et al., 2000; Benzaazoua et al., 2002; Benzaazoua et al., 2008; Hassani & Archibald, 1998; Mitchell, 1989b).

2.2.1 Types de remblais miniers les plus utilisés

Trois types de remblai minier existent : le remblai hydraulique, le remblai en pâte cimenté et le remblai rocheux. Ces deux dernières méthodes sont les plus convoitées par les mines.

2.2.1.1 Remblai rocheux

Le remblai rocheux (RR) se compose de roches concassées ou non, ayant pour origine les stériles miniers, qui sont généralement placés sans l'utilisation d'agents liants dans les excavations de galeries souterraines. Le RR est parfois utilisé dans des ouvertures sélectionnées nécessitant une pression de support passive pour les parois rocheuses. Le remblai rocheux peut représenter un matériau de remplissage relativement peu coûteux, rapide et relativement facile à placer in situ. Cependant, en raison de son caractère non consolidé, il offre une capacité de support au sol limitée aux parois des galeries et des piliers (Farsangi, 1996). Le remblai rocheux consolidé/cimenté (RRC), se compose d'agréats de roche de taille spécifique qui sont mélangés avec un coulis de ciment, généralement à une teneur de 5 % à 6 % en poids d'agrégat, avec un pourcentage solide allant de 50% à 60%. Ce type de remblai est capable d'exercer une pression active sur les parois de la galerie, fournissant non seulement un support au sol, mais aussi une amélioration de la résistance inhérente des parois rocheuses (Farsangi, 1996). Le RRCS est un remblai rocheux consolidé/cimenté contenant du sable. Ce matériau représente une combinaison de RRC avec des quantités variables de sable, généralement de 5 à 10% en poids. Pour des teneurs en ciment similaires à celles du RRC, le mélange ciment/sable peut être introduit simultanément avec la mise en place du RRC dans les galeries dans le but de remplir les vides dans l'agrégat rocheux ségrégué. Le RSCS est un remblai de stérile in situ consolidé/cimenté avec du sable). Avec cette forme de remblai en roche, les stériles peuvent être laissés en place dans les galeries pendant l'extraction du minerai et consolidés en versant un mélange de coulis de ciment/sable par-dessus qui va percoler à travers le remblai en roche. La proportion en ciment, en poids du mélange de sable/ciment, est d'environ 18% et présente un pourcentage solide de 55 à 60% (pour le coulis de ciment) et de 65 à 70% (pour le sable). La teneur totale en ciment est d'environ 5%. Le but du coulis ciment/sable est de consolider les stériles et d'améliorer le support au sol tout en réduisant la dilution du minerai (Farsangi, 1996).

2.2.1.2 Remblai hydraulique

Le remblai en pulpe, également connu sous le nom de remblai hydraulique, est la méthode la moins utilisée de nos jours au Québec mais il existe des mines qui utilisent ce type pour leur remblayage notamment en Australie et en Ontario (Liu, G. et al., 2017). C'est un mélange à faible pourcentage solide et hautement perméable composé d'agrégats et d'eau, en moyenne avec C_w entre 60% et 69 % de solides. Il est transporté dans des conduites à des vitesses élevées pour maintenir un écoulement turbulent, assurant ainsi que sa phase solide reste en suspension. Ce processus nécessite une quantité importante d'eau de transport pour faire circuler le remblai à travers le système de distribution minier, entraînant un drainage significatif depuis les chantiers d'extraction. Nécessitant la construction de barricades coûteuses pour résister à la contrainte et faciliter l'évacuation des eaux excédentaires, ainsi que l'exhaure de ces dernières (Bouzaïene, 1995). Le remblai hydraulique est généralement constitué de résidus grano-classés, triés par hydrocyclonage dans le but de réduire le pourcentage de particules inférieures à 10 μm . On peut utiliser du sable alluvial (remblai de sable) provenant de gisements naturels, seul ou en combinaison avec des résidus miniers. La présence ou l'absence de liant dépend de la fonction spécifique du remblai en pulpe. Il se distingue du remblai en pâte par sa composition intrinsèque et son régime de transport (Bouzaïene, 1995). Le rapport eau/ciment est très élevé, combiné à un fort taux de ségrégation par décantation, exerce un impact négatif sur la résistance mécanique et la rigidité du matériau après solidification. Cette problématique montre l'importance de trouver un équilibre approprié entre les proportions d'eau et de ciment dans la conception du remblai pour assurer à la fois une manipulation et une mise en place efficaces tout en garantissant des propriétés mécaniques optimales après durcissement et un faible risque de liquéfaction (Clark, 1988).

2.2.1.3 Remblai en pâte cimenté

Le remblai en pâte cimenté (RPC) se distingue comme une forme spécifique de remblai minier, caractérisée par une consistance similaire à celle d'une pâte. Son utilisation dépasse les avantages environnementaux, en agissant également comme un pilier secondaire offrant une résistance mécanique cruciale pour sécuriser les opérations minières souterraines et améliorer l'efficacité de la récupération du minerai (voir figure 2.4) (Belem & Benzaazoua, 2008), notamment dans les

méthodes chambre remblayée, sous-niveaux et abattage par long trou. Le processus de fabrication du RPC implique la combinaison méticuleuse de trois composants principaux: les résidus miniers, le liant, et l'eau de mélange (Benzaazoua et al., 2004; Landriault, 1995). L'association de ces composantes, selon des proportions préétablies, est cruciale pour obtenir un rapport optimal eau/ciment nécessaire à la conception déterminée. Étant donné que le liant représente l'élément le plus coûteux, la sélection minutieuse de son type et de ses proportions est effectuée avec discernement afin de maximiser l'efficacité sans compromettre l'intégrité de la mine. Le choix du type et de la proportion de chaque ingrédient joue un rôle déterminant dans le transport et l'acquisition de la résistance du RPC (Belem et al., 2000; Benzaazoua et al., 2002; Hassani & Archibald, 1998).

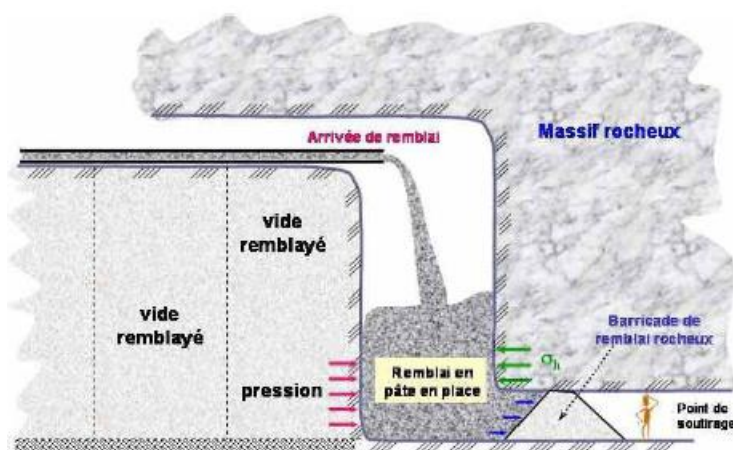


Figure 2.4 : Méthode de remblayage souterrain avec barricade (Belem et al., 2003).

2.2.2 Composition des RPC

Les mélanges de remblai miniers en pâte cimentés se composent principalement de trois ingrédients majeurs : les résidus miniers filtrés, un liant et de l'eau de mélanges.

2.2.2.1 Résidus filtrés

Les résidus miniers filtrés, en tant que principal ingrédient, ils sont employés dans la fabrication des RPC comme tout-venant. Afin de mieux les contrôler, il est possible de les caractériser en

fonction de diverses caractéristiques physiques, minéralogiques et chimiques. Ces caractéristiques, très variables dans le temps et l'espace, jouent un rôle crucial dans la formulation des recettes de mélanges. Ces dernières influent de manière positive ou négative sur les propriétés rhéologiques, la résistance mécanique, ainsi qu'un autre aspect essentiel de ces matériaux comme l'affaissement au cône d'Abrams. Une analyse approfondie de ces caractéristiques permet d'ajuster les paramètres du mélange pour atteindre les performances souhaitées dans le contexte spécifique de chaque projet.

La caractérisation physique englobe généralement la distribution granulométrique, la surface spécifique (S_s) et la densité relative des grains solides (G_s), le pourcentage solide massique (C_w) en relation avec la teneur en eau (w). Ces deux derniers paramètres sont nécessaires et permettent de formuler les différentes recettes de RPC à partir des données initiales des résidus utilisés.

Granulométrie

La distribution granulométrique est un aspect important qui permet de classer nos résidus par taille de grain. La figure 2.5 présente la granulométrie de différents résidus et la résistance à la compression des mélanges de RPC à base de derniers. Il est observé que les RPC préparés à partir de résidus présentant une distribution granulométrique étalée), démontrent une résistance accrue par rapport à ceux dont les résidus sont uniformes (Benzaazoua et al., 2003).

La quantité d'eau requise pour atteindre un affaissement visé dépend fortement de la granulométrie du résidu. En effet, plus un résidu est fin, plus il nécessite d'eau pour atteindre la consistance souhaitée (Benzaazoua et al., 2003). Cette observation souligne l'impact significatif de la granulométrie sur les propriétés et la manipulation des remblais cimentés, mettant en lumière l'importance de la classification des résidus dans le processus de conception du RPC.

En plus de la classification des tailles de grains, un autre aspect de la granulométrie influe beaucoup sur la rhéologie et la résistance mécanique des mélanges de RPC. Ce paramètre est le pourcentage de fines qui dans le domaine du remblai minier en pâte cimenté correspond aux particules inférieures à 20 μ m. Par opposition aux fines appliquées dans l'étude des sols en géotechnique représentée par les particules inférieures à 75 μ m ou passant au tamis #200. La figure 2.6 illustre qualitativement la résistance à l'écoulement du RPC en fonction du pourcentage de particules

inférieures à 20 μm dans les résidus utilisés pour leur fabrication. La résistance à l'écoulement atteint son minimum lorsque le $P_{20\mu\text{m}}$ est compris entre 15 % et 20 %. Dans cette plage, la courbe prend la forme d'une cloche, indiquant que la résistance à l'écoulement est la plus faible. En revanche, la résistance augmente en dehors de cette plage, tant en dessous de 15 % qu'au-dessus de 20 % de particules fines (Landriault et al., 1996)

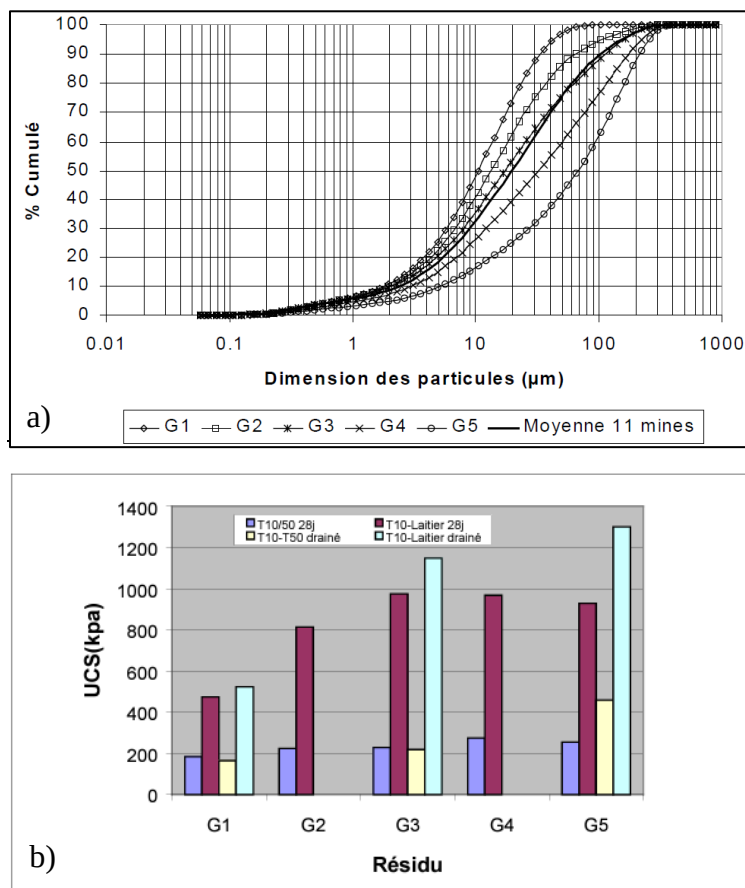


Figure 2.5 (a) courbes granulométriques de 5 résidus différents (b) Résistance la compression de RPC à base de 5 résidus à 4,5% de liant (Benzaazoua et al., 2003).

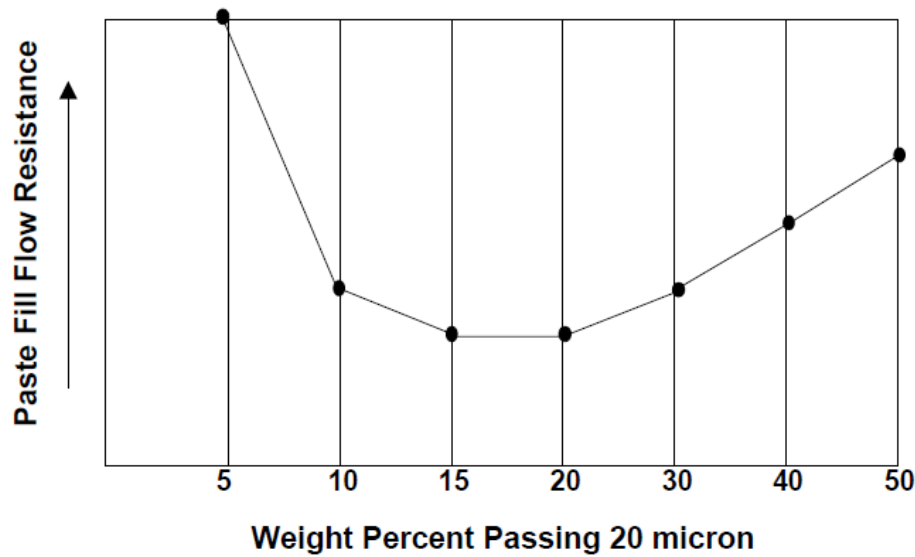


Figure 2.6 Influence du pourcentage de particules fines (P_{20}) sur la résistance à l'écoulement (modifié d'après (Landriault et al., 1996)).

L'étalement d'une distribution granulométrique peut être évalué à l'aide du coefficient d'uniformité (C_u). Ce coefficient est calculé suivant l'équation (2.1) (Terzaghi, 1925).

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (2.1)$$

où D_{60} est le diamètre des particules équivalent à 60% de passant et D_{10} est diamètre des particules équivalent à 10% de passant. Dans le cas où $C_u \leq 2$, la granulométrie est très serrée (uniforme), si $2 < C_u \leq 5$, la granulométrie est serrée, dans le cas où $5 < C_u \leq 20$, la granulométrie est semi-étalée. Quand $20 < C_u \leq 200$ et $C_u > 200$, la granulométrie est respectivement étalée et très étalée (McCarthy, 1988).

Le coefficient de courbure C_c est déduit de la courbe granulométrique des résidus par calcul suivant l'équation (2.2).

$$C_c = \frac{(D_{30})^2}{D_{10} \times D_{60}} \quad (2.2)$$

où D_{60} est le diamètre des particules équivalent à 60% de passant. Quand C_c est petit le D_{30} est

plus proche du D_{10} et dans le cas où le C_c est grand donc le D_{30} est proche du D_{60} (McCarthy, 1988).

Surface spécifique

La surface spécifique (S_m) est un paramètre crucial dans une multitude de domaines scientifiques et industriels. Elle est définie comme le rapport entre la surface totale des grains d'un matériau donné et la masse de ce matériau. Cette caractéristique est fondamentale pour comprendre et prédire le comportement des matériaux dans une série d'applications, notamment la catalyse, l'adsorption et les réactions chimiques à l'interface solide-gaz ou solide-liquide. La détermination de la surface spécifique à la masse est généralement effectuée à l'aide d'un analyseur de surface spécifique utilisant la méthode Brunauer, Emmett et Teller (BET) (Brunauer et al., 1938). La méthode BET est fondée sur la théorie de l'adsorption physique des gaz sur une surface solide, ce qui permet de mesurer la surface spécifique en fonction de l'adsorption d'un gaz, généralement de l'azote, à des températures cryogéniques. La méthode BET est basée sur l'adsorption multicouche, la quantité de gaz adsorbée étant mesurée à des pressions relatives variables. En appliquant la théorie BET, il est possible de déterminer la surface spécifique par unité de masse. Le modèle BET postule que l'adsorption se produit en plusieurs couches et que la chaleur d'adsorption pour chaque couche successive est constante et égale à la chaleur de liquéfaction du gaz adsorbé.

Densité relative des grains solides

La densité relative des grains solide D_R ou G_s est un autre paramètre physique indispensable qui dépend beaucoup de la minéralogie des résidus qui est en général entre 2.7 et 4. Cette propriété exerce un rôle important en termes de formulation des recettes de RPC sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des RPC et est calculée suivant la relation (2.3).

$$D_R = \frac{\rho_s}{\rho_w} = \frac{\gamma_s}{\gamma_w} \quad (2.3)$$

ou ρ_s et γ_s sont respectivement les masse et poids volumique des grains solides; ρ_w et γ_w sont respectivement les masse et poids volumique de l'eau.

La figure 2.7 présente la relation entre le pourcentage solide volumique (C_v) en fonction pourcentage solide massique des mélanges de RPC à 4,5% de liant binaire GU (ciment Portland à usage général/Slag (scories) pour différentes valeurs de G_s . On constate une relation linéaire positive entre C_v et C_w , aussi que la densité relative des grains solides des résidus impact beaucoup la densité des mélanges de RPC. Pour un C_v donné, plus la densité relative des grains solide du RPC est élevée, plus le C_w est grand.

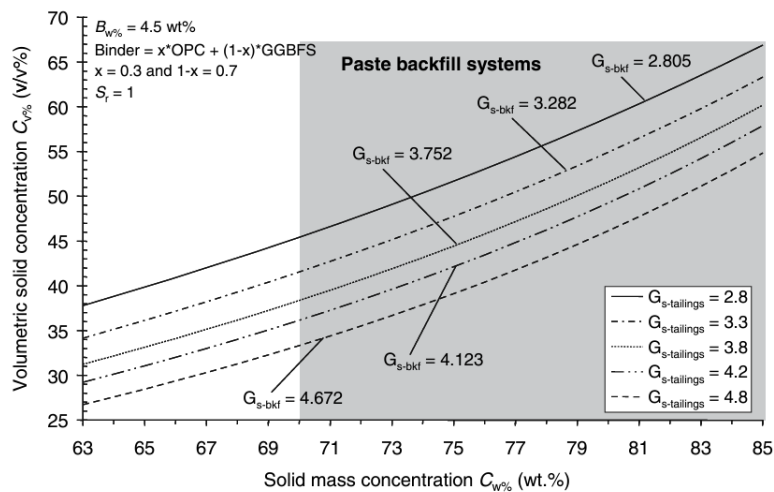


Figure 2.7 Variations typiques du pourcentage solide volumique (C_v) en fonction de la concentration en poids des solides (C_w) pour cinq mélanges de RPC contenant cinq résidus différents et un seul agent liant à 4,5% (GU/Slag) à une saturation en eau de 100 % (Belem & Benzaazoua, 2008).

La figure 2.8 montre l'effet de la densité relative des grains solides des résidus miniers sur l'ajustement des proportions en liant dans une recette de mélange de RPC. Pour une valeur initiale de G_s de 3.85, une baisse de cette valeur avec le temps entraîne une insuffisance de liant donc il faudrait ajuster la proportion initiale afin de conserver la stabilité du design. En revanche, l'augmentation de la valeur du G_s se traduit par un excès de liant; son ajustement est préférable à but d'économiser sur le coût du liant.

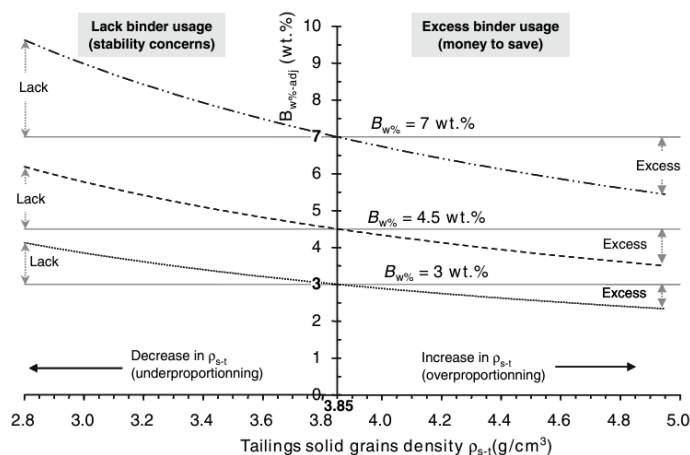


Figure 2.8 Variation typique de la teneur en liant ajustée $B_{w\% \text{ adj}}$ (wt.%) avec la densité des grains de résidus ρ_{s-t} variant à partir de la valeur initiale supposée de $3,85 \text{ g/cm}^3$ et pour trois teneurs en liant différentes (3, 4,5, et 7 wt.%) (Belem & Benzaazoua, 2008).

Composition minéralogique

L'analyse et la quantification des minéraux constituant les résidus miniers sont cruciales, cela permet l'identification des espèces minérales pouvant affecter la chimie du liant (sulfures, sulfates). De plus que certains minéraux par leur cristalochimie sont susceptibles d'affecter les propriétés rhéologiques et mécaniques des RPCs, tels que les phyllosilicates, constituant le principal axe de recherche, avec une attention particulière portée à la muscovite dans cette étude. Cet effet est présenté dans les sections plus bas dans ce chapitre. Le tableau 2.1 liste différentes mines au Canada donnant la composition minéralogique de leurs résidus respectifs. On observe la forte variabilité de la muscovite qui représente la problématique de notre projet de recherche le pourcentage varie entre 0 % et 31,4 % avec une moyenne de 12,9 %.

Tableau 2.1 Composition minéralogique typique des résidus miniers de mines canadiennes
(Ouffa, 2019).

Référence	Minéral / mine	Quartz	Albite	Muscovite	Chlorite	Autres silicates	Carbonates	Sulfures	Oxydes, Hydroxydes et autres
Plante <i>et al.</i> (2012)	GRE_M1	37	13	16	18	7	7	2	0
	LAR_M3	55	18	11	5	7	3	2	0
Blowes <i>et al.</i> (1994)	Keed-Creek	49	1	3	21	1	8	15	1
Kalonji (2016)	Goldex	24	54	0	11	2	8	0	1
	Meliadine	40	20	15	8	1	16	0	0
Pabst (2011)	Manitou	54	1	22	6	3	1	12	1
	Selbaie	75	1	10	11	2	0	2	0
Demers (2008)	Doyon	50	7	25	4	4	3	7	0
Hane (2015)	Laronde	43	10	4	8	0	0	33	2
Ouangrawa <i>et al.</i> (2009)	Louvicourt	19	0	11	11	2	12	40	6
URSTM, 2017 (Sahi, 2016)	Lapa	14	2	9	7	40	13	9	6
	Westwood	32	20	16	12	0	4	17	0
URSTM, 2017	Casaberardi	34	9	23	12	0	18	3	0
	Eléonore	33	15	3	5	42	0	0	2
URSTM, 2015	Beaufor	66	7	0	5	6	6	6	5
URSTM, (2017)	Canadian Malatric	33	17	23	10	8	4	1	1
Hamdi (2011)	LTA	51	0	31	5	0	2	11	1
Ethier <i>et al.</i> (2019)	Mine Principale	35	2	9	8	8	0	31	7
Statistiques	Moyenne	41	11	13	9	7	6	10	2
	Max	75	54	31	21	42	18	40	7
	Min	14	0	0	4	0	0	0	0
	Ecart-Type	16	13	9	5	13	6	13	2

2.2.2.2 Liants

Tariq et Yanful (2013) ont inventorié les types de liants utilisés dans les RPCs. Le ciment Portland est issu de la combinaison du clinker broyé et du gypse (CaSO_4). Le clinker est fabriqué à partir d'argile et de calcaire (CaCO_3) cuits à haute température (1450°C). Il comporte des silicates (tricalcique C_3S , bicalcique C_2S) et des aluminates (tricalcique C_3A , ferroaluminates tétracalciques C_4AF). Dans le tableau 2.2, on trouve un exemple des compositions en oxydes minéraux des ciments.

Tableau 2.2 : Teneurs des constituants de divers ciments (Suez, 2005).

Oxydes	Portland	Ciments fondus alumineux	Ciments sulfatés CSS	Laitier de clinker CLK
SiO_2	20-25%	5-15%		
Al_2O_3	2-8%	30-35%		
CaO	60-65%	40%	50%	40-45%
SO_4	<4%	<2.5%	>5%	<5%

La composition chimique des liants et ajouts cimentaires repose sur trois pôles principaux : le dioxyde de silicium (SiO_2); l'oxyde de calcium (CaO) et l'oxyde d'alumine Al_2O_3 . La figure 2.9 présente un diagramme ternaire sur lequel figure les différents liants hydrauliques et pouzzolaniques. Le tracé qui figure entre une teneur en $\text{SiO}_2 = 38\%$ et $\text{Al}_2\text{O}_3 = 38\%$, sépare entre le champ des ciments hydrauliques vers le pôle CaO et le champ des ciments pouzzolaniques vers les pôles SiO_2 et Al_2O_3 (figure 2.9).

Les liants correspondant aux ciments hydrauliques de type portland comportent plusieurs types et sont listés dans le tableau 2.3 suivant l'ancienne et la nouvelle désignation selon la norme canadienne (CSA A3000-03) et la désignation aux USA (ASTM).

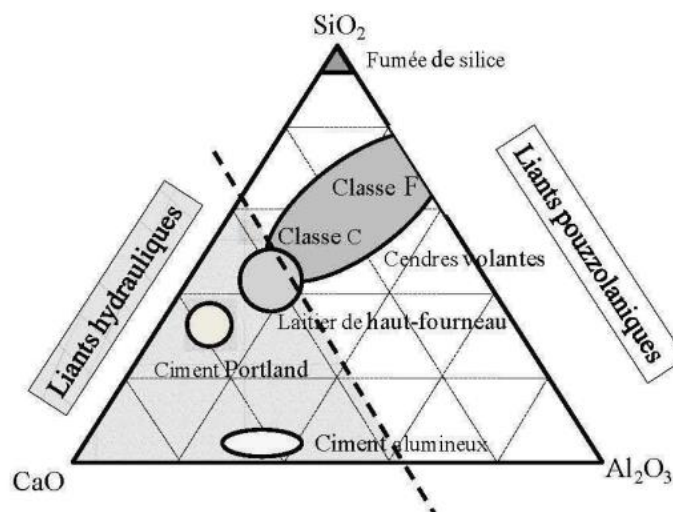


Figure 2.9 : Diagramme ternaire CaO-SiO₂-Al₂O₃ schématisant plusieurs types de liants hydrauliques et pouzzolaniques (Coussy, 2011).

Tableau 2.3 : Désignation canadienne des ciments Portland et ciments hydrauliques composés comparés à la désignation américaine (Association canadienne du ciment - normes CSA).

Nouvelle designation		Description	Ancienne designation	
CSA A3001-03	ASTM C 1157/C1157M		CSA A5-98	ASTM C 150/C150M
GU	GU	Ciment hydraulique à usage général	10	I
MS	MS	Ciment hydraulique à résistance modérée aux sulfate	20	II
MH	MH	Ciment hydraulique à chaleur d'hydratation modérée	20	II
HE	HE	Ciment hydraulique à haute résistance initiale	30	III
LH	LH	Ciment hydraulique à faible chaleur d'hydratation	40	IV
HS	HS	Ciment hydraulique à haute résistance aux sulfates	50	V

En fonction de la formulation du RPC, ainsi que des propriétés mécaniques recherchées, des substitutions partielles du ciment conventionnel peuvent être envisagées. Parmi ces ajouts figurent

les cendres volantes, le laitier de haut fourneau, la fumée de silice, la pouzzolane, ou encore certains adjuvants (Belem & Benzaazoua, 2008). De plus que ces substitutions permettent de réduire l'utilisation du ciment portland généralement possédant des empreintes carbone élevées. Certains liants donnent des résistances plus élevées à long terme comme le liant binaire GU/Slag.

À mesure que le pourcentage massique en liant augmente dans les RPC, la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques s'accroissent également. Cependant, il est crucial de noter que 75% des coûts associés au remblayage des chantiers souterrains sont attribuables à l'achat des liants, calculé à un tarif de 1\$ par pourcentage de liant par tonne de remblai. Dans cette perspective, il devient impératif d'optimiser les formulations afin de réaliser des remblais en pâte à la fois performants et économiques (Belem et al., 2003).

La figure 2.10 montre la distribution granulométrique des liants hydraulique et pouzzolaniques utilisés dans la confection de RPC. Il est noté que le ciment Portland GU, les scories, et les cendres volantes de type F présentent une tendance relativement similaire. En revanche, les cendres volantes de type C sont plus fines. La fumée de silice, quant à elle, montre une distribution très étalée et exhibe la granulométrie la plus fine, nettement différente de celle des liants mentionnés précédemment (Malhotra & Hamming, 1995).

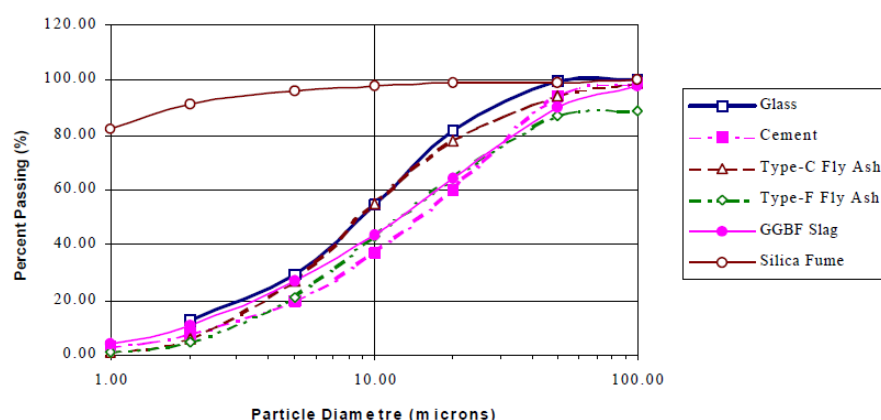


Figure 2.10 : Granulométrie de liants hydrauliques et pouzzolanique généralement utilisé pour la confection de RPC (Malhotra & Hamming, 1995).

La figure 2.11 illustre la relation entre le rapport eau/liant (E/C ou W/B) par rapport au pourcentage solide (C_w) et cela pour différentes proportions massiques en liant (B_w). On observe la diminution du rapport E/C avec l'augmentation du pourcentage solide. On constate aussi que pour le domaine de remblai en pâte cimenté le rapport E/C se trouve généralement entre 2 et 15.

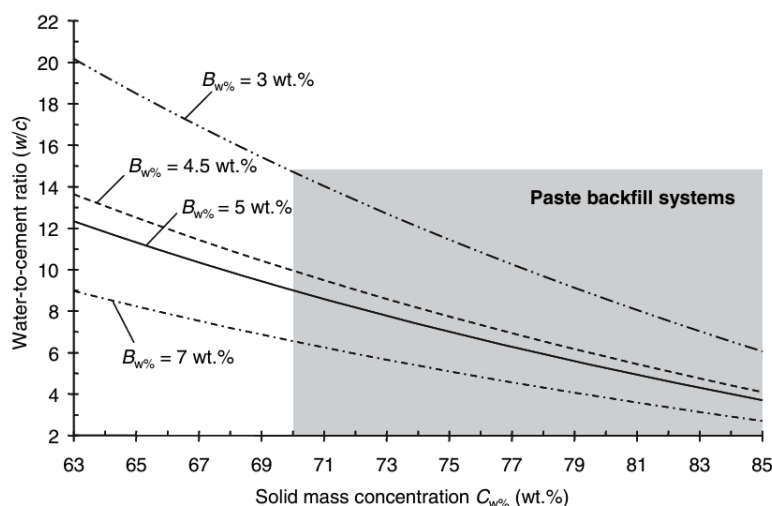


Figure 2.11 Variations typiques du rapport eau/ciment W/B des mélanges de RPC en fonction du pourcentage solide (C_w), pour quatre proportions en liant différentes (B_w) couramment utilisées dans l'industrie minière (Belem & Benzaazoua, 2008).

2.2.2.3 Eau

L'ajout de l'eau de mélange est nécessaire pour assurer la fluidité optimale des remblais pendant leur transport. De plus, cette eau permet d'amorcer les réactions chimiques lors de l'hydratation du liant après le dépôt du RPC dans les chantiers souterrains. Cette eau peut être de l'eau courante du robinet, de l'eau recyclée issue des procédés industriels, voire de l'eau de lac. L'hydrochimie de l'eau peut jouer un rôle clé dans la prévention d'éventuelles attaques chimiques sur les ciments (attaque sulfatique). L'eau interstitielle des résidus filtrés peut présenter des concentrations élevées en sulfates solubles, particulièrement lorsque les résidus contiennent des sulfures. Par conséquent, la quantité d'eau ajoutée peut avoir un impact sur la dilution de l'eau interstitielle, qui est chimiquement chargée en sulfates, calcium, et d'autres métaux. Il est possible que les sulfates existent déjà dans l'eau de procédé qui sera utilisée pour les mélanges, contribuant ainsi à la

composition chimique du mélange. La figure 2.12, représentant la résistance à la compression uniaxiale (UCS) en fonction de la teneur en sulfate, indique que les propriétés mécaniques des RPC diminuent lorsque les teneurs en sulfate augmentent, atteignant la valeur la plus basse à 8000 ppm. Cependant, au-delà de cette valeur, l'UCS semble augmenter d'avantage avec l'augmentation de la teneur en sulfate (Benzaazoua et al., 2003). Cette augmentation est expliquée par la précipitation de sulfates hydratés pendant la cimentation (Benzaazoua et al., 2002).

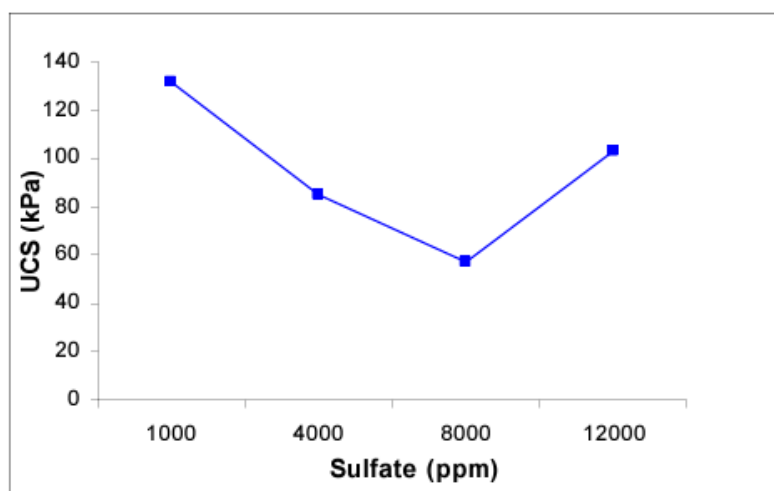


Figure 2.12 Effet de la concentration en sulfate de l'eau totale sur la résistance mécanique des RPC à base de Ciment Portland et après 28 jours de cure (Benzaazoua et al., 2003).

2.2.3 Conception des RPC

La conception du remblai nécessite une enquête minutieuse afin d'adapter le système de remblayage à la mine. Pour cela, il faudra comprendre la géologie du gisement (métallogénie), les dimensions du corps de minerai, son pendage, la variabilité de la teneur du métal utile dans le minerai, ainsi que les propriétés physiques et mécaniques inhérentes aussi bien au minerai qu'à la masse rocheuse encaissante. De plus, de prendre en compte les exigences environnementales, englobant les considérations sur les ressources en matériaux de remblayage.

L'examen approfondi s'étend à des paramètres tels que la méthode d'exploitation minière utilisée, la capacité de production et les subtilités de la planification opérationnelle. Une analyse méticuleuse de la résistance requise du remblai se présente comme un précurseur essentiel. Cela

implique une détermination nuancée de la composition du remblai, ancrée dans des analyses de résistance rigoureuses et la disponibilité des matériaux. De plus, la quantification des constituants du remblai, l'établissement d'un système solide de préparation du remblai et des installations, ainsi que la planification stratégique du système de placement du remblai et des équipements associés contribuent tous de manière significative au cadre global de conception. Parallèlement, une analyse économique globale, tenant compte de la rentabilité de l'approche, est indispensable. En outre, la position du chantier par rapport aux installations en surface est une considération cruciale dans la conception du remblayage (Hassani & Archibald, 1998).

Une fois que ces aspects sont connus, il est impératif que les remblais répondent de manière précise aux exigences spécifiées dans un cahier des charges. Ces exigences sont étroitement liées au mode d'exploitation de la mine, se concentrant sur des aspects tels que la résistance critique, la cohésion mécanique et la rigidité des remblais. Il est essentiel que, après une période de cure définie, les remblais soient en mesure de remplir leurs rôles tel qu'apporter un support de terrain suffisant afin de garantir une résistance mécanique et soutenir les parois rocheuses des excavations souterraines. Ils doivent également dans certains cas servir de zone de roulement, empêchant ainsi l'enfoncement des roues de la machinerie. Dans des cas précis, les RPCs peuvent agir comme des piliers secondaires. Tout écart par rapport à ces critères compromettrait la stabilité des chantiers remblayés, entraînant des risques d'effondrements et favorisant la dilution du minerai (Hassani & Archibald, 1998).

Les exigences en matière de résistance à la compression pour les matériaux de remblayage dans les opérations minières présentent une variabilité considérable selon leurs applications spécifiques. Dans le cas de l'exploitation minière par chambre remblayée, la résistance à la compression spécifiée à 28 jours se situe généralement en dessous du seuil de 1 MPa. Cependant, dans le contexte du remblayage différé, en particulier en conjonction avec la récupération de piliers, la résistance à la compression requise augmente de manière significative, atteignant des niveaux allant jusqu'à 5 MPa et, dans certains cas, pouvant même atteindre 7 MPa (Hassani & Archibald, 1998).

Les RPCs sont élaborés dans des usines situées à proximité des infrastructures de traitement du minerai, afin d'optimiser la logistique. Les rejets miniers subissent un processus d'épaississement

à l'aide d'épaississeurs à cyclone et de mélangeurs. Ce processus est adapté en fonction de la granulométrie des résidus miniers, entraînant une augmentation du pourcentage de solides. Ensuite, un filtrage est effectué à l'aide de filtres à disque ou de filtres à presse pour réduire la teneur en eau, obtenant ainsi des résidus filtrés avec des pourcentages de solides massiques dépassant 85%. Le liant est ensuite ajouté dans une proportion comprise entre 3% et 7% de la masse totale de résidus secs (Belem et al., 2003).

Une quantité précise d'eau est introduite dans le mélange pour contrôler l'affaissement au cône souhaité, généralement compris entre 6 et 10 pouces. Une fois que les proportions des ingrédients sont déterminées, un processus de malaxage est réalisé, généralement dans un malaxeur à vis de grande puissance. Le temps de malaxage varie entre 30 secondes et 1 minute. La figure 2.13 illustre les différentes étapes du processus de fabrication des RPC depuis l'usine de flottation où le minerai est traité, jusqu'à la mine qui doit être remblayée.

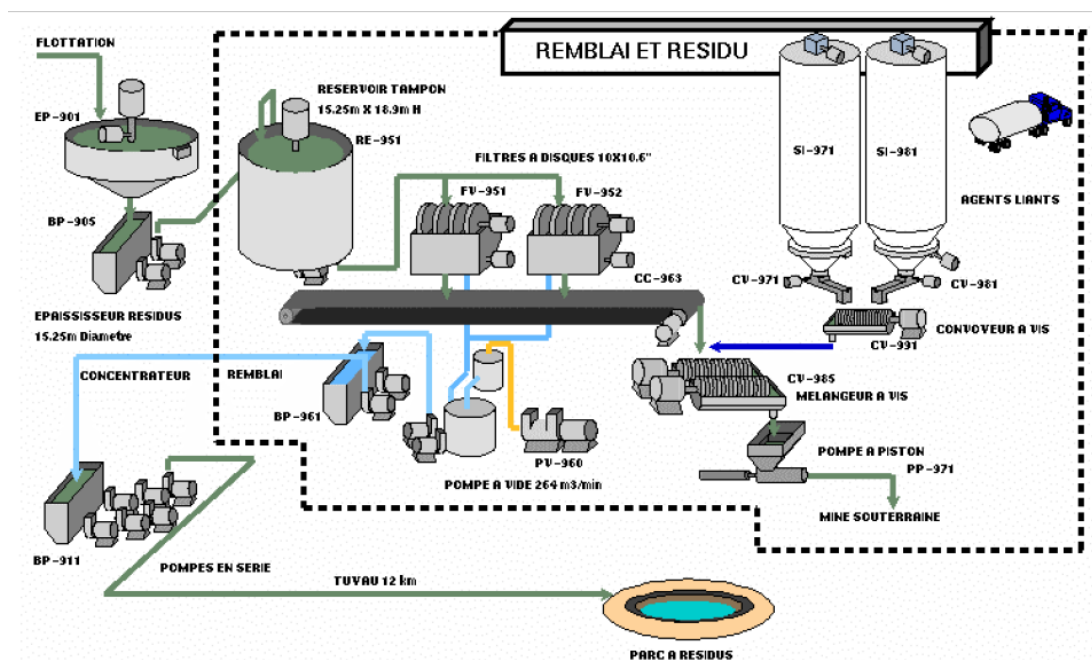


Figure 2.13 : Schéma typique de la procédure complète de la fabrication du remblai en pâte à l'usine (Belem et al., 2003).

Les résidus, une fois extraits de l'usine de traitement, sont pompés vers un épaisseur qui épaissit la pulpe. Une fois épaissie, la pâte passe à travers des presses filtrantes ou des filtres à disque, extrayant ainsi davantage d'eau et produisant un gâteau de résidus (résidus filtrés). Ces résidus filtrés sont transportés par convoyeur vers un mélangeur en continu ou par séquence, à cette étape le liant et l'eau de mélange sont ajoutés pour produire le RPC. Ce dernier est ensuite acheminé sous terre suivant une méthode de transport adaptée à la configuration de la mine.

2.2.4 Transport des RPC

Thomas (1979) décrit trois méthodes de transport appliquées au remblai hydraulique mais sont aussi utilisées de nos jours pour le transport du RPC : le transport uniquement par gravité, pompage puis gravité ou gravité puis pompage (voir figure 2.14). La méthode de transport est spécifique à chaque mine et est adaptée en fonction de la conception du système de remblayage conformément aux directives de la section précédente.

Habituellement utilisé pour le remblayage sous-terrain profond, le transport par gravité est relativement économique, du fait qu'il ne nécessite pas de pompe pour transporter le RPC, ce qui permet de réduire la consommation d'énergie. L'attraction gravitationnelle suffit pour atteindre le seuil de cisaillement et enclencher l'écoulement le long de trous de forage ou du pipeline. La chute du RPC emmagasine une énergie potentielle suffisamment importante pour permettre l'écoulement au niveau des lignes de distribution horizontales.

Pour la configuration de transport par pompage puis gravité, le remblai est pompé initialement sur un cheminement horizontal puis entame une chute libre vers le chantier.

Dans le cas du transport par gravité puis pompage, le RPC est entraîné en chute libre, puis suit son chemin horizontalement vers le lieu du dépôt avec une vitesse initiale héritée de sa chute, plus une certaine pression de pompage délivrée par une pompe établie au niveau de la section horizontale.

La zone qui peut être couverte par le processus de remblayage est dénommée le cône d'influence. Comme pour tous les autres fluides, l'écoulement du RPC est contrôlé par sa consistance et sa fluidité qui sont liées à ses propriétés rhéologiques. Les sections suivantes reviennent sur ces aspects.

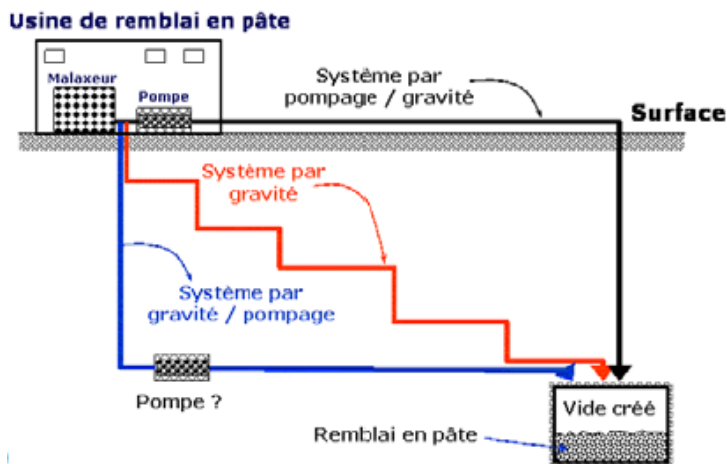


Figure 2.14 : Méthodes de transport de remblais miniers en pâte cimentée (Belem et al., 2003).

2.3 Consistance et fluidité du RPC

La consistance du RPC est étudiée à l'aide de l'essai d'affaissement au cône d'Abrams alors que la fluidité est déterminée par l'essai de table vibrante d'écoulement « Flow table » et l'essai au cône d'écoulement ou « Flow cone ». On met l'accent sur l'essai d'affaissement au cône d'Abrams qui est couramment utilisé.

La consistance d'un matériau, dans le contexte du béton, reflète sa capacité à être maniable ou fluide, souvent exprimée comme l'ouvrabilité. Le test couramment utilisé pour évaluer cette caractéristique est le test d'affaissement, également connu sous le nom de "Slump test".

Le cône d'Abrams est un moule métallique tronconique mesurant généralement 300 mm de hauteur, 200 mm de diamètre à sa base inférieure et 100 mm de diamètre à sa base supérieure, comme illustré dans la figure 2.15. Il est pourvu de deux poignées latérales facilitant sa manipulation et est équipé de deux cales à sa base pour assurer la stabilité lors de l'opération. Cet appareil inclut également une plaque métallique ou un plateau de support, utilisé pour le remplissage et le test d'affaissement.

L'entonnoir de remplissage facilite le versement du matériau, tandis que le tassement et

l'homogénéisation sont réalisés à l'aide d'une tige métallique ou d'une tige de piquage de 60 cm de longueur, présentant des bords arrondis. La mesure de l'affaissement s'effectue à l'aide d'une règle métallique graduée (lecture au millimètre près). Le mode opératoire employé pour béton selon (ASTM-C143, 2015) sera décrit au chapitre 3.

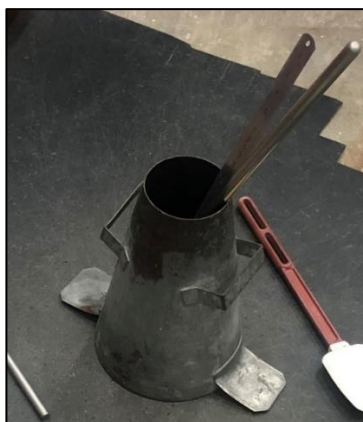


Figure 2.15 : Cône d'Abrams selon ASTM C143-15 (2015).

L'affaissement correspond à la distance entre la hauteur initiale du cône d'Abrams et le point le plus élevé du matériau après son affaissement, comme illustré dans l'exemple d'affaissement du béton présenté sur la figure 2.16.

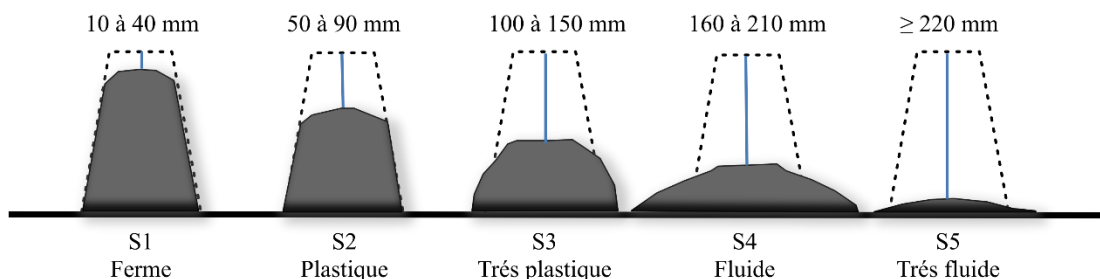


Figure 2.16 : Différents types d'affaissement du béton (modifié de travauxbéton, 2024).

La procédure présentée ci-dessus pour les bétons est aussi appliquée pour évaluer la consistance des RPC. L'affaissement optimal des RPC devrait se situer généralement dans une plage comprise

entre 150 mm (6") et 250 mm (10") afin de favoriser un écoulement fluide du matériau, selon la méthode de transport visée (Belem et al., 2003).

La figure 2.17 illustre un essai d'affaissement au cône d'Abrams standard en représentant les contraintes de cisaillement que le matériau cimentaire affaissé a subi. Lors d'un affaissement, la contrainte de cisaillement que subi le béton ou un mélange de RPC est son propre poids. Après un affaissement on remarque l'existence de deux parties distinctes. La première H_0 correspond à la hauteur où la contrainte de cisaillement induite par le propre poids du matériau n'atteint pas le seuil de cisaillement donc ne s'est pas affaissé. En deuxième lieu, H_1 représente la hauteur affaissée où la contrainte induite par son propre poids devient égale au seuil de cisaillement du matériau (Heirman, 2011).

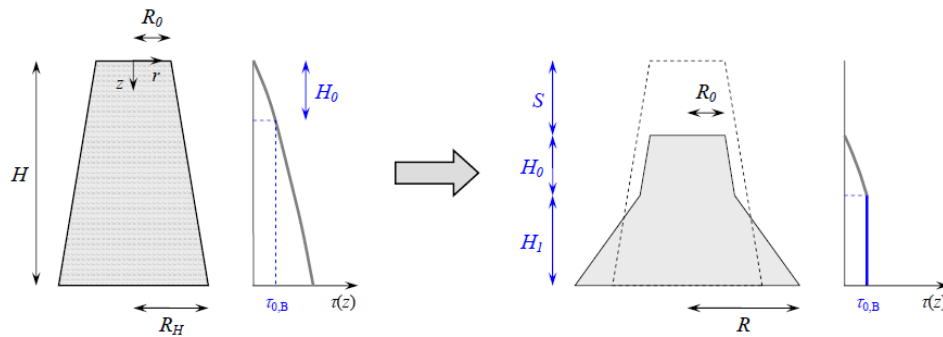


Figure 2.17 Représentation de la distribution des contraintes lors d'un essai d'affaissement au cône d'Abrams $H = 300$ mm, $R_0 = 50$ mm et $R_H = 2R_0 = 100$ mm (Heirman, 2011; Murata, 1984; Schowalter & Christensen, 1998).

Relation entre l'affaissement au cône et les propriétés rhéologiques

La connaissance de l'affaissement d'un RPC permet d'estimer son seuil de cisaillement à l'aide de l'équation (2.4) proposée par Ferraris et de Larrard (1998) et modifiée à partir de la relation proposée par Hu (1995).

$$\tau_0 = \frac{\rho(H - S)}{a} + b \quad (2.4)$$

Où ρ est la masse volumique de la pâte fraîche (kg/m^3), S est l'affaissement final de la pâte (mm), H est la hauteur du cône d'Abrams ($H = 300 \text{ mm}$) et a et b sont constantes avec $a = 347$, $b = 212$.

Il existe d'autres relations concernant l'affaissement au cône d'Abrams (Christensen, 1991; Clayton et al., 2003; Heirman, 2011).

Ferraris et de Larrard (1998) ont introduit un test d'affaissement au cône modifié qui repose sur la mesure du taux d'affaissement de la pâte (S), permettant ainsi la détermination du temps d'affaissement (T) ou de sa vitesse, comme illustré dans la figure 2.18.

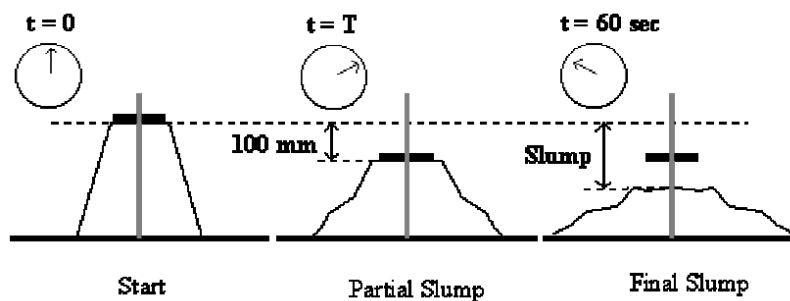


Figure 2.18 : « Slump Test » au cône modifié (Ferraris & de Larrard, 1998).

2.4 Propriétés rhéologiques des RPC

Dans cette section on verra quelques notions de base en mécanique des fluides, notamment en rhéologie. Il sera défini les différents types de fluides et quelques méthodes de mesures rhéométriques. Afin d'entamer la rhéologie des RPC, on survolera certains facteurs qui influencent les propriétés rhéologiques des RPC et en finira avec des notions de pertes de charge.

2.4.1 Notions de base de rhéologie

La rhéologie, branche de la mécanique des milieux continus, se focalise sur l'étude de la déformation des matériaux soumis à des contraintes. Cette discipline englobe aussi bien les matériaux solides, comme les matières viscoélastiques, viscoplastiques et plastiques, que les fluides.

Quand on étudie la rhéologie d'un fluide, on s'intéresse à déterminer d'une part son rhéogramme ou courbe d'écoulement qui est la relation entre la contrainte de cisaillement (τ) et le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) et d'autre part sa courbe de viscosité qui décrit la relation entre la viscosité dynamique (η) et le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) ou la contrainte de cisaillement (τ). Ces différents paramètres peuvent être définis à partir de la Figure 2.19 qui illustre le comportement d'un fluide d'épaisseur (e) soumis à un cisaillement entre une plaque fixe P_1 et une plaque parallèle mobile P_2 . Il faut une force tangentielle F sur la plaque P_2 pour pouvoir cisailier l'échantillon de fluide à une vitesse V (vitesse de la plaque P_2). Cette vitesse diminue à mesure que l'on se dirige vers la base fixe P_1 .

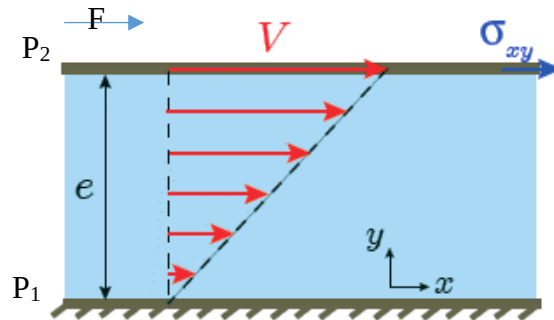


Figure 2.19 : Cisaillement d'un fluide visqueux entre deux plaques parallèles (Sang, 2009).

La contrainte de cisaillement τ est alors la force appliquée sur une surface (équation 2.6).

$$\tau = \frac{F}{S} \quad (2.6)$$

où F est la force tangentielle (N) et S est la surface cisailée (m^2).

Le déplacement ou la déformation γ entre les deux plans est défini par l'équation (2.7):

$$\gamma = \frac{dx}{dy} \quad (2.7)$$

où dx représente le déplacement ou la déformation horizontale et dy est l'élément de longueur ou la distance verticale sur laquelle le cisaillement se produit.

Le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) est défini comme la vitesse de déformation entre deux couches successives voisines du fluide cisailé. Il est défini comme étant la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement (équation 2.8) :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{dx}{dy} \right) = \frac{d}{dy} \left(\frac{dx}{dt} \right) \quad (2.8)$$

La viscosité, notée η , est déterminée par la capacité d'entraînement d'une couche de fluide en mouvement sur les autres couches adjacentes. On distingue la viscosité dynamique de la viscosité cinématique.

La viscosité dynamique caractérise la résistance à l'écoulement ou le comportement de fluide face à une contrainte. Elle correspond au rapport entre la contrainte et le taux de cisaillement (équation 2.9):

$$\eta = \frac{\sigma_{xy}}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2.9)$$

La viscosité cinématique ν est le rapport entre la viscosité dynamique et la masse volumique du fluide ρ (équation 2.10):

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (2.10)$$

2.4.2 Méthodes de mesure rhéologique

Les paramètres rhéologiques d'un fluide peuvent être obtenus au moyen de diverses méthodes, qu'elles soient expérimentales ou théoriques. Les méthodes théoriques se basent sur des calculs mathématiques exploitant des variables propres au fluide en question. En revanche, les procédures expérimentales, telles que les analyses rhéologiques, requièrent un équipement spécifique et des dispositifs particuliers. Ainsi, la caractérisation des propriétés rhéologiques des remblais miniers en pâte en laboratoire peut impliquer l'utilisation d'un ensemble varié d'appareillages permettant d'obtenir les courbes d'écoulement et de viscosité. Parmi les dispositifs couramment utilisés, on

retrouve généralement les rhéomètres rotatifs à plaques parallèles, à cône-plan, à cylindres coaxiaux, et à moulinet ou « vane » ainsi que le rhéomètre capillaire (Macosko 1994).

Chaque appareil est choisi en fonction des propriétés du matériau étudié et des objectifs spécifiques de l'analyse rhéologique. Chaque processus expérimental est suivi d'une interprétation minutieuse des résultats bruts obtenus, dans le but d'extrapoler les propriétés rhéologiques du fluide en question. Dans le cadre de ce projet, c'est le rhéomètre rotatif à « vane » ou à moulinet qui retiendra notre attention. Cet appareillage est équipé d'un bras motorisé, avec un croisillon (moulinet) à sa base (voir figure 2.20). Il est pourvu de palettes ayant une hauteur (H) et un diamètre de révolution (D). L'arbre de torsion entraîne les palettes dans une rotation à une vitesse contrôlée, à l'intérieur d'un réceptacle rempli du matériau à tester. Les données sur la vitesse de rotation et le couple (C) sont mesurés et analysés. Le fluide subit un faible taux de cisaillement, puis le couple est enregistré en fonction du temps. Le graphique résultant indique un pic correspondant au couple maximal (C_m), qui est lié au seuil de cisaillement τ_0 . Ce pic représente le moment où le matériau commence à s'écouler de manière significative sous l'influence du cisaillement appliqué.

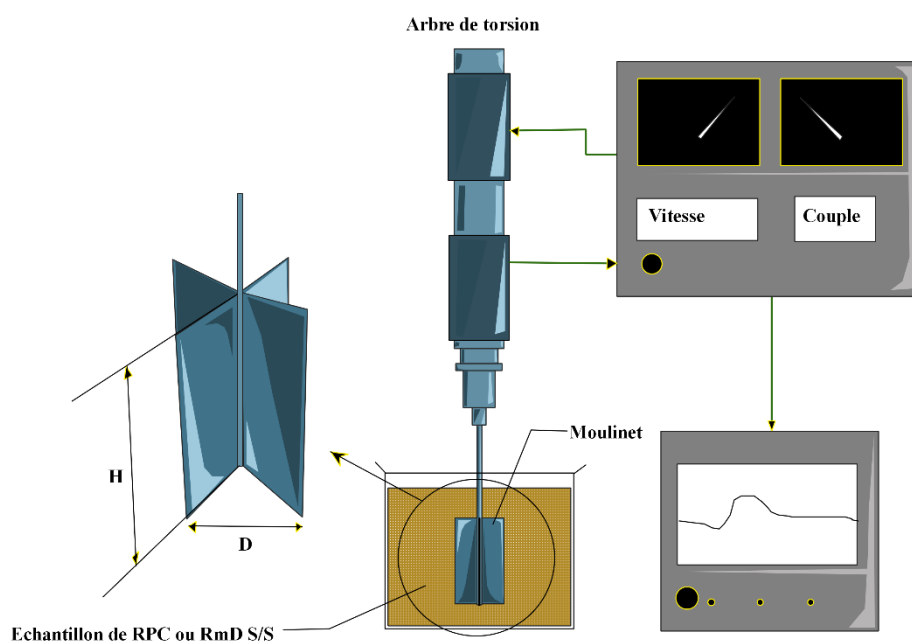


Figure 2.20 : Rhéomètre à moulinet ou « vane » (adaptée de Boger, 2009).

Selon Sofrá et Boger (2002), le seuil de cisaillement τ_0 peut être déterminée par l'équation (2.11) :

$$\tau_0 = \frac{2C_m}{\pi D^2} \left(\frac{H}{D} + \frac{1}{3} \right)^{-1} \quad (2.11)$$

où C_m est valeur du couple maximal (N.m), H est la hauteur des palettes du moulinet (mm), D est le diamètre du moulinet (mm).

Le moulinet est inséré dans l'échantillon sans perturber ni détruire la microstructure du fluide. Il permet de déterminer la viscosité dynamique ainsi que la contrainte de cisaillement au bord externe des pales, ce qui rend cet appareil précis pour déterminer le seuil de cisaillement (Sofrá & Boger, 2002).

La construction des rhéogrammes est possible par le calcul de la contrainte de cisaillement (τ) qui se fait suivant l'équation (2.12) (Barnes, H. & Carnali, 1990; Dzuy & Boger, 1985).

$$\tau = \frac{C}{2\pi R_v^2 H_v} \quad (2.12)$$

où C est le couple, R_v est le rayon de la géométrie « vane » (mm), H_v est la hauteur de la géométrie (mm).

De plus, il est nécessaire d'avoir le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) qui est calculé à l'aide de l'équation (2.13) (Barnes, H. & Carnali, 1990; Dzuy & Boger, 1985).

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega R_v}{H_v} \quad (2.13)$$

où Ω est la vitesse angulaire (rad/s).

Il est possible que les échantillons présentent des phénomènes de glissement pendant la mesure, occasionnée par la formation d'une fine couche de fluide (eau) qui est cisailée plus facilement que le reste du matériau. Ce phénomène est provoqué par la diminution de la concentration en particules solides près des parois des plaques cela s'explique par la sédimentation des grains solides. Par conséquent, il donne l'impression d'une diminution de la viscosité (Baudez & Coussot, 2001; Coussot & Ancey, 1999). Pour remédier à cela, différentes surfaces spéciales sont conçues spécialement et utilisées dans les divers dispositifs mentionnés. Les solutions adaptées

comprennent l'utilisation de surfaces sablées, striées ou rainurées pour donner une certaine adhérence. Ces caractéristiques contribuent à minimiser les effets de glissement et à améliorer la précision des mesures rhéologiques.

2.4.3 Types de fluides et leurs comportements

Les graphiques de la figure 2.21 présentent les différents comportements de fluides newtoniens et non newtoniens. Dans le cas de fluides non newtoniens, la figure 2.21a montre une comparaison entre les rhéogrammes des différents types de fluides. D'abord, les rhéogrammes se présentent sous forme de contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement. Les fluides newtoniens forment une droite linéaire passant par l'origine. En revanche, les fluides non newtoniens peuvent être sans seuil ou avec seuil de cisaillement. La figure 2.21b illustre cette fois-ci les courbes de viscosité qui divulguent l'évolution de la viscosité dynamique en fonction du taux de cisaillement pour les différents fluides mentionnés précédemment.

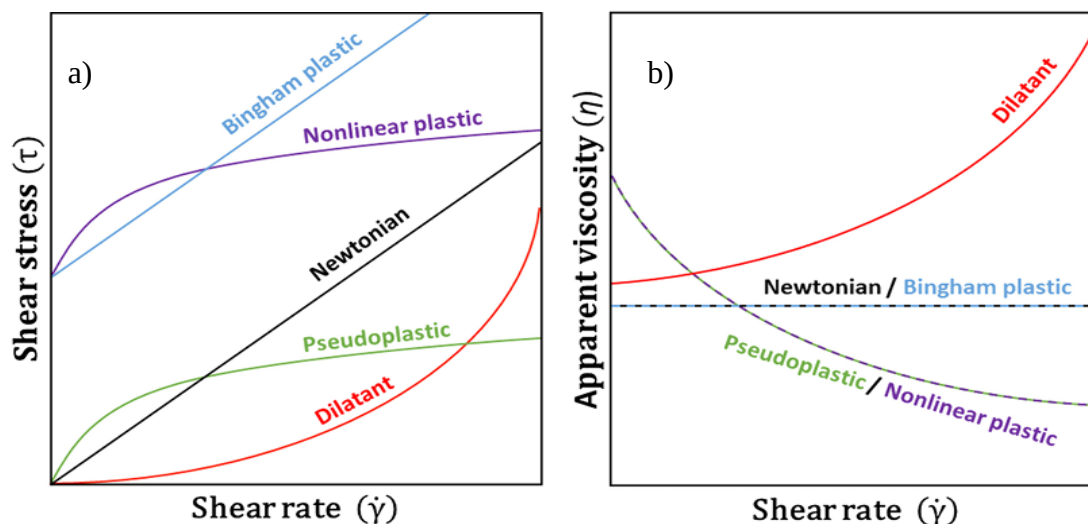


Figure 2.21 Représentation des comportements rhéologiques des fluides de type newtonien et non newtonien sous forme de : a) courbe d'écoulement ou rhéogramme b) courbe de viscosité dynamique (del-Mazo-Barbara & Ginebra, 2021).

Fluides newtoniens

Il s'agit de fluides dont les rhéogrammes passent par l'origine et sont caractérisés par une relation linéaire entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement. La viscosité (qui correspond à la pente du rhéogramme) reste constante, indépendamment des variations du taux de cisaillement, mais peut dépendre des conditions de pression et de température.

Fluides non newtoniens

Contrairement aux fluides newtoniens, les courbes d'écoulement ne sont pas linéaires, ce qui signifie que la viscosité varie en fonction du taux de cisaillement. Comme déjà mentionné ci-haut, on peut trouver des fluides non newtoniens avec ou sans seuil de cisaillement. Pour les fluides non newtoniens sans seuil de cisaillement, on distingue les fluides rhéofluidifiant ou pseudo-plastique pour lesquels la viscosité dynamique du fluide diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement et des fluides rhéoépaississant pour lesquels sa viscosité augmente avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement.

Ces types de comportements rhéofluidifiant et rhéoépaississant sans seuil de cisaillement sont ajustés le plus souvent par la loi de puissance ou modèle d'Ostwalde De Waele (Barnes, H., 1989) selon la relation (2.14) :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (2.14)$$

où K est une constante (Pa.s^n) et n est un indice d'écoulement (-) ($n > 1$ pour les fluides rhéoépaississants, $n = 1$ pour les fluides newtoniens et $n < 1$ pour les fluides rhéofluidifiants).

Pour les fluides non newtoniens avec seuil de cisaillement, on distingue alors trois types de comportements : les fluides de type Bingham, et les fluides à seuil rhéofluidifiants ou rhéoépaississants.

Les fluides de type Bingham se comportent comme un fluide newtonien avec un rhéogramme linéaire au-delà du seuil de cisaillement. Le modèle de Bingham est représenté par l'équation (2.15) (Bingham, 1917) :

$$\tau = \tau_0 + \eta_B \dot{\gamma} \quad (2.15)$$

où η_B est la viscosité plastique de Bingham (Pa.s).

Cette viscosité η_B est différente de la viscosité dynamique η qui est donnée par la relation (2.16).

Ainsi, $\eta = \eta_B$ pour des valeurs très élevées du seuil de cisaillement.

$$\eta = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + \eta_B \quad (2.16)$$

Les fluides à seuil de cisaillement peuvent aussi être rhéofluidifiants ou rhéoépaississants. Ces comportements peuvent être représentés par le modèle de Hershel-Bulkley (équation (2.17)) qui est un croisement entre le modèle de Bingham et celui d'Ostwald où le comportement du fluide est dicté par l'indice d'écoulement (Herschel & Bulkley, 1926).

$$\tau = \tau_0 + K_{HB} \dot{\gamma}^n \quad (2.17)$$

où K_{HB} est une constante (Pa.sⁿ) et n est l'indice d'écoulement d'Herschel-Buckley (-). On a des fluides rhéoépaississants à seuil si $n > 1$, des fluides pseudoplastiques (rhéofluidifiants) à seuil lorsque $n < 1$ et des fluides de Bingham quand $n = 1$.

Seuil de cisaillement statique et dynamique

Théoriquement, le seuil de cisaillement est une manifestation soit des interactions particulières électrostatiques du type Van der Waals entre grains colloïdaux de tailles de l'ordre du micromètre, soit du frottement solide entre grains de tailles de l'ordre du millimètre (Yammine, 2007). Il existe deux notions physiques très différentes de ce seuil d'écoulement ayant des notions.

Le seuil de cisaillement statique « τ_s » ou seuil de mise en écoulement correspond à la contrainte de cisaillement minimale nécessaire pour déclencher l'écoulement d'un état stable vierge de toute contrainte à un état fluide visqueux par application d'une contrainte croissante jusqu'à la valeur déclenchant l'écoulement du matériau. Le seuil de cisaillement dynamique « τ_0 » est la contrainte minimale pour stopper l'écoulement. Sa valeur est obtenue par extrapolation de la partie linéaire de la courbe d'écoulement pour une vitesse de cisaillement nulle. La détermination du seuil de cisaillement statique s'effectue sur un matériau au repos (avec une valeur très faible du taux de cisaillement) en augmentant progressivement la force de cisaillement jusqu'à ce que le matériau commence à se déformer (Heirman, 2011).

La différence entre les deux approches définissant le seuil de cisaillement et représenté sur la figure 2.22. Généralement, le seuil de cisaillement statique est considérablement plus élevé que le dynamique pour tout type de matériau donné. Si l'on veut connaître comment le fluide va s'arrêter après un mouvement, dans ce cas on aura besoin du seuil de cisaillement dynamique (τ_0) qui est obtenu en faisant baisser le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) comme la figure 2.24a le montre. Cependant, si l'on veut connaître quel est l'effort nécessaire pour enclencher l'écoulement d'un fluide donné, dans ce cas on aura besoin du seuil de cisaillement statique (τ_s) qui est cette fois-ci obtenu par augmentation de la contrainte de cisaillement (τ) comme l'illustre la figure 2.24b. Dans la majorité des cas, le terme seuil de cisaillement renvoie implicitement au seuil de cisaillement dynamique (τ_0). Dans le cas contraire, il sera mentionné qu'il s'agit du seuil de cisaillement statique (Heirman, 2011).

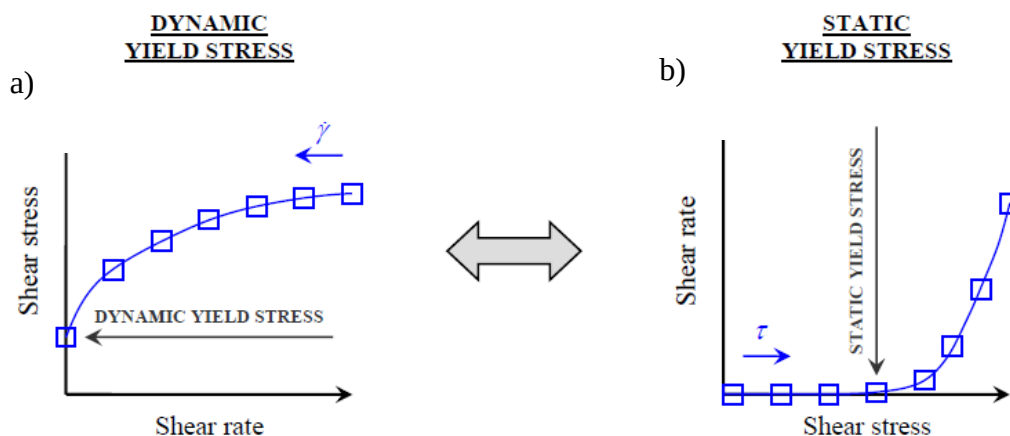


Figure 2.22 Différence entre le seuil de cisaillement : a) dynamique et b) statique (Heirman, 2011).

Modèles rhéologiques pour la viscosité dynamique

Deux modèles rhéologiques sont couramment utilisés pour décrire la courbe de viscosité de fluides non newtoniens. Il s'agit des modèles de Cross et de Sisko. Le modèle de Cross qui est défini par l'équation (2.18) (Cross, 1965).

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (k_c \dot{\gamma})^{n_c}} \quad (2.18)$$

où η_0 est la viscosité initiale η_{∞} est la viscosité dynamique à des taux de cisaillement qui tendent vers l'infini, k_c et n_c sont respectivement la constante et l'indice de Cross. La viscosité à l'infini correspond à la viscosité asymptotique atteinte par la courbe de viscosité à des taux de cisaillement très élevés.

Le modèle de Sisko est représenté suivant la relation (2.19) (Sisko, 1958).

$$\eta = \eta_{\infty} + k_s \dot{\gamma}^{s-1} \quad (2.19)$$

où k_s et s sont respectivement la constante et l'indice de Sisko.

La viscosité est un paramètre essentiel pour le contrôle des caractéristiques d'écoulement des matériaux pendant le transport. L'utilisation de la viscosité l'infini pour calculer les paramètres de transport du RPC se justifie par les taux de cisaillement élevés sur la paroi du pipeline pendant le transport (Hallbom, 2008; Pullum et al., 2007; Swamee & Aggarwal, 2011a).

Fluides non newtoniens dépendant du temps de cisaillement

Le terme "dépendant du temps" indique que la viscosité d'un fluide peut évoluer lors d'un cisaillement constant sur une période donnée. Trois cas distincts sont identifiés: les fluides thixotropiques, antithixotropiques ou rhéopectiques et viscoélastiques. La figure 2.23 présente les courbes de viscosité de ces fluides.

Parmi ces fluides on retrouve les fluides thixotropiques, ils se caractérisent par une diminution de la viscosité au fil du temps sous un taux de cisaillement constant comme le montre la figure 2.27 dans le cas de τ . Par opposition, les fluides antithixotropiques ou rhéopectiques, la viscosité du fluide ainsi que la contrainte de cisaillement augmentent avec le temps lorsqu'il est soumis à un taux de cisaillement constant (Barnes, H., 1989; Franks et al., 2000; Mewis & Wagner, 2009).

Le comportement rhéologique complexe des matériaux thixotropes peut être compris sur la base d'une microstructure qui dépend également de la nature du matériau sur la base d'une microstructure qui dépend également de l'histoire du cisaillement. Elle est le plus souvent le

résultat de forces d'attraction relativement faibles entre les particules. Elles entraînent la floculation, qui évolue normalement vers un réseau de particules remplissant l'espace. Les liaisons interparticulaires sont toutefois suffisamment faibles pour être rompues par les contraintes mécaniques qui se produisent lors de l'écoulement. Il en résulte que, pendant l'écoulement, le réseau se décompose en flocons séparés, dont la taille diminue encore lorsque le taux de déformation augmente. La réduction du taux de cisaillement peut entraîner une croissance des flocons, l'écoulement permettra au réseau de particules de se reconstituer. Les coagulations orthocinétique et périkinétiq ue sont les mécanismes moteurs dans ce cas. Les contraintes dans la suspension dépendent de la microstructure et varient en conséquence pendant ou après l'écoulement. Lorsque les changements structuraux nécessitent un temps fini, il en va de même pour les contraintes, ce qui donne lieu à une thixotropie (Mewis & Wagner, 2009).

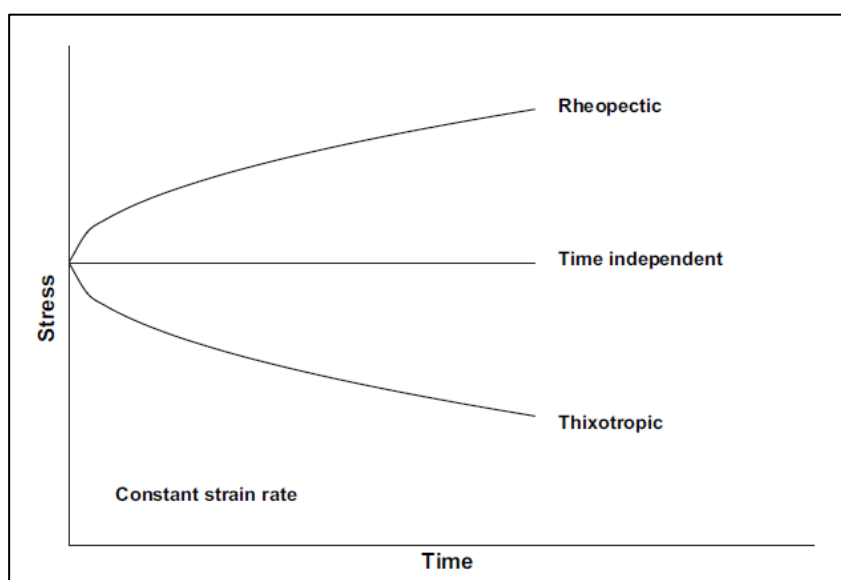


Figure 2.23 Types de fluide dépendant du temps comparé aux fluides indépendants du temps présenté dans un graphique générique avec la contrainte de cisaillement en fonction du temps (Sochi, 2010).

La figure 2.24 présente des courbes d'écoulement ascendante et descendante formant trois types de boucle d'hystérésis pouvant être obtenues. La méthode de l'hystérésis a été introduite par Green et Weltmann (1946). Elle consiste à augmenter et diminuer systématiquement le taux de

cisaillement entre zéro et une valeur maximale. Le mode d'écoulement peut être une rampe continue ou une série de petits paliers (en escalier). Lorsque les données sont représentées sous forme de contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, un échantillon thixotrope décrira une boucle d'hystérésis (figure 2.24a), car la contrainte est en retard sur le taux de cisaillement (Mewis & Wagner, 2009).

Si l'expérience est menée durant un temps plus long, la différence entre les courbes ascendante et descendante sera plus faible, car la microstructure a plus de temps pour s'approcher de l'état d'équilibre. La zone délimitée par la boucle a été utilisée pour mesurer la thixotropie. La surface et la forme de la boucle d'hystérésis peuvent varier considérablement en fonction du matériau. Toutefois, pour un matériau donné, la surface ou l'hystérésis dépend des conditions d'essai telles que l'historique du cisaillement avant le début de l'essai, la durée de l'essai, le taux de cisaillement maximal et le taux d'accélération. Au mieux, elle fournit une mesure relative de la thixotropie. Il convient de souligner que des changements irréversibles dans l'échantillon peuvent également générer une boucle d'hystérésis.

La forme de la boucle peut être différente de celle de la figure 2.28a. Deux alternatives sont illustrées dans les figures 2.24b et 2.24c. La figure 2.28b illustre un cas où l'effondrement de la structure initiale après le démarrage domine l'évolution temporelle de la contrainte, ce qui entraîne un dépassement de la contrainte. Une réduction de la contrainte avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement peut provoquer des bandes de cisaillement et des distributions hétérogènes de la vitesse de cisaillement dans l'échantillon. Lorsque le cisaillement à des taux de cisaillement relativement faibles induit la formation d'une structure, la boucle d'hystérésis peut prendre une forme telle que celle de la figure 2.24c (Potanin, 2004).

Une limitation sérieuse de la boucle d'hystérésis en tant qu'outil de caractérisation est que le taux de cisaillement et le temps sont couplés dans cette expérience. Cela rend l'essai moins approprié pour séparer l'effet de ces deux paramètres. L'hystérésis n'est pas non plus l'apanage des matériaux thixotropes, elle se produit également dans le cas d'un ramollissement irréversible et dans les matériaux viscoélastiques (Bird & Marsh, 1968). L'hystérésis viscoélastique n'est généralement visible que lors d'expériences plus rapides en raison des échelles de temps plus courtes impliquées dans la relaxation viscoélastique, mais ce n'est pas une règle générale (Mewis & Wagner, 2009).

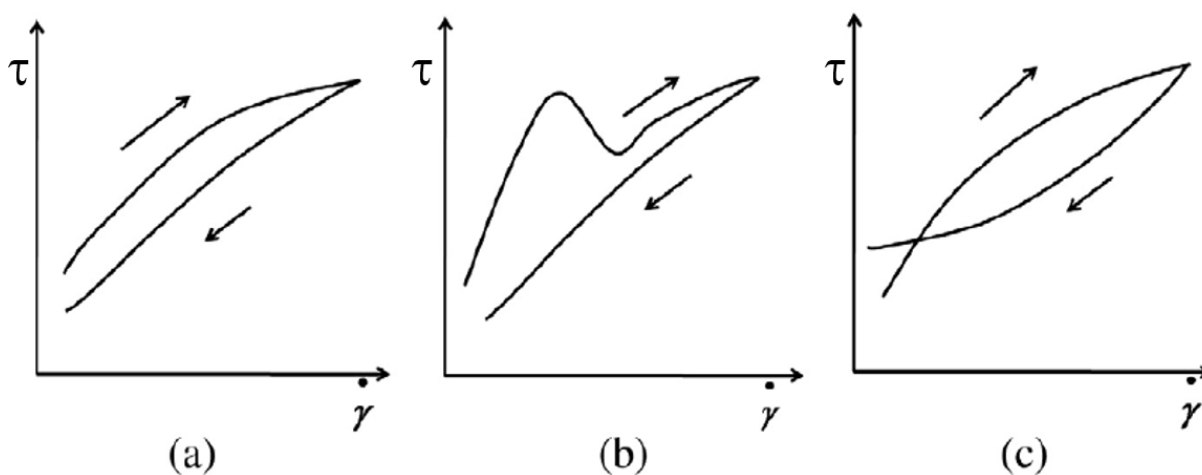


Figure 2.24 Schémas représentatifs de différentes boucles d'hystérésis qui peuvent être obtenues (Mewis & Wagner, 2009).

2.4.4 Détermination des pertes de charge durant le transport du RPC

Les pertes de charge correspondent à la dissipation d'énergie en raison des frottements internes du fluide et des frottements contre la paroi de la conduite le long de la conduite (on parle de pertes de charge linéaires) et dans les singularités du réseau de distribution (clapet, vanne, changement de pente ou de section, coude) où on parle de pertes de charge singulières. Ces dernières peuvent être négligées par rapport aux pertes de charge linéaires lorsqu'il n'y a pas beaucoup de singularités sur le système de distribution du RPC. Ces pertes de charge servent à déterminer l'énergie mécanique nécessaire pour une distribution sans blocage du RPC.

Dans les phases préliminaires de design du système de distribution du RPC, les pertes de charge peuvent être estimées à partir des propriétés rhéologiques. Mais des essais d'écoulement en boucle doivent idéalement être réalisés pour le design final.

2.4.5.1 Méthode basée sur les propriétés rhéologiques

Pour tous les fluides, la perte de charge par unité de hauteur en mètre (ΔH) peut être estimée selon la relation de Darcy-Weisbach (équation 2.20) (Ouattara et al., 2017; Swamee & Aggarwal, 2011a; Swamee et al., 2011b) .

$$\Delta H = f \frac{L}{D_h} \frac{V^2}{2g} \quad (2.20)$$

où f est le coefficient de perte de charge (-), L est la longueur de la canalisation (m), g est l'accélération gravitationnelle (m/s^2) D_h est le diamètre hydraulique (m) ($D_h = \frac{4S}{P_m}$ où S est la section mouillée et P_m est périmètre mouillé).

La perte de charge par unité de pression en Pascal (ΔP) peut se calculer à l'aide de l'équation (2.21) :

$$\Delta P = \rho g \Delta H \quad (2.21)$$

où ρ est la masse volumique (kg/m^3).

Le coefficient de perte de charge f dépend du régime d'écoulement (laminaire, transitoire ou turbulent). Des critères basés sur les nombres adimensionnels de Reynold (Re) pour les fluides newtoniens et de Hedstrom (He) pour les fluides non newtoniens servent à déterminer le type de régime. On retrouve dans la littérature plusieurs équations analytiques pour estimer le coefficient de perte de charge f de fluides non newtoniens comme les RPC. On peut citer Swamee et Aggarwal (2011a); Swamee et al. (2011b) qui ont développé des équations pour les coefficients de perte de charge f^* respectivement pour les fluides de Bingham et de Herschel-Bulkley en régime laminaire (voir aussi Kalonji (2016)). Ces équations utilisent les paramètres rhéologiques des différents modèles rhéologiques.

2.4.5.3 Mesure des pertes de charge par l'essai d'écoulement en boucle

L'essai d'écoulement en boucle est une méthode utilisée pour faire circuler un fluide pendant un certain temps à travers un circuit de tuyaux, généralement en acier. Par exemple, la figure 2.25 présente le schéma d'un circuit typique d'écoulement en boucle. L'installation comprend un

réservoir équipé d'un mélangeur, d'une pompe, de capteurs de pression et de tuyaux formant un circuit en boucle, simulant les conditions rencontrées sur le terrain lors du transport des RPC.

L'instrumentation des essais d'écoulement en boucle fournit des données d'ingénierie cruciales, telles que le débit (Q), la perte de charge de friction par unité de longueur de tuyau ($j = H/L$), les capacités d'arrêt et de redémarrage, ainsi que la consommation d'énergie requise pour les conceptions de pipelines en grandeur réelle (Belem & Benzaazoua, 2008). Souvent, de l'eau est mise en circulation en boucle pour le nettoyage avant et après les tests des RPC.

