

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

AMÉLIORATION DE LA RÉSISTANCE MÉCANIQUE DES REMBLAIS MINIERS EN
PÂTE CIMENTÉS : ÉTUDE DES EFFETS DE L'AJOUT D'ADJUVANTS ET DE LIANTS
ALTERNATIFS

MOUHAMED BINI COULIBALY MANGANE
DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MINÉRAL)
NOVEMBRE 2016



BIBLIOTHÈQUE

Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Mise en garde

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue a obtenu l'autorisation de l'auteur de ce document afin de diffuser, dans un but non lucratif, une copie de son œuvre dans Depositum, site d'archives numériques, gratuit et accessible à tous.

L'auteur conserve néanmoins ses droits de propriété intellectuelle, dont son droit d'auteur, sur cette œuvre. Il est donc interdit de reproduire ou de publier en totalité ou en partie ce document sans l'autorisation de l'auteur.

Warning

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for non-profit purposes in order to put it in the open archives Depositum, which is free and accessible to all.

The author retains ownership of the copyright on this document. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

Ce mémoire intitulé :

AMÉLIORATION DE LA RÉSISTANCE MÉCANIQUE DES REMBLAIS MINIERS EN
PÂTE CIMENTÉS : ÉTUDE DES EFFETS DE L'AJOUT D'ADJUVANTS ET DE LIANTS
ALTERNATIFS

présenté par : MANGANE Mouhamed Bini Coulibaly

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

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

M. PABST Thomas, Ph. D., président

M. BENZA AZOUA Mostafa, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. TRAUCHESSEC Romain, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. TAGNIT-HAMOU Arezki, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. BELEM Tikou, Ph. D., membre

DÉDICACE

À ma mère.

REMERCIEMENTS

Au terme de ma maîtrise, il m'est agréable d'exprimer toute la reconnaissance que j'ai à l'endroit de mon Directeur de recherche, le Professeur Benzaazoua. Je remercie sincèrement le Professeur Benzaazoua pour son encadrement, son soutien financier et ses précieux conseils pour compléter, avec succès, mon projet de recherche.

Je remercie le Professeur Trauchessec, avec qui, j'ai étroitement collaboré lors de mon séjour à Nancy (France) et tout au long de ma maîtrise, pour son encadrement, son accueil, sa rigueur scientifique et ses conseils. Je remercie également tout le personnel de l'institut Jean Lamour pour leur accueil et la bonne ambiance de travail.

Je remercie également le FRQNT pour l'aide financière sous forme de bourse afin de compléter avec succès ma maîtrise et de faire un stage à l'étranger notamment à Nancy (France).

Je remercie aussi les membres du jury en l'occurrence le Professeur Pabst d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance et le Professeur Belem d'avoir accepté d'évaluer mon travail.

Pour finir, je remercie le Professeur Tagnit-Hammou, tous les techniciens de l'URSTM et tout le corps professoral de l'IRME en particulier le Professeur Belem pour son aide et ses précieux conseils.

RÉSUMÉ

Le remblai minier en pâte cimenté (RMPC) est une des méthodes de gestion intégrée des résidus miniers issus du traitement de minerais. C'est un mélange de résidus miniers, d'eau et de liant. Il présente plusieurs avantages d'ordre technique (support de terrain), économique et environnemental. En effet, il permet une exploitation minière plus complète (car laissant moins de pilier) et de retourner sous terre jusqu'à 50% des résidus (problématiques s'ils étaient déposés en surface). Cependant, cette pratique engendre d'importants coûts liés à l'achat des liants qui représentent près de 80% des coûts globaux d'une opération de remblayage par RMPC. Dans cette perspective, le but de la présente étude était d'améliorer les résistances mécaniques des RMPC, tout en réduisant les coûts engendrés par la fabrication de ces derniers. Deux approches ont été investiguées. D'une part la substitution des liants traditionnels par des liants alternatifs sans ou avec faible valeur économique, et d'autre part par l'ajout d'adjuvant tels que les superplastifiants qui permettent de mieux optimiser l'ajout d'eau prouvée comme néfaste sur les propriétés mécaniques des RMPC. Par conséquent, il s'agit, en premier lieu, d'investiguer l'effet des divers additifs utilisés lors de la fabrication des RMPC comme les agents flocculant. En second lieu, afin d'étudier la substitution optimale des liants traditionnels, le plan expérimental Taguchi a été utilisé pour déterminer les recettes optimales de liant suivi de leur géopolymérisation pour améliorer leur performances mécaniques tout en s'attardant sur l'effet pouzzolanique de ces sous-produits. En dernier lieu, l'évaluation de l'effet de diverses familles de superplastifiants sur les performances du remblai a été réalisée à l'aide d'essais de mesure du slump (affaissement), de compression uniaxiale, microcalorimétrie et la mesure du potentiel Zêta. Pour ce faire, quatre types de résidus (4 points d'échantillonnage dans l'usine de remblai) provenant de la mine polymétallique de LaRonde, quatre différentes familles de superplastifiants (lignosulfonate, polynaphtalène sulfonate, polymélamine sulfonate et polycarboxylate), différents liants alternatifs (sous-produits industriels ayant des propriétés pouzzolaniques) et du silicate de sodium ont été utilisés.

Les résultats de l'étude ont montré d'une part que les différents procédés chimiques et les divers additifs (flocculat, chaux, etc.) utilisés au cours de la fabrication du remblai n'ont aucune influence significative sur les propriétés mécaniques (UCS) des remblais. En outre, les sous-produits industriels ont une propriété pouzzolanique, participent aux réactions d'hydratation et ce sont les cendres de Kruger qui présentaient les meilleures propriétés pouzzolaniques. Environ

30% des liants traditionnels sont substitués par les liants alternatifs mais les résistances mécaniques des liants traditionnels demeurent les meilleures. Cependant, l'ajout du silicate de sodium permet d'améliorer les performances mécaniques des remblais. En effet, la résistance mécanique de la recette optimale à base des cendres de Kruger a atteint 97% de la résistance de la recette référence (GU-Laitier 20-80 à 5%) à 7 et à 28 jours. En outre, la substitution des liants traditionnels par les liants alternatifs présente certains avantages environnementaux et économiques. En effet, l'utilisation des sous-produits industriels permet de réduire les aires de stockage en surface de ces deniers limitant ainsi leur empreinte écologique tout en réduisant les coûts liés à l'achat des liants. Les formulations proposées respectent les critères généraux de design (1000 kPa à 28 jours) avec une économie, en moyenne, de 1.9 \$ par tonne de remblai. Avec l'ajout du silicate de sodium, les nouvelles formulations permettent aussi d'atteindre des résistances mécaniques similaires à la référence (GU-Laitier 20-80 à 5%) avec 0.4\$ par tonne de remblai comme économie. D'autre part, l'ajout de superplastifiant dans la formulation des RMPC conduit à l'amélioration de leurs performances mécaniques ainsi que l'ouvrabilité tout en réduisant la demande en eau. L'effet des superplastifiants dépend de leurs modes d'action et de leurs dosages. En effet, le polycarboxylate s'est avéré celui qui performe le plus en permettant de réduire la teneur en liant de 5 à 3% tout en offrant les mêmes résistances mécaniques que la référence (GU-Laitier 20-80 à 5%). Cependant, l'ajout de superplastifiants a un effet retardateur sur l'hydratation des ciments et cet effet est beaucoup plus accentué quand le dosage en superplastifiant est supérieur à un optimum. Ces dosages optimaux par rapport à la masse sèche de liant sont de 3% (lignosulfonates), 5% (naphtalène et mélamine) et 7% (polycarboxylate). En outre, l'utilisation des superplastifiants présente certains avantages environnementaux et économiques. En effet, les superplastifiants entraînent une diminution de la demande en eau, ce qui augmente le pourcentage solide entraînant ainsi une augmentation de la quantité de résidus à retourner sous terre. Aussi, l'utilisation des superplastifiants améliore les résistances mécaniques après curage des RMPC. En conséquence, cela permettrait de réduire la quantité de liants, entraînant ainsi une baisse des coûts relatifs à l'achat des liants.

ABSTRACT

Cemented paste backfill is one of the methods of integrated management of tailings from ore processing. It consists of filtered mine tailings, water and binders. CPB has some technical (ground support), economic, and environmental benefits. Indeed, it allows to increase ore extraction (leaving less pillar support) and to place underground up to 50% of tailings (which are problematic for surface disposal). However, paste fill practice involves significant costs and binders make up 80% of backfilling overall costs. Therefore, the main goal of this work is to enhance mechanical properties of CPB and reduce costs related to its manufacture. Two approaches were investigated. On the one hand, substituting traditional binders with alternative binders (by-products with low or no commercial values) and on the other hand, adding admixtures such as superplasticizers which allow optimizing the amount of mixing water recognized as deleterious for CPB mechanical properties. Consequently, it was, firstly, to assess the influence of additives used in CPB manufacture as flocculent agent. Secondly, to study the optimal substitution of traditional binders, Taguchi experimental design was used to determine the optimal recipes followed by their alkali-activation to improve their mechanical performances while focusing on by-products pozzolanicity. Finally, assessment of superplasticizers effects on CPB performances was made by using measurement tests of slump, uniaxial compression, microcalorimetry, and zeta potential measurements. To attain this aim, four types of tailings (four sampling points in the backfill plant) from LaRonde polymetallic mine, four different superplasticizers groups (lignosulfonate, polynaphthalene sulfonate, polymelamine sulfonate and polycarboxylate), alternative binders (industrial by-products having pozzolanic properties) and sodium silicate were used.

The results of this study showed that, on the one hand, various chemical processes and additives used in CPB manufacture had no significant influence on CPB mechanical properties. In addition, industrial by-products had pozzolanic properties, take part in hydration reactions and Kruger fly ashes had best pozzolanic properties. Up to 30% of traditional binder was substituted with alternative binders but mechanical properties of by-products do not compete those of common binders. However, addition of liquid sodium silicate enhanced CPB mechanical properties. Indeed, UCS value of alkali-activated optimal recipe of Kruger fly ash reached 97% of UCS value of reference (GU-Slag 20-80 at 5%) at seven and twenty eight days. In addition, substitution of traditional binders with alternative binders showed some environmental and

economic benefits. Indeed, the use of industrial by-products reduces storage areas, thus limiting their footprints. Moreover, the substitution reduces binders' costs. It also meets mine design criteria (1000 kPa over 28 days) with an average saving of \$1.9 per ton of backfilling and addition of sodium silicate gave similar mechanical strength to the reference with a saving of \$0.4 per ton of backfilling. On the other hand, the addition of superplasticizer in CPB formulation enhanced their mechanical performances and workability while reducing water demand. Its effect depends on the mode of action and its dosage. Indeed polycarboxylate performed better and allow reducing the binder content from 5 to 3% while giving the same performance than the reference. However the addition of superplasticizer has a retarding effect on the cement hydration and this effect is much more pronounced when the optimal dosage of superplasticizer is exceeded. The optimal dosages by mass of binders are 3% (lignosulphonates), 5% (naphthalene and melamine) and 7% (polycarboxylate). Furthermore the use of superplasticizers has some environmental and economic benefits. Indeed, superplasticizers increase the solid percentage, which increases the amount of tailings to be placed underground, also reduce the amount of mixing water, thereby resulting in considerable increase of CPB mechanical strength. Consequently, they reduce the amount of binder, thus leading to lower binders' costs.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS.....	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT.....	VII
LISTE DES TABLEAUX.....	XIII
LISTE DES FIGURES.....	XIV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XIX
LISTE DES ANNEXES.....	XXII
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Contexte de l'étude.....	1
1.2 Problématique de l'étude.....	4
1.3 Objectifs de l'étude.....	6
1.4 Défis scientifiques et hypothèses de recherche	7
1.5 Structure du mémoire	7
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE.....	9
2.1 Types et descriptions des remblais miniers.....	9
2.1.1 Remblais rocheux.....	9
2.1.2 Remblais hydrauliques	9
2.1.3 Remblais miniers en pâte cimentés (RMPC)	10
2.2 Propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des RMPC.....	10
2.2.1 Propriétés rhéologiques	11
2.2.2 Propriétés physiques.....	14
2.2.3 Propriétés mécaniques et effets de la chimie de la pâte	16
2.3 Design, optimisation des recettes et fabrication des RMPC.....	21

2.3.1	Design.....	21
2.3.2	Optimisation des recettes.....	22
2.3.3	Fabrication.....	25
2.4	Transport et mise en place.....	26
2.5	Généralités sur les adjuvants utilisés dans les bétons.....	28
2.5.1	Introduction	28
2.5.2	Accélérateur de prise	30
2.5.3	Retardateur de prise.....	31
2.5.4	Agents entraîneurs d'air	31
2.5.5	Superplastifiants	31
2.5.6	Les floculants	39
2.6	Effet d'ajout d'adjuvant sur les performances des RMPC	42
2.6.1	Les divers additifs utilisés lors de la préparation des RMPC.....	42
2.6.2	Effet d'ajout d'adjuvant sur la demande en eau	42
2.6.3	Effet d'ajout d'adjuvant sur les propriétés rhéologiques.....	42
2.6.4	Effet d'ajout d'adjuvant sur la résistance mécanique.....	44
2.7	Discussion.....	45
CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES.....		47
3.1	Matériaux.....	47
3.1.1	Résidus miniers	47
3.1.2	Liants	48
3.1.3	Adjuvants.....	49
3.2	Méthodologie.....	50
3.2.1	Méthodes de caractérisation.....	50
3.2.2	Substitution des liants traditionnels par les liants alternatifs	56

3.2.3 Essais d'ajout de superplastifiants dans les formulations de RMPC.....	60
CHAPITRE 4 RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX.....	66
4.1 Résultats de la caractérisation physique	66
4.1.1 Résidus	66
4.1.2 Liants	68
4.2 Résultats de la caractérisation chimique.....	69
4.2.1 Résidus	69
4.2.2 Liants	70
4.3 Résultats d'analyse minéralogique.....	73
4.3.1 Résidus	73
4.3.2 Liants	74
CHAPITRE 5 ARTICLE 1: DEVELOPMENT OF NOVEL TECHNIQUES TO ENHANCE THE MECHANICAL PERFORMANCES OF PASTE BACKFILL.....	76
5.1 Abstract.....	76
5.2 Introduction	77
5.3 Materials and methods.....	79
5.3.1 Materials.....	79
5.3.2 Characterization.....	80
5.4 Results and discussion.....	82
5.4.1 Characterization.....	82
5.4.2 Mechanical strength development and economic comparison.....	84
5.5 Conclusion.....	88
5.6 References	89
CHAPITRE 6 ARTICLE 2: INFLUENCE OF SUPERPLASTICIZERS ON MECHANICAL PROPERTIES AND WORKABILITY OF CEMENTED PASTE BACKFILLS.....	90

6.1 Abstract.....	90
6.2 Introduction	90
6.3 Materials and methods.....	93
6.3.1 Tailings sampling	93
6.3.2 Binders, CPB preparation and mix design	96
6.3.3 Characterization of CPB properties.....	98
6.4 Results and discussion.....	100
6.4.1 Slump and water demand evolution.....	100
6.4.2 Mechanical strength development.....	103
6.4.3 Mechanical strength prediction	108
6.4.4 Discussion	109
6.5 Conclusion.....	114
6.6 Acknowledgment.....	115
6.7 References	115
CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE	117
7.1 Effet du point d'échantillonnage des résidus sur la résistance mécanique des remblais. 117	
7.2 Pouzzolanicité des liants alternatifs.....	118
7.3 Effet d'ajout des superplastifiants	121
CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	126
8.1 Conclusion.....	126
8.2 Recommandations	128
BIBLIOGRAPHIE	130
ANNEXES	135

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Relation entre le rapport eau/ciment et la résistance en compression du béton (Kosmatka et al., 1991).....	29
Tableau 2.2 : Quantité d'eau de gâchage pour différents affaissements et grosseurs nominales maximales de granulats (Kosmatka et al. 1991)	29
Tableau 3.1 : Familles et propriétés des superplastifiants.....	50
Tableau 3.2 : Valeurs et paramètres de l'optimisation des recettes de remblais par Taguchi.....	57
Tableau 3.3 : Série de neuf expériences de mélange de remblais	58
Tableau 3.4 : Recettes de mélange des remblais avec les superplastifiants	63
Tableau 4.1 : Propriétés physiques des résidus miniers	67
Tableau 4.2 : Classification des remblais en pâte en fonction de la proportion en fine des résidus miniers (Golder Paste Technology, 1997).....	68
Tableau 4.3 : Propriétés physiques des liants et sous-produits cimentaires utilisés	69
Tableau 4.4 : Résultats d'analyse chimique des résidus et eaux interstitielles	72
Tableau 4.5 : Composition chimique des liants et sous-produits cimentaires utilisés	72
Tableau 4.6 : Composition minéralogique des sous-produits (semi-quantification par la méthode de Rietveld, exprimée en % de la fraction cristallisée de l'échantillon).....	75
Table 5.1 : Values and parameters of CBP recipes optimization.....	81
Table 5.2 : Physical and chemical properties of tailing sample and by-products	83
Table 5.3 : Chemical composition of tailing sample.....	84
Table 5.4 : Optimal values of each parameter at given curing time.....	86
Table 6.1 : Physical and chemical properties of materials used in this study	97
Table 6.2 : Families and properties of the superplasticizers	98
Table 6.3 : Mixture design of CPB	103
Table 6.4 : Total porosity and degree of saturation of CPB.....	106

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Évolution de la pratique et du type de remblai de 1991 à 2004 (Gauthier, 2004)	3
Figure 1-2 : Matériaux utilisés dans le remblai minier (adapté de De Souza et al., 2003)	3
Figure 1-3: Rôles des remblais miniers (adapté de De Souza et al. 2003).....	4
Figure 1-4: Graphique illustrant la répartition des coûts d'une opération de remblayage au Québec et ailleurs (Gauthier, 2004)	5
Figure 2-1 : Facteurs intrinsèques influençant les performances du remblai.....	11
Figure 2-2 : Techniques de mesures des paramètres rhéologiques	12
Figure 2-3 : Rhéogramme de RMPC avec 70% de pourcentage solide (Ouattara et al., 2010).....	13
Figure 2-4 : Viscosité de RMPC avec 70% de pourcentage solide (Ouattara et al., 2010)	13
Figure 2-5 : Distribution granulométrique des résidus miniers de 12 mines Canadiennes (Belem, 2015).....	14
Figure 2-6 : Évolution de l'UCS avec la proportion de fines (Benzaazoua et al., 2004).....	17
Figure 2-7 : Évolution de L'UCS avec la densité du résidu (Benzaazoua et al., 2004).....	17
Figure 2-8 : Évolution de l'UCS avec le type et la proportion de liant (Benzaazoua et al., 2004)	18
Figure 2-9 : Évolution de l'UCS avec la teneur en sulfate de l'eau de mélange (Benzaazoua et al., 2004).....	18
Figure 2-10 : Évolution de l'UCS avec la quantité de l'eau de mélange (Benzaazoua et al., 2003)	19
Figure 2-11 : Courbe typique d'un essai en compression uniaxiale (UCS) (Belem et al., 2000)...	20
Figure 2-12 : Courbe typique d'essais en compression triaxiale sur des remblais en pâte (Belem et al., 2000).....	20
Figure 2-13 : Résistance mécanique requise pour chaque rôle assigné au RMPC (Belem, 2015)	21
Figure 2-14 : Processus d'hydratation des liants dans les RMPC (adapté de Benzaazoua et al., 2004, Peyronnard et al., 2011, 2012)	24
Figure 2-15 : Graphique illustrant l'évolution des coûts de liants (Gauthier, 2004)	25