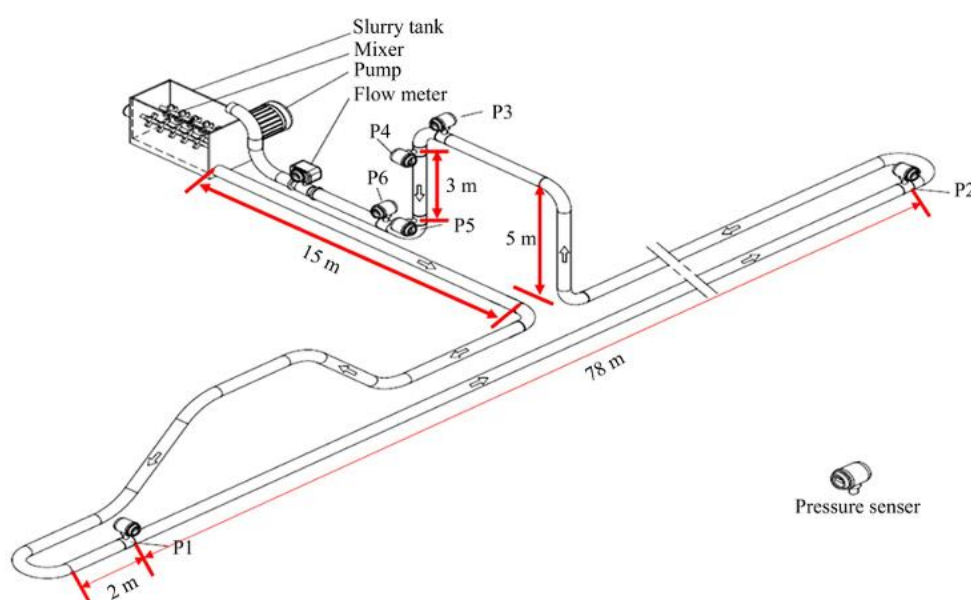


Figure 2.25 : Schéma du circuit d'essai d'écoulement en boucle (Liu al., 2021).

Dans ce cas du circuit montré à la figure 2.25, la longueur totale du tuyau est de 210 m et son diamètre intérieur est de 100 mm. Les résidus, le liant et l'eau sont mélangés dans une cuve de 2,5 m³ par le mélangeur. Le mélangeur fonctionne tout au long du processus expérimental pour garantir une pâte homogène. Dans l'étude de (Caupers et al., 1998; Liu, H.-l. et al., 2021; Sveinson, 1999), une pompe à piston a été utilisée pour faire passer le RPC dans les tuyaux avec une pression maximale de 18 MPa, permettant d'atteindre un débit volumétrique maximal de 90 m³/h. Les mesures en temps réel de la pression et du débit de la pâte dans le tuyau ont été réalisées respectivement avec des manomètres et un débitmètre électromagnétique.

Les caractéristiques du remblai transporté ont un impact significatif sur la perte de pression. Cette diminution de pression est principalement attribuable à la friction mécanique entre les particules et la paroi du tuyau (Vlasák et al., 2014).

Les mesures se sont basées sur les tronçons droits des conduites du système d'écoulement en boucle c'est-à-dire que les essais au niveau des coudes ne sont pas considérés comme le montre la figure 2.25. Selon la figure 2.26, les résultats montrent que pour la pâte de résidus sans ciment (figure 2.26a) circulant dans la conduite horizontale, les pertes de pression sont de 2,76 kPa/m, 3,99 kPa/m et 5,476 kPa/m respectivement pour des pourcentages de solides de 70 %, 74 % et 78 %. Dans le cas de RPCs (figure 2.26 (b)), la chute de pression est de 3,49 kPa/m, 4,64 kPa/m et 6,23 kPa/m pour respectivement pour les mêmes pourcentages solides donnés ci-dessus.

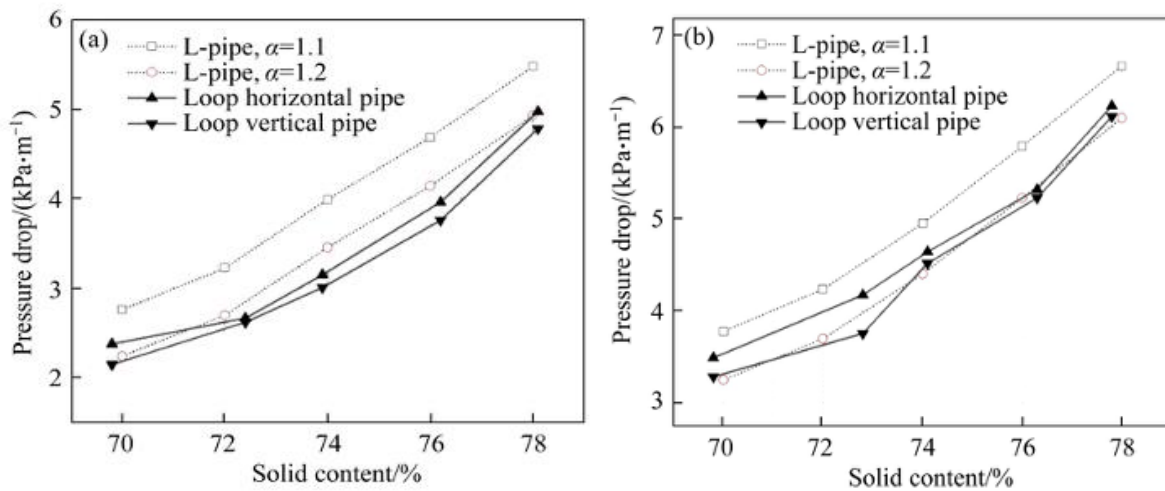


Figure 2.26 : Effet du pourcentage solide sur la chute de pression ΔP mesurée avec un « flow loop test » : (a) pâte de résidus sans ciment et (b) pâte de résidus avec ciment à (Liu et al., 2021).

Cette augmentation de ΔP avec C_w s'explique par une diminution de la teneur en eau. Une teneur en eau plus élevée agirait comme un lubrifiant pour la pâte de RPC lors de son écoulement (Wu et al., 2015). Ainsi, une augmentation de la teneur en matières solides rend le transport de la pâte plus difficile (Liu et al., 2021).

De plus, une concentration élevée en particules solides entraîne davantage de collisions et de friction, tant entre les particules elles-mêmes qu'entre ces particules et les parois des tuyaux. Les

pâtes présentant des pourcentages élevés de solides sont généralement associées à des seuils de cisaillement et viscosités élevés, ce qui accroît la résistance à l'écoulement et génère des pertes de charge importantes.

L'influence de la vitesse d'écoulement est également un facteur contributif aux pertes de charge, comme illustré sur la figure 2.27. Les graphiques présentent la perte de charge en fonction de la vitesse d'écoulement de la pâte. On observe que l'augmentation de cette vitesse d'écoulement induit une croissance des pertes de pression (en accord avec l'équation 2.21).

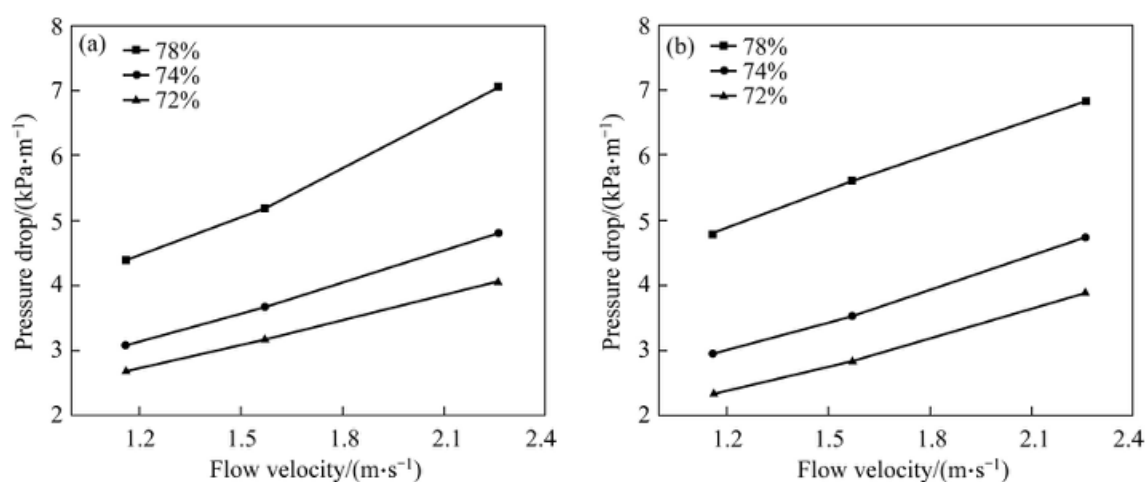


Figure 2.27 : Influence de la vitesse d'écoulement sur les chutes de pression pour différents pourcentages solides lors d'un essai d'écoulement en boucle : (a) tuyau horizontal, (b) tuyau vertical (Liu et al., 2021).

L'ajout cimentaire est l'un des composants principaux des RPC, la figure 2.28 illustre la perte de charge en fonction de la proportion de ciment pour des mélanges de RPC. La perte de charge augmente avec l'augmentation de la proportion en ciment dans le mélange.

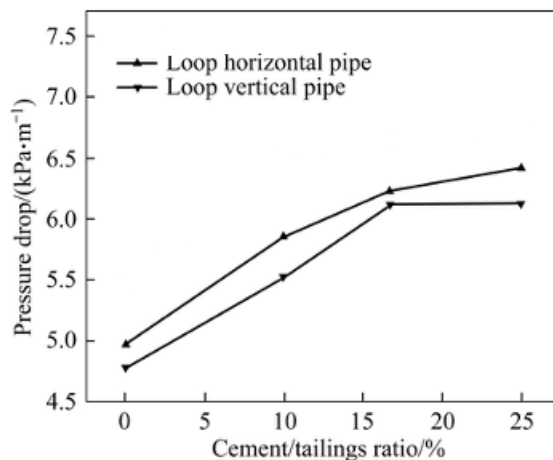


Figure 2.28 : Effet du rapport entre le ciment et les résidus sur la perte de pression du mélange CPB avec 78% de solides à travers un tuyau en boucle (Liu et al., 2021).

Bien que les pâtes composées de matériaux différents avec le même affaissement ne s'écoulent pas de la même manière, il est possible de comparer des mélanges préparés avec des matériaux similaires, mais à différents affaissements. Un mélange à faible affaissement s'écoulera moins facilement qu'un mélange à fort affaissement, même si les deux sont préparés avec le même matériau. Une comparaison des résultats des essais de pompage pour le mélange 1 et le mélange 2 (figure 2.29) montre une différence substantielle dans le gradient de pression associé à un changement d'affaissement de 5 cm. Pour un débit d'environ 25 m³/h (32 yd³/h), le gradient de pression passe de 28 à 6 kPa/m (1,2 à 0,3 psi/pi), ce qui correspond à une diminution de 78 % du gradient de pression pour une augmentation de 5 cm de l'affaissement (Clark et al., 1995).

Il a été démontré que la composition minéralogique des résidus miniers influait aussi sur la perte de pression dans les conduites ou pipeline, dépendamment de la composition du tuyau (Sveinson, 1999). Landriault et al. (1997) ont indiqué que les résidus en pâte composés de pyrite montraient une résistance à l'écoulement anormalement plus élevée dans les tuyaux en acier que dans les tuyaux en plastique, alors que les pâtes de résidus siliceux n'ont pas montré cette même différence. À noter que la distribution granulométrique des particules de ces pâtes minéralogiquement différentes était similaire.

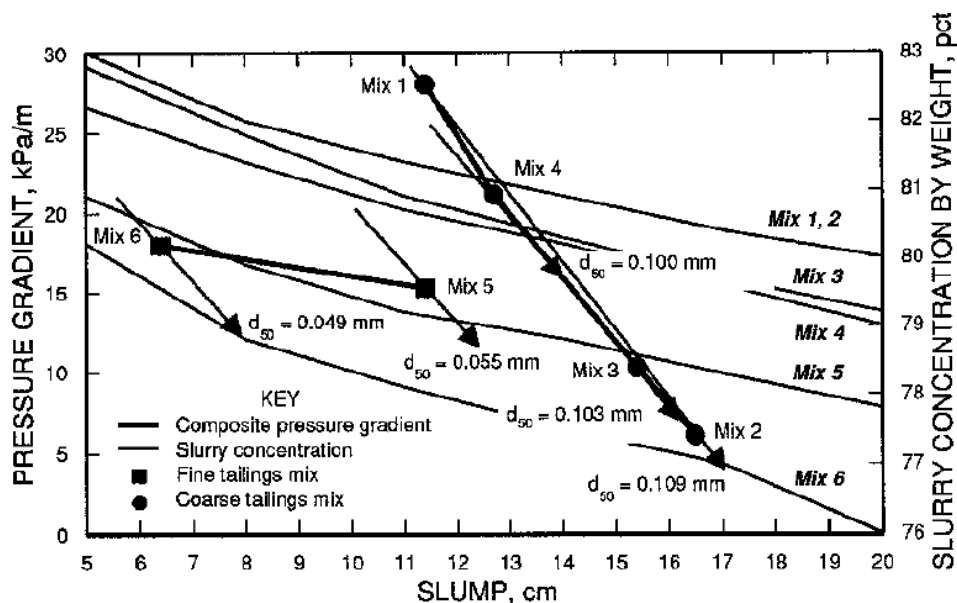


Figure 2.29 Effet du pourcentage solide et du type de résidus sur l'affaissement impactant le gradient de pression des RPC à un débit d'écoulement de $25\text{m}^3/\text{h}$ à travers une conduite de 154 mm de diamètre (Clark et al., 1995).

2.5 Phyllosilicates

2.5.1 Structure des phyllosilicates

Les phyllosilicates sont structurés par un empilement de plusieurs feuillets de compositions cristallographiques différentes. Ces feuillets sont construits par l'association de deux types d'unités structurales qui s'étalent en deux dimensions : les couches tétraédriques (T) octaédriques (O).

Dans le cas des couches tétraédriques (T), les tétraèdres silicatés partagent trois des oxygènes basaux, le quatrième sommet se liera à la couche octaédrique (figure 2.31). La répétition de ce schéma formera cette trame bidimensionnelle silicatée, à symétrie pseudo hexagonale délimitant des cavités ditrigonales formées par l'association de six tétraèdres (figure 2.30).

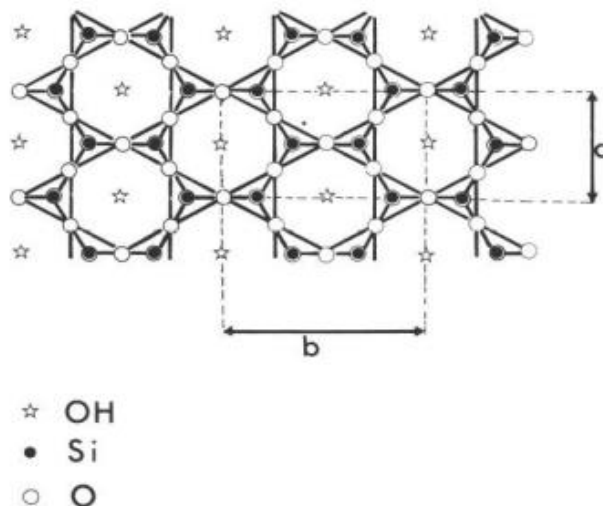


Figure 2.30 : Schéma représentatif de la structure tétraédrique des phyllosilicates en 2D (de La Calle et al., 1980).

Les couches octaédriques (O) (voir figure 2.31) correspondent géométriquement à une bipyramide à base carrée dont les sommets sont occupés par des oxygènes (O^{2-}) ou des hydroxydes (OH^-). Le centre est occupé par des cations dont le nombre et la valence entrent dans la systématique des phyllosilicates. Ces octaèdres sont représentés généralement par la brucite ($Mg(OH)_2$) ou de la gibbsite ($Al(OH)_3$). Mais, d'autres cations peuvent aussi entrer dans la composition de phyllosilicates tels que le Fe, Mn, Li.

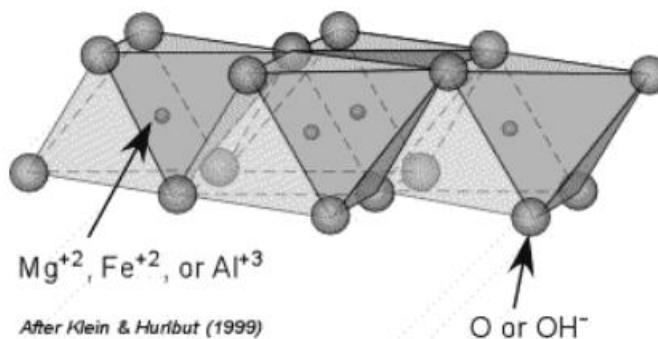


Figure 2.31 : Schéma représentant les octaèdres formant la couche octaédrique des phyllosilicates (Klein & Hurlbut, 1999).

2.5.2 Classification chimique des phyllosilicates

Cette classification est basée en premier lieu sur le nombre et le type de cation occupant les trois sites octaédriques. On aura les phyllosilicates dioctaédriques dans le cas où deux sur trois des octaèdres sont occupés. Prenant l'exemple de l'aluminium trivalent (Al^{3+}) occupant deux octaèdres et un octaèdre vacant. C'est le cas de la pyrophyllite de formule $\text{Al}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$. Les phyllosilicates trioctaédriques sont désignés ainsi quand tous les sites octaédriques sont occupés par les cations comme le magnésium bivalent (Mg^{2+}) qui occupe tous les octaèdres, tel le talc de formule chimique $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ (Nagelschmidt, 1938).

Une classification plus récente introduit des préfixes additionnels (hétéro, homo, mono) aux nomenclatures dioctaédrique et trioctaédrique traitées précédemment. Elle correspond au type de cation occupant les trois sites octaédriques. Si le même cation se répète dans ces sites, on parlera de phyllosilicates homo-octaédriques dioctaédriques ou trioctaédriques. Dans le cas contraire, si les cations sont différents, on parlera de phyllosilicates hétéro-di ou trioctaédriques. Les termes mono-, di-, ou tri-octaédrique définissent les espèces ayant deux sites octaédriques vacants (Durovic, 1994).

2.5.3 Classification cristallochimique des phyllosilicates

La classification cristallochimique des phyllosilicates concerne le type d'association des couches tétraédriques et octaédriques venant former les feuillets (Figure 2.32). On parlera alors de Phyllosilicates de types 1:1, 2 :1 et 2 :1 :1 (voir figure 2.32).

Les phyllosilicates de type 1:1 (bicouches) sont caractérisés par une superposition d'une couche tétraédrique à une couche octaédrique nommée « T-O » d'épaisseur de 7 Å. Cette forme est construite dans le cas où deux hydroxydes (OH^-) de chaque octaèdre sont remplacés par deux oxygènes (O^{2-}) qui deviennent des oxygènes apicaux des tétraèdres venant partager cet oxygène. La kaolinite et la serpentine font partie de ce groupe.

Les phyllosilicates de type 2:1 (tri-couches) se caractérisent par une couche octaédrique située entre deux couches tétraédriques (T-O-T), d'une épaisseur de 10 Å. Cette configuration est possible lorsque deux ions (OH^-) de la couche octaédrique sont remplacés par des oxygènes, transformant ainsi ces oxygènes en oxygènes apicaux d'une autre couche tétraédrique. Cette dernière devient une

couche T-O-T, pouvant se lier à d'autres couches T-O-T par des liaisons de Van der Waals. Dans ce groupe on trouve le mica, la smectite, la vermiculite et l'illite.

Finalement, la structure des phyllosilicates de type 2:1:1 (quadri-couches) se compose d'une couche octaédrique située entre deux couches tétraédriques et une couche octaédrique supplémentaire libre (T-O-T:O), avec une épaisseur de 14 Å. C'est le cas de la chlorite (Bailey, 1980).

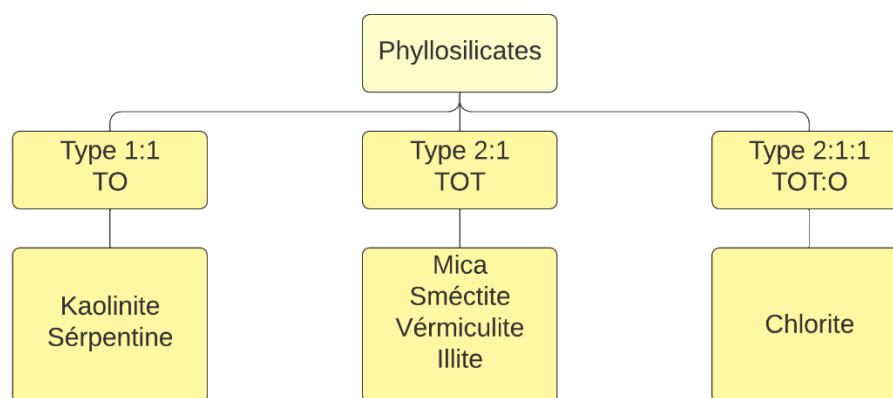


Figure 2.32 : Classification simplifiée des phyllosilicates (inspirée de Kumari et Mohan, 2021).

La différence de composition chimique des phyllosilicates survient fréquemment lors de la substitution d'ions dans la structure minérale. La substitution de Si^{4+} , Al^{3+} , et Mg^{2+} peut être effectuée par d'autres cations ayant des rayons ioniques comparables dans les feuilles tétraédriques et octaédriques respectives, en raison de l'altération. Par conséquent, au centre du tétraèdre, le Si^{4+} peut être remplacé par Al^{3+} sans modifier la structure de base du cristal. De plus, dans l'octaèdre, les cations Al^{3+} et Mg^{2+} peuvent être remplacés par des ions tels que Fe^{3+} , Fe^{2+} et Zn^{2+} (rayon ionique = 0,074 nm). Ce processus est connu sous le nom de substitution isomorphe ou solution solide, où un cation structural est remplacé par un autre de taille similaire (Nesse, 2012).

Ce type de remplacement est la principale cause des charges négatives et positives dans les minéraux argileux. Par exemple, la substitution d'un Al^{3+} par un Si^{4+} dans l'unité tétraédrique crée une charge négative. En outre, le remplacement d'un cation de faible valence par un cation de valence plus élevée (Fe^{2+} par Fe^{3+}) génère une charge négative. De même, le remplacement d'un cation de valence inférieure par un cation de valence supérieure (Fe^{2+} par Fe^{3+}) entraîne un gain d'une charge positive. La charge nette du minéral argileux est déterminée par l'équilibre entre la

perte et le gain d'électrons au sein de la structure. Dans la plupart des sols, la charge négative nette est compensée par une charge positive résultant de ces substitutions (Nesse, 2012).

Certains phyllosilicates, tels que les smectites, les micas et la vermiculite, présentent une couche interfoliaire située entre les feuillets tétraédriques. Cette couche interfoliaire est composée de cations interchangeables, comme illustré dans les figures 2.33 et 2.34.

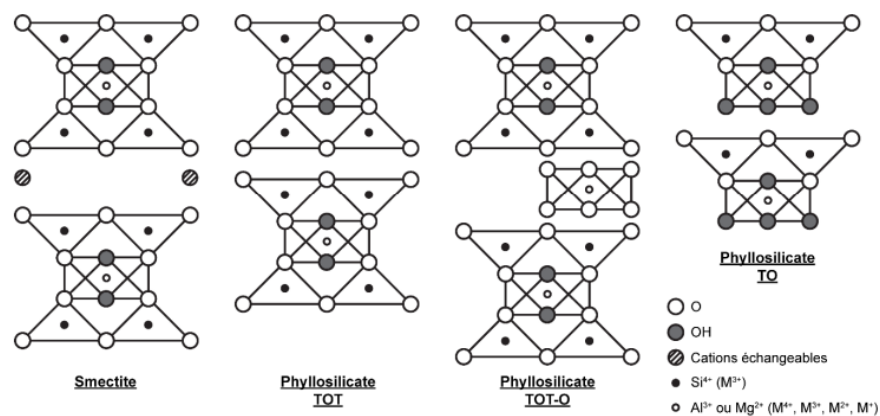


Figure 2.33 Représentations de la cristallographie des différents types de phyllosilicates (d'après Sedighi et Thomas, 2014).

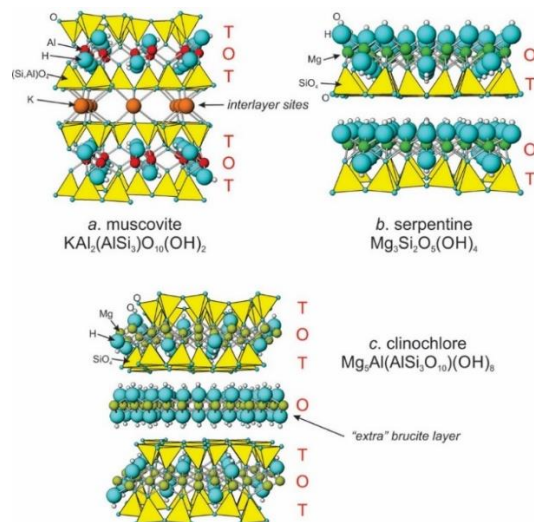


Figure 2.34 Illustration de la cristallochimie de quelques types de phyllosilicates (Perkins, 2020).

L'importance de ces cations interchangeables réside dans leur capacité à équilibrer et neutraliser les charges électriques lorsque des substitutions, telles que celle du silicium Si^{4+} par l'aluminium Al^{3+} , créent un déficit de charge positive au sein des feuillets tétraédriques (Nesse, 2012).

2.5.4 Aspect physique des phyllosilicates

En raison de leur structuration en feuillets, les phyllosilicates présentent une face basale et une face latérale. Trois types de porosités peuvent également être identifiés, offrant des espaces propices à l'accueil de molécules d'eau : la microporosité, la macroporosité interparticulaire et la macroporosité entre les agrégats. La microporosité, est représentée par l'espace interfoliaire qui confère aux phyllosilicates, tels que les smectites, leur caractère absorbant (argiles gonflantes). La macroporosité interparticulaire se situe à l'intérieur d'un agrégat, tandis que la macroporosité entre les agrégats se trouve dans les espaces inter-agrégats (voir figure 2.35).

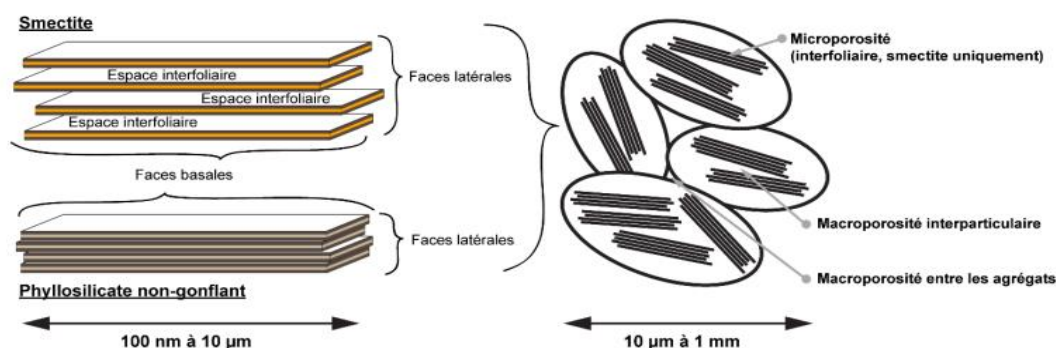


Figure 2.35 Structure des phyllosilicates à différentes échelles (d'après Sedighi et Thomas, 2014).

2.5.5 Groupe des micas

Le groupe des micas peut être classifié en micas ignés, métamorphiques et argileux. Les micas ignés et métamorphiques incluent des espèces telles que la muscovite, la biotite et la phlogopite. Le sous-groupe des micas argileux comprend les illites ainsi que les minéraux argileux à réseaux mixtes trioctaédrique et dioctaédrique (White & Pichler, 1959). Les micas cristallisent selon une

formule de base de Si_4O_{10} , avec une substitution d'un atome de silicium par un atome d'aluminium dans la couche tétraédrique, compensée par un cation (K^+ , Na^+ , Ca^{2+}).

Comme le stipule la classification de Durovic (1994) et la figure 2.36, le groupe des micas sont composé de différents types dont les formules chimiques s'écrivent de la manière suivante :

$[(\text{Si}_3\text{Al O}_{10}) (\text{OH}, \text{F})_2]_2\text{X}_2\text{Y}_4$ micas dioctaédriques

$[(\text{Si}_3\text{Al O}_{10}) (\text{OH}, \text{F})_2]_2\text{X}_2\text{Y}_6$ micas trioctaédriques

où $\text{X}^+ = \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{Ca}^+, \text{Cs}^+, \text{Rb}^+, (\text{H}_2\text{O})^+$, $\text{Y}^{2+}: \text{Mg}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Mn}^{2+}$ et $\text{Y}^{3+}: \text{Al}^{3+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{V}^{3+}, \text{Ti}^{3+}$

Les gros ions X^+ ($\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{Ca}^+, \text{Cs}^+, \text{Rb}^+$) occupent les sites interfoliaires (voir figure 2.36). Ils assurent la cohésion de la structure et équilibrent les déficits de charges positives causés par la substitution du silicium Si^{4+} par l'aluminium Al^{3+} .

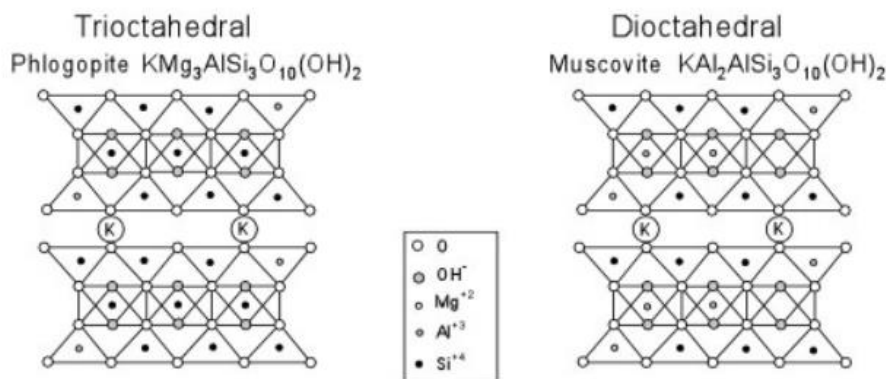


Figure 2.36 Schéma représentant la structure cristallochimique des micas trioctaédrique et dioctaédrique (Nelson, 2015).

Il existe des micas intermédiaires entre dioctaédriques et trioctaédriques, comme les lépidolites pour lesquels le remplissage octaédrique par les cations est compris entre 2 et 3 sites. Les micas sont cristallochimiquement très complexes et peuvent être considérés comme des solutions solides entre plusieurs espèces (série isomorphe).

Les minéraux suivants se retrouvent dans chaque type de micas dioctaédrique ou trioctaédrique.

Micas dioctaédriques

- *Muscovite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2] Al_2K$
- *Paragonite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2] Al_2Na$
- *Fuschite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2] (Al, Cr)_2K$
- *Pyrophyllite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2] Al_2$

Micas trioctaédriques

- *Phlogopite / Phengite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2]Mg_3K$
- *Biotite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2] (Fe, Mg)_3K$
- *Sidérophyllite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2]Al Fe^{2+}_2K$
- *Annite* : $[Si_3AlO_{10}(OH)_2]Fe^{2+}_3K$

Le lithium (Li^+) et le sodium (Na^+) peuvent parfois remplacer le potassium (K^+). On aura alors la lépidolite ($[Si_3AlO_{10}OH_2]Al_2Li$), zinnwaldite ($[Si_3AlO_{10}OH_2] (Fe, Al)_2Li$), et polyolithionte ($[Si_3AlO_{10}OH_2]AlLi_2K$).

La figure 2.37 montre une photographie au microscope électronique à balayage (MEB) montrant la différence entre des grains d'un sol granulaire (gravier) et de la muscovite. Les particules de gravier sont de forme angulaire et présentent des faces rugueuses, alors que les micas sont planaires et ont des faces très lisses comportant des clivages qui facilitent leur délamination.

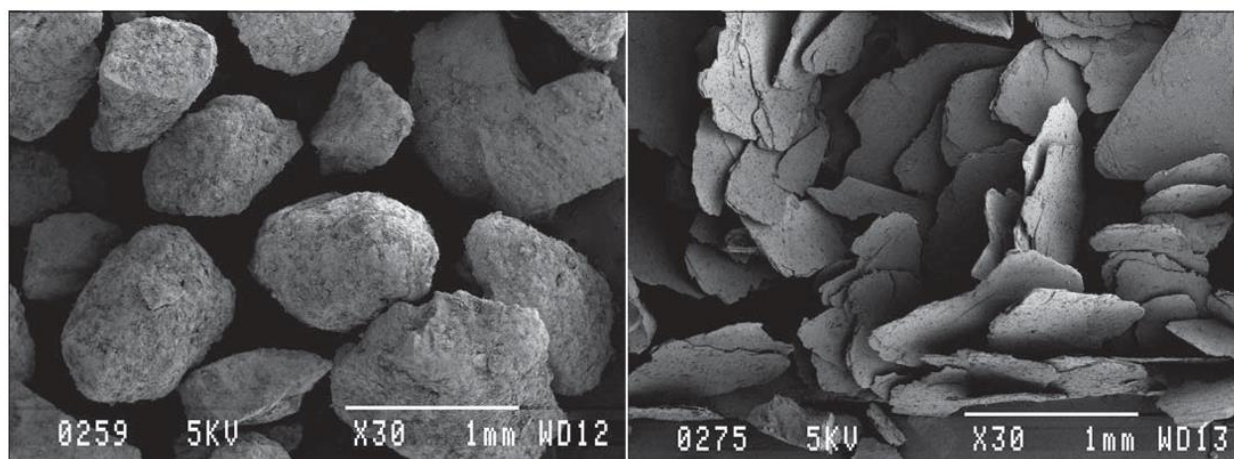


Figure 2.37 Images MEB : a) particules de sol granulaire b) particules de muscovite (Mshali & Visser, 2012).

2.6 Propriétés électrostatiques des particules en suspension

Cette section vise à donner quelques notions théoriques sur les charges de surface et le comportement électrocinétique des particules en suspension. Cela mènera à la compréhension du lien entre ces forces électriques, le type d'agrégation, le pH et la rhéologie des fluides à base de grains et de phyllosilicates. Cette section parlera des charges autour des particules isotropes et anisotropes. De plus, d'un bref survol sur les principes du potentiel Zeta qui servira de base de compréhension de la rhéologie des suspensions à base de phyllosilicates. Finalement on parlera de la propriété de sorptions de la muscovite.

2.6.1 Charge électrique autour d'une particule isotrope en suspension

La théorie de DLVO (Derjaguin, Landau, Vervy, and Overbeek) (Derjaguin, 1993) fournit une explication approfondie des interactions entre particules dans une suspension colloïdale. Cette théorie modélise les relations spatiales entre les grains et quantifie leur degré d'agrégation en estimant les forces d'interaction résultant de la compétition entre les forces d'attraction de Van der Waals et les forces de la double couche (Trefalt & Borkovec, 2014). La figure 2.38 présente une configuration de la double couche électrique, où les ions sont considérés comme des charges ponctuelles. Cette couche, qui entoure les particules dispersées, génère des forces de répulsion lorsque les particules se rapprochent. Cette double couche est essentielle à la stabilité des colloïdes lyophobes et des systèmes dispersés (Derjaguin, 1993). La représentation schématique de cette double couche a été développée par Helmholtz en 1879 comme un condensateur électronique, puis affiné par Gouy en 1910 et Chapman en 1913. Les modèles actuels permettent de représenter les charges de surface des particules dispersées chargées dans un fluide.

La double couche électrique est composée d'une première couche en contact avec la surface du grain, appelée la couche dense de Helmholtz ou couche Stern. Cette couche comprend les ions de charge opposée à la surface de la particule. La seconde couche, en contact avec la première, est appelée la couche diffuse de Gouy-Chapman. Les ions de charge opposée à la surface du grain se dirigent et se concentrent dans la couche Stern, tandis que les ions de charge similaire sont repoussés vers la couche diffuse. L'épaisseur totale de cette double couche est appelée "Longueur de Debye".

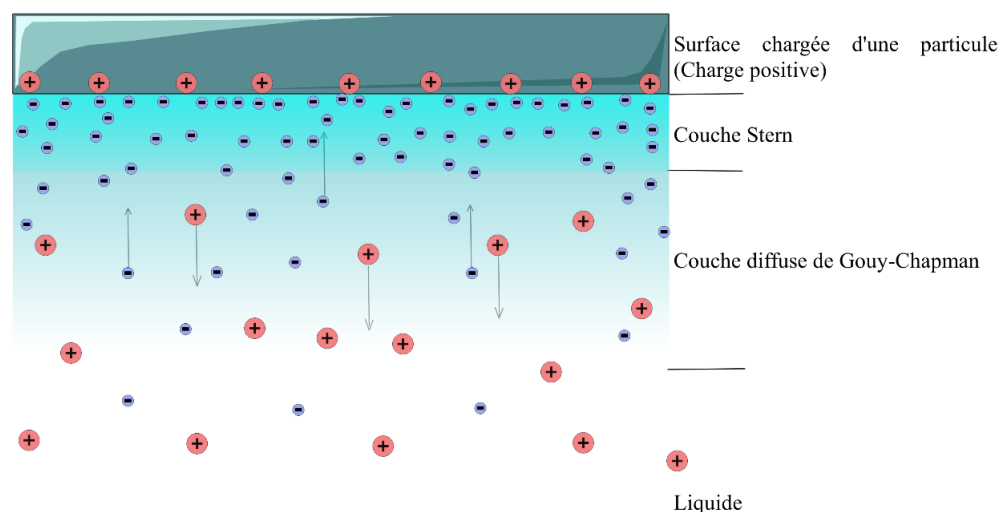


Figure 2.38 : Schéma représentatif de la double couche électrique (modifié de Hovhannissian, 2000).

La charge de surface d'une particule ne détermine pas automatiquement son pouvoir répulsif ou attractif envers d'autres particules. L'équilibre entre les forces d'attraction de Van der Waals et les forces induites par le potentiel électrique de la double couche du modèle Stern-Gouy-Chapman caractérise le comportement de ces grains. Le potentiel qui décrit ces interactions est appelé le potentiel ζ (potentiel Zeta), et nous explorerons cela plus en détail ci-dessous. Il s'agit d'une différence de potentiel entre la couche Stern et le liquide au niveau de la surface de glissement, comme illustré sur la figure 2.39. La section 2.6.3 reviendra en détail sur ce potentiel.

2.6.2 Charges électriques autour d'une particule anisotrope (cas des phyllosilicates)

La structure unique des phyllosilicates, notamment leur aspect lamellaire ou fibro-planaire, a été l'objet de nombreuses recherches portant sur leurs propriétés chimiques. Comme mentionné précédemment, cette structure cristalochimique particulière confère aux phyllosilicates une anisotropie de charge de surface entre leurs faces basales et latérales. Pour illustrer l'anisotropie électrique des charges de surface des particules de phyllosilicates, Van Olphen (1977) et Carty (2001) ont travaillé sur de la kaolinite. Deux interprétations différentes existent. La première, représentée sur la figure 2.40, indique que les deux plans basaux portent une charge négative. Cette

charge négative est expliquée par les substitutions isomorphes de Si^{4+} par Al^{3+} (dans le cas des tétraèdres) et d' Al^{3+} par Mg^{2+} (dans le cas des octaèdres). Ces cations de substitution ont des rayons similaires, ce qui ne perturbe pas la structure cristalline du minéral. En revanche, les côtés du minéral acquièrent une charge positive (Van Olphen, 1977) (voir figure 2.40).

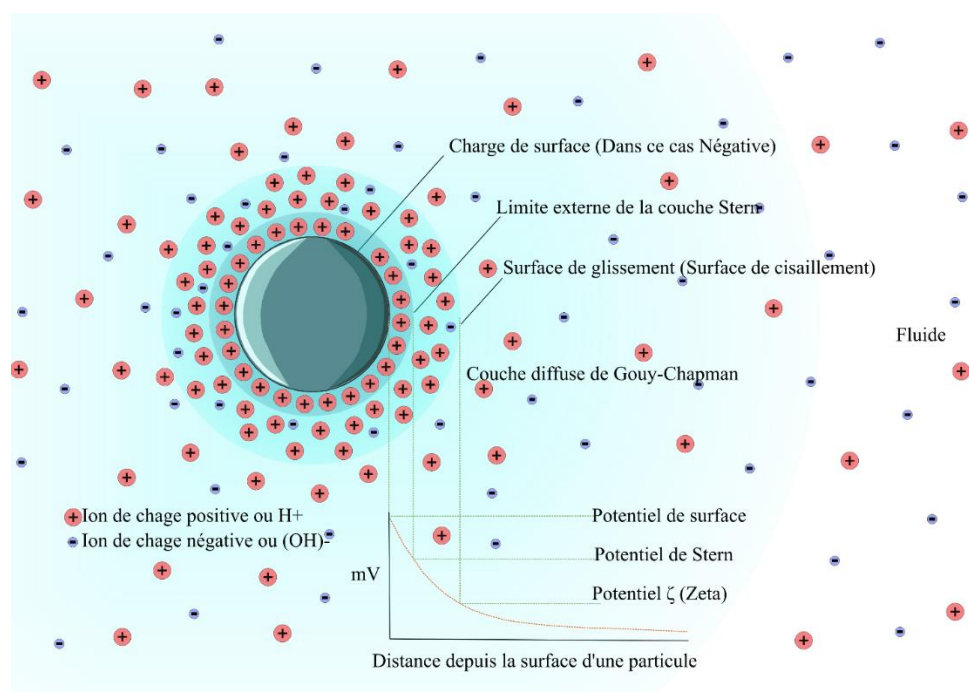


Figure 2.39 : Représentation schématisée de la charge de surface d'une particule sphérique isotrope dans une solution ionique (inspiré de Malvern, 2015).

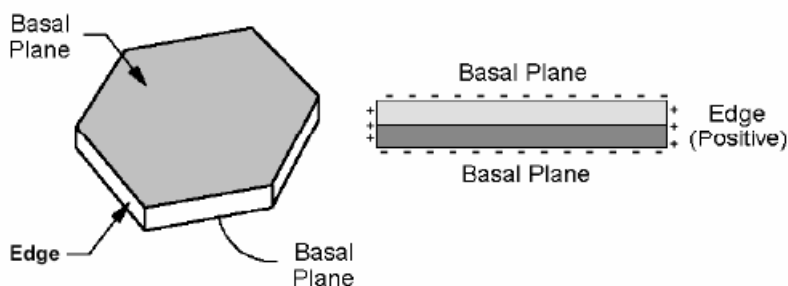


Figure 2.40 : schéma montrant la répartition des charges de surface d'une particule de phyllosilicate (kaolinite) selon (Carty, 2001).

Une deuxième interprétation plus récente, visible sur la figure 2.41, indique à l'opposé que les faces basales des kaolins prennent des charges opposées quand le pH est entre 3,0 et 8,5. Le pH auquel la particule montre une inversion de charge est connu comme le point isoélectrique (p.i.e). Les boues (diluée) d'alumine ont un p.i.e. à un pH d'environ 2,0-3,0 tandis que les boues de silice ont un p.i.e. à un pH de 8,5-10,0. Cela signifie que les particules de kaolin dans une suspension dont le pH est situé entre 3,0 et 8,5 devraient avoir des surfaces basales de charge opposée, la couche tétraédrique de type silice présentant un potentiel positif et la couche dioctaédrique de type alumine portant un potentiel négatif (Carty, 2001).

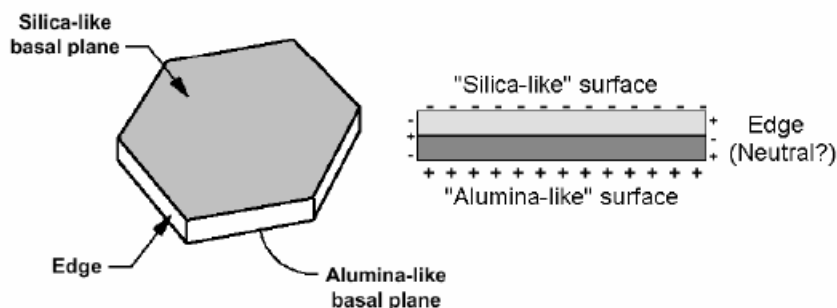


Figure 2.41 : Schéma montrant la répartition des charges de surface d'une particule de phyllosilicate selon (Carty, 2001).

Les feuillets des phyllosilicates, que ce soit sur la face basale ou les bords latéraux, présentent des couches électriques qui jouent un rôle crucial dans le comportement électrocinétique du minéral vis-à-vis des autres particules dans une suspension. La figure 2.42 illustre que les argiles comportent trois zones avec différentes charges de surface. On distingue les faces basales et les bords, ainsi que l'espace interfoliaire qui contient l'électrolyte absorbé.

La figure 2.43 illustre les différentes couches électriques qui composent la surface plane d'un feuillet de kaolinite. Cette structure comprend la première couche Stern, suivie du plan de cisaillement ou de glissement, qui est un point caractéristique de la mesure du potentiel zêta. Enfin, on observe la couche diffuse de Gouy-Chapman, qui s'étend jusqu'à l'électrolyte.

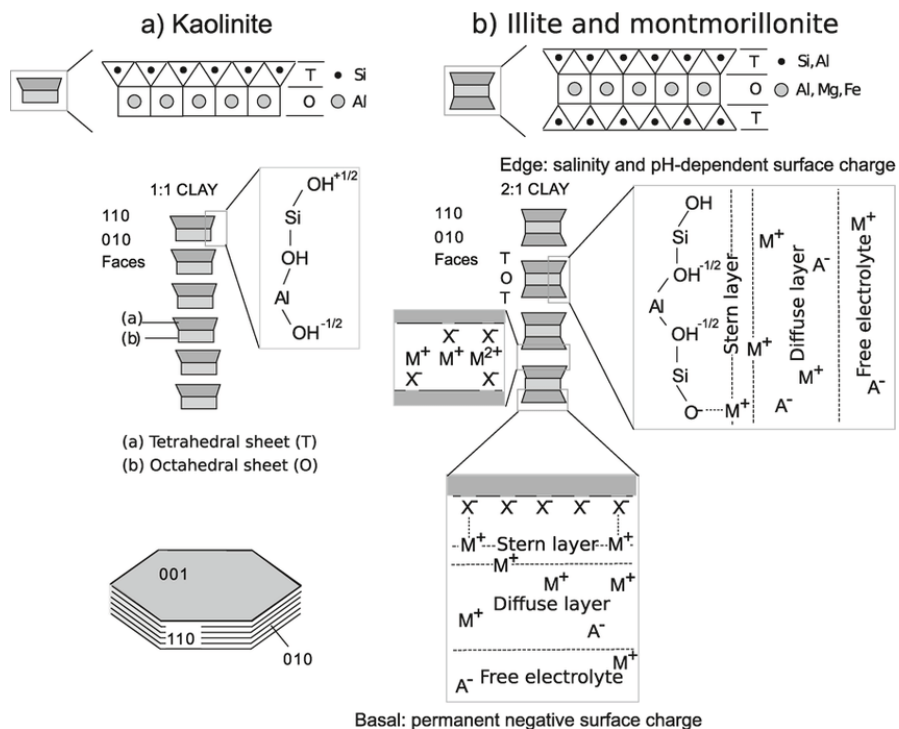


Figure 2.42 : Sites de surface actifs au bord de (a) argiles 1:1 (kaolinite) et (b) argiles 2:1 (smectite ou illite) (modifié d'après Leroy & Revil, 2009).

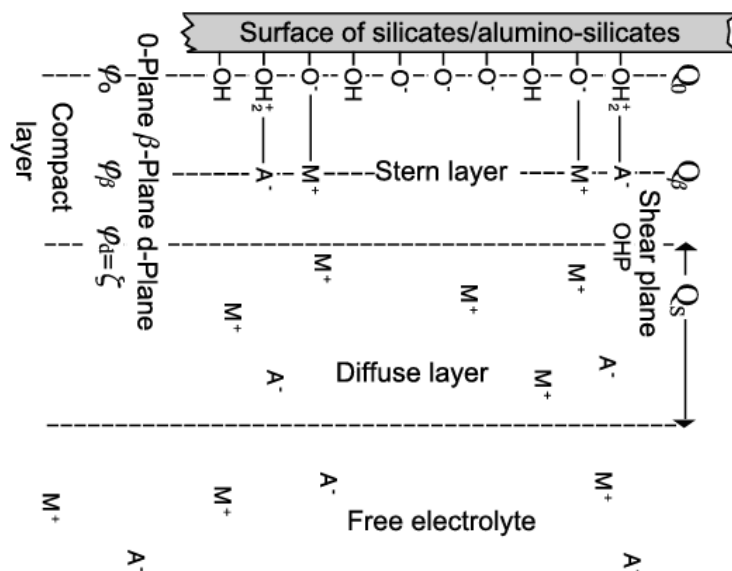


Figure 2.43 : Schéma du modèle électrique à trois couches pour la kaolinite (modifié d'après Leroy & Revil, 2009).

2.6.3 Le potentiel Zêta

Le potentiel zêta est une propriété physico-chimique des particules en suspension, définissant l'état des forces d'interaction entre les doubles couches électroniques et l'électrolyte. Comme précédemment évoqué, plusieurs potentiels existent à la surface d'une particule chargée (figures 2.38 et 2.39). À la surface du colloïde, on retrouve le potentiel de surface, à la limite de la couche Stern, le potentiel Stern. Enfin, à l'extrémité de la couche diffuse de Gouy-Chapman, le potentiel à cette limite est appelé le potentiel zêta. La magnitude du potentiel zêta donne une indication sur la stabilité potentielle du système colloïdal.

Si toutes les particules en suspension ont un potentiel zêta négatif ou positif important, elles auront tendance à se repousser mutuellement et n'auront pas tendance à se rassembler. En revanche, si les particules ont des valeurs de potentiel zêta faibles, aucune force n'empêchera les particules de se rassembler et de flocculer (Malvern, 2015). Le pH et les effets électrocinétiques sont les principaux facteurs d'influence du potentiel zêta (ζ). On se limitera ici aux effets du pH. La figure 2.44 illustre une courbe du potentiel zêta en fonction du pH, où les régions en bleu indiquent une stabilité accrue de la suspension colloïdale, maintenant ainsi la dispersion des particules.

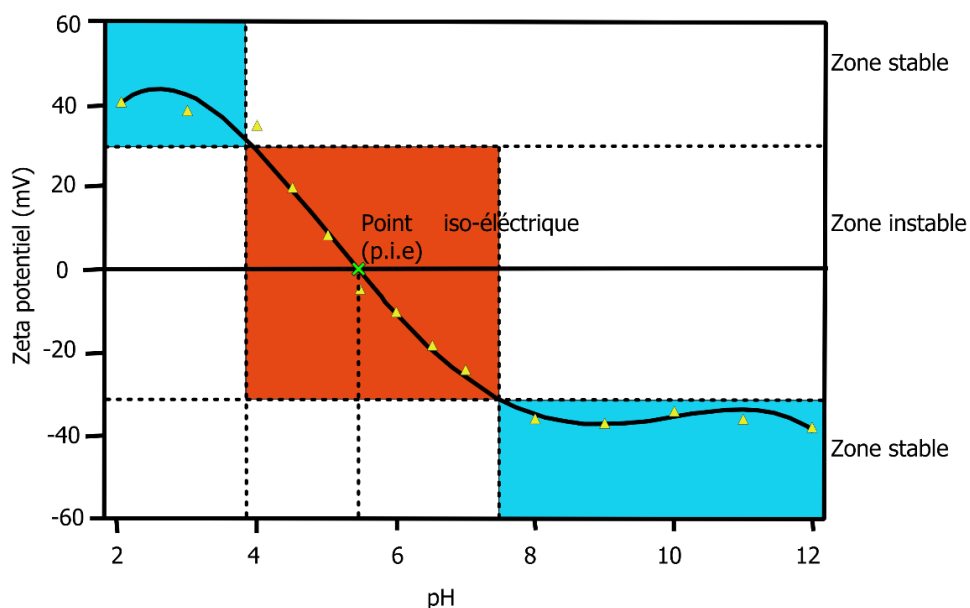


Figure 2.44 : Tracé typique du potentiel zêta en fonction du pH montrant la position du point isoélectrique (adapté de Malvern, 2015).

L'intersection de la courbe avec le potentiel nul ($\zeta=0\text{mV}$) représente le point isoélectrique (p.i.é), marquant le changement de signe de la charge de surface d'une particule. Dans cet exemple, le point isoélectrique de l'échantillon se situe à environ pH 5,5. De plus, le graphique peut être utilisé pour prédire que l'échantillon sera stable à des valeurs de pH inférieures à 4 (charge positive suffisante) et supérieures à pH 7,5 (charge négative suffisante). Des problèmes de stabilité de la dispersion sont à anticiper pour des valeurs de pH comprises entre 4 et 7,5, car les valeurs du potentiel zêta oscillent entre +30 et -30 mV (Malvern, 2015).

2.6.4 Comportement électrophorétique et rhéologique des phyllosilicates planaires (muscovite et vermiculite)

Le comportement rhéologique des phyllosilicates suscite un intérêt croissant en raison de leur morphologie non sphérique caractéristique et de leurs anisotropies de charge de surface. Les suspensions de boues de minéraux de phyllosilicates, notamment leur comportement rhéologique et électrophorétique, ont été l'objet de nombreuses études (Au et al., 2014; Burdukova et al., 2008; Carty, 2001; Ndlovu et al., 2011a; Van Olphen, 1977).

Dans une étude menée par Ndlovu et al. (2011a) la rhéologie des suspensions de phyllosilicates, tels que la muscovite et la vermiculite (argile gonflante issue de l'altération de la muscovite), a été comparée à celle du quartz (tectosilicates). Le quartz, caractérisé par une morphologie simple et une charge de surface isotrope régulière sur tout le grain, sert de référence pour mettre en évidence les différences de comportement rhéologique des phyllosilicates, qui présentent des caractéristiques plus complexes en raison de leur structure lamellaire et de leur charge de surface anisotrope.

2.6.4.1 Comportement électrophorétique

Les résultats, présentés sur la figure 2.45a, démontrent clairement que les potentiels zêta de la vermiculite et de la muscovite passent des charges positives à négatives dans des conditions de pH acide ($\text{pH} < 5,4$ pour la muscovite et $\text{pH} < 3,3$ pour la vermiculite). Les deux minéraux affichent un potentiel zêta négatif dans la majorité de la gamme de pH considérée dans cette étude ($3 \leq \text{pH} \leq 11$) (Ndlovu et al., 2011a).

Le point de charge zéro (PZC) des phyllosilicates, tels que la vermiculite et la muscovite, a été déterminé en utilisant la méthode de Roberts-Mular. Pour chaque minéral, des suspensions de 2 g dans 50 ml de solution de NaCl à une concentration de 10^{-3} mol/dm³ ont été préparées et ajustées à différentes valeurs de pH (de 4 à 11), en utilisant de l'acide chlorhydrique (HCl) et de l'hydroxyde de sodium (NaOH) (Ndlovu et al., 2011a). La force ionique de chaque solution a été ajustée de 10^{-3} mol/dm³ à 10^{-1} mol/dm³ en ajoutant la quantité appropriée de cristaux secs de NaCl. Le pH de la solution résultante a ensuite été mesuré pour obtenir une valeur de pH finale. La différence entre les valeurs initiales et finales du pH (Δ pH) a été tracée en fonction du pH final. La valeur du pH à laquelle Δ pH est nul est le point de charge nulle du minéral, ou le "point of zero charge" (PZC) en anglais (Mular et Roberts, 1966). Des titrages potentiométriques ont été effectués pour obtenir une estimation plus précise du point net de charge zéro (PZC). Les courbes de titrage potentiométrique de la vermiculite et de la muscovite sont représentées sur la figure 2.45b.

La vermiculite et la muscovite présentent respectivement des points de charge nulle (PZC) à pH = 8,4 et pH = 4,6. À ces pH, un équilibre est établi entre les charges positives et négatives sur les faces et les bords de ces phyllosilicates. Contrairement aux minéraux isotropes, où le point isoélectrique (p.i.é) déterminé par les mesures du potentiel zêta et le PZC déterminé par les titrages potentiométriques sont identiques et situés à la même valeur de pH, une divergence entre les valeurs de pH du p.i.é et du PZC est observée pour les phyllosilicates. Plus cette divergence est importante, plus le degré d'anisotropie est élevé, et plus les faces basales ont tendance à porter une charge négative (Ndlovu et al., 2011a).

Les graphiques des Figures 2.45a et 2.45b mettent en évidence que la vermiculite présente une plus grande différence entre le p.i.é (pH = 3,3) et le PZC (pH = 8,4), ce qui se traduit par une forte charge négative sur ses faces basales. En revanche, la muscovite, avec un p.i.é (pH = 5,4) et un PZC (pH = 4,6), possède une charge négative moins prononcée et une différence moins marquée entre les faces basales et les côtés des feuillets. Cette estimation relative suggère que la muscovite présente un comportement dispersé similaire aux minéraux isotropes (Ndlovu et al., 2011a).

En se basant sur les tests du potentiel ζ et de la titration potentiométrique, on peut déduire que les charges de surface des faces basales et des côtés des phyllosilicates sont opposées et changent de polarité en fonction de la variation du pH de la solution qui les contient. Avec cette compréhension,

il devient possible d'estimer le type d'interaction entre les particules de phyllosilicates et leur influence sur les propriétés rhéologiques des mélanges. Selon Luckham et Rossi (1999) et Rand et Melton (1977), trois modes principaux d'association des particules peuvent se produire pour les minéraux planaires : face-face (FF), bord-face (BF), bord-bord (BB).

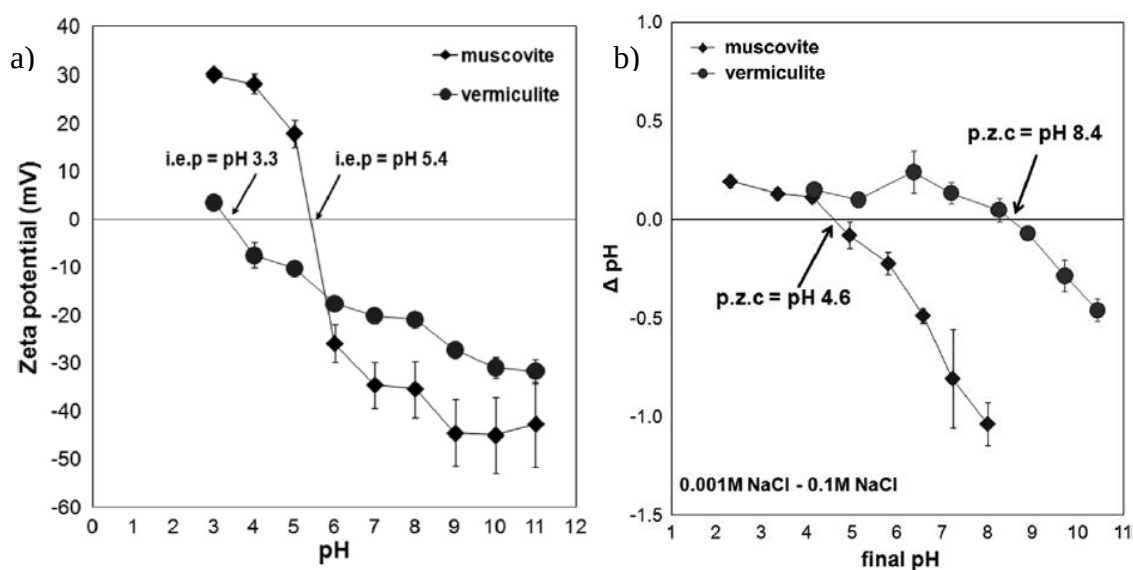


Figure 2.45 : a) Courbe du potentiel zéta (ζ) b) Courbe de titration potentiométrique de la muscovite et de la vermiculite en fonction de pH (les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance à 95 % des valeurs moyennes) (Ndlovu et al., 2011a).

2.6.4.2 Comportement rhéologique

L'agrégation sous le mode face contre face (FF) mentionné ci-dessus donne naissance à des grains lamellaires (tactoides), ne générant pas de seuils de cisaillement importants (Ndlovu et al., 2011a). En revanche, les modes de floculation bords-faces (BF) ou bords-bords (BB) confèrent une certaine tridimensionnalité aux agrégats (semblable à un château de cartes), résultant en des seuils de cisaillement plus élevés (Van Olphen, 1977).

Étant donné que le pH du test (pH = 9) est proche du PZC de la vermiculite (pH = 8,4), cela signifie qu'il y a un léger équilibre entre les charges des faces basales et des bords. Cependant, comme les tests du potentiel ζ et de la titration indiquent une forte charge négative des faces basales, il subsiste

une opposition de charges entre les bords et les faces. Ainsi, la coagulation bords-face est préférentielle. Pour la muscovite, présentant une relative isotropie électrophorétique déduite précédemment par la proximité des valeurs de PZE et de p.i.é, elle porte une faible charge négative sur ses faces. Comme le pH du test est largement supérieur au PZC (pH = 4,6), cela indique que tous les ions H^+ de la solution sont adsorbés à la surface de la muscovite, confirmant la totale négativité des faces. En conclusion, trois types d'interaction entre les particules de muscovite sont probables. Tout d'abord, il est possible que les bords, tout comme les faces, soient négatifs, résultant en une dispersion des feuillets et des seuils de cisaillement faibles. Ensuite, il est envisageable que les bords aient une charge presque neutre, tandis que les faces conservent leur faible charge négative, entraînant une coagulation bord-bord. Enfin, le cas le plus probable est l'association des deux précédents modes de coagulation, avec à la fois un état dispersif et une faible agrégation bords-bords. Ndlovu et al. (2011a) ont étudié l'influence du pourcentage solide volumique (C_v) sur les propriétés rhéologiques de solutions de muscovite, vermiculite et de quartz pures en variant respectivement C_v de 10 % à 35 %, de 5 % à 30 %, et de 10 % à 40 % à un pH de 9. Le P_{50} des minéraux était respectivement de 12 μm , 14 μm et 16 μm pour le quartz, muscovite et vermiculite. La figure 2.46 présente des rhéogrammes typiques obtenus par Ndlovu et al. (2011a) pour des suspensions de muscovite et de vermiculite pure à un pourcentage solide volumique (C_v) de 20% et à pH 9. Ces suspensions ont été préparées en utilisant une solution de NaCl de 10^{-2} mol/dm^3 comme électrolyte de fond.

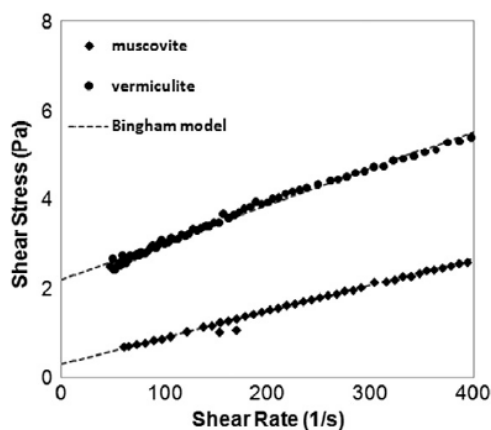


Figure 2.46 : Rhéogramme des solutions à pH = 9 de muscovite et vermiculite à 20% de solide par volume (Ndlovu et al., 2011a).

Les suspensions présentent un comportement d'un fluide de Bingham. Le modèle de Bingham a été utilisé pour estimer les viscosités plastiques et les seuils de cisaillement des suspensions. La figure 2.47a expose l'impact du pourcentage solide volumique sur le seuil de cisaillement de la vermiculite, de la muscovite et du quartz. Les seuils de cisaillement entre les pourcentages solides volumiques de 10 % à 35 % sont respectivement d'environ 0,15 Pa à un peu plus de 4 Pa pour la muscovite et d'environ 0,3 Pa à un peu plus de 20 Pa pour la vermiculite. Ces résultats mettent en lumière que les suspensions de vermiculite présentent des seuils de cisaillement les plus élevés, suivies par les suspensions de muscovite. En revanche, le quartz affiche un seuil de cisaillement très bas, voire nul, en raison de son état totalement dispersé, expliqué précédemment par son caractère isotrope électrophorétique. Le comportement observé dans les suspensions de vermiculite conduit à la formation de structures floculantes plus complexes que celles de la muscovite, laquelle coagule à son tour pour former des structures plus élaborées que le quartz. Ces observations correspondent respectivement aux interactions bord-face (B-F) pour la vermiculite, bord-bord (B-B) pour la muscovite, et aux particules dispersées pour le quartz, telles que déterminées par les propriétés de charge des bords et des faces à pH 9.

Concernant la viscosité plastique, la figure 2.47b révèle une similarité entre la vermiculite et la muscovite pour des valeurs de %Cv comprises entre 10 et 25%. À partir d'un %Cv de 30%, la vermiculite exhibe des viscosités supérieures à celles de la muscovite. Cette observation suggère que leur écoulement se fait sans effort, comparable au quartz dispersé. L'explication réside dans la déstructuration des agglomérations bord-face (B-F) et bord-bord (B-B) de la vermiculite et de la muscovite. Dans ce contexte, les propriétés rhéologiques de ces suspensions sont influencées par la charge de surface et le mode d'interaction des particules. La morphologie planaire (muscovite et vermiculite) et le degré d'hydratation (vermiculite) sont des paramètres négligeables, contrairement aux argiles gonflantes telles que les smectites et montmorillonites. Pour ces dernières, le paramètre d'hydratation joue un rôle prépondérant, montrant des résultats différents. Des tests préliminaires ont démontré que des suspensions contenant des smectites présentaient des seuils de cisaillement faibles, mais devenaient plus visqueuses à mesure que l'argile absorbait l'eau (Burdukova et al., 2008).

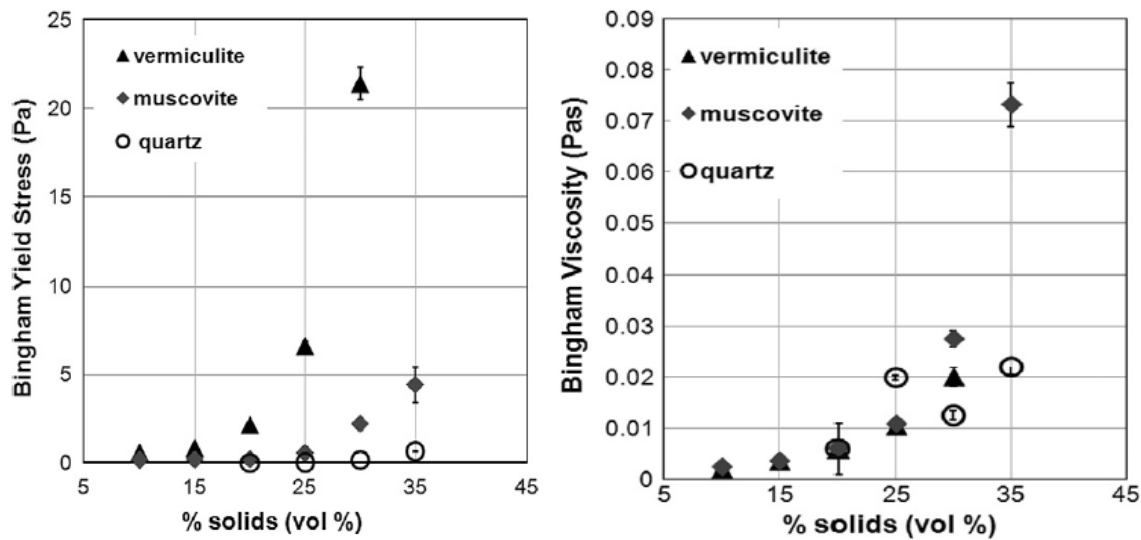


Figure 2.47 : Effet du pourcentage solide volumique des suspensions de vermiculite, de muscovite et de quartz à pH 9 sur a) le seuil de cisaillement de Bingham b) la viscosité plastique de Bingham (les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance à 95 % des valeurs moyennes) (Ndlovu et al., 2011a).

La figure 2.48 présente l'effet du pH sur le seuil de cisaillement des suspensions de muscovite et de kaolinite à différents pourcentages solides massiques (C_w) selon Au et al. (2014). Des courbes en cloche sont obtenues, similaires à la courbe Proctor. On observe que le seuil de cisaillement de la muscovite atteint son maximum entre des pH de 5 et 7 pour tous les pourcentages solides considérés ($C_w = 45, 50, 55, 57.6$ et 60%). Le seuil de cisaillement est d'autant plus faible que l'on se dirige vers des pH basiques ou plus acides. Le seuil de cisaillement maximal augmente avec C_w , variant d'environ 10 Pa à environ 350 Pa lorsque C_w varie de 45 à 60%. Sur la figure 2.48b, portant sur la kaolinite, les courbes de seuil de cisaillement en fonction du pH montrent des valeurs élevées en milieu acide, qui diminuent avec l'augmentation du pH (Au et al., 2014). Ce comportement peut s'expliquer par les propriétés électrophorétiques de chaque minéral, comme le montre la figure 2.58, où le point isoélectrique (p.i.é) de la muscovite, établi à 5.4 d'après Ndlovu et al. (2011a), concorde avec les résultats de Au et al. (2014). De plus, sur la figure 2.48, le pH des points présentant le seuil de cisaillement le plus élevé correspond au p.i.é de la muscovite.

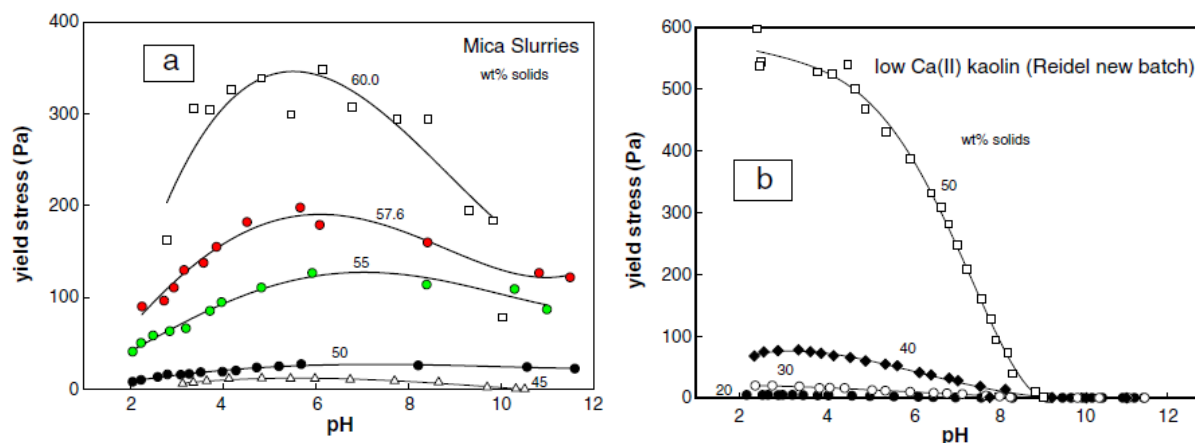


Figure 2.48 : Effet du pH sur le seuil de cisaillement de suspensions à différents pourcentages solides massiques a) muscovite et b) kaolinite (Au et al., 2014).

2.6.5 Caractéristique de sorption et demande en eau de la muscovite

La figure 2.49 présente les résultats des tests de sorption du groupe des micas, selon White et Pichler (1959). Les échantillons comprennent de la muscovite (mica dioctaédrique) provenant d'Inde, issue de la collection de l'université de l'Illinois, ainsi que deux échantillons d'illite, l'un du comté de Vermilion et l'autre du comté de Grundy, tous deux de l'Illinois. Il y a également de l'illite et du chlorite du comté de Jackson en Ohio, et enfin de la biotite (mica trioctaédrique) de Bancroft en Ontario.

Les données de la figure 2.49 révèlent une variation significative dans les propriétés d'absorption d'eau des différents micas. En 15 secondes, la muscovite a absorbé près de 352% d'eau, soit environ deux fois et demie plus que l'illite du comté de Grundy qui a absorbé 150% d'eau en deux minutes. Le taux de sorption de l'illite du comté de Grundy est presque deux fois plus élevé que celui des autres micas en quatre minutes (à l'exception de la muscovite). L'illite-chlorite du comté de Jackson a absorbé 88% d'eau, surpassant l'illite du comté de Vermilion (72%), qui à son tour a adsorbé plus que la lépidolite (64%). La biotite a présenté la sorption la plus faible, absorbant seulement 54%. Après l'absorption initiale d'eau pendant une à quatre minutes, il semble qu'il n'y

ait plus de sorption pour la plupart des micas, à l'exception de l'illite du comté de Grundy, qui a continué à adsorber lentement l'eau (White & Pichler, 1959).

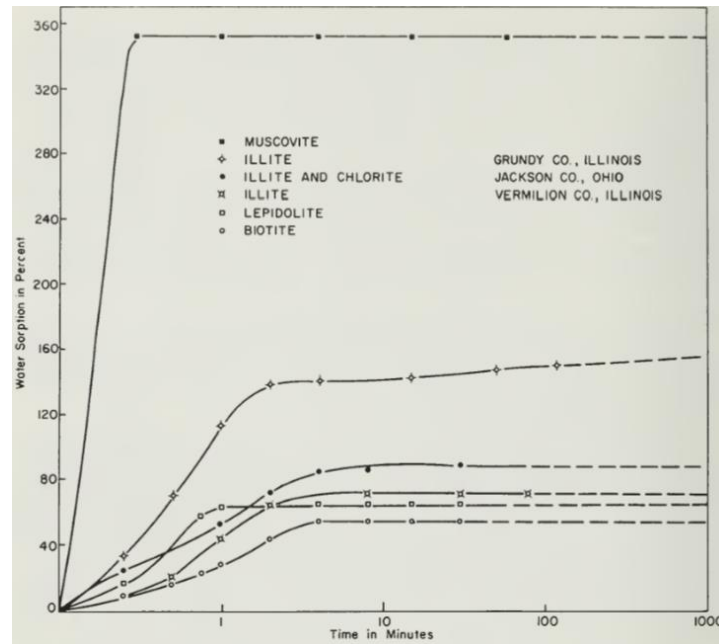


Figure 2.49 : Courbes de sorption d'eau du groupe des micas (White & Pichler, 1959).

2.7 Influence des phyllosilicates sur les propriétés rhéologique et mécanique de matériaux cimentaires.

2.7.1 Consistance, rhéologie et demande en eau

En dessous d'une certaine taille, les particules des roches concassées sont principalement composées de minéraux libres. Le type de minéraux dépend du type de roche et, lorsque des minéraux libres apparaissent, de la grosseur de la roche. La forme des particules est déterminée par la structure cristallographique de chaque minéral. Les minéraux les plus problématiques sont ceux du groupe des micas, car leur structure cristalline est floconneuse. De plus, les argiles appartenant également au groupe des micas peuvent se détacher et causer des problèmes. Si la quantité de micas et d'argiles libres dans les fractions fines est élevée, l'ouvrabilité du béton diminue et la demande en eau augmente. Les minéraux micas (biotite, muscovite et chlorite) sont courants dans les roches

granitoïdes. Le mica, en tant que minéral libre, s'accumule dans les fractions les plus fines comme illustrées sur la figure 2.50 (Loorents et al., 2007).

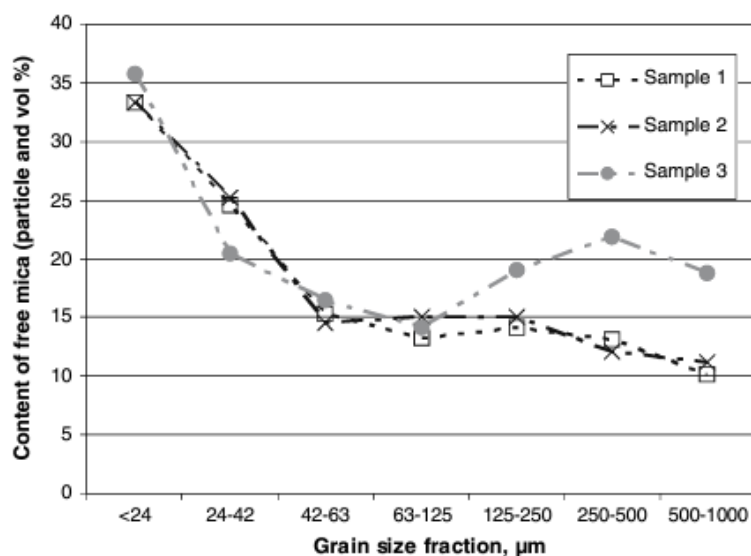


Figure 2.50 Proportion des micas dans les différentes fractions granulométriques de granulats de roche dure broyée (Loorents et al., 2007).

La figure 2.51 présente l'indice de demande en eau (Muller, 1971) en fonction de la présence en mica libre pour des mélanges de mortier fait à base d'agrégats sableux des dépôts fluviaux. On observe que plus l'agrégat contient de mica libre, plus la demande en eau du mortier augmente. La teneur en mica libre du sable fluvioglaciaire s'est avérée être le facteur unique le plus important (en dehors de la granulométrie) pour déterminer le besoin en eau du mortier. Toutefois, il convient de noter que dans les agrégats de sable naturel, aucune différence de besoin en eau n'a été constatée entre la biotite et la muscovite. En outre, le chlorite, un minéral également feuilleté, n'a pas eu d'effet sur les besoins en eau. Si l'on ajoute à cela les résultats de Chapman et Roeder (1970) pour les coquillages (floconneux), cela indique que des facteurs minéralogiques autres que la forme floconneuse sont responsables du besoin élevé en eau du mica dans les mortiers de ciment.

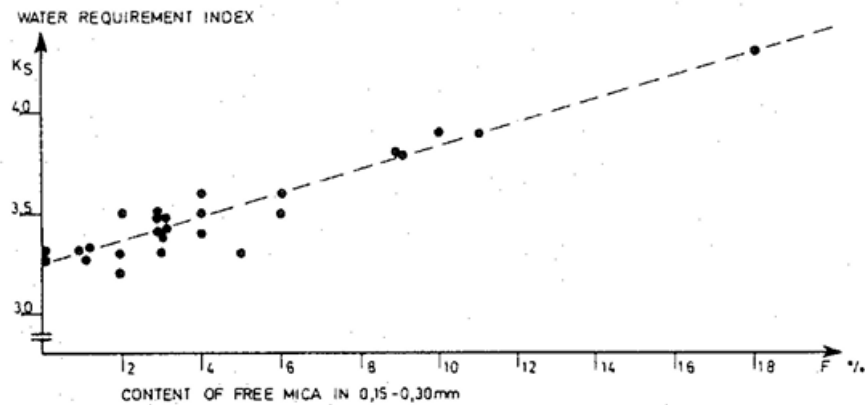


Figure 2.51 Influence des micas libres sur la demande en eau des mortiers (Danielsen & Rueslåtten, 1984).

La figure 2.52 présente l'effet de la muscovite et de la biotite sur l'affaissement des bétons. Avec le sable contenant de la muscovite, le test d'affaissement ne convenait plus comme indicateur de l'ouvrabilité lorsque la teneur en mica était de l'ordre de quatre pour cent, car aucun affaissement n'était obtenu.

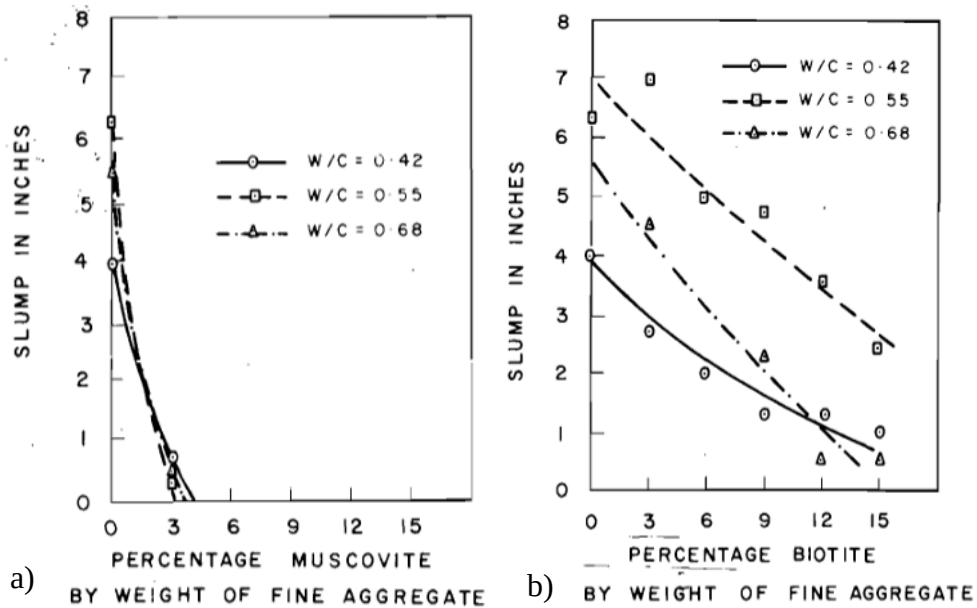


Figure 2.52 Effet des micas sur l'affaissement des bétons, a) effet de la muscovite b) effet de la biotite (Muller, 1971).

Le béton a commencé à changer d'aspect, devenant de plus en plus spongieux et caoutchouteux. Avec les mélanges à base de 9 à 12 % de muscovite, les échantillons d'essai n'ont pu être entièrement compactés qu'au prix de vibrations considérables. Il était évident que de tels bétons ne conviendraient pas à un usage pratique. Avec la biotite, le test d'affaissement s'est avéré être un indicateur approprié de l'ouvrabilité pour toute la gamme des mélanges. Une augmentation de 6% de la biotite a conduit à une réduction d'environ cinquante pour cent de l'affaissement.

La figure 2.53 montre l'effet des phyllosilicates, cette fois-ci la kaolinite et la montmorillonite, présents dans les sables destinés à la confection de mortier sur l'affaissement au cône d'Abrams. On remarque que l'affaissement augmente avec l'élévation des valeurs de ratio eau/ciment (E/C). De plus, on observe aussi que l'augmentation de la proportion en ciment donne des affaissements plus faibles.

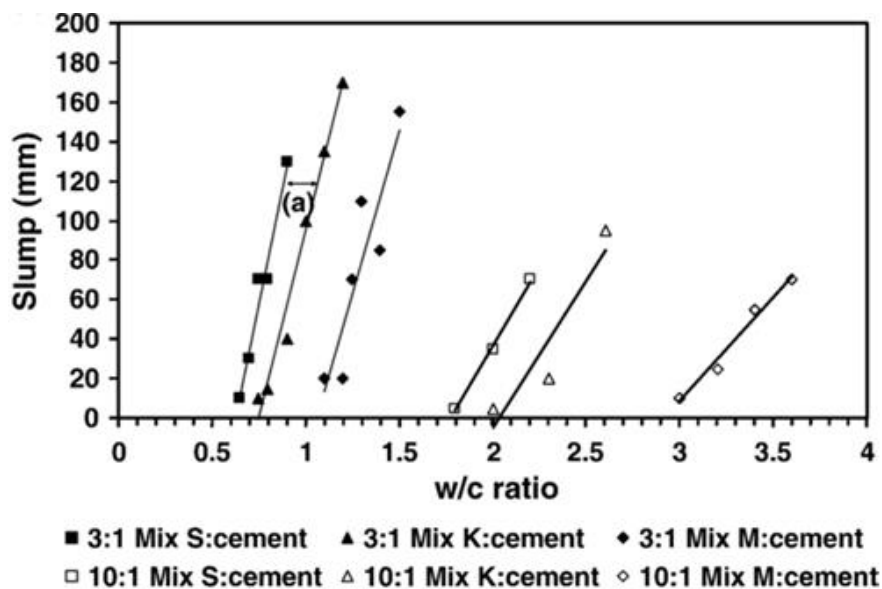


Figure 2.53 Effet des phyllosilicates sur l'affaissement des mortiers pour deux ratios sable/ciment (Fernandes et al., 2007).

Cependant, pour une même proportion en liant (ratio sables/ciment), les mélanges à base de phyllosilicates se traduisent par des affaissements plus grands. Plus précisément, les affaissements du plus faible au plus grand sont respectivement les mortiers à base de sables, kaolinite et enfin la montmorillonite qui nécessitait un rapport eau/ciment plus grand. La présence de phyllosilicates

augmente le besoin en eau des mélanges de mortier afin de satisfaire des critères d'ouvrabilités comme vu précédemment sur la figure 2.52 avec la muscovite.

La rhéologie des différentes recettes a été évaluée par la méthode de l'écoulement relatif de l'affaissement suivant les critères de la norme EFNARC. Cette expérimentation est accomplie par le remplissage d'un petit cône de hauteur de 60 mm, comportant une base inférieure avec un diamètre de 100 mm et une base supérieure avec un diamètre de 70 mm (figure 2.54).

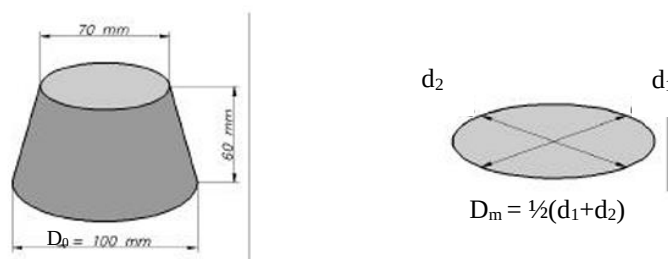


Figure 2.54 Dimensions du cône utilisé pour l'essai d'affaissement relatif de l'écoulement (EFNARC, 2002).

Après soulèvement du cône, le matériau s'écoule sur une plaque formant ainsi un cercle dont les dimensions sont mesurées. Après avoir calculé le diamètre moyen du cercle final (figure 2.54), l'affaissement relatif (G_m) est donné par l'équation suivante (2.22) :

$$G_m = \left(\frac{D_m}{D_0} \right)^2 - 1 \quad (2.22)$$

où D_0 est le diamètre de la base du cône (diamètre initial avant essai) et D_m est le diamètre du mortier affaissé (diamètre final après essai).

Les résultats de l'essai sont représentés sur la figure 2.55. Les mélanges de référence pour les deux ratios E/C montrent des valeurs de G_m les plus élevées comparées aux mélanges avec substitution par les minéraux.

Les mélanges contenant du mica (muscovite) ont donné des résultats plus élevés de G_m en comparaison avec les mélanges contenant du feldspath. L'effet de l'augmentation du taux de remplacement du mica et du feldspath sur l'affaissement est approximativement similaire qui a

tendance à diminuer le G_m . En effet, pour les mélanges contenant 10% de mica, la diminution de G_m était de 4,5% et 3,7% respectivement dans les groupes A et B. Dans les mélanges contenant du feldspath, pour un remplacement de 10%, le G_m a diminué de 7,2% et 6,4% dans les groupes A et B. Les mélanges comportant des proportions de mica montrent des G_m plus importants que les mélanges ayant du feldspath (Khoshkbijari et al., 2020).

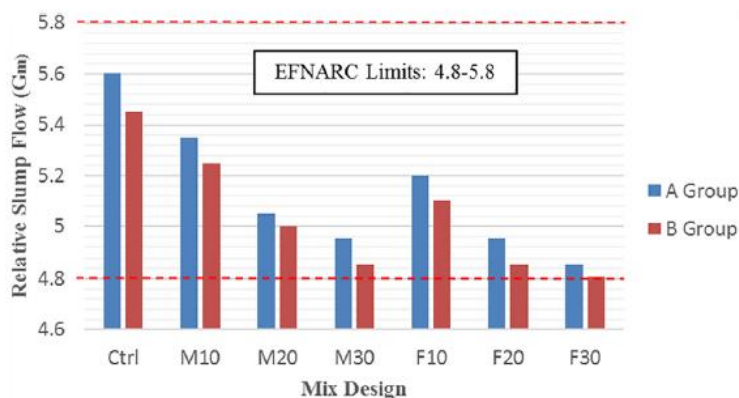


Figure 2.55 Écoulement relatif de l'affaissement des mélanges de mortiers (Khoshkbijari et al., 2020).

La rhéologie des mélanges de mortier autoplacants a aussi été mesurée par un entonnoir en V suivant la norme EFNARC. La vitesse d'écoulement relative (R_m) est déterminée par la relation (2.23).

$$R_m = \frac{10}{t} \quad (2.23)$$

où t est le temps d'écoulement en (s).

Cet essai mesure la facilité d'écoulement des mortiers et bétons autoplacants, dans le cas où le temps d'écoulement est court, cela indique une plus grande fluidité du matériau. Pour le un béton autoplacants, un temps d'écoulement de 10 secondes est considéré comme approprié. La forme de cône en V inversé restreint l'écoulement, et des temps d'écoulement prolongés peuvent donner une indication de la susceptibilité du mélange à se bloquer.

Les résultats du test d'écoulement sont représentés sur la figure 2.56. En augmentant le taux de remplacement du ciment par les micas ou le feldspath, le R_m diminue. Comme pour l'essai précédent, le mélange de référence montre R_m le plus élevé pour les deux ratios E/C. Pour le mica en remplacement de 10% et 20%, les taux de diminution étaient de 10,4 % et 16,1 % dans la série A, et 5,2 % et 6,9 % dans la série B en comparaison avec le mélange contrôle. Par contre, pour le même pourcentage de feldspath, on observe une diminution de 12,6% et 17,3% pour A, 6% et 8,4% pour B. La vitesse relative R_m la plus faible est obtenue pour des taux de substitution de 30% pour les deux minéraux (Khoshkbijari et al., 2020).

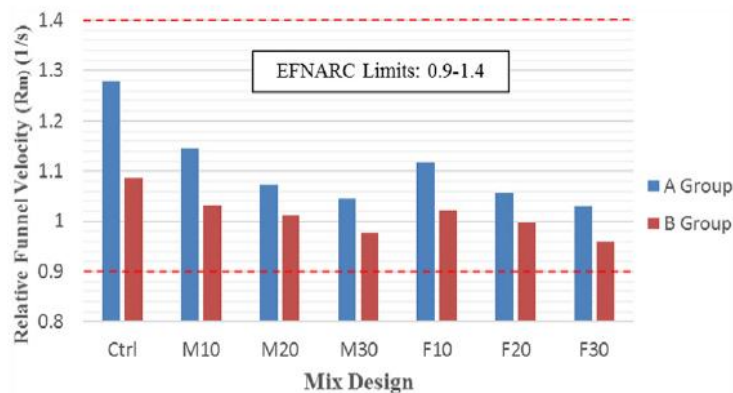


Figure 2.56 : Résultat des essais de vitesse relative d'écoulement en entonnoir en V (Khoshkbijari et al., 2020).

La figure 2.57 montre des essais de fluidité réalisés sur des pâtes cimentaires. Les variables étudiées comprennent l'influence de la muscovite sur l'efficacité des superplastifiants PCE. Ces essais de fluidité correspondent au mini slump sur des mélanges avec un rapport eau/ciment de 0.28. Comme le montre la figure 2.57a, l'ajout de superplastifiant de type PCE a considérablement augmenté la fluidité de la pâte de ciment. L'utilisation de seulement 0,14 % en poids de PCE augmente la fluidité de la pâte de ciment de 60 à 235 mm, atteignant la valeur la plus élevée. Cela indique que le point de saturation du PCE est d'environ 0,14 % en poids. La figure 2.57b montre l'effet de la muscovite sur la fluidité du ciment passé avec 0,14% en poids de PCE à 3, 30 et 60 minutes. Les résultats montrent que l'ajout de muscovite en tête peut fortement affecter la fluidité. Lorsque la teneur en muscovite est de 6% en poids, la fluidité a diminué de 51%, 60% et 69% à 3, 30 et 60 minutes, respectivement, ce qui indique que le ciment passé a complètement perdu sa fluidité après 60

minutes. La muscovite est une argile non gonflante et sa capacité d'absorption de l'eau peut atteindre 37 % de son poids. Lei et Plank (2014) ont étudié l'effet de la muscovite sur les propriétés de dispersion des superplastifiants PCE à base d'éther de vinyle et ont souligné que la fluidité des pâtes de ciment en présence de muscovite diminuait de beaucoup moins de 10 %.

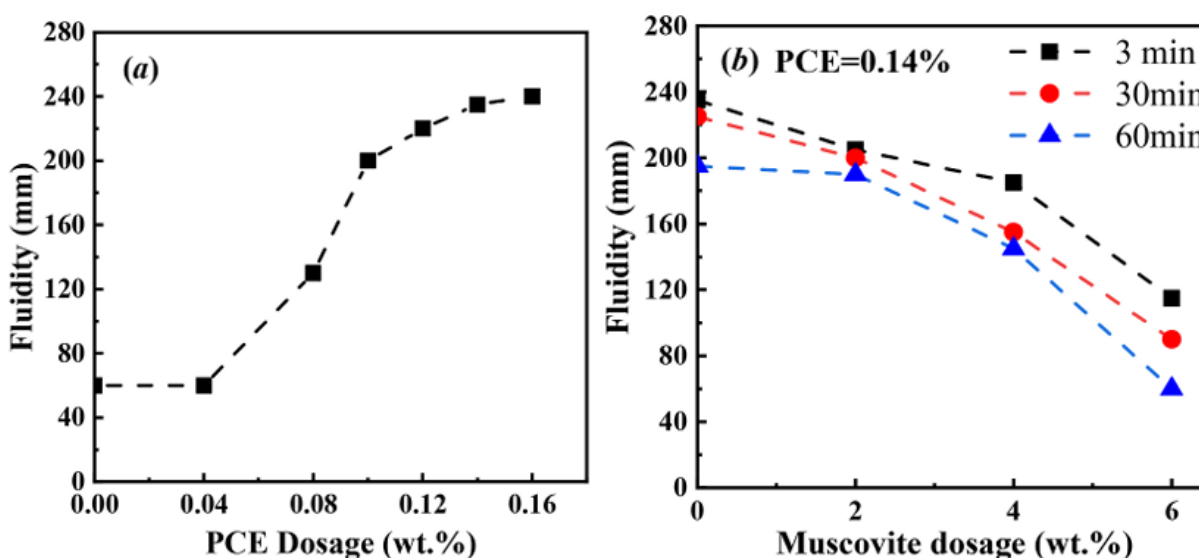


Figure 2.57 Fluidité des pâtes cimentaires fraîches en fonction : a) de la proportion en PCE b) de la proportion en muscovite (Chi et al., 2024)

Les propriétés rhéologiques des pâtes fraîches de ciment mélangées à de la muscovite ont fait l'objet d'essais rhéologiques à l'aide d'un rhéomètre. Les figures 2,58a et 2,58b présentent les rhéogrammes, le seuil de cisaillement et viscosité plastique des pâtes mélangées à 0,14% en poids de PCE, à un dosage variable de la teneur en muscovite. Les résultats montrent que la viscosité plastique et le seuil de cisaillement de l'échantillon à blanc étaient de 1,02 Pa.s et 2,4 Pa. Au fur et à mesure que la teneur en muscovite augmente, on observe une tendance à la hausse du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique de la pâte de ciment. Lorsque le dosage de muscovite était de 6 %, le seuil de cisaillement et la viscosité plastique de la pâte de ciment atteignaient 1,96 Pa.s et 35,6 Pa, ce qui était 1,92 et 14,8 fois plus élevé, comparés aux paramètres rhéologiques du groupe de référence. Les résultats indiquent que la muscovite peut diminuer l'efficacité de la dispersion du PCE dans la pâte de ciment, ce qui a également été rapporté dans l'étude de Dewar (1963).

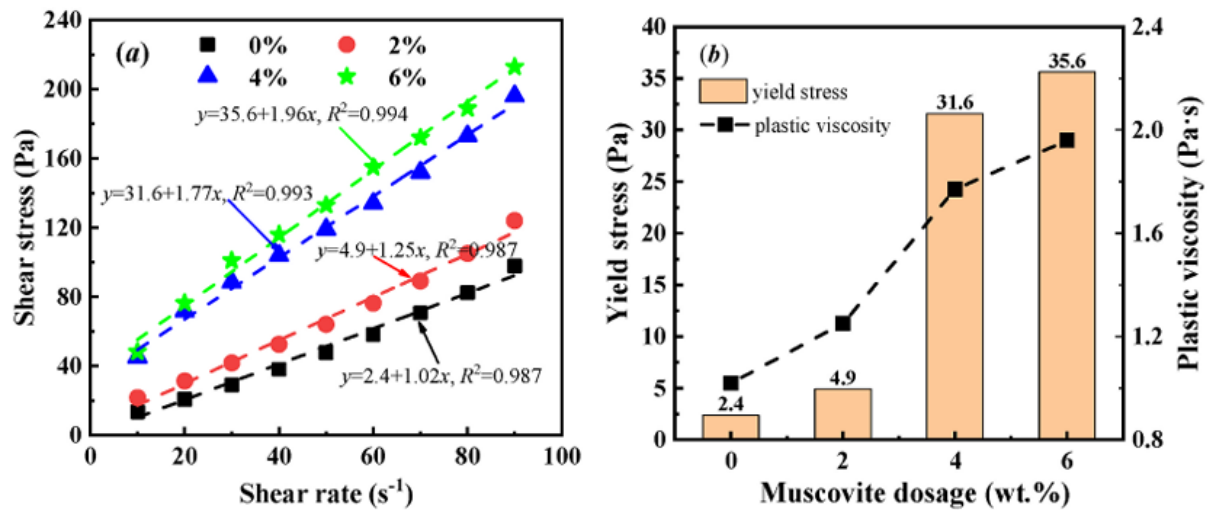


Figure 2.58 Effet de la muscovite sur a) les rhéogrammes b) le seuil de cisaillement et la viscosité plastic des pâtes cimentaires à 0,14 wt% de PCE (Chi et al., 2024).

2.7.2 Propriétés mécaniques

La figure 2.59 présente la résistance à la compression uni-axiale (UCS) à 7 jours de cure en fonction du taux d'enrichissement en phyllosilicates, notamment la muscovite et la kaolinite pour des mélanges de RPC géopolymères. On constate la même tendance pour les deux minéraux étudiés qui se résume par un affaiblissement de la résistance à l'UCS avec un taux d'enrichissement croissant de ces minéraux. Une différence à noter est que les échantillons enrichis en muscovite donnent des valeurs UCS plus élevées que les échantillons enrichis en kaolinite.

Xue et al. (2022) ont étudié l'influence de la biotite (avec des teneurs variant entre 2 et 10%) sur la résistance à la compression et résistance à la traction par fendage du béton après 3, 14, 28 et 56 jours de temps de durcissement. Le béton était constitué d'agrégats grossiers (basalte) et de sable manufacturé (sable + Biotite). Les résultats sont présentés à la figure 2.60.

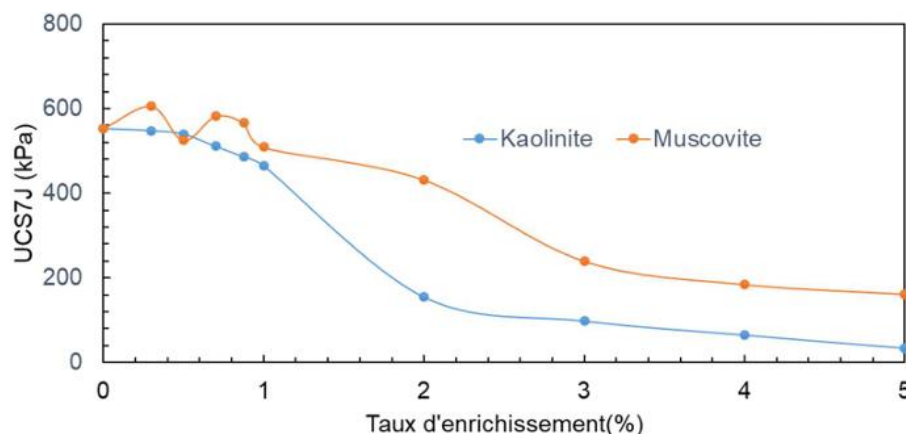


Figure 2.59 Effet de la muscovite et de la kaolinite sur la résistance à la compression uniaxiale (Bw (75GGBFS/25FA_F) = 3,5%; NaOH = 0,75N, T=20 °C de mélanges de remblai géopolymères (à 7 jours de cure (Ouffa, 2019).

Les résultats indiquent que lorsque la teneur en biotite dans le sable manufacturé décroît de 10 % à 2 %, la résistance à la compression (Fig. 2.60a) et la résistance à la traction par fendage (Fig. 2.60b) du béton s'améliorent progressivement à chaque temps de cure (3, 14, 28 et 56 jours). Dans ce cas, il est clair que la biotite a un effet négatif sur la résistance à la compression et à la traction. Concernant l'effet du temps de cure, la résistance (compression et traction) s'améliore fortement entre 3 et 14 jours de cure puis l'intensité diminue vers des temps de cure plus élevés. Pour la résistance à la compression, une augmentation de 8% de biotite (de 2 à 10%) baisse la résistance respectivement d'environ 7MPa et 11 MPa pour des temps de cure de 3 et 56 jours.

On remarque également que la dispersion des valeurs de résistance à la compression du béton est plus élevée que celle de la résistance à la traction. Ceci peut être expliqué par le fait que la résistance à la compression est plus affectée par l'hétérogénéité de la distribution spatiale de la biotite, car l'échantillon est comprimé comme un tout (Xue et al., 2022).

La figure 2.61 montre une photo au microscope électronique à balayage (MEB) d'un mélange de gravier et 15% de mica cimenté à une proportion de 2%. Montrant ainsi la disposition des différents éléments dans le mélange. En plus, une figure schématique montrant la disposition de la muscovite avec le gravier compacté. On constate que la muscovite tend à s'insinuer entre les grains en empêchant ces derniers d'occuper les vides (Mshali & Visser, 2012).

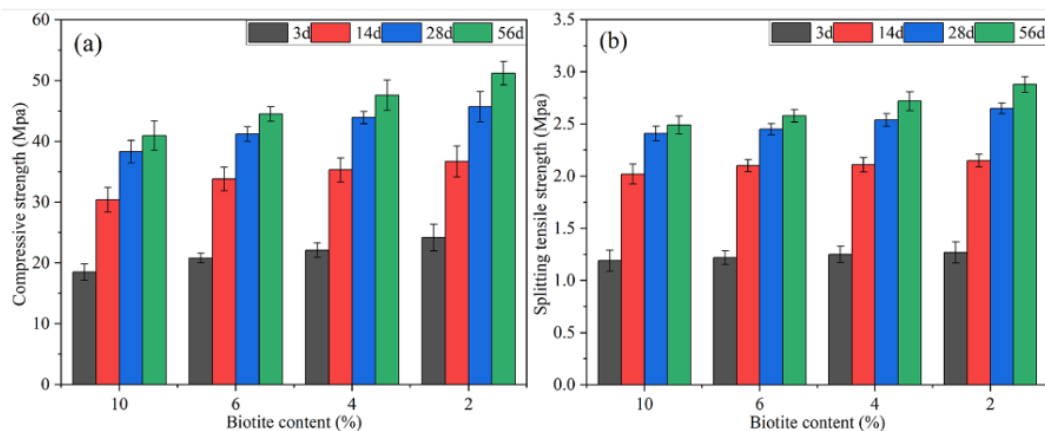


Figure 2.60 Effet de la teneur en biotite sur les propriétés mécaniques du béton : (a) résistance à la compression et (b) résistance à la traction par fendage (Xue et al., 2022).

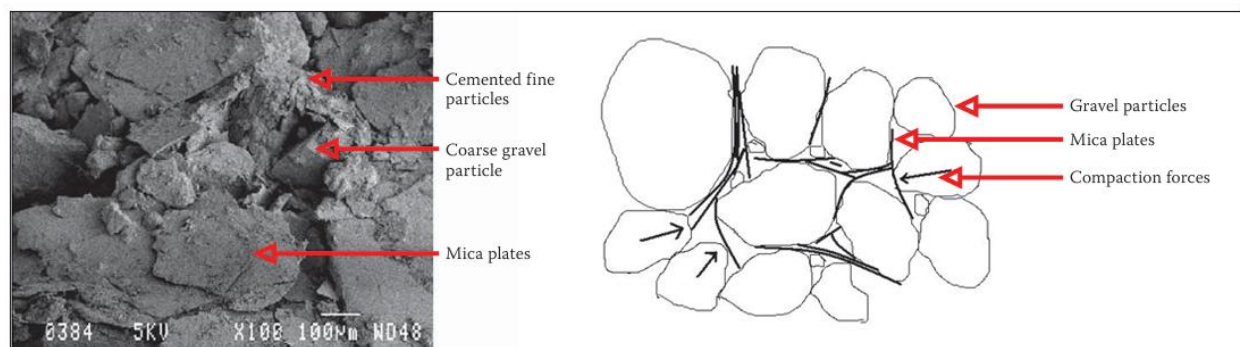


Figure 2.61 : Image au MEB d'un mélange de 15% de mica avec gravier et une proportion de 2% de GU et une figure schématique des feuillets de muscovite empêchant les grains de sol de remplir les vides (Mshali & Visser, 2012).

Les figures 2.62 et 2.63 présentent la relation entre la teneur en mica et les UCS pour des éprouvettes de 7 et 28 jours à différents niveaux de teneur en ciment. La classe de résistance de calcul indiquée sur les graphiques (C1, C2, C3, C4) ne classe en aucun cas le matériau traité, mais donne plutôt une indication de la plage de UCS dans laquelle se situe un matériau spécifique (Mshali & Visser, 2012).

La figure 2.62 montre que l'ajout de 2 % de mica entraîne une augmentation de la résistance des échantillons à 2 % de ciment de près de 1 MPa avant que la UCS ne chute radicalement à partir de

5 % de muscovite. Pour une teneur en mica inférieure à 5 %, l'augmentation de la teneur en mica entraîne une réduction minimale et faible de la résistance des échantillons, comme le montrent les courbes au début avec une pente faible. Cependant, les pentes abruptes des lignes de tracé pour les teneurs en mica supérieures à 5 % indiquent l'effet négatif plus important du mica sur la UCS. Les effets des propriétés inhérentes du mica libre sont perceptibles lorsque la teneur en mica est supérieure à 5 %. L'effet des propriétés de la muscovite, à partir d'une teneur en mica de 10 %, sur la résistance du matériau domine l'effet de liaison d'une teneur en ciment de 8 % (Mshali & Visser, 2012).

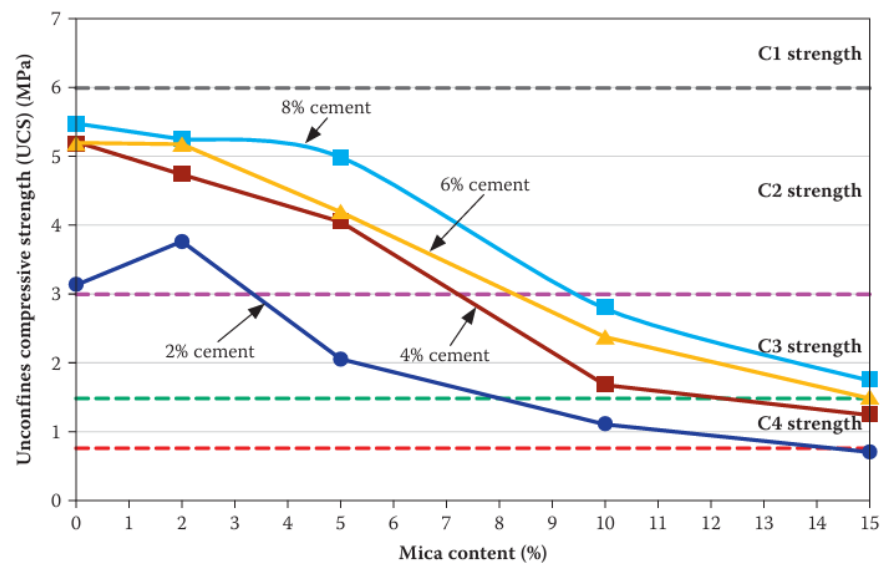


Figure 2.62 Effet de la muscovite sur la résistance à la compression uniaxiale (UCS) à 7 jours (Mshali & Visser, 2012).

En outre, à 28 jours, la figure 2.63 montre une chute drastique des UCS des spécimens ayant une teneur en mica supérieure à 2 % et stabilisée avec une teneur en ciment de 4% de ciment. On constate aussi qu'à partir d'une teneur de 6 % de ciment cela permet d'obtenir un UCS constant pour une teneur maximale de 5 % de muscovite. L'augmentation de la teneur en muscovite libre au-delà de 5% entraîne une diminution de l'UCS pour toutes les proportions en ciment. Cela donne une indication de graves problèmes potentiels de résistance qui pourraient être associés aux sols avec une teneur en muscovite libre supérieure à 5 % (Mshali & Viser, 2012).

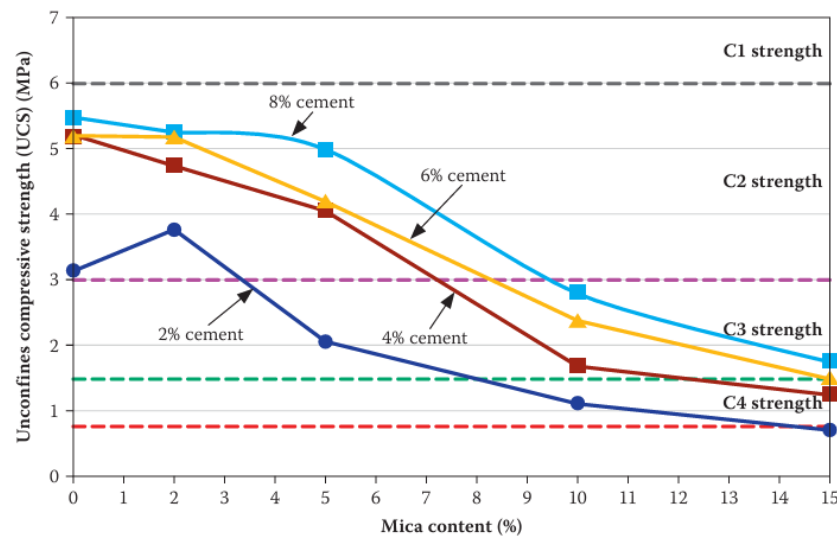


Figure 2.63 Effet de la muscovite sur la résistance à la compression uniaxiale (UCS) à 28 jours (Mshali & Visser, 2012).

2.8 Récapitulatif et besoins en recherche

La muscovite a un effet notable sur les propriétés mécaniques et rhéologiques des matériaux cimentaires dans le domaine du génie civil, notamment pour des matériaux normés tels que les bétons, mortiers, et pâtes cimentaires. Or, comme mentionné précédemment, la présence de muscovite est une réalité dans les résidus de différentes mines du Québec. L'on peut donc s'attendre à ce que les impacts observés pour les matériaux cimentaires se manifestent aussi dans les RPC. L'augmentation de la teneur en muscovite par rapport à la teneur contenue dans les résidus utilisés pour la formulation de la recette de RPC et le design du système de distribution pourrait ainsi devenir problématique. Cependant, très peu de recherches ont été menées pour étudier l'effet de ce minéral problématique dans le domaine du remblayage minier, et encore moins en ce qui concerne la consistance et les propriétés rhéologiques des RPC. Contrairement aux matériaux cimentaires utilisés en génie civil, les RPC ne sont pas du tout normés, et les mines se basent sur des critères variables et définis au cas par cas. Ce projet cherche à jeter les bases pour aborder cette influence de la teneur en muscovite sur la consistance et les propriétés rhéologiques des RPC. L'étude de l'influence de la teneur en muscovite de la résistance mécanique de RPC fait l'objet d'un projet de recherche doctoral en cours.

CHAPITRE 3 DESCRIPTION DES MATÉRIAUX UTILISÉS ET PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

Ce chapitre présente la méthodologie expérimentale suivie pour atteindre les différents objectifs spécifiques établis pour ce projet de recherche. D'abord, les différents matériaux utilisés seront définis en termes d'état physique et de leur provenance. Ces derniers seront sujets à un conditionnement et à différentes caractérisations physiques nécessaires à l'amorçage des essais. Une fois cela accompli, la suite du chapitre détaillera la composition des différentes recettes de RPC avec la variation du pourcentage en muscovite ainsi que leurs étapes de confection. On présentera aussi, la méthode de mesure de l'affaissement au cône d'Abrams et le déroulement des essais rhéologiques avec le rhéomètre AR2000 ainsi que l'analyse des données.

3.1 Matériaux utilisés

Pour la confection des différentes recettes de RPC, deux types de résidus ont été utilisés, des résidus de la mine LaRonde (RL) et ceux de la mine Westwood (RW). Le pourcentage de muscovite des mélanges a été ajusté selon différentes proportions en ajoutant de la muscovite échantillonnée sur le terrain.

3.1.1 Résidus miniers

Les résidus miniers utilisés dans notre étude proviennent des mines LaRonde LZ5 (Agnico Eagle Ltée) et Westwood (Corporation IAMGOLD) situées dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue, au Québec. Dans la suite, ces résidus seront respectivement désignés par RL et RW. Ils ont été reçus à l'état filtré à un pourcentage solide supérieur à 80%. Les deux types de résidus miniers ont subi une homogénéisation à l'état humide afin de garantir la représentativité des échantillons. Cette homogénéisation s'est faite en premier lieu par le renversement de près de 450 kg de résidus RL et environ 200 kg de résidus RW. Ensuite, le matériau est mélangé manuellement à l'aide d'une pelle, en veillant à déplacer l'ensemble de la masse des résidus sur plusieurs côtés. . Comme on peut le voir sur la figure 3.1, une différence visuelle est remarquée du fait de la composition minéralogique et de la teneur en eau de chacun des résidus.

Après trois cycles de mélange de chaque matériau, celui-ci est divisé en quatre afin d'effectuer un quartage pour obtenir un échantillon représentatif et homogène d'un matériau, en réduisant progressivement la taille de tout l'échantillon de résidus tout en assurant un mélange uniforme. Une fois cela accompli, les résidus sont répartis dans des chaudières hermétiques accueillant en moyenne 20 kg chacune afin de conserver la teneur en eau initiale des résidus (voir figure 3.2).



Figure 3.1 Étape de mélange des résidus miniers : a) Laronde (RL) b) Westwood (RW).



Figure 3.2 Chaudières prêtes à l'emploi contenant les résidus homogénéisés : a) Laronde (RL) b) Westwood (RW).

Une fois les résidus homogénéisés, une quantité représentative de la masse totale est échantillonnée afin de mesurer sa teneur en eau par séchage à une étuve à 60 °C. Une fois l'échantillon sec, on calcule la teneur en eau w suivant l'équation (3.3).

Afin de préparer ces matériaux aux différentes caractérisations décrites à la section 3.2, une fois une quantité de résidus séchée, ils sont désagglomérés puis homogénéisés à l'état sec.

3.1.2 Muscovite

3.1.2.1 Échantillonnage

Pour la muscovite utilisée pour l'amendement des résidus, des échantillons ont été prélevés sur des veines de muscovite au sein d'un dyke de pegmatite d'un indice à lithium et niobium/tantale peu minéralisé du site Aldous situé à Preissac, avec l'autorisation du propriétaire du claim minier. Les coordonnées géographiques du site d'échantillonnage prises sur place sont 48°22'33.3"N 78°14'31.8"W.

La Figure 3.3 présente la géologie de la localité d'échantillonnage. Le site Aldous présente une minéralisation de tantale (Ta) associée au niobium (Nb) de type filonien. Cette minéralisation se manifeste sous forme de dissémination dans un dyke de pegmatite orienté N270°/15-30°, dont la continuité s'étend sur environ 180 mètres. Le dyke, d'une largeur d'environ 7 mètres, a été documenté dans le cadre du système d'information géo-minier (SIGÉOM, 2024). La zone minéralisée est centrée autour du lot 53-54 du rang VII, dans le canton de Preissac, à une distance d'environ 425 mètres au nord de la route et à 1,43 km à l'ouest de la ligne des cantons de Preissac et de La Motte (SIGÉOM, 2024).

Selon SIGÉOM (2024), la minéralogie du site Aldous inclut du quartz, de l'albite, du grenat, du béryl, de la tantalite, et enfin de la muscovite, le minéral d'intérêt pour ce projet de recherche. Cette paragenèse constitue la pegmatite qui encaisse la minéralisation à tantalite. La figure 3.4 présente les conditions d'échantillonnage sur le terrain, ainsi que l'habitus de la muscovite in situ.

Une première campagne d'échantillonnage a eu lieu en novembre 2022 et une deuxième en mai 2023. Le matériel utilisé pour son extraction était une sélection de pioches, marteaux géologiques,

et une scie portative. La quantité de muscovite brute ramenée au laboratoire était approximativement de 5 chaudières de 5 gallons au total.

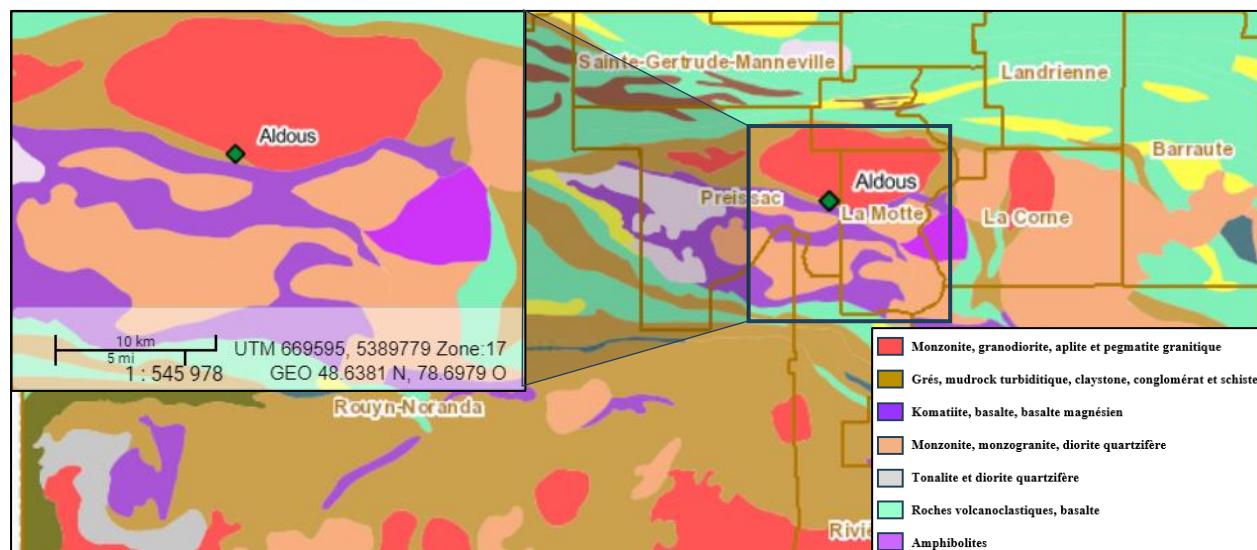


Figure 3.3 : Carte géologique de la zone d'échantillonnage de la muscovite à Aldous (SIGÉOM, 2024).



Figure 3.4 Photographies a) de l'affleurement du dyke pegmatitique du site Aldous et b) d'une veine de muscovite in situ.

La muscovite brute a été soumise à un processus de préparation et de conditionnement en laboratoire. Cela incluait le triage, lavage, séchage, et séparation des feuillets, le broyage ou la pulvérisation préliminaire de la muscovite à l'aide d'un équipement spécialisé, et le tamisage pour obtenir une granulométrie spécifique nécessaire aux expériences de pulvérisation. La variation du temps et de la vitesse de pulvérisation de la muscovite a permis d'obtenir une muscovite homogène et adaptée granulométriquement aux besoins du projet comme expliqué en détail plus bas.

3.1.2.2 Triage, lavage, séchage, et séparation

Les échantillons bruts collectés sur le terrain ont été soumis à un processus de triage visant à sélectionner les minéraux présentant le moins d'impuretés, tandis que les roches trop complexes ont été mises de côté, comme illustré dans la figure 3.5. Ce triage a pour objectif d'isoler les minéraux d'intérêt, en l'occurrence la muscovite, tout en minimisant la présence d'autres impuretés ou minéraux indésirables dans les échantillons utilisés pour les expériences en laboratoire.

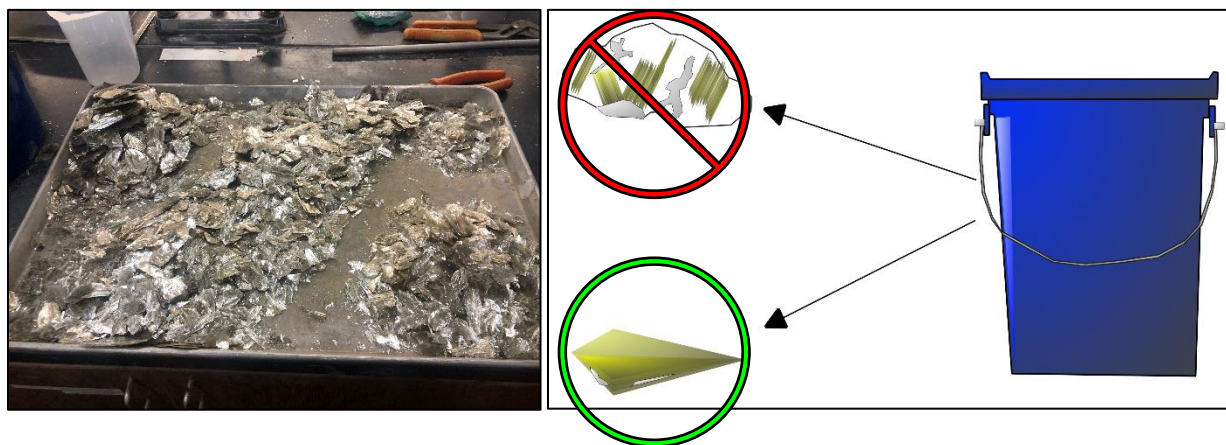


Figure 3.5 Triage en choisissant visuellement les échantillons les plus purs.

Le processus de lavage a impliqué le rinçage des minéraux à l'eau sous pression dans le but d'éliminer la terre, les racines et autres impuretés solubles, comme illustré dans la figure 3.6. Cette étape est cruciale pour garantir la propreté des échantillons et éliminer tout matériau indésirable susceptible d'affecter les résultats des expériences ultérieures.

À la suite du lavage, la muscovite a été soigneusement séchée dans une étuve à 60°C pendant au moins 48 heures afin de faciliter la séparation des feuillets. Pour garantir la pureté de la muscovite, un processus de séparation manuelle des feuillets a été réalisé afin d'éliminer tout minéral en inclusion entre les feuillets tel que des grenats, quartz et albite, comme illustré dans la figure 3.7.



Figure 3.6 Lavage de la muscovite

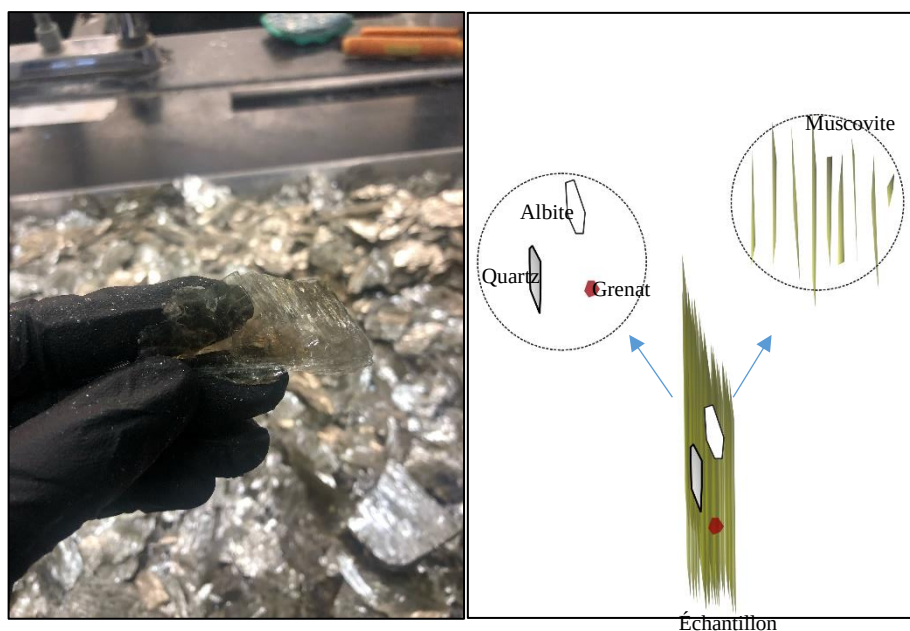


Figure 3.7 Triage et séparation des feuillets de muscovite.

3.1.2.3 Pulvérisation préliminaire, tamisage et vérification de la granulométrie

Après avoir séché et séparé la muscovite, le minéral a subi un premier processus de pulvérisation en trois étapes, chacune d'une durée de 4 minutes, à une vitesse de 200 tours/minute à l'aide d'un broyeur à billes planétaire Fritsch Planetary Ball Mill Pulverisette 5 (Fritsch, Québec, Canada) comme illustré dans la figure 3.8. Cette série de pulvérisations a pour objectif de réduire les feuillets de muscovite, initialement centimétriques, à une fraction millimétrique à micrométrique. La quantité de muscovite en feuillet introduite dans chaque bol du broyeur était de 50 g.

En ajoutant de la muscovite aux résidus miniers, il est impératif que la courbe granulométrique du mélange résidus-muscovite reste la plus proche possible de celles des résidus si l'on veut dégager l'influence spécifique de la teneur en muscovite sur la consistance et les propriétés rhéologiques de RPC. Cette condition peut être satisfaite si la courbe granulométrique de la poudre de muscovite est proche de celle de chaque type de résidus miniers utilisé. Ainsi, un tamisage manuel ou automatique à travers le tamis de 300 μm (taille maximale estimée pour les grains de résidus) a été réalisé la poudre de muscovite obtenue par la pulvérisation préliminaire.



Figure 3.8 Pulvérisation de la muscovite à l'aide du broyeur à billes planétaire (Fritsch Planetary Ball Mill Pulverisette 5) de l'URSTM.

Les particules dont la taille dépasse 300 μm ont été soumises à une seconde opération de pulvérisation. En parallèle, la fraction de particules passante à 300 μm a été stockée dans une

chaudière et a servi de poudre de base pour étudier l'effet du temps et de la vitesse de pulvérisation sur les courbes granulométriques de la muscovite (voir section 3.2.3). Cet exercice vise à fixer une procédure de broyage permettant la reproductibilité des poudres de muscovite basée sur le temps et la vitesse de pulvérisation. Dans cette étude, en plus d'avoir des courbes granulométriques des résidus et de la muscovite proches, la condition granulométrique principale imposée à la muscovite est que le pourcentage de fines ($P_{20\mu m}$) (section 2.2.2, figure 2.6) soit similaire à celui des résidus.

La figure 3.9 montre les différents états physiques et granulométriques de la muscovite après chaque étape de préparation de ce matériau, allant de la muscovite brute échantillonnée sur le terrain vers un état pulvérulent, fin et homogène prêt à l'emploi.

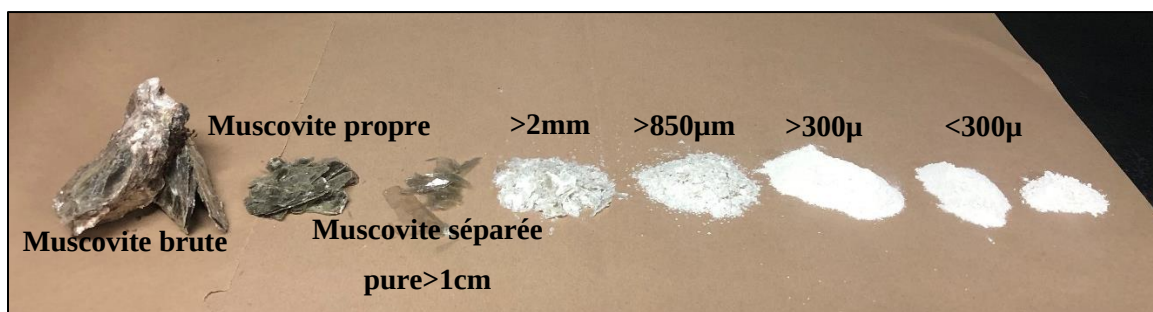


Figure 3.9 Différents états de la muscovite après chaque étape de préparation.

3.1.3 Liant et eau de mélange

Pour la préparation des mélanges de RPC, un liant appelé dans la suite GU/Slag composé de 20 % de ciment GU et de 80 % de laitier de haut fourneau (slag) a été préparé et utilisé à un pourcentage massique (B_w) de 5%. De plus, le ciment à haute performance HE a été utilisé pour certains mélanges de RPC à une proportion de 5 %.

Le GU/Slag 20/80 est obtenu à partir d'un mélange entre du GU à 100% et du GU/Slag, mais cette fois-ci à une proportion de liant 10/90 qui est généralement vendu dans le commerce. Si on part d'une masse connue de liant 10/90, on peut utiliser l'équation (3.1) pour calculer la masse de liant GU à ajouter à une masse de GU/Slag de proportion 10/90.

$$M_{GU\ aj} = 0.125 \times M_{10/90} \quad (3.1)$$

où $M_{10/90}$ est la masse du liant GU/Slag avec un rapport de 10/90 (kg) et M_{GUaj} correspond à la masse de ciment GU qui doit être ajoutée à $M_{10/90}$ pour obtenir un rapport de 20/80 (kg). On a alors $M_{20/80} = 1.125 \times M_{10/90}$. Dans le cas où c'est la masse de liant $M_{20/80}$ visée qui est connue, il est possible de calculer la masse de liant GU à ajouter à l'aide de l'équation (3.2) :

$$M_{GUaj} = M_{20/80} / 9 \quad (3.2)$$

La masse liant GU/Slag avec un rapport de 10/90 (kg) à utiliser dans le mélange est alors donnée par $M_{10/90} = M_{20/80} - M_{GUaj}$. Les équations (3.1) et (3.2) donnent des valeurs identiques.

L'eau du robinet de Rouyn-Noranda a été utilisée comme eau de gâchage pour la prise du ciment et afin d'atteindre un pourcentage solide (C_w) allant de 74 % à 64 % dépendamment du type de résidus utilisé, dans le but d'explorer différentes valeurs d'affaissement au cône et pour mieux appréhender la demande en eau des mélanges, un affaissement ou un rapport eau/ciment ciblé.

3.2 Caractérisation des matériaux

Une caractérisation des résidus miniers et de la muscovite a été nécessaire, afin de permettre la détermination de leurs propriétés physiques telles que la teneur en eau massique, l'analyse granulométrique, la densité relative des grains solides, la surface spécifique et la composition minéralogique.

3.2.1 Teneur en eau massique

La teneur en eau massique est déterminée en procédant au séchage de l'échantillon dans une étuve à 60 °C. Afin de s'assurer que l'échantillon est sec, plusieurs pesées sont établies, lorsque la masse de l'échantillon se stabilise et que les différences de masse entre deux pesées successives entrent dans la marge d'erreur de la balance, on déduit que le matériau est sec. La différence entre la masse initiale et la masse sèche (M_s) fournit la masse d'eau initialement contenue dans le matériau (M_w). Le rapport entre cette masse d'eau et la masse sèche donne la teneur en eau (%w) de l'échantillon (équation (3.3)).

$$w = \frac{M_w}{M_s} \quad (3.3)$$

Connaissant w , le pourcentage solide massique (C_w) peut être obtenu en suivant l'équation (3.4) :

$$C_w = \frac{1}{1 + w} \quad (3.4)$$

La teneur en eau initiale ou le pourcentage solide des résidus miniers utilisés est crucial, ces paramètres permettent de calculer les recettes des mélanges de RPC. Le tableau 3.1 présente les résultats des mesures des teneurs en eau des matériaux de notre étude. Les échantillons des résidus de LaRonde ont montré une teneur en eau de 17.6 % pour un pourcentage solide de 85 %. Les résidus de Westwood, plus humides, présentent une teneur en eau de 22.3 % pour un pourcentage solide de 82 %. Étant donné que la muscovite a été pulvérisée, séchée, puis stockée dans un dessiccateur, elle est évidemment à l'état sec, ce qui correspond à un C_w de 100%.

Tableau 3.1 : Teneurs en eau massique et pourcentage solide initiaux des résidus RL et RW et de la muscovite.

Matériaux	Résidus RL	Résidus RW	Muscovite
w (%)	17,6	22,3	0
C_w (%)	85	81,8	100

3.2.2 Analyses granulométriques

Les distributions granulométriques des résidus et de la muscovite ont été mesurées avec précision par le granulomètre laser Malvern du laboratoire de l'URSTM représenté par la figure 3.10. Un échantillon sec de résidus ou de muscovite est introduit dans le dispositif Hydro du Malvern Mastersizer contenant de l'eau en mouvement.

La poudre est dispersée dans l'eau et maintenue en suspension grâce à l'agitation et aux ultrasons émis par l'appareil. La suspension est ensuite pompée vers la zone de mesure du banc optique, où le faisceau laser éclaire les particules. Une série de détecteurs mesure ensuite avec précision

l'intensité de la lumière dispersée par les particules dans l'échantillon pour les deux longueurs d'onde de lumière rouge et bleue sur une large gamme d'angles. Enfin, le logiciel du Mastersizer3000 permet de suivre en temps réel les mesures effectuées sur notre échantillon. Cinq mesures sont au minimum sur le même échantillon jusqu'à avoir un résultat avec la plus faible variation (Malvern Panalytical).

La figure 3.11a présente les courbes granulométriques des deux résidus. On observe que les tailles des grains se situent respectivement entre 310 μm et 0,4 μm et entre 352 μm et 1,7 μm respectivement pour les résidus LaRonde (RL) et Westwood (RW). Il ressort de la figure que les résidus Westwood sont plus grossiers par rapport à ceux de LaRonde. La figure 3.11b quant à elle présente les fréquences cumulées correspondant aux deux résidus. On constate une distribution unimodale suivant une loi gaussienne.



Figure 3.10 Granulomètre laser Malvern Panalytical Mastersizer 3000 (URSTM).

Le Tableau 3.2 présente en détail les caractéristiques granulométriques des matériaux utilisés. On y observe les valeurs du coefficient d'uniformité (C_u) de 8,2 et 5,7, indiquant une distribution semi-étalée, ainsi que du coefficient de courbure (C_c) de 1,03 et 0,84 pour les résidus RL et RW respectivement. Les valeurs de $P_{20\mu\text{m}}$ et de $P_{80\mu\text{m}}$ pour ces résidus sont respectivement de 51,7 % et 39,8 % pour RL, le $P_{80\mu\text{m}}$ est de 87% et 80% pour RW.

En comparaison avec les résidus, la muscovite a été conditionnée pour correspondre à leurs granulométries, bien qu'il existe des différences notables. Les courbes granulométriques des

poudres de muscovite sont relativement proches de celles de leurs résidus respectifs, mais présentent une finesse accrue en dessous de 50% de passant. De plus, les courbes ont un C_u de 16,4 et 13,9, indiquant un plus grand étalement, ainsi qu'un C_c de 1,0 et 0,9 respectivement pour les muscovites M4 et M7.

L'une des conditions de la pulvérisation de la muscovite était également d'avoir un $P_{20\mu m}$ proche de celui des résidus, en raison de l'influence de ce paramètre sur les propriétés des RPC. Cette caractéristique revêt une importance cruciale, notamment dans le contexte des remblais en pâte cimentée. Les fractions fines ou le pourcentage des tailles de grains inférieur à 20 μm exercent une influence significative sur la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques des mélanges de RPC (Landriault et al., 1996). Il convient de mentionner que la définition de particules utilisée ici est différente de celle utilisée en géotechnique où les particules fines correspondant au passant à travers le tamis #200 (74,5 μm , souvent à 80 μm). Le tableau donne aussi les valeurs du $P_{80\mu m}$. Cependant, on observe un $P_{20\mu m}$ de 40,9% et 52,3%, ainsi qu'un $P_{80\mu m}$ de 75% et 85% respectivement pour les muscovites M4 et M7.

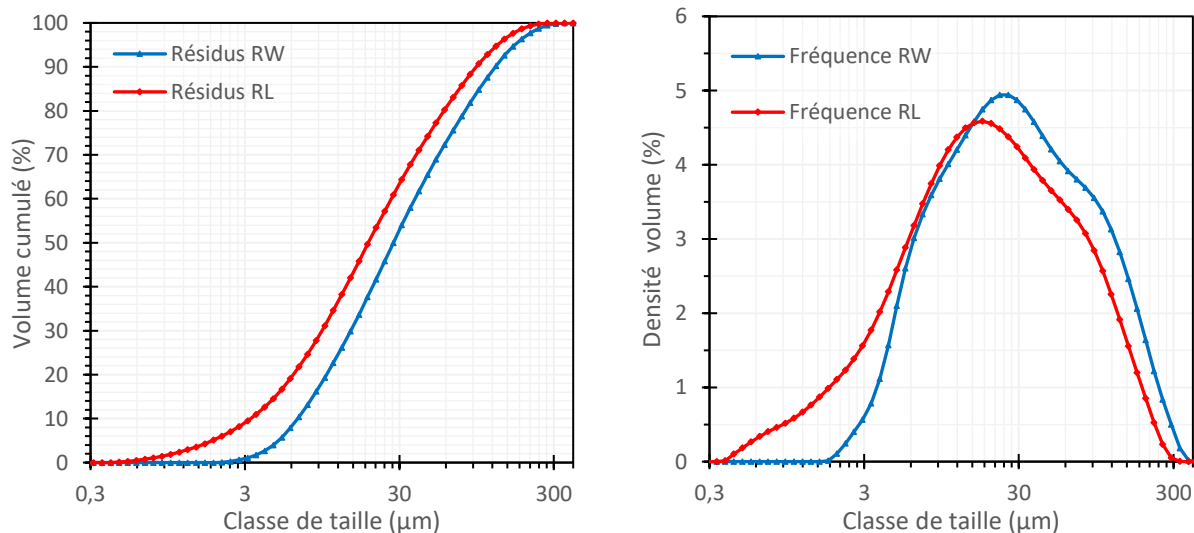


Figure 3.11 Comparaison des courbes granulométriques des deux résidus miniers étudiés :
a) courbes granulométriques et b) courbes de fréquence.

Tableau 3.2 Caractéristiques granulométriques des matériaux.

Paramètres	D ₉₀ (μm)	D ₆₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₃₀ (μm)	D ₁₀ (μm)	C _U (-)	C _C (-)	P _{20μm} (%)	P _{80μm} (%)
Résidus RL	94,4	26,6	18,9	9,4	3,3	8,2	1,0	51,7	87
Résidus RW	125	37,8	27,4	14,5	6,9	5,7	0,8	39,8	80
Muscovite M4	130	45,3	30,1	11,3	2,8	16,4	1,0	40,9	75
Muscovite M7	97,5	27,7	18,2	7,0	2,0	13,9	0,9	52,3	85

3.2.3 Pulvérisation et analyse granulométrique de la muscovite

À la suite de la préparation de la muscovite présentée à la section 3.1.2, une série de tests de pulvérisation a été réalisée sur la fraction inférieure à 300 μm pour déterminer l'influence de la vitesse et la durée de pulvérisation sur les courbes granulométriques obtenues. Rappelons que la poudre de base, inférieure à 300 μm , a été obtenue après une pulvérisation primaire de la muscovite et un tamisage à 300 μm . Le choix du tamis 300 μm s'est fait sur la base de la granulométrie des résidus.

La vitesse et le temps de pulvérisation ont été ajustés pour obtenir un pourcentage de fines (P_{20 μm}) similaire à celui des résidus. Pour aussi avoir une concordance entre la courbe granulométrique de la poudre de muscovite et celles des résidus étudiés. Cette étape contribue à harmoniser les caractéristiques granulométriques des matériaux, renforçant ainsi la reproductibilité des résultats dans le cadre des expérimentations sur les RPC.

La figure 3.12 compare les distributions granulométriques des résidus à celles de plusieurs poudres de muscovite. Cette étape nécessitait l'introduction d'une masse fixe de 50 g de la poudre de muscovite tamisée inférieure à 300 μm , dans chacun des quatre bols du broyeur pulverisette 5, qui était doté de 21 billes d'environ 1cm de diamètre comme illustré dans la figure 3.8. Au début, des essais de pulvérisation avec 100 g de muscovite dans chaque bol a été entrepris, mais cette

condition prenait davantage de temps de pulvérisation, ce qui nous menait à réduire la masse de moitié.

Le tableau 3.3 montre les caractéristiques granulométriques de toutes les poudres de muscovite produites à différents temps et vitesse de pulvérisation. On retrouve les échantillons M2, M4, M6, M7, M8, M10 et M12 respectivement pour des temps de pulvérisation de 0 min, 2 min, 4 min, 6 min, 7 min, 8 min, 10 min et 12 min obtenues avec une vitesse de pulvérisation de 300 tr/min. De plus, deux échantillons obtenus avec une vitesse de 200 tr/min ont été produits, m4 et m8 respectivement pour des temps de pulvérisation de 4 min et 8 min. La variation de la vitesse de pulvérisation nous a permis d'observer son influence sur la granulométrie.

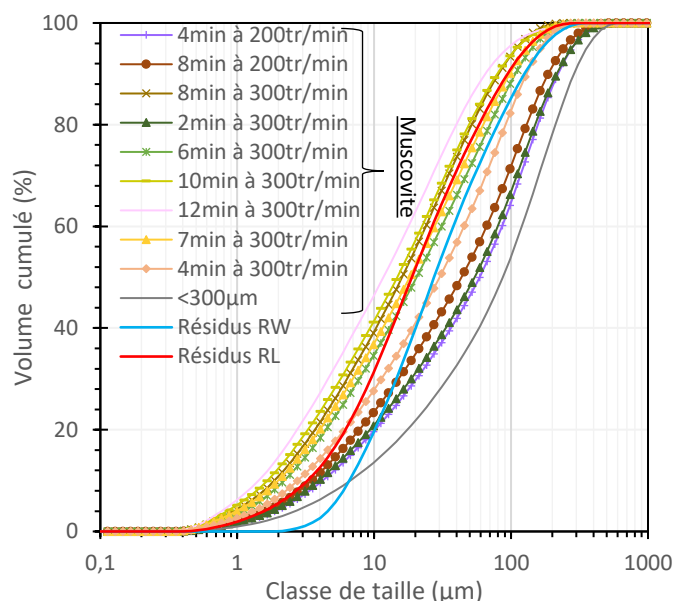
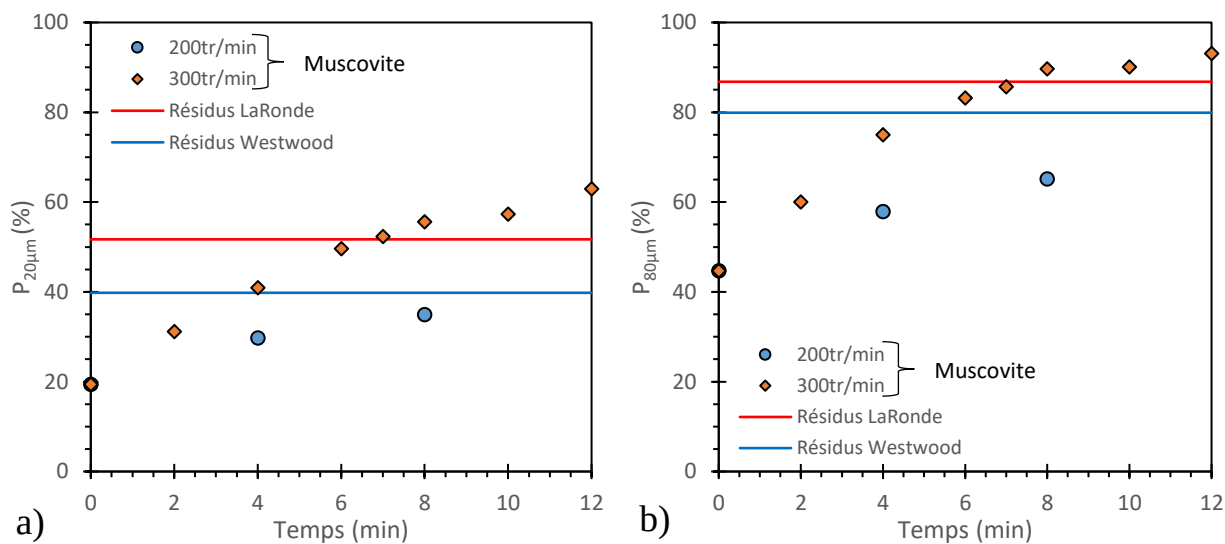


Figure 3.12 Comparaison entre les courbes granulométriques de la muscovite à différent temps de pulvérisation avec celle des résidus LaRonde et Westwood.

Pour pousser les comparaisons plus loin, les figures 3.13 (a) et (b) présentent respectivement le pourcentage de fines $P_{20\mu m}$ et le $P_{80\mu m}$ des résidus et de la muscovite. Dans le cas de cette dernière, les fractions fines $P_{20\mu m}$ et le $P_{80\mu m}$ sont présentées en fonction du temps et de la vitesse de pulvérisation.

Tableau 3.3 Caractéristiques granulométriques des différentes poudres de muscovite.

Matériau	D ₉₀ (μm)	D ₆₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₃₀ (μm)	D ₁₀ (μm)	C _U (-)	C _C (-)	P _{20μm} (%)	P _{80μm} (%)
Muscovite M2	215	79,9	54,3	18,6	3,91	20,4	1,11	31,2	60
Muscovite M4	130	45,3	30,1	11,3	2,8	16,35	1,02	40,9	76
Muscovite M6	108	31,1	20,4	7,78	2,2	14,1	0,88	49,6	83,2
Muscovite M7	97,5	27,7	18,2	7,0	2,0	13,9	0,9	52,3	85,7
Muscovite M8	81,2	23,8	16	6,33	1,87	12,7	0,9	55,6	89,7
Muscovite M10	79,4	22,3	14,8	5,67	1,66	13,5	0,87	57,3	90,1
Muscovite M12	64,9	17,8	11,7	4,61	1,43	12,45	0,83	63	93,1
Muscovite m4	220	85,8	58,9	20,4	4,2	20,43	1,15	57,9	29,8
Muscovite m8	187	66,3	43,4	15,1	3,47	19,11	0,99	65,15	34,9
Muscovite initiale	295	128	95,7	40,6	7,8	16,41	1,65	19,4	44,7

Figure 3.13 Influence de la pulvérisation de la fraction de muscovite < 300 μm sur le pourcentage de particules inférieures à : (a) 20 μm et (b) 80 μm .

On observe que l'augmentation du temps de pulvérisation entraîne une augmentation de $P_{20\mu\text{m}}$ et du $P_{80\mu\text{m}}$ pour une vitesse de pulvérisation donnée, suivant une tendance similaire. Une

pulvérisation à 300 tr/min permet d'atteindre des valeurs $P_{20\mu\text{m}}$ proches de celles des résidus Westwood (40 %) et de LaRonde (52 %) respectivement au bout de 4 et 7 min de pulvérisation. Il faut cependant environ 5 et 7 min de pulvérisation à 300 tr/min pour atteindre des valeurs $P_{80\mu\text{m}}$ de la muscovite proches respectivement de celles des résidus Westwood (80 %) et de LaRonde (87%). Les essais à 200tr/min demandaient beaucoup plus de temps de pulvérisation pour atteindre les objectifs fixés.

Les figures 3.14 (a) et (b) illustrent respectivement le D_{10} ainsi que le D_{60} en fonction du temps et de la vitesse de pulvérisation. On observe que le D_{10} et le D_{60} diminuent avec le temps de pulvérisation et cela s'applique aux deux vitesses.

Ces deux paramètres montrent une variation relativement rapide avec le temps de pulvérisation et s'éloignent rapidement des valeurs liées aux résidus. Cette observation est plus prononcée pour le D_{10} sur la figure 3.14a. Pratiquement, il faudrait environ 1 min et 5min pour atteindre respectivement le D_{10} des résidus RW (6,59 μm) et RL (3,26 μm). Cependant, concernant le D_{60} (figure 3.14b), son évolution est plus lente, il faudrait donc environ 5 min et 7 min pour atteindre respectivement le D_{60} des résidus RW (37,8 μm) et RL (26,6 μm). Ces résultats soulignent la sensibilité de ce paramètre aux conditions de pulvérisation.

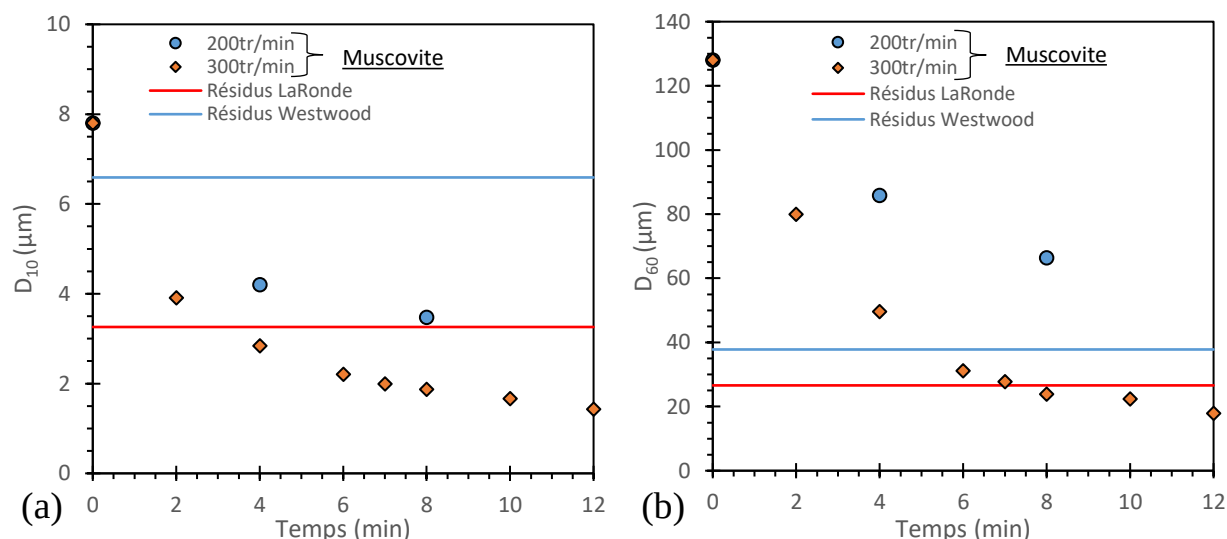


Figure 3.14 Influence de la pulvérisation de la faction de muscovite < 300 μm sur les particules :
a) D_{10} et b) D_{60} .

Les figures 3.15 (a) et (b) présentent respectivement le coefficient de courbure (C_C) ainsi que le coefficient d'uniformité (C_U) en fonction du temps et de la vitesse de pulvérisation. On constate que le C_C et le C_U diminuent avec le temps de pulvérisation. Les coefficients de courbure des poudres de muscovite à 4 et à 7 min de pulvérisation, respectivement 0.89 et 0.88, montrent une relative similitude avec les résidus Westwood (0.84) et les résidus LaRonde (1.03). Cependant, en termes de coefficient d'uniformité, la muscovite pulvérisée présente un écart considérable. Aligner tous les paramètres granulométriques de la muscovite avec ceux des résidus étudiés se révèle donc être une tâche complexe.

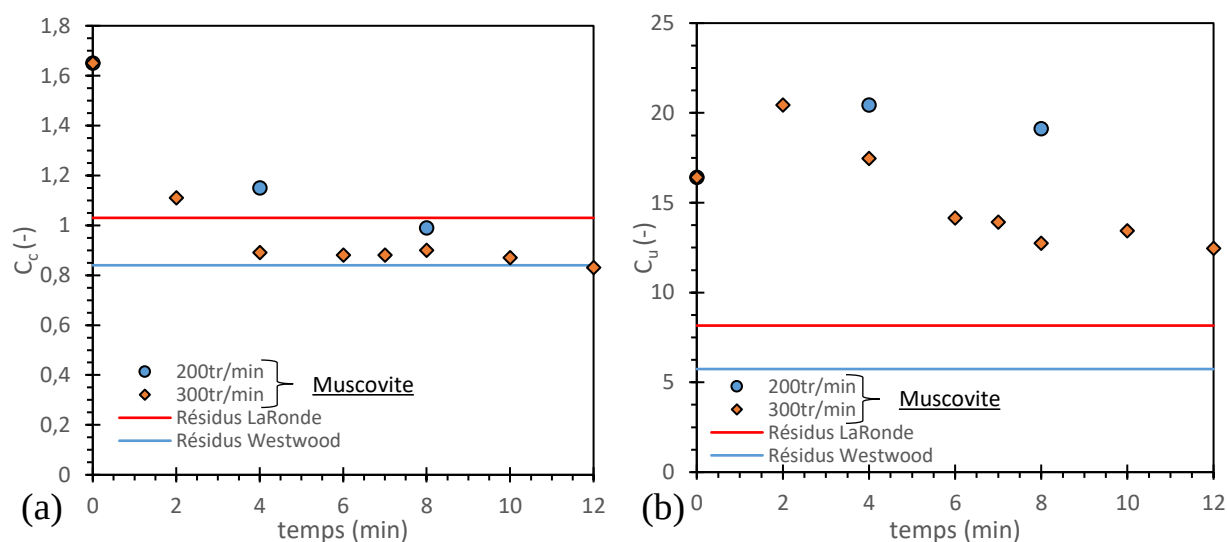


Figure 3.15 Influence de la pulvérisation de la fraction de muscovite $< 300 \mu\text{m}$ sur : (a) le coefficient de courbure (b) le coefficient d'uniformité.

Cette analyse des paramètres granulométriques souligne les défis rencontrés pour obtenir une muscovite pulvérisée présentant des caractéristiques granulométriques similaires à celles des résidus étudiés. Bien que certaines similitudes puissent être observées, des variations inhérentes aux propriétés des matériaux et aux limites du matériel disponible rendent difficile un ajustement précis. Les essais de pulvérisation ont permis de choisir un temps et une vitesse relativement optimaux à chaque type de résidus, 7 minutes à 300 tr/min (M7) pour les mélanges à base de résidus LaRonde et 4 à 5 minutes à 300 tr/min (M4) pour les mélanges à base de résidus Westwood.

Même si on a les mêmes valeurs du $P_{20\mu m}$, la fraction des particules inférieures à 20 μm est plus fine pour les deux échantillons de muscovite comparé aux résidus.

3.2.4 Densité relative des grains solides

Les densités relatives des grains solides des résidus ainsi que de la muscovite ont été mesurées à l'aide du pycnomètre à hélium Quantachrome instruments ULTRAPYC 1200e (voir figure 3.16). Le principe de mesure repose sur l'injection d'un gaz neutre, en l'occurrence l'hélium, à une pression contrôlée à travers l'échantillon sec de masse connue, de manière à déterminer avec précision le volume du solide dans l'appareil, permettant ainsi le calcul de la densité des grains solides (ρ_s) et par la suite la densité relative des grains solides G_s ou $D_R (= \rho_s / \rho_w)$. L'appareil donne la moyenne des 15 mesures faites sur le même échantillon.

Les densités relatives des grains solides (G_s) sont respectivement de 2,85, 2,85, 3,01 et 2,79 et les surfaces spécifiques (S_s) de 22,64, 17,77, 2,80 et 1,99 m^2/g pour les matériaux M7L, M4W, RL et RW. Si l'on considère que la densité de la muscovite est comprise entre 2,76 et 3,00 (Jahns et Lancaster, 1950), la valeur obtenue ici pour la muscovite (2,85) se situe dans cette fourchette. Les différences de granulométries expliquent ces différences de surface spécifique.

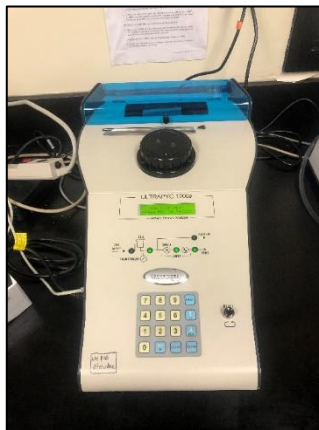


Figure 3.16 Pycnomètre à hélium ULTRAPYC 1200e utilisé à l'URSTM.

Sur le tableau 3.4 on observe que les résidus présentent une densité relative des grains solides de 3,01 et 2,79, respectivement pour les résidus RL et RW. Si l'on considère que la densité de la muscovite est comprise entre 2,76 et 3,00 (Jahns et Lancaster, 1950), la valeur obtenue ici se situe

dans cette fourchette. La muscovite affiche une densité relative des grains solides de 2,85 en moyenne.

Tableau 3.4 Densité relative des grains solides des matériaux utilisés.

Densité	Muscovite M4	Muscovite M7	Résidus RL	Résidus RW
G_s (or D_R)	2,85	2,85	3,01	2,79

3.2.5 Surface spécifique massique des grains solides

La surface spécifique massique (S_s) fait référence au rapport entre la superficie réelle des grains et leur masse. Ce paramètre, a été évalué à l'aide d'un analyseur de surface spécifique Gemini 2375 de Micromeritics (Georgia, USA) (voir figure 3.17), selon la méthode BET (Brunauer, Emmett et Teller) (Brunauer et al., 1938). Les mesures ont été faites aussi bien pour les résidus que pour la muscovite. Dans le cadre de notre étude, les mesures de surface spécifique massique ont été effectuées tant pour les résidus miniers que pour la muscovite. La muscovite, un minéral de la famille des micas, par sa structure en feuillets et sa finesse, favorise une surface spécifique élevée.



Figure 3.17 Mesureur de surface spécifique Gemini 2375 de Micromeritics de l'URSTM.

Le tableau 3.5 montre les résultats des mesures de la surface spécifique S_m . Ces résultats mettent en évidence le contraste significatif entre les surfaces spécifiques des résidus, avec 2.80 m²/g et 1.99 m²/g respectivement pour LaRonde et Westwood, par rapport à celles de la muscovite pulvérisée où on est aux alentours de 17.77 m²/g à 22.64 m²/g respectivement pour la muscovite pulvérisée pendant 4 min et 7 min à 300 tr/min.

Tableau 3.5 Résultats des mesures de la surface spécifique des résidus et de la muscovite.

Surface	Muscovite M4	Muscovite M7	Résidus RL	Résidus RW
S_s (m ² /g)	17,77	22,64	2,8	1,99

3.2.6 Composition minéralogique

La composition minéralogique des matériaux de notre étude a été déterminée à l'aide du diffractomètre à rayons X Bruker D8 Advance. Pour obtenir les résultats, les échantillons ont d'abord subi un conditionnement par broyage fin (micronisation). La poudre est placée dans le DRX puis est exposée à un faisceau de rayons X. Ces rayons sont diffractés par les plans atomiques des cristaux présents dans l'échantillon dont l'intensité est enregistrée par un détecteur sous différents angles (2θ), produisant ainsi un diagramme de diffraction caractéristique. Les données sont ensuite analysées à l'aide d'un logiciel avec lequel les phases minérales sont identifiées puis quantifiées. Les pics individuels dans le diagramme de diffraction sont séparés et quantifiés. L'aire sous chaque pic est proportionnelle à la quantité de la phase correspondante. Des facteurs de correction (facteurs d'intensité relative) peuvent être appliqués pour tenir compte des différences dans la capacité de diffraction des différentes phases minérales. Les figures 3.18 (a) et (b) présentent les diffractogrammes des résidus LaRonde et Westwood. L'analyse des pics obtenus a permis de discerner les types de minéraux présents et leurs proportions massiques dans l'échantillon mesuré.

La figure 3.19 présente le diffractogramme de la muscovite utilisée et indique clairement qu'il s'agit de muscovite pure à 100%. L'existence du corundum (Al_2O_3), correspondant au pic bleu dans l'échantillon, s'explique par l'utilisation de billes de ce minéral pour la micronisation de la muscovite et n'est en aucun cas présente naturellement dans la muscovite échantillonnée.

Le Tableau 3.6 présente les résultats de l'analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX). Les résultats de nos mesures ont confirmé que notre muscovite est pure à 100 %.

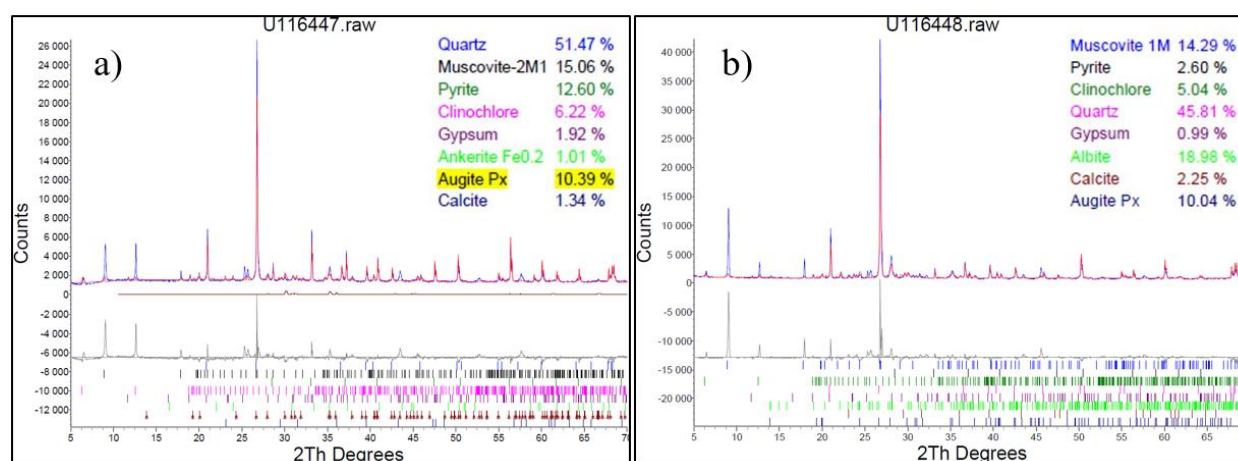


Figure 3.18 Spectre de diffraction des rayons X des résidus : (a) LaRonde et (b) Westwood.

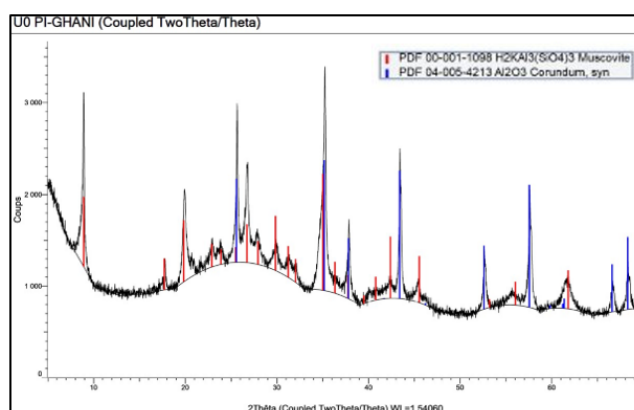


Figure 3.19 Spectre de diffraction des rayons X de la muscovite utilisée.

Les résidus miniers contiennent deux phyllosilicates, notamment la muscovite à hauteur de 15% et 14%, ainsi que le clinochlore, présent à 6,2% et 5%, respectivement, pour les résidus RL et RW. En ce qui concerne les sulfures, la pyrite est nettement plus abondante dans les résidus RL, avec une concentration de 12,6 %, contrairement aux résidus RW qui ne présentent que 2,6%. En ce qui concerne les tectosilicates, le quartz est présent à des proportions de 51,5% et 45,8%, respectivement, pour les résidus RL et RW. L'albite, quant à elle, est présente uniquement dans les résidus RW, avec une concentration de 19%. L'augite, un minéral des roches ultramafiques, est présente à des proportions de 10,4% et 10% respectivement pour les résidus RL et RW.

Tableau 3.6 Composition minéralogique (en wt%) des matériaux utilisés.

Minéraux	M7 M4	RL	RW	RL + M7L ($\alpha=13\%$)	RW + M4W ($\alpha\approx13\%$)
Quartz	0	51,5	45,8	45,5	40,1
Muscovite*	100	15,1	14,3	25,1	24,3
Pyrite	0	12,6	2,6	11,1	2,3
Clinochlore *	0	6,2	5	5,5	4,4
Gypse	0	1,9	1	1,7	0,9
Albite	0	0	19	0,0	16,6
Ankérinite	0	1	0	0,9	0,0
Augite	0	10,4	10	9,2	8,8
Calcite	0	1,3	2,2	1,1	1,9
Phyllosilicates totaux	100	21,3	19,3	31,3	29,3

* Phyllosilicates

Pour l'étude de l'effet de la muscovite sur la constance et les propriétés rhéologiques des RPCs, la muscovite a été variée dans le mélange par incréments de 2%, avec une variation maximale de la de 10 %. Ainsi, six teneurs en muscovite ont été ciblées avec 14%, 16%, 18%, 20%, 22% et 24% pour les résidus RW et de 15%, 17%, 19%, 21%, 23% et 25% pour les résidus RL ont été visées pour chaque pourcentage solide de RPC. Ces teneurs en muscovite maximales 25%) sont représentatives des résidus de certaines mines de l'Abitibi et du Nord du Québec dont la teneur en muscovite fluctue entre 0% et 27% environ (Ouffa et al., 2019, Amri et al., 2023, Benzaazoua et al., 2008, Ethier et al., 2018). En variant les teneurs en muscovite de $\beta_i=15\%$ à $\beta_f=25\%$ pour les

résidus RL et de $\beta_i=14\%$ à $\beta_f=24\%$ pour les résidus RW, il faut ajouter respectivement de la muscovite correspondant à $\alpha=13,3\%$ et $\alpha=13,1\%$.

Les résidus étant à grains fins, on suppose que la muscovite contenue dans les résidus est exclusivement de la muscovite libre. L'ajout de la muscovite libre M7L et M4W respectivement aux résidus RL et RW modifie les proportions des autres minéraux présents dans les résidus. Les nouvelles proportions peuvent être estimées pour chaque minéral à l'aide de l'équation 3.5.

$$P_{\text{mineral-f}} = \frac{P_{\text{mineral-i}}(1 - X_f)}{1 + X_i} \quad (3.5)$$

Dans cette équation, $P_{\text{mineral-f}}$ est la proportion finale du minéral i dans le mélange résidu-muscovite (%), $P_{\text{mineral-i}}$ est la proportion initiale du minéral i dans les résidus (%), X_f est le pourcentage de muscovite final dans le mélange résidu-muscovite (%), X_i est le pourcentage de muscovite initial dans les résidus (%).

Le calcul des nouvelles proportions de minéraux dans le mélange résidu -muscovite permet d'évaluer dans quelle mesure l'impact de l'ajout de la muscovite sur la diminution des proportions des autres minéraux présents dans les résidus peut être considéré négligeable ou substantiel. À titre d'exemple, le tableau 3.7 présente la composition minéralogique des résidus à laquelle la quantité maximale de muscovite ($\alpha=13\%$) a été ajoutée. Comme le montre plus bas l'équation 3.7, plus la proportion initiale du minéral i dans les résidus $P_{\text{mineral-i}}$ est élevée, plus l'impact de l'ajout de 13% de muscovite se manifeste $P_{\text{mineral-f}}$ (cas du quartz). La proportion de plusieurs des minéraux contenus dans les résidus diminue très légèrement. Le pourcentage de l'autre phyllosilicate présent dans les résidus (clinochlore) passe respectivement de 6.2% à 5,5% et de 5,0% à 4,4% pour les résidus RL et RW. On peut assumer que la variation de la composition minéralogique des résidus (à l'exception de celle de la muscovite) n'influera pas sur les résultats de nos différents essais. Ainsi, l'impact de l'ajout de la muscovite sera la variable principale, ce qui nous permettra de justifier nos résultats par la variabilité de la teneur en muscovite.

3.3 Protocole expérimental

3.3.1 Programme expérimental

L'ensemble des essais expérimentaux a été conduit en suivant les organigrammes illustrés dans les figures 3.20 et 3.21. La méthodologie a débuté par le conditionnement et la caractérisation physique des matériaux comme illustré dans la figure 3.21. Une fois les premières recettes élaborées, les mélanges confectionnés avec les proportions variables en muscovite ont été soumis à des essais d'affaissement au cône d'Abrams standard et au petit cône. Ces mêmes échantillons ont également fait objet d'essais rhéologiques (voir figure 3.21). Les résultats de ces essais ont été analysés. Les détails exhaustifs de la méthodologie et des matériaux utilisés seront abordés dans les sections ultérieures.

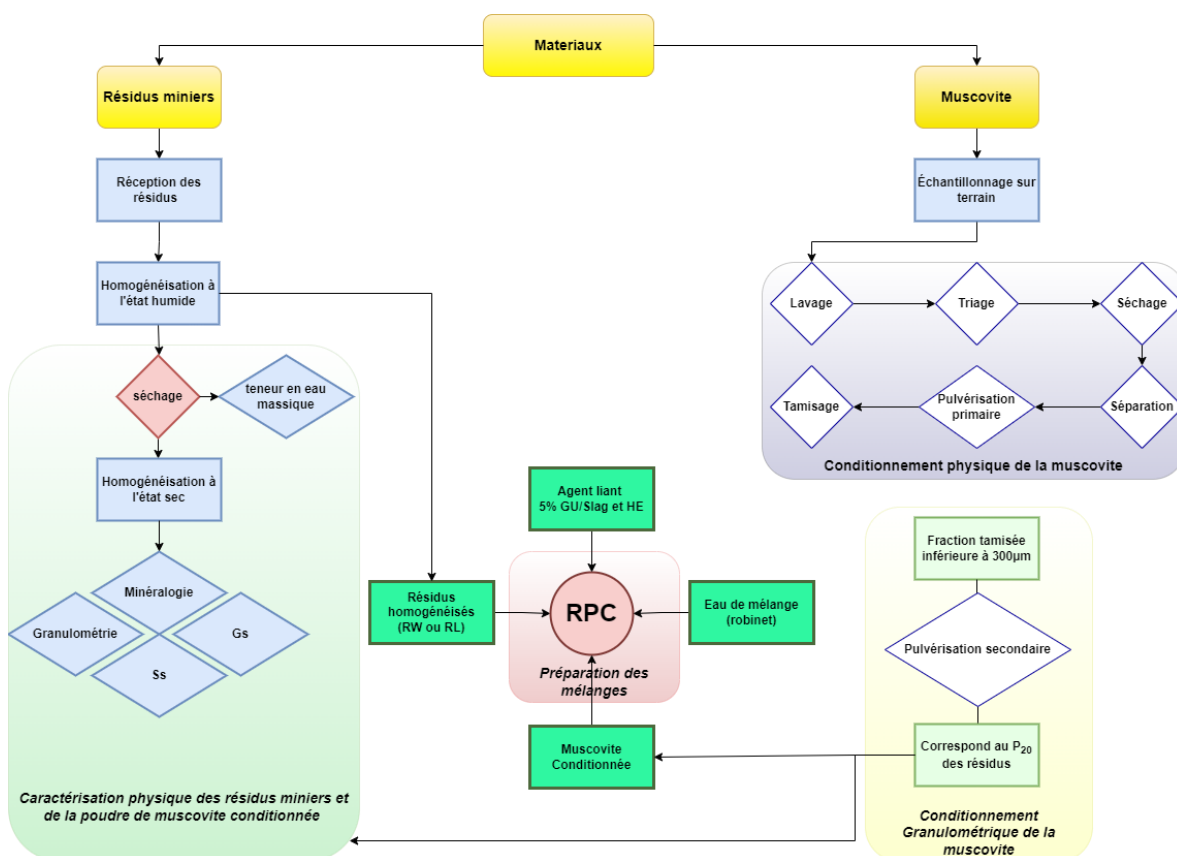


Figure 3.20 Organigramme résumant le conditionnement, la caractérisation et la confection des mélanges de RPC.