Figure 2-16 : Constituants des remblais miniers en pâte cimentés (Benzaazoua et al., 2002)	25
Figure 2-17 : Schéma de l'usine de remblai de la mine LaRonde	26
Figure 2-18 : Les configurations possibles du transport du remblai (Belem et al., 2003)	27
Figure 2-19 : Mise en place du remblai (Belem et al., 2003).....	28
Figure 2-20 : Effet d'ajout du chlorure de calcium sur le développement de résistance à différentes température (Ramachandran et al 2002)	30
Figure 2-21 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des lignosulfonates (Ramachandran et al., 2002)	32
Figure 2-22 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des polynaphtalènes sulfonates (Ramachandran et al., 2002)	33
Figure 2-23 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des polymélamines sulfonates (Ramachandran et al., 2002)	34
Figure 2-24 : Représentation schématique des polymères peignes (P: nombre de monomères dans chaque chaîne latérale, n : nombre de chaînes latérales, N: nombre de monomères dans une unité de répétition de la chaîne principale)	35
Figure 2-25 : Effet d'ajout de sulfonate mélamine formaldéhydes sur la viscosité de la pâte de ciment (Ramachandran et al., 2002).....	38
Figure 2-26 : Réduction de la demande en eau avec le sulfonate naphthalène formaldéhyde (Ramachandran et al., 2002)	38
Figure 2-27 : Effet d'ajout de sulfonate mélamine formaldéhydes sur la résistance mécanique (Ramachandran et al., 2002)	39
Figure 2-28 : Mode d'action des polymères de floculation (Khayat, 2012)	41
Figure 2-29 : Évolution de la quantité de superplastifiant adsorbée en fonction du dosage en floculant (Yammamuro, 1997).....	41
Figure 2-30 : Effet de superplastifiant type polycarboxylate sur le seuil de cisaillement (Simon et al., 2011).....	43

Figure 2-31 : Effet d'ajout de polycarboxylate sur a) le slump b) seuil de cisaillement c) viscosité plastique des RMPC (Ouattara et al., 2013).....	44
Figure 2-32 : Effet d'ajout de superplastifiant type polycarboxylate sur la résistance mécanique des RMPC (Simon et al., 2011).....	45
Figure 3-1 : Points de prélèvements des résidus à l'usine de remblai (mine LaRonde, Québec - Canada).....	48
Figure 3-2 : Méthodologie globale du projet de recherche	51
Figure 3-3 : a) Échantillon de mortier curé à 28 jours et b) presse RP 8/250 FC - RP8/40/250 FC doté d'un vérin en flexion et deux en compression.....	59
Figure 3-4 : Schéma de fonctionnement d'un thermogravimètre	60
Figure 3-5 : Schéma de fonctionnement d'un microcalorimètre isotherme à conduction	65
Figure 4-1 : Distribution granulométrique des grains de résidus LaRonde, des liants et des sous-produits industriels	67
Figure 4-2 : Évolution de la quantité de ciment avec la densité relative des grains de résidus (Belem et al., 2008).....	68
Figure 4-3 : Projection de la composition chimique des sous-produits dans le diagramme ternaire CaO-SiO ₂ -Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	71
Figure 4-4 : Diffraction aux rayons X des résidus miniers	73
Figure 4-5 : Images en électrons secondaires et en rayons X d'un échantillon de résidus (a) distribution des minéraux (b) pyrite incluse.....	74
Figure 5-1 : Grain size distribution of tailings	82
Figure 5-2 : Mineralogical composition of tailing sample	83
Figure 5-3 Mechanical strength of nine experiments of Taguchi method and addition of sodium silicate with optimal recipes of by-products a-b) WBA, c-d) KFA, e-f) WG.....	87
Figure 6-1 : Grain size distribution of the studied polymetallic mine tailings sample	95
Figure 6-2 : XRD analyses and semi-quantification with TOPAS of studied polymetallic mine tailings sample.....	95

Figure 6-3 : Effect of addition of superplasticizers on: a) workability of CPB with a percentage solid fixed at 80% and b) water demand of CPB with a consistency of 7''	102
Figure 6-4 : Effects of addition of superplasticizers on the evolution of mechanical strengths of CPB at 5% binder (20%-80% GU-Slag) containing superplasticizers: a) S1 (NH-Ligno), b) S2 (Na-Ligno), c) S3 (Naph) d) S4 (Mela) and e) S5 (Poly)	104
Figure 6-5 : Evolution of mechanical strength development of mixtures with addition of S5 (Poly) a) CPB formulated with cement GU at 5% binder b) CPB formulated with 7% of S5 (Poly) of blended 20GU-80Slag.....	107
Figure 6-6 : Prediction of probable mechanical strength at 28 days of CPB with five various superplasticizers at 0, 5, and 7%	108
Figure 6-7 : Evolution of hydration heat of paste cement containing superplasticizers: a) ammonium lignosulfonate, b) sodium lignosulfonate, c) sulfonated naphthalene formaldehyde, d) sulfonated melamine formaldehyde, e) polycarboxylate.....	111
Figure 6-8 : a) Overall porosity and b) incremental pore size distribution of CPB containing 0, 5, 7, and 10% of polycarboxylate based-admixture (S5).....	112
Figure 6-9 : Scanning electron microscope's observations of CPB formulated a) without superplasticizers b) with polycarboxylate.....	113
Figure 7-1 : Résistance mécanique des remblais formulés avec des résidus miniers prélevés à différents points dans l'usine de remblayage	118
Figure 7-2 : Résistance mécanique de mortiers à 28 jours.....	120
Figure 7-3 : Courbes d'analyse thermo différentielle des recettes optimales et substitution de 30% de la Slag par les sous-produits industriels : a) Cendres de Kruger, b) Cendres de bois et c) Déchets de verre	120
Figure 7-4 : Diffractogrammes relatifs aux phases hydratées et anhydres du mélange GU-Slag-KFA (20-50-30).....	121
Figure 7-5 : Effet d'ajout d'adjuvant sur le potentiel zêta des résidus miniers.....	122
Figure 7-6 : Effet du dosage des superplastifiants : a) S1 (NH-Ligno), b) S2 (Na-Ligno), c) S3 (Naph), S4 (Mela) et S5 (Poly) sur la résistance mécanique des remblais	124

Figure 7-7 : Suivi de l'évolution de l'ouvrabilité des a) RMPC formulés avec un dosage fixe de 7% de différents SP et 5% du mélange 20GU-80Slag b) RMPC formulés avec le ciment Portland (GU) à 5% et du polycarboxylate c) RMPC formulés avec le mélange 20GU-80Slag et du polycarboxylate à 7% d) RMPC formulés avec le ciment Portland (GU) à 5% et du polycarboxylate 125

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ADT	Analyse Différentielle Thermique
ANH	Anhydrite
ATG	Analyse Thermogravimétrique
BAP	Bétons Autoplaçants
BFUHP	Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performances
BHP	Bétons à Hautes Performances
BUHP	Bétons à Ultra Hautes Performances
c	Cohésion interne effective non drainée
c'	cohésion interne effective
CKD	Cement Kiln Dusts
CPB	Cement Paste Backfills
DMA	Drainage Minier Acide
DNC	Drainage Neutre Contaminé
DRX	Diffraction aux Rayons X
E	Module de déformation
e	Volume des vides
GU	Portland Cement
Hg	Mercure

KFA	Kruger Fly Ashes
LS	Lignosulfonates
Md	Masse sèche
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
Mw	Masse d'eau libre
n	Porosité
φ'	Angle de frottement interne effectif
PA	Potentiel de génération d'acide
PC	Polycarboxylates
PEG	Glycol de Polyéthylène
PEO	Oxyde de Polyéthylène
PIM	Porosimétrie par Intrusion de Mercure
PMS	Polymélamines Sulfonates
PN	Potentiel de Neutralisation
PNN	Potentiel Net de Neutralisation
PNS	Polynaphtalènes Sulfonâtes
R1	Résidus prélevés à la sortie du circuit de traitement de zinc
R2	Résidus prélevés après la destruction des cyanures et avant épauississage
R3	Résidus prélevés après l'épauississement

R4	Résidus prélevés après les disques de filtration
RMPC	Remblais Miniers en Pâte Cimentés
Sm	Surface spécifique massique
Sr	Degré de saturation
Sy	Limite d'écoulement
tf	Résistance au cisaillement à la rupture
UCS	Unconfined Compression Strength
v	Coefficient de poisson
VT	Volume total
Vv	Volume des vides
Vw	Volume de l'eau
w	Teneur en eau massique
WBA	Wood Bottom Ashes
WG	Micronized Wastes Glass
ρ	Masse volumique totale ou humide
ρ_d	Masse volumique sèche
ρ_s	Masse volumique des grains solides

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Distributions granulométriques des résidus	135
Annexe B – Diffractions des rayons X des liants alternatifs et des substitutions partielles	136

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte de l'étude

L'industrie minière est un secteur économique comprenant les activités de prospection et d'exploitation de gisements minéralisés. Le cycle minier complet regroupe toutes les étapes de l'exploration minière à la gestion des rejets d'exploitation et de traitement, en passant par l'extraction et le traitement des minerais. L'exploration minière constitue l'étape de la découverte, de l'identification et de l'estimation des réserves minérales. C'est une étape qui se fait soit en surface par une équipe de prospecteurs ou par la technique de géophysique aérienne. L'extraction minière quant à elle se fait soit à travers un minage à ciel ouvert ou en souterrain et constitue l'étape de la récupération du minerai à valeur économique. Elle comprend les phases d'ouverture (installation des différentes infrastructures pour l'accès au gisement), de développement (réalisation des travaux préparatoires et découpage du gisement en chantier d'abattage), d'abattage du minerai (opérations consistant à récupérer et transporter les phases minérales) en le séparant des stériles et de la fermeture graduelle de la mine. Les phases minérales utiles contenues dans les minerais sont souvent en faible quantité de nos jours, vu l'épuisement des gisements à forte teneur. Le traitement ou la valorisation du minerai, constitué de procédés de séparation physiques et/ou chimiques, est la phase de la récupération des substances utiles contenues à faible teneur dans les produits de l'extraction minière.