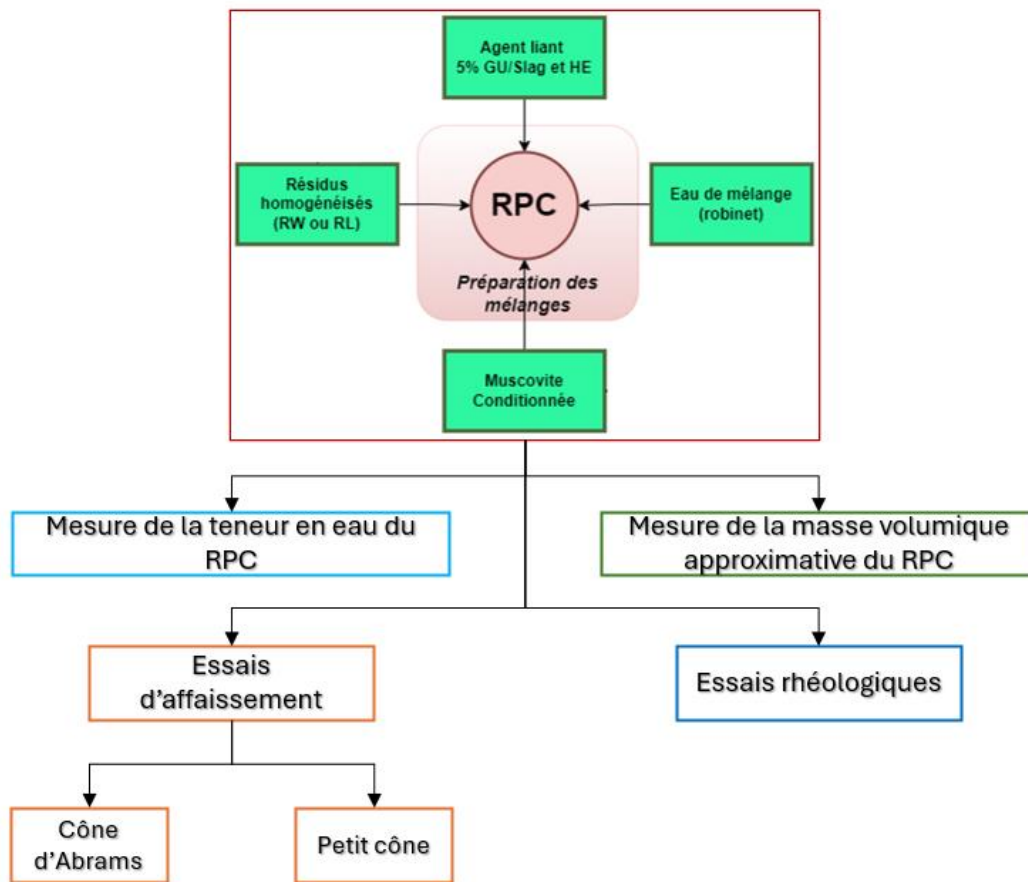


Figure 3.21 Organigramme illustrant les différents essais employés.

3.3.2 Calcul des proportions des ingrédients des mélanges pour la préparation des recettes

La préparation des mélanges de RPC débute par le calcul théorique des masses de tous les ingrédients afin de préparer les recettes de RPC ayant des pourcentages solides C_w visés. Rappelons que les ingrédients entrant dans l'élaboration des RPC sont les résidus miniers, le liant, l'eau de mélange et enfin la variation de la teneur en muscovite par amendement.

La masse de muscovite sèche à ajouter à une masse initiale des résidus miniers secs M_{t-s} pour atteindre un pourcentage total visé dans le mélange résidus-muscovite peut être calculé à l'aide de la relation (3.6).

$$\Delta M_{mu} = \frac{(X_f - X_i)}{1 - X_f} M_{t-s} = \frac{(X_f - X_i) C_{w-t}}{1 - X_f} M_{t-w} \quad (3.6)$$

où ΔM_{mu} est la masse de muscovite sèche à ajouter pour atteindre une teneur en muscovite visé X_f , dans le mélange résidus -muscovite, X_i est le pourcentage de muscovite initial dans les résidus ($X_i < X_f$), M_{t-s} est la masse sèche initiale des résidus miniers, C_{w-t} est le pourcentage solide initial des résidus et M_{t-w} est la masse initiale des résidus miniers humides.

Le pourcentage de muscovite ajoutée aux résidus (α) est défini par l'équation 3.7.

$$\alpha = \frac{\Delta M_{mu}}{M_{t-s}} = \frac{(X_f - X_i)}{1 - X_f} \quad (3.7)$$

Les courbes granulométriques des mélanges entre ces résidus et les poudres de muscovite (qui s'ajoutent à la muscovite contenue naturellement dans les résidus) sont également mises en évidence sur la figure 3.22 pour $\alpha = 13\%$). Le choix de la valeur de 13% est expliqué plus haut à la section 3.2.2. Ces dernières courbes ont été déduites théoriquement en suivant l'équation (3.8). On observe que pour un ajout de 13% de muscovite aux résidus secs, les courbes granulométriques des mélanges résidus-muscovite varient très légèrement par rapport à celle des résidus. Il en résulte que l'effet de la granulométrie des résidus pour $\alpha = 13\%$ sur la consistance et les propriétés rhéologiques de RPC serait négligeable.

$$P_{mix}(d) = P_R(1 - \alpha) + P_M \times \alpha \quad (3.8)$$

Où $P_{mix}(d)$, $P_R(d)$ et $P_M(d)$ (-) représentent respectivement le passant volumique cumulé du mélange de résidus avec un amendement de muscovite, des résidus miniers et de la muscovite pour un diamètre d donné.

La figure 3.22 compare les distributions granulométriques des résidus RW et RL avec celles des poudres de muscovite respectives, M4 et M7. Les caractéristiques granulométriques de ces poudres sont aussi données dans le Tableau 3.3. Les granulométries des poudres de muscovite sont relativement proches de celles de leurs résidus respectifs, mais présentent des fractions plus fines à partir du D_{50} . De plus, les deux poudres M4 et M7 ont respectivement des coefficients C_U de 16 et 14, indiquant un plus grand étalement, ainsi qu'un C_c de 1,0 et 0,9 respectivement pour les muscovites M4 et M7. Les valeurs $P_{20\mu m}$ sont proches : 52 % pour la muscovite M7L contre 52% pour les résidus RL et de 41 % pour la muscovite M4W contre 40% pour les résidus RW.

Comme mentionné plus haut, la teneur en muscovite (X) dans les mélanges de RPC a été variée par incréments de 2% à partir de la teneur initiale, jusqu'à une valeur maximale de 10%. L'équation 3.6 permet de déterminer la masse de muscovite sèche à ajouter aux résidus secs. Les RPC ont été préparés avec un pourcentage de liant B_w de 5% (par rapport de la masse des résidus plus la muscovite sèche). Un liant binaire GU/Slag a été utilisé. La quantité de liant à utiliser dans le mélange peut être calculée par l'équation (3.9) :

$$M_b = (M_{s-t} + \Delta M_{mu})B_w = (1 + \alpha)B_w M_{t-s} = (1 + \alpha)B_w C_{w-t} M_{t-w} \quad (3.9)$$

où B_w est le pourcentage de liant, C_{w-t} est le pourcentage solide (initial) des résidus.

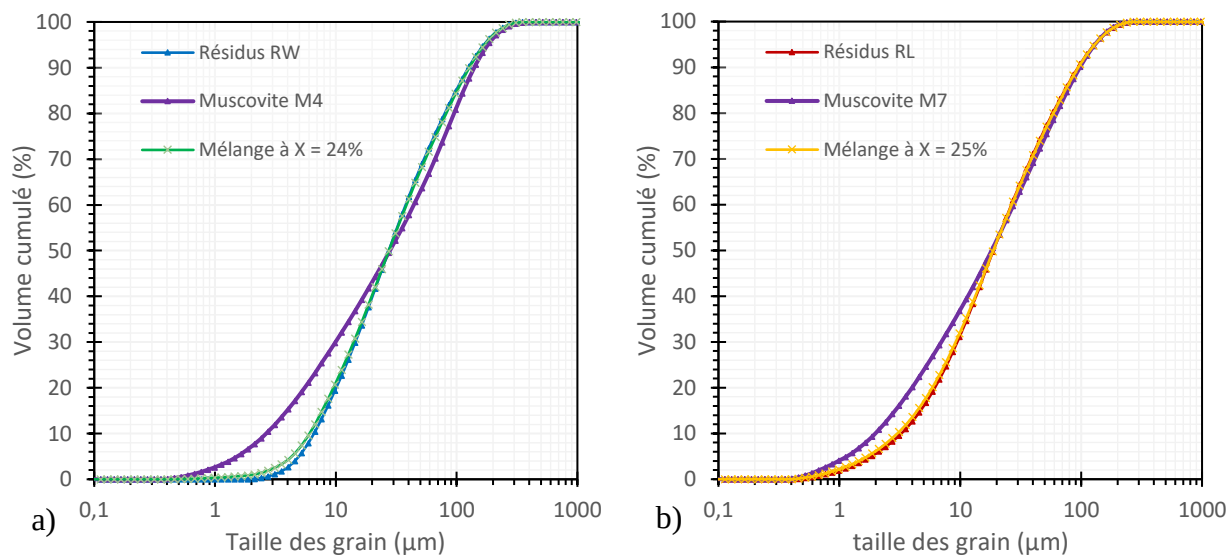


Figure 3.22 Distribution granulométrique des particules des résidus, de la muscovite et de mélanges de résidus avec 13% de muscovite : a) résidus RW et b) résidus RL.

Finalement, la quantité d'eau à ajouter au mélange (M_{w-a}) pour atteindre un pourcentage solide du RPC visé C_w peut être obtenue par l'équation 3.10 suivante :

$$\Delta M_w = \frac{\{(C_{w-t} - C_w) + C_{w-t}(1 - C_w)[\alpha + (1 + \alpha)B_w]\}}{C_w} M_{t-w} \quad (3.10)$$

3.3.3 Préparation des mélanges de remblais miniers en pâte cimentés

Une fois les masses des résidus humides, de la muscovite sèche, de l'eau, et du liant déterminées

pour une recette donnée de RPC, ces ingrédients sont mélangés à l'aide d'un mélangeur à pâte (modèle OMCAN) selon une procédure uniforme pour tous les mélanges de RPC, comme illustré à la figure 3.23.

Suivant la procédure de malaxage illustrée par la figure 3.24, le liant, la poudre de muscovite et la moitié de l'eau de mélange calculée ont été incorporés dans le malaxeur et mélangés à la cuillère sur une durée moyenne de 6 secondes afin d'homogénéiser ces dernières et faire en sorte d'amorcer l'hydratation de tout le liant. Ensuite, une première portion de résidus miniers a été ajoutée pendant environ 10 secondes. Le tout a été soumis au malaxage durant 1 min à 91 tr/min. Après un bref arrêt d'environ 10 secondes durant lequel les résidus et l'eau ont été introduits dans le malaxeur, le malaxage a été poursuivi pendant 3 minutes. Le malaxage s'est ensuite poursuivi à 116 tr/min pendant 30 secondes puis à la vitesse maximale de 282 tr/min pendant 2 minutes. Il est à noter que pour chaque changement de vitesse, le malaxage doit être interrompu avant de passer à une vitesse supérieure, ce qui explique les courtes pauses entre les changements de vitesse.



Figure 3.23 Malaxeur à pâte OMCAN utilisé.

Deux quantités distinctes de mélange de RPC ont été produites correspondant à deux buts différents. La première concerne les mélanges destinés uniquement à la déduction du facteur de conversion (FC) entre le cône standard (ASTM C143) où il fallait produire une quantité de RPC suffisante pour l'affaissement au cône d'Abrams, c'est-à-dire environ 12 kg. La deuxième quantité

concernait les recettes destinées à atteindre les différents objectifs spécifiques de la recherche. Cette fois-ci la quantité de RPC produite était autour de 5 kg ce qui était suffisant pour les essais au petit cône et essais rhéologiques.

Conformément à la méthodologie décrite ci-dessus, afin d'assurer la reproductibilité des essais, une même énergie de malaxage a été utilisée pour chaque préparation de recette de RPC destinée à l'observation de l'effet de la muscovite. Cette énergie dépend de la vitesse, de la durée et de la charge du malaxage (Dikonda et al. 2021a,b). Il est connu que l'énergie de malaxage du RPC affecte la consistance et les propriétés rhéologiques de RPC (Dikonda et al. 2021a,b).

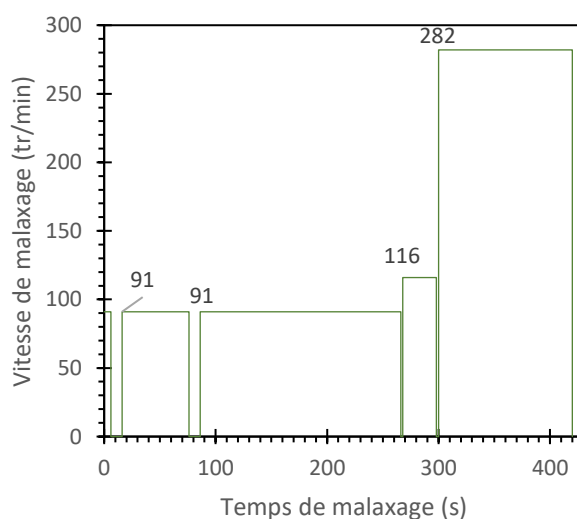


Figure 3.24 Processus de malaxage des RPC.

3.3.3.1 Mélanges destinés à l'investigation de l'effet de la muscovite dans les RPCs

La variation de C_w , pour une teneur en muscovite donnée, vise à étudier son impact sur les comportements rhéologiques des RPC pour différentes consistances. Pour les résidus RW, des valeurs de C_w de 74%, 72%, 70%, 68%, 66% et 64% ont été ciblées, correspondant à des teneurs en eau de 36%, 39%, 42%, 47%, 52% et 56%. Pour les résidus RL, des valeurs de 72%, 71% et 69% ont été ciblées, ce qui correspond respectivement à des teneurs en eau de 37%, 41% et 45%. Le choix de cibler plusieurs pourcentages solides avait pour but de balayer un large éventail d'affaissement au cône d'Abrams incluant les critères d'affaissements appliqués dans les mines entre

7 po (17,8 cm) et 8,5 po (21,6 cm). De plus, cela nous permet de voir l'impact de la muscovite sur les propriétés rhéologiques des mélanges de RPC à différents pourcentages solides, afin de voir si les tendances se répètent lorsque C_w varie.

Pour chaque mélange de RPC, la teneur en eau w a été déterminée par séchage à 60 °C en étuve dans le but de vérifier la valeur réelle de C_w suivant les équations (3.3) et (3.4). La figure 3.25 compare les valeurs C_w mesurées et visées (théoriques). Pour les résidus RW, les valeurs moyennes de C_w mesurées pour les six teneurs en muscovite sont de 64,6%, 66,6%, 68,5%, 70,2%, 72% et 73,7% respectivement, avec des écarts-types de 0,04 %, 0,04 % et 0,08 % (voir figure 4.4a).

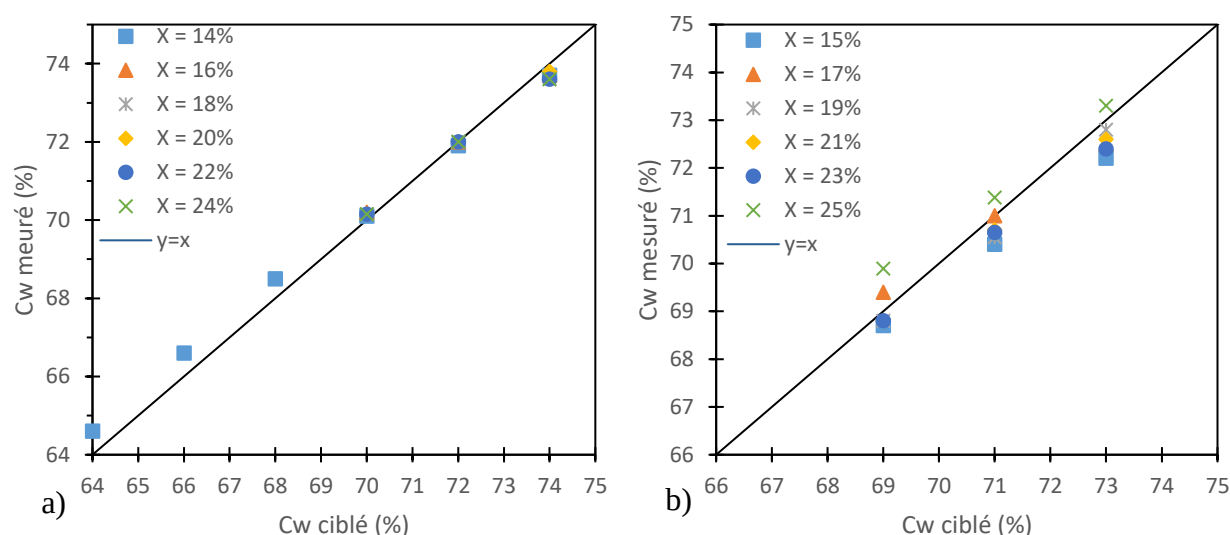


Figure 3.25 Comparaison des pourcentages solides mesurés et visés pour des mélanges de RPC contenant différentes teneurs en muscovite: a) résidus RW et b) résidus RL.

Pour les résidus RL, les valeurs moyennes de C_w mesurées pour les six teneurs en muscovite sont de 69,1%, 70,8% et 72,6% respectivement, avec des écarts types de 0,5%, 0,4% et 0,4%. Les différences observées dans la figure 3.25 entre les valeurs C_w mesurées et visées sont négligeables. Elles ne sont pas attribuables à la présence de muscovite, mais aux pertes de matériaux lors du malaxage à la 3ème vitesse du mélangeur. D'ailleurs, des valeurs C_w mesurées et visées ont été comparées pour plusieurs suspensions de muscovite pure sur un intervalle de 12,5% à 72% solide. La différence entre les valeurs mesurées et visées est très négligeable. Pour faciliter la présentation des résultats dans les figures, les valeurs cibles de C_w seront utilisées dans les légendes.

La figure 3.26 illustre les pourcentages solides mesurés en fonction des pourcentages solides théoriques pour des mélanges à base de muscovite pure, allant de 68,5 % à 72 % solide. On remarque une forte relation linéaire proche de la fonction d'identité.

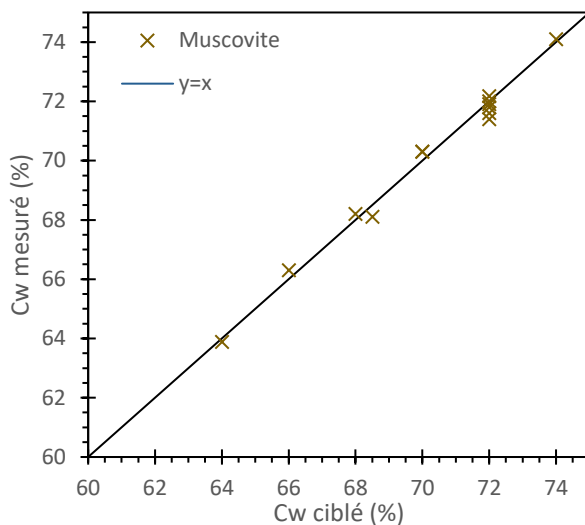


Figure 3.26 Pourcentage solide mesuré en fonction du pourcentage solide théorique pour des mélanges de muscovite pure.

Les tableaux 3.7 et 3.8 donnent les différentes recettes de mélange de RPC composées respectivement de résidus RW et de résidus RL confectionnées pour les différents essais expérimentaux. On retrouve donc 6 teneurs en muscovite et des pourcentages solides variant de 64% à 74% pour les RPC à base de résidus RW et de 69 % à 73% pour les RPC à base de résidus RL. Le type et la proportion en liant sont fixes avec un B_w de 5% GU/Slag. Dans ce tableau on compare les C_w théoriques et mesurés ainsi que la variation de pourcentage en muscovite pour chaque recette.

Tableau 3.7 Recettes de mélanges de RPC à base de résidus RW avec des teneurs en muscovite X variant de 14 à 24%.

Matériaux	C_w mesuré (%)	Muscovite (%)	B_w (%)	W_{mesuré} (%)	C_w théorique (%)
Résidus RW	81,8	14	0%	22,2	/
RPC RW X=14%	73,7	14	5% GU/Slag	35,7	74
	71,9	14	5% GU/Slag	39,1	72
	70,1	14	5% GU/Slag	42,7	70
	68,5	14	5% GU/Slag	46,0	68
	66,6	14	5% GU/Slag	50,2	66
	64,6	14	5% GU/Slag	54,8	64
RPC RW X=16%	73,7	16	5% GU/Slag	35,7	74
	72	16	5% GU/Slag	38,9	72
	70,2	16	5% GU/Slag	42,5	70
RPC RW X=18%	73,6	18	5% GU/Slag	35,9	74
	72	18	5% GU/Slag	38,9	72
	70,2	18	5% GU/Slag	42,5	70
RPC RW X=20%	73,8	20	5% GU/Slag	35,5	74
	72	20	5% GU/Slag	38,9	72
	70,2	20	5% GU/Slag	42,5	70
RPC RW X=22%	73,6	22	5% GU/Slag	35,9	74
	72	22	5% GU/Slag	38,9	72
	70,2	22	5% GU/Slag	42,5	70
RPC RW X=24%	73,6	24	5% GU/Slag	35,9	74
	72	24	5% GU/Slag	38,9	72
	70,2	24	5% GU/Slag	42,5	70

Tableau 3.8 Recettes de mélanges de RPC à base de résidus RL avec des teneurs en muscovite X variant de 15 à 25%.

Matériaux	C_w mesuré (%)	Muscovite (%)	B_w (%)	W_{mesuré} (%)	C_w théorique (%)
Résidus RL	85	15	0%	17,6	/
RPC RL X=15%	72,2	15	5% GU/Slag	38,5	73
	70,4	15	5% GU/Slag	42,0	71
	68,7	15	5% GU/Slag	45,6	69
RPC RL X=17%	72,5	17	5% GU/Slag	37,9	73
	71	17	5% GU/Slag	40,8	71
	69,4	17	5% GU/Slag	44,1	69
RPC RL X=19%	72,8	19	5% GU/Slag	37,4	73
	70,6	19	5% GU/Slag	41,6	71
	68,8	19	5% GU/Slag	45,3	69
RPC RL X=21%	72,6	21	5% GU/Slag	37,7	73
	70,7	21	5% GU/Slag	41,4	71
	68,8	21	5% GU/Slag	45,3	69
RPC RL X=23%	72,4	23	5% GU/Slag	38,1	73
	70,7	23	5% GU/Slag	41,4	71
	68,8	23	5% GU/Slag	45,3	69
RPC RL X=25%	73,3	25	5% GU/Slag	36,4	73
	71,4	25	5% GU/Slag	40,1	71
	69,9	25	5% GU/Slag	43,1	69
RPC RL X=15%	72,3	15	5% HE	38,3	72
	70,4	15	5% HE	42,0	70
	68,7	15	5% HE	45,6	69
RPC RL X=17%	66,7	15	5% HE	49,9	67
	71	17	5% HE	40,8	71
	69,2	17	5% HE	44,5	69
RPC RL X=19%	67,2	17	5% HE	48,8	67
	71,3	19	5% HE	40,3	71
	69,6	19	5% HE	43,7	69
	67,5	19	5% HE	48,1	67

3.3.3.2 Mélanges destinés à l'investigation des propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite seule

Une investigation complémentaire des propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite pure non cimentées et cimentées a été réalisée. Afin de compléter et d'approfondir les observations faites sur les mélanges de remblai minier en pâte cimenté (RPC) décrits au chapitre 4, nous avons jugé nécessaire d'isoler cette muscovite, un minéral anisotrope (Van Olphen, 1977; Carty, 2001).

Pour ce faire, nous avons préparé des pâtes monominérales de muscovite sous divers états expérimentaux, incluant différentes proportions solides, granulométries variées, et la présence ou absence de liant. Cette étude nous permettra d'observer le comportement rhéologique de la muscovite, qu'elle soit seule ou cimentée, et de la comparer à un mélange de RPC.

Les différentes recettes de pâte de muscovite ont été confectionnées avec différentes poudres issues des différents essais de pulvérisation précédemment vus à la section 3.2.3. Du fait de la faible disponibilité de la muscovite, le malaxage s'est fait en petite quantité avec un mixeur à main comme l'illustre la figure 3.27.



Figure 3.27 Préparation des pâtes de muscovite.

Une première série de mélanges sans liant avait pour objectif de varier le pourcentage solide en utilisant une seule poudre de muscovite ayant une granulométrie fixe. Le tableau 3.9 liste les cinq différentes recettes de pâte de muscovite pour des pourcentages solides variant de 68 % à 76 %.

Deux paramètres granulométriques fixes de la poudre de muscovite utilisée sont mentionnés : le $P_{20\mu m}$, représentant 52,3 %, et le $P_{80\mu m}$, représentant 85 %. Ces paramètres indiquent la proportion de particules de muscovite ayant des diamètres inférieurs à 20 μm et 80 μm , respectivement.

Tableau 3.9 Recettes de pâte de muscovite M7 dont le pourcentage solide varie entre 68% et 76%.

Matériau	$P_{20\mu m}$ (%)	$P_{80\mu m}$ (%)	C_w (%)	B_w (%)	w (%)
Muscovite M7	52,3	85	68,1	0	46,8
	52,3	85	70,1	0	72,7
	52,3	85	70,9	0	41,0
	52,3	85	74,1	0	34,0
	52,3	85	76	0	31,6

Une deuxième série de mélanges a été effectuée, cette fois-ci en fixant le pourcentage solide (C_w) et en variant le pourcentage de particules inférieures à 20 μm ($P_{20\mu m}$) de la muscovite. Le tableau 3.10 présente les cinq différentes recettes de pâte de muscovite sans liant pour un C_w fixe autour de 72 % et un $P_{20\mu m}$ variant entre 31,2 % et 63 %.

Tableau 3.10 Recettes de pâte de muscovite dont le $P_{20\mu m}$ varie entre 31,2 % et 63 %.

Muscovite	$P_{20\mu m}$ (%)	$P_{80\mu m}$ (%)	C_w (%)	B_w (%)	w (%)
M2	31,2	60	71,9	0	39,1
M6	49,6	83,2	71,8	0	37,4
M8	55,6	89,7	71,8	0	37,4
M10	57,6	90,1	71,4	0	40,1
M12	63	93,1	71,6	0	39,7

Un troisième type de mélange se focalisant sur l'impact du liant sur les propriétés rhéologiques de la muscovite. Au début, le pourcentage solide ciblé était de 72 %, mais en raison de la forte

consistance et de sa résistance au cisaillement dans le rhéomètre (voir figure 3.28), il a fallu baisser C_w à une valeur plus basse mesurée par la suite.



Figure 3.28 Pâte de muscovite cimentée à 72 % solide.

Comme le tableau 3.11 le montre, la recette comprend une poudre de muscovite M7 et 5% de liant GU/Slag mélangé à 65,4 % solide.

Tableau 3.11 Recette unique de muscovite cimentée à 5% GU/Slag.

Matériau	P_{20μm} (%)	P_{80μm} (%)	C_w (%)	B_w (%)	w (%)
Muscovite M7 cimentée	52,3	85	65,4	5% GU/Slag	52,9

3.3.4 Essai d'affaissement ou « slump test »

La consistance des mélanges préparés a été évaluée à l'aide de la méthode d'affaissement au cône d'Abrams. Deux cônes de dimensions différentes ont été utilisés dans le cadre de notre projet de recherche (figure 3.29). Pour le cône d'Abrams standard, qui est un cône tronqué avec une hauteur de 30 cm, un diamètre de section de base de 20 cm et un diamètre de section supérieure de 10 cm,

la mesure de l'affaissement (ou « slump test ») a été effectuée conformément à la procédure ASTM C143 qui sera détaillée plus bas. Le petit cône d'Abrams est similaire au cône d'Abrams standard, mais a une hauteur de 15,24 cm, un diamètre à la base de 10,16 cm et un diamètre supérieur de 5,08 cm.



Figure 3.29 Grand cône d'Abrams et petit cône utilisés pour nos essais.

L'utilisation du petit cône d'Abrams a été motivée par le souci de réduire la quantité de remblai nécessaire pour faire le test en raison de la quantité relativement limitée de la poudre de muscovite disponible. Pour adapter les résultats entre le cône d'Abrams standard et le petit cône, un facteur de conversion a été déterminé. Pour cela, plusieurs mélanges préliminaires, préparés avec les deux types de résidus, ont fait l'objet d'essais d'affaissement au grand cône (AGC) et au petit cône (APC) (Voir ANNEXE A). La relation entre ces deux affaissements était linéaire comme déjà observé pour le RPC par d'autres chercheurs (Kalonji, 2016). Le facteur de conversion (FC) a été déterminé à partir de la droite de régression entre les valeurs de l'AGC en ordonnées et les valeurs de l'APC en abscisse dont les résultats sont présentés plus bas dans les figures 3.30 et 3.31.

3.3.4.1 Procédure d'essai d'affaissement

Les essais de consistance ont été réalisés selon la norme nord-américaine ASTM C143. Les éléments, à savoir le cône d'Abrams et le plateau support, sont préalablement humidifiés à l'eau. Le cône est solidement maintenu sur le plateau pendant toute la procédure de remplissage. Le remplissage est effectué en trois couches d'un tiers du cône pour le cône d'Abrams standard, et en

deux couches pour le petit cône. À chaque couche introduite, un piquage en spirale est effectué avec une tige métallique, 25 fois au total (15 fois sur la périphérie et 10 fois au centre) sur toute l'épaisseur de la première couche. Pour la deuxième et la dernière couche, le piquage est effectué sur toute son épaisseur, mais de manière que la tige pénètre légèrement la couche sous-jacente. Après le remplissage à ras bord, un excédent de matériau est ajouté. Un mouvement de rasage est effectué avec la tige pour enlever le surplus de matériau. Le plateau support à la base du cône est nettoyé pour éviter tout biais lors de l'essai. Enfin, le démoulage est effectué suivant un axe vertical en 4 secondes, sans incliner ni appliquer de mouvement de torsion. L'affaissement du matériau est mesuré en millimètres ou en pouces à l'aide d'une règle. Cette hauteur correspond à la distance entre la hauteur initiale du cône d'Abrams et la hauteur du centre du RPC affaissé.

Concernant la procédure appliquée au petit cône, les étapes sont identiques à celles du grand cône, à la différence près que le petit cône est rempli en deux fois, au lieu de trois couches.

3.3.4.1 Détermination du facteur de conversion (FC)

La détermination du facteur de conversion (FC) a été réalisée en effectuant des essais d'affaissement avec le cône d'Abrams standard (AGC) ainsi que des essais d'affaissement avec le petit cône (APC) suivant les procédures décrites précédemment. La figure 3.30a présente l'affaissement au cône Abrams (AGC) en fonction de l'affaissement au petit cône pour les mélanges de RPC à base de résidus RW. On constate une relation linéaire positive dont la pente correspond au facteur de conversion (FC) de 2,2 avec un coefficient de corrélation $R = 99,8 \%$. La figure 2.30b compare les valeurs de l'affaissement au grand cône (AGC) en fonction des valeurs au grand cône estimées. Ces valeurs estimées se rapportent au produit entre les valeurs d'affaissement au petit cône (APC) et du facteur de conversion préalablement déterminé. On remarque une droite identitaire linéaire comportant un coefficient de corrélation de $R^2 = 99,8\%$.

La figure 3.31a présente l'AGC en fonction de l'APC, cette fois-ci, pour les mélanges de RPC à base de résidus RL. On observe une tendance similaire avec une relation linéaire positive donnant un facteur de conversion (FC) de 2,15 avec un coefficient de corrélation $R = 99,9 \%$. La figure 3.31b compare les valeurs de l'AGC mesurées en fonction des valeurs de l'AGC estimées. La relation est une droite identitaire avec $R^2 = 99,9\%$.

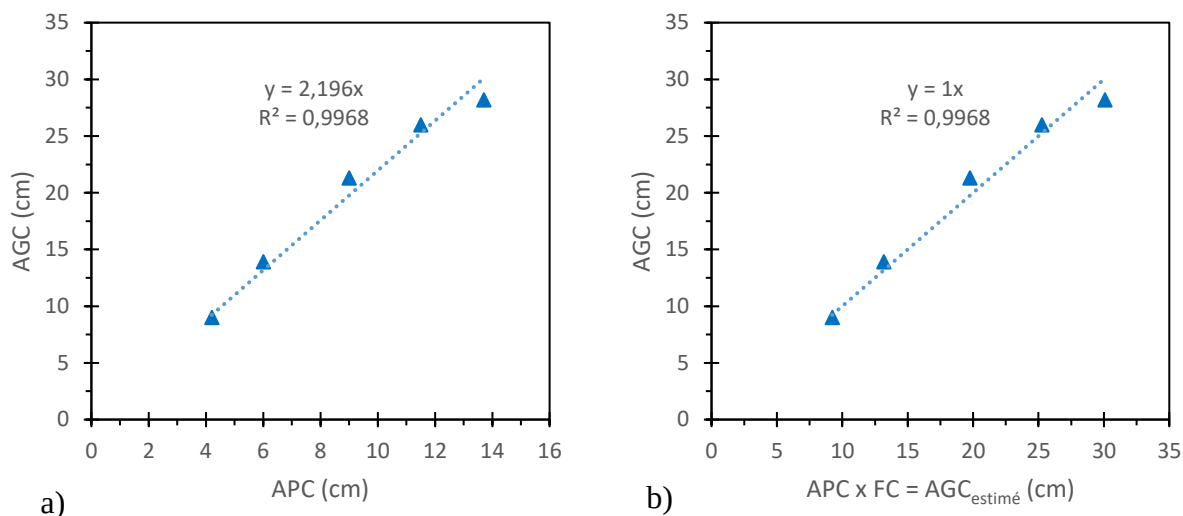


Figure 3.30 a) Corrélation entre les valeurs de l'AGC et celles de l'APC pour des mélanges de RPC à base de résidus RW et b) Comparaison entre les valeurs de l'AGC mesurées (axe Y) et les valeurs de l'AGC estimées (axe X) pour les mêmes mélanges de RPC.

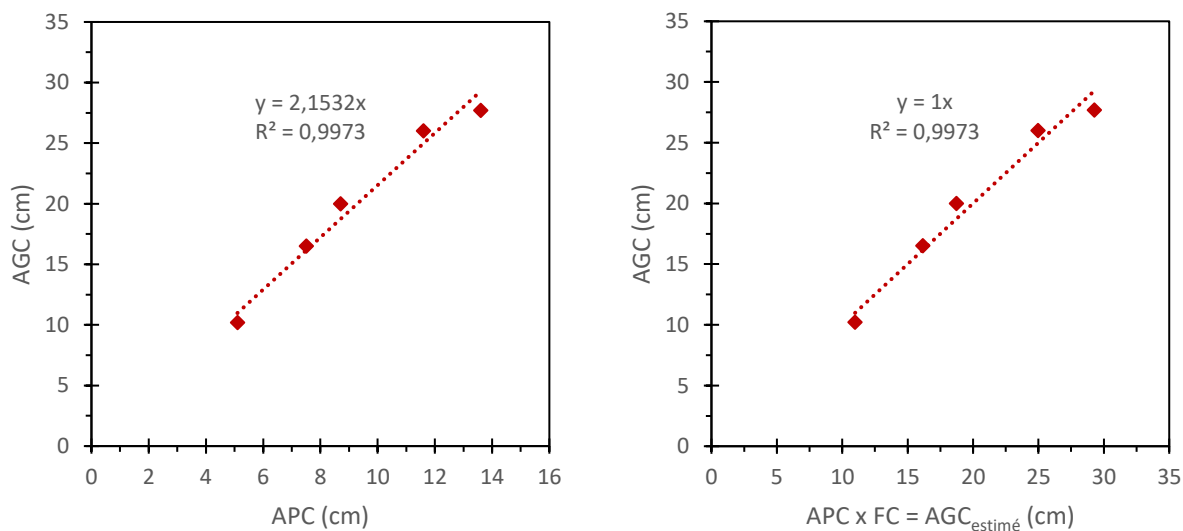


Figure 3.31 a) Corrélation entre les valeurs de l'AGC et celles de l'APC pour des mélanges de RPC à base de résidus RL, et b) Comparaison entre les valeurs de l'AGC mesurées (axe Y) et les valeurs de l'AGC estimées (axe X) pour les mêmes mélanges de RPC.

3.3.5 Essais rhéométriques

3.3.4.1. Procédure d'analyse

Les propriétés rhéologiques des mélanges ont été évaluées en triplicata à l'aide du rhéomètre AR2000 de TA Instrument. La géométrie utilisée pour ces essais est le moulinet en aluminium, également appelé "vane", avec un diamètre de 14 mm et une hauteur de 2 cm, doté de 4 lames orthogonales (voir figure 3.32). Lors de l'essai, la géométrie est abaissée dans un cylindre de 15 cm de diamètre, avec un entrefer de 4 mm par rapport au fond. Cette géométrie a été choisie en raison de sa bonne aptitude avec les matériaux à haute densité de solides, et son utilisation avec les résidus et les RPC a été adoptée par plusieurs auteurs (Barnes, H. A. & Nguyen, 2001; Dikonda et al., 2021a, 2021b; Dzuy & Boger, 1985; Kwak et al., 2005; Ouattara et al., 2017, 2018; Panchal et al., 2018; Roshani & Fall, 2020; Wu, D et al., 2013).



Figure 3.32 Rhéomètre AR2000 (TA Instrument) de l'URSTM, UQAT.

Le mode écoulement se réfère à un cisaillement du matériau au sein de la géométrie sélectionnée, en définissant une contrainte de cisaillement ou un taux de cisaillement à appliquer. Selon le Rhéomètre AR2000, quatre types de procédures en mode écoulement peuvent être programmés, à savoir le « Continuous ramp flow », le « Steady step flow », le « Peak hold step flow » et le « Stepped step » (voir Ouattara, 2011). Dans cette étude, on a choisi cette procédure d'écoulement « Continuous ramp flow » du fait de son utilisation auparavant par d'autres chercheurs (Ouattara, 2011).

Dans la procédure de « Continuous ramp flow » (figure 3.33), le fluide est cisailé en augmentant d'une manière linéaire soit le taux ou la contrainte de cisaillement. Dans le cas de notre étude, des essais à taux de cisaillement contrôlés ont été réalisés. Les périodes d'enregistrement des mesures, représentées par les « x » rouges sur la figure 3.33, dépendent du nombre de points souhaités et du temps maximal du cisaillement du matériau.

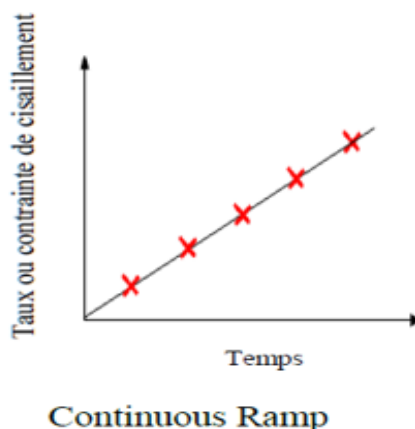


Figure 3.33 Procédure du mode écoulement utilisé (Ouattara, 2011).

Les essais rhéologiques ont été faits en suivant un protocole comportant différentes étapes incluant la mise en marche du rhéomètre, le calibrage de l'appareil, la programmation de la procédure d'écoulement, l'introduction de la quantité requise de RPC (28,72 ml) dans le rhéomètre en se basant sur la force normale correspondant à ce volume, lorsque placé dans le cylindre statique du rhéomètre (ayant un diamètre de 15 cm), l'introduction du « vane » dans l'échantillon et la réalisation de l'essai.

Les analyses rhéologiques ont été réalisées en triplicata pour chaque recette de mélange de RPC frais. Le calibrage de l'appareil est effectué au début de chaque série d'essais rhéologiques pour assurer la précision et la reproductibilité des mesures.

3.3.4.2. Analyse des résultats

Les résultats obtenus se présentent sous forme de rhéogrammes (voir ANNEXES C et D) ou courbes d'écoulement et de courbes de viscosité dynamique tels que décrits à la section 2.4.3.

L'analyse des courbes a été effectuée avec le logiciel du rhéomètre « Data Analysis » en utilisant plusieurs modèles rhéologiques et mathématiques sur les courbes d'écoulement brutes. Les rhéogrammes et les courbes de viscosité sont ajustés avec les modèles rhéologiques décrits à la section 2.4.3 dans le but de déterminer les propriétés rhéologiques définies dans ces modèles. De plus, la différence entre l'intégrale de la courbe ascendante et descendante a été déterminée à l'aide du logiciel d'analyse afin d'en déduire l'hystérésis entre les deux états du matériau cisailé.

La qualité des ajustements entre les courbes mesurées et calculées a été évaluée en termes d'erreur standard SE (voir équation 3.11) qui est obtenue par le logiciel selon la méthode des moindres carrés.

$$SE(\%) = \left[\frac{\left(\frac{\sum (x_m - x_c)^2}{(N-2)} \right)^{0,5}}{Range} \times 1000 \right] \quad (3.11)$$

Dans cette équation, x_m est la valeur expérimentale, x_c est la valeur calculée par le modèle rhéologique, N correspond au nombre total de données mesurées et Range est la différence entre les valeurs maximales et minimales mesurées. L'erreur standard est considérée comme acceptable lorsqu'elle est inférieure à 20% selon le manuel de l'instrument TA.

L'erreur standard présente le degré d'ajustement du modèle mathématique aux données expérimentales. Plus les données de mesures s'éloignent du modèle rhéologique, plus cette erreur sera importante. Il est donc nécessaire d'ajuster les courbes d'écoulement et de viscosité expérimentales à différents modèles rhéologiques afin de trouver ceux qui correspondent le mieux à ces courbes en donnant des valeurs SE les plus basses. Selon nos différents essais, les valeurs moyennes de SE pour le modèle Herschel-Bulkley sont de 15,1 % et 22,8 % avec des écarts types de 3,7 % et 6,0 % respectivement pour les mélanges de RPC à base de résidus RW et RL. Il est à noter que les mélanges à base de résidus RW avec 73,3% solide et 25% de muscovite donnaient les valeurs de SE les plus élevées comparé aux autres mélanges. Les valeurs de SE du modèle polynomial étaient de 7,9 % et 9,4 % avec des écarts types de 2,2 % et 2,7 % respectivement pour les RPC à base de résidus miniers RW et RL. Concernant le modèle de Cross, les valeurs de SE sont en moyenne de 8,0 % et 10,0 % avec des écarts-types de 2,3 % et 2,1 % respectivement pour les RPC à base de résidus RW et RL.

Étant donné que les essais rhéologiques ont été faits en triplicata, les résultats présentés plus bas correspondent à la moyenne des essais. Autour de ces valeurs moyennes, on a établi des barres d'erreurs représentant l'écart type de chaque variable étudiée (seuil de cisaillement, indice d'écoulement, viscosité à l'infini). Plus les barres d'erreurs sont courtes, moins les valeurs sont dispersées et tendent à être proches de la valeur moyenne.

Lors de l'analyse des courbes d'écoulement, il a été constaté que les seuils de cisaillement déterminé à l'aide du modèle Herschel-Bulkley pouvaient être sous-estimés en raison de données à de faibles taux de cisaillement, ce qui affectait les valeurs des autres paramètres du modèle. Même pour les fluides de Bingham, le modèle de Herschel-Bulkley peut sous-estimer le seuil de cisaillement (Ouattara, 2017). Un modèle mathématique polynomial donnant des valeurs du seuil de cisaillement à l'image du modèle de Bingham a alors été utilisé. Les figures 3.34a et 3.34b comparent respectivement les seuils de cisaillement obtenus du modèle Herschel-Bulkley et du modèle polynomial pour des RPC à base de résidus RW et RL.

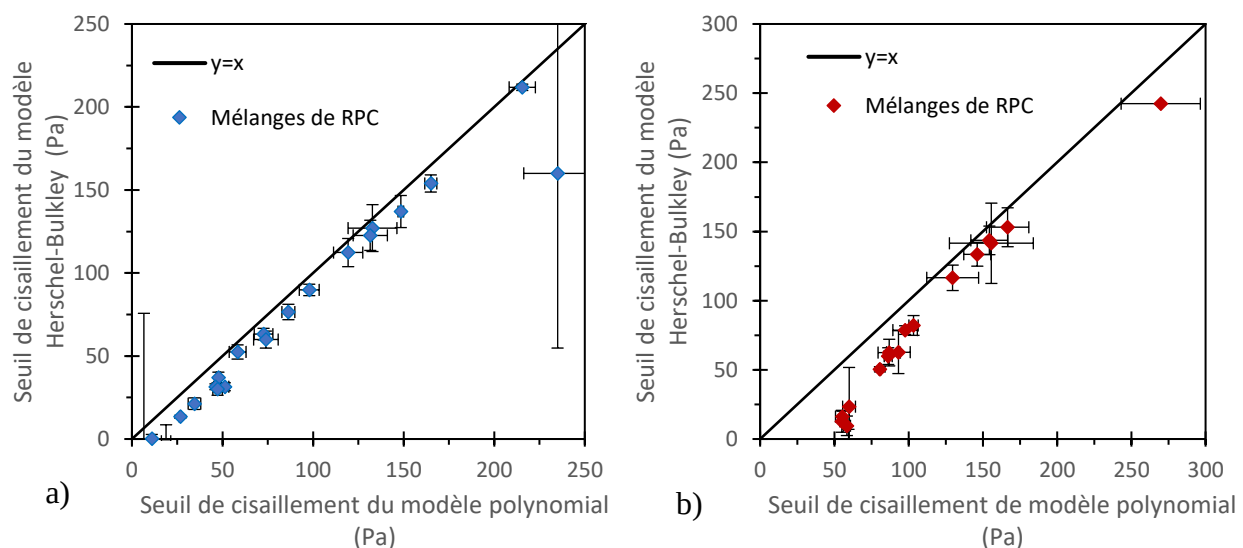


Figure 3.34 Comparaison entre les seuils de cisaillement du modèle Herschel-Bulkley et du modèle polynomial : a) RPC à base de résidus RW b) RPC à base de résidus RL.

On constate une plus grande sous-estimation des valeurs pour les RPC à base de résidus RL en comparaison avec celles à base de résidus RW. La différence entre les seuils de cisaillement des deux modèles avant correction était en moyenne de 21,5 Pa et de 28,9 Pa, avec un écart type de

35,2 Pa et 15,1 Pa respectivement pour les RPC à base de résidus RW et RL.

Un ajustement des rhéogrammes a été effectué en imposant les valeurs du seuil de cisaillement obtenues par le modèle polynomial pour le taux de cisaillement $\dot{\gamma} = 0$. Même avec cette correction des rhéogrammes, le modèle de Herschel-Bulkley donne des seuils de cisaillement légèrement inférieurs aux valeurs imposées à $\dot{\gamma} = 0$, mais les différences entre les seuils de cisaillement du modèle Herschel-Bulkley et du modèle polynomial se retrouvent réduites (voir figure 3.35). En moyenne cette différence est de 4,41 Pa et 6,35 Pa avec un écart type de 2,72 Pa et 5,45 Pa respectivement pour les mélanges de RPC à base de résidus RW et RL.

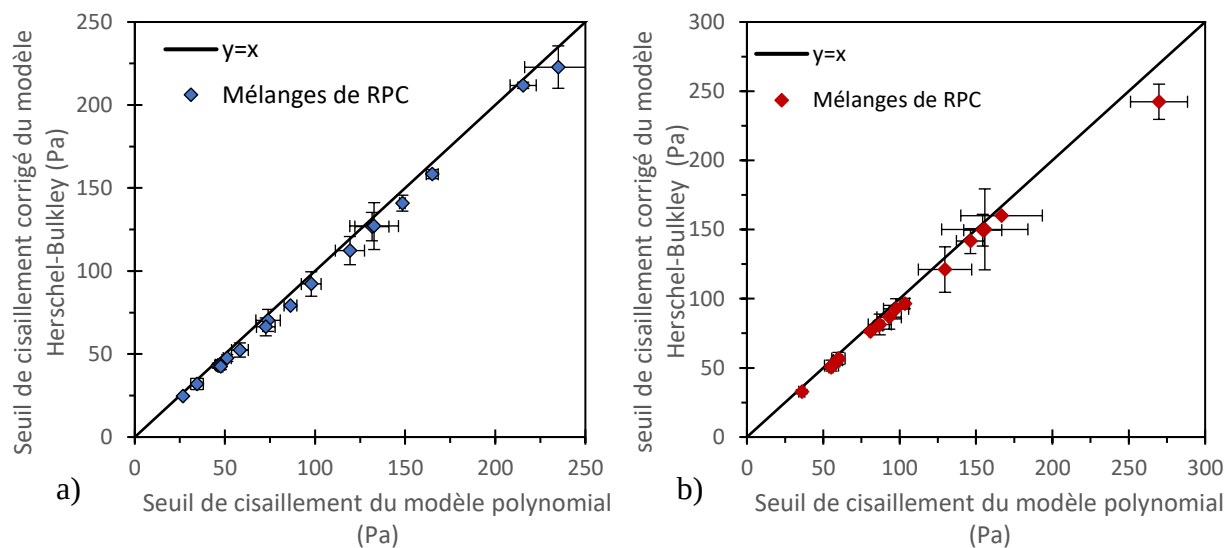


Figure 3.35 Comparaison entre les seuils de cisaillement du modèle Herschel-Bulkley corrigés et du modèle polynomial : a) RPC à base de résidus RW b) RPC à base de résidus RL.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : CONSISTENCY AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CEMENTED PASTE BACKFILLS PREPARED WITH TAILINGS WITH VARYING FREE MUSCOVITE CONTENT

Hadj Ghani Menasria, Mamert Mbonimpa, Tikou Belem and Abdelkabir Maqsoud

Submitted to Mining (MDPI) on 25th July 25, 2024

Résumé

La présence de muscovite libre dans les résidus miniers peut impacter négativement la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques des remblais en pâte cimentés, comme observé dans d'autres matériaux cimentaires. Cette étude vise à évaluer l'impact de la teneur en muscovite des résidus sur la consistance et la rhéologie des pâtes des remblais en pâte cimentés. Des mélanges de remblais en pâte cimentés ont été préparés à partir de deux types de résidus avec des pourcentages solides compris entre 70 % et 74 %. L'étude de l'influence de la muscovite s'est appuyée sur l'incorporation de résidus contenant 14 % à 25 % de muscovite pure, avec l'ajout de 5 % de liant binaire de type GU/Slag. Des tests d'affaissement au cône d'Abrams et des analyses rhéologiques ont été réalisés pour chaque mélange. Les résultats indiquent une réduction de la hauteur d'affaissement ainsi qu'une augmentation du seuil de cisaillement et de l'indice d'écoulement de Herschel-Bulkley et de la viscosité au taux de cisaillement infini de Cross, avec l'augmentation de la teneur en muscovite pour un pourcentage solide donné. Par conséquent, une augmentation de la quantité d'eau doit être envisagée pour maintenir la fluidité requise du remblai en pâte cimenté, ce qui augmente le rapport eau-liant et peut affecter la résistance mécanique. Une méthode est présentée pour déterminer la quantité de ciment à incorporer dans le remblai en pâte cimenté afin de maintenir un rapport eau-liant de la recette de remblai en pâte cimenté initiale.

Keywords: remblai en pâte cimenté, muscovite, affaissement, propriétés rhéologiques

Abstract

The presence of free muscovite in tailings can negatively affect the mechanical strength and rheological properties of cement paste backfill, as has been observed for several cementitious

materials. The aim of this study is to evaluate the influence of free muscovite content in tailings on the consistency and rheology of cement paste backfill. For this purpose, cement paste backfill mixtures were prepared from two different tailings. The mixtures were prepared at solid contents between 70% and 74% and adding 5 % GU/slag binder. In addition, the influence of muscovite was studied by varying the muscovite content of the tailings from about 14 % to 25 %. Abrams cone slump tests and rheological analyses were carried out for each recipe. The results show a decrease in slump height and an increase in yield stress, Herschel-Bulkley flow index, and infinite shear rate Cross viscosity with increasing muscovite content for a given solid content. Therefore, water should be added to maintain the required flowability of cement paste backfill, which increases the water/binder ratio and may affect the mechanical strength. A method is presented for determining the amount of binder to be incorporated to maintain the water/binder ratio of the original cement paste backfill recipe.

Keywords: cemented paste backfill, muscovite, slump, rheological properties

4.1 Introduction

Throughout its history, the mining sector has been a pivotal contributor to Quebec's economic, political, and social advancement. Quebec is home to a diverse range of mining resources, with the majority concentrated in the Abitibi-Témiscamingue, Côte-Nord, and Nord-du-Québec regions (ISQ, 2018). The exploitation of precious and base metals, which is becoming increasingly scarce and costly, is strongly influenced by the global demand for these materials. However, mining also generates a substantial amount of mine waste, including waste rock and concentrator waste commonly known as mine tailings. These solid wastes are primarily stored on the surface of tailing storage facilities surrounded by dikes, if necessary, and in waste rock piles. The mineral composition of the processed ore may result in the presence of metallic sulphides within these wastes. In the presence of water and oxygen in the air, these sulphides can generate acid mine drainage (AMD). While the mining industry has positive economic spinoffs, inadequate management of AMD can have disastrous repercussions on the environment.

Mine tailings are typically stored in the form of slurry, with a solid content by mass (C_w) between 25% and 45% (Bussiere, 2007). However, this type of storage presents risks of hydro-geotechnical instability that could lead to the failure of the retaining dykes. To remedy this instability problem, which is primarily caused by water, some mining companies are increasingly adopting densified tailings storage in the form of thickened (Robinsky et al., 1991), paste (Newman et al., 2001) or filtered (Melis, 1983) tailings. It is also possible to solidify and stabilize compacted tailings deposited on the surface using binders. Solidified/stabilised compacted tailings have the advantage of reducing AMD formation, providing some mechanical strength and improving hydrogeological properties in terms of permeability, cracking and water retention capacity (Deschamps et al., 2009).

Cement paste backfill (CPB) for underground mines is another method of tailings management that can reduce the volume of tailings stored at surface by up to 50% (Paynter & Dodd, 1997). CPB is prepared from filtered tailings, binder and mixing water. The purpose of underground backfilling is to provide structural stability to maintain the rock masses around the mined areas (voids), thereby increasing the safety of personnel, equipment and infrastructure against various incidents that could compromise ground stability. Mine backfilling also allows the recovery of economically viable ore pillars that acted as supports (Belem & Benzaazoua, 2008; Belem et al., 2000; Benzaazoua et al., 2002; Hassani & Archibald, 1998; Mitchell, 1989a, 1989b).

While backfilling can reduce the financial burden of environmental taxes associated with the storage of tailings on the surface of tailings impoundments, it is important to note that the use of binders can lead to an increase in operational costs. The binder represents the costliest component of the mine backfill operation. Indeed, Belem et al. (2003) indicated that the costs associated with cemented mine backfill typically represent 20% of the total cost of mining operations, with binder costs representing 75 % of backfilling costs in Canada. As indicated by Wang et al. (2021), the costs associated with cemented mine backfill typically account for between 25 % and 40 % of the total costs incurred in mining operations in China. Furthermore, the costs of cementitious agents account for approximately 70 % to 80% of the overall costs associated with backfilling. Consequently, mining companies are persisting in their endeavours to develop and investigate alternative binders that are more cost-effective, while nevertheless fulfilling the specifications of backfill designs with regard to rheology and mechanical strength (Peyronnard & Benzaazoua,

2012). Although the property sought for CPB is its mechanical strength, generally expressed in terms of the unconfined compressive strength, the rheology of these materials is also important. CPB is typically transported from the preparation plant to the excavated sites for filling via pipelines and boreholes. The transportation of CPB (as with many other paste- like materials) is dependent on its consistency and rheological properties, which permit its conveyance by gravity or by a combination of pumping and gravity (Thomas, 1979). It is of the utmost importance to prevent plugging phenomena on CPB distribution lines, which account for 35% of all issues inherent to cemented paste backfill technology and 65% of issues specific to transport (De Souza et al., 2003). Therefore, an appropriate design of the distribution line is required. Loop flow tests remain the optimal tool for this design (Clark et al., 1995; Kalonji et al., 2023; Qi et al., 2020). Nevertheless, it is not feasible to conduct such costly tests on a regular basis to accommodate the fluctuations in the physical, chemical, and mineralogical properties of CPB. The design for estimating head losses and pumping pressures based on the rheological properties of CPBs and numerical modelling (Kalonji et al., 2023; Qi et al., 2020) represents an alternative, less costly solution for loop flow testing.

As previously stated, the composition of the CPB is a mixture of filtered tailings, binder, and water (Benzaazoua et al., 2002; Landriault, 1995). The selection of the binder type to be added to the mixture, expressed as a percentage B_w (the mass of the binder in relation to the dry mass of the solids in the CPB), is of paramount importance in order to achieve the desired mechanical strength. The percentage of binder (B_w) is typically within the range of 3% to 10% (Benzaazoua et al., 2003; Brackebusch, 1995; Tariq & Yanful, 2013). Similarly, the type of mixing water (fresh water, lake water or recycled process water) and its quantity are determining factors in obtaining a specific consistency, which is typically expressed in terms of cone slump, with a typical range of 6 - 10 in (15,2 - 25.4 cm) (Belem & Benzaazoua, 2008; Belem et al., 2003; Landriault, 2006).

While these parameters are relatively controllable in the CPB preparation process, this is not the case for mine tailings, whose physical, chemical, and mineralogical characteristics can vary over time during mine backfill operations. The physical characteristics may include variations in grain size distribution, depending on the liberation mesh, relative density of solid grains or specific gravity, and specific surface. This study focuses on the mineralogical variability of the tailings,

with a particular emphasis on the phyllosilicate content, particularly the muscovite (sericite), which belongs to the mica group. The presence of muscovite is a common occurrence in the mining districts of Quebec (Amri et al., 2023; Benzaazoua et al., 2008; Ethier et al., 2018; Ouffa, 2019).

It is well established in the field of concrete and mortar that free phyllosilicates, particularly those belonging to the mica group, can have a detrimental impact on the water absorption, consistency and strength of cementitious materials (Danielsen & Rueslåtten, 1984; Khoshkbijari et al., 2020; Mshali & Visser, 2012; Xue et al., 2022). It is widely acknowledged that the presence of phyllosilicates, such as muscovite, can exert considerable influence on the rheological properties of cementitious materials. In the case of fresh cement pastes containing a polycarboxylate superplasticizer for example, the presence of free muscovite has been demonstrated to significantly impairs the dispersing capacity of the superplasticizer, leading to a loss of fluidity and an increase in the paste shear threshold (yield stress) and plastic viscosity (Chi et al., 2024). In general, muscovite minerals and phyllosilicates are distinguished by their distinctive crystallochemical configuration. These minerals exhibit a planar morphology, characterised by crystals arranged in layers (Radoslovich, 1960) compared to other silicate families that do not exhibit this habitus and tend to form grains whose shape is dependent on the crystallisation system (Liebau, 2012). This typical form exhibits a distinctive electrostatic anisotropy of muscovite suspensions, a property commonly observed in numerous other phyllosilicates. In contrast, other mineral families display isotropic behaviour (Carty, 2001; Van Olphen, 1977). This electrostatic anisotropy affects the nature of interactions between muscovite particles. As posited by Luckham et Rossi (1999) and Rand et Melton (1977), there are three principal modes of particle association that can occur for planar minerals, contingent on pH: face-to-face, edge-to-face, and edge-to-edge. The rheological properties of the material are influenced by these interparticle interactions, as well as by the water that is absorbed and/or adsorbed by the sheets (Burdukova et al., 2008; Burdukova et al., 2007; Leroy & Revil, 2009; Ndlovu et al., 2011a; Ndlovu et al., 2011b).

To date, there is a paucity of research investigating the impact of the mineralogy of mine tailings on the consistency, rheological properties and mechanical strength of CPBs. It is therefore conceivable that the presence of free phyllosilicates in tailings, particularly free muscovite, could negatively impact the rheological properties and mechanical strength of CPBs. This negative

impact on rheological properties may result in a high demand for pumping energy to avoid pipeline blockage. Given the potential for muscovite content in tailings to vary over time, it is recommended that the application of a CPB recipe defined by a standard cone slump determined in flow loop testing should be accompanied by constant monitoring of the slump and mineralogy. This allows the implementation of corrective measures which are necessary. Furthermore, knowledge of the rheological properties can provide additional information that may facilitate a more comprehensive understanding of the impact of this mineralogical variation.

The objective of this study was to ascertain the influence of the free muscovite content (X), tailings ($X = \text{mass of dry muscovite} / \text{mass of dry tailings}$), on the consistency and rheological properties of CPB mixtures. To this end, consistency tests and rheological analyses were conducted on CPB mixtures prepared using the above-mentioned tailings, to which pure muscovite was added to produce CPB mixtures with varying muscovite contents. To ascertain the impact of muscovite content alone, it is essential that the muscovite to be added to tailings possesses a particle size distribution identical to that of the tailings. This study provides operational guidelines to help underground mine backfill operators consider the variability of muscovite in tailings. It should be mentioned that the influence of the muscovite content on the mechanical strength of CPB was addressed in a companion study.

4.2 Material characterization and methodology

The materials employed in this study comprised mine tailings sampled from two distinct Abitibi mines, designated RL and RW. Approximately 200 kg of each type of tailings were received in a filtered state. The muscovite used to amend the tailings was obtained from muscovite veins within a pegmatite dyke of a poorly mineralised lithium and niobium/tantalum occurrence at the Aldous site in Preissac. This was performed with the permission from the owner of the mining claim. The geographic coordinates of the sampling site, as collected on site, were 48°22'33.3"N 78°14'31.8"W. This raw muscovite was meticulously prepared with the objective of obtaining a material with the purest possible mineralogical composition and a particle size curve as close as possible to that of the tailings. The preparation of this raw muscovite commenced with a series of steps, including

washing, sorting, drying, the separation of minerals and the pulverisation of the separated pure sheets (see figure 4.1). Further details on the pulverisation process are provided below.



Figure 4.1 Muscovite preparation steps.

4.2.1 Physical characterisation of mine tailings and muscovite

Following homogenisation, the materials were subjected to physical characterisation, including determination of the gravimetric water content (w), the relative density of solid grains or specific gravity (G_s) and the specific surface area (S_s).

The water content (w) was determined by subjecting the sample to a drying process. Subsequently, this value is employed to calculate the solid content (C_w) of the tailings with the following equation 4.1 (in general C_w = mass of solids/wet mass of the material):

$$C_w = \frac{1}{1 + w} \quad (4.1)$$

The homogenised RL and RW tailings exhibited a water contents w of 17.6 % and 22.3 % and solid contents C_w of 85% and 81.8 %, respectively. The pulverised muscovite was dry (w = 0 % and C_w = 100 %).

The particle size distribution curves of the materials were determined using a Malvern Panalytical Mastersizer 3000 laser particle sizer. Figure 4.2 illustrates the particle size distributions of the two tailings, demonstrating that the RW tailings exhibit slightly coarser particle sizes than the RL tailings. The maximum grain size of both tailings was approximately 300 μm .

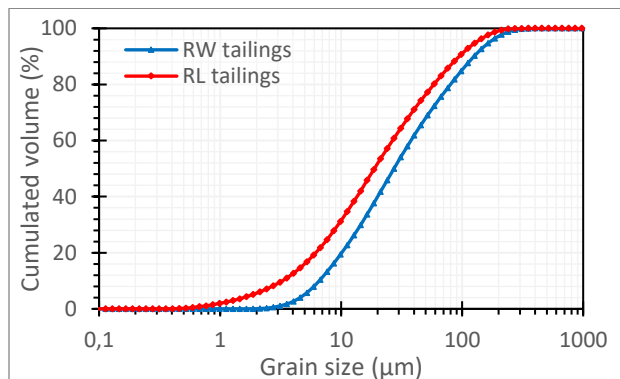


Figure 4.2 Grain size distribution curves of used tailings.

Table 4.1 illustrates the particle size characteristics of the mine tailings utilized in this study. Diameters D_p correspond to $p\%$ passing on the cumulative grain-size distribution curve. The coefficients of uniformity (C_U) are 8 and 6 (indicating well-graded materials as $C_U > 5$) and the coefficient of curvature (C_C) are 1.03 and 0.84 for the RL and RW tailings, respectively. The proportions of particles smaller than 20 μm ($P_{20\mu\text{m}}$) and 80 μm ($P_{80\mu\text{m}}$) are 52 % and 40 % for RL, and 87 % and 80 % for RW, respectively.

The pulverisation process of the muscovite was conducted using a Fritsch Planetary Ball Mill Pulverisette 5 (Fritsch, Quebec, Canada). In the first stage, the pulverization aimed to reduce the dimensions of the muscovite from centimeter-sized sheets to millimeter and micrometer sized powders. The resulting material was then subjected to a 300 μm sieving process, which corresponded to the maximum size of the RL and RW tailings. The fraction of particles smaller than 300 μm in diameter was then subjected to a series of additional pulverisation steps with varying duration of pulverisation duration and grinding speeds. This procedure enabled us to find the ideal muscovite pulverisation time and speed to obtain a particle size distribution curve of the muscovite close to that of each of the two tailings under consideration. One of the conditions for achieving this particle size distribution concordance was to ensure that the $P_{20\mu\text{m}}$ values for the tailings and muscovite were closely aligned, given the influence of $P_{20\mu\text{m}}$ on the rheological properties of CPB (Landriault et al., 1996). The particle size curves for muscovite pulverised at 300 rpm for 7 minutes (referred to as M7L) and for 4 minutes (referred to as M4W) were as similar as possible to those for the RW and RL tailings, respectively.

Figure 4.3 presents a comparison of the particle size distributions of the RL and RW tailings with those of the respective muscovite powders, M7L and M4W. The particle size characteristics of M7L and M4W are presented in Table 4.1. The particle size distribution curves of the muscovite powders are similar to those of their respective tailings, although there is a tendency for the former to exhibit finer fractions from D_{50} onwards. Furthermore, the two powders M4W and M7L are well-graded with C_U of 16 and 14 and have C_c of 1.0 and 0.9, respectively. The $P_{20\mu m}$ values are found to be similar. The percentage of particles in the size range of $52\ \mu m$ is 52 % for muscovite M7L, 41% for muscovite M4W, and 52 % for RL tailings. Of course, M7L is finer than M7W, because RL is finer than RW.

The mass of dry muscovite ΔM_{mu} to be added to an initial mass of dry mine tailings (M_{t-s}) to achieve the target total muscovite content X_f in the tailings-muscovite mixture can be calculated using equation (4.2).

$$\Delta M_{mu} = \frac{(X_f - X_i)}{1 - X_f} M_{t-s} = \frac{(X_f - X_i) C_{w-t}}{1 - X_f} M_{t-w} \quad (4.2)$$

In this equation, X_i refers to the initial muscovite percentage in the tailings (with $X_i < X_f$), C_{w-t} denotes the initial solid content of the tailings and M_{t-w} denotes the initial mass of the wet tailings.

Based on equation (4.2), the ratio of muscovite incorporated into the tailings (α) to the mass of dry tailings (M_{t-s}) is defined by Equation (4.3) (a ratio can also be calculated based on the mass of wet tailings M_{t-w}).

$$\alpha = \frac{\Delta M_{mu}}{M_{t-s}} = \frac{(X_f - X_i)}{1 - X_f} \quad (4.3)$$

Figure 4.3 also illustrates the particle size distribution curves of the mixtures between the tailings RL and RW and muscovite powders M7L and M4W with $\alpha=13\%$. The rationale behind selecting $\alpha=13\%$ is elucidated below. The curves were derived theoretically based on the grain size distribution curves of tailings and muscovite powders using equation (4.4). It can be observed that the particle size distribution curves of the tailings-muscovite mixtures exhibit minimal variation when 13 % muscovite is added to the dry tailings, in comparison to the curves of the tailings

themselves. Consequently, the impact of the particle size of the tailings for $\alpha = 13\%$ on the consistency and rheological properties of CPB can be insignificant.

$$P_{mix-d} = P_{R-d}(1 - \alpha) + P_{M-d} \times \alpha \quad (4.4)$$

In this context, the symbols P_{mix-d} , P_{R-d} and P_{M-d} represent the particle fractions of the muscovite-amended tailings mixture, the tailings and the muscovite finer than diameter d , respectively.

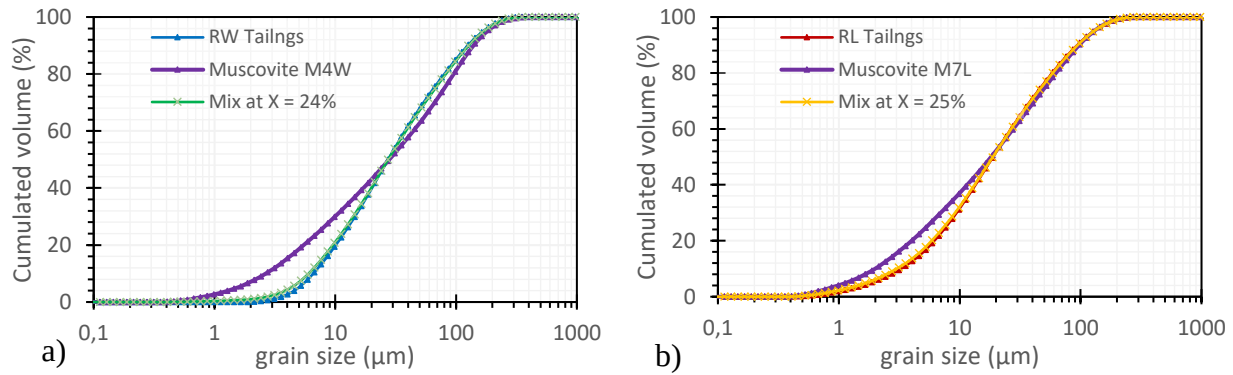


Figure 4.3 Particle size distribution of tailings, muscovite and mixtures of tailings with 13% muscovite: a) RW tailings and b) RL tailings.

Table 4.1 Grain size distribution characteristics of materials.

Grain-size parameters	Tailings RL	Tailings RW	Muscovite M7L	Muscovite M4W
D ₉₀ (μm)	94,4	125	97,5	130
D ₆₀ (μm)	26,6	37,8	27,7	45,3
D ₅₀ (μm)	18,9	27,4	18,2	30,1
D ₃₀ (μm)	9,4	14,5	7,0	11,3
D ₁₀ (μm)	3,3	6,9	2,0	2,8
C _U (-)	8,2	5,7	13,9	16,4
C _C (-)	1,0	0,8	0,9	1,0
P _{20μm} (%)	51,7	39,8	52,3	40,9
P _{80μm} (%)	87	80	85	75

The relative density of the solid grains (G_s) was determined by using ULTRAPYC 1200e helium pycnometer. Furthermore, the specific surface area (S_s) was determined using a Gemini 2375 specific surface analyser from Micromeritics (Georgia, USA), in accordance with the Brunauer, Emmett and Teller (BET) method (Brunauer et al., 1938). Results indicate G_s values of 2.85, 2.85, 3.01 and 2.79 and tS_s values of 22.64, 17.77, 2.80 and 1.99 m^2/g for the M7L, M4W, RL and RW materials, respectively. If we consider that the G_s of muscovite is reported to be between 2.76 and 3.00 (Jahns and Lancaster, 1950), the value G_s obtained for the muscovite powders M7L and M4W (2.85) falls within this range. The discrepancies in the specific surface areas of powders M7L and M4W can be attributed to the differences in their particle size distribution curves (M7L is finer than M4W).

4.2.2 Mineralogical characterisation of tailings and muscovite

Following homogenisation, the four materials were subjected to mineralogical characterisation using a Bruker D8 Advance X-ray diffractometer. Data were determined using the quantitative Rietveld method (relative precision of 0.5%) with TOPAS software (Young, 1995). The results obtained are presented in Table 4.2. Thus, the results confirmed the complete purity of the muscovite. The tailings RL and RW contain two phyllosilicates: muscovite at 15 % and 14 %, and clinocllore at 6.2 % and 5 %, respectively. The RL tailings contain a markedly higher concentration of pyrite, at 12.6 %, in comparison to the RW tailings, which contain only 2.6% pyrite. Quartz, a tectosilicate, is present in proportions of 51.5 % and 45.8 % in the RL and RW tailings, respectively. The presence of albite is limited to the RW tailings, with a concentration of 19%. Augite, a mineral that is found in ultramafic rocks, is present in proportions of 10.4 % and 10 % in the RL and RW tailings, respectively.

The objective of this study was to examine the impact of muscovite content on the consistency and rheological properties of CPBs. To this end, muscovite was incorporated into the tailings (with an initial muscovite content X_i) in muscovite content increments of 2%, with a maximum variation in muscovite content of 10%. Accordingly, the objective was to attain six desired muscovite contents X_f of 14, 16, 18, 20, 22 and 24 % for the RW tailings and 15, 17, 19, 21, 23 and 25 % for the RL

tailings, regarding each solid content of CPB. The maximum muscovite content (approximately 25%) is representative of tailings from certain mines in Abitibi and Northern Quebec, where muscovite content fluctuates between approximately 0 % and 27 % (Ouffa et al., 2019; Amri et al., 2023; Benzaazoua et al., 2008; Ethier et al., 2018). By varying the muscovite content from $X_i = 15\%$ to $X_f = 25\%$ for the RL tailings and from $X_i = 14\%$ to $X_f = 24\%$ for the RW tailings, the mass of dry muscovite corresponding to $\alpha=13.3\%$ and $\alpha=13.1\%$ must be added to the RL and RW dry tailings, respectively. This explains the value of 13% that was previously employed in section 4.2.1.

Table 4.2 Mineralogical composition (in wt%) of the materials used.

Minerals	M7L M4W	RL	RW	RL + M7L ($\alpha=13\%$)	RW + M4W ($\alpha\approx13\%$)
Quartz	0	51,5	45,8	45,5	40,1
Muscovite*	100	15,1	14,3	25,1	24,3
Pyrite	0	12,6	2,6	11,1	2,3
Clinocllore *	0	6,2	5	5,5	4,4
Gypsum	0	1,9	1	1,7	0,9
Albite	0	0	19	0,0	16,6
Ankerite	0	1	0	0,9	0,0
Augite	0	10,4	10	9,2	8,8
Calcite	0	1,3	2,2	1,1	1,9
*Phyllosilicates	100	21,3	19,3	31,3	29,3

Given the fine-grained nature of the tailings, it can be assumed that the muscovite present (before adding pure muscovite) is exclusively free muscovite. The incorporation of free muscovite M7L and M4W, respectively, into the RL and RW tailings alters the proportions of the other minerals present in the tailings. The revised proportions for each mineral were estimated using equation 4.5.

$$P_{\text{mineral-f}} = \frac{P_{\text{mineral-i}}(1 - X_f)}{1 + X_i} \quad (4.5)$$

In this equation, $P_{\text{mineral-f}}$ (%) represents the final proportion of mineral i in the tailings-muscovite mixture. $P_{\text{mineral-i}}$ (%) refers to the initial proportion of mineral i in the tailings. The variables X_i

and X_f are defined in equation 4.2. The calculation of the new proportions of minerals in the tailings-muscovite mixtures allows for an evaluation of the extent to which the addition of muscovite affects the reduction in the proportions of other minerals present in the tailings, and whether this impact can be considered negligible or substantial. Table 4.2 illustrates the mineralogical composition of the tailings to which the maximum amount of muscovite ($\alpha = 13\%$) was added. As illustrated in equation 4.3, the greater the initial proportion of mineral i in the tailings ($P_{\text{mineral-i}}$), the more pronounced the impact of adding 13 % muscovite on $P_{\text{mineral-f}}$ (this is the case for quartz). Several minerals present in the residues showed slight decreases. The percentage of the other phyllosilicate (clinochlore) present in the RL and RW tailings decreased from 6.2% to 5.5% and from 5.0% to 4.4%. In the context of this study, it is assumed that variations in the mineralogical composition of the tailings, except for muscovite, do not influence the results of the consistency and rheology measurements planned in this study. Thus, the impact of muscovite addition will be the main variable, allowing us to justify the difference in results due to the variability of muscovite content (for a given solid content).

4.2.3 Mixtures preparation

The preparation of the CPB mixtures was initiated with the theoretical calculation of the masses of all the ingredients, with the objective of preparing the CPB recipes with targeted solid contents C_w . As previously stated, the muscovite content in the CPB mixtures was altered by 2 % increments from the initial value, reaching a maximum of 10 %. Equation 4.2 is employed to ascertain the requisite mass of dry muscovite to be incorporated into the dry tailings. The CPB were prepared with a binder ratio B_w of 5 % (based on the mass of tailings plus dry muscovite). The binary GU/slag binder was employed. The quantity of binder required for the mixture can be determined using equation (4.6):

$$M_b = (M_{s-t} + \Delta M_{mu})B_w = (1 + \alpha)B_w M_{t-s} = (1 + \alpha)B_w C_{w-t} M_{t-w} \quad (4.6)$$

where B_w is the binder ratio and C_{w-t} is the initial solid content of the tailings.

Finally, the quantity of water to be added to the mixture (ΔM_w) to achieve the desired CPB solid content C_w , can be obtained using the following equation:

$$\Delta M_w = \frac{\{(C_{w-t} - C_w) + C_{w-t}(1 - C_w)[\alpha + (1 + \alpha)B_w]\}}{C_w} M_{t-w} \quad (4.7)$$

Once the masses of wet tailings, dry muscovite, water and binder for a given CPB recipe were known, these ingredients were mixed using a paste mixer (OMCAN model) following the same procedure for all CPB mixtures. The binder, muscovite powder and half of the calculated mixing water were added to the mixer and mixed for an average of 6 s to homogenise the latter and initiate hydration of the binder. Half of the tailings was then added for approximately 10 s. The mixture was then stirred at 91 rpm for 1 min. After a short pause of about 10 s during which the remainder of the tailings and water were added to the mixer, mixing continued for 3 min. Mixing was then continued at 116 rpm for 30 s and then at the maximum speed of 282 rpm for 2 min, which is the maximum speed possible for the OMCAN paste mixer. It should be noted that each time the speed was changed, mixing had to be paused before moving to a higher speed, which explains the short pauses between speed changes. Approximately 5 kg of CPB was prepared for each mixture. In accordance with the methodology described above, the same mixing energy, which is a function of mixing speed, mixing time and mixing load (Dikonda et al. 2021a,b), was used for each CPB recipe preparation to ensure reproducibility of the tests. The CPB mixing energy is known to affect the consistency and rheological properties of CPB (Dikonda et al. 2021a,b).

The variation of C_w , for a given muscovite content X , aims to study its effect on the rheological behaviour of CPBs for different consistencies. For RW tailings, C_w values of 74%, 72%, 70%, 68%, 66% and 64% were targeted, corresponding to water contents w of 36%, 39%, 42%, 47%, 52% and 56%, respectively. However, only CPB with the three highest C_w values were subjected to rheological testing. For the RL tailings, C_w values of 72%, 71% and 69% were targeted, corresponding to water contents w of 37%, 41% and 45%, respectively. The choice of targeting a range of solid contents was intended to cover a wide range of Abrams cone slump heights. It also allows us to see the effect of muscovite on the rheological properties of the CPB mixtures at different solid contents, to see if the trends are repeated when C_w is varied.

For each CPB mixture, the water content w was determined by oven drying at 60°C to verify the actual C_w value. Figure 4.5 compares the measured and target (theoretical) C_w values. For the RW tailings, the mean C_w values measured for the six muscovite contents are 70.2%, 72% and 73.7%,

respectively, with standard deviations of 0.04%, 0.04% and 0.08% (see Figure 4.5a). For the RL tailings, the mean C_w values measured for the six muscovite contents are 69.1%, 70.8% and 72.6%, respectively, with standard deviations of 0.5%, 0.4% and 0.4%. The differences observed in Figure 4.5 between the measured and desired C_w values are negligible. They are not due to the presence of muscovite but to the uncertainty in the mixture proportioning and water content measurements. Indeed, the measured and target C_w values were compared for several pure muscovite suspensions with solid contents ranging from 12.5% to 72%. The difference between the measured and target values is very small (results not shown). To facilitate the presentation of the results in the figures, the target C_w values will be used in the legends.

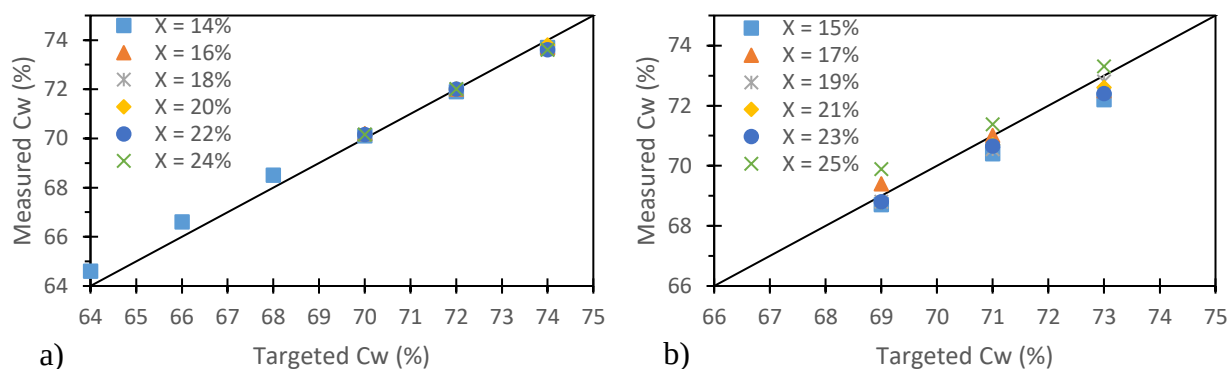


Figure 4.4 Comparison of measured and targeted solid contents for CPB mixtures containing different muscovite contents: a) RW tailings and b) RL tailings.

4.2.4 Measurement of cone slumps

Cone slump measurements were performed using a standard Abrams cone, which is a truncated cone that is 30 cm in height, 20 cm in diameter at the base and 10 cm in diameter at the top. The slump test was performed in accordance with ASTM Procedure C-143. Because of the amount of CPB required to perform this test, only one test was performed for each CPB mixture.

4.2.5 Rheological measurements and analysis

The rheological properties of the CPB were determined in triplicate using an AR2000 rheometer from TA Instrument (DE, USA). A vane geometry with a diameter of 14 mm and height of 20 mm,

equipped with four orthogonal blades, was used for the tests. During the test, the geometry was lowered into a cylinder with a diameter of 15 mm and a height of 42 cm. The lateral gap was 1 mm, and the bottom gap was 4 mm. This geometry was chosen because it is well suited for analysing the rheological properties of materials with high solid content, and its use with tailings and CPB has been reported by several authors (Barnes, H. A. & Nguyen, 2001; Dikonda et al., 2021a, 2021b; Dzuy & Boger, 1985; Kwak et al., 2005; Ouattara et al., 2017, 2018; Panchal et al., 2018; Roshani & Fall, 2020; Wu, D et al., 2013).

Prior to each series of rheological tests, the inertia of the engine system was calibrated, both with and without the geometry, including mapping and zeroing the air gap and controlling the test temperature at 20°C using a Peltier system. Before each rheological test, the density of each CPB mixture was determined. This density was used to calculate the weight corresponding to the volume of CPB required for a test, which was 28.72 ml. The rheometer displayed this weight when the CPB was placed in the static cylinder in terms of the vertical stress exerted by the backfill at the bottom of the cylinder. A continuous ramp flow mode procedure was followed, with an ascending step followed by a descending step. The ascending and descending steps were programmed by varying the shear rate $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) from 0.1 s^{-1} to 100 s^{-1} and then from 100 s^{-1} to 0.1 s^{-1} , respectively. The choice of the maximal shear rate of 100 s^{-1} was based on preliminary rheological tests on CPB with C_w about 74%. At this shear rate ascending and descending curves merged, reflecting the destructuring of the mixture by its shearing.

Each step of the flow procedure involved 20 shear stress measurement points τ (Pa) over a period of 150 s. The results of the rheological analyses are expressed in terms of flow curves or rheograms $\tau(\dot{\gamma})$ and apparent dynamic viscosity curves $\eta(\dot{\gamma})$, where $\eta = \tau/\dot{\gamma}$. Different rheological models available in the Data Analysis software provided with the rheometer were used to fit the experimental curves to determine rheological properties for practical use. Given the shape of the obtained flow curves, the Herschel-Bulkley rheological model, defined by equation (4.8), was the best model used to fit the experimental rheogram data (Herschel & Bulkley, 1926).

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (4.8)$$

where τ is the shear stress (Pa), τ_0 is the shear threshold or yield stress (Pa), k is the consistency index (Pa.sⁿ) (k is related to the viscosity of the fluid), $\dot{\gamma}$ is the shear rate (1/s), n is the flow index (-), ($n < 1$ for shear-thinning fluids, $n = 1$ for Bingham type fluids and $n > 1$ for shear-thickening fluids). For analysing the viscosity curves, the Cross rheological model shown in equation (4.9) (Cross, 1965) was used:

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (k_c \dot{\gamma})^{n_c}} \quad (4.9)$$

where η is the dynamic viscosity (Pa.s), η_{∞} is the dynamic viscosity when the shear rate tends to infinity or is sufficiently high (Pa.s), η_0 is the initial dynamic viscosity (Pa.s), k_c is a constant, n_c is a flow index specific to the Cross model.

The quality of the fit between the measured and calculated curves was assessed by the standard error SE (see equation 4.10) provided by the Data Analysis software using the least squares method. The standard error represents the degree of fit of the mathematical model to the experimental data. The further the measured data deviate from the rheological model, the greater is the error. It is therefore necessary to fit the flow curves to different rheological models to determine the one that best fits and therefore has the lowest SE value.

$$SE(\%) = \left[\frac{\left(\sum \frac{(x_m - x_c)^2}{(N - 2)} \right)^{0.5}}{Range} \times 1000 \right] \quad (4.10)$$

In this equation, x_m is the experimental value, x_c is the value calculated by the rheological model, N is the total number of measured data and Range is the difference between the maximum and minimum measured values. The standard error is considered acceptable if it is less than 20% according to the TA instrument manual.

As the rheological tests were carried out in triplicate, the results presented below correspond to the lowest average of the tests. Error bars were plotted around these averages, representing the standard deviation of each variable studied (yield stress, flow index, infinite viscosity). The shorter the error bars, the less scattered the values are and the closer they tend to be to the mean.

Analysis of the flow curves showed that the yield stress given by the Herschel-Bulkley model could be underestimated due to data at low shear rates, affecting the values of the other model parameters. Even for Bingham fluids, the Herschel-Bulkley model can underestimate the yield stress (Ouattara, 2017). A polynomial mathematical model was then used to obtain the yield stress values that mirror the Bingham model. The SE values of the polynomial model were 7.9 ‰ and 9.4 ‰ with standard deviations of 2.2 ‰ and 2.7 ‰ for the RW and RL tailings-based CPB, respectively. Figures 4.5a and 4.5b compare the yield stress obtained from the Herschel-Bulkley model and the polynomial model for CPBs based on RW and RL tailings, respectively. There is a greater underestimation of the yield stress values for RL tailings-based CPBs compared to those based on RW tailings. The difference between the yield stress of the two models before correction was on average 21.5 Pa and 28.9 Pa, with a standard deviation of 35.2 Pa and 15.1 Pa for the RW and RL tailings-based CPBs, respectively.

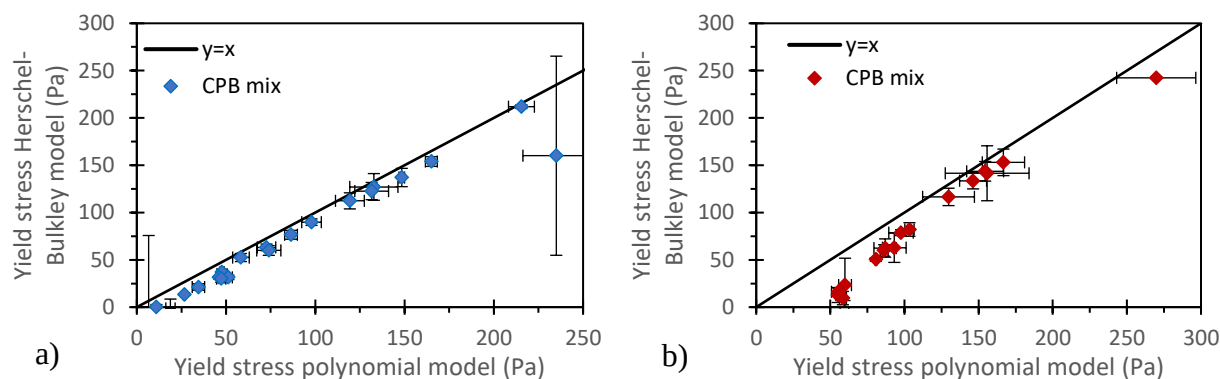


Figure 4.5 Comparison between the yield stress values of the Herschel-Bulkley and the polynomial models: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.

There was a greater underestimation of yield stress values for CPBs based on RL tailings compared to those based on RW tailings. The difference in yield stress values between the two models before correction was 21.5 Pa and 28.9 Pa on average, with standard deviations of 35.2 Pa and 15.1 Pa for the RW and RL tailings based CPB, respectively. An adjustment of the rheograms was performed by imposing the values of the yield stress obtained by the polynomial model for the shear rate $\dot{\gamma} = 0$. Even with this correction of the rheograms, the Herschel-Bulkley model gives slightly lower shear yield stresses than the values imposed at $\dot{\gamma} = 0$, but the difference between the yield stresses

of the Herschel-Bulkley model and the polynomial model is reduced (results not shown here). On average, this difference is 4.41 Pa and 6.35 Pa with a standard deviation of 2.72 Pa and 5.45 Pa for the RW and RL tailings-based CPB mixtures, respectively.

4.3 Experimental results

The CPB formulations studied were designed to understand the effects of muscovite on the consistency and rheological properties of CPB mixes at different solid contents.

4.3.1 Effect of solid and muscovite contents on the Abrams cone slump of CPB mixtures

Figure 4.6 shows the Abrams cone slump as a function of solid content C_w for the different CPB formulations with different muscovite contents X . Figure 4.6a shows the slump of CPB based on RW tailings for recipes with solid contents between 68% and 76%. Figure 4.6b shows the consistency of CPB based on RL tailings for mixtures with solid contents between 68% and 74%. These results show that there is a negative linear relationship between slump and solid content for both types of RW and RL tailings-based CPB: increasing C_w decreases the slump value, which increases the consistency of the CPB. In Figure 4.7a, mixtures containing 14% muscovite have slumps of 28.2 cm and 9.2 cm for C_w of 68% and 75.5%, respectively. Similarly, for a 24% muscovite content in the CPB, the slumps are 20.4 cm and 9.9 cm for C_w values of 70.7% and 74.4%, respectively. In the case of Figure 4.7b, the CPBs containing 15% muscovite showed slumps of 25 cm and 11 cm for C_w values of 68.5% and 74.3%, respectively. For mixtures containing 25% muscovite, the slumps are 19.8 cm and 8.8 cm for C_w values of 70% and 73.3%, respectively.

Figure 4.7 shows the Abrams cone slump as a function of muscovite content in the CPB mixtures. The effect of muscovite was studied in the case of CPBs based on RW tailings for three different solid contents: 70%, 72% and 74%. As shown in Figure 4.7a, a decrease in slump was observed with increasing free muscovite content in the mixtures for a given C_w . For example, for a C_w of 70%, the slumps at the minimum (14%) and maximum (24%) muscovite contents were 26.4 cm and 20.4 cm, respectively. Furthermore, for C_w of 74%, the slumps are 13.6 cm and 9.9 cm for muscovite contents of 14% and 24%, respectively.

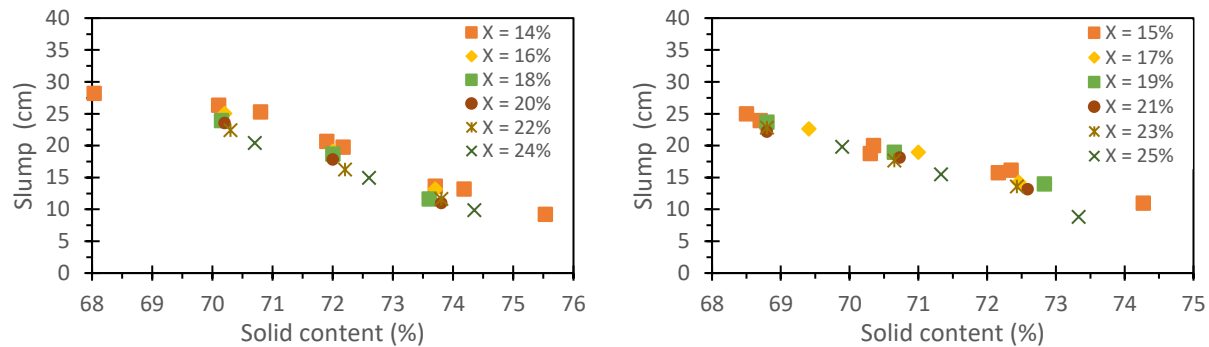


Figure 4.6 Impact of solid content on the Abrams cone slump of CPB mixtures based on: a) RW tailings and b) RL tailings.

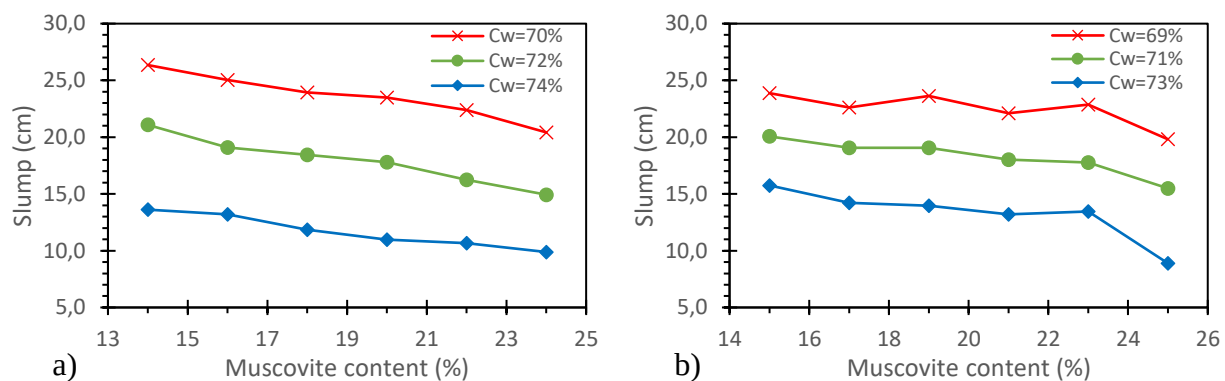


Figure 4.7 Impact of muscovite content on Abrams cone slump of CPB mixtures based on: a) RW tailings and b) RL tailings.

The influence of muscovite on CPB mixtures based on RL tailings was investigated for solid contents around 69%, 71% and 73%. The results presented in Figure 4.8b show the same trend as Figure 4.7b, with a reduction in set as a function of free muscovite in the CPB. For a solid content of around 69%, the slump is 23.9 cm and 19.8 cm for muscovite X contents of 15% and 25%, respectively. For C_w around 73%, slumps are 15.7 cm and 8.9 cm for muscovite contents X of 15% and 25%, respectively.

The mining industry practice for CPB transportation is to use a cone slump that is fixed at the design stage but can be adjusted during the backfilling operation according to variations in mineralogy, including muscovite. As the slump decreases with increasing free muscovite content in the CPB, adding water to the mixture is the solution for achieving the slump fixed initially. The impact of adding water is discussed below (section 4.4.1).

4.3.2 Effect of solid content and muscovite content on flow curves

Figures 4.8a and 4.8b show typical flow curves or rheograms resulting from rheological tests carried out using the continuous descending ramp flow method on different CPB recipes prepared at $C_w=70\%$ and 71% with RW and RL tailings, respectively. For both types of tailings, these rheograms show an increase in shear stress for a given shear rate as the muscovite content X in these mixtures increases. For example, at an arbitrary shear rate of about 40 s^{-1} , the shear stress increased from 66 Pa to 133 Pa as X increased from 14 to 24% for CPB prepared at $C_w = 70\%$ with RW tailings (Figure 4.8a) and from 130 Pa to 234 Pa as X increased from 15 to 25% for prepared CPB prepared at $C_w = 71\%$ with RL tailings (Figure 4.8b). This trend was also observed for the other solid contents.

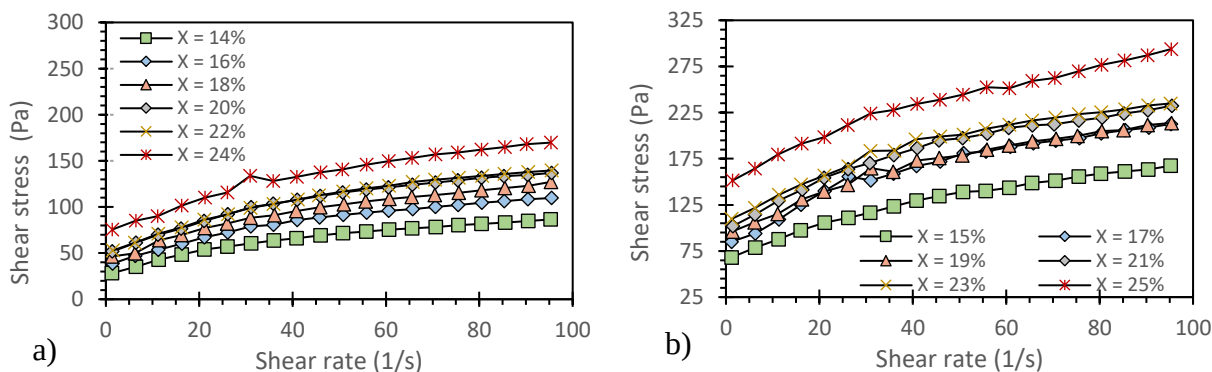


Figure 4.8 Typical rheograms of CPB mixtures containing different levels of muscovite X : a) 70 % solid content CPB based on RW tailings and b) 71 % solid content CPB based on RL tailings.

The procedure described in section 4.2.5 was used to fit these rheograms with the Herschel-Bulkley model (equation 4.8) and to determine the three model parameters: yield stress τ_0 , consistency index K and flow index n . For all the rheological analyses conducted, the average SE values for

the Herschel-Bulkley model are 15.1 % and 22.8 % with standard deviations of 3.7 % and 6.0 % respectively for RW and RL tailings-based RPC blends. It should be noted that the RW tailings-based mixtures with 73.3% solid content and 25% muscovite gave the highest SE values compared to the other mixtures.

Considering the random tendencies of the k values, many authors (Cyr et al. 2000; Yahia et al. 2024) "trivialise" this parameter when analysing rheological data, although it is essential for calculating fluid flows with Herschel-Bulkley behaviour (Swamee and Aggarwal 2011). The consistency index k is often negatively and linearly correlated with the flow index n (Ouattara 2017). In this paper only the influence of the muscovite content X on τ_0 and n are discussed. The yield stress obtained for CPB mixtures with different muscovite contents X is shown in Figure 4.10 as a function of solid content C_w . For both types of tailings used in CPB preparation, a similar trend was observed: for a given muscovite content X , the yield stress τ_0 increased with solid content, as expected. According to Figure 4.10a, the value of τ_0 of mixtures containing 14% muscovite increased from 25 Pa for $C_w = 70\%$ to 112 Pa for $C_w = 74\%$. For mixtures containing 24% muscovite, τ_0 increased from 70 Pa and 223 Pa when C_w increased from 70% to 74%. Figure 4.10b shows that for mixtures with 15% muscovite the yield stress is 33 Pa and 97 Pa for C_w of 69% and 72%, respectively, and 76 Pa and 242 Pa for C_w of 70% and 73.3%, respectively.

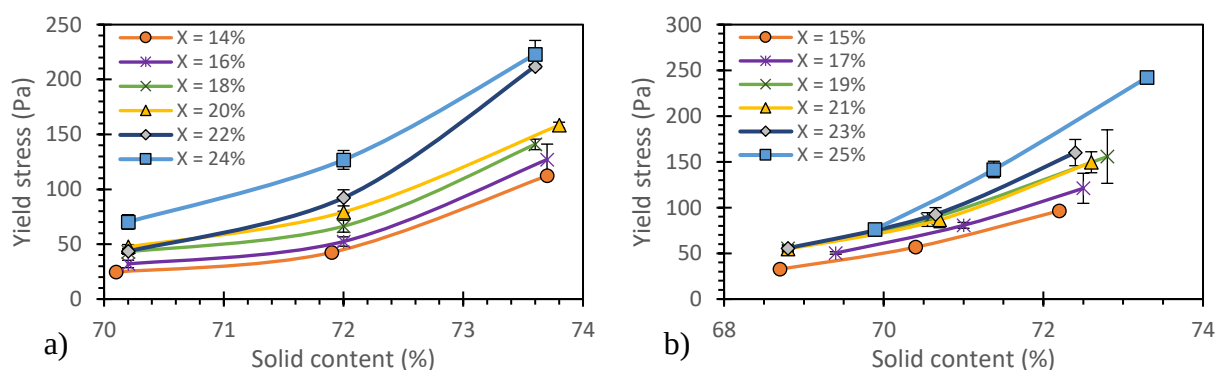


Figure 4.9 Influence of the solid content on the yield stress of CPB mixtures containing different levels of muscovite X : a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.

To better understand the influence of muscovite content X on the yield stress, Figure 4.11 shows the variation in yield stress τ_0 as a function of muscovite content X for each solid content. τ_0 increases X . In fact, when X varies from 14% to 24%, the results in Figure 4.10a, corresponding to tests carried out on CPB mixtures based on RW tailings, show that τ_0 increases from 25 Pa to 70 Pa and from 112 Pa and 223 Pa for CPB with C_w of 70% and 74%, respectively. In the case of CPB based on RL tailings, when X varies from 15% to 25%, Figure 4.10b shows an increase in τ_0 from 33 Pa to 76 Pa for C_w of 70% and from 96 Pa to 242 Pa for C_w of 74%.

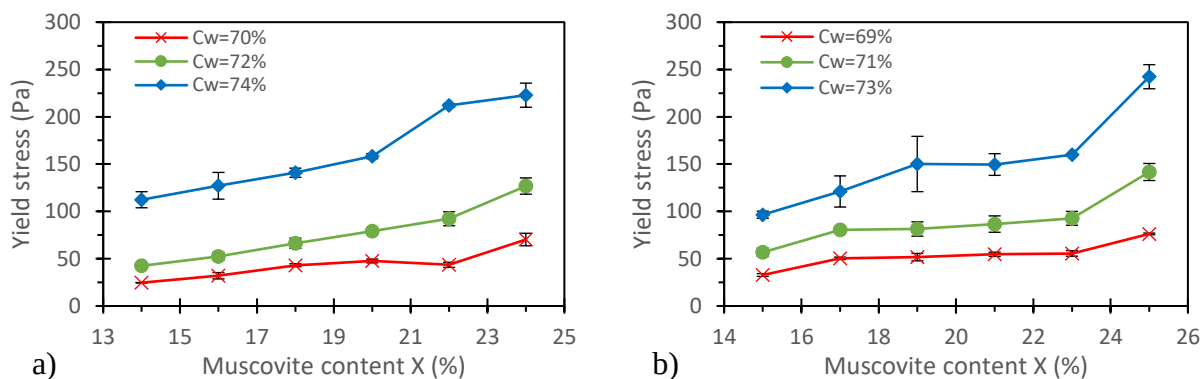


Figure 4.10 Influence of muscovite content X on the yield stress of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.

The flow index " n " of the Herschel-Bulkley model (equation 4.8) is a dimensionless rheological parameter indicating the type of fluid. The effect of muscovite content X on this parameter is shown in Figure 4.11. Most of the studied CPB mixtures remained as pseudoplastic or shear-thinning fluids ($n < 1$). In general, a slight increase in the flow index is observed with increasing muscovite content, and this increase also depended on the solid content of the CPB mixture. Figure 4.12a for RW tailings-based CPB mixtures shows that n varies from 0.53 to 0.65 as the muscovite content X increases from 14% to 24% for C_w of 70%. For $C_w = 74\%$, n increases from 0.77 to 1.06 as X varied from 14% to 24%. On the other hand, when the muscovite content varies from 15% to 25% in RL tailings-based CPBs (see Figure 4.11b), the flow index increases from 0.48 to 0.61 and from 0.65 to 0.80 for C_w of 71% and 73%, respectively.

Figure 4.11 shows that the flow index increases with the solid content C_w . For example, for CPB mixtures based on RW tailings containing 14% muscovite, the value of n varies from 0.53 to 0.77

as C_w increases from 70% to 74%. It should be noted, however, that the measurement error in n values is greater for solid contents of approximately 74%.

It should be remembered that increasing values of yield stress, consistency index K and flow index n leads to increased pressure drop along the CPB line (Swamee and Aggarwal 2011) and increased pumping energy demand (if pumping is used).

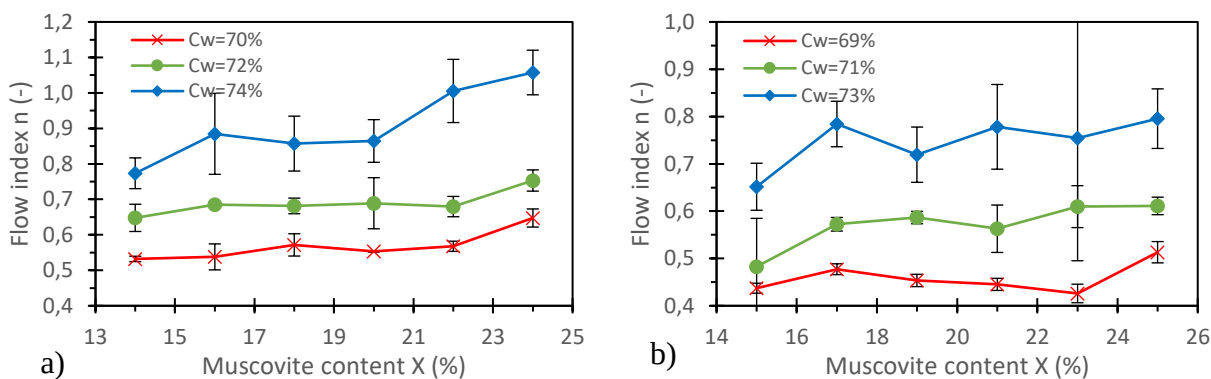


Figure 4.11 Influence of muscovite content X on the flow index n of the Herschel-Bulkley model of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.

4.3.3 Effect of solid and muscovite contents on dynamic viscosity curves

Figures 4.12a and 4.12b show typical dynamic viscosity curves (η) obtained from rheological tests following the continuous downward ramp flow method for CPBs prepared at $C_w=72\%$ and 71% with RW and RL tailings, respectively, as the muscovite content in these mixtures increases. For these solid contents, the viscosity values decreased with increasing shear rate. For the maximum shear rate used in this study (95 s^{-1}), the viscosity curves have not yet reached the horizontal asymptote that corresponds to the η_∞ viscosity defined in equation 4.9. Furthermore, as can be seen from the rheograms, the dynamic viscosity for a given shear rate increased with increasing muscovite content in these mixtures. For example, at a shear rate around 40 s^{-1} , the dynamic viscosity increases from 1.6 Pa.s to 3.2 Pa.s as the muscovite content increases from 14 to 24% for CPB prepared at 70% solid with RW tailings (Figure 4.12a) and from 3.2 Pa.s to 6.7 Pa.s as the muscovite content increases from 15 to 25% for CPB prepared at 71% solid with RL tailings (Figure 4.12b).

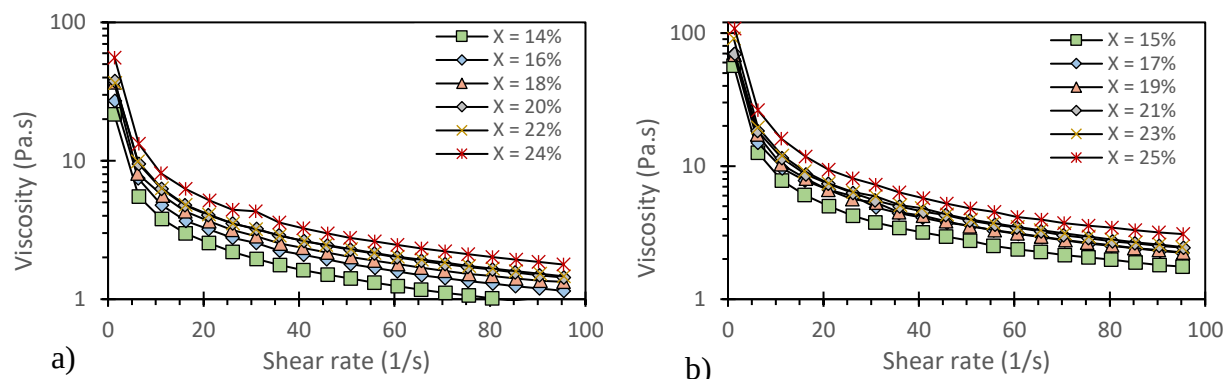


Figure 4.12. Dynamic viscosity curves of CPB mixtures for different muscovite contents X: a) CPB based on RW tailings at $C_w = 72\%$ and b) CPB based on RL tailings at $C_w = 71\%$.

All viscosity curves were fitted using the Cross model (equation 4.9) to obtain the model parameters. However, only the infinite shear rate dynamic viscosity η_∞ is presented in this study. The latter viscosity is used to calculate CPB transport in pipelines because of the high shear rates achieved in pipelines (Pullum 2007; Hallbom 2008; Swamee and Aggarwal 2011). The average standard error SE values are 8.0 ‰ and 10.0 ‰ with standard deviations of 2.3‰ and 2.2‰ for CPB based on RW and RL tailings, respectively.

Figure 4.13 shows the variation of the Cross dynamic infinite viscosity η_∞ as a function of the muscovite content X for CPB mixtures based on the two types of tailings. There is a general trend of increasing η_∞ values with increasing muscovite content for the solid contents of the CPB mixtures studied. For example, in Figure 4.13a, the infinite viscosity is 0.26 Pa.s and 0.71 Pa.s for muscovite contents of 14% and 24%, respectively, in CPB based on RW tailings with $C_w = 70\%$. CPB with $C_w = 74\%$ show viscosities η_∞ of 1.53 Pa.s and 2.79 Pa.s for muscovite contents of 14% and 24%, respectively. For CPBs based on RL tailings, Figure 4.13b shows that the dynamic viscosity at infinite shear rate η_∞ is 0.28 Pa.s and 0.93 Pa.s for mixtures with muscovite contents of 15% and 25%, respectively, for a C_w of 71%. Moreover, for 74% solid, this viscosity increases from 0.85 Pa.s to 1.59 Pa.s as the muscovite content varies from 15% to 25%.

Figure 4.13 also shows that the dynamic viscosity η_∞ increases with the solid content. For example, η_∞ increases from 0.26 Pa.s to 1.53 Pa.s as the solid content varies from 70% to 74% in the case of CPB based on RW tailings containing 14% muscovite. However, some of the values for 74%

mixtures are subject to large errors owing to the large scatter of infinite rate viscosity values. This is true for muscovite contents above 22% for both tailings. At high solid and muscovite contents, irregularities are observed in the rheograms of 74% mixtures, which explains the large error bars in some results.

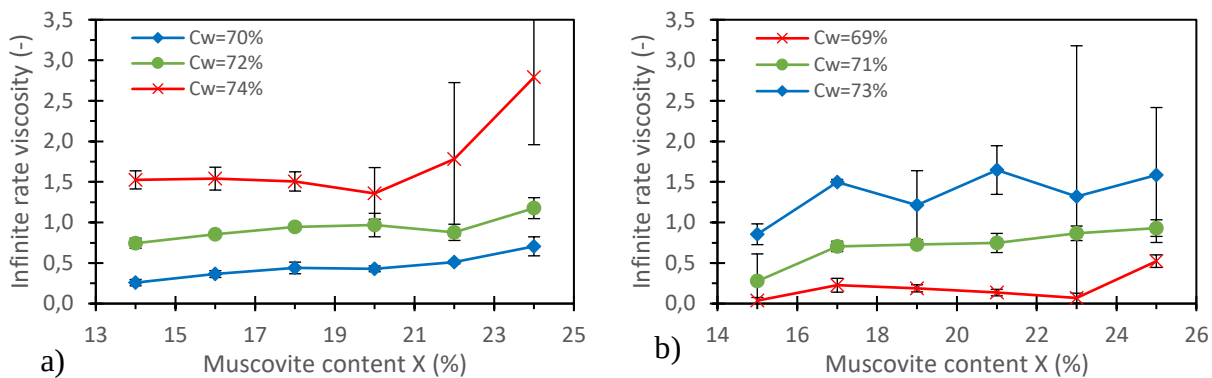


Figure 4.13 Influence of muscovite content X on the infinite viscosity of the Cross η_{∞} model of CPB mixtures with different solid contents: a) CPB based on RW tailings and b) CPB based on RL tailings.

4.4 Discussion of the results

This section discusses the effect of muscovite content on the solid content required for a given Abrams cone slump, and proposes a method of adjusting the binder ratio to maintain a given water/binder ratio after adding water to the mixture to achieve a target slump. The effect of the type of tailings is also discussed.

4.4.1 Impact of muscovite content on the solid content required to maintain a given slump of CPB mixtures

With increasing free muscovite content in tailings and therefore in CPB, maintaining a target slump to ensure trouble-free backfill transport may be impossible without adding water or reducing the solid content. Figure 4.14 shows the solid content required to achieve a given slump as a function of muscovite content in CPB mixtures. For a given slump, increasing the muscovite content in CPBs resulted in a decrease in the solid contents. This trend is more evident for CPBs made with

RW than with RL tailings. To maintain a 7.5" or 19.1 cm slump commonly used in mining for example, the solid content of RW tailings-based CPBs must decrease from 72.3% to 71.2% as the muscovite content increases from 14% to 24% (Figure 4.14a). In the case of RL tailings-based CPB (Figure 4.14b), a fixed solid content can be maintained almost constant for a muscovite content of up to 19%. For example, to maintain a slump of 7.5" or 19.1cm, the solid content decreases from 70.8% to 70.2% as the muscovite content increased from 15% to 25%.

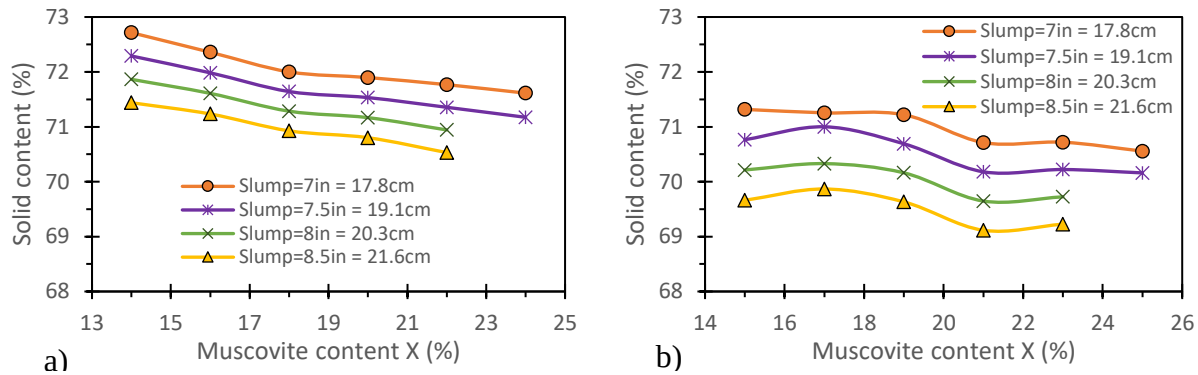


Figure 4.14 Impact of muscovite content on the solid content required to maintain a given slump for: a) RW tailings-based CPB and b) RL tailings-based CPB.

The addition of water to a given mixture to reduce C_w increases the water/binder (W/B) ratio. The presence of more water than in the design mixture reduced the mechanical strength of the CPB. It is assumed that adding binder to achieve the water/binder ratio of the original mix design would provide a solution to this decrease in mechanical strength. The amount of binder to be added ΔM_b can be calculated from the amount of water added ΔM_w (see equation (4.11)).

$$\Delta M_B = \frac{\Delta M_w}{W/B} \quad (4.11)$$

As a theoretical example, consider one tonne of wet CPB ($M_{t-w} = 1000$ kg) with $B_w = 5\%$ GU/slag based on RW tailings with a free muscovite content of 14%, giving an Abrams cone slump of 19.1cm and C_{w1} of 72.3%. The initial water/binder ratio $(W/B)_1$ is approximately 8.0. The same mixture, but this time containing 24% muscovite (increase of 83.4 kg muscovite per tonne of wet CPB according to equation 4.2), will prompt the addition of 63.1 kg of water to fluidise the paste and maintain it at a slump of 19.1 cm ($C_{w2} = 71.2\%$). However, the water/binder ratio will now

increase from 8.0 to 9.9. By adding $\Delta M_B = 7.8$ kg of binder (obtained from equation 4.11), the water/cement ratio returned to 8.0 and the solid and binder contents will increase to 71.9% and 5.5% respectively.

In this example, the addition of the binder ΔM_B did not result in a significant increase in the solid content and binder ratio, which is less likely to affect the consistency (slump) and rheological properties of the CPB mixtures. Alternatively, the effect of binder addition on these properties should be considered. It would probably be conservative to formulate the initial CPB recipe with tailings containing the highest expected muscovite content, in the hope that this would not incur significant additional costs when the muscovite content decreases.

4.4.2 Effect of tailings type

The CPB investigated in this study were prepared using two types of tailings: RW and RL. Despite their similar muscovite contents of 14% and 15% for RW and RL tailings, respectively, it was found that CPB mixes based on RW tailings yielded significantly greater slumps than those based on RL tailings for the same solid content. For example, at a fixed solid content of 72.2%, the slumps for CPB based on RW and RL tailings are 19.8 cm and 15.7 cm, respectively, at the initial muscovite contents (see Figure 4.8). The same applies to the rheological properties. At a solid content of about 72%, the yield stress is 52 Pa and 97 Pa for RW and RL tailings based CPB mixtures, respectively (see Figure 4.11). This difference is mainly due to differences in the physical and mineralogical properties of the two tailings. Firstly, RW tailings are coarser than RL tailings (see Figure 4.2) and have a correspondingly lower specific surface area. It has been shown that the finer grain size tailings, the lower the slump and the more water the CPB mix will require to achieve a given slump (Benzaazoua et al., 2003). In addition, the relative density of the solid grains in RL tailings ($G_s = 3.01$) is higher than in RW tailings ($G_s = 2.79$) due to the presence of more pyrite in RL tailings (12.6%) than in RW tailings (2.6%) (see Table 4.2). As C_w and B_w and muscovite contents are calculated in relation to the dry mass of the tailings, the difference in G_s gives rise to differences in volume of the tailings, cement and muscovite employed in the mixture. The total phyllosilicate contents of the RW and RL tailings were 19% and 21 %, respectively is not sufficiently high to justify the difference in the behavior of the two tailings. Finally, apart from

phyllosilicates, there is a difference for quartz and albite) which could influence the behaviour of CPB prepared with these two tailings. The conclusion to be drawn from all this is that a specific approach is required for each type of tailings.

4.5 Conclusion

The aim of this study was to investigate the combined effect of the variability of the muscovite content in the tailings used to prepare CPB and the solid content on the slump and rheological properties of these CPB. The results presented above lead to the following conclusions:

- For a given muscovite content X , increasing the solid content C_w in CPB mixtures reduces the Abrams cone slump and increases the yield stress τ_0 , the flow index n and dynamic viscosity at infinite (high) shear rates η_∞ .
- For a given solid content C_w , increasing muscovite content in CPB mixtures is associated with a reduction in Abrams cone slump, an increase in τ_0 , n , and η_∞ .
- The addition of water to the CPB mix would be necessary to maintain the desired flowability or slump with an increase in muscovite content, which would reduce the solid content and consequently the water/binder ratio for a constant binder content and could lead to a reduction in mechanical strength.
- The results presented here provide a tool for estimating the quantities of binder to be added to the CPB mix to ensure fluidity and maintain the target water/binder ratio determined when formulating CPB mixtures.
- In practice, it is desirable to carry out this formulation with tailings containing the maximum expected muscovite content. Reducing the muscovite content will have a positive effect but could increase backfilling costs.
- The equations developed and presented in this study could help underground mine backfill operators account for the variability of muscovite in tailings in CPB formulations.

4.6 Acknowledgment

This research was funded by FRQNT (Fonds de Recherche du Québec, Nature et Technologies) - Programme de recherche en partenariat sur le développement durable du secteur minier - Volet valorisation des résidus miniers (grant number: 2022-OMN-301195); by the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) (Discovery Grants Program – RGPIN-2020-06357 to Mbonimpa), the industrial partners (Agnico Eagle Mines Ltd, the Iamgold Corporation-Westwood Mine); and the Research Institute of Mines and Environment (RIME UQAT-Polytechnique).

4.7 References

- Amri, M., Belem, T., Mrad, H., Gélinas, L. P., & Masmoudi, F. (2023, April). Prediction of the mechanical properties of cemented paste backfill using artificial intelligence approaches. In *Paste 2023: Proceedings of the 25th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings* (pp. 233-243). University of Alberta, Edmonton, and Australian Centre for Geomechanics, Perth.
- ASTM C143/C143M - 15a. 2015. Standard Test Method for Slump of Hydraulic Cement Concrete. *ASTM International Annual Book of ASTM. 04.02*. American Society of Testing Material, West Conshohocken, PA.
- Barnes, H. A., & Nguyen, Q. D. (2001). Rotating vane rheometry—a review. *Journal of non-Newtonian fluid mechanics*, 98(1), 1-14.
- Belem, T. and Benzaazoua, M. 2008. Design and Application of Underground Mine Paste Backfill Technology. *Geotechnical and Geological Engineering*, 26: 147-174.
- Belem, T., Benzaazoua, M. and Bussière, B. 2003. Utilisation du Remblai en Pâte comme Support de Terrain. Partie I: De sa Fabrication à sa Mise en Place sous Terre. In *Symp. int. Après-mines*, GISOS, Gisos ed., Nancy, France (pp. 5-7).
- Belem, T., Benzaazoua, M. and Bussiere, B., 2000. Mechanical Behaviour of Cemented Paste Backfill. In: *Proc. of 53rd Canadian Geotechnical Conference*, Montreal, Octobre 2000, pp.373-380.

- Benzaazoua, M., Belem, T. and Bussiere, B., 2002b..Chemical Factors that Influence on the Performance of Mine Sulphidic Paste Backfill. *Cement and Concrete Research* 32(7): 1133-1144.
- 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., Fall, M. and Ouellet, S., 2002a. Étude Pluridisciplinaire Visant à Mettre au Point un Outil Expert pour la Prédiction du Comportement des Remblais en Pâte. Rapport Final. Contract IRSST#099 085(submitted for publication).
- Brackebusch F.W. 1994. Basics of Paste Backfill Systems. *Mining Engineering*, 46: 1175–1178.
- Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 60(2), 309-319.
- Burdukova, E., Becker, M., Ndlovu, B., Mokgethi, B., Deglon, D.A., 2008. Relationship between slurry rheology and its mineralogical content. In: Wang, D.D., Xiao, S.C., Wang, F.L., Cheng, Z.U., Long, H. (Eds.), 24th Int. Minerals Processing Congress. China Scientific Book Service Co. Ltd., Beijing, China, pp. 2169-2178.
- Burdukova, E., Bradshaw, D.J., Laskowski, J.S., 2007a. Effect of CMC and pH on the rheology of suspensions of isotropic and anisotropic minerals. *Canadian Metallurgical Quarterly* 46, 273-278. <https://doi.org/10.1179/cm.2007.46.3.273>
- 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.
- Chi, H., Wang, C., Tian, Y., Xie, Z., Yuan, Q., Chen, Z., & Zhu, X. (2024). Unraveling Polycarboxylate Superplasticizer (PCE) Compatibility in Muscovite-Blended Cement Paste Through Aggregation Mechanisms. *Journal of Building Engineering*, 110133.

- Clark, C.C., Vickery, J.D., and Backer, R.R. (1995). Transport of Total Tailings Paste Backfill : Results of Full-Scale Pipe Test Loop. Report of investigation, RI 9573, USBM (37 p).
- Cross M.M.1965. Rheology of Non-Newtonian Fluids. A New Flow Equation for Pseudo-plastic Systems. *Journal of Colloid Sciences*, 20: 417-437.
- Danielsen, S. W. and Rueslåtten, H. G. 1984. Feldspar and Mica. Key Minerals for Fine Aggregate Quality. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 30(1): 215-219.
- De Souza, E., Archibald, J. F., & Dirige, A. P. E. (2003, May). Economics and perspectives of underground backfill practices in Canadian mining. In *105th annual general meeting of the Canadian institute of mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, Canada*, 15p.
- Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Aubertin, M. (2009). Les effets d'amendements alcalins sur des résidus miniers sulfureux entreposés en surface: Cas des dépôts en pâte. *Déchets - Revue Francophone d'Écologie Industrielle* - N° 54 - 2è Trimestre 2009.
- Dikonda, R.K., Mbonimpa M., Belem T. 2021a. Specific Mixing Energy of Cemented Paste Backfill, Part I: Laboratory Determination and Influence on the Consistency. *Minerals* 2021, 11, 1165
- Dikonda, R.K., Mbonimpa M., Belem T. 2021b. Specific Mixing Energy of Cemented Paste Backfill, Part II: Influence on the Rheological and Mechanical Properties and Practical Applications. *Minerals* 2021, 11, 1159
- Dzuy, N. Q., & Boger, D. V. (1985). Direct yield stress measurement with the vane method. *Journal of Rheology*, 29(3), 335-347.
- Ethier, M. P., Bussière, B., Aubertin, M., Maqsoud, A., Demers, I., & Broda, S. (2018). In situ evaluation of performance of reclamation measures implemented on abandoned reactive tailings disposal site. *Canadian Geotechnical Journal*, 55(12), 1742-1755.
- Hallbom, D. J. (2008). *Pipe flow of homogeneous slurry*. PhD. Thesis, University of British Columbia.
- Hassani, F., and Archibald, J.,1998. Mine Backfill, CD-ROM. *Canadian Institute of Mine, Metallurgy and Petroleum*.

- Herschel, W.H. and Bulkley, R. 1926. Konsistenzmessungen von Gummi Benzolloesungen. *Kolloid-Zeitschrift*, 39: 291-300
- Institut de la Statistique du Québec (ISQ). 2018. *La production minérale au Québec en 2016*. Consulté le 16 septembre 2018. <http://www.stat.gouv.qc.ca/statistiques/mines/mines-chiffres-2018.pdf>
- Jahns, R.H. and Lancaster, F.W 1996. Physical Characteristics of Commercial Sheet Muscovite in the Southeastern United States. *Geological Survey Professional Paper 225*, United States Government Printing Office, Washington, 137 p.
- Kalonji K., Mbonimpa, M., Belem, T., Ouellet, S, LP Gelinass (2023). Backfilling in the permafrost: predicting pressure loss and temperature distribution along the paste backfill pipeline system. *25th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings PASTE 2023*, Fairmont Banff Springs Hotel, Alberta, Canada, 29 April – 3 May 2023.
- Khoshkbiari, R. K., Samimi, M. F., Mohammadi, F., & Talebitaher, P. (2020). Effects of Mica and Feldspar as partial cement replacement on the rheological, mechanical and thermal durability of self-compacting mortars. *Construction and Building Materials*, 263, 120149.
- Kwak, M., James, D. F., & Klein, K. A. (2005). Flow behaviour of tailings paste for surface disposal. *International Journal of Mineral Processing*, 77(3), 139-153.
- Landriault, D. (2006). Keynote Address: They said “It will never work” – 25 years of paste backfill 1981–2006. In *Proceedings of the Ninth International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Paste2006*, Limerick, Ireland. pp. 277–292.
- Landriault, D.A., (1995). Paste Backfill Mix Design for Canadian Underground Hard Rock Mining. In: *Proc. of the 97th Annual General Meeting of the CIM*. Rock Mechanics and Strata Control Session, Halifax, Nova Scotia.
- Leroy, P., and Revil, A. (2009). A mechanistic model for the spectral induced polarization of clay materials. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 114, B10202, 3-21. doi:10.1029/2008JB006114 <https://doi.org/10.1029/2008JB006114>
- Liebau, F. (2012). *Structural chemistry of silicates: structure, bonding, and classification*. Springer Science & Business Media.

- Melis, L. A. (1983). Development of the disposal technology research component of the national uranium tailings program. Report OSQC2-00252, Prepared for The Canada Centre for Mineral and Energy Technology, Energy, Mines and Resources, Ottawa, Canada. 111 pages.
- Mitchell, R.J. (1989a). Stability of Cemented Tailings mine Backfill. In *Proceedings of Computer and physical modelling in geotechnical engineering*. Edited by Balasubramaniam et al., A.A. Balkema, Rotterdam, pp. 501–507.
- Mitchell (1989b). Model Studies on the Stability of Confined Fills. *Canadian Geotechnical Journal*, 26: 210–216.
- Mshali M.R. and Visser A.T. (2014). Influence of Mica on Compactability and Moisture Content of Cement–Treated Weathered Granite Gravel. *Proceedings of the 33rd Southern African Transport Conference SATC 2014*, 7-10 July, Pretoria, South Africa.
- Ndlovu, B. N., Becker, M., Forbes, E., Deglon, D., & Franzidis, J. P. (2011a). The influence of phyllosilicate mineralogy on the rheology of mineral slurries. *Minerals Engineering*, 24(12), 1314-1322. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.05.008>
- Ndlovu, B. N., Forbes, E., Becker, M., Deglon, D. A., Franzidis, J. P., & Laskowski, J. S. (2011b). The effects of chrysotile mineralogical properties on the rheology of chrysotile suspensions. *Minerals Engineering*, 24(9), 1004-1009.
- Newman, P., White, R., & Cadden, A. (2001, June). Paste, the future of tailings disposal. In *Proceedings of the 2nd International Conference on Mining and the Environment* (Vol. 594).
- Nosrati, A., Addai-Mensah, J., Skinner, W. (2011). Rheology of aging aqueous muscovite clay dispersions. *Chem. Eng. Sci.* 66 (2), 119–127.
- Ouattara, D., Mbonimpa, M., Yahia, A., & Belem, T. (2017). Investigations of the performance of superplasticizers on rheological properties of highly viscous cemented paste backfill mixtures.
- Ouattara, D., Mbonimpa, M., Yahia, A., & Belem, T. (2018). Assessment of rheological parameters of high density cemented paste backfill mixtures incorporating superplasticizers. *Construction and Building Materials*, 190, 294-307.

- Ouffa, N. (2019). *Solubilité de différents minéraux aluminosilicatés en vue de leur contribution à la géopolymérisation dans les remblais miniers en pâte*. École Polytechnique, Montreal (Canada).
- Panchal, S., Deb, D., & Sreenivas, T. (2018). Variability in rheology of cemented paste backfill with hydration age, binder and superplasticizer dosages. *Advanced Powder Technology*, 29(9), 2211-2220.
- Paynter, J. T., & Dodd, J. C. (1997, January). The design, commissioning and operation of the Golden Giant paste backfill plant. In *Proceedings of the 29th annual meeting of the Canadian Mineral Processors (Division of the CIM)*, Ottawa, Ontario (pp. 21-23).
- Pullum, L., Fourie, A. B., & Jewell, R. J. (2007, March). Pipelining tailings, pastes and backfill. In *Proceedings of the 10th International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Perth, Australia* (Vol. 1315, p. 113129).
- Qi, C., Chen, Q., Dong, X., Zhang, Q., & Yaseen, Z. M. (2020). Pressure drops of fresh cemented paste backfills through coupled test loop experiments and machine learning techniques. *Powder Technology*, 361, 748-758.
- Radoslovich, E. W. (1960). The structure of muscovite, $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. *Acta Crystallographica*, 13(11), 919-932.
- Robinsky, E., Barbour, S. L., Wilson, G. W., Bordin, D., & Fredlund, D. G. (1991, September). Thickened sloped tailings disposal: an evaluation of seepage and abatement of acid drainage. In *Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic drainage* (pp. 16-18).
- Roshani, A., & Fall, M. (2020). Rheological properties of cemented paste backfill with nano-silica: Link to curing temperature. *Cement and Concrete Composites*, 114, 103785.
- Swamee, P. K., & Aggarwal, N. (2011). Explicit equations for laminar flow of Herschel–Bulkley fluids. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 89(6), 1426-1433.

- Tariq, A. and Yanful, E.K. 2013. A Review of binders used in Cemented Paste Tailings for Underground and Surface Disposal Practices. *Journal of Environmental Management*, 131: 138-149
- Thomas, E. G. (1979). Fill technology in underground metalliferous mines. University of British Columbia, *Department of Mineral Engineering*.
- Van Olphen, H. (1977), "An introduction to Clay Colloid Chemistry" *Second Edition*, Wiley, New York.
- Wang, C. L., Ren, Z. Z., Huo, Z. K., Zheng, Y. C., Tian, X. P., Zhang, K. F., & Zhao, G. F. (2021). Properties and hydration characteristics of mine cemented paste backfill material containing secondary smelting water-granulated nickel slag. *Alexandria Engineering Journal*, 60(6), 4961-4971.
- Wu, D., Fall, M., & Cai, S. J. (2013). Coupling temperature, cement hydration and rheological behaviour of fresh cemented paste backfill. *Minerals Engineering*, 42, 76-87.
- Xue, H. L., Han, C. Q., Chen, M. L., Fan, G., & Zhou, J. W. (2022). Improving mechanical properties of manufactured sand concrete with high biotite content: Application of magnetic separation process and equipment optimization. *Construction and Building Materials*, 350, 128861.
- Young, R. A. (1993). Introduction to the Rietveld method. *The Rietveld Method*, 1-38.

CHAPITRE 5 DISCUSSIONS

Dans le chapitre 4, les propriétés rhéologiques ont été dérivées des courbes d'écoulement et de viscosité dynamique descendantes, alors que des chemins ascendants et descendants ont été appliqués lors des analyses rhéologiques (voir section 3.3.5). Ce chapitre montre l'effet de la muscovite et du pourcentage solide sur l'hystérésis pour des mélanges de RPC, composés des deux types de résidus RL et RW. Il discute aussi de l'impact de la muscovite sur le seuil de cisaillement des mélanges de RPC étudiés au chapitre précédant pour un affaissement donné. De plus, dans le but de compléter l'analyse faite des essais rhéologiques, ce chapitre présente la variation des paramètres des modèles rhéologiques non abordés au chapitre 4 en fonction des teneurs en muscovite. Dans le but confirmer si les observations faites au chapitre 4 avec les mélanges de RPC avec GU/Slag s'appliquent aussi pour un autre type de liant, l'effet de la teneur en muscovite sur les propriétés rhéologiques des mélanges de RPC confectionnés avec du ciment HE à la même proportion massique de 5% sera étudié. Dans ce chapitre, on étudiera finalement, mais brièvement, le comportement rhéologique de plusieurs mélanges de pâte de muscovite pure et une pâte de muscovite cimentée.

5.1 Impact de la teneur en muscovite sur la demande en eau et en liant des mélanges de RPC suivant le critère de l'affaissement au cône d'Abrams

Sur la base du critère d'affaissement utilisé par les mines, la figure 4.14a a montré que le maintien d'un affaissement donné entraînerait une réduction de C_w . En d'autres termes, cela signifie qu'il serait nécessaire d'ajouter davantage d'eau aux mélanges de RPC. La figure 5.1a illustre la quantité d'eau requise pour maintenir un affaissement donné. On observe que plus la proportion de muscovite dans le RPC est élevée, plus la quantité d'eau nécessaire augmente, atteignant jusqu'à environ 48 kg/t de RPC pour une teneur de 24% de muscovite et un affaissement de 19,1 cm.

Cependant, l'ajout d'eau fait augmenter le rapport eau/ciment (E/C), dont les implications sont discutées dans l'article de conférence en ANNEXE B. L'augmentation de ce rapport entraîne une diminution relative de la résistance mécanique des RPC après cure. Afin de maintenir le W/B initial fixé dans la conception du RPC, il serait donc nécessaire d'ajouter du liant. La figure 5.1b montre la quantité de liant à ajouter pour conserver le rapport E/C initial en fonction de la teneur en

muscovite dans le mélange de RPC. Ces masses ont été calculées à l'aide de l'équation (4.11) où $W/B = E/C$. On constate qu'une augmentation de la proportion de muscovite dans le RPC accroît la masse de liant à ajouter, atteignant jusqu'à environ 6 kg/t de RPC pour 24% de muscovite et un affaissement de 19,1 cm. Cependant, cette solution pourrait ne pas être économiquement viable en raison du coût élevé du liant.

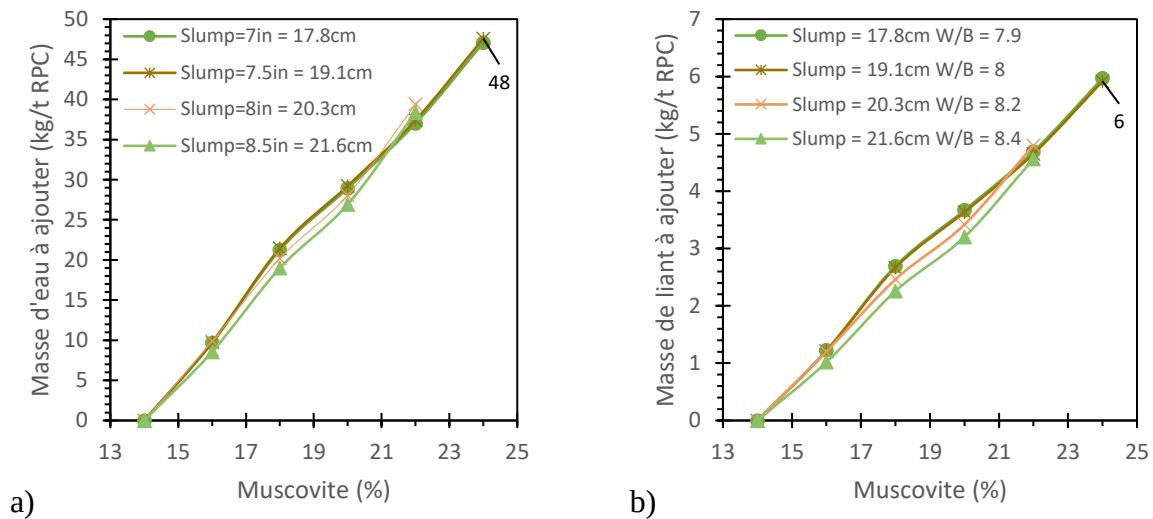


Figure 5.1 Impact de la muscovite sur : a) la masse d'eau à ajouter aux RPC à base de résidus RW pour maintenir un affaissement donné et b) la masse de liant à ajouter aux RPC à base de résidus RW afin de maintenir le W/B initial.

5.2 Impact de la teneur en muscovite sur le seuil de cisaillement des mélanges de RPC pour maintenir un affaissement au cône donné

Dans le chapitre 4 nous avons constaté l'effet de la muscovite sur l'affaissement au cône (figure 4.7) et le seuil de cisaillement (figure 4.10) des mélanges de RPC à différents pourcentages solides (C_w). Il était nécessaire de modifier la quantité d'eau du mélange afin de respecter un affaissement donné dépendamment de la teneur en muscovite libre du RPC. La figure 5.2 présente le seuil de cisaillement en fonction de la teneur en muscovite dans les RPC pour de mêmes affaissements. On observe que le seuil de cisaillement augmente de manière générale avec la teneur en muscovite pour un même affaissement. Sur la figure 5.2a relative aux RPC à base de résidus RW et pour un affaissement de 19,1cm (7,5 po), le seuil de cisaillement passe de 51 Pa vers 94 Pa lorsque la teneur

en muscovite varie de 14% à 24% dans le RPC. Selon la figure 5.2b, le seuil de cisaillement augmente de 64 Pa à 88 Pa lorsque la teneur en muscovite varie 15% et 25% dans le RPC avec un affaissement de 19,1cm (7,5 po). Le comportement de ces mélanges quand la teneur en muscovite passe de 19% à 21% reste difficilement explicable.

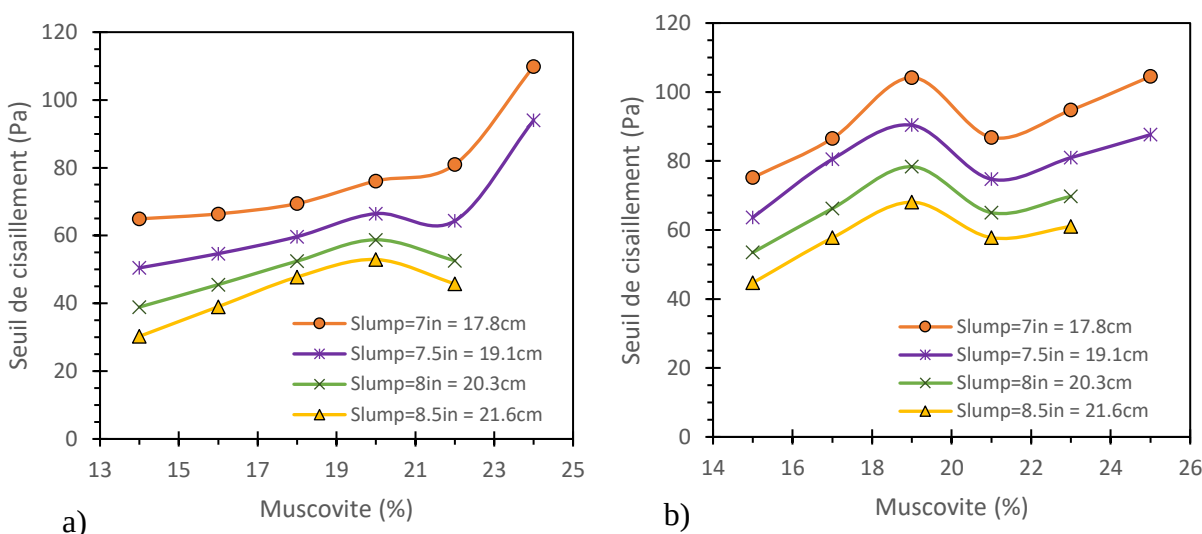


Figure 5.2 Impact de la muscovite sur le seuil de cisaillement des mélanges de RPC à un affaissement donné : a) RPC à base de résidus RW et b) RPC à base de résidus RL.

5.3 Effet de la muscovite sur l'hystérésis des RPC

L'hystérésis correspond à la différence entre l'aire sous les courbes d'écoulement issues des taux de cisaillements ascendants et descendants (voir section 2.4.3; Figure 2.28). Cette différence montre l'écart du comportement rhéologique du fluide au repos et après avoir été pré-cisailé à un certain taux de cisaillement. À titre d'exemple, la figure 5.3 compare des rhéogrammes ascendants et descendants typiques pour différents mélanges de RPC à base de résidus RW avec C_w de 70, 72 et 74% et pour des teneurs en muscovite allant de 14 et 24%. Le taux de cisaillement maximal appliqué ici est de 100 s^{-1} (cette valeur est justifiée à la section 3.3.5).

La figure 5.4 met aussi en évidence l'hystérésis, mais cette fois-ci pour les mélanges de RPC à base de résidus RL pour des pourcentages solides de 71% et 73%. Similairement aux mélanges

précédents, l'augmentation de C_w entraîne l'accroissement des valeurs de l'hystérésis. De plus, les mélanges à 15 % montrent des valeurs d'hystérésis plus faible que pour les mélanges à 25 %.

Afin de donner des exemples numériques, les histogrammes de la figure 5.5 présentent l'hystérésis en fonction du pourcentage solide des mélanges de RPC à base de résidus RW (figure 5.5a) et RL (figure 5.5b) pour différentes teneurs en muscovite. Notons que ces résultats sont valables pour un taux de cisaillement maximal de 100 s^{-1} .

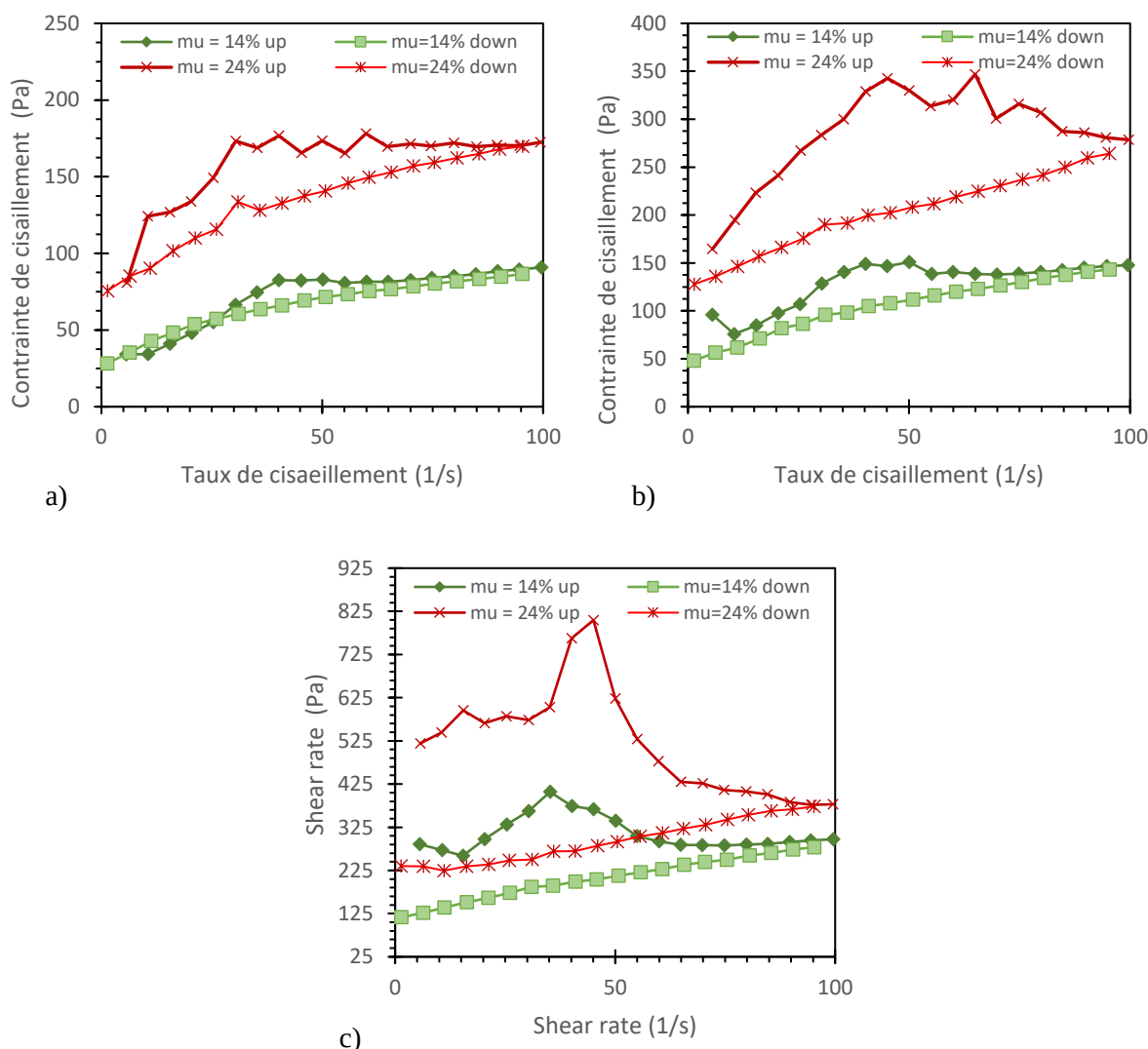


Figure 5.3 Effet de la muscovite et du pourcentage solide sur la surface entre les rhéogrammes ascendante et descendant pour des recettes de mélange de RPC à base de résidus RW avec C_w de : a) 70%, b) 72%, et c) 74%.

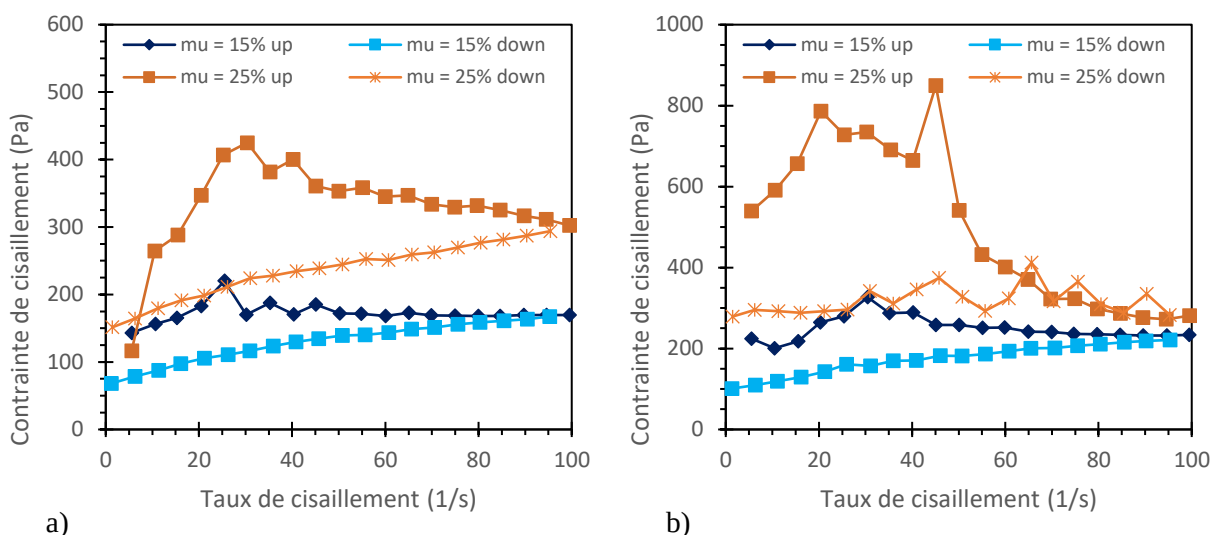


Figure 5.4 Effet de la muscovite et du pourcentage sur la surface entre les rhéogrammes ascendants et descendants pour des recettes de mélange de RPC à base de résidus RL à C_w de : a) 71% et b) 73%.

Dans tous les cas, on remarque que l'hystérésis augmente avec l'augmentation du pourcentage solide pour une teneur en muscovite donnée. Par exemple, lorsque C_w passe de 70% à 74% pour les RPC faits de résidus RW, l'hystérésis augmente respectivement de 187 Pa/s à 9517 Pa/s et de 1623 Pa/s vers 19743 Pa/s pour les teneurs en muscovite de 14% et 24% (voir Figure 5.5a).

Ces résultats indiquent aussi que l'augmentation de la teneur en muscovite pour un pourcentage solide donné résulte aussi en augmentation des valeurs d'hystérésis. Par exemple, pour un pourcentage solide de fixe de 72%, la valeur d'hystérésis passe de 2127 Pa/s à 7623 Pa/s lorsque la teneur en muscovite passe de 14% et 24% de muscovite (figure 5.5a). Les observations formulées ci-dessus s'appliquent aussi pour les RPC à base de résidus RL (figure 5.5b). À de faibles pourcentages solides, comme à 70% ou 69% par exemple, les valeurs d'hystérésis restent très basses et l'effet de la muscovite est très peu perceptible. Mais avec des pourcentages solides plus élevés (72% et 74%), les valeurs de l'hystérésis sont amplifiées et l'effet de l'ajout de muscovite dans les mélanges de RPC est mieux discernable de manière générale.

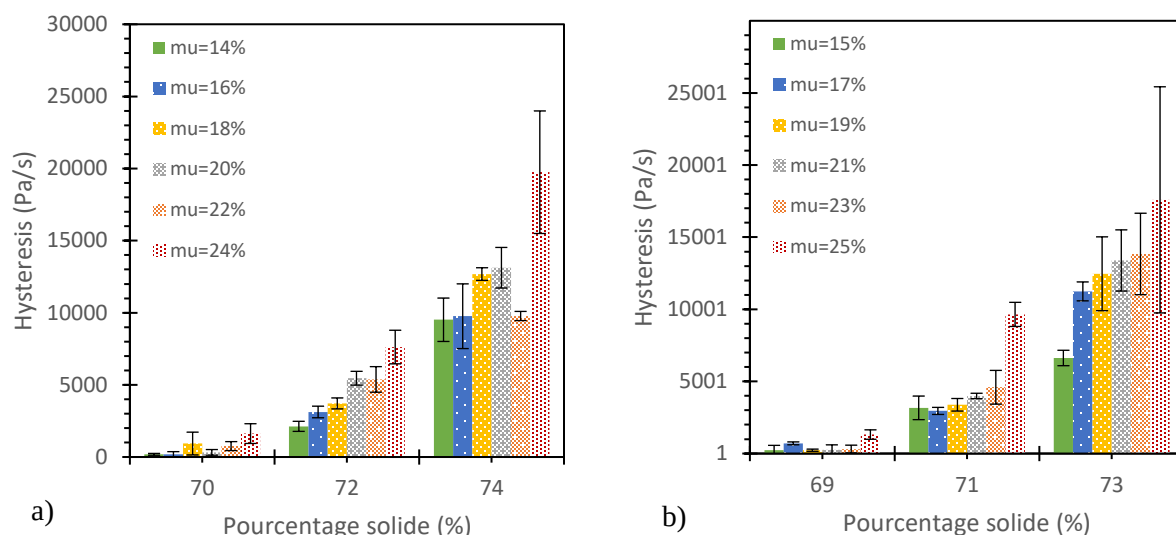


Figure 5.5 Effet du pourcentage solide et de la teneur en muscovite sur l'hystérésis des mélanges de RPC à base de résidus: a) RW et b) RL.

5.4 Effet de la muscovite sur certains paramètres des équations des modèles rhéologiques utilisés

Les modèles rhéologiques utilisés pour la détermination des propriétés rhéologiques des RPC dans le chapitre 4 se composent de plusieurs paramètres comme les équations (2.17 ou 4.8) et (2.18 ou 4.9) le montrent. Les paramètres étudiés précédemment étaient le seuil de cisaillement (τ_0) et l'indice d'écoulement (n) pour Herschel-Bulkley et la viscosité à l'infini (η_∞) du modèle de Cross. L'influence de la muscovite sur le comportement des paramètres restant tel que l'indice de consistance K_{HB} du modèle Herschel-Bulkley et l'indice n_c du modèle de Cross sont présentés ci-dessous afin de compléter les propriétés rhéologiques déjà présentées.

5.4.1 Effet de la muscovite sur l'indice de consistance K_{HB} du modèle Herschel-Bulkley

La figure 5.6 présente l'indice de consistance K_{HB} en fonction de la teneur en muscovite dans des mélanges de RPC à base de résidus RW et RL. On observe qu'il y a une certaine irrégularité des tendances des courbes par rapport aux différents pourcentages solides étudiés. Concernant les mélanges de RPC avec résidus RW (courbes continues), on constate, une relative constance des valeurs de K_{HB} pour des pourcentages solides de 70% et 72% avec l'augmentation des proportions

en muscovite. Pour les mélanges avec 74% solides, l'augmentation des teneurs en muscovite entraine la baisse des valeurs de K_{HB} .

Concernant les mélanges à base de résidus RL (courbes discontinues), on observe déjà que les valeurs de K_{HB} sont plus élevées que celle avec les mélanges de RPC à base de résidus RW. Sur la même figure, pour C_w autour de 69%, on observe une légère augmentation de K_{HB} avec l'accroissement des teneurs en muscovite dans le mélange de RPC. Pour C_w de 71% en moyenne, K_{HB} est relativement constant. Enfin avec l'augmentation du pourcentage en muscovite on observe une diminution des valeurs de K_{HB} pour C_w de 73% en moyenne.

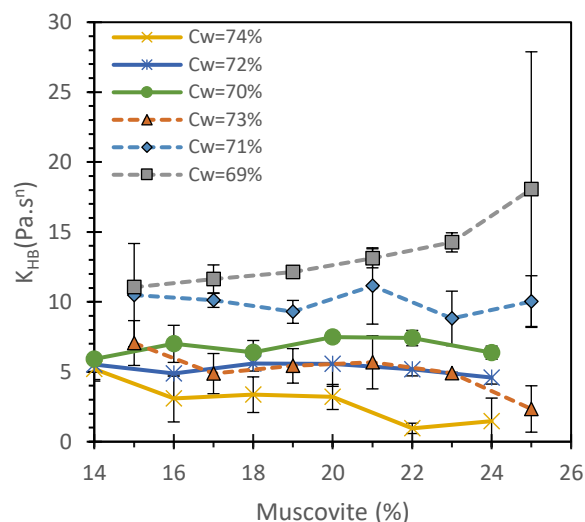


Figure 5.6 Effet de la teneur en muscovite et de C_w sur la Constante K du modèle Herschel-Bulkley pour des mélanges de RPC à base de résidus RW (courbes continues) résidus RL (courbes discontinues).

5.4.2 Effet de la muscovite sur l'indice n_c du modèle de Cross

Dans le chapitre 4, l'accent a été mis sur la viscosité à l'infinie alors que le modèle de Cross contient deux autres paramètres : la constante k et l'indice d'écoulement de Cross n_c . Il s'est avéré qu'une relation pouvait être établie entre n_c et la teneur en muscovite et le pourcentage solide. Cette dépendance est montrée à la figure 5.7. De manière générale, n_c augmente avec le pourcentage solide et la teneur en muscovite. Lorsque C_w passe de 70% à 74% pour les mélanges de RPC à base

de résidus RW (courbes plaines), n_c augmente respectivement de 0,78 à 0,95 et de 0,89 vers 1,08 pour des teneurs en muscovite de 14 et 24%. Autrement dit, lorsque la teneur en muscovite varie de 14 à 24%, la valeur de n_c augmente respectivement de 0,78 à 0,89 et de 0,95 à 1,08 des pourcentages solides de 70% et 74%. Pour les mêmes pourcentages solides de RPC préparés avec les deux résidus, les valeurs de n_c semblent proches pour les mêmes teneurs en muscovite.

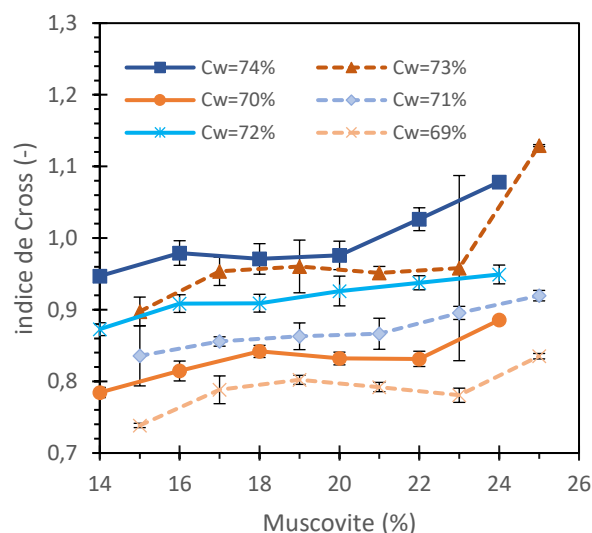


Figure 5.7 Impacts du pourcentage solide et de la teneur muscovite sur l'indice n_c du modèle rhéologique de Cross pour des mélanges de RPC à base de résidus RW (courbes continues) et RL (courbes discontinues).

5.5 Effet du liant sur les propriétés rhéologiques des RPC

Nous avons comparé deux RPC comportant le même résidu, mais avec deux types de liants différents : le ciment HE et le liant binaire GU20/Slag80. Il est essentiel de maintenir une proportion constante de liant de $B_w = 5\%$ afin d'observer l'effet du type de liant sur les propriétés rhéologiques des RPC. Cette première étude sert de résultats de référence pour l'étude de l'effet de la muscovite sur les propriétés rhéologiques des RPC à base de liant HE.

5.5.1 Effet du type de liant sur la consistance des RPC témoins (15% de muscovite)

La figure 5.8 présente l'affaissement au cône d'Abrams en fonction du pourcentage solide pour des mélanges de RPC à base de résidus LR et de deux types de liants différents avec GU/Slag et HE. On constate que les valeurs d'affaissement des deux types de recettes réagissent par décroissance avec l'augmentation du pourcentage solide selon une fonction linéaire. Comme vu précédemment sur la figure 4.9 dans le chapitre 4, l'affaissement des RPC RL à base de GU/Slag baisse de 27,7 cm à 10,2 cm respectivement pour les pourcentages solides allant de 66,3% à 74,3%. Quant aux mélanges de RPC avec ciment HE, l'affaissement au cône standard montre aussi une diminution, mais cette fois-ci avec une droite légèrement plus basse que celle avec le GU/Slag. Les valeurs baissent de 25cm à 13,5cm respectivement pour des C_w de 68,2% et 72,3% (voir ANNEXE A).

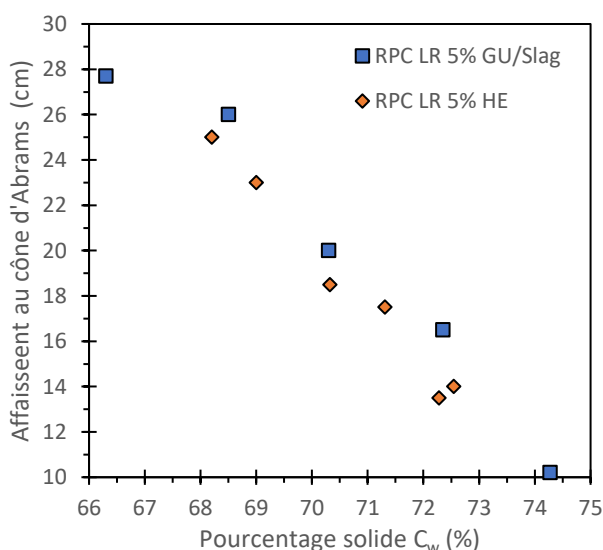


Figure 5.8 Effet du type de liant sur l'affaissement au cône d'Abrams des mélanges de RPC.

La figure 5.9 exprime le seuil de cisaillement en fonction du pourcentage solide pour différents mélanges déduit des rhéogrammes obtenus des essais rhéologiques. La variation du τ_0 est observée pour les deux types de RPC à base de liant GU/Slag et HE. On remarque que, comme pour les mélanges à base de résidus RW, la présence de liant fait grimper les valeurs du seuil de cisaillement. Cependant, avec la présence de liant GU/Slag, τ_0 est en moyenne de 33 Pa, 57 Pa et 96 Pa pour des C_w de 68,7 %, 70,4 % et 72,2 % dans cet ordre. Cependant, concernant les mélanges de RPC

constitués de ciment HE, on constate des valeurs de τ_0 plus importantes avec 30 Pa, 59 Pa, 74 Pa et 131 Pa respectivement pour 66,7 %, 69,6 %, 70,4 % et 72,3 % solide.

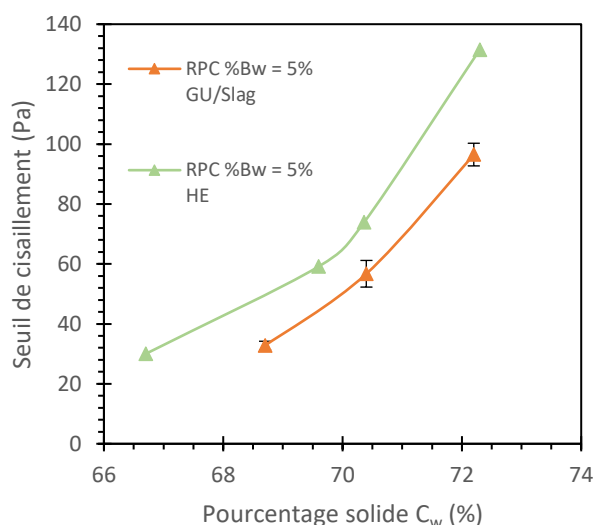


Figure 5.9 Impact du type de liant sur le seuil de cisaillement des RPC à base de résidus miniers RL (15% de muscovite).

5.5.2 Effet de la muscovite sur le comportement rhéologique des RPC à base d'un autre liant (HE)

Des essais rhéologiques préliminaires (Voir ANNEXE F) ont été faits sur des mélanges confectionnés à base de résidus RL, 5% de ciment HE, de l'eau de mélanges et une variation du pourcentage en muscovite allant de 15% à 19% comme la section 3.3.3 l'explique. Les pourcentages solides des mélanges variaient entre 67 % et 71%. Les propriétés rhéologiques obtenues sont comparées à ceux obtenus avec le liant GU/Slag (voir Chap. 4). La figure 5.9 illustre les différentes propriétés rhéologiques en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite.

Les seuils de cisaillement obtenus pour les mélanges de RPC avec différentes teneurs en muscovite X en fonction du pourcentage solide sont présentés sur la figure 5.10a. Pour les deux types de liants utilisés dans la préparation de RPC, une tendance similaire a été observée pour une teneur en muscovite donnée. Le seuil de cisaillement augmente avec l'augmentation de la teneur en

muscovite et du pourcentage solide. Par exemple, le seuil de cisaillement des mélanges contenant 15% de muscovite passe de 30 Pa pour $C_w = 66,7\%$ à 74 Pa pour $C_w = 70,4\%$. Pour des mélanges avec 19 % de muscovite, on constate bien l'effet de la muscovite avec le seuil de cisaillement qui passe de 48 Pa et 125,6 Pa lorsque C_w passe de 67,7% à 71,4%. Par comparaison, on remarque que pour une même teneur en muscovite et C_w proche, les valeurs du seuil de cisaillement des mélanges de RPC avec ciment HE sont légèrement plus élevées que celles des mélanges avec GU/Slag.

La figure 5.10b montre comment varie l'indice d'écoulement des mélanges de RPC avec 5% de HE (courbes continues) en fonction du pourcentage solide pour différentes teneurs en muscovite. L'indice n est aussi présenté pour les mélanges de RPC avec 5% de GU/Slag (courbes discontinues) dont le détail des résultats est montré à la section 4.3.2. On observe une même tendance en comparant les RPC avec les deux types de liant différents. De manière générale, on observe des augmentations de l'indice d'écoulement avec l'accroissement de la teneur en muscovite, cette augmentation dépend aussi du pourcentage solide du mélange de RPC, mais ces mélanges restent des fluides rhéofluidifiants ($n < 1$). Pour les mélanges de RPC avec 5% HE, la figure 5.9b montre qu'à 15% de muscovite n varie de 0,35 à 0,5 respectivement pour $C_w = 66,7\%$ et 70,4%. Pour 17% de muscovite, n passe respectivement de 0,4 à 0,6 pour C_w de 67,2% et 71%. Enfin pour une teneur de 19% de muscovite, n va 0,42 à 0,73 Pa.s respectivement pour C_w de 67,6% et 71,4%. À titre d'exemple, si on compare les courbes à 19% de muscovite, les valeurs de n des mélanges avec HE sont visiblement plus élevées que les valeurs de n des mélanges avec GU/Slag.

Finalement, la figure 5.10c illustre la variation de la viscosité dynamique à l'infini du modèle de Cross (η_∞) en fonction de la teneur en muscovite (X) des mélanges de RPC confectionnés avec du liant GU/Slag (courbes discontinues) et du ciment HE (courbes continues). Pour les pourcentages solides des mélanges avec HE étudiés, on observe une tendance générale dictant l'augmentation des valeurs de η_∞ lorsque le C_w et la teneur en muscovite augmentent, en accord avec les tendances observées sur les mélanges à base de GU/Slag (chapitre 4). Par exemple, pour une teneur en muscovite de 15%, la viscosité à l'infini passe de 0,28 Pa.s à 0,44 Pa.s respectivement pour les pourcentages solides de 69,6% et 70,4%. Pour 17% de muscovite, la η_∞ passe respectivement de 0,32 Pa.s à 0,83 Pa.s pour C_w de 69,6% et 71%. Enfin pour une teneur de 19% de muscovite, η_∞ va 0,31 Pa.s à 1,26 Pa.s respectivement pour C_w de 69,2% et 71,4%. Une comparaison des résultats

montre aussi qu'il y'a une légère augmentation de η_{∞} en présence de ciment HE par comparaison avec le liant GU/Slag.