L'industrie minière est un vecteur économique important. En effet, au Canada le nombre d'emploi lié à l'industrie minière est estimé à près de 383 000 à temps plein; ce qui correspond à 3.7% du produit intérieur brut en 2013 (Ministère des ressources naturelles du Canada Bulletin d'information, 2014). Cependant, cette industrie génère d'importantes quantités de rejets sous forme solide et liquide. Au Québec, 100 millions de tonnes de rejets sont produits annuellement. Les rejets solides sont constitués de stériles et de résidus fins. Les stériles, issus des travaux de développement et d'exploitation de la mine, sont souvent stockés en surface dans les haldes à stériles quand ils ne servent pas dans les opérations de remblayage sous terre. Les résidus miniers, issus des concentrateurs, sont stockés en surface dans des parcs à résidus avec confinement à l'aide de digue de rétention. Les haldes à stériles et les parcs à résidus, recensés au

nombre de 310 et 230 respectivement au Québec peuvent engendrer des problèmes d'ordre environnementaux lorsqu'ils sont mal gérés (Ministère des ressources naturelles du Canada Bulletin d'information, 2014). En effet, les rejets miniers peuvent faire l'objet d'une instabilité physique (chutes de bloc, glissements de terrain, ruptures de digues, etc.) et/ou chimique (oxydation des minéraux sulfurés, drainage minier acide (DMA) ou du drainage neutre contaminé (DNC) (Plante, 2010). Les directives environnementales sur la restauration minière deviennent de plus en plus exigeantes et les coûts liés à celles-ci sont de plus en plus élevés. En effet, au Québec, la loi sur les mines exige le dépôt d'une garantie financière représentant la totalité des frais nécessaires à la restauration des aires d'entreposage sur une période de trois ans à partir du démarrage. En l'occurrence, 50% du montant à la première année et 25% pour les deux années suivantes. Ceci incite les opérateurs miniers à favoriser une gestion la plus intégrée possible des rejets miniers pour une exploitation minière durable et responsable. Dans cette perspective, de nombreux chercheurs ont proposé plusieurs techniques de gestion intégrée des rejets miniers afin de limiter l'empreinte écologique des exploitations minières (Benzaazoua et al., 2008). Parmi les techniques de gestion/restauration utilisées au Québec, on peut citer l'ennoiement des rejets miniers (de moins en moins privilégié), les couvertures à effet de barrière capillaire, la désulfuration des résidus, le remblayage minier, la co-disposition des stériles et des résidus au niveau des parcs à résidus etc. (Aubertin et al., 2002).

La technologie de remblayage minier, utilisée dans les mines canadiennes depuis plus de 83 ans, est étroitement liée à l'évolution des méthodes de minage. Le remblai minier peut être de trois types : rocheux (cimenté ou non), hydraulique (cimenté ou non), et en pâte cimenté (RMPC) (Hassani et al., 1998). Le remblayage hydraulique a été introduit vers les années 1950 et sa variante cimentée vers les années 1960. Le remblai en pâte a commencé à être utilisé au Canada vers les années 1990 ; apportant une solution au remblayage de résidus de concentrateur hautement sulfurés. Actuellement, le remblai en pâte est utilisé par la majorité des mines canadiennes ainsi que dans le monde entier pour ses avantages technique, économique, environnemental et sécuritaire (Belem et al., 2003; Benzaazoua et al., 2003; De Souza et al., 2003) (Figure 1-1). Le remblai minier, préparé avec des matériaux d'origines diverses (Figure 1-2), est utilisé à des fins multiples (Figure 1-3) mais le rôle principal est d'être un support secondaire de terrain et permettre une extraction plus complète du minerai laissant ainsi moins de piliers (De Souza et al., 2003).

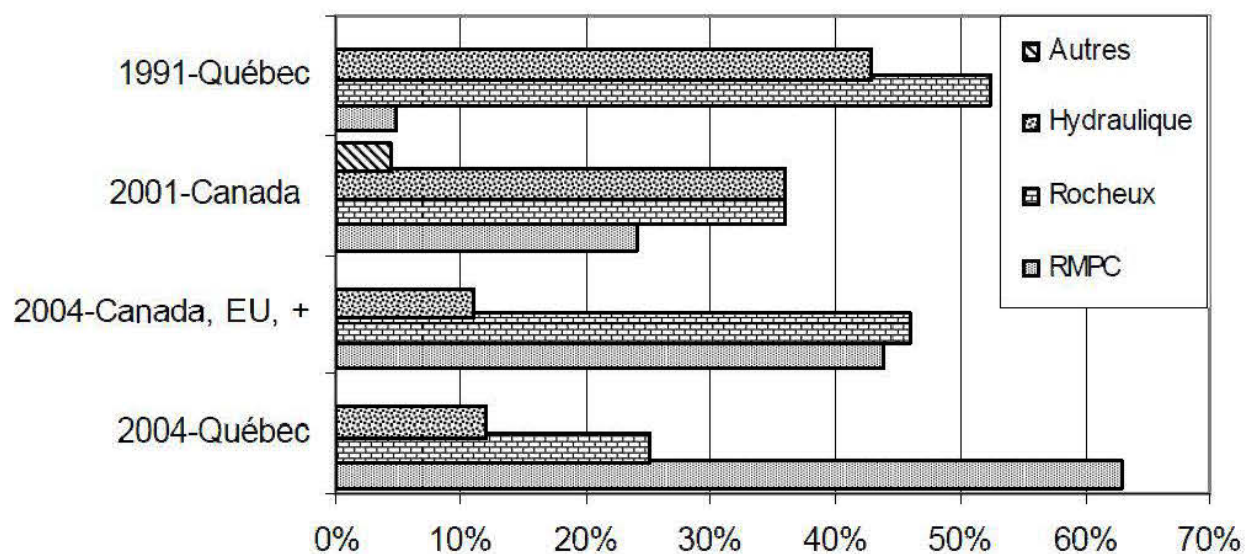


Figure 1-1: Évolution de la pratique et du type de remblai de 1991 à 2004 (Gauthier, 2004)

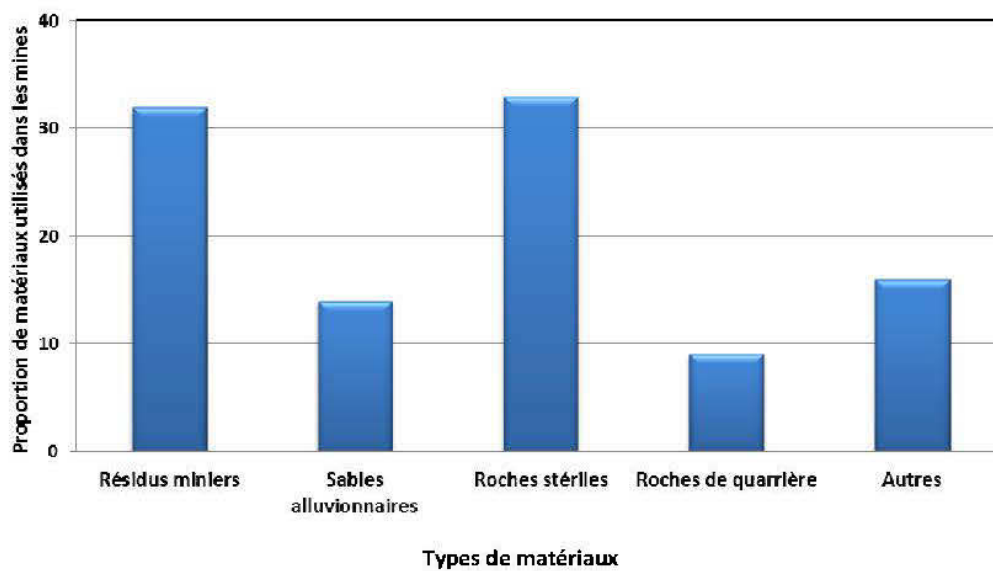


Figure 1-2 : Matériaux utilisés dans le remblai minier (adapté de De Souza et al., 2003)