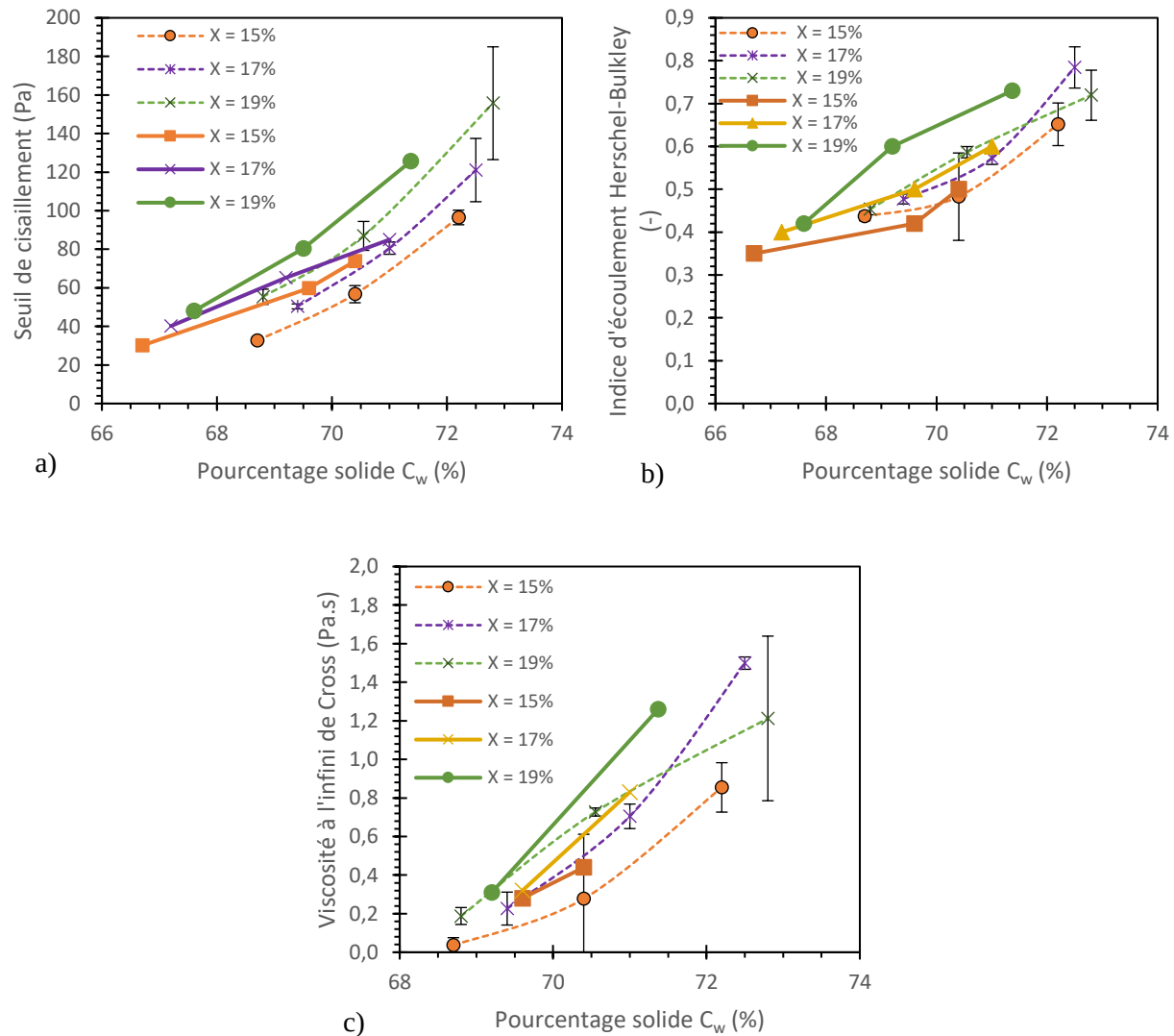


Figure 5.10 Influence du pourcentage solide sur : a) le seuil de cisaillement, b) l'indice d'écoulement et c) la viscosité dynamique à l'infini pour des mélanges de RPC à base de résidus RL contenant différentes teneurs en muscovite X : RPC à base de ciment HE (courbes continues) et b) RPC à base de liant GU/Slag (courbes discontinues).

5.6 Essais rhéologiques sur la muscovite pure

L'influence notable de la muscovite sur les propriétés rhéologiques des RPC a été documentée au chap. 4 et dans les sections précédentes de ce chapitre. Nous avons voulu isoler cette muscovite, un minéral anisotrope (voir section 2.6.2) dans le but d'observer le comportement rhéologique des pâtes monominérales (muscovite pure seule) dont les recettes sont montrées dans la section 3.3.3. Cette approche pourrait également compléter certaines études sur les suspensions de muscovite pure (voir figure 2.46 et 2.47), cette fois-ci à des pourcentages solides (C_w) plus élevés. Il est aussi essentiel d'examiner l'effet du liant sur la muscovite seule, comparé aux RPC. Ces essais ont pour but de comprendre l'impact de ce minéral dans un mélange de RPC. Il est évident que des mélanges de RPC ou de résidus avec 100% de muscovite ne reflète pas les réalités dans les mines. Ces essais se baseront sur une approche scientifique réductionniste, où l'on analyse un sous-système qui, dans notre cas, se trouve être la muscovite. Cela permettra de pousser la compréhension théorique et pratique de son effet les mélanges de RPC.

Des analyses rhéologiques ont été réalisées sur plusieurs pâtes de muscovite pure à des pourcentages solides variant entre 68 % et 76 %. Les résultats des essais simulant des résidus à 100% de muscovite sont comparés à ceux obtenus sur les résidus miniers utilisés seuls. Les courbes granulométriques de la muscovite utilisée et des résidus miniers sont comparées à la figure 3.12. En termes de granulométrie, les passants $P_{80\mu m}$ et un $P_{20\mu m}$ de la muscovite sujette aux essais rhéologiques dépendamment de C_w sont respectivement de 85 % et 52 %. De plus, l'impact de la granulométrie de la muscovite sur les propriétés rhéologiques a été étudié en variant le $P_{20\mu m}$ des pâtes entre 31% et 63% dans des pâtes de muscovite pures préparées avec un pourcentage solide autour de 72%.

5.6.1 Effet du pourcentage solide sur les propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite pure

Les graphiques de la figure 5.11 présentent les résultats des essais rhéologiques sur des pâtes de muscovite pure en termes de rhéogrammes (figure 5.11a) et de courbes de viscosité (figure 5.11b). On observe que les rhéogrammes sont des droites qui s'adaptent tant au modèle rhéologique de

Bingham qu'au modèle Herschel-Bulkley (voir ANNEXE E). Le seuil de cisaillement est dans certains cas très faible qu'on peut parler de fluides newtoniens. De plus, plus le pourcentage solide est élevé, plus la pente du rhéogramme est importante. Cette pente augmente de manière significative à partir d'une teneur en muscovite avec un pourcentage solide de 71%. Les courbes de viscosité indiquent aussi un impact plus prononcé sur la viscosité plastique de Bingham à partir de ce pourcentage solide.

Concernant les courbes de viscosité de la figure 5.11, on constate que plus le pourcentage solide de la muscovite est élevé, plus les valeurs de la viscosité dynamique sont importantes. De plus, quand remarque une certaine horizontalité des courbes à partir de 12 s^{-1} ce qui définit les fluides de type Bingham.

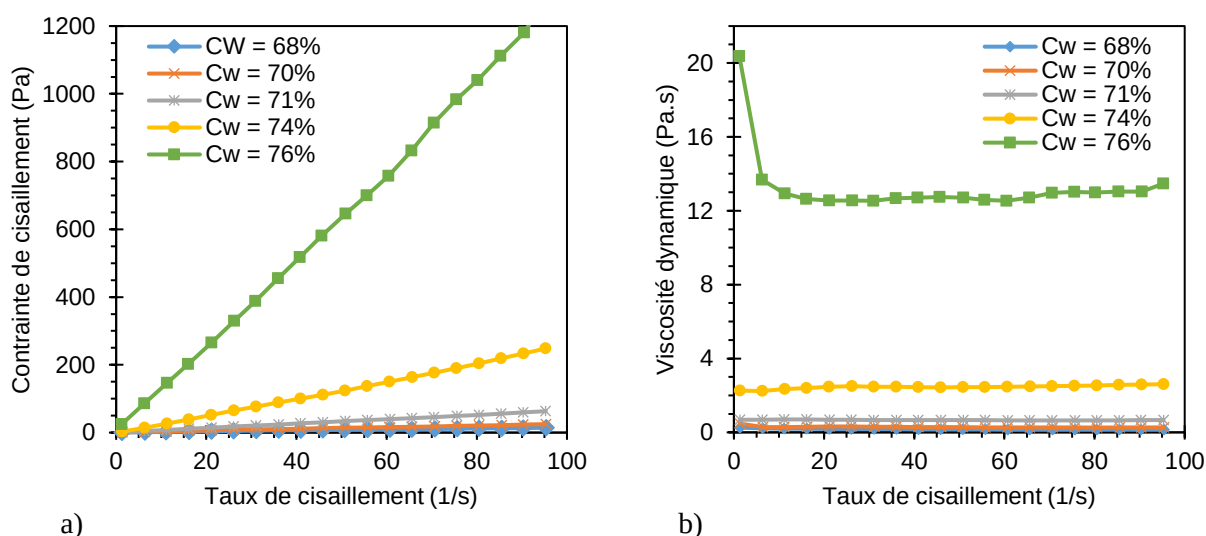


Figure 5.11 Résultats des essais rhéologiques sur des pâtes de muscovite pure à différents pourcentages solides: a) rhéogrammes et b) courbes de viscosité dynamique.

La figure 5.12a met en évidence l'évolution du seuil de cisaillement des différentes pulpes de muscovite pure en fonction du pourcentage solide comparé aux deux types de résidus étudiés seuls. On constate que la plupart des seuils de cisaillement pour des teneurs en muscovite inférieures à 74% sont proches de zéro, cela indique que les rhéogrammes débutent par l'origine et n'ont pas de seuil de cisaillement. Pour des C_w de 68,1% de 70,3%, les valeurs sont très proches de zéro avec 0,04 Pa et 0,05 Pa. Cependant pour des pourcentages solides de 72%, 74,1% et 76% les τ_0 sont

respectivement de 0,65 Pa, 2,51 Pa et 23,4 Pa. Comparés aux résidus miniers RL qui contiennent chacun 15% de muscovite, on remarque des seuils de cisaillement nettement plus importants pour des pourcentages solides analogues. Les pâtes de résidus RL montrent des τ_0 de 27,9 Pa, 43,4 Pa et 54,3 Pa en moyenne respectivement pour des C_w de 68,3%, 70% et 71,6%.

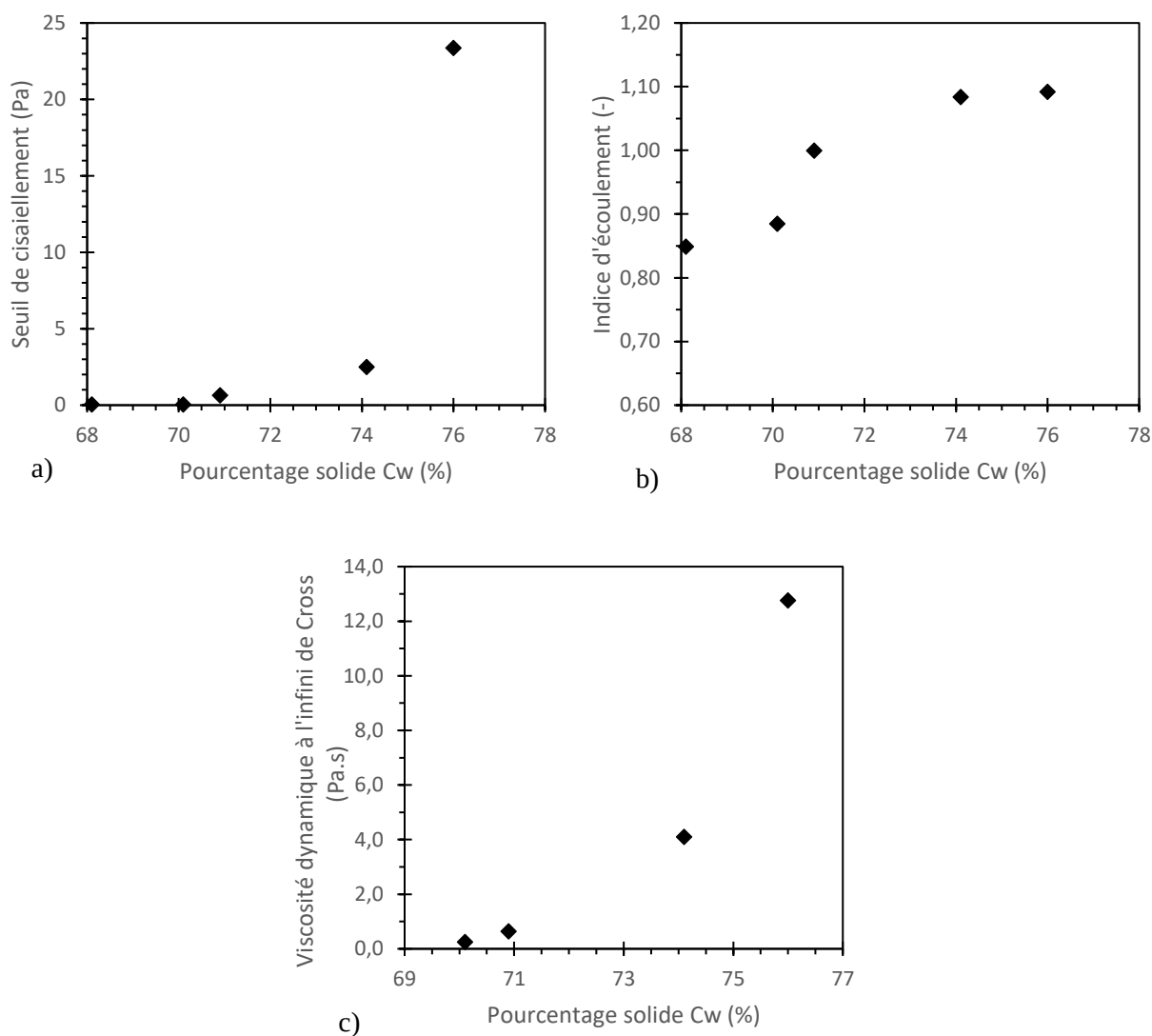


Figure 5.12 Effet du pourcentage solide sur des pâtes de muscovite pure sur : a) le seuil de cisaillement, b) l'indice d'écoulement n du modèle Herschel-Bulkley et c) la viscosité plastique de Bingham.

5.6.2 Effet de la granulométrie de la muscovite sur les propriétés rhéologiques des pâtes de muscovite pure

Les graphiques de la figure 5.13 illustrent les résultats des essais rhéologiques sur de la muscovite pure dont la granulométrie varie. Tous les mélanges de muscovite pure sont autour de 71,7 % solides avec un écart type de 0,2 %. La variable choisie dans ce cas d'étude est le $P_{20\mu m}$ qui est une caractéristique granulométrique importante dans l'évaluation de la performance des RPC (Landriault et al., 1996).

La figure 5.13a présente les courbes d'écoulement descendantes. Il s'agit de droites qui s'alignent avec le modèle rhéologique de Bingham et celui de Herschel-Bulkley. On observe que la diminution du pourcentage de fines ($P_{20\mu m}$) se traduit par l'augmentation de la pente des rhéogrammes. La figure 5.13b présente les courbes de viscosité. On observe que plus $P_{20\mu m}$ est grand, plus faibles sont les valeurs de la viscosité dynamique.

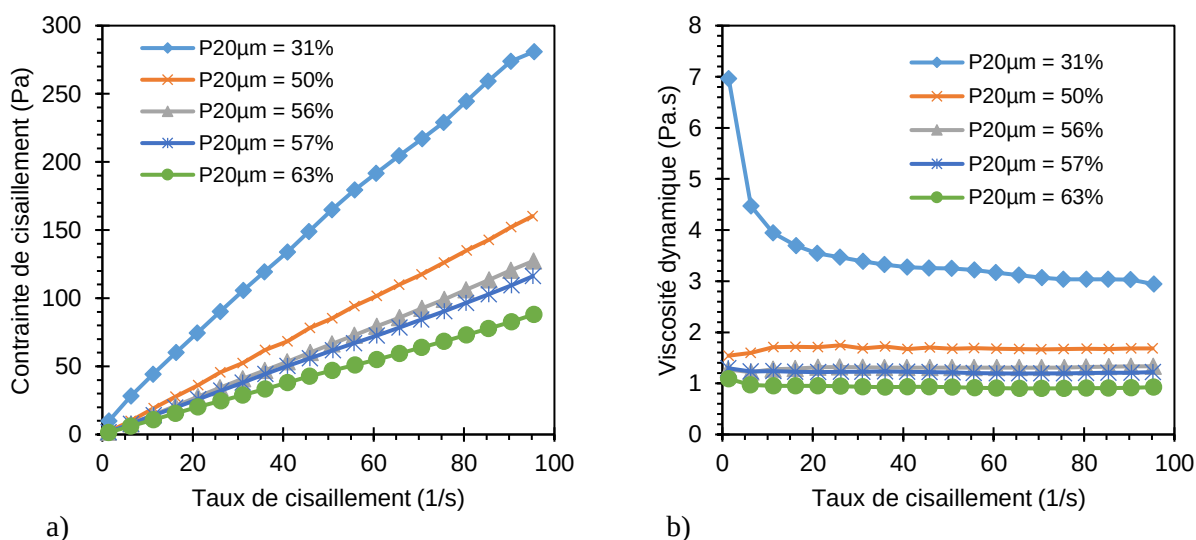


Figure 5.13 Résultats des essais rhéologiques sur des pâtes de muscovite pure (avec C_w autour de 71.7%) dont la granulométrie varie, sous forme de : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité dynamique.

La figure 5.14a met en évidence l'effet du $P_{20\mu m}$ sur le seuil de cisaillement du modèle de Bingham pour des pulpes de muscovite pure. On observe une diminution significative du τ_0 dépendamment

de l'accroissement du pourcentage de fine de la muscovite. Les valeurs de τ_0 baissent à partir de 13,4 Pa pour un $P_{20\mu m}$ de 31,2% vers des seuils proches de zéro avec 0,50 Pa, 0,46 Pa et 0,73 Pa respectivement pour des $P_{20\mu m}$ de 49,6 %, 57,3% et 63%.

La figure 5.14b illustre l'effet du $P_{20\mu m}$ sur l'indice d'écoulement du modèle Herschel-Bulkley pour des mélanges de muscovite pure.

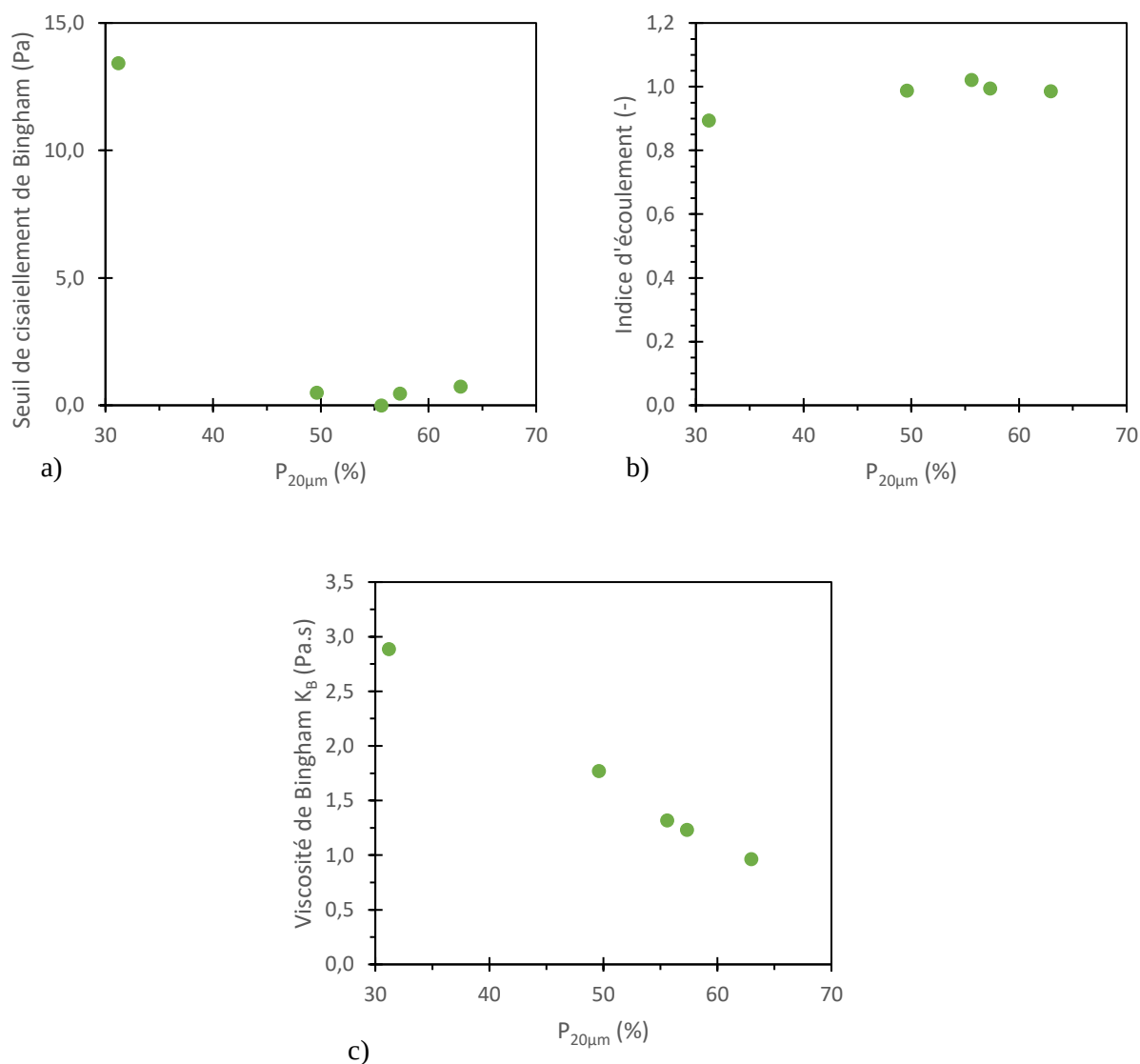


Figure 5.14 Effet du $P_{20\mu m}$ sur : a) le seuil de cisaillement Bingham, b) l'indice d'écoulement du modèle Hersche-Bulkley et c) la viscosité plastique de Bingham des pâtes de muscovite pures.

On remarque une légère augmentation de n avec l'élévation du pourcentage de particules inférieur à $20\text{ }\mu\text{m}$ de la muscovite. L'indice d'écoulement s'accroît à partir de 0,85 vers 0,99 respectivement pour un $P_{20\mu\text{m}}$ allant de 31,2 % vers 63 %. Les pâtes de muscovite comportent des indices n proche de 1,00 ce qui confère à leurs rhéogrammes une adaptation au modèle rhéologique pour les fluides de type Bingham. La figure 5.13c nous renseigne sur la viscosité dynamique du modèle Bingham en fonction du $P_{20\mu\text{m}}$. La viscosité plastique de Bingham diminue avec l'augmentation du $P_{20\mu\text{m}}$ on 2,88 Pa, 1,77 Pa, 1,32 Pa, 1,23 Pa et 0,96 Pa respectivement pour des $P_{20\mu\text{m}}$ de 31,2 %, 49,6 %, 55,6 %, 57,3 % et 63 %.

5.7 Essais rhéologiques sur d'une pâte de muscovite cimentée

L'intérêt d'étudier le comportement rhéologique d'une pâte de muscovite cimentée réside dans le but de simuler un mélange irréaliste de remblai comportant des résidus à 100% de muscovite. L'objectif ici est d'observer comment le liant influe sur la rhéologie de la muscovite. Au départ, un mélange de muscovite cimenté ($P_{20\mu\text{m}} = 52\%$), avec C_w de 72% et 5% de GU/Slag a été visé, mais cela donnait une pâte très consistante de manière que les essais rhéologiques se sont déroulés difficilement et les résultats comportaient des erreurs trop importantes (section 3.3.3). L'ajout d'eau au mélange était nécessaire pour l'apporter à une fluidité mesurable avec un C_w autour de 65,4 %. Malgré cela, l'erreur des mesures moins grande, mais reste notable, Comme l'illustre la figure 5.14.

La figure 5.15a présente les résultats des essais rhéologiques d'un mélange de muscovite cimentée à 65,4 % solide avec 5% de GU/Slag. Pour comparaison, les résultats d'une pâte de muscovite sans liant à $C_w = 68\%$ et ceux d'un mélange de RPC avec la même proportion en liant et C_w de 66,6 % sont aussi présenté sur la figure. Il apparaît que les contraintes de cisaillement de la muscovite cimentée sont très élevées comparées au mélange de RPC. Concernant la variabilité de la viscosité, la figure 5.15b illustre l'évolution de la viscosité dynamique en fonction du taux de cisaillement pour les deux matériaux étudiés. Le seuil de cisaillement de la muscovite cimentée est autour de 96,6 Pa en moyenne avec un écart type de 32,7 Pa. Son indice d'écoulement issu du modèle Herschel-Bulkley est de 0,26 avec un écart type de 0,06. Comparativement, le mélange de RPC a un τ_0 de 10,45 Pa avec un écart type de 0,14 Pa et un indice n de 0,43 avec un écart type de 0,01. On constate que la muscovite cimentée ou le RPC à base de résidus à 100% de muscovite comporte

des propriétés rhéologiques plus élevées que celle de RPC à base de 15% de muscovite, ce qui confirme encore plus les résultats du chapitre 4.

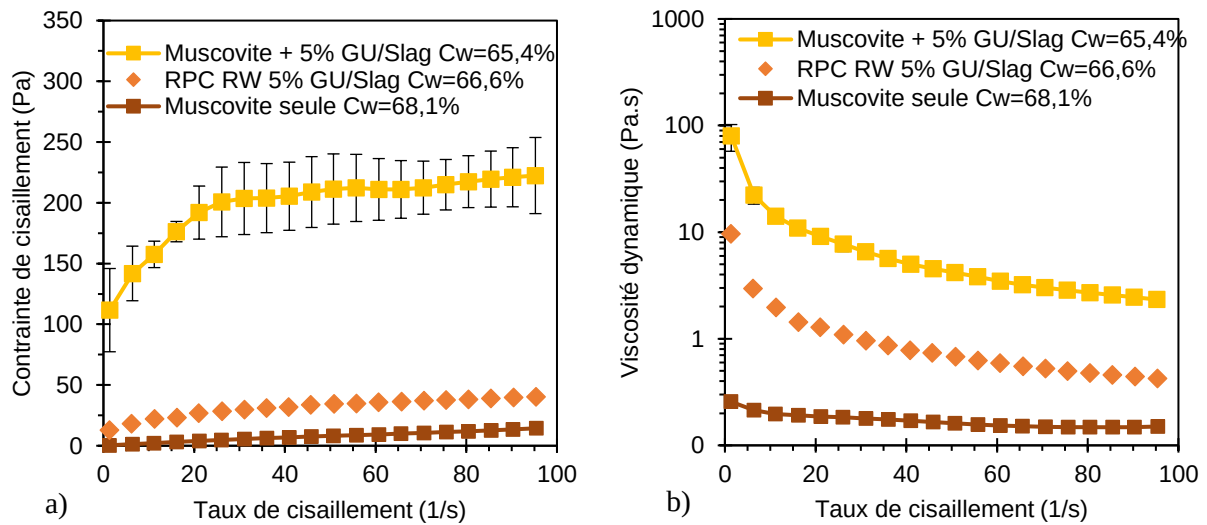


Figure 5.15 Résultats des essais rhéologiques sur la muscovite cimentée et un mélange de RPC en termes de : a) rhéogrammes b) courbes de viscosité dynamique.

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

6.1 Conclusions

Cette étude vise à évaluer l'impact combiné de la variabilité de la teneur en muscovite dans les résidus utilisés pour la préparation du remblai minier en pâte cimentée (RPC) et de leur pourcentage solide sur leurs propriétés rhéologiques et leur consistance. Il a été observé que pour une teneur en muscovite donnée, l'augmentation du pourcentage solide dans les mélanges de RPC réduit l'affaissement au cône. Par ailleurs, cette augmentation du pourcentage solide entraîne une hausse du seuil de cisaillement, de l'indice d'écoulement et de la viscosité à l'infini. À pourcentage solide constant, une augmentation de la teneur en muscovite dans les mélanges de RPC diminue l'affaissement au cône d'Abrams, tout en augmentant le seuil de cisaillement, l'indice d'écoulement selon le modèle d'Herschel-Bulkley et la viscosité à un taux de cisaillement tendant vers l'infini selon le modèle de Cross. Les mêmes tendances ont été observées vis-à-vis de la variation du pourcentage solide et des teneurs en muscovite sur des recettes de RPC avec un liant différent. Les mélanges de RPC avec ciment HE donnaient des valeurs de propriétés rhéologiques (τ_0 , n , η_∞) légèrement plus importantes que les mélanges de RPC avec GU/Slag pour une proportion en liant, un pourcentage solide et une teneur en muscovite relativement similaire.

De plus, les valeurs d'hystérésis entre les rhéogrammes ascendants et descendants s'élèvent avec l'augmentation du pourcentage solide ainsi qu'avec la hausse de la teneur en muscovite dans les mélanges de RPC. Cela indique que plus le pourcentage solide et la teneur en muscovite sont élevés, plus la contrainte de cisaillement devra être importante afin de réorganiser et orienter les grains et feuillets compostant le mélange suivant le mouvement du cisaillement.

Concernant le paramètre K_{HB} du modèle Herschel-Bulkely, nous avons constaté une diminution des valeurs avec l'augmentation du pourcentage solide. En termes de variation de la teneur en muscovite, il a été difficile d'interpréter les résultats du fait que les valeurs de K_{HB} comportent différentes tendances dépendamment du pourcentage solide de mélange de RPC. Nous avons aussi remarqué une diminution de l'indice n_c du modèle de Cross vis-à-vis de l'augmentation de la proportion en muscovite et l'accroissement du pourcentage solide.

Pour maintenir la fluidité ou l'affaissement souhaité, l'ajout d'eau au mélange est nécessaire, ce qui réduit le pourcentage solide et, par conséquent, le rapport eau/ciment pour un pourcentage de liant constant, pouvant ainsi diminuer la résistance mécanique. Même en maintenant l'affaissement cible, le seuil de cisaillement reste plus élevé avec des pourcentages croissants de muscovite. Les résultats de cette étude fournissent un outil procédural pour estimer les quantités d'eau et de liant nécessaires dans le mélange RPC afin de garantir la fluidité et de maintenir le rapport eau/ciment ciblé, déterminé lors de la formulation des recettes de RPC. Il est recommandé de réaliser cette formulation avec des résidus contenant la teneur maximale attendue en muscovite.

l'effet de la présence et du type de liant sur les propriétés rhéologiques ainsi que les résultats rhéologiques des pâtes monominérales de muscovite nous ont permis d'avoir une compréhension globale sur de l'impact de chaque variable entrant dans la composition des RPC. La présence de liant GU-Slag ou HE a un impact sur la rhéologie des pâtes de RPC comparé aux résidus seuls. Cette présence engendre de la plus grande contrainte de cisaillement et de viscosité dynamique en fonction d'un intervalle de taux de cisaillement. L'effet du type de liant a été observé en comparant le ciment HE généralement utilisé dans la confection des RPC dans les sites miniers nordiques et le et le liant binaire GU/Slag grandement utilisé dans la plupart des mines en Abitibi. Il a été constaté que les mélanges de RPC composés de ciment HE réalisés donnaient des contraintes de cisaillement et viscosité dynamique plus importante comparée aux mélanges de RPC avec GU/Slag. De plus, les mélanges de RPC avec HE montraient aussi des seuils de cisaillement plus grands comparativement aux mélanges avec GU/Slag.

Afin de mieux comprendre l'effet du type de liant quelques essais d'affaissement au cône d'Abrams ont fait ressortir que les mélanges de RPC avec ciment HE donnaient des affaissements légèrement plus faibles que les affaissements des mélanges de RPC avec liant GU/Slag.

Les essais rhéologiques sur les pâtes de muscovite pure ont donné que l'augmentation du pourcentage solide se résume par l'accroissement des propriétés rhéologiques telles que les mélanges de RPC. La différence est que les pâtes de muscovite pure réagissaient aux cisaillements par des rhéogrammes linéaires s'adaptant autant avec le modèle Herschel-Bulkley qu'avec le modèle de Bingham contrairement aux RPC et résidus miniers suivaient plus le modèle Herschel-Bulkley. Le seuil de cisaillement de la muscovite pure augmente graduellement avec

l'augmentation du pourcentage solide, mais reste néanmoins très faible par rapport aux résidus seuls. Les valeurs de l'indice d'écoulement du modèle Herschel-Bulkley augmentent légèrement avec le pourcentage solide, mais se trouvent généralement autour de 1,00, ce qui caractérise les fluides de type Bingham. À titre d'exemple les résidus quant à eux comme les remblais ont des indices relativement plus faibles et augmentent avec le pourcentage solide, mais restent souvent dans la plage des fluides de type rhéofluidifiant. La viscosité à l'infini augmente aussi graduellement avec le pourcentage solide, mais reste légèrement plus faible comparée aux résidus seuls. Pour ajouter, une caractéristique propre aux fluides de type Bingham, les pâtes de muscovite pures montrent des viscosités Bingham qui augmentent graduellement avec l'augmentation du pourcentage solide ce qui correspond à la pente des radiogrammes de ces mélanges. Étant donné que la granulométrie était un point majeur dans les différentes études de ce projet de recherche, l'effet du pourcentage de particules inférieures à 20 μm sur les propriétés rhéologiques de différentes pâtes de muscovite pure a été examiné. De cette investigation découle plusieurs observations, l'une d'elles est la confirmation que d'autres granulométries de la muscovite donnaient des rhéogrammes qui s'adaptent aussi aux modèles Herschel-Bulkley et celui de Bingham. Il est remarqué que l'augmentation du $P_{20\mu\text{m}}$ se traduit par la diminution de la viscosité de Bingham c'est-à-dire des pentes des radiogrammes résultants. Aussi, l'augmentation du pourcentage des fines fait baisser le seuil de cisaillement Bingham ainsi que la viscosité à l'infini de Cross. Par ces deux observations, il est remarqué que l'effet du pourcentage solide est plus important que celui du $P_{20\mu\text{m}}$ concernant l'augmentation des contraintes de cisaillement et des viscosités dynamiques.

Dans le but d'observer l'effet du liant sur la muscovite pure, un mélange de muscovite pure et une proportion de GU/Slag a été préparés. Il a été constaté que le cisaillement de la pâte de muscovite cimentée résultait en des contraintes de cisaillement et viscosité dynamiques plus importantes comparées à un mélange de RPC avec un C_w voisin. On le voit aussi avec un seuil de cisaillement plus grand, mais un indice d'écoulement légèrement inférieur comparativement au mélange de RPC. Le liant a procuré le caractère rhéofluidifiant en baissant l'indice d'écoulement.

6.2 Recommandations

Le projet de recherche réalisé nous a permis de confirmer et de comprendre comment la présence de muscovite présente à des teneurs variables dans les résidus peut influencer sur la consistance et les propriétés rhéologiques des RPC. Cependant, plusieurs aspects restent inexplorés. Ceux-ci pourraient servir de pistes de recherche pour procurer des éléments de compréhension plus poussés dans le but de compléter les résultats présentés dans ce document. À cet effet, quelques recommandations sont proposées pour des travaux de recherche futurs.

- Étude de l'effet des phyllosilicates : Notre projet s'était focalisé sur un seul type de phyllosilicate qui se trouve être la muscovite. Néanmoins, il existe d'autres phyllosilicates qui se retrouvent aussi dans les résidus miniers, notamment ceux du groupe des chlorites, les serpentines et même les minéraux argileux. D'après la littérature, dépendamment du type de morphologie des phyllosilicates (planaire, fibreux ou gonflant), on trouvera différents comportements rhéologiques de ces phyllosilicates en suspension. Il serait important de classer chaque phyllosilicate en termes d'influence sur les propriétés rhéologiques des RPC. Pour cela il faudrait suivre la méthodologie développée pour la muscovite et l'appliquer à des minéraux différents.
- Étude de l'effet de la chimie de l'eau de mélange : Dans cette étude nous avons utilisé l'eau du robinet pour la préparation des différents mélanges de RPC. Il faudrait voir si en réalisant des essais avec l'eau de procédé dans le cas où elle serait utilisée pour la fabrication des RPC sur le terrain. Il pourrait y avoir une interaction de l'eau de procédé avec la muscovite.
- Étude de l'effet de la température : Il faudrait ainsi examiner l'effet de la variation de la température sur les propriétés rhéologiques des RPC pour différente teneur en muscovite et en autres phyllosilicates. En effet, la température du RPC peut varier beaucoup entre l'usine de préparation en surface et les chantiers à remblayer sous terre. Cette variation de température dépend principalement de la température initiale du RPC, sa recette, la profondeur du chantier et le débit d'écoulement. Le but est de voir si les changements de température pourraient atténuer ou accentuer l'effet de la muscovite et d'autres phyllosilicates.

- Étude de l'effet du pH : Les essais dans ce projet ont été faits à un pH alcalin du fait de la présence de liant. D'après plusieurs recherches, le pH influe beaucoup sur les interactions entre les particules en suspension (voir chapitre 2). Les phyllosilicates réagissent beaucoup aux variations du pH à cause de leur anisotropie de charge de surface. De plus, ils réagissent de manière différente en comparaison des autres silicates dits isotropes. Il serait intéressant de voir l'effet de la variation du pH sur les propriétés rhéologiques des résidus contenant différentes teneurs en muscovite et en autres phyllosilicates. Ceci serait important pour le design du transport en pipeline des résidus (pulpes, épaissis ou en pâte) vers les aires d'accumulation de ces rejets.
- Réalisation des essais d'écoulement en boucle : Ces essais seraient cruciaux dans l'intérêt investiguer, à grande échelle, l'ampleur de l'influence de la muscovite et d'autres phyllosilicates sur les pertes de charge et ainsi les corrélérer avec pertes de charge estimées à partir des propriétés rhéologiques.
- Étude de l'impact du pourcentage de liant B_w : en termes de recette de RPC, ce projet s'est focalisé sur une seule proportion de liant (5%). Il est possible que le pourcentage de liant impacte grandement la consistance et le comportement rhéologique de RPC contenant des teneurs variables en muscovite et autres phyllosilicates.

L'étude de l'effet de la muscovite sur les propriétés mécaniques de RPC n'est pas proposée dans les recommandations, car cet aspect fait partie d'un autre projet complémentaire déjà en cours de réalisation à l'IRME.

RÉFÉRENCES

- Amri, M., Belem, T., Mrad, H., Gélinas, L., & Masmoudi, F. (2023). Prediction of the mechanical properties of cemented paste backfill using artificial intelligence approaches. *Paste 2023: Proceedings of the 25th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings* (p. 233-243).
- ASTM-C143. (2015). Standard Test Method for Slump of Hydraulic-Cement Concrete - C143/C143M – 15a.
- Au, P.-I., Siow, S.-Y., Avadiar, L., Lee, E.-M., & Leong, Y.-K. (2014). Muscovite mica and koalin slurries: Yield stress–volume fraction and deflocculation point zeta potential comparison. *Powder Technology*, 262, 124-130.
- Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002a). Environnement et gestion des rejets miniers. *Presses Internationales Polytechnique*.
- Aubertin, M., Fala, O., Bussière, B., Martin, V., Campos, D., Gamache-Rochette, A., Chapuis, R. (2002c). Analyse des écoulements de l'eau en conditions non saturées dans les haldes à stériles. *Défis et Perspectives : Symposium*.
- Aubertin, M., Mbonimpa, M., Jolette, D., Bussière, B., Chapuis, R., James, M., & Riffon, O. (2002b). Stabilité géotechnique des ouvrages de retenue pour les résidus miniers: problèmes persistants et méthodes de contrôle. *Défis et Perspectives: Symposium*.
- Bailey, S. (1980). Summary of recommendations of AIPEA nomenclature committee. *Clay Minerals*, 15(1), 85-93.
- Barnes, H. (1989). Shear-thickening (“Dilatancy”) in suspensions of nonaggregating solid particles dispersed in Newtonian liquids. *Journal of Rheology*, 33(2), 329-366.
- Barnes, H., & Carnali, J. (1990). The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials. *Journal of Rheology*, 34(6), 841-866.
- Barnes, H. A., & Nguyen, Q. D. (2001). Rotating vane rheometry—a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 98(1), 1-14.

- Baudez, J.-C., & Coussot, P. (2001). Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: application to pasty sewage sludges. *Journal of Rheology*, 45(5), 1123-1139.
- Belem, T., & Benzaazoua, M. (2008). Design and application of underground mine paste backfill technology. *Geotechnical and Geological Engineering*, 26, 147-174.
- Belem, T., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2000). Mechanical behaviour of cemented paste backfill. *Proc. of 53rd Canadian Geotechnical Conference, Montreal* (p. 373-380).
- Belem, T., Benzaazoua, M., & Bussière, B. (2003). Utilisation du remblai en pâte comme support de terrain. Partie I: De sa fabrication à sa mise en place sous terre. Symp. int. *Après-mines, GISOS*, Gisos ed., Nancy, France (p. 5-7).
- Benzaazoua, M., Belem, T., & Bussiere, B. (2002). Chemical factors that influence the performance of mine sulphidic paste backfill. *Cement and Concrete Research*, 32(7), 1133-1144.
- Benzaazoua, M., Belem, T., Ouellet, S., & Fall, M. (2003). Utilisation du remblai en pâte comme support de terrain. Partie II: comportement à court, à moyen et à long terme. *Proceedings of Après-mines*.
- 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., Fall, M., & Ouellet, S. (2004). Étude pluridisciplinaire visant à mettre au point un outil expert pour la prédiction du comportement des remblais en pâte. *Rapport IRSST*.
- Bingham, E. C. (1917). An investigation of the laws of plastic flow. *US Government Printing Office*.
- Bird, R. B., & Marsh, B. D. (1968). Viscoelastic hysteresis. part i. model predictions. *Transactions of the Society of Rheology*, 12(4), 479-488.
- Boger, D. V. (2009). Rheology and the resource industries. *Chemical Engineering Science*, 64(22), 4525-4536.

- Bouzaïene, R. (1995). On the flow mechanics of Mine Backfill Slurries in pipelines. A thesis submitted to the Faculty of Graduate Studies and Research, *Department of Mining and Metallurgical Engineering*, McGill University.
- Brackebusch, F. (1995). Basics of paste backfill systems. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics Abstracts* (vol. 3, p. 122A).
- Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 60(2), 309-319.
- Burdukova, E., Becker, M., Ndlovu, B., Mokgethi, B., & Deglon, D. (2008). Relationship between slurry rheology and its mineralogical content. 24th Int. *Minerals Processing Congress*, China (p. 2169-2178).
- Burdukova, E., Bradshaw, D., & Laskowski, J. (2007). Effect of CMC and pH on the rheology of suspensions of isotropic and anisotropic minerals. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 46(3), 273-278.
- Bussière, 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.
- Bussière, B., & Guittonny, M. (2020). Hard rock mine reclamation: from prediction to management of acid mine drainage. *CRC Press*.
- Bussière, B., Lelièvre, J., Ouellet, J., & Bois, D. (1995). Utilisation de résidus miniers désulfurés comme recouvrement pour prévenir le DMA: analyse technico-économique sur deux cas réels. Proceedings of Sudbury'95, *Conference on Mining and the Environment*, Ed. Hynes TP & Blanchette MC, Sudbury, Ontario (vol. 1, p. 59-68).
- Carty, W. M. (2001). The colloidal nature of kaolinite. *Materials & Equipment/Whitewares: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 31-31.
- Caupers, D., Byrne, M., Lindqvist, M., & Newman, P. (1998). Flow loop testing of different paste mixtures at Neves Corvo Mine, Portugal. Minefill'98, *Proceedings of the Sixth International Symposium on Mining with Backfill* (p. 14-16).

- Chapman, G. P., & Roeder, A.R (1970). The effects of sea-shells in concrete aggregates. *Concrete* 4 (2), London, 71-79.
- Chi, H., Wang, C., Tian, Y., Xie, Z., Yuan, Q., Chen, Z., & Zhu, X. (2024). Unraveling Polycarboxylate Superplasticizer (PCE) Compatibility in Muscovite-Blended Cement Paste Through Aggregation Mechanisms. *Journal of Building Engineering*, 110133.
- Christensen, G. (1991). Modelling the flow of fresh concrete: the slump test. Princeton University.
- Clark, Vickery, J., & Backer, R. R. (1995). Transport of total tailings paste backfill: results of full-scale pipe test loop pumping tests. *U.S. Department of the Interior*.
- Clark, I. (1988). The properties of hydraulically placed backfill. *Proceedings of Backfill in South African Mines*, 15-33.
- Clayton, S., Grice, T., & Boger, D. (2003). Analysis of the slump test for on-site yield stress measurement of mineral suspensions. *International Journal of Mineral Processing*, 70(1-4), 3-21.
- Coe, H. (1916). Methods for determining the capacities of slime settling tanks. *Transactions American Institute of Mining Engineering*, 55.
- Coussot, P., & Ancey, C. (1999). Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes. *Physical Review E*, 59(4), 4445.
- Coussy, S. (2011). Stabilisation de rejets miniers pollués à l'arsenic à l'aide de sous-produits cimentaires: étude de l'influence de la cristallogénie sur le risque de mobilisation des polluants. *Thèse de doctorat*, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (Canada).
- Couture, J., & Goutier, J. (1996). Gisements métalliques du district de Rouyn-Noranda. Métallogénie et évolution tectonique de la région de Rouyn-Noranda. *Ministère des Ressources Naturelles du Québec*, 96-06.
- Cross, M. M. (1965). Rheology of non-Newtonian fluids: a new flow equation for pseudoplastic systems. *Journal of Colloid Science*, 20(5), 417-437.
- Crowder, J. J. (2004). Deposition, consolidation, and strength of a non-plastic tailings paste for surface disposal. *PhD Thesis*. Department of Civil Engineering, University of Toronto.

- Danielsen, S. W., & Rueslåtten, H. G. (1984). Feldspaths et micas, une cle pour la qualite des sables à béton. *Bulletin de l'Association Internationale de Géologie de l'ingénieur*, 2(30).
- de La Calle, C., Dubernat, J., Suquet, H., & Pezerat, H. (1980). Ordre et désordre dans l'empilement des feuillets de phyllosilicates 2: 1 hydratés. *Bulletin de Minéralogie*, 103(3), 419-428.
- De Souza, E., Archibald, J., & Dirige, A. (2003). Economics and perspectives of underground backfill practices in Canadian mining. 105th annual general meeting of the Canadian institute of mining, *Metallurgy and Petroleum*, Montreal, Canada, 15p.
- del-Mazo-Barbara, L., & Ginebra, M.-P. (2021). Rheological characterisation of ceramic inks for 3D direct ink writing: A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(16), 18-33.
- Derjaguin, B. (1993). A theory of interaction of particles in presence of electric double layers and the stability of lyophobic colloids and disperse systems. *Progress in Surface Science*, 43(1-4), 1-14.
- Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Aubertin, M. (2009). Les effets d'amendements alcalins sur des résidus miniers sulfureux entreposés en surface: Cas des dépôts en pâte. *Déchets - Revue Francophone d'Écologie Industrielle - N° 54*, 19-30.
- Dewar, J. (1963). Effect of mica in the fine aggregate on the water requirement and strength of concrete. *Cement and Concrete Association*.
- Dikonda, R. K., Mbonimpa, M., & Belem, T. (2021a). Specific mixing energy of cemented paste backfill, Part I: Laboratory determination and influence on the consistency. *Minerals*, 11(11), 1165.
- Dikonda, R. K., Mbonimpa, M., & Belem, T. (2021b). Specific mixing energy of cemented paste backfill, Part II: Influence on the rheological and mechanical properties and practical applications. *Minerals*, 11(11), 1159.
- Dubé, B., Gosselin, P., Mercier-Langevin, P., Hannington, M., & Galley, A. (2007). Gold-rich volcanogenic massive sulphide deposits. Geological Association of Canada, *Mineral Deposits Division*, 75-94.

- Durovic, S. (1994). Classification of phyllosilicates according to the symmetry of their octahedral sheets. *Ceramics- Silikaty*, 38(2), 81-84.
- Dzuy, N. Q., & Boger, D. V. (1985). Direct yield stress measurement with the vane method. *Journal of Rheology*, 29(3), 335-347.
- EFNARC. (2002). Specification and Guidelines for Self-Compacting Concrete. (ISBN 0 9539733 4 4). <https://doi.org/https://doi.org/0953973344>
- Ethier, M.-P., Bussière, B., Aubertin, M., Maqsoud, A., Demers, I., & Broda, S. (2018). In situ evaluation of performance of reclamation measures implemented on abandoned reactive tailings disposal site. *Canadian Geotechnical Journal*, 55(12), 1742-1755.
- Fala, O., Aubertin, M., Molson, J., Bussière, B., Wilson, G.W., and Martin, V 2003. Numerical modeling of unsaturated flow in uniform and heterogeneous waste rock pile. In *Proceeding of 6th International Conference of Acid Rock Drainage (ICARD): Application and sustainability of technologies*, Cairns, Australia, 14-17. Edited by T. Farrell and G. Taylor. *Australian Institute of Mining and Metallurgy (AusIMM)*, Carlton South, Australia. Pp. 895-902.
- Farsangi, P. N. (1996). Improving cemented rockfill design in open stoping. PhD Thesis, *Department of Mining and Metallurgical Engineering*, McGill University.
- Fernandes, V., Purnell, P., Still, G., & Thomas, T. (2007). The effect of clay content in sands used for cementitious materials in developing countries. *Cement and Concrete Research*, 37(5), 751-758.
- Ferraris, C. F., & de Larrard, F. (1998). Modified slump test to measure rheological parameters of fresh concrete. *Cement, Concrete, and Aggregates*, 20(2), 241-247.
- Franks, G. V., Zhou, Z., Duin, N. J., & Boger, D. V. (2000). Effect of interparticle forces on shear thickening of oxide suspensions. *Journal of Rheology*, 44(4), 759-779.
- Gowan, M., Lee, M., & Williams, D. (2010). Co-disposal techniques that may mitigate risks associated with storage and management of potentially acid generating wastes. *Mine Waste*

- 2010: *Proceedings of the First International Seminar on the Reduction of Risk in the Management of Tailings and Mine Waste* (p. 389-404).
- Green, H., & Weltmann, R. N. (1946). Equations of thixotropic breakdown for rotational viscometer. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition*, 18(3), 167-172.
- Hallbom, D. J. (2008). Pipe flow of homogeneous slurry, *University of British Columbia*.
- Hassani, F., & Archibald, J. (1998). Mine Backfill, CD-ROM, *Canadian Institute of Mine. Metal and Petrol*.
- Heirman, G. (2011). Modelling and quantification of the effect of mineral additions on the rheology of fresh powder type self-compacting concrete. *Arenberg Doctoral School of Science, Engineering and Technology*, 216-225.
- Herschel, W. H., & Bulkley, R. (1926). Konsistenzmessungen von gummi-benzollösungen. *Kolloid-Zeitschrift*, 39, 291-300.
- Hovhannissian, G. (2000). Signaux électriques, magnétiques et mécaniques associés à la percolation de l'eau en milieux saturés et non saturés, *Thèse de Doctorat*. Université Paris 6, p. 186. <https://www.theses.fr/2000PA066216>.
- Hu, C. (1995). Rhéologie des bétons fluides, *Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*.
- ISQ. (2018). Institut de la Statistique du Québec (ISQ). 2018. La production minérale au Québec en 2016. <http://www.stat.gouv.qc.ca/statistiques/mines/mines-chiffres-2018.pdf>
- James, M., Aubertin, M., & Bussière, B. (2013). On the use of waste rock inclusions to improve the performance of tailings impoundments. *Proceedings of the 18th International Conference Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, Paris, France (p. 2-6).
- Jewell, R. (2010). The evolution of paste and thickened tailings. *Australian Centre for Geomechanics Newsletter*, 35, 1-3.
- Kalonji, K. (2016). Étude des propriétés rhéologiques et du transport du remblai cimenté en pâte en conditions nordiques. *Mémoire de maîtrise*, UQAT.

- Kalonji, K., Mbonimpa, M., Belem, T., Ouellet, S., & G  linas, L. (2023). Numerical procedure for scaling up pressure loss from mini flow loop tests. *Paste 2023: Proceedings of the 25th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings* (p. 140-153).
- Khoshkbijari, R. K., Samimi, M. F., Mohammadi, F., & Talebitaher, P. (2020). Effects of Mica and Feldspar as partial cement replacement on the rheological, mechanical and thermal durability of self-compacting mortars. *Construction and Building Materials*, 263, 120149.
- Klein, C., & Dutrow, B. (2007). *Manual of mineral science*. John Wiley & Sons.
- Klein, C., & Hurlbut, C. S. (1999). *Manual of Mineralogy: With Tutorials on CD-ROM Version 2.0*.
- Kumari, N., & Mohan, C. (2021). Basics of clay minerals and their characteristic properties. *Clay Miner*, 24(1).
- Kwak, M., James, D. F., & Klein, K. A. (2005). Flow behaviour of tailings paste for surface disposal. *International Journal of Mineral Processing*, 77(3), 139-153.
- Landriault, D. (1995). Paste backfill mix design for Canadian underground hard rock mining. 97th Annual General Meeting of CIM. *Rock Mechanics and Strata Control Session*. Halifax, Nova Scotia (p. 239-238).
- Landriault, D. (2006). They said ‘‘It will never work’’–25 years of paste backfill 1981–2006. *Paste 2006: Proceedings of the Ninth International Seminar on Paste and Thickened Tailings* (p. 277-292).
- Landriault, D., Verburg, R., Cincilla, W., & Welch, D. (1997). Paste technology for underground backfill and surface tailings disposal applications. *Short course notes, Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Technical workshop in April* (vol. 27, p. 1997).
- Landriault, D., Welch, D., & Morrison, D. (1996). Mine tailings disposal as a paste backfill for underground mine backfill and surface waste deposition. *SME Short Course*, 65-72.
- Lei, L., & Plank, J. (2014). A study on the impact of different clay minerals on the dispersing force of conventional and modified vinyl ether based polycarboxylate superplasticizers. *Cement and Concrete Research*, 60, 1-10.

- Leroy, P., & Revil, A. (2009). A mechanistic model for the spectral induced polarization of clay materials. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 114(B10).
- Liebau, F. (2012). Structural chemistry of silicates: structure, bonding, and classification. *Springer Science & Business Media*.
- Liu, G., Li, L., Yao, M., Landry, D., Malek, F., Yang, X., & Guo, L. (2017). An investigation of the uniaxial compressive strength of a cemented hydraulic backfill made of alluvial sand. *Minerals*, 7(1), 4.
- Liu, H.-l., Hou, C., Li, L., Du, J.-f., & Yan, B.-x. (2021). Experimental investigation on flow properties of cemented paste backfill through L-pipe and loop-pipe tests. *Journal of Central South University*, 28(9), 2830-2842.
- Loorents, K.-J., Johansson, E., & Arvidsson, H. (2007). Free mica grains in crushed rock aggregates. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 66, 441-447.
- Luckham, P. F., & Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 82(1-3), 43-92.
- Macosko, C. (1994). Rheology: principles, measurements, and applications, *VCH Publisher*. Inc, New York, 550.
- Malhotra, V., & Hammings, R. (1995). Blended cements in North America—a review. *Cement and Concrete Composites*, 17(1), 23-35.
- Malvern Instruments. (2015). *Zeta potential: An introduction in 30 minutes*. [Rapport technique]. <https://www.research.colostate.edu/wp-content/uploads/2018/11/ZetaPotential-Introduction-in-30min-Malvern.pdf>.
- Martin, V., Aubertin, M., & McMullen, J. (2006). Surface disposal of paste tailings. 5th ICEG Environmental Geotechnics: Opportunities, Challenges and Responsibilities for Environmental Geotechnics: Proceedings of the ISSMGE's fifth international congress organized by the Geoenvironmental Research Centre, Cardiff University and held at Cardiff City Hall on 26–30th June 2006 (p. 1471-1478).

- McCarthy, D. F. (1988). *Essentials of Soil Mechanics and Foundations: Basic Geotechnics*. Prentice Hall.
- Melis, L. A. (1983). Development of the disposal technology research component of the national uranium tailings program. Contract report. *Prepared for : the Canada Centre for mineral and energy, technology, energy, mines, and resources*. Ottawa, Canada.
- Mewis, J., & Wagner, N. J. (2009). Thixotropy. *Advances in colloid and interface science*, 147, 214-227.
- Miller, J. D., Nalaskowski, J., Abdul, B., & Du, H. (2007). Surface characteristics of kaolinite and other selected two layers silicate minerals. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 85(5), 617-624.
- Mitchell, R. (1989a). Stability of cemented tailings mine backfills. *International symposium on computer and physical modelling in geotechnical engineering* (p. 501-508).
- Mitchell, R. (1989b). Model studies on the stability of confined fills. *Canadian Geotechnical Journal*, 26(2), 210-216.
- Morin KA (1990) Problems and proposed solutions in predicting acid drainage with acid-base accounting. In: *Acid mine drainage designing for closure. Geological Association of Canada/ Mineralogical Association of Canada joint Meeting*, Vancouver. pp 93 107
- Mshali, M., & Visser, A. T. (2012). Influence of mica on unconfined compressive strength of a cement-treated weathered granite gravel. *Journal of the South African Institution of Civil Engineering Joernaal van die Suid-Afrikaanse Instituut van Siviele Ingenieurswese*, 54(2), 71-77.
- Muller, O. (1971). Some aspects of the effect of micaceous sand on concrete. *Civil Engineering Siviele Ingenieurswese*, 1971(9), 313-315.
- Murata, J. (1984). Flow and deformation of fresh concrete. *Materiaux et Construction*, 17, 117-129.

- Nagelschmidt, G. (1938). On the atomic arrangement and variability of the members of the montmorillonite group (With Plate V.). *Mineralogical Magazine and Journal of the Mineralogical Society*, 25(162), 140-155.
- Ndlovu, Becker, M., Forbes, E., Deglon, D., & Franzidis, J.-P. (2011a). The influence of phyllosilicate mineralogy on the rheology of mineral slurries. *Minerals Engineering*, 24(12), 1314-1322.
- Ndlovu, Forbes, E., Becker, M., Deglon, D., Franzidis, J., & Laskowski, J. (2011b). The effects of chrysotile mineralogical properties on the rheology of chrysotile suspensions. *Minerals Engineering*, 24(9), 1004-1009.
- Nelson, S. A. (2015). Phyllosilicates (Micas, Chlorite, Talc, & Serpentine). *Tulane University*, Aug, 18p.
- Nesse, W. D. (2012). Introduction to mineralogy. Oxford Univ. Press.
- Newman, P., White, R., & Cadden, A. (2001). Paste, the future of tailings disposal. *Proceedings of the 2nd International Conference on Mining and the Environment* (vol. 594).
- Ouattara, D. (2011). Étude des propriétés rhéologiques de résidus miniers densifiés. *Mémoire de maîtrise*. UQAT- École Polytechnique de Montréal.
- Ouattara, D., Yahia, A., Mbonimpa, M., & Belem, T. (2017). Effects of superplasticizer on rheological properties of cemented paste backfills. *International Journal of Mineral Processing*, 161, 28-40.
- Ouattara, D., Mbonimpa, M., Yahia, A., & Belem, T. (2018). Assessment of rheological parameters of high density cemented paste backfill mixtures incorporating superplasticizers. *Construction and Building Materials*, 190, 294-307.
- Ouffa, N. (2019). Solubilité de différents minéraux aluminosilicatés en vue de leur contribution à la géopolymérisation dans les remblais miniers en pâte. *Mémoire de Maitrise*. Ecole Polytechnique, Montreal (Canada).

- Panchal, S., Deb, D., & Sreenivas, T. (2018). Variability in rheology of cemented paste backfill with hydration age, binder and superplasticizer dosages. *Advanced Powder Technology*, 29(9), 2211-2220.
- Paynter, J., & Dodd, J. (1997). The design, commissioning and operation of the Golden Giant paste backfill plant. *Proceedings of the 29th annual meeting of the Canadian Mineral Processors (Division of the CIM)*, Ottawa, Ontario (p. 21-23).
- Perkins, D. (2020). Mineralogy. *Free Textbook for College-Level Mineralogy Courses*.
- Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2012). Alternative by-product based binders for cemented mine backfill: Recipes optimisation using Taguchi method. *Minerals Engineering*, 29, 28-38.
- Phillips, G. N. (1986). Geology and alteration in the Golden Mile, Kalgoorlie. *Economic Geology*, 81(4), 779-808.
- Potantin, A. (2004). Thixotropy and rheopexy of aggregated dispersions with wetting polymer. *Journal of Rheology*, 48(6), 1279-1293.
- Pullum, L., Fourie, A., & Jewell, R. (2007). Pipelining tailings, pastes and backfill. *Proceedings of the 10th International Seminar on Paste and Thickened Tailings*, Perth, Australia (vol. 1315, p. 113129).
- Qi, C., Chen, Q., Dong, X., Zhang, Q., & Yaseen, Z. M. (2020). Pressure drops of fresh cemented paste backfills through coupled test loop experiments and machine learning techniques. *Powder Technology*, 361, 748-758.
- Radoslovich, E. (1960). The structure of muscovite, $KAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$. *Acta Crystallographica*, 13(11), 919-932.
- Rand, B., & Melton, I. E. (1977). Particle interactions in aqueous kaolinite suspensions: I. Effect of pH and electrolyte upon the mode of particle interaction in homoionic sodium kaolinite suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 60(2), 308-320.

- Robinsky, E., Barbour, S., Wilson, G., Bordin, D., & Fredlund, D. (1991). Thickened sloped tailings disposal: an evaluation of seepage and abatement of acid drainage. *Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic drainage* (p. 16-18).
- Roshani, A., & Fall, M. (2020). Rheological properties of cemented paste backfill with nano-silica: Link to curing temperature. *Cement and Concrete Composites*, 114, 103785.
- Sang, Y. Y. C. (2009). Vers des micromousses stimulables, Université Paris-Diderot-Paris VII].
- Schowalter, W., & Christensen, G. (1998). Toward a rationalization of the slump test for fresh concrete: comparisons of calculations and experiments. *Journal of Rheology*, 42(4), 865-870.
- Sedighi, M., & Thomas, H. R. (2014). Micro porosity evolution in compacted swelling clays : A chemical approach. *Applied Clay Science*, 101, 608-618.
- Serna, F., Lagneau, J., & Carpentier, J. M. (2014). La diffraction des rayons X: une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques. *Chimie Nouvelle*, 1-12.
- Sisko, A. (1958). The flow of lubricating greases. *Industrial & Engineering Chemistry*, 50(12), 1789-1792.
- Sochi, T. (2010). Non-Newtonian flow in porous media. *Polymer*, 51(22), 5007-5023.
- Sofrá, F., & Boger, D. V. (2002). Environmental rheology for waste minimisation in the minerals industry. *Chemical Engineering Journal*, 86(3), 319-330.
- De Souza, Euler. Archibald, JF. Dirige, APE. (2003). Economics and perspectives of underground backfill practices in Canadian mining. 105th annual general meeting of the Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, Canada, 15p.
- Sveinson, S. (1999). Characterisation of tailings for paste backfill system design. *Doctoral dissertation*, University of British Columbia.
- Swamee, P. K., & Aggarwal, N. (2011a). Explicit equations for laminar flow of Herschel–Bulkley fluids. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 89(6), 1426-1433.

- Swamee, P. K., Ojha, C. S. P., & Mansoor, T. (2011b). Discharge characteristics of skew weirs. *Journal of Hydraulic Research*, 49(6), 818-820.
- Tariq, A., & Yanful, E. K. (2013). A review of binders used in cemented paste tailings for underground and surface disposal practices. *Journal of Environmental Management*, 131, 138-149.
- Terzaghi, K. (1925). *Erdbaumechanik auf bodenphysikalischer Grundlage*.
- E.G. Thomas, J.H. Nantel, K.R (1979). Notely, Fill Technology in Underground Metalliferous Mines, *International Academic Services Ltd*, Kingston, Canada.
- Trefalt, G., & Borkovec, M. (2014). Overview of DLVO theory. *Rapport de Recherche. Laboratory of Colloid and Surface Chemistry*, University of Geneva, Switzerland, 304.
- Van Olphen, H. (1977). An introduction to clay colloid chemistry, for clay technologists, geologists, and soil scientists. *Second Edition John Wiley*, New York, USA.
- Van Olphen, H., & Hsu, P. H. (1978). An introduction to clay colloid chemistry. *Soil Science*, 126(1), 59.
- Vlasák, P., Chára, Z., Krupička, J., & Konfršt, J. (2014). Experimental investigation of coarse particles-water mixture flow in horizontal and inclined pipes. *Journal of Hydrology and Hydromechanics*, 62(3), 241-247.
- Wang, C.-l., Ren, Z.-z., Huo, Z.-k., Zheng, Y.-c., Tian, X.-p., Zhang, K.-f., & Zhao, G.-f. (2021). Properties and hydration characteristics of mine cemented paste backfill material containing secondary smelting water-granulated nickel slag. *Alexandria Engineering Journal*, 60(6), 4961-4971.
- White, W. A., & Pichler, E. (1959). Water-sorption characteristics of clay minerals. *Circular no* 266.
- Wickland, B. E., Wilson, G. W., & Wijewickreme, D. (2010). Hydraulic conductivity and consolidation response of mixtures of mine waste rock and tailings. *Canadian Geotechnical Journal*, 47(4), 472-485.

- Wickland, B. E., Wilson, G. W., Wijewickreme, D., & Klein, B. (2006). Design and evaluation of mixtures of mine waste rock and tailings. *Canadian Geotechnical Journal*, 43(9), 928-945.
- Wilson, G., Newman, L., & Ferguson, K. (2000). The co-disposal of waste rock and tailings. *Proceedings Fifth International Conference on Acid Rock Drainage* (p. 789-796).
- Wu, D., Fall, M., & Cai, S. (2013). Coupling temperature, cement hydration and rheological behaviour of fresh cemented paste backfill. *Minerals Engineering*, 42, 76-87.
- Wu, D., Yang, B., & Liu, Y. (2015). Pressure drop in loop pipe flow of fresh cemented coal gangue-fly ash slurry: Experiment and simulation. *Advanced Powder Technology*, 26(3), 920-927.
- Xue, H.-l., Han, C.-q., Chen, M.-l., Fan, G., & Zhou, J.-w. (2022). Improving mechanical properties of manufactured sand concrete with high biotite content: Application of magnetic separation process and equipment optimization. *Construction and Building Materials*, 350, 128861.
- Yammine, J. (2007). Rhéologie des bétons fluides à hautes performances: relations entre formulations, propriétés rhéologiques, physico-chimie et propriétés mécaniques, *École Normale Supérieure de Cachan-ENS Cachan*.
- Young, R. A. (1993). Introduction to the Rietveld method. *The Rietveld Method*, 1-38.

ANNEXE A RECETTES DES MÉLANGES

A.1 Résumé des recettes des mélanges de RPC avec leurs affaissements

Tableau A.1 Affaissement au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RW.

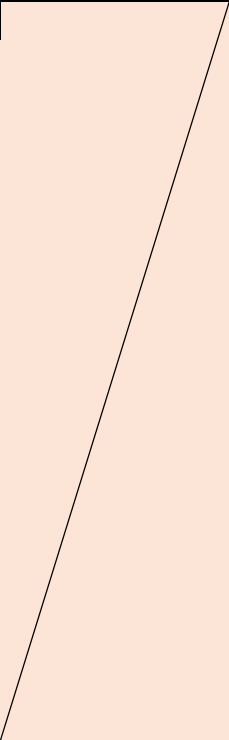
RPC avec 5% GU/Slag à base de résidus Wetswood (RW) *FC = 2,2							
%Cw (calculé)	AGC (cm)	AGC (po)	APC (cm)	APC (po)	%Cw (mesuré)	APC * FC (po)	Muscovite %
76%	9	3,54	4,2	1,65	75,5	3,6	14%
74%	13,9	5,47	6	2,36	74,2	5,2	
72%	21,3	8,39	9	3,54	72,2	7,8	
70%	26	10,24	11,5	4,53	70,8	9,9	
68%	28,2	11,10	13,7	5,39	68,0	11,8	
74%			6,2	2,44	73,7	5,4	14%
72%			9,4	3,70	71,9	8,1	
70%			12	4,72	70,1	10,4	
74%			6	2,36	73,7	5,2	16%
72%			8,7	3,43	72,0	7,5	
70%			11,4	4,49	70,2	9,9	
74%			5,3	2,09	73,6	4,6	18%
72%			8,5	3,35	72,0	7,3	
70%			10,9	4,29	70,2	9,4	
74%			5	1,97	73,8	4,3	20%
72%			8,1	3,19	72,0	7,0	
70%			10,7	4,21	70,2	9,3	
74%			5,3	2,09	73,8	4,6	22%
72%			7,4	2,91	72,2	6,4	
70%			10,2	4,02	70,3	8,8	
74%			4,5	1,77	74,4	3,9	24%
72%			6,8	2,68	72,6	5,9	
70%			9,3	3,66	70,7	8,0	

Tableau A.2 Affaissement au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RL.

RPC avec 5% GU/Slag et à base de résidus LaRonde (RL) *FC = 2,15							
%Cw (calculé)	AGC (cm)	AGC (po)	APC (cm)	APC (po)	%Cw (mesuré)	APC × FC (po)	Muscovite (%)
74%	10,2	4,02	5,1	2,01	74,3	4,3	15%
72%	16,5	6,50	7,5	2,95	72,4	6,4	
70%	20	7,87	8,7	3,43	70,3	7,4	
68%	26	10,24	11,6	4,57	68,5	9,8	
66%	27,7	10,91	13,6	5,35	66,3	11,5	
72%			7,3	2,87	72,2	6,2	15%
70%			9,3	3,66	70,4	7,9	
68%			11,1	4,37	68,7	9,4	
70%			6,6	2,60	72,5	5,6	17%
68%			8,8	3,46	71,0	7,5	
66%			10,5	4,13	69,4	8,9	
70%			6,5	2,56	72,8	5,5	19%
68%			8,8	3,46	70,7	7,5	
66%			11	4,33	68,8	9,3	
70%			6,1	2,40	72,6	5,2	21%
68%			8,4	3,31	70,7	7,1	
66%			10,3	4,06	68,8	8,7	
70%			6,3	2,48	72,4	5,3	23%
68%			8,2	3,23	70,7	7,0	
66%			10,6	4,17	68,8	9,0	
70%			4,1	1,61	73,3	3,5	25%
68%			7,2	2,83	71,3	6,1	
66%			9,2	3,62	69,9	7,8	

Tableau A.3 Essais d'affaissement préliminaires au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus

RL

RPC avec ciment HE et à base de résidus LaRonde (RL)							
*FC = 2,45							
AGC (cm)	AGC (po)	APC (cm)	APC (po)	%Cw (pratique)	APC × FC (po)	Muscovite (%)	Bw(%) - HE
7,0	2,8	3,0	1,2	76,5%	2,9	15%	5,0%
10,5	4,1	4,0	1,6	74,9%	3,9		
11,0	4,3	4,9	1,9	74,2%	4,7		
14,0	5,5	6,5	2,6	72,5%	6,3		
13,5	5,3	6,5	2,6	72,3%	6,3		
18,5	7,3	7,6	3,0	70,3%	7,3		
17,7	7,0	6,9	2,7	71,3%	6,7		
23,0	9,1	8,5	3,3	69,2%	8,2		
25,0	9,8	10,7	4,2	68,2%	10,3		
24,7	9,7	9,2	3,6	68,7%	8,9		
		7,9	3,1	70,9%	7,6		
		8,1	3,2	70,0%	7,8		
		7,8	3,1	70,5%	7,5		
		7,8	3,1	70,4%	7,5		
		7,5	3,0	70,9%	7,3		
		6,4	2,5	72,5%	6,2		
		7,9	3,1	70,8%	7,6		
		6,7	2,6	72,3%	6,5		
		8,1	3,2	70,4%	7,8		
		9,5	3,7	69,4%	9,2		
		13,3	5,2	66,7%	12,9		
14,0	5,5	5,8	2,3	72,7%	5,6	17%	5,0%
18,0	7,1	7,4	2,9	70,5%	7,2		
23,8	9,4	9,5	3,7	68,8%	9,2		
		7,8	3,1	71,0%	7,5		
		9,8	3,9	69,2%	9,5		
		12,5	4,9	67,2%	12,1		
13,3	5,2	5,2	2,0	72,8%	5,0	19%	5,0%
17,1	6,7	7,0	2,8	70,8%	6,8		
17,7	7,0	7,2	2,8	70,3%	7,0		
22,9	9,0	9,2	3,6	68,8%	8,9		
		7,4	2,9	71,4%	7,2		
		9,2	3,6	69,6%	8,9		
		11,9	4,7	67,7%	11,5		

Tableau A.3 Essais d'affaissement préliminaires au cône d'Abrams et au petit cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite pour les mélanges de RPC à base de résidus RL. (suite)

RPC avec ciment HE et à base de résidus LaRonde (RL)							
*FC = 2,45							
AGC (cm)	AGC (po)	APC (cm)	APC (po)	%Cw (pratique)	APC × FC (po)	Muscovite (%)	Bw(%) - HE
		6,3	2,5	72,0%	6,1	21%	4,7%
		8,8	3,5	70,2%	8,5		
		10,5	4,1	68,3%	10,2		
		6,5	2,6	72,4%	6,3	22%	4,6%
		8,0	3,1	70,5%	7,7		
		10,5	4,1	69,1%	10,2		
		5,4	2,1	72,2%	5,2	24,1	4,5%
		7,3	2,9	70,4%	7,0		
		9,3	3,6	69,6%	8,9		

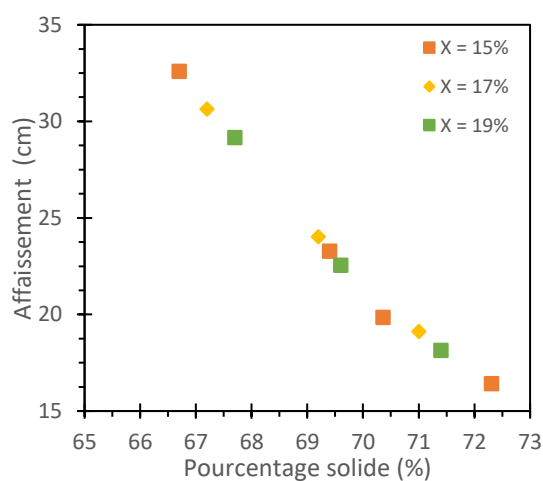


Figure A.1 Affaissement au cône en fonction du pourcentage solide et de la teneur en muscovite X pour des mélanges de RPC avec 5% HE à base de résidus RL

ANNEXE B ARTICLE DE CONFÉRENCE

Influence of free muscovite content on the rheological properties of cemented paste backfills



Hadj Ghani Menasria, Mamert Mbonimpa, Tikou Belem, and Abdelkabar Maqsoud
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Research Institute of Mines and Environment (RIME), QC, Canada

RÉSUMÉ

La présence de muscovite dans les résidus peut affecter négativement la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques des remblais en pâte cimentée (RPC), comme observé pour les matériaux cimentaires. Cette étude vise à évaluer l'influence de la teneur en muscovite des résidus sur la fluidité du RPC. Pour cela, des mélanges de RPC ont été préparés à des pourcentages solides compris entre 70 % et 74 % avec des résidus contenant 14 à 24% de muscovite pure et incorporant 5 % de liant. Des tests d'affaissement au cône d'Abrams et des analyses rhéologiques ont été effectués pour chaque mélange. Les résultats indiquent que la hauteur d'affaissement diminue et que le seuil de cisaillement et la viscosité à taux infini augmentent avec l'augmentation de la teneur en muscovite pour un pourcentage solide donné. L'eau doit alors être ajoutée au RPC pour maintenir la fluidité requise. Les résultats présentés peuvent aider à déterminer la quantité de ciment à ajouter pour maintenir un rapport eau-liant donné qui contrôle la résistance mécanique.

ABSTRACT

The presence of muscovite in the tailings may negatively affect the mechanical strength and rheological properties of cemented paste backfills (CPB) as observed for cementitious materials. This study aims to evaluate the influence of muscovite content in tailings on the flowability of CPB. For that purpose, CPB mixtures were prepared with solids contents ranging between 70% and 74% with tailings, to which pure muscovite was incrementally added to reach muscovite contents between 14% and 24%, incorporating 5% binder. Abrams' slump tests and rheological analyses were performed for each mixture. Results indicate that the slump height decreases, and the yield stress and infinite rate viscosity increase with the increasing muscovite content for a given solids content. Consequently, water should be added to CPB to maintain the required flowability. The presented results can help determine the quantity of cement to be added to maintain a given water-binder ratio that controls the mechanical strength.

1 INTRODUCTION

Mine backfilling is as a routine practice in the comprehensive mine waste management strategies of major underground mining companies. This method plays a crucial role in ensuring the progression of the mine cycle, optimizing operational efficiency, and minimizing the impact of contaminated surface mine waste. The adoption of such practices makes mine backfilling an essential component of mining operations.

Cemented paste backfill (CPB) emerges as a distinctive form of mining backfill, adopting a paste-like consistency. Its application extends beyond environmental advantages, serving as a secondary pillar to provide secure mechanical strength for underground mining operations and increase ore recovery efficiency (Mitchell 1989a,b; Belem and Benzaazoua 2008), particularly in cut-and-fill and long-hole sublevel stoping methods. The CPB preparation involves the combination in predetermined proportions of three main components: tailings, binder, and mixing water (Landriault 1995; Benzaazoua et al. 2002a). The type and proportion of every ingredient plays a role in the transportation and strength acquisition of CPB (Hassani and Archibald, 1998; Belem et al. 2000; Benzaazoua et al. 2002b).

Given that the binder constitutes the priciest element, the binder type and proportion B_w (mass of binder relative to the mass of dry tailings) must be selected judiciously to achieve a specific strength (B_w generally ranges between 3 and 10%; Brackebusch 1994; Benzaazoua et al. 2003; Tarik and Yanful 2013). The proportion of mixing water (fresh water, lake water, or recycled process water) is chosen to achieve a given consistency that allows a safe transportation by gravity, or combined pumping and gravity (Thomas 1979). A CPB slump measured using the standard Abrams cone ranging between 6 and 10 inches is targeted for successful transport and backfilling (Belem and Benzaazoua 2008; Landriault et al. 1997).

The proportions of the two CPB components may depend on the physical (particle size, relative density of solids grains, specific surface area), mineralogical and chemical properties of the tailings that can present a great variability over the course of the exploitation.

To date, very little research has been done on the impact of mineralogy on the consistency and mechanical strength of CPB. In the field of concretes and mortars, it is well known that free phyllosilicates, particularly those of the mica group can be detrimental (free muscovite more than free biotite) with regard to water absorption, consistency and strength of these cementitious materials (Danielsen and Rueslåtten 1984; Ndlovu et al. 2011a,b;

Mshali and Visser 2014; Khoshkbijari et al. 2020; Xue et al. 2022).

It is therefore conceivable that the presence of free phyllosilicates in tailings, in particular free muscovite, that is common in Quebec mining districts (Ouffa et al., 2019), may also negatively affect the rheological properties and strength of the CPB. The negative impact on the rheological properties may result in a high demand for pumping energy, otherwise blockage of the pipeline can occur.

The objective of this paper is to assess the impact of free muscovite content on two CPB properties that control transportation in pipeline: consistency and rheological properties.

1 MATERIALS AND TESTING METHODS

This section presents the CPB ingredients, preparation and testing program.

1.1 CPB ingredients used in this study

Filtered tailings were sampled at the CPB plant of a hard rock gold mine located in the Abitibi region (Quebec, Canada). The muscovite integrated into these tailings originated from a meticulously sampled pegmatite outcrop located in the Abitibi region. The sampled muscovite underwent a comprehensive series of preparation stages to make it suitable for incorporation into CPB mixtures. Raw muscovite sheets were washed, sorted, and dried, then separated from other minerals. Afterwards, the separated muscovite sheets underwent multiple rounds of pulverization into a finely ground powder (see Figure 1).



Figure 1. Stages of muscovite preparation

Next, a physical and mineralogical characterization was performed on the tailings and the pulverized muscovite. The physical characterisation includes determining the grain-size distribution (GSD) curve, specific gravity (D_R) and specific surface area (S_s). The GSD analysis was conducted utilizing the Malvern® Mastersizer laser particle size analyzer. Figure 2 illustrates the GSD curves of the tailings and pulverized muscovite. To avoid modifying the GSD curve of the tailings after adding muscovite, efforts were made so that the pulverization process resulted in muscovite powder with a GSD curve resembling as close as possible to that of the tailings. This was a complex exercise, thus we settled on having the close fractions of particles finer than $20\ \mu\text{m}$ (i.e. $P_{20\mu\text{m}}$) for the tailings and the muscovite, considering that the rheology is controlled by the fine particles. As shown in Figure 2, guaranteeing the same $P_{20\mu\text{m}}$ value does not necessarily result in identical curves. This figure also shows the curve for a tailings-muscovite mixture with 10% muscovite. This curve was calculated

analytically using the GSD of the tailings and muscovite. The GSD curve of the mixture remains very close to that of the tailings.

Table 1 presents the physical characteristics of the tailings and pulverized muscovite, including the diameters D_x (diameter corresponding to $x\%$ passing on the cumulative GSD curve), the coefficient of uniformity (C_u), the coefficient of curvature (C_c), and the fractions of particles finer than $20\ \mu\text{m}$ and $80\ \mu\text{m}$ particle diameter (i.e. $P_{20\mu\text{m}}$ and $P_{80\mu\text{m}}$, respectively).

The specific gravities (D_R) of the tailings and muscovite were determined using the helium pycnometer ULTRAPYC 1200e, while the specific surface area was quantified using the BET method on samples prepared with the Micromeritics VacPrep 061 Sample Degass System. Results are also presented in Table 1. Considering that the specific gravity of muscovite ranges from 2.76 to 3.00 (Jahns and Lancaster 1950), the value obtained here ($D_R = 2.85$) lies within this range.

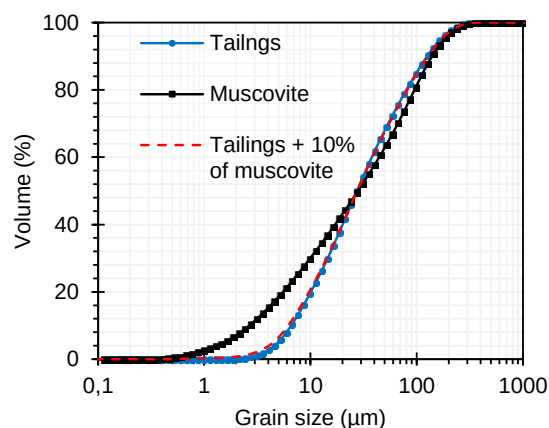


Figure 2. Grain-size distribution curves of the tailings, muscovite and mix of tailings with 10% muscovite

Table 1. Physical characteristics of the tailings and pulverized muscovite

Parameters	Tailings	Muscovite
$D_{60}\ (\mu\text{m})$	37.8	45.3
$D_{50}\ (\mu\text{m})$	27.4	30.1
$D_{30}\ (\mu\text{m})$	14.5	11.3
$D_{10}\ (\mu\text{m})$	6.9	2.77
C_u (-)	6	16
C_c (-)	0.8	1.0
$P_{20}\ (\%)$	39.8	40.9
$P_{80}\ (\%)$	79.9	76.0
D_R (-)	2.79	2.85
$S_s\ (\text{m}^2/\text{g})$	2.83	17.77

The mineralogical composition of the tailings and pulverized muscovite was measured with X-ray diffractometer (XRD). Results shown in Table 2 indicate that the tailings contain approximately 14% of muscovite from the beginning and that the pulverized muscovite

does not contain any other minerals than muscovite. As the tailings are fine-grained, it is assumed that the muscovite contained in the tailings is exclusively free muscovite.

Table 2. Mineralogical composition (in %) of the tailings and pulverized muscovite.