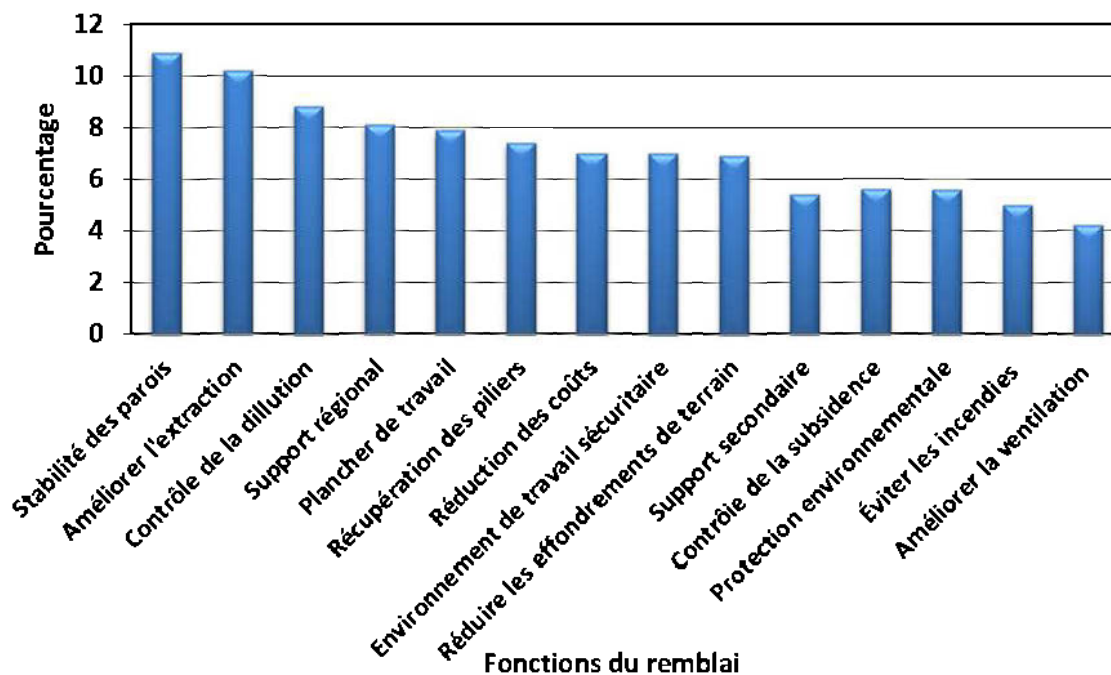


Figure 1-3: Rôles des remblais miniers (adapté de De Souza et al. 2003)

1.2 Problématique de l'étude

Les remblais miniers en pâte cimentés (RMPC) sont utilisés dans la plupart des mines souterraines québécoises. Ces matériaux sont des mélanges de rejets miniers, d'eau et de liants. Ils servent à remplir les cavités créées dans la mine pendant l'extraction du minerai et à mieux supporter le terrain pour une exploitation plus complète (moins de piliers). Cette technologie permet aussi de stocker sous terre jusqu'à 50 % des résidus miniers potentiellement polluants pour l'environnement s'ils étaient déposés en surface (Benzaazoua et al., 2002). Le support des terrains dans les mines souterraines dépend en grande partie de la stabilité physique ou mécanique de l'ensemble des structures en place sous terre et, en particulier, de celle des remblais en pâte (autoportance). Le support souterrain de telles mines est donc influencé par la qualité du remblai préparé en usine et son évolution dans le temps. En effet, les propriétés mécaniques des RMPC dépendent des caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques des résidus, ainsi que de la qualité et de la quantité du liant et de l'eau servant au mélange et au transport de ce matériau (Belem et al., 2000). La présence de minéraux sulfureux ainsi que des sulfates solubles ont un effet néfaste sur la résistance mécanique due à l'attaque sulfatique (Benzaazoua et al., 2002, 2004).

L'emploi du remblai en pâte entraîne toutefois des coûts importants. Le coût global des activités de remblayage peut être subdivisé en diverses composantes, soit les coûts reliés aux liants, à la préparation (frais d'usine et autres intrants), à la mise en place (construction de barricades, transport et distribution) et une composante autre pour tenir compte des coûts reliés à des additifs divers (adjuvants), à la gestion des eaux de drainage, au monitoring, etc. La Figure 1-4 montre que pour l'ensemble des opérateurs, plus de 67 % des coûts sont attribuables aux liants. On remarquera que cette proportion passe à 73 % pour les mines québécoises de cet échantillon (Gauthier, 2004). Cette proportion a dû augmenter sensiblement durant les dernières années à cause du prix de l'énergie qui fixe en grande partie celui des ciments (environ 80% à l'heure actuelle). En plus des coûts associés aux liants, il y a les coûts des procédés de décontamination des rejets (destruction des cyanures) et de séparation liquide/solide (épaississage, filtration ...) pour les fins de fabrication de remblai en pâte. L'ajout d'eau en grande quantité a pour but d'assurer le transport du remblai de la surface jusqu'aux chantiers souterrains à remblayer.

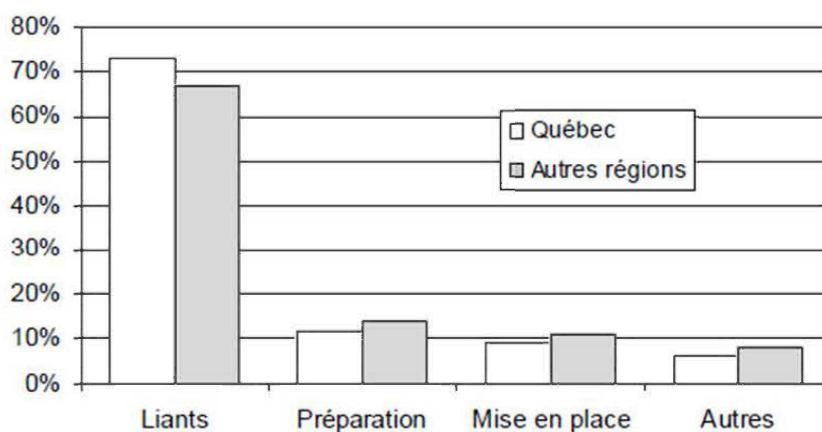


Figure 1-4: Graphique illustrant la répartition des coûts d'une opération de remblayage au Québec et ailleurs (Gauthier, 2004)

Par conséquent, dans une opération de remblayage le défi est de produire des RMPC, en utilisant le type et la teneur appropriés en liant (paramètre coût) ainsi qu'une quantité d'eau adéquate pour assurer le transport des RMPC produits jusqu'aux chantiers souterrains et atteindre la résistance mécanique souhaitée sans altérer la durabilité (les pertes de résistances dues à des réactions chimiques nocives telles que l'inhibition de l'hydratation et l'attaque sulfatique). Cependant, il a été démontré qu'une quantité inappropriée d'eau de mélange était néfaste au gain en résistance

mécanique des RMPC (Benzaazoua et al., 2003) et que les défaillances du système de transport des RMPC sont principalement représentées par les blocages de pipeline qui sont souvent dus à une ouvrabilité inadéquate du remblai (De Souza et al., 2003).

1.3 Objectifs de l'étude

Au vu de la problématique présentée ci-dessus, le projet de recherche vise une approche globale d'optimisation des formulations de RMPC. Vu que chaque constituant des RMPC joue un rôle important sur les gains en résistance mécanique et à défaut d'agir sur les résidus pour optimiser une formulation de RMPC, on pourra agir sur le type et la proportion de liant ainsi que sur la quantité d'eau de mélange. En effet, les études antérieures de Peyronnard et al. (2011, 2012) ont démontré la pouzzolanité de certains sous-produits industriels sans valeur économique et la possibilité de les utiliser dans les formulations de RMPC. En outre, l'ajout de superplastifiants permettrait d'améliorer les performances mécaniques des RMPC à des teneurs en eau moindres et à consistance égale (Ercikdi et al., 2010). Il est même envisageable de réduire la teneur en ciment tout en respectant les critères de design sous terre (Erismann et al., 2016). Dans cette perspective, le projet cherche à améliorer la résistance mécanique des RMPC tout en réduisant les coûts engendrés par ces derniers. Ceci se fera selon deux objectifs principaux :

1. Formulations de remblais en pâte cimentés avec d'autres types de liant appelés liants alternatifs, à base de sous-produits industriels souvent sans valeur économique. Il s'agira d'une substitution partielle des liants traditionnels par ces sous-produits;
2. Ajout dans la formulation des RMPC d'adjuvants tels que les superplastifiants.

Il s'agira spécifiquement de :

- Remonter en amont dans les étapes de fabrication des RMPC afin d'investiguer l'influence des divers additifs sur les performances des RMPC;
- Trouver la recette de la substitution optimale des liants traditionnels par les liants alternatifs;
- Étudier isolément l'effet des superplastifiants sur les ciments ainsi que sur les résidus;
- Étudier l'effet de différents types de superplastifiants à différents dosages sur les performances des RMPC.

1.4 Défis scientifiques et hypothèses de recherche

L'hydratation des sous-produits industriels est souvent mal connue et ces derniers sont généralement moins réactifs que les liants traditionnels. Leur utilisation dans la formulation des RMPC nécessite une très bonne optimisation afin d'avoir des recettes de liant économique tout en respectant les critères généraux de design (1000 kPa à 28 jours). En outre l'utilisation des superplastifiants est très bien développée et leurs effets bien compris dans le domaine des bétons. Ce n'est pas le cas dans le domaine des remblais miniers. En effet, très peu d'études ont été réalisées dans ce cadre en raison de la complexité et des coûts engendrés par l'utilisation des superplastifiants dans les RMPC.

Le cadre scientifique de l'étude est d'ordre expérimental et réalisé selon les hypothèses suivantes :

- La formulation de RMPC avec les liants alternatifs permettra de réduire les coûts économique et écologique associés aux liants tout en assurant une résistance mécanique similaire à la recette ciment Portland- laitier de hauts fourneaux (Slag) 20-80 (la recette la plus utilisée dans les mines en Abitibi-Témiscamingue);
- L'utilisation de superplastifiants va améliorer les performances des RMPC, permettant ainsi de réduire la proportion de liant du type ciment Portland- laitier de hauts fourneaux (Slag) 20-80;
- L'utilisation de flocculants dans l'épaississage a un effet négatif au niveau de l'acquisition de la résistance mécanique des RMPC.

1.5 Structure du mémoire

Ce mémoire de maîtrise est constitué de huit chapitres. Le chapitre 1 intitulé introduction, présente la mise en contexte de l'étude, suivi de la présentation de la problématique et des objectifs de l'étude. Le chapitre 2 présente une revue de littérature sur les remblais miniers, les divers additifs utilisés dans les bétons ainsi que dans les remblais en pâte. Le chapitre 3 présente les différents matériaux utilisés, la méthodologie globale de l'étude et enfin la description des différentes méthodes de caractérisations physique, chimique et minéralogique des matériaux de l'étude. Le chapitre 4 présente les résultats de caractérisation des matériaux. Le chapitre 5

reprend l'article de conférence Paste2016 intitulé «Development of novel techniques to enhance the mechanical performances of paste fill». On y présente l'étude de la substitution des liants traditionnels utilisés dans les RMPC par des sous-produits industriels sans valeur économique. Dans le chapitre 6 est présenté un autre article intitulé «Effect of addition of superplasticizers on mechanical properties and workability of cemented paste backfills». Cet article est soumis à la revue internationale «Cement and Concrete Research». Les chapitres 7 et 8 présentent respectivement une discussion générale des résultats obtenus et une conclusion générale ainsi que des recommandations.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre bibliographique présente une revue de littérature sur les remblais miniers, leurs formulations, leurs comportements durant le transport et pendant la mise en place et enfin leurs évolutions au cours du temps. On y décrit les divers types de remblai (2.1), les propriétés rhéologique, physique et chimique des RMPC (2.2), le design, la formulation des recettes et la fabrication des RMPC (2.3), le transport des RMPC (2.4). La revue s'intéresse en particulier à l'utilisation de divers adjuvants utilisés dans les bétons sachant que l'utilisation de ces derniers dans les remblais en pâte est peu rapportée dans la littérature.

2.1 Types et descriptions des remblais miniers

Cette première partie de la recherche bibliographique permet de définir les trois types de remblai les plus utilisés de nos jours par l'industrie minière (rocheux, hydrauliques et en pâte cimentés).

2.1.1 Remblais rocheux

Le remblai rocheux, cimenté ou non, est produit à partir de stérile distribué sous terre par un réseau de cheminées et transporté aux chantiers par convoyeur ou par camion, selon la géométrie du gisement. Lorsque requis, le mélange du stérile et du liant s'effectue aux points de déversement du remblai dans le chantier. L'utilisation du remblai rocheux permet l'emploi du stérile provenant du développement souterrain ou d'une fosse à ciel ouvert, réduisant ainsi les aires d'entreposage de stérile en surface. Mélangé avec du ciment, le remblai rocheux offre une meilleure résistance mécanique lorsqu'il n'y a pas trop de ségrégation des agrégats, ne nécessite aucune barricade ni ne génère d'eau de drainage. Par contre, d'importants coûts de production peuvent être générés par la production du matériel en surface ainsi qu'au niveau du concassage, du tamisage et du transport du stérile au point de déversement sous terre (Belem, 2015; Benzaazoua et al., 2005).

2.1.2 Remblais hydrauliques

Le remblai hydraulique, cimenté ou non, est produit à partir de l'hydrocyclonage des rejets de concentrateur. Parfois, un ajout de matériels d'emprunt comme le sable est nécessaire pour un ajustement de la distribution granulométrique, son transport s'effectuant par gravité ou par

pompage à travers un réseau de trous et de tuyaux jusqu'aux chantiers. Le pourcentage de solide varie de 60 à 75 %. L'ajout de liant est requis lorsqu'au moins une des faces du remblai sera exposée par le minage des chantiers adjacents. L'utilisation du remblayage hydraulique n'exige pas un coût de capital élevé, se réalise à un faible coût de production et d'entretien du réseau de distribution et permet une réduction des aires d'entreposage des résidus en surface. Par contre, ce type de remblai implique la construction de barricades hydrostatiques, le pompage et la gestion des eaux de drainage, le lessivage d'une partie du liant avec l'eau de drainage ainsi que la ségrégation des grains pendant le drainage du remblai. De plus, les rejets de concentrateur ne doivent pas être sulfureux (Belem, 2015; Benzaazoua et al., 2005).

2.1.3 Remblais miniers en pâte cimentés (RMPC)

Le remblai en pâte a été utilisé pour la première fois au Québec à la mine Louvicourt en 1994. C'est un mélange de résidus de concentrateur filtrés, d'un liant hydraulique composé d'un ou de plusieurs types de ciments à une proportion allant de 2 à 8 % et, enfin, d'eau de gâchage (le plus souvent une eau de procédé). Ce type de remblai a l'avantage de permettre une utilisation des résidus tout venant sans aucun ajustement granulométrique, jusqu'à 50% pouvant être retourné sous terre (même les résidus les plus sulfureux). De plus, le remblai en pâte permet une exploitation souterraine plus complète car laissant moins de piliers. Cependant, les remblais en pâte entraînent d'importants coûts et présentent des résistances mécaniques moindres, comparés aux remblais rocheux (avec le même taux de liant) (Belem, 2015; Benzaazoua et al., 2005).

Dans la suite de cette revue de littérature, l'accent sera mis sur les RMPC.

2.2 Propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des RMPC

Dans le cadre de notre étude, les RMPC sont étudiés car c'est la technologie de remblayage la plus utilisée à travers le monde dû à ses avantages techniques et environnementaux permettant une exploitation minière plus complète et plus durable. Il convient donc de présenter leurs propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques. Mais avant tout, il est important de rappeler les diverses composantes des RMPC et l'ensemble des paramètres qui sont mis en jeu et qui influencent les performances du remblai comme le montre la Figure 2-1.

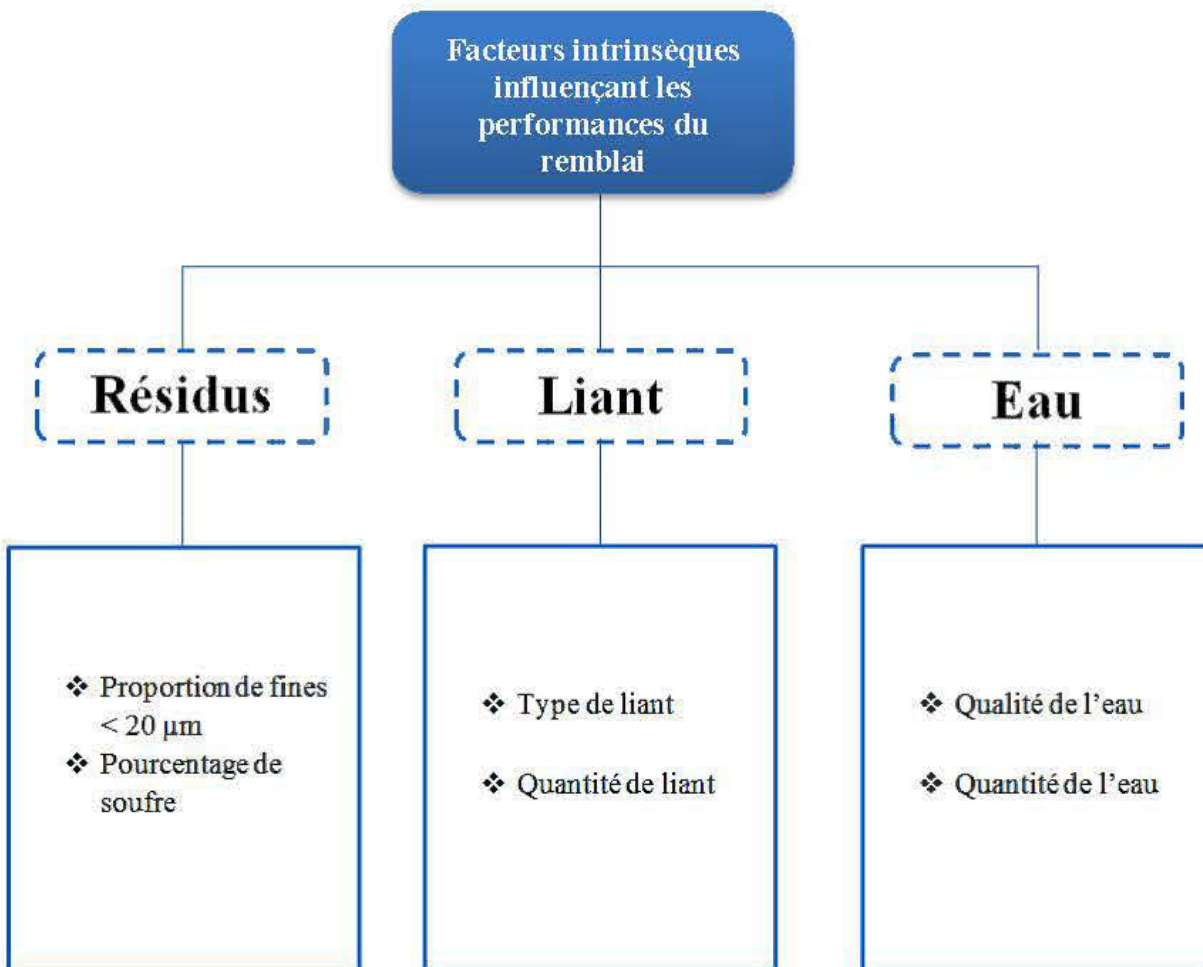


Figure 2-1 : Facteurs intrinsèques influençant les performances du remblai

2.2.1 Propriétés rhéologiques

Les propriétés rhéologiques des RMPC sont importantes pour l'étude de leur transport vers les chantiers à remblayer. Les techniques de mesure de ces paramètres (la viscosité dynamique (η) et le seuil de cisaillement (τ_y) sont présentées à la Figure 2-2 et des exemples de mesure au laboratoire sont présentés dans les Figures 2-3 et 2-4. Cependant, dans l'industrie minière c'est plutôt l'affaissement au cône d'Abrams et les essais de Loop tests qui sont utilisés pour calculer les pertes de charge et ainsi déterminer le cône d'influence (distance horizontale maximale que pourra parcourir le remblai). Les RMPC sont considérés comme des fluides de Bingham, c'est-à-dire que sa viscosité plastique η reste constante avec l'augmentation de la vitesse d'écoulement. Une fois que le seuil de cisaillement est dépassé, le remblai est doté d'un comportement thixotropique et ses paramètres rhéologiques sont fortement influencés par le type et le taux de

liant (Ouattara et al., 2010) ainsi que par tous les autres constituants des RMPC à savoir les résidus miniers et l'eau de mélange (Figure 2-1). Les résidus influencent les propriétés rhéologiques des remblais de par leur composition minéralogique, leur densité relative et leur distribution granulométrique (Ouattara, 2011). Même si l'étude isolée de chaque paramètre des résidus n'a pas été effectuée, Ouattara (2011) a montré que des RMPC formulés avec deux types de résidus miniers avaient des comportements rhéologiques différents. En outre, Kwak et al. (2005) ont montré que la quantité d'eau (pourcentage solide des RMPC) influençait aussi les propriétés rhéologiques. L'ajout de certains adjuvants tels que les superplastifiants améliorent l'ouvrabilité tout en réduisant la demande en eau des RMPC (Ercikdi et al., 2010; Ouattara et al., 2013; Simon et al., 2011) mais très peu d'études ont été réalisées dans ce sens et aucune application industrielle n'est connue à ce jour.