Mineral (%)	Tailings	Muscovite
Quartz	45.8	
Albite	19.0	
Muscovite	14.3	100
Augite	10.0	
Clinocllore	5.0	
Pyrite	2.6	
Calcite	2.3	
Gyps	1.0	

The binder used in this research is a blend of 20% of general use Portland cement (GU) and 80% slag (GU/Slag) as used at the mine where the tailings were sampled. A 10/90 GU/Slag blend and 100% GU cement were available in the laboratory. To obtain the desired 20/80 GU-Slag ratio, a masse M_{GU} of GU cement obtained with equation [1] was added to a mass $M_{10/90}$ of 10/90 GU/Slag blend. A binder ratio B_w (= mass of binder/mass of solids in tailings) of 5% was used for all CPB recipes.

$$M_{GU} = 0.125 \times M_{10/90} \quad [1]$$

1.1 CPB preparation

The preparation of CPB mixtures was conducted utilizing an OMCAN paste mixer, with the tailings load mass set at 4 kg. In the case of raw tailings with 14% muscovite, the control CPB mixture were prepared with decreasing target solids contents C_w of 74, 72, 70, 68, 66, and 64%. Conversely, for CPB mixtures prepared with tailings with pure muscovite added to reach contents of 16, 18, 20, 22, and 24%, tests focused only on three target solids contents of 74, 72, and 70%. This decision was driven by a limited quantity of available muscovite. All in all, 21 CPB mixtures were prepared. The variation of C_w aims to elicit a diversified spectrum of CPB slump values.

Given the proven impact of the specific mixing energy on the consistency and rheological properties of CPB (Dikonda et al. 2019 a,b), it is essential to specify the mixing procedure adopted. This mixing procedure is illustrated in Figure 3. After mixing the binder with half of the prescribed mixing water, half of the tailings was added to the mixer within approximately 10 seconds. Everything was mixed for 1 min at 91 rpm. After a brief stop of approximately 10 s during which the remaining tailings and water are introduced into the mixer, mixing continued for 3 minutes at 91 rpm. Finally, the mixing speed increased to 116 rpm for 30 seconds, then mixing continued at a maximum speed of 282 rpm for 2 minutes, the maximum speed possible for the OMCAN paste mixer.

For each change in speed, the mixing must be interrupted before moving to a higher speed, thus explaining the short pauses between speed changes.

For the CPB mixtures with added muscovite, the required quantity of muscovite powder was incorporated concomitantly with the binder and water at the beginning of the mixing procedure.

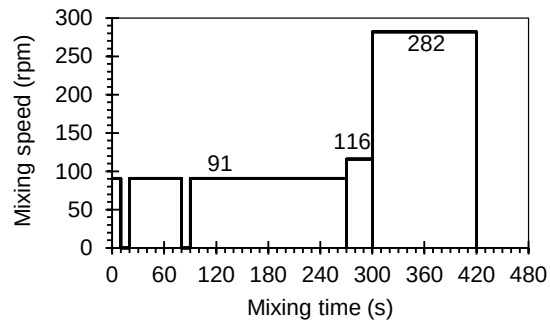


Figure 3. Mixing process of CPB recipes

1.2 Slump and rheological tests

Once the mixing process has been completed, a first CPB sample was used to confirm the target solids content C_w by measuring the water content, and a second sample served to measure the CPB density using a BAROID mud balance. This density serves to determine the mass of the sample required for the rheological test as indicated below. The remaining paste was subjected to a slump test in accordance with ASTM C143, using the standard Abrams cone, and then to rheological analyses.

The rheological analyses of CPB mixtures were conducted with the AR2000 rheometer (TA Instruments, USA). Once it has been calibrated, a flow mode procedure is programmed according to clearly defined stages. Tests were performed at a fixed temperature of 20°C using a Peltier water-cooled temperature control system. Each CPB specimen (28.72 cm³) was placed in a stator cylinder with a diameter of 30 mm and sheared with 150 s with a four-blade vane geometry at shear rates $\dot{\gamma}$ ranging from 1 to 100 s⁻¹ and 100 to 1 s⁻¹, corresponding to continuous up and down ramps, respectively. The diameter and height of the vane geometry were 28 mm and 42 mm respectively, resulting in a 1 mm lateral gap between the cylinder and the vane. The bottom gap was set at 4 mm. Twenty pairs of values (shear rate $\dot{\gamma}$ and shear stress τ) were recorded at 7.5 s intervals to simultaneously obtain the flow curve or rheogram $\tau(\dot{\gamma})$ and the dynamic viscosity curve $\eta(\dot{\gamma})$ (with $\eta = \tau/\dot{\gamma}$). All experiments were performed in triplicate. To determine the rheological properties of the CPB, the flow and viscosity curves were fitted with appropriate rheological models as explained in section 3.3.

1 TEST RESULTS AND DISCUSSIONS

1.1 Target and measured CPB solids contents

White and Pichler (1959) showed that free muscovite reaches a maximal water sorption of 325% within 15 s. This adsorbed water is completely removed when determining the water content, where the sample is dried at 60°C up to reaching a constant mass. Indeed, tests to measure water contents on samples of pure muscovite prepared at different theoretical water contents lead to identical theoretical and measured water contents. These results led us to believe that the muscovite added to the tailings does not affect the determination of the water and solids contents of CPB. Figure 4 compares measured and target CPB solids contents C_w . These values are slightly different. However, almost the same values of C_w were measured for the different muscovite contents for a given theoretical solids content. Thus the slight differences observed are not attributable to the presence of muscovite, but to the uncertainty in measuring the water contents of the mixtures. To facilitate the presentation of the results in figures, the target values of C_w will be used in the legends of figures even if the measured data are plotted.

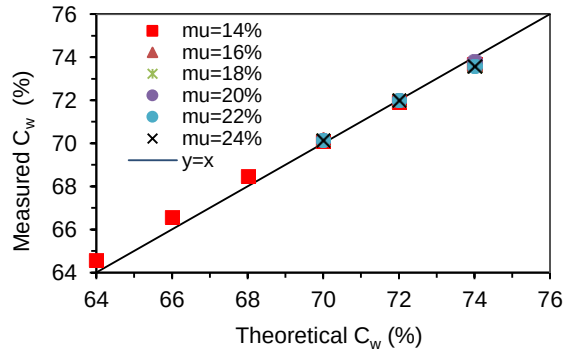


Figure 4. Comparison of measured and theoretical C_w

1.2 Effect of solids and muscovite contents on the slump

Figure 5 presents the outcomes of slump tests conducted on CPB mixtures with variations in both muscovite and solids contents. Upon initial observation of Figure 5a, a linear negative correlation emerges between slump and solids content for a given muscovite content as expected. Therefore, increasing the CPB solids content yields to reduced slump values. Figure 5b illustrates a slump decreasing trend as the muscovite content in CPB mixtures increases for a given solids content C_w . The slopes of the curves (trend lines not shown) are: -0.153, -0.225 and -0.214 in/% muscovite for $C_w = 70$, 72 and 74%, respectively. For C_w of 70% and 72%, the average slump reduction is 0.48 in (12.19 mm) per 2% increase in muscovite content, with standard deviations of 0.25 in and 0.24 in, respectively. In the case of $C_w=74\%$, the average reduction is 0.3 in (7.62mm) with a standard deviation of 0.16 in. This correlation underscores the noteworthy

impact of muscovite contained in the tailings on the consistency of CPB recipes. As the GDS curves of the different tailings-muscovite mixtures are almost identical (see Figure 2), this behaviour could be explained by the capacity of muscovite to absorb water, which reduces the quantity of water available in the paste and produces CPB with less fluidity.

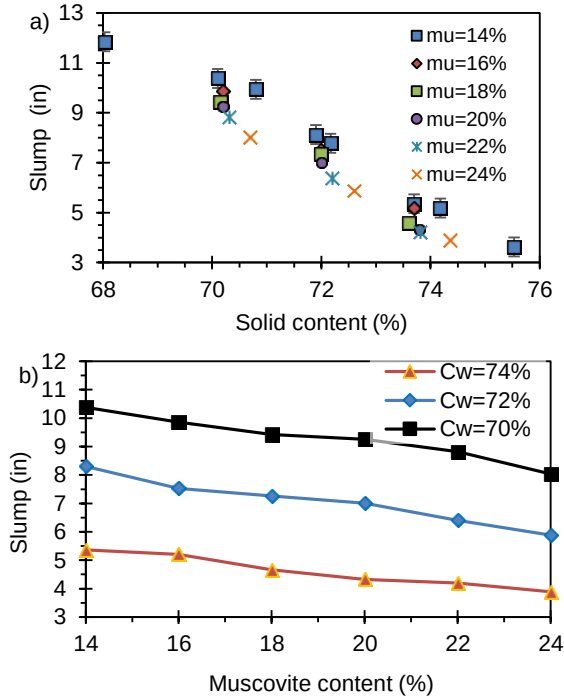


Figure 5. (a) Impact of solids content on CPB slump for varying muscovite content (μ), (b) Impact of muscovite content on CPB slump for different solids contents (C_w)

1.3 Effect of solids and muscovite contents on the rheological properties

Figure 6a shows the flow curves of control CPB mixtures (i.e., $\mu = 14\%$) in response to varying solids contents. The flow curves exhibit a discernible pattern that broadly aligns with the Herschel-Bulkley rheological model represented by equation [2] (Herschel-Bulkley 1926).

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad [2]$$

where $\dot{\gamma}$ is the shear rate (s^{-1}), τ is shear stress (Pa), τ_0 is yield stress (Pa) (the intercept of the flow curve with the y-axis), k is consistence index ($Pa \cdot s^n$) and n is the flow index (-). The fluid exhibits a shear-thickening, Bingham, shear-thinning behavior when $n > 1$, $n = 1$ and $n < 1$, respectively.

The goodness of the fit between the measured and calculated curves was evaluated in terms of standard error SE in equation [3] which is obtained according to the least squares method using the Data Analysis software provided with the rheometer. The standard error is

considered acceptable when it is less than 20% according to the TA instrument manual.

$$SE(\%) = \left[\frac{\left(\frac{\sum (x_m - x_c)^2}{(N-2)} \right)^{0.5}}{\text{Range}} \times 1000 \right] \quad [3]$$

where x_m is the experimental value, x_c is the value calculated by the rheological model, N corresponds to the total number of measured data and Range is the difference between the maximum and minimum measured values.

After fitting the flow curves with this model (results not shown here), one observes as expected that the yield stress increases with C_w . For C_w values of 64, 66, 68, 70, 72, and 74%, yield stress values of 7, 11, 19, 26, 47, and 115 Pa were obtained respectively. Flow indexes $n < 1$ were obtained, illustrating a shear-thinning behavior of these control CPB mixtures. However, the flow index n increases with increasing values of C_w ($n = 0.31$ for $C_w = 64\%$ and $n = 0.77$ for $C_w = 74\%$).

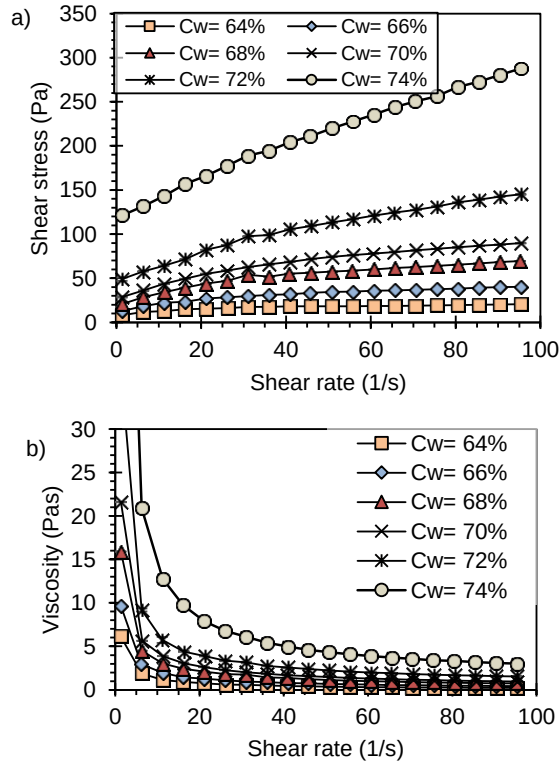


Figure 6. Effect of the solids content C_w of control CPB mixtures (with $\mu = 14\%$) on the rheograms (a) and viscosity curves (b).

Figure 6b illustrates the dynamic viscosity curves of control CPB mixtures (i.e., $\mu = 14\%$) in response to varying solids contents. For all solids contents tested, decreasing dynamic viscosity curves were observed. These data were fitted with the Cross rheological model defined by equation 4 (Cross 1965).

$$\eta = \eta_\infty + \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (k\dot{\gamma})^n} \quad [4]$$

where η is the dynamic viscosity (Pa.s), η_∞ is the infinite rate dynamic viscosity (Pa.s) (this parameter provides insights into the fluid's behavior at high shear rates), η_0 is the zero rate dynamic viscosity (Pa.s) and $\dot{\gamma}_0$ is the initial shear rate (1/s). As expected, the more the solids content of CPB mixtures, the greater the viscosity η_∞ which signifies an increasing flow resistance when the CPB solids contents increases. For example, $\eta_\infty = 0.02$ Pa.s at $C_w = 64\%$ and $\eta_\infty = 1.53$ Pa.s at $C_w = 74\%$.

Figure 7 depicts the impact of muscovite on the flow and viscosity curves of CPB mixtures, featuring varied muscovite contents (14, 16, 18, 20, 22, and 24%) while maintaining a constant target solids content of around 72%. It becomes evident that muscovite exerts an influential role on the flow and viscosity curves and consequently on the ensuing rheological properties (yield stress and dynamic viscosity η_∞). This impact of muscovite observed for $C_w = 72\%$ was also observed for CPB at $C_w = 70\%$ and $C_w = 74\%$. For these three solids contents, the shape of flow curves of CPB containing 24% of muscovite was less regular than that for lower values of muscovite contents. Such disturbances can be attributed to heightened friction within the paste in the rheometer for CPB with a muscovite content of 24%.

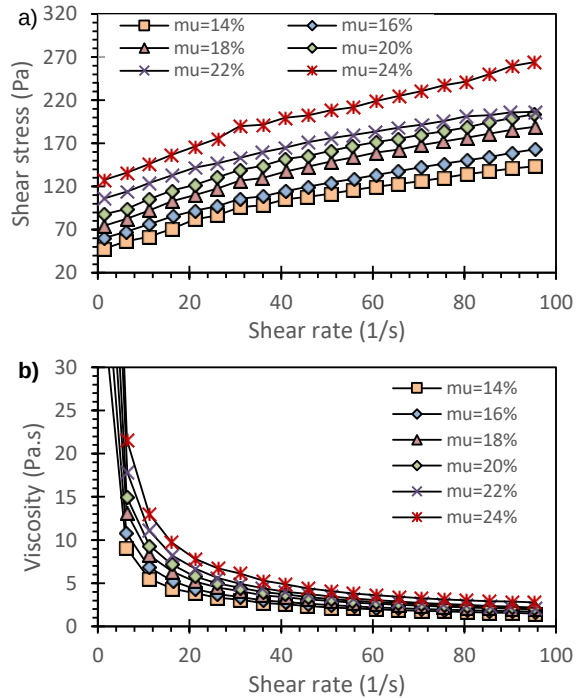


Figure 7. (a) Influence of the muscovite content (μ) on typical rheograms (b) and viscosity curves for CPB mixtures at a fixed solids content of 72%.

All rheograms and dynamic viscosity curves gathered from this study underwent a comprehensive analysis by fitting them with the Herschel-Bulkley and Cross rheological models, respectively. All the standard error (SE) for the fittings were lower than 20%. These analyses facilitated the determination of the rheological properties, enabling the assessment of relationships between these properties with respect to the muscovite and solids contents.

For a given muscovite content, Figure 8 shows that the yield stress τ_0 increases with the solids content as expected. For the control CPB ($\mu = 14\%$), τ_0 increased from 25 Pa at $C_w = 70\%$ to 112 Pa at $C_w = 74\%$, i.e., a relative increase of $\Delta\tau_0 = 348\%$. For the CPB with 24% muscovite, τ_0 increased 70 Pa at $C_w = 70\%$ to 221 Pa at $C_w = 74\%$, i.e., a relative increase of $\Delta\tau_0 = 215\%$.

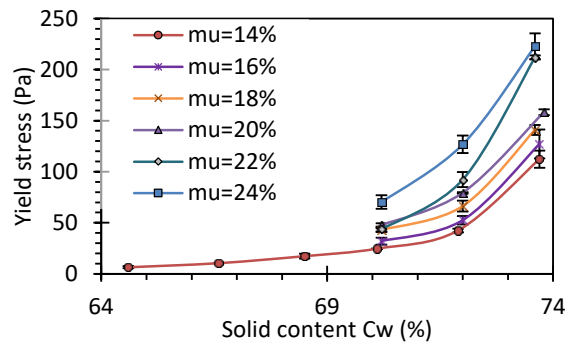


Figure 8. Influence of the solids content on the yield stress of CPB with different muscovite contents

Figure 9a shows the impact of muscovite content on the yield stress τ_0 for solids contents C_w of around 70, 72 and 74%. One observes a clear increase in yield stress with a trend close to a quadratic function (second-degree polynomial function). For instance, τ_0 increases from 25 to 70 Pa, from 42 to 127 Pa and from 112 to 223 Pa when the muscovite content varies de 14 a 24% for $C_w \approx 70, 72$ and 74 %, respectively.

Figures 9b and 9c show the impact of muscovite content on the flow index n and Cross infinite dynamic viscosity η_∞ , respectively. For solids contents of around 70 and 72%, these two parameters increase slightly with the muscovite content. The CPB remains, however, with a shear-thinning behavior ($n < 1$). For $C_w = 74\%$, a steep increase in both parameters n and η_∞ are observed for a muscovite content higher than 20% and the CPB becomes shear-thickening ($n > 1$) for $\mu > 22\%$. It should be recalled that increasing values of yield stress, flow index and infinite viscosity result in increasing pressure loss and demand on pumping energy (Swamee and Aggarwal 2011).

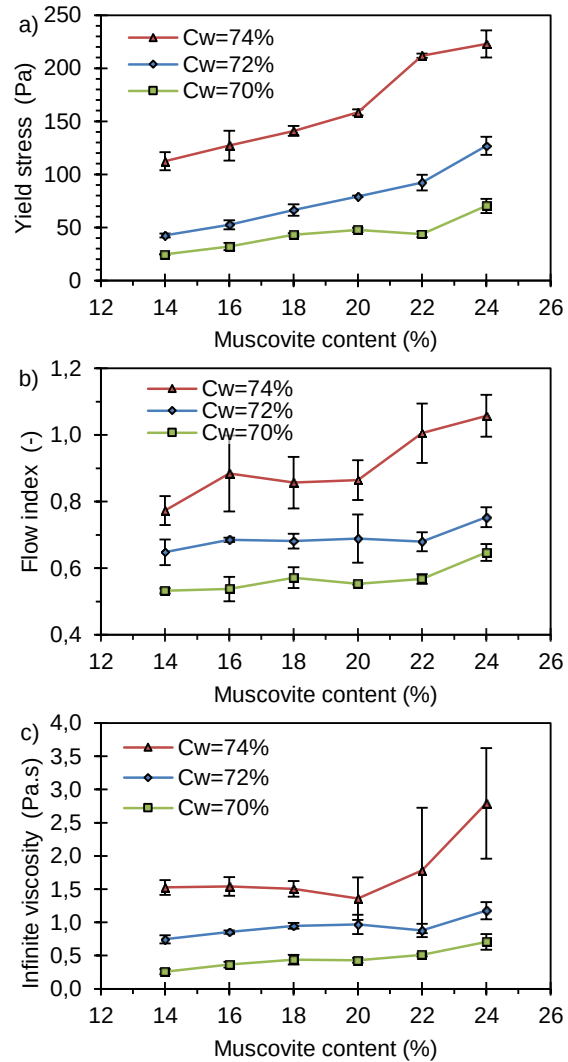


Figure 9. Influence of muscovite content on the rheological properties of CPB mixture for different solids contents: a) yield stress τ_0 , b) Herschel-Bulkley flow index n , and c) Cross infinite shear rate dynamic viscosity η_∞

1.1 Effect of the water/binder ratio on the slump and yield stress

Figures 10a and 10b illustrate the influence of the water/binder ratio (w/b) on the slump and yield stress, respectively. As the quantity of water in the CPB is directly linked with the solids content, but negatively correlated, the trends shown in Figure 10 are opposite to those shown in Figure 5a and 8. The slump increased and the yield stress diminished when the w/b ratio was raised for a given muscovite content. For a given value of w/b , the slump decreased, and the yield stress increased with increasing muscovite content. To maintain a given slump value which ensures a safe distribution of CPB in the underground, as is the practice in the industry, the results

in figure 10a show that w/b increased with increasing muscovite content, which means that it would be necessary to add water. For example, for an 8-in slump, w/b ratios of 8.10, 8.35, 8.45, 8.55, 8.75 and 9 are obtained for $\mu = 14, 16, 18, 20, 22$ et 24% , respectively. Increasing w/b ratio may result in decreasing strength. To overcome this problem, binder must be added to keep the initial w/b ratio. The results presented here may help estimate the quantity of cement to be added. This exercise can also be performed using results presented in Figure 10b if the backfill plant operator aims not to exceed a given yield stress to transport the CPB properly.

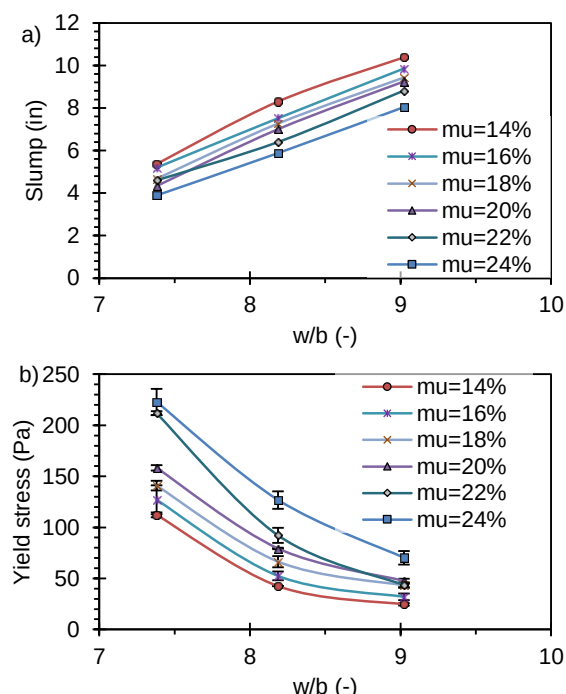


Figure 10: Influence of the water/binder ratio (w/b) on (a) the slump and (b) the yield stress for different muscovite contents

Adding binder will, however, increase the solids content and binder content. It would be necessary to ensure the effect of these changes on the rheological properties and on the transportability of the CPB.

1 CONCLUSIONS

The objective of this study was to examine the impact of the combined effect of muscovite variability in tailings used for the preparation of CPB and the solid percentage of CPB on their slump and rheological properties. The following conclusions can be drawn from the results presented above:

- For a given muscovite content, increased solids percentage of CPB reduces the slump and increases

the rheological properties (yield stress, viscosity at infinite shear rate).

- For a given solids content, increasing muscovite content in CPB is accompanied by a reduction in slump and an increase in rheological properties. The addition of water to the CPB mixture may be required to maintain the targeted fluidity, which reduces the water/cement ratio for a constant binder percentage and could result in a reduction in mechanical strength.
- The results presented here provide a tool for estimating the quantities of water and binder to add to the CPB mixture to guarantee fluidity and maintain the targeted water-cement ratio determined when formulating the CPB recipe.
- In practice, it would be desirable to make this formulation of the CPB recipe with the tailing containing the maximum expected muscovite content.

5. ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to acknowledge the Fonds de recherche du Québec, Nature et technologies (FRQNT), Programme de recherche en partenariat sur le développement durable du secteur minier - Volet valorisation des résidus miniers (grant number: 2022-OMN-301195); Agnico Eagle Mines Ltd, IAMGOLD Corporation and the Research Institute of Mines and Environment (RIME UQAT-Polytechnique) for their financial support.

6. REFERENCES

- ASTM C143/C143M - 15a. 2015. Standard Test Method for Slump of Hydraulic Cement Concrete. *ASTM International Annual Book of ASTM*. 04.02. American Society of Testing Material, West Conshohocken, PA.
- Belem, T. and Benzaazoua, M. 2008. Design and Application of Underground Mine Paste Backfill Technology. *Geotechnical and Geological Engineering*, 26: 147-174.
- Belem, T., Benzaazoua, M. and Bussière, B. 2003. Utilisation du Remblai en Pâte comme Support de Terrain. Partie I: De sa Fabrication à sa Mise en Place sous Terre. In *Symp. int. Apres-mines*, GISOS, Gisos ed., Nancy, France (pp. 5-7).
- Belem, T., Benzaazoua, M. and Bussiere, B., 2000. Mechanical Behaviour of Cemented Paste Backfill. In: *Proc. of 53rd Canadian Geotechnical Conference*, Montreal, Octobre 2000, pp.373-380.
- Benzaazoua, M., Belem, T. and Bussiere, B., 2002b..Chemical Factors that Influence on the Performance of Mine Sulphidic Paste Backfill. *Cement and Concrete Research* 32(7): 1133-1144.
- Benzaazoua, M., Fall, M. and Ouellet, S., 2002a. Étude Pluridisciplinaire Visant à Mettre au Point un Outil Expert pour la Prédiction du Comportement des Remblais en Pâte. Rapport Final. Contract IRSST#099 085(submitted for publication).
- Brackebusch F.W. 1994. Basics of Paste Backfill Systems. *Mining Engineering*, 46: 1175-1178.

- Cross M.M. 1965. Rheology of Non-Newtonian Fluids. A New Flow Equation for Pseudo-plastic Systems. *Journal of Colloid Sciences*, 20: 417-437.
- Danielsen, S. W. and Rueslåtten, H. G. 1984. Feldspar and Mica. Key Minerals for Fine Aggregate Quality. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 30(1): 215-219.
- Dikonda, R.K., Mbonimpa M., Belem T. 2021a. Specific Mixing Energy of Cemented Paste Backfill, Part I: Laboratory Determination and Influence on the Consistency. *Minerals* 2021, 11, 1165
- Dikonda, R.K., Mbonimpa M., Belem T. 2021b. Specific Mixing Energy of Cemented Paste Backfill, Part II: Influence on the Rheological and Mechanical Properties and Practical Applications. *Minerals* 2021, 11, 1159
- Hassani, F., and Archibald, J., 1998. Mine Backfill, CD-ROM. *Canadian Institute of Mine, Metallurgy and Petroleum*.
- Herschel, W.H. and Bulkley, R. 1926. Konsistenzmessungen von Gummi Benzolloesungen. *Kolloid-Zeitschrift*, 39: 291-300
- Jahns, R.H. and Lancaster, F.W 1996. Physical Characteristics of Commercial Sheet Muscovite in the Southeastern United States. *Geological Survey Professional Paper* 225, United States Government Printing Office, Washington, 137 p.
- Landriault, D.A., 1995. Paste Backfill Mix Design for Canadian Underground Hard Rock Mining. In: Proc. of the 97th Annual General Meeting of the CIM. Rock Mechanics and Strata Control Session, Halifax, Nova Scotia.
- Landriault, D. 2006. Keynote Address: They said "It will never work" – 25 years of paste backfill 1981–2006. In Proceedings of the *Ninth International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Paste2006*, Limerick, Ireland. pp. 277–292.
- Mitchell, R.J. 1989a. Stability of Cemented Tailings mine Backfill. In *Proceedings of Computer and physical modelling in geotechnical engineering*. Edited by Balasubramaniam et al., A.A. Balkema, Rotterdam, pp. 501–507.
- Mitchell 1989b. Model Studies on The Stability of Confined Fills. *Canadian Geotechnical Journal*, 26: 210–216.
- Mshali M.R. and Visser A.T. 2014. Influence of Mica on Compactability and Moisture Content of Cement-Treated Weathered Granite Gravel. *Proceedings of the 33rd Southern African Transport Conference SATC 2014*, 7-10 July, Pretoria, South Africa.
- Tariq, A. and Yanful, E.K. 2013. A Review of binders used in Cemented Paste Tailings for Underground and Surface Disposal Practices. *Journal of Environmental Management*, 131: 138-149
- Swamee, P.K.; Aggarwal, N. 2011. Explicit Equations for Laminar Flow of Herschel–Bulkley Fluids. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 89: 1426–1433.

ANNEXE C RHÉOGRAMMES : RPC À BASE DE RÉSIDUS RW

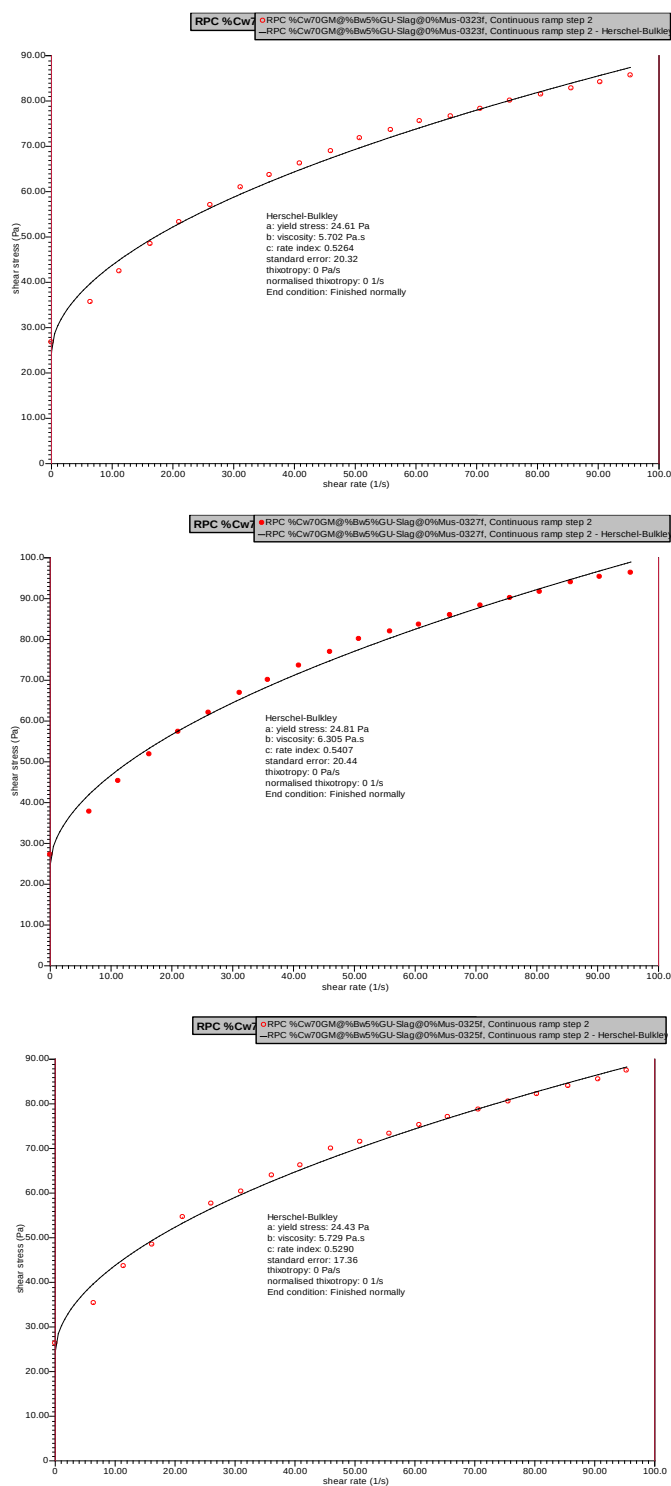


Figure C.1 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 14% de muscovite

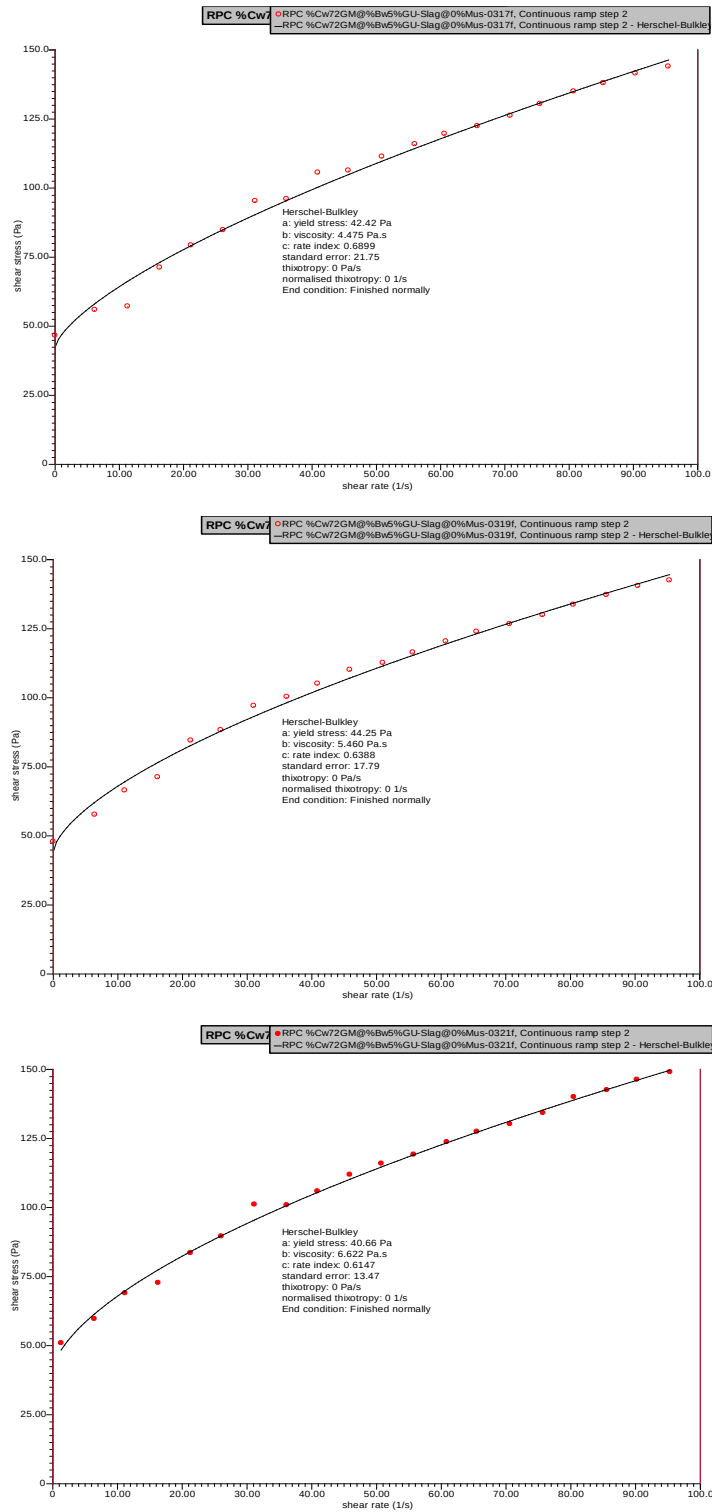


Figure C.2 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 14% de muscovite

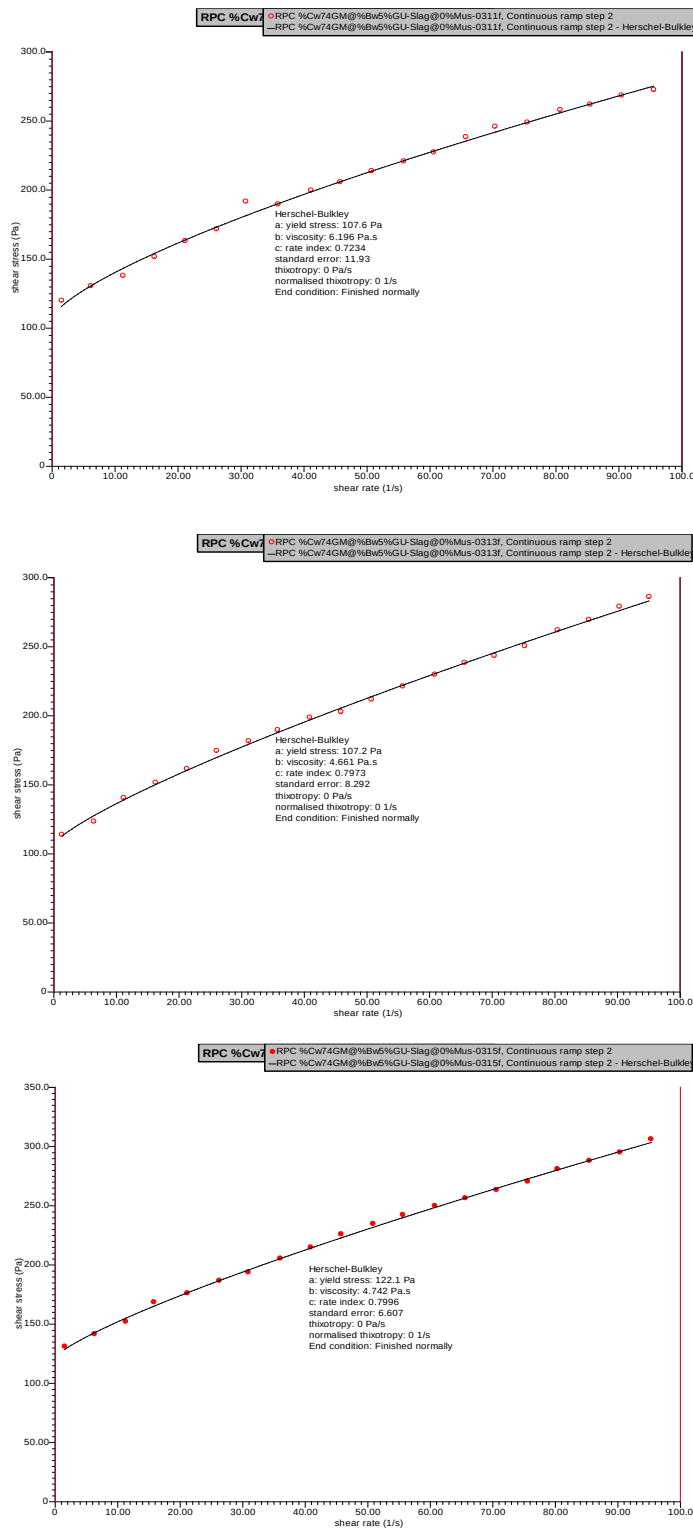


Figure C.3 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 14% de muscovite

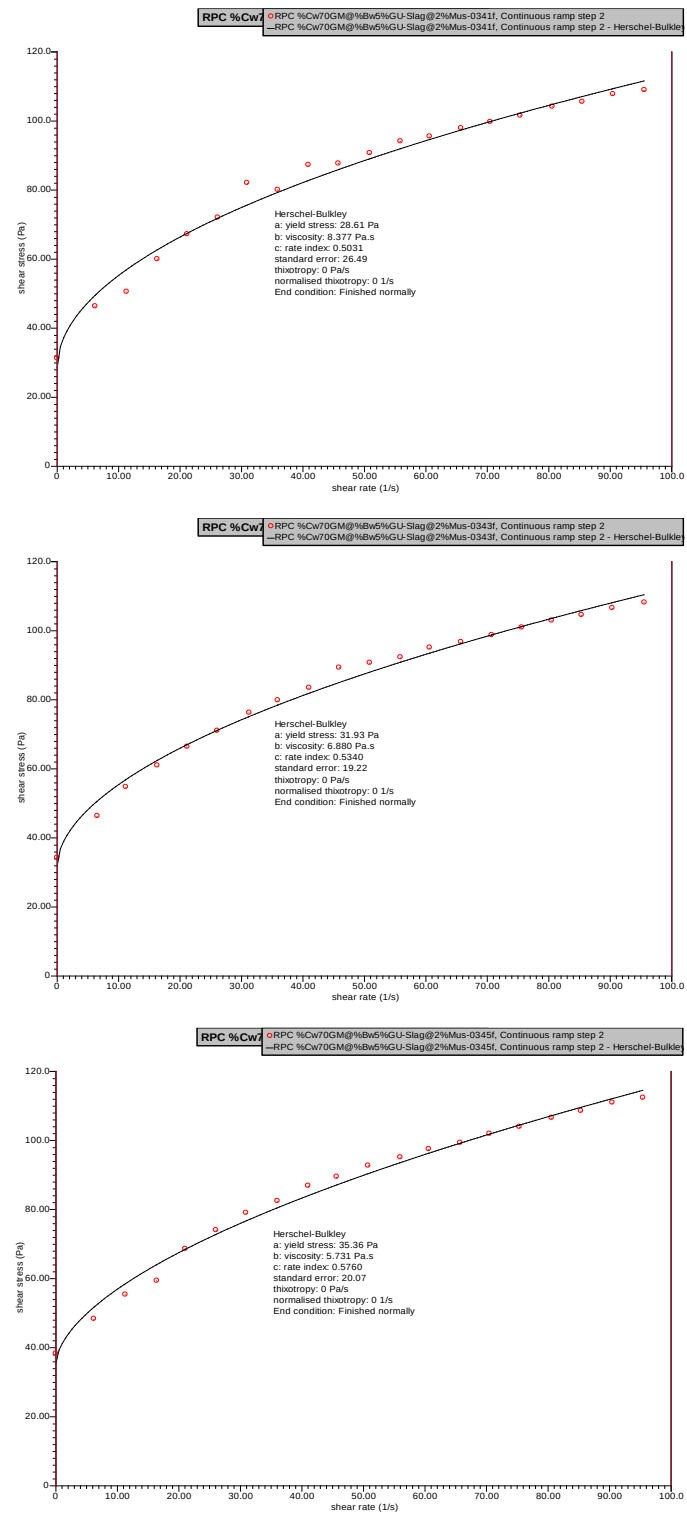


Figure C.4 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 16% de muscovite

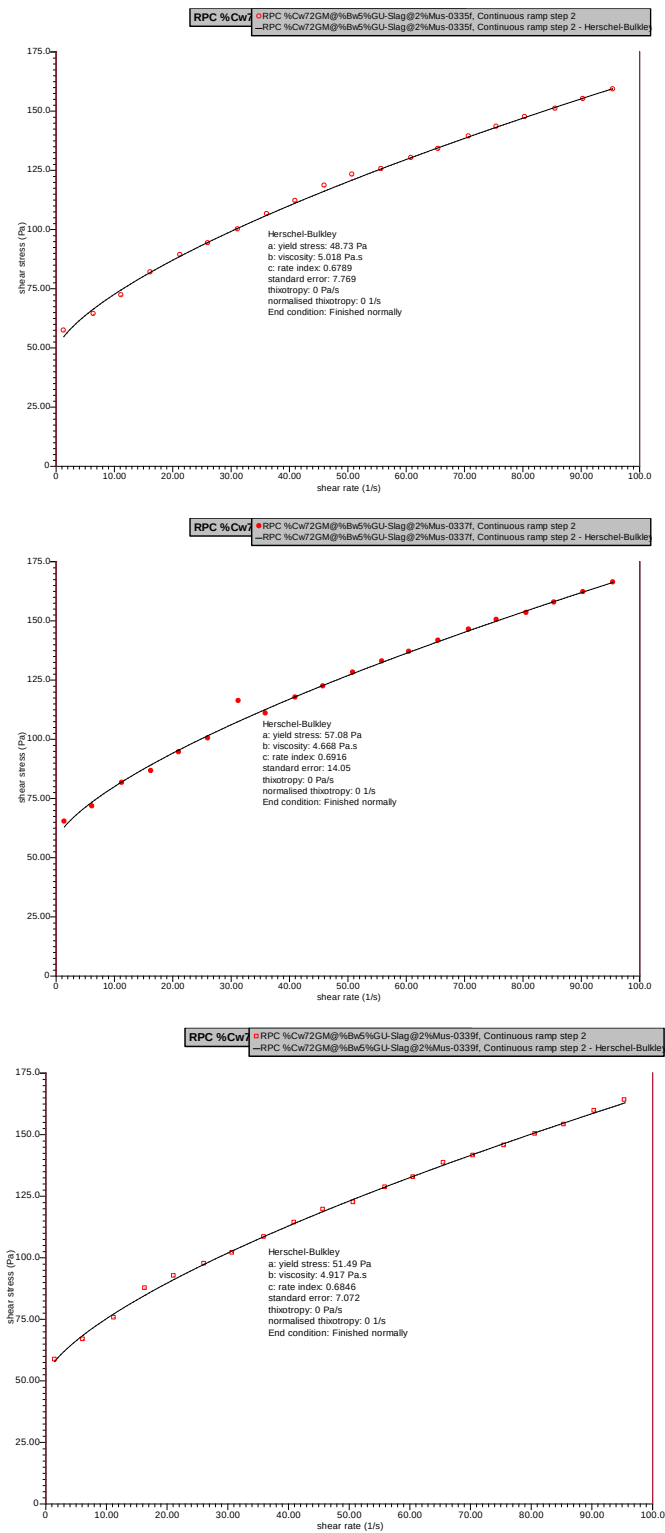


Figure C.5 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 16% de muscovite

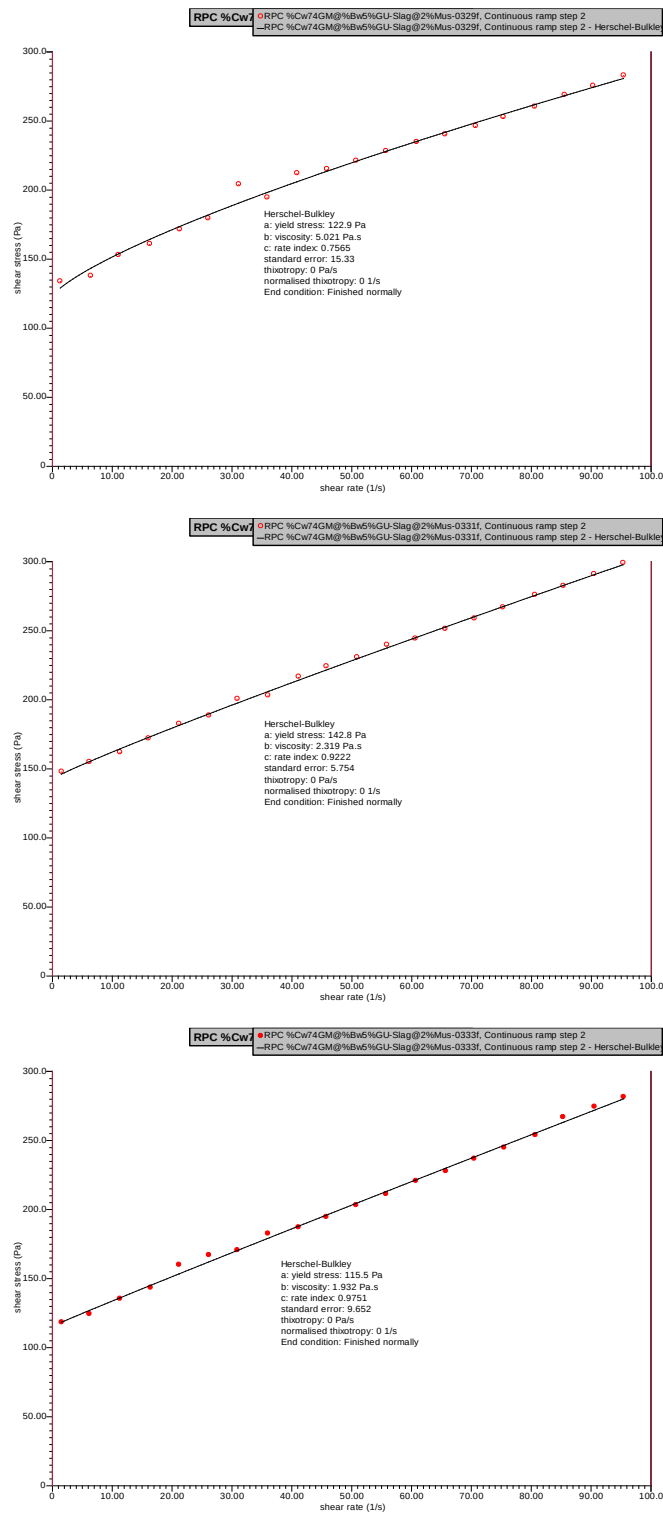


Figure C.6 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 16% de muscovite

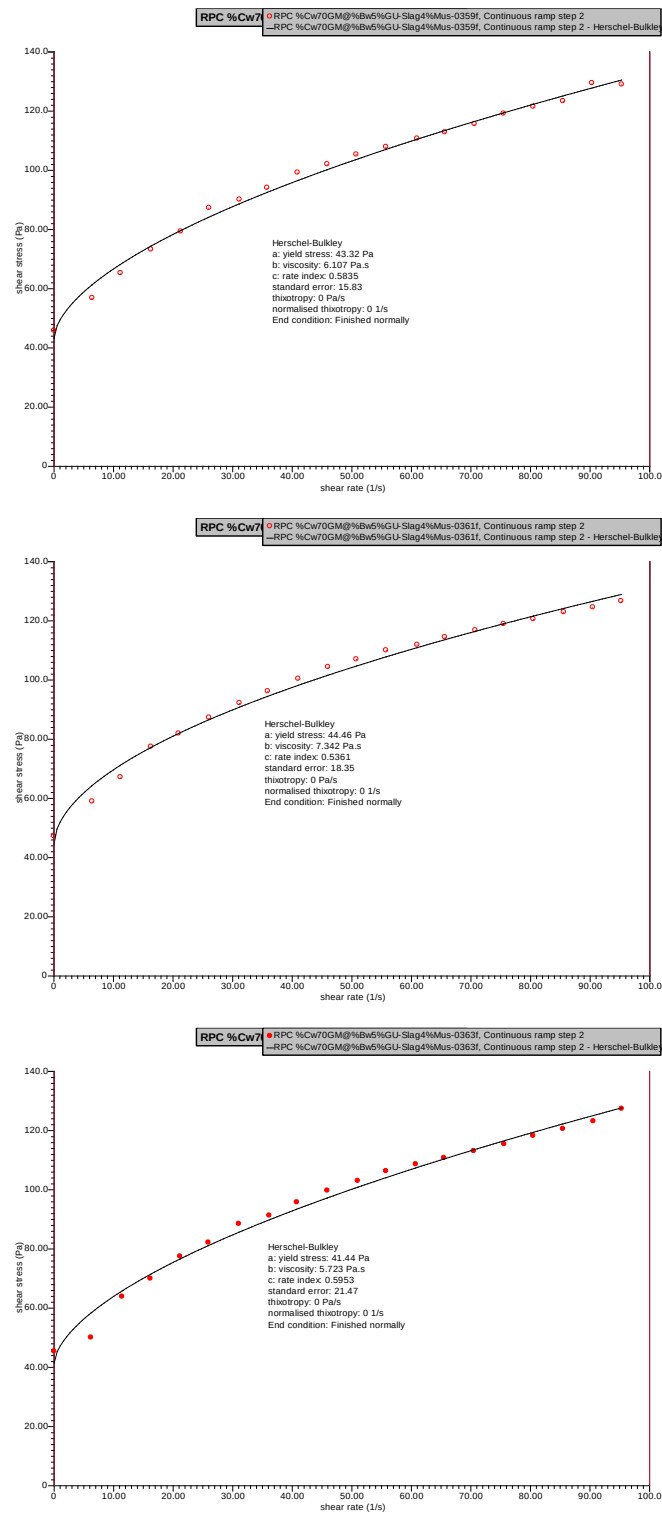


Figure C.7 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 18% de muscovite

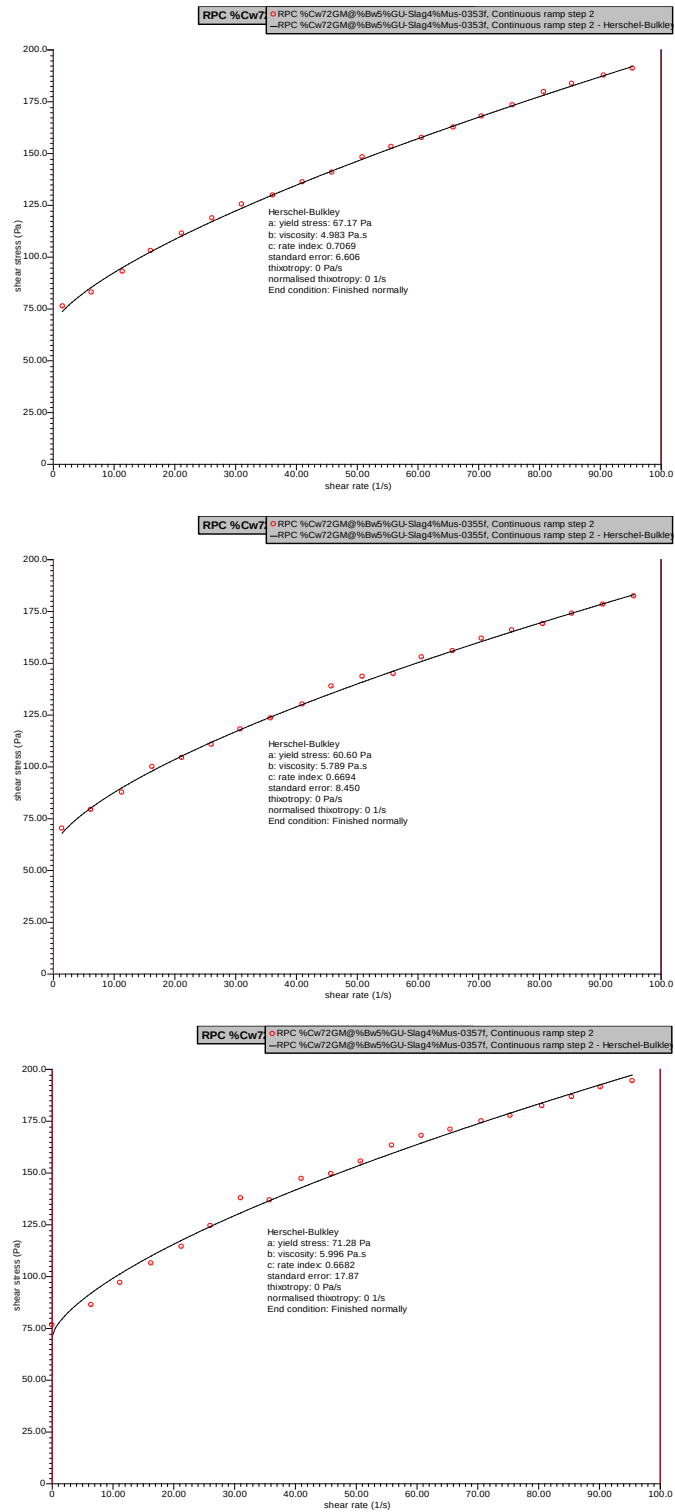


Figure C.8 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 18% de muscovite

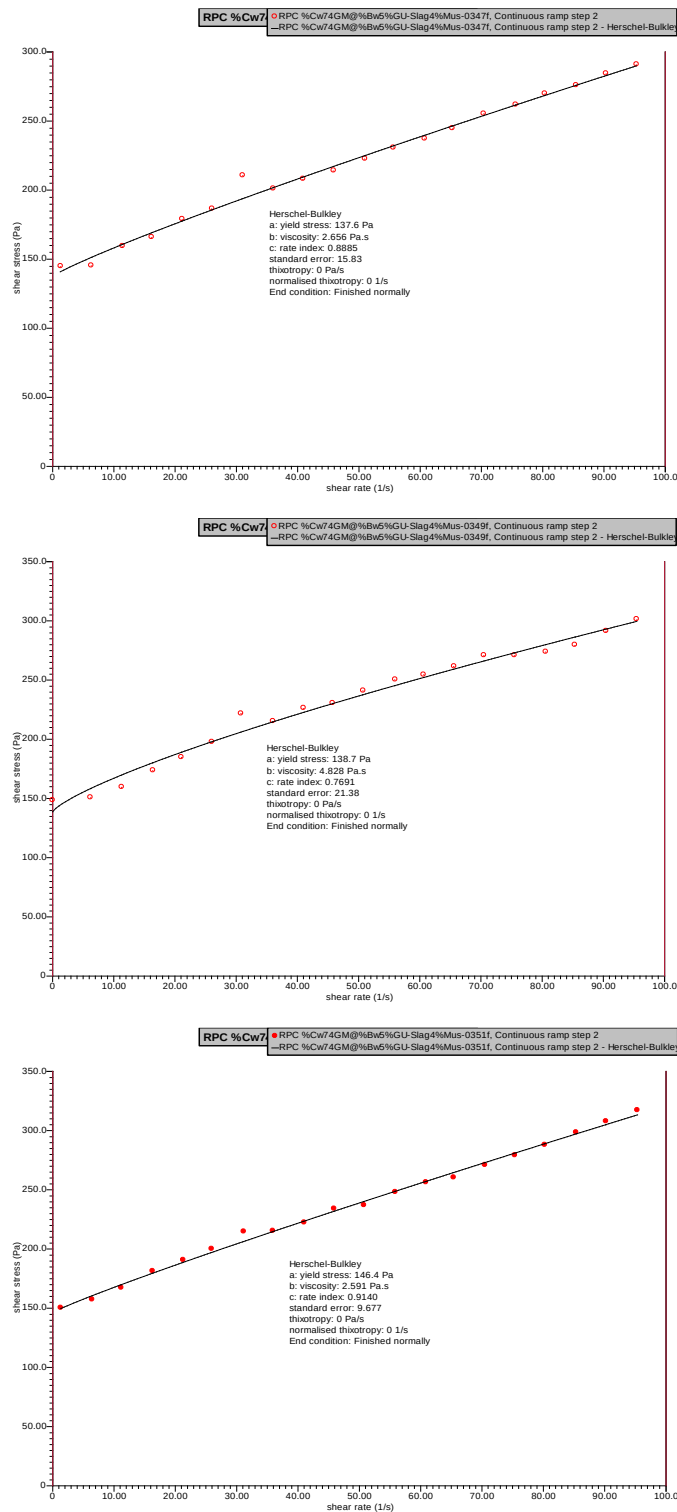


Figure C.9 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 18% de muscovite

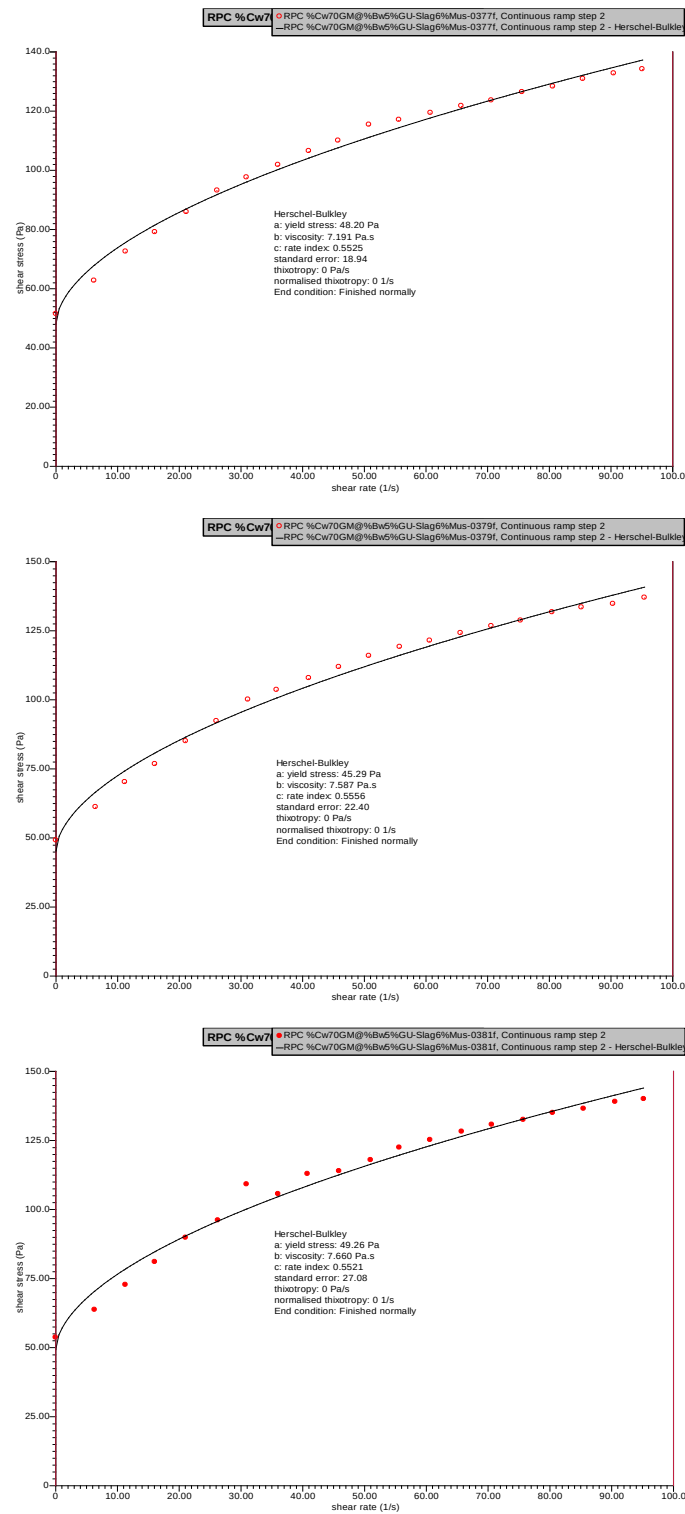


Figure C.10 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 20% de muscovite

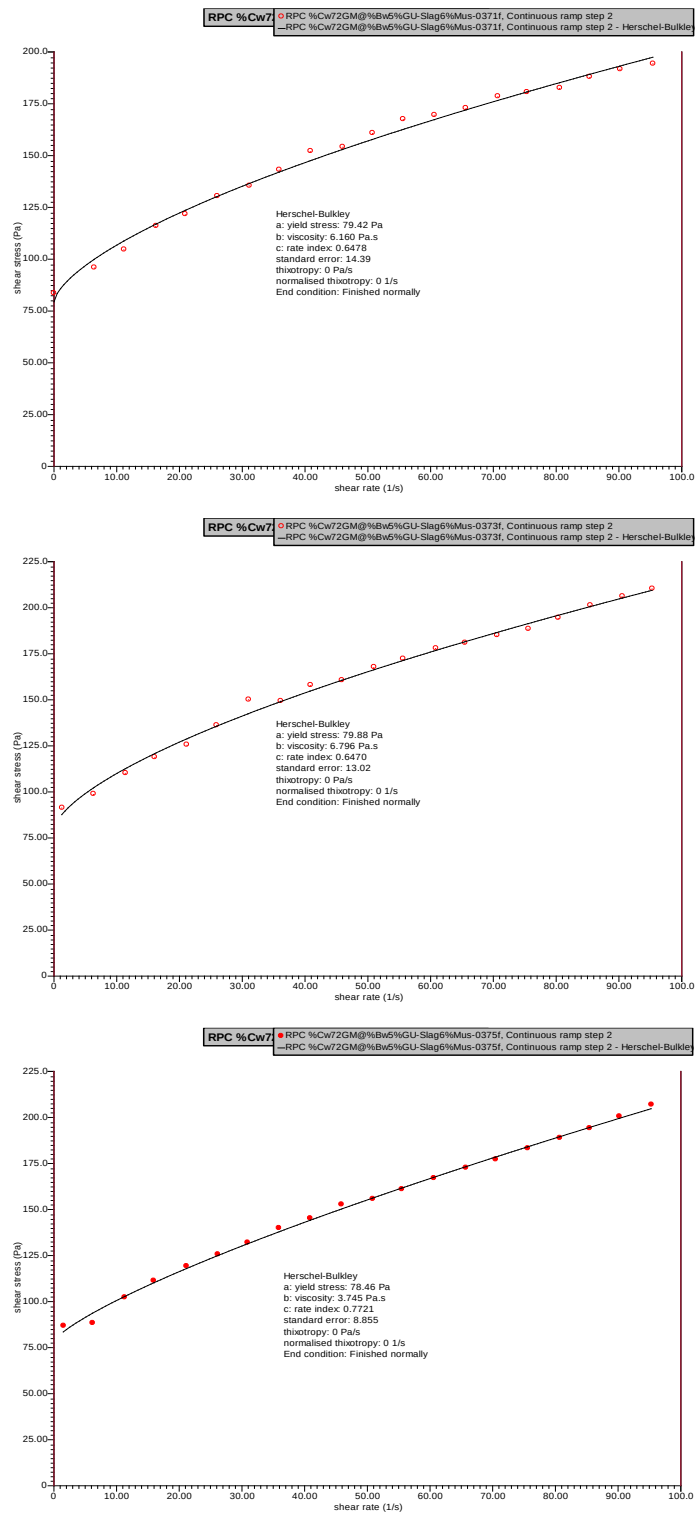


Figure C.11 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 20% de muscovite

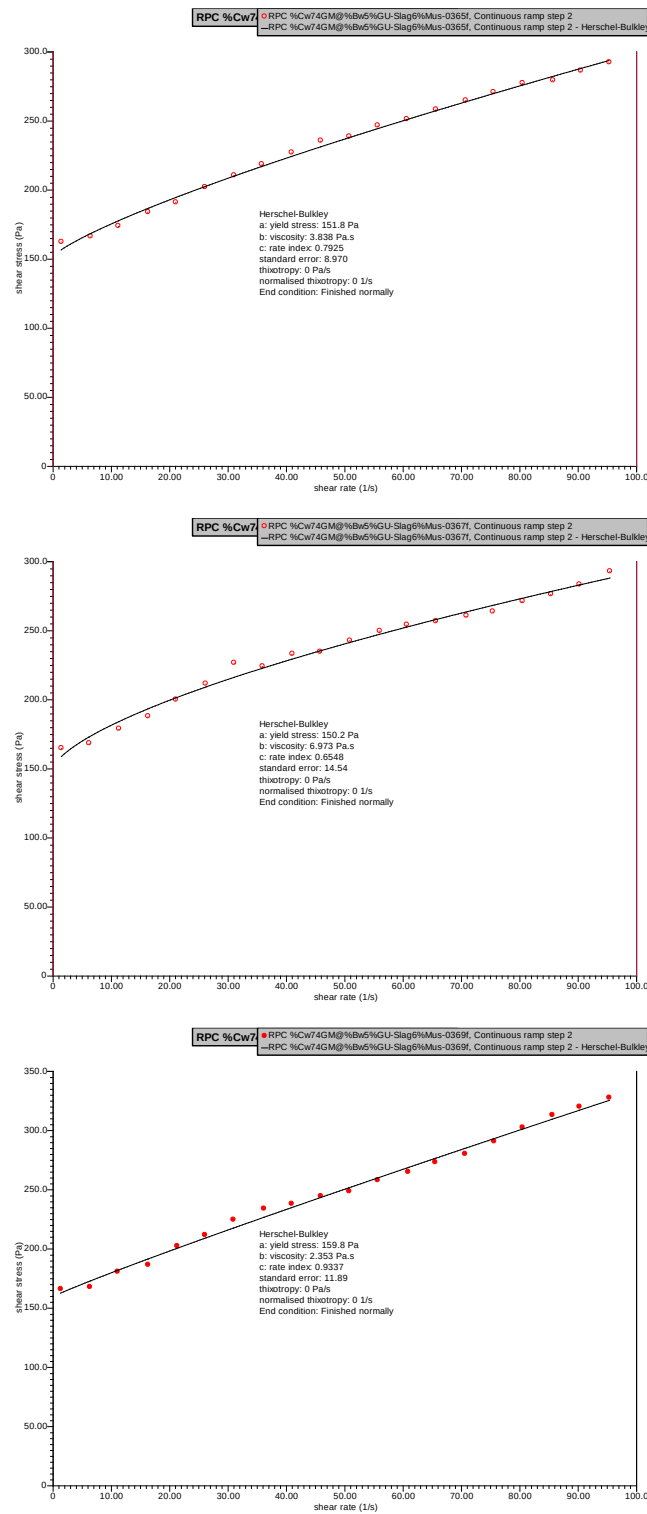


Figure C.12 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 20% de muscovite

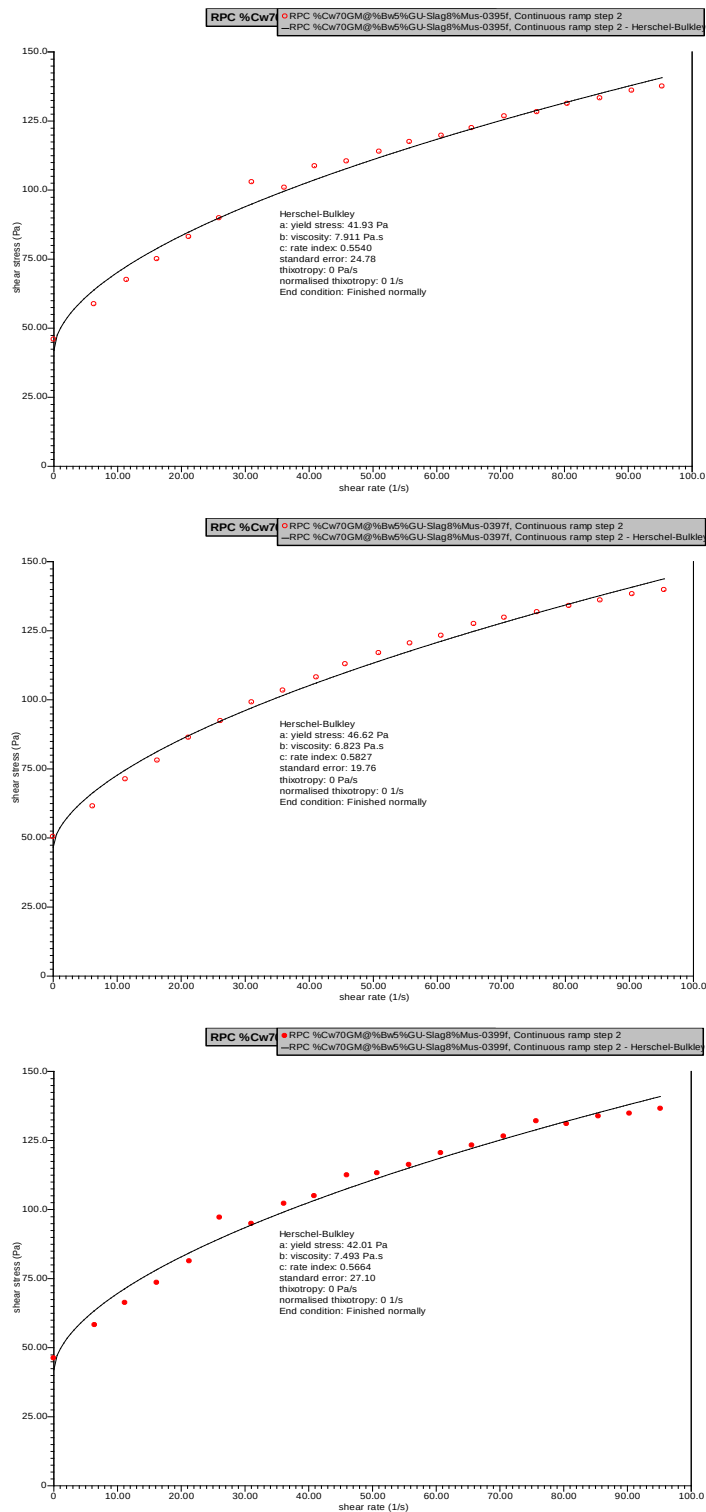


Figure C.13 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 22% de muscovite

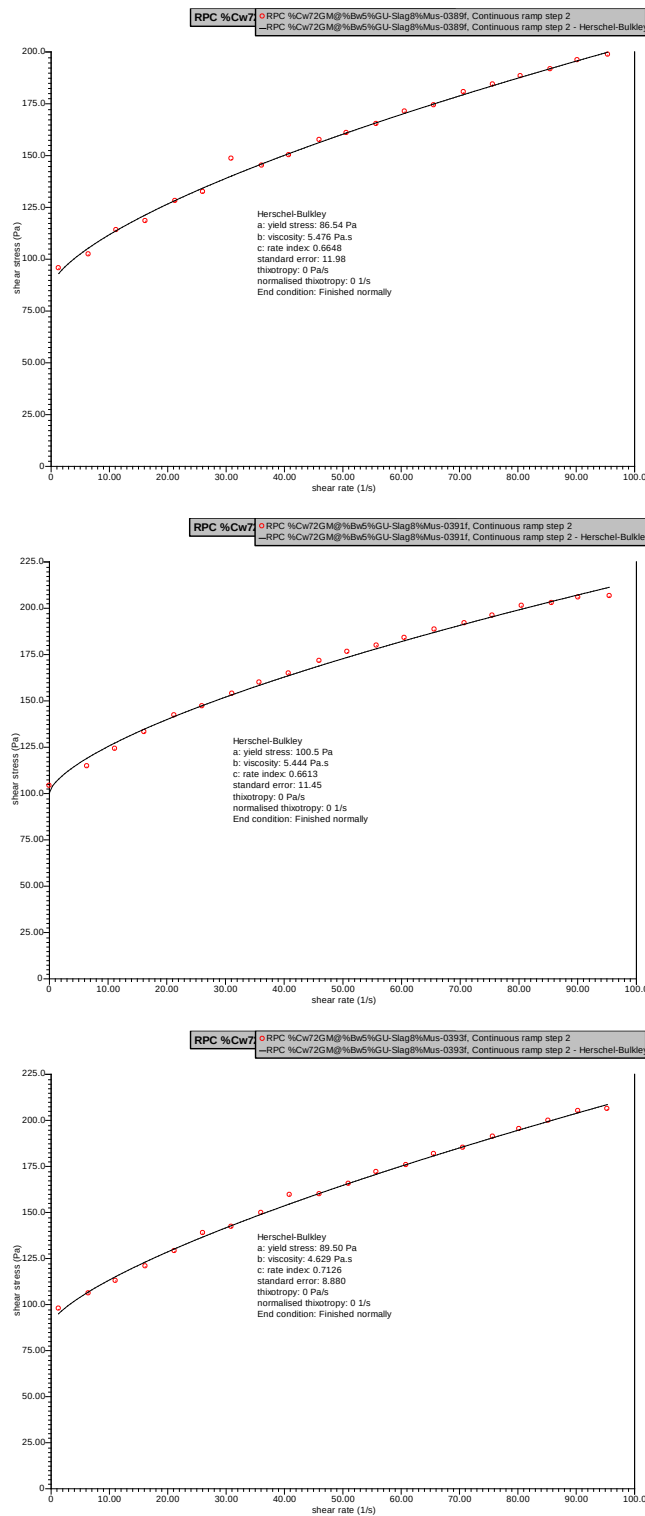


Figure C.14 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 22% de muscovite

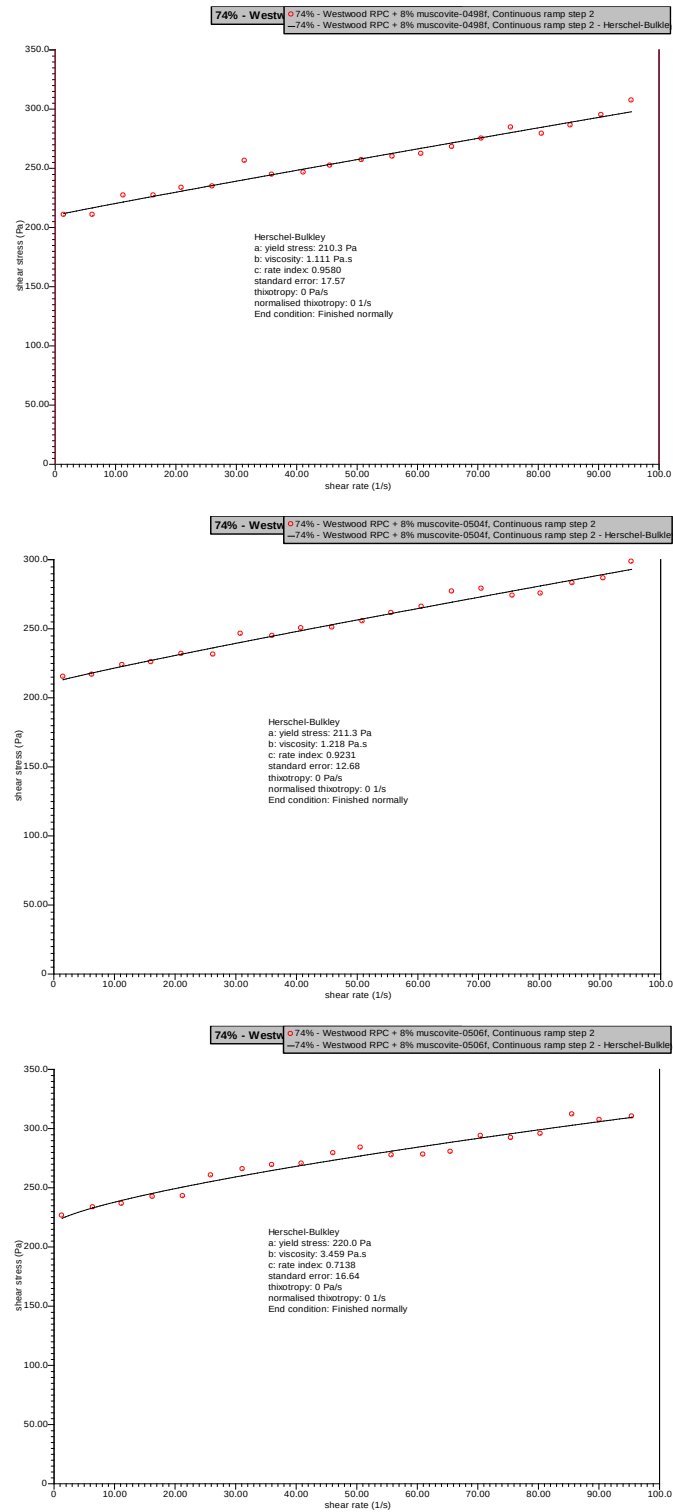


Figure C.15 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 22% de muscovite

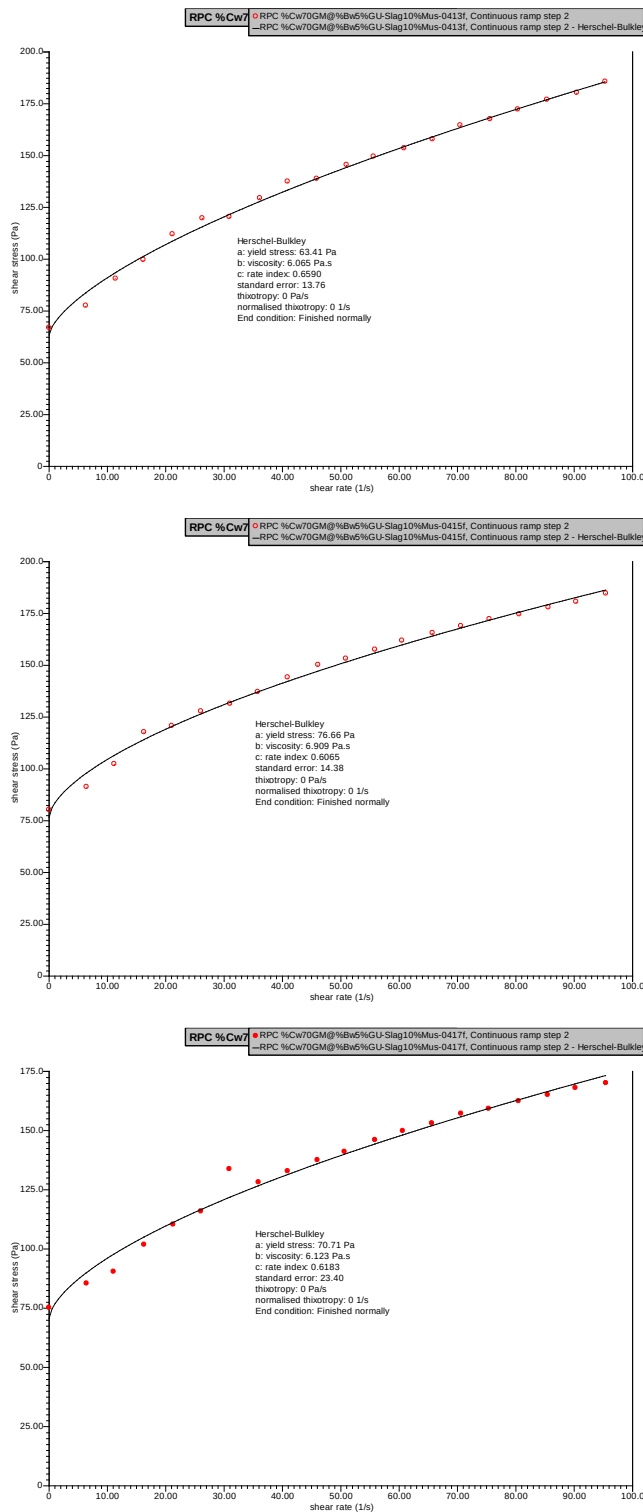


Figure C.16 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 70% solides avec 24% de muscovite

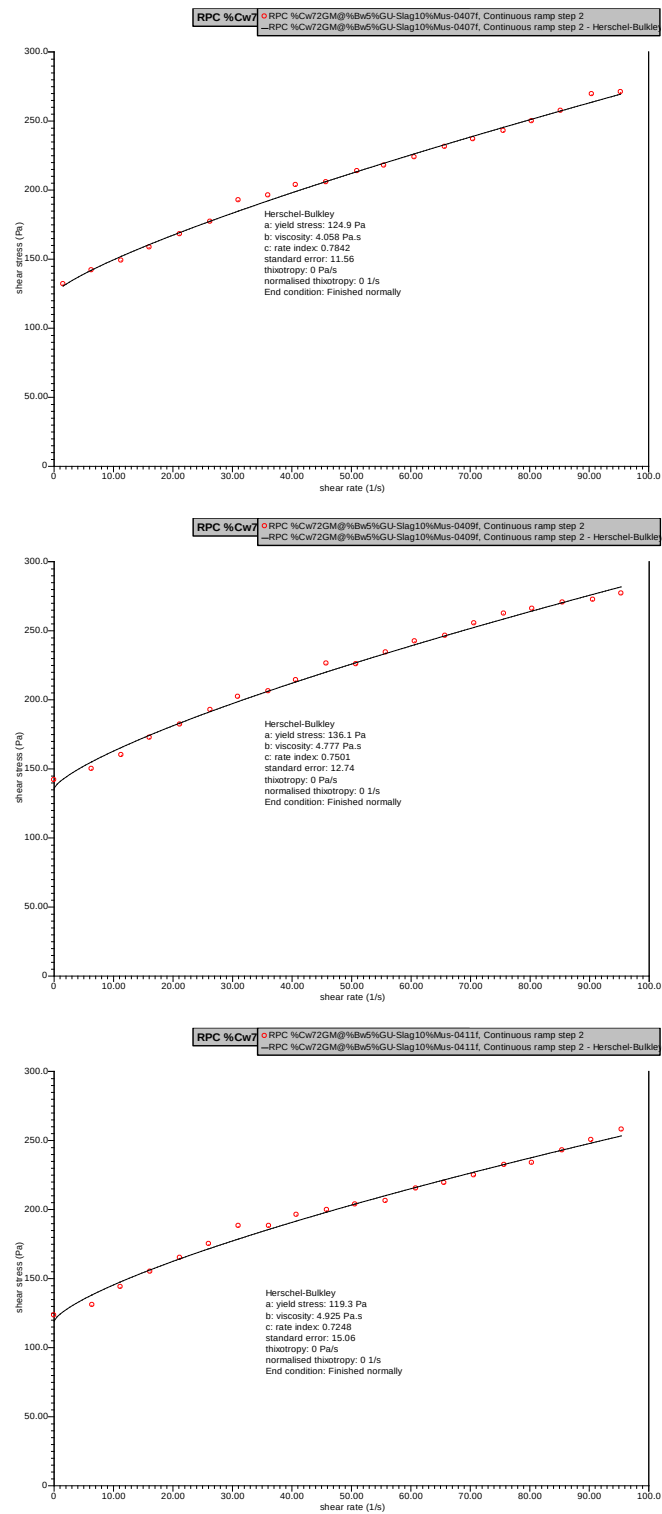


Figure C.17 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 72% solides avec 24% de muscovite

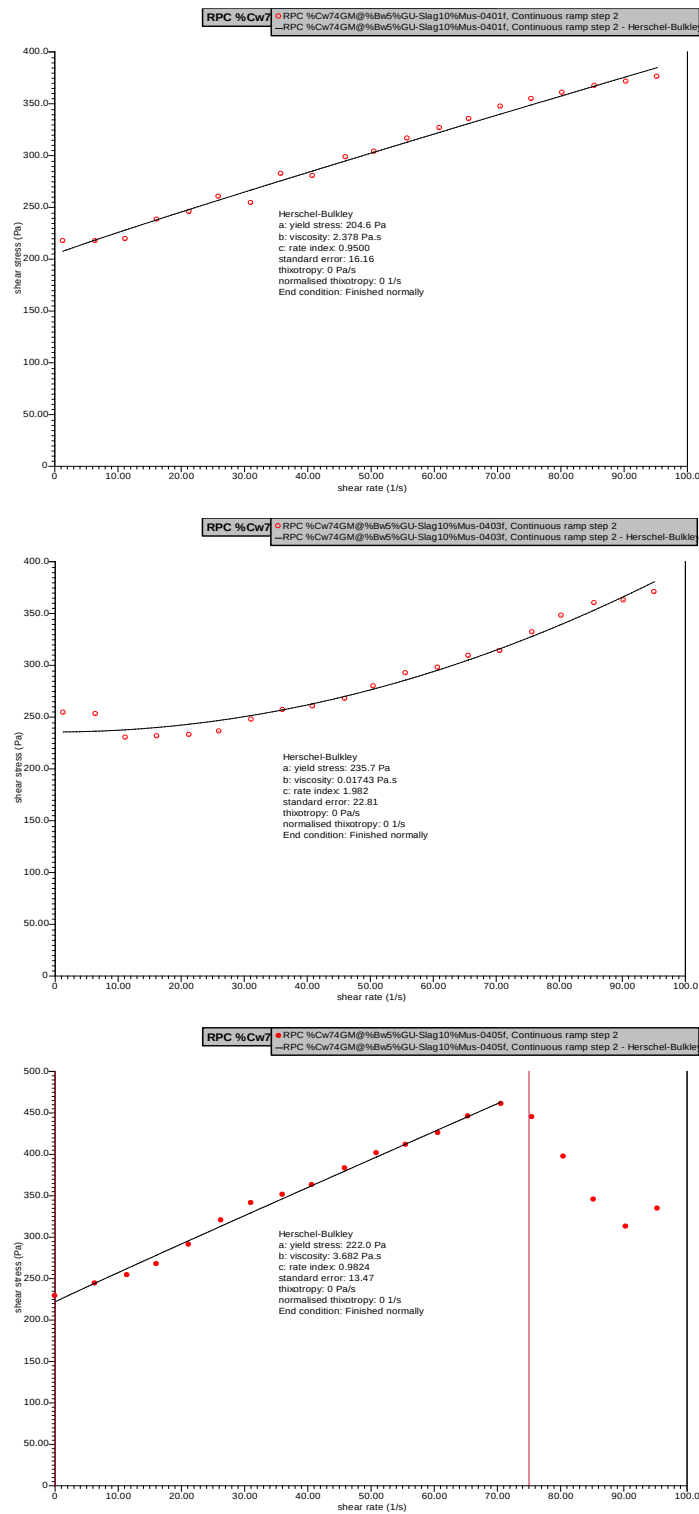


Figure C.18 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 74% solides avec 24% de muscovite

ANNEXE D RHÉOGRAMMES : RPC À BASE DE RÉSIDUS RL

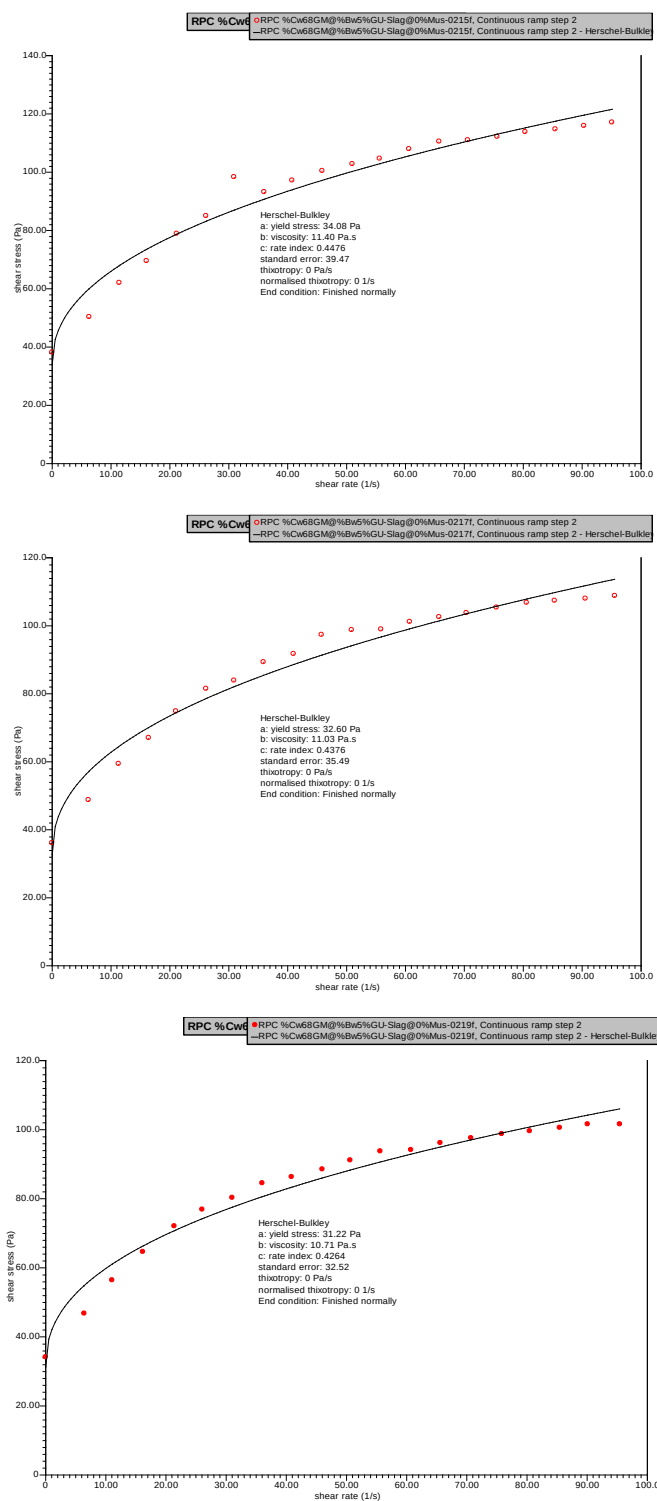


Figure D.1 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 15% de muscovite

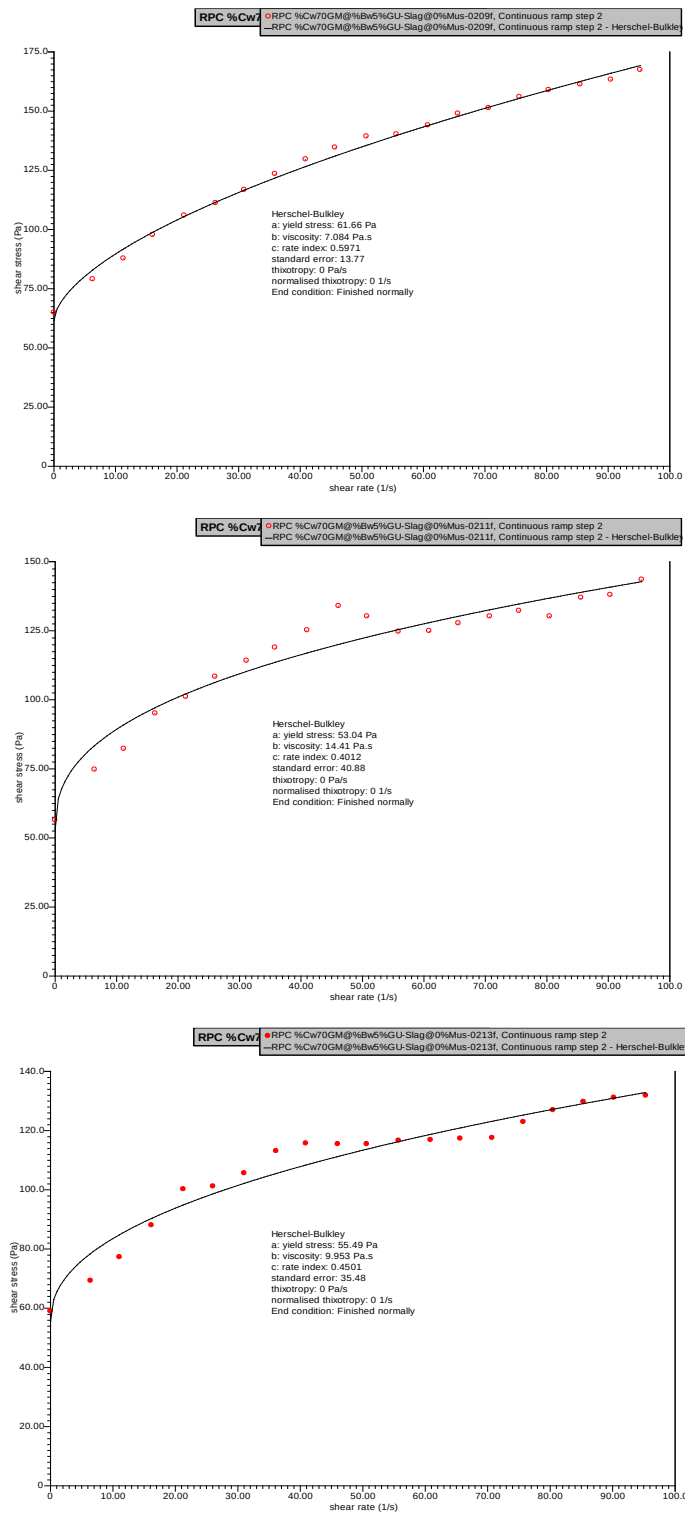


Figure D.2 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 15% de muscovite

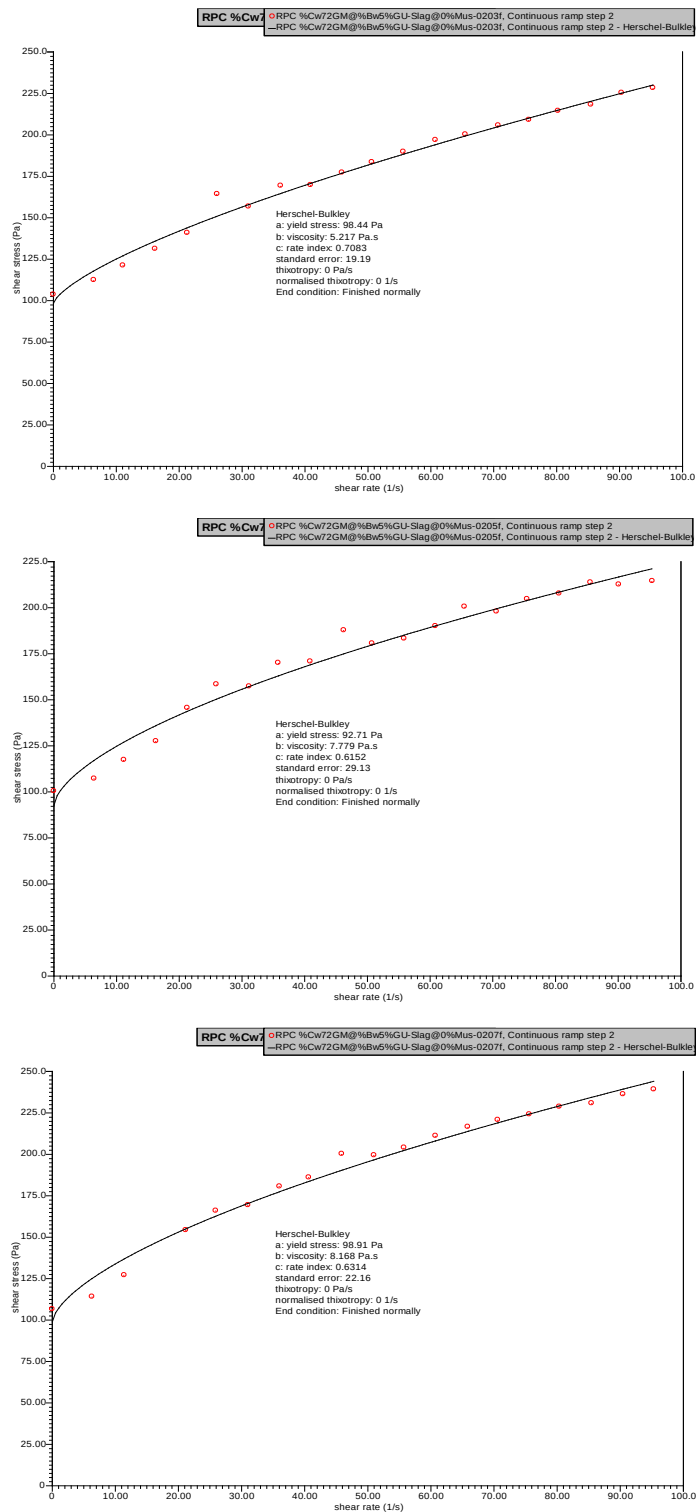


Figure D.3 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 15% de muscovite

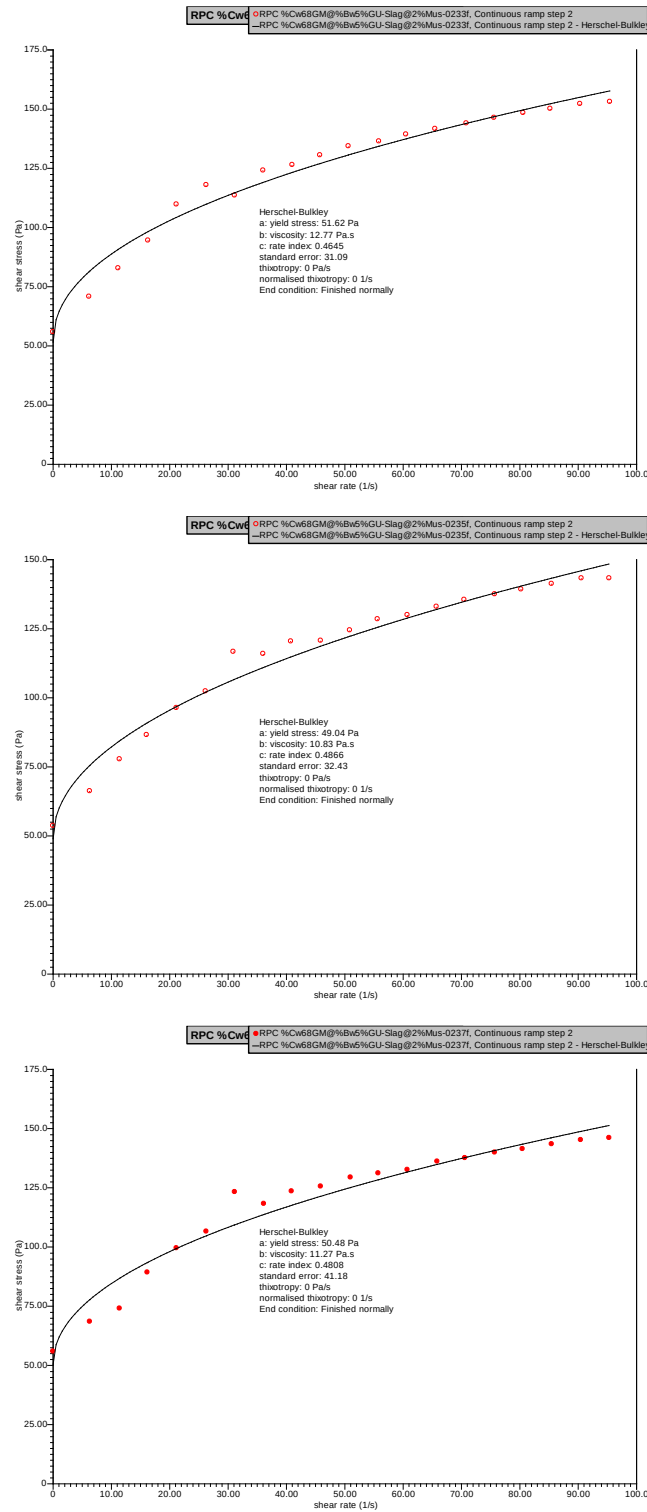


Figure D.4 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 17% de muscovite

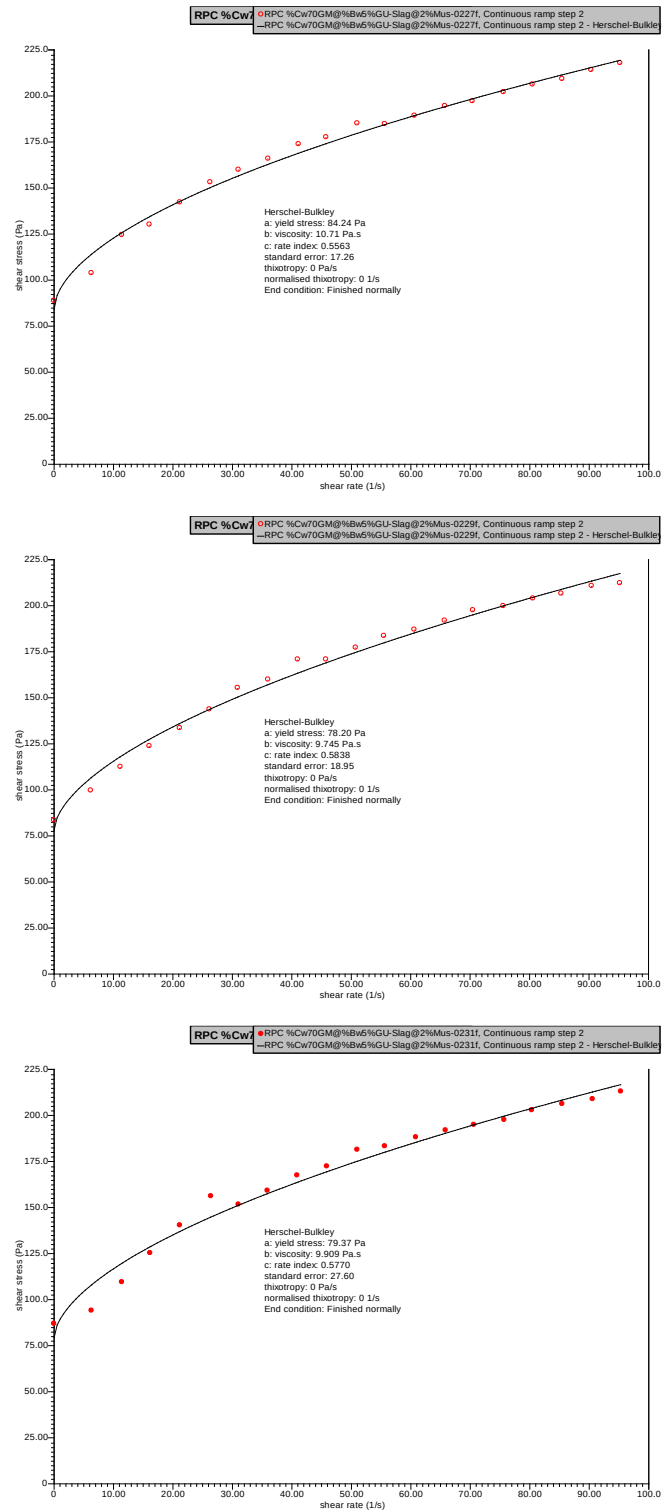


Figure D.5 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 17% de muscovite

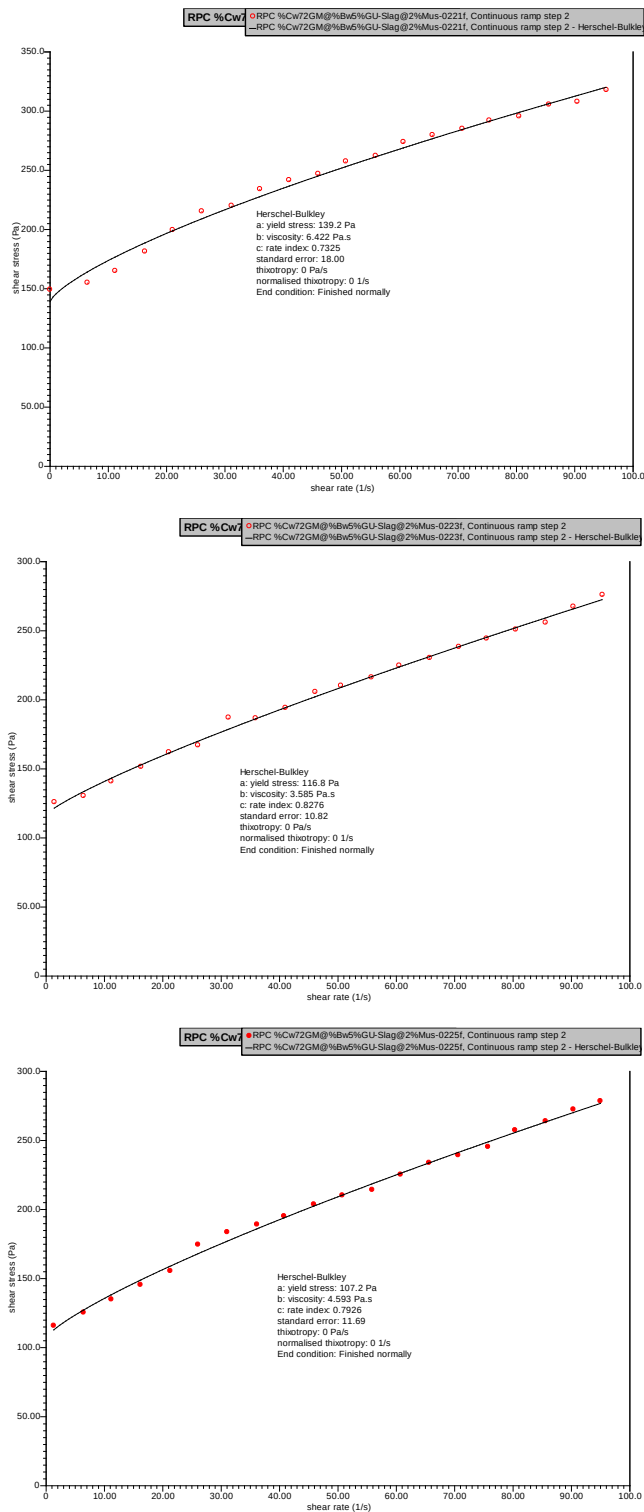


Figure D.6 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 17% de muscovite

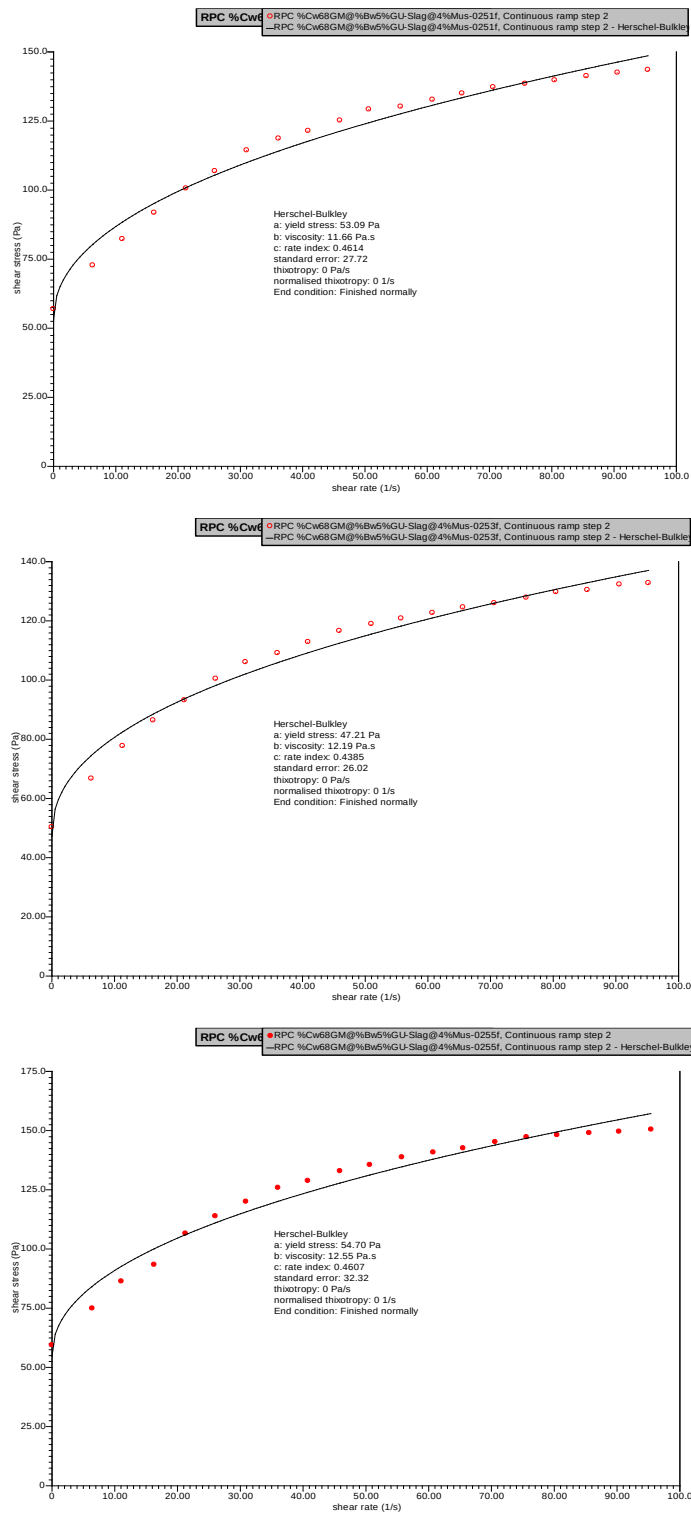


Figure D.7 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 17% de muscovite

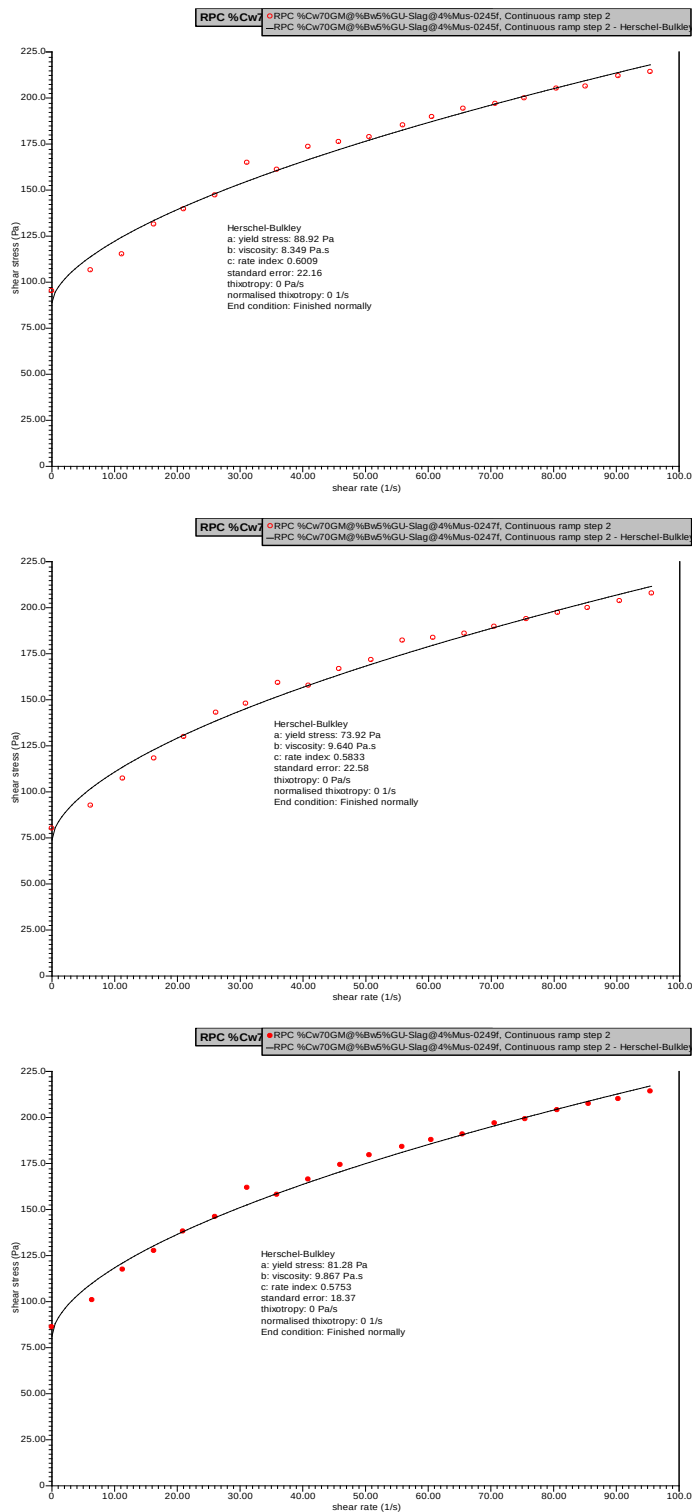


Figure D.8 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 19% de muscovite

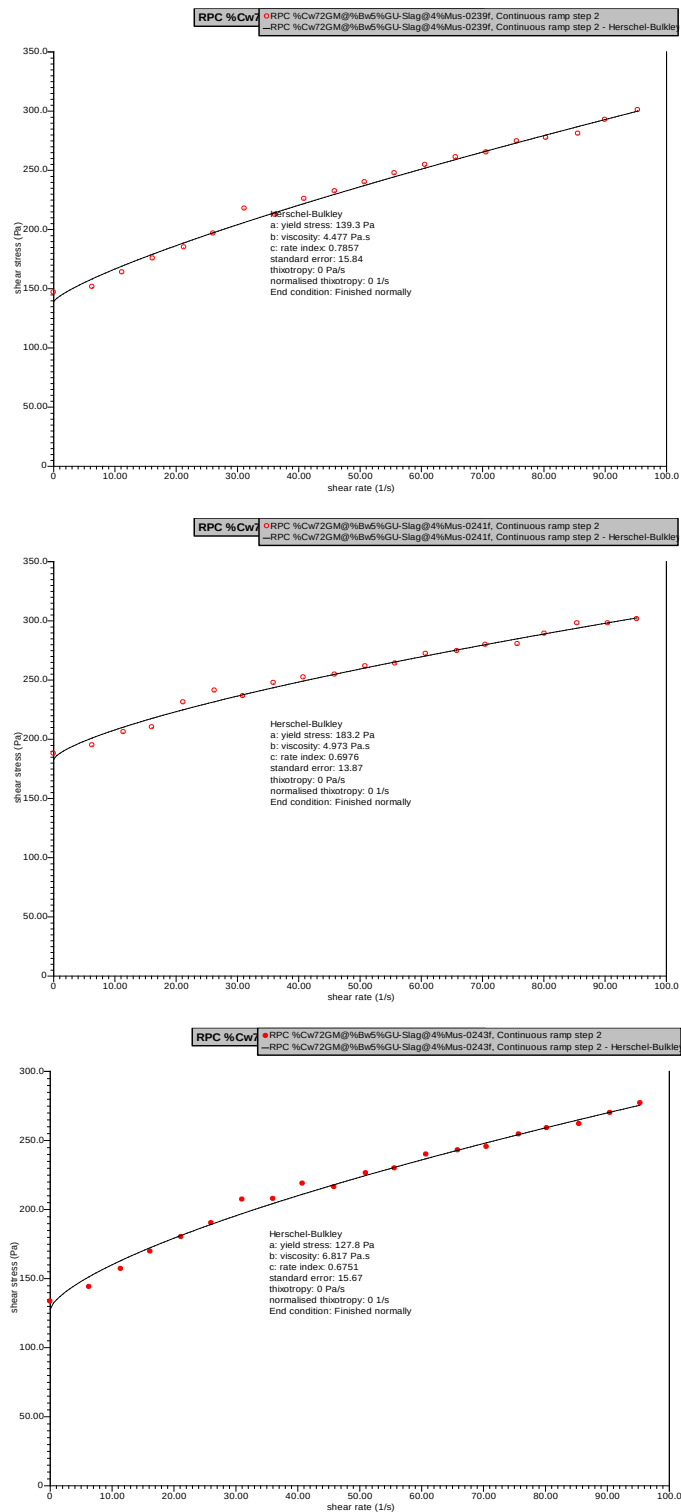


Figure D.9 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 19% de muscovite

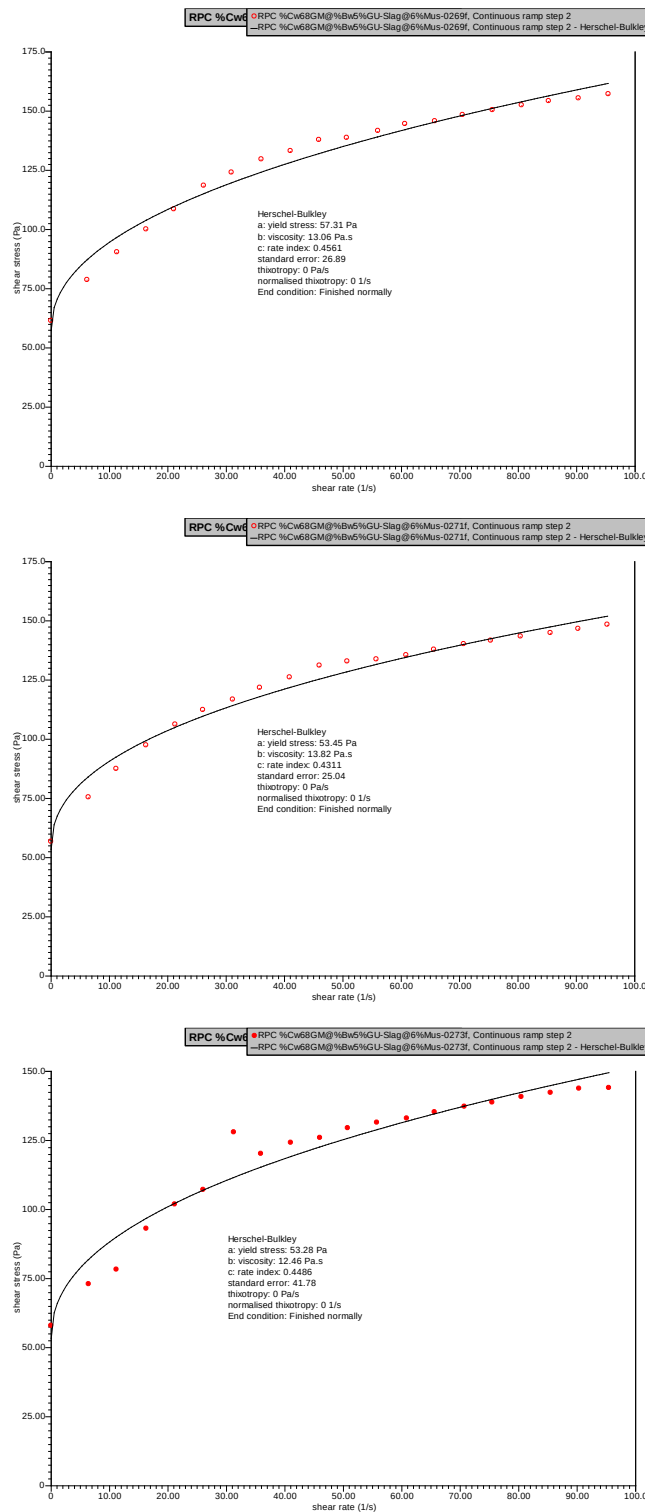


Figure D.10 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 21% de muscovite

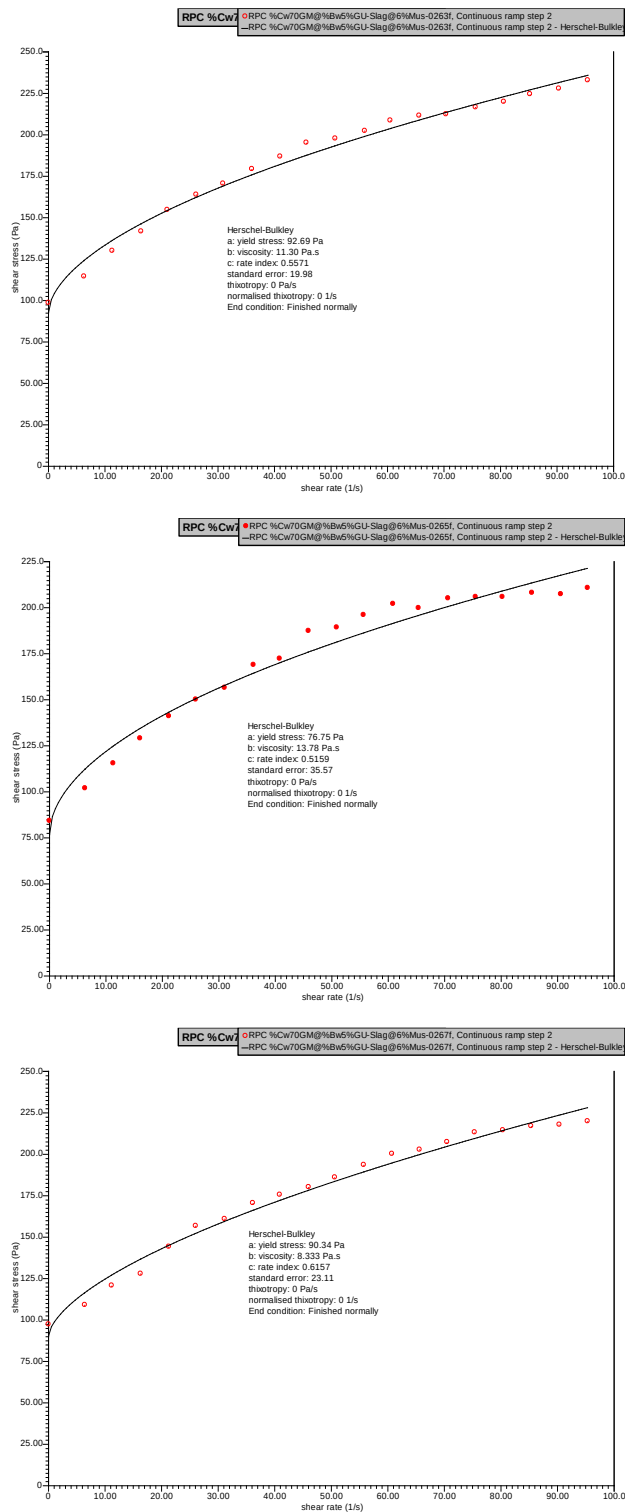


Figure D.11 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 21% de muscovite

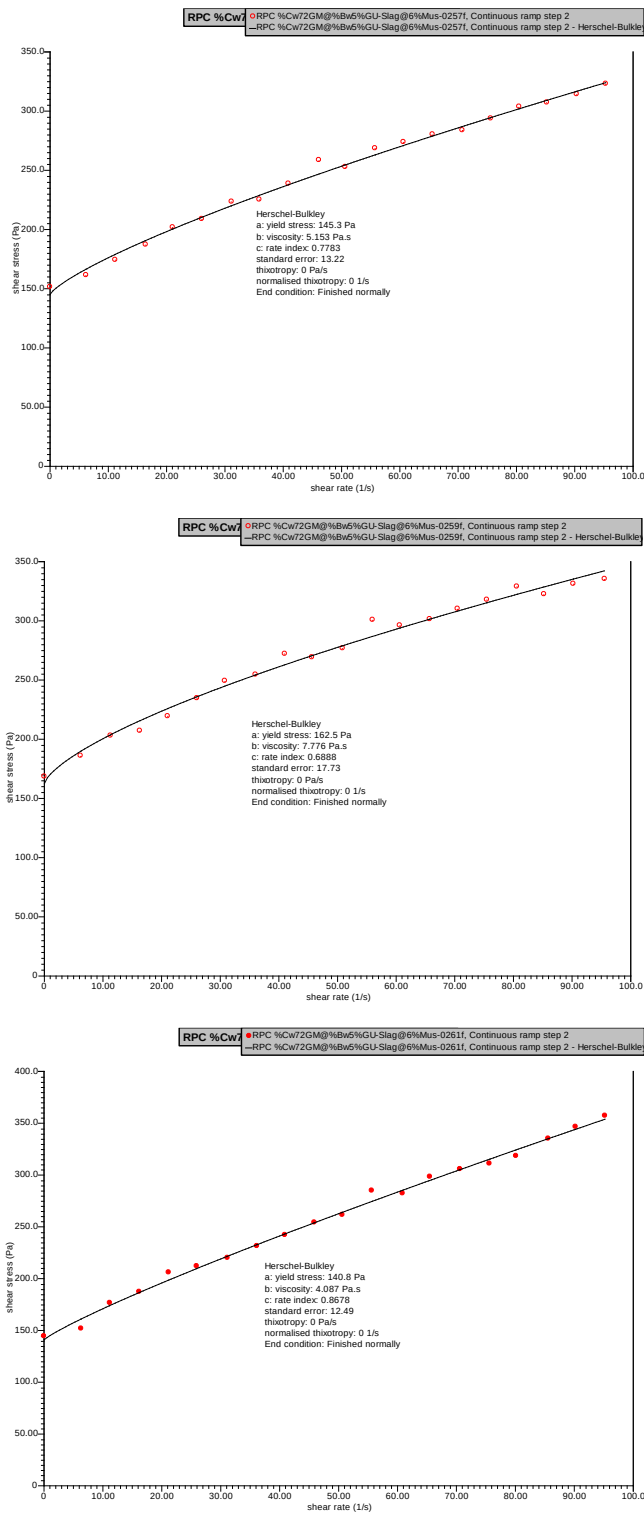


Figure D.12 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 21% de muscovite

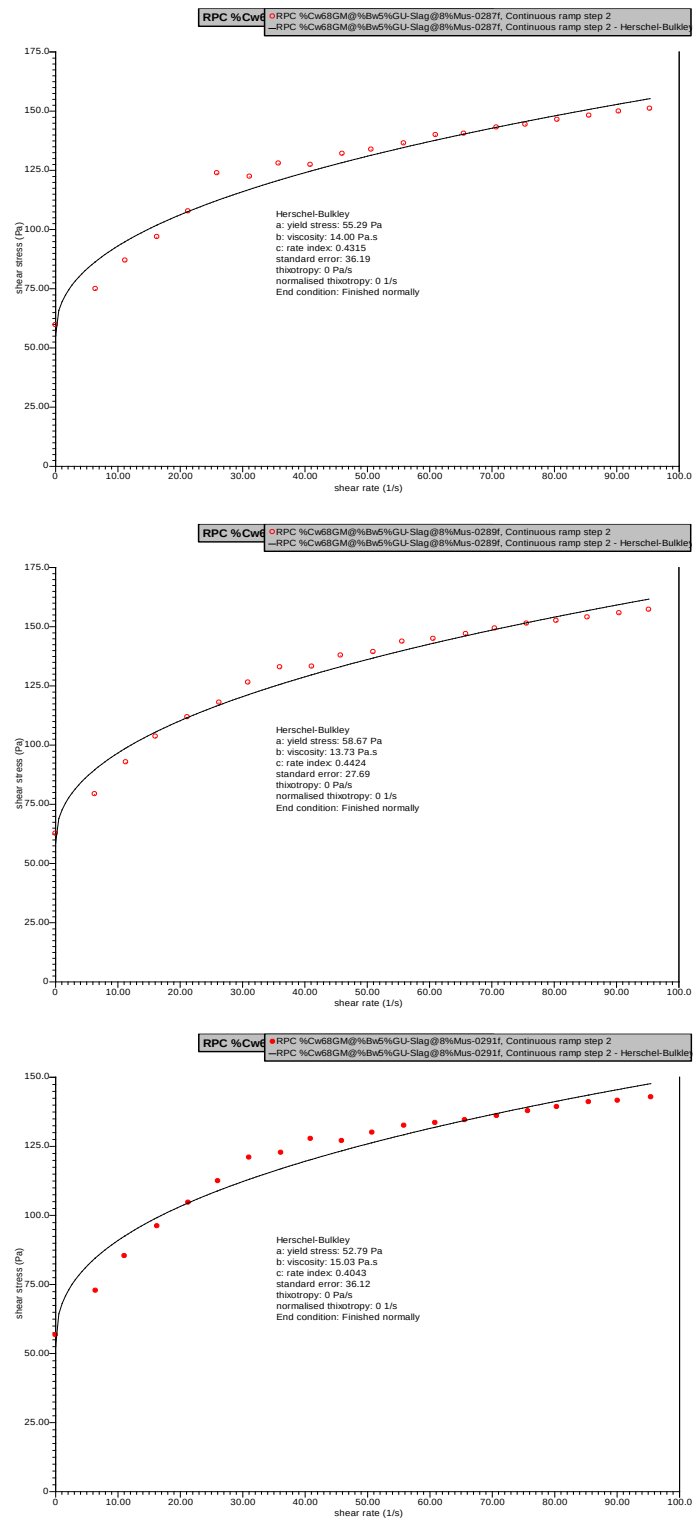


Figure D.13 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 23% de muscovite

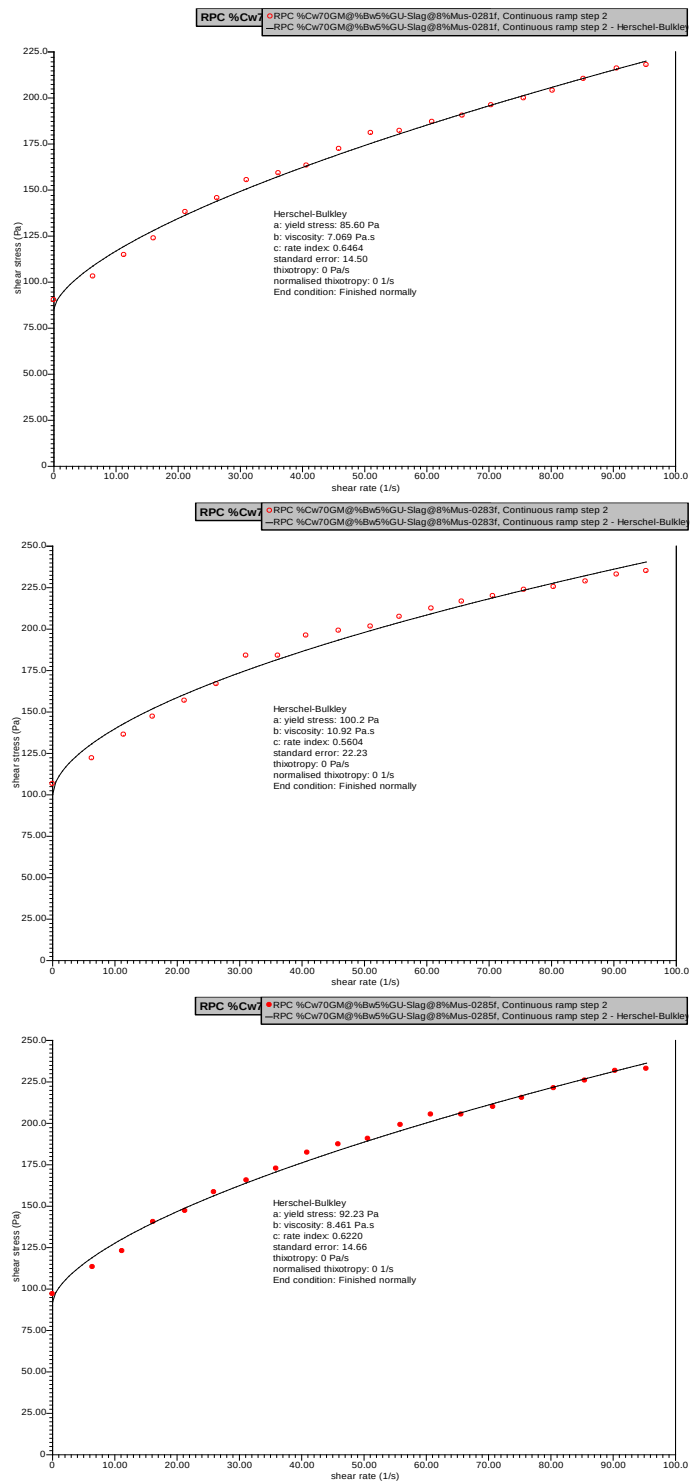


Figure D.14 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 23% de muscovite

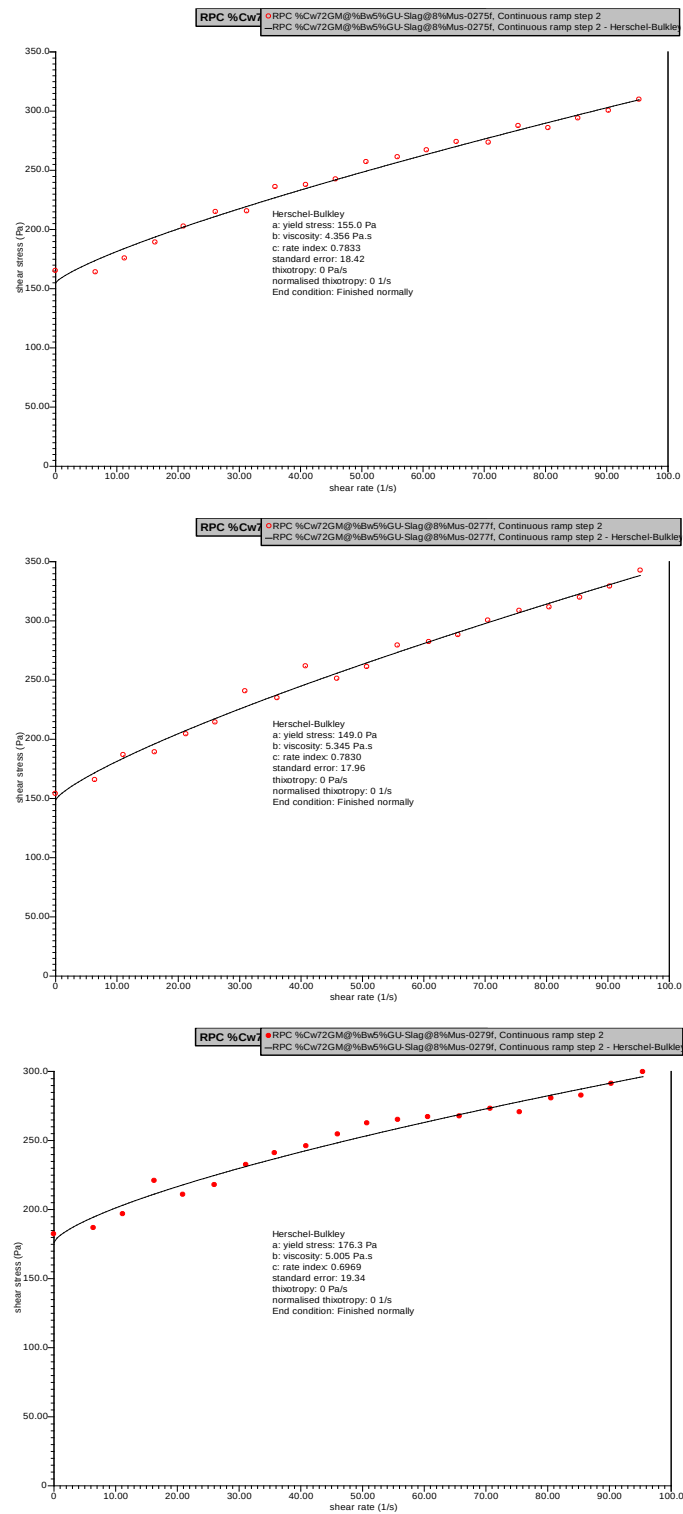


Figure D.15 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 23% de muscovite

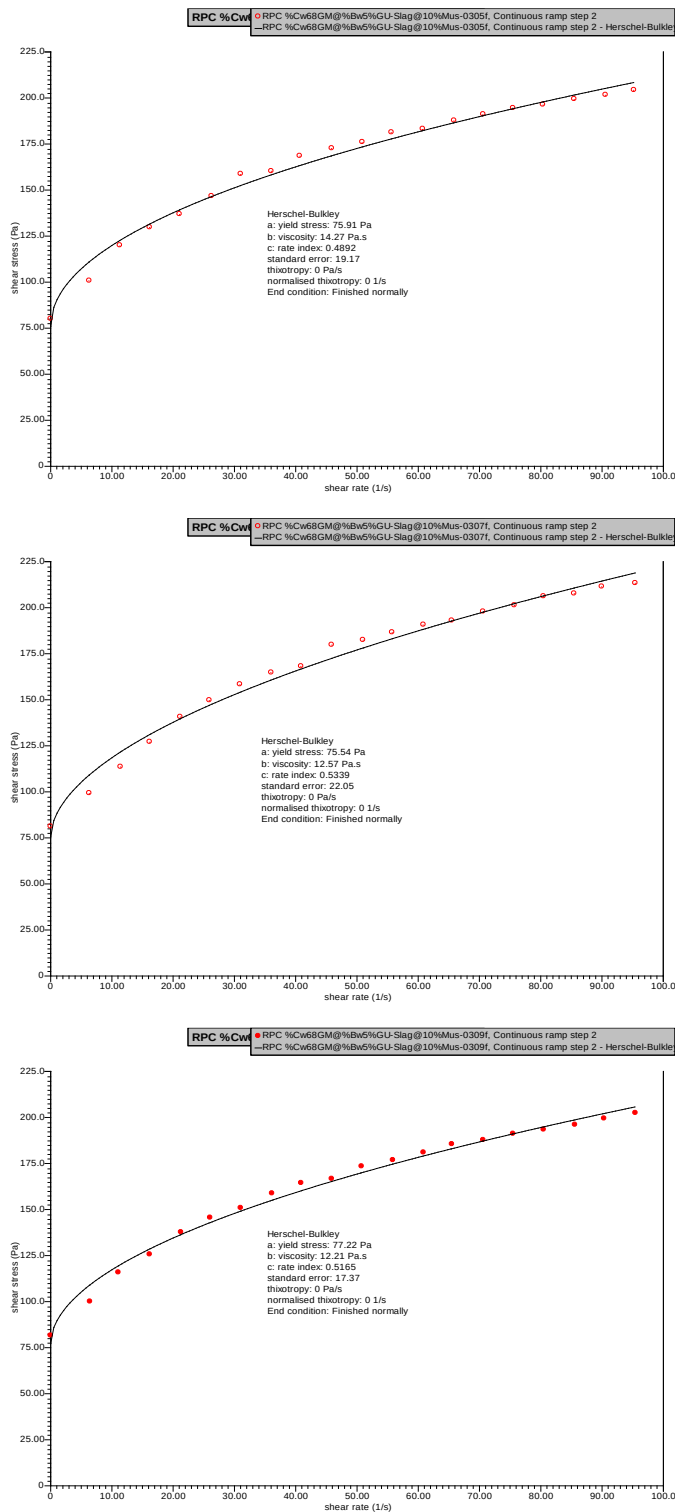


Figure D.15 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 69% solides avec 25% de muscovite

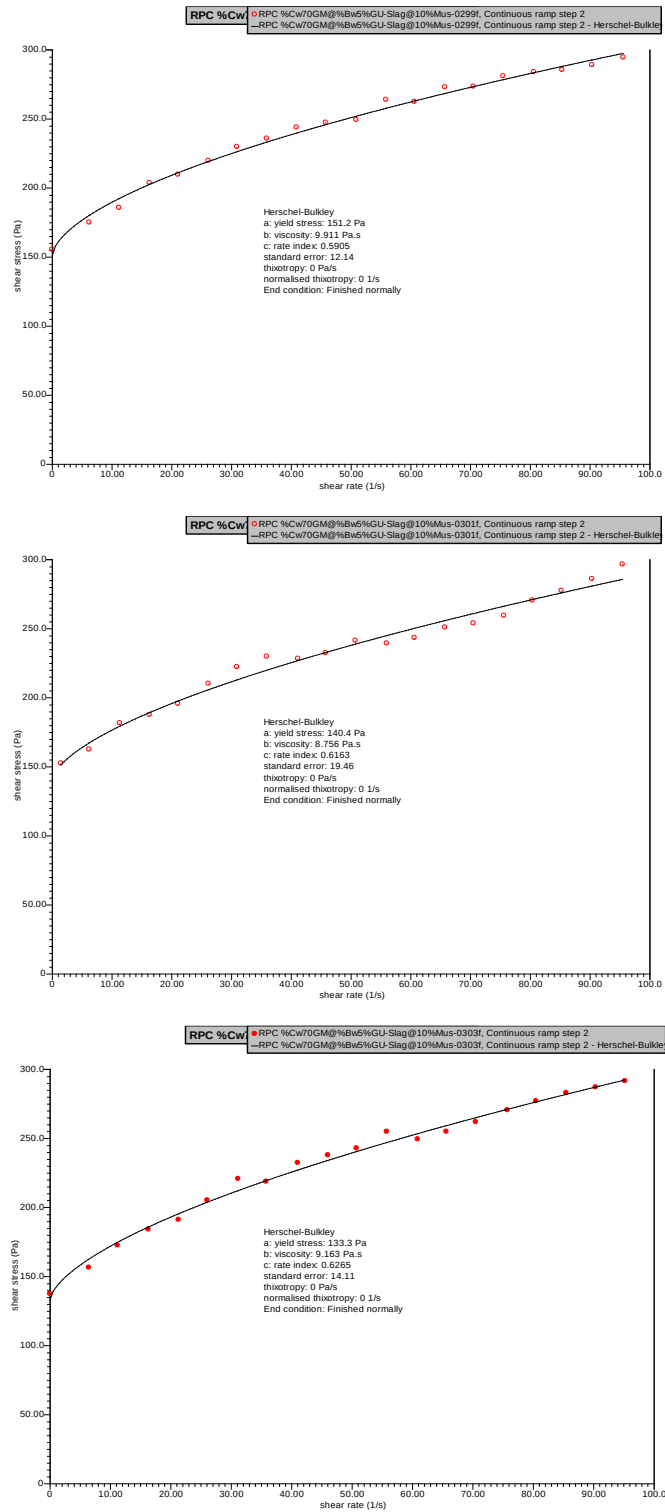


Figure D.17 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 71% solides avec 25% de muscovite

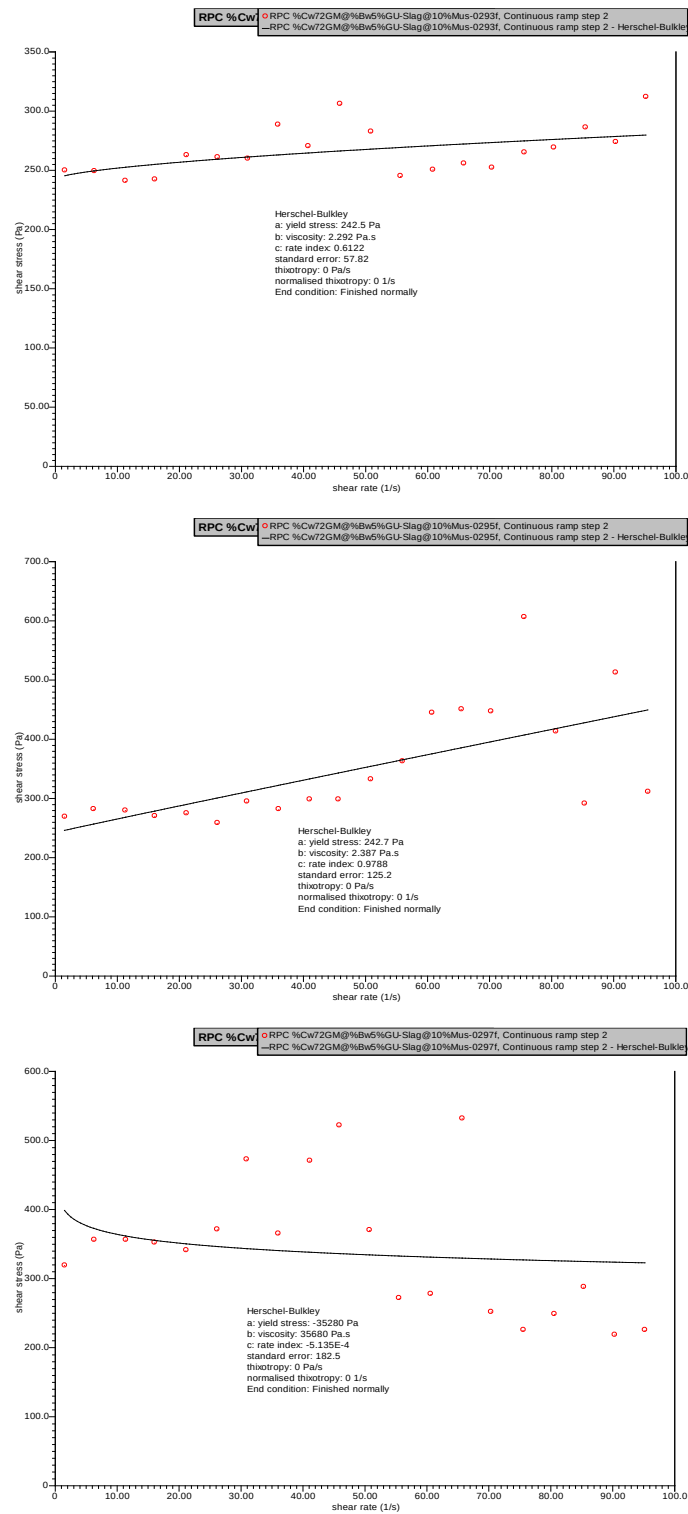


Figure D.18 triplicata rhéogrammes des mélanges de RPC à 73% solides avec 25% de muscovite

ANNEXE E RHÉOGRAMMES : PÂTES DE MUSCOVITE PURE

E.1 Variation du pourcentage solide des pâtes de muscovite pure

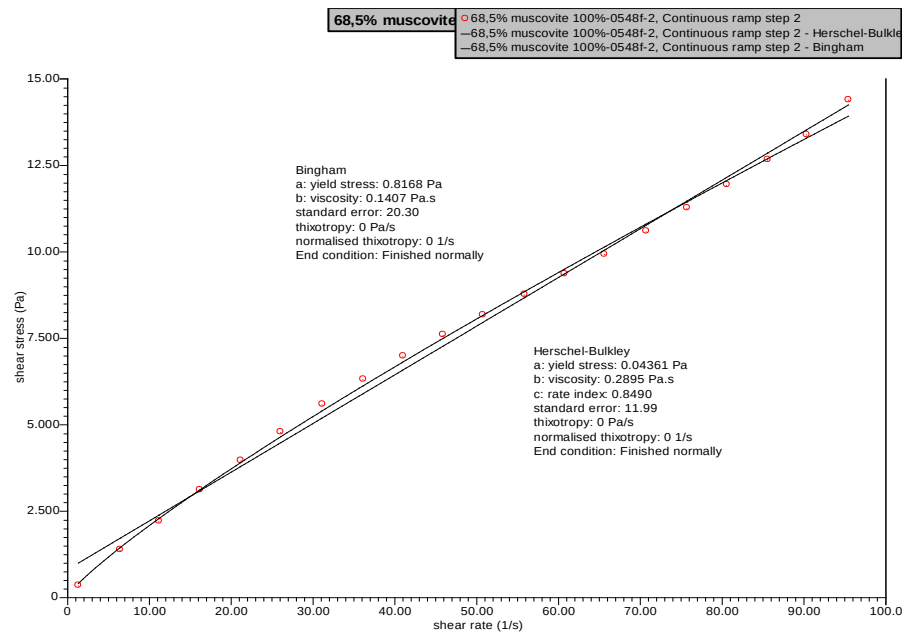


Figure E.1 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 68% solide

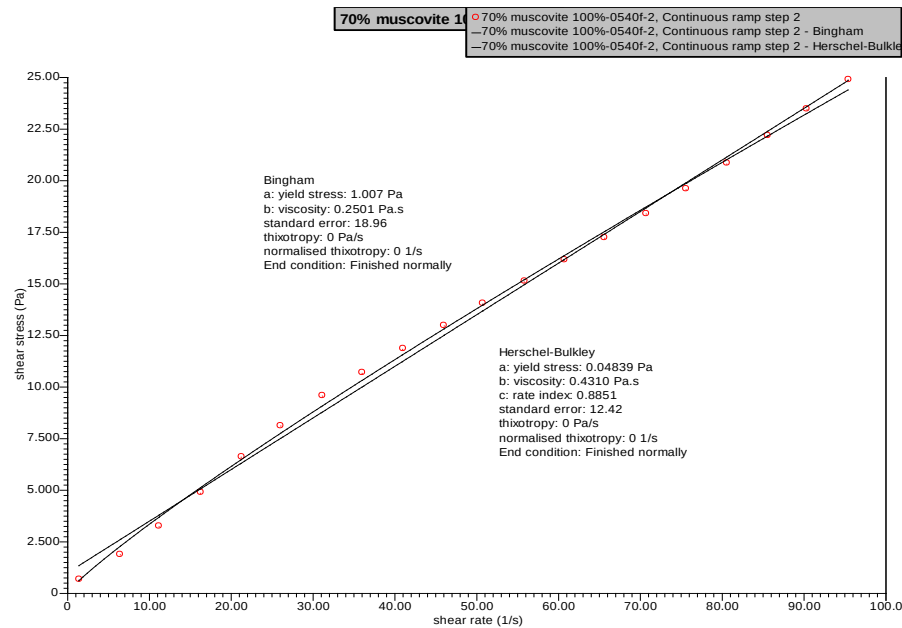


Figure E.2 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 70% solide

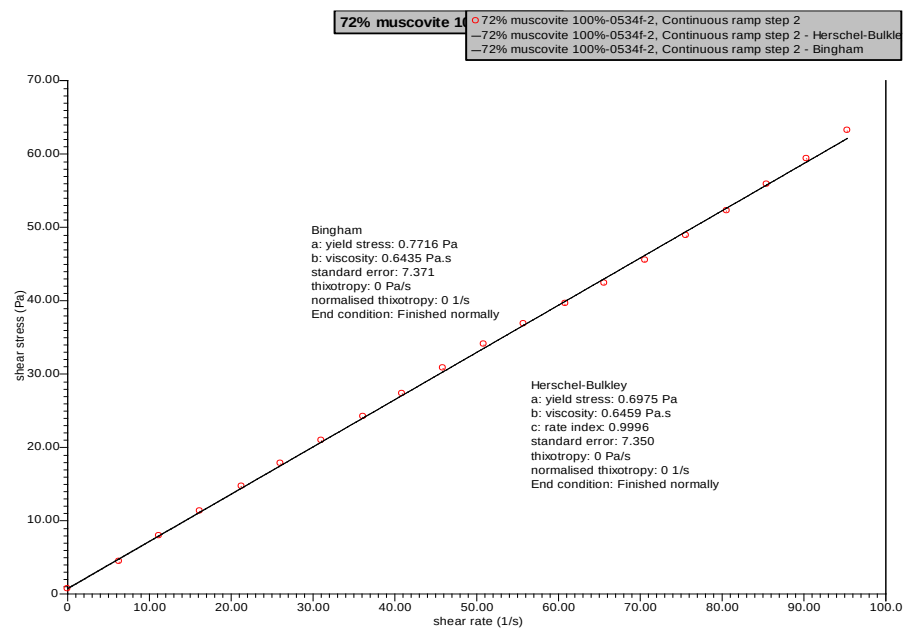


Figure E.3 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide

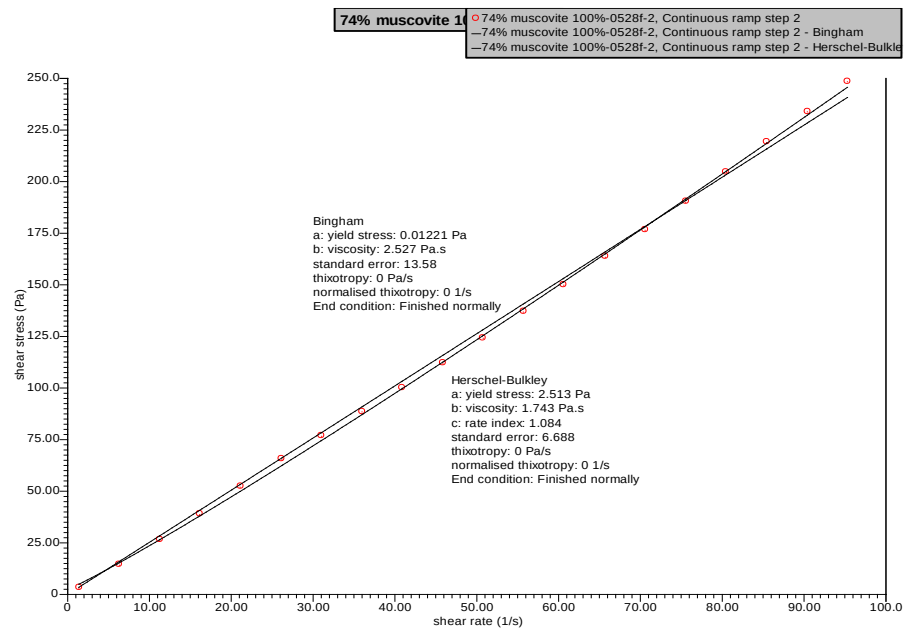


Figure E.4 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 74% solide

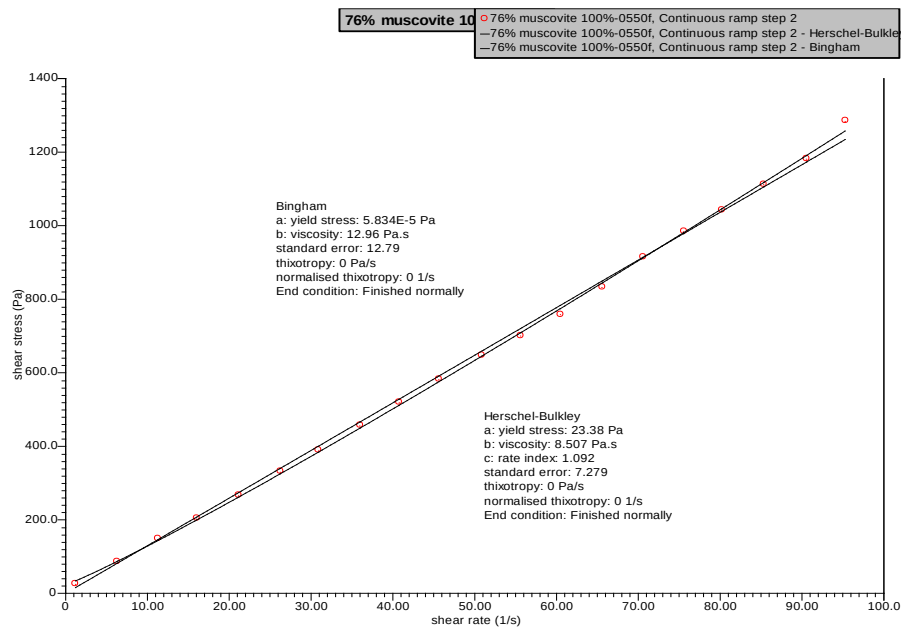


Figure E.5 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 76% solide

E.2 Variation du pourcentage de particules fines ($P_{20\mu m}$) des pâtes de muscovite

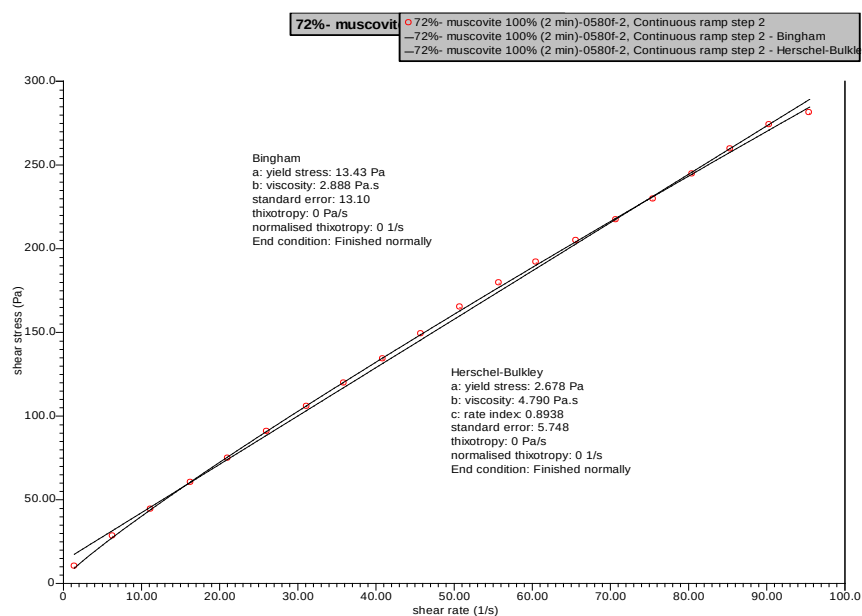


Figure E.6 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 31%

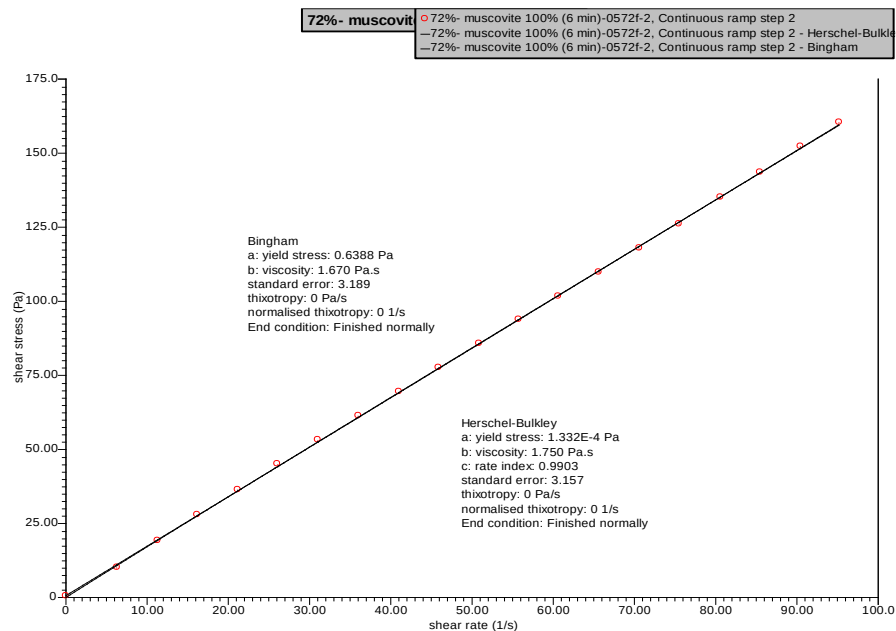


Figure E.7 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 50%

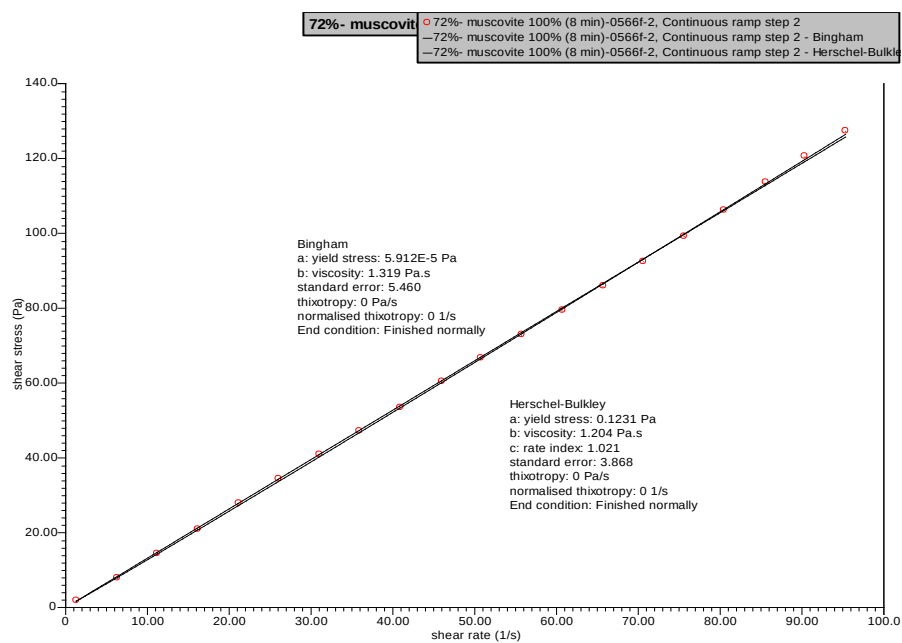


Figure E.8 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un $P_{20\mu m}$ de 56%

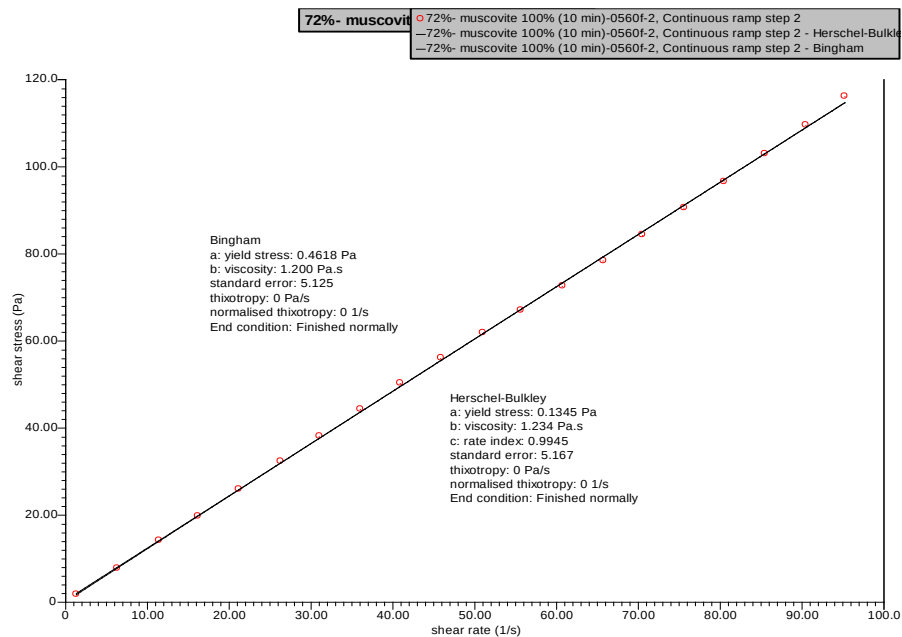


Figure E.9 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un P_{20µm} de 57%

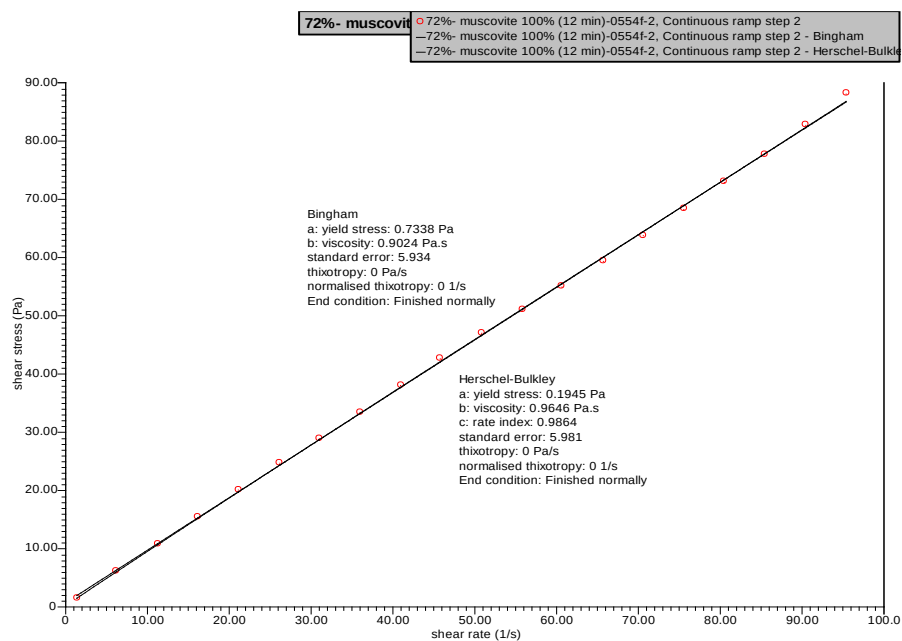


Figure E.10 Rhéogramme d'une pâte de muscovite pure à 72% solide et un P_{20µm} de 63%

ANNEXE F EFFET DE LA MUSCOVITE SUR LES RHÉOGRAMMES DES RPC À BASE DE CIMENT HE

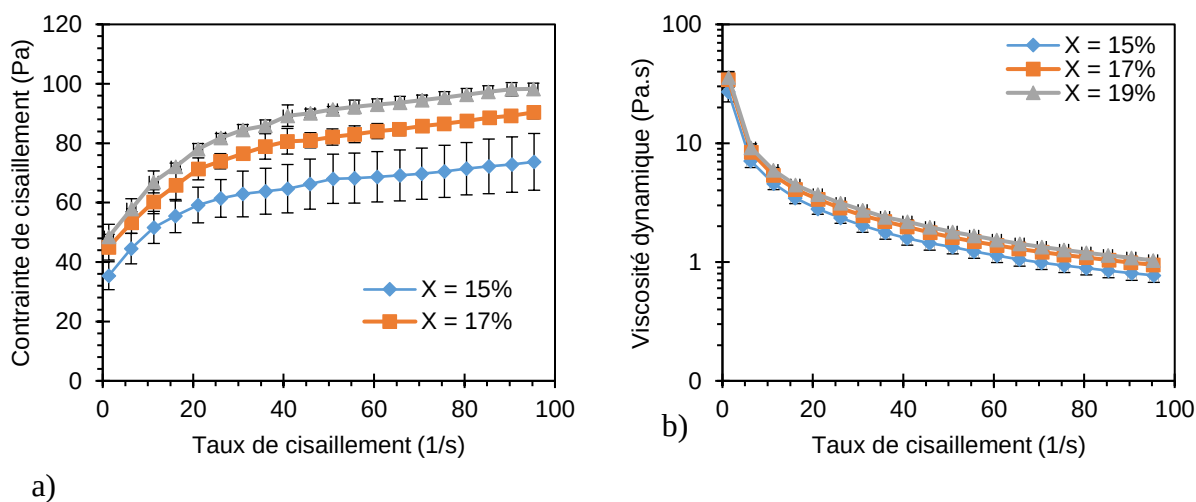


Figure F.1 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 67,5% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité

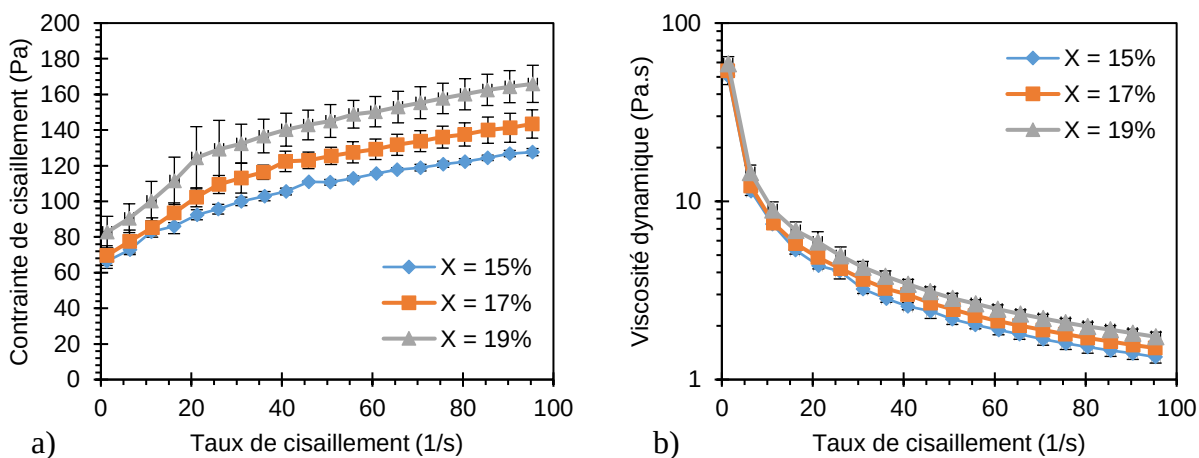


Figure F.2 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 69,4% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité

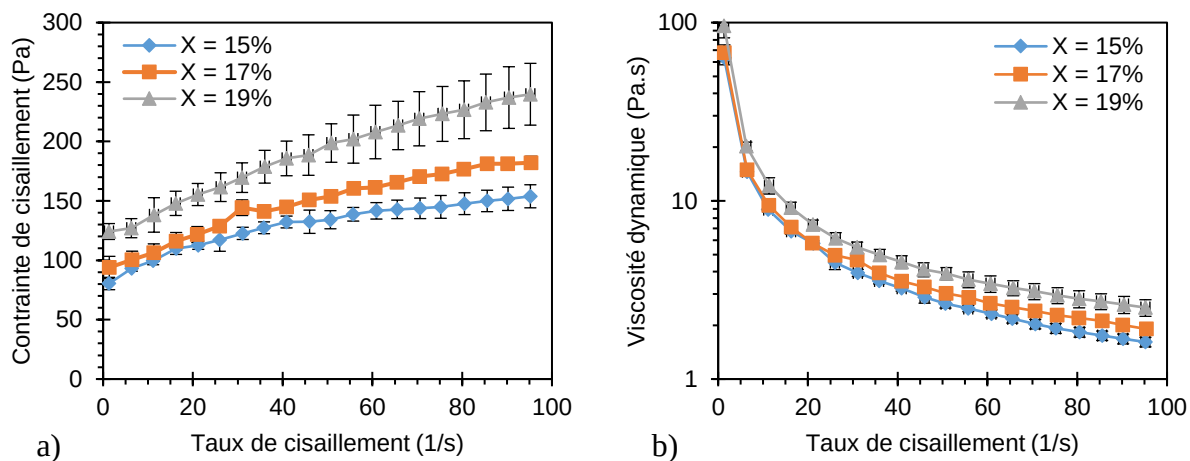


Figure F.3 Résultats des essais rhéologiques des mélanges de RPC avec résidus RL à 71,5% en moyenne solide contenant différentes teneurs en muscovites X : a) rhéogrammes b) courbe de viscosité