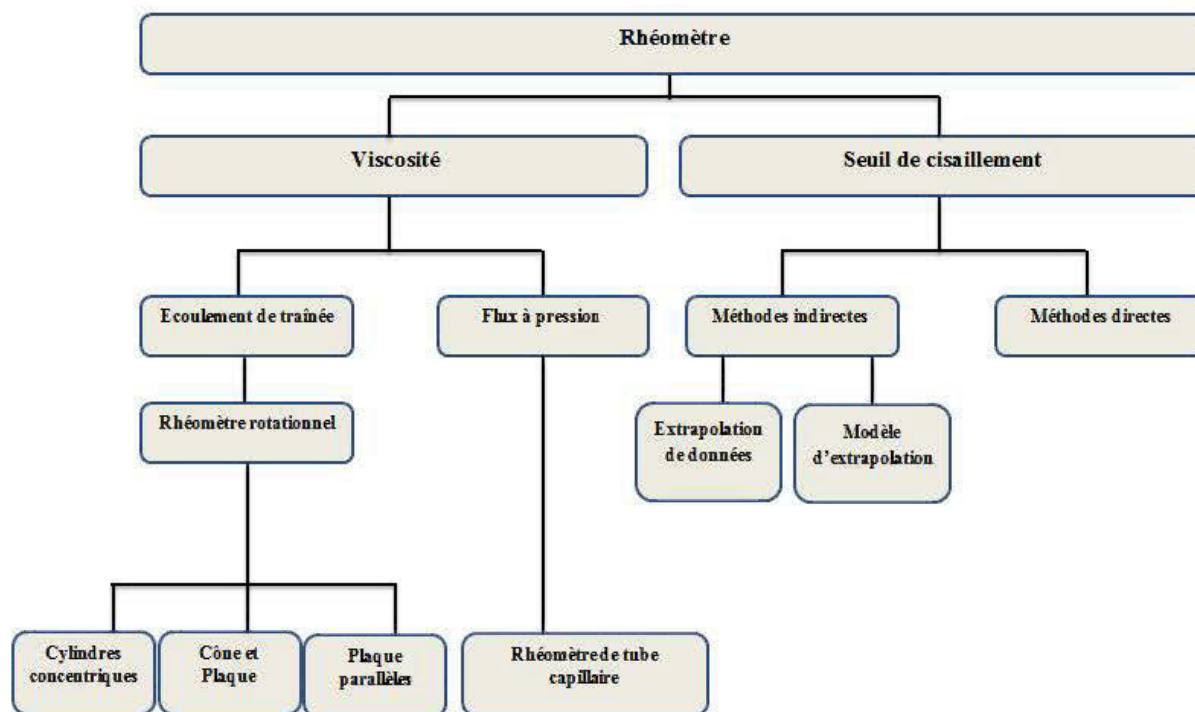


Figure 2-2 : Techniques de mesures des paramètres rhéologiques

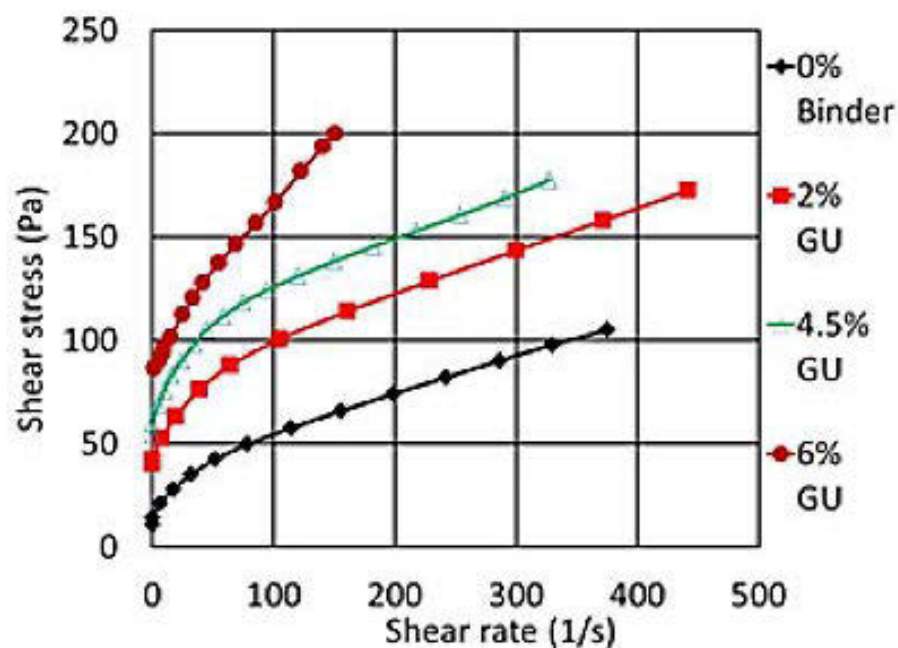


Figure 2-3 : Rhéogramme de RMPC avec 70% de pourcentage solide (Ouattara et al., 2010)

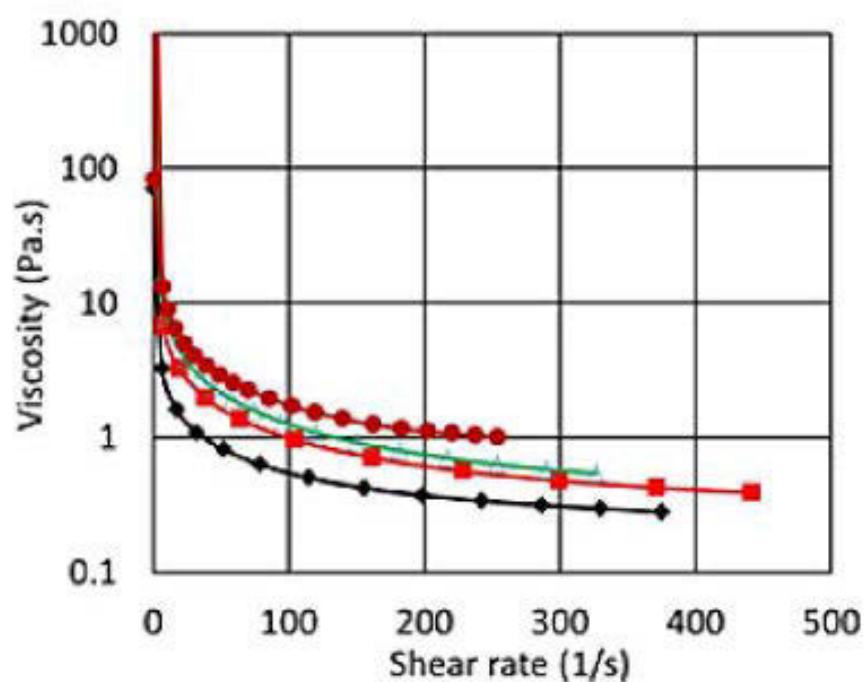


Figure 2-4 : Viscosité de RMPC avec 70% de pourcentage solide (Ouattara et al., 2010)

2.2.2 Propriétés physiques

Une bonne caractérisation des RMPC passe par une quantification des propriétés physiques des résidus. Ces propriétés ont une influence sur les propriétés mécaniques et rhéologiques et sont comparables à ceux définis pour les sols car les RMPC sont composés d'une phase solide (résidus et liant hydraulique composé ou non), d'une phase liquide (eau de mélange, eau de pores) et d'une phase gazeuse (Benzaazoua et al., 2001, 2003; Benzaazoua et al., 2002; Benzaazoua et al., 1999; Jung et al., 2002; Kesimal et al., 2005). Parmi les paramètres physiques qui gouvernent le comportement de RMPC, on peut citer entre autre :

La granulométrie : c'est un facteur important dans l'acquisition de la résistance mécanique (Benzaazoua et al., 2003; Jung et al., 2002). Pour les RMPC, la distribution granulométrique est caractérisée par la proportion de particules fines qui ont une taille inférieure à 20 microns. Pour les mines Canadiennes cette proportion se situerait entre 28 à 68% (Figure 2-5).

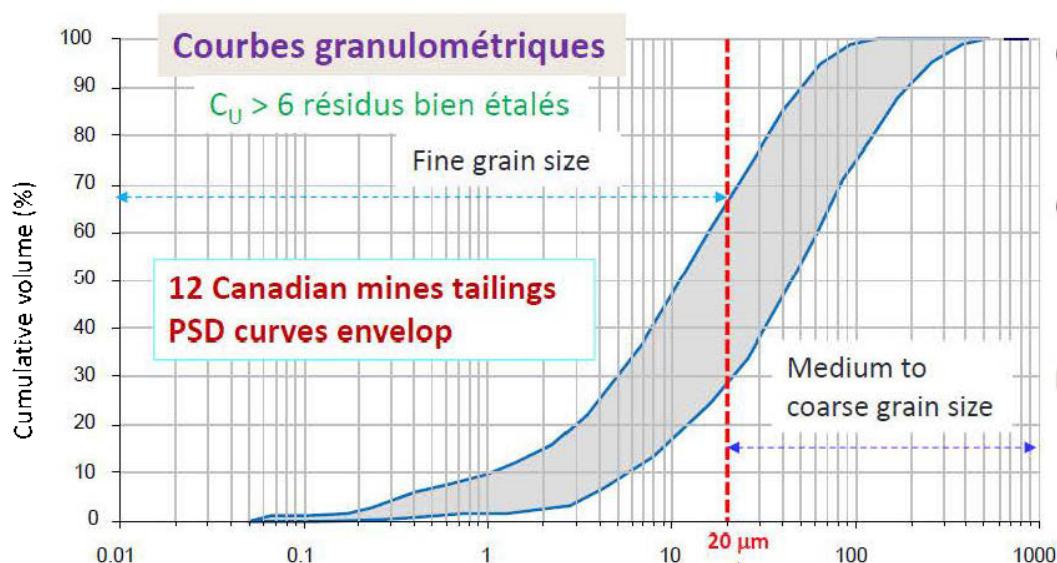


Figure 2-5 : Distribution granulométrique des résidus miniers de 12 mines Canadiennes (Belem, 2015)

Masses volumiques : la masse volumique totale ou humide (ρ), la masse volumique des grains solides (ρ_s) et la masse volumique sèche (ρ_d) d'un remblai sont respectivement exprimées par des rapports entre la masse M et le volume V et ne varient pratiquement pas au cours de l'hydratation (Benzaazoua et al., 2000)

$$\rho = \frac{M \text{ totale}}{V \text{ total}} \quad \rho_s = \frac{M \text{ solide}}{V \text{ solide}} \quad \rho_d = \frac{M \text{ solide}}{V \text{ total}} \quad [2-1]$$

Porosité et indice des vides : la texture du remblai cimenté en pâte est exprimée par comparaison du volume des vides (pores du remblai) au volume des solides ou au volume total. Les principaux paramètres de la texture, calculés ou mesurés en laboratoire, sont l'indice des vides e et la porosité η . Ces paramètres sont exprimés par des rapports entre le volume total (VT), le volume des vides (V_v) et le volume des solides (V_s).

$$\eta = \frac{V_v}{V_T} \quad e = \frac{V_v}{V_s} \quad [2-2]$$

Teneur en eau et degré de saturation : la teneur en eau massique w ou gravimétrique d'un remblai est le ratio de la masse d'eau libre (M_w) dans les pores et de la masse sèche (M_d).

$$W = \frac{M_w}{M_d} \quad [2-3]$$

Le degré de saturation (S_r) d'un échantillon de RMPC est estimé en comparant le volume de l'eau (V_w) contenue dans les vides avec le volume de ces vides (V_v). La particularité des RMPC est qu'ils demeurent saturés ($S_r > 90\%$).

$$S_r = \frac{V_w}{V_v} \quad [2-4]$$

Microstructure : Les propriétés microstructurales les plus souvent étudiées sont la finesse des grains (au moyen de l'analyseur de surface spécifique) et la porosité connectée (au moyen de la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM)). La surface spécifique massique (S_m) est définie comme étant la surface totale des grains de remblai par unité de masse de l'échantillon et peut varier de 0,1 à 400 m².g⁻¹ selon la finesse des grains. Elle est évaluée par adsorption de l'azote, par diffraction des rayons X, par diffraction au laser ou par microscopie électronique. La porosité par intrusion de mercure (Hg) permet d'évaluer la porosité et la distribution des pores connectées d'un échantillon de remblai. Elle est directement liée à la granulométrie initiale des résidus ainsi

que du type de liant utilisé. La porosité et le volume des pores sont estimés par la quantité de mercure qui pénètre dans l'échantillon selon un diamètre donné d et sous une pression appliquée.

2.2.3 Propriétés mécaniques et effets de la chimie de la pâte

Les propriétés mécaniques des RPMC sont influencées par chaque composant du remblai (les résidus miniers, l'eau et le liant) à travers les propriétés physiques citées ci-dessus ainsi que par la chimie de la pâte de remblai (pH, proportion de sulfate soluble, etc.) (Figure 2-1) (Benzaazoua et al., 2004b).

En effet :

- La granulométrie des résidus influence la résistance mécanique du remblai : plus la proportion de fines (particules qui ont un diamètre inférieur à 20 μm) est faible plus la résistance est élevée (Figure 2-6),
- Le pourcentage de soufre: l'augmentation de la densité du résidu entraîne l'augmentation de la quantité de liant ce qui induit une amélioration de la résistance mécanique (Figure 2-7). Au contraire, du point de vue chimique, la précipitation des minéraux secondaires sulfatés peuvent provoquer une chute de la résistance mécanique,
- Le type et la proportion de liant influencent également la résistance mécanique. La Figure 2-8 montre que le type ciment Portland-Slag donne de meilleures résistances. Cet effet est accentué avec le taux de liant,
- L'eau de mélange agit sur la résistance mécanique de par sa proportion en sulfate et sa quantité (Figure 2-9). La Figure 2-10 montre que plus la quantité d'eau augmente, plus la résistance mécanique diminue.

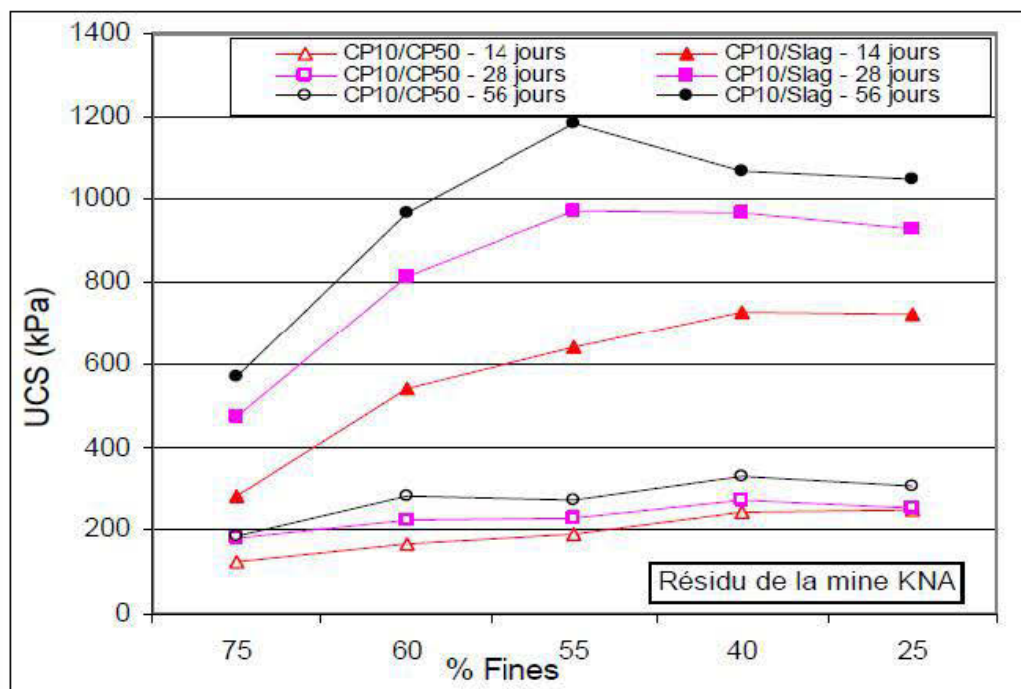


Figure 2-6 : Évolution de l'UCS avec la proportion de fines (Benzaazoua et al., 2004)

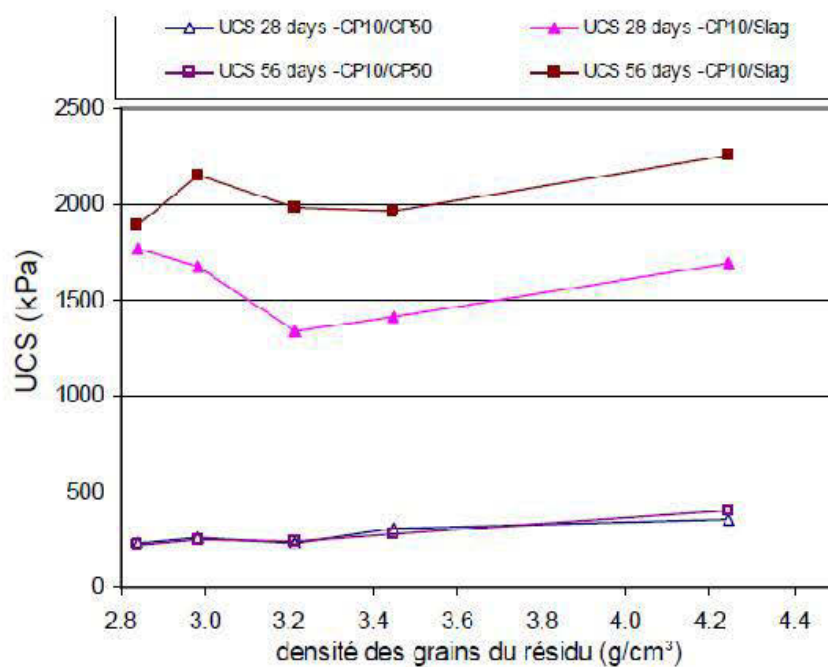


Figure 2-7 : Évolution de l'UCS avec la densité du résidu (Benzaazoua et al., 2004)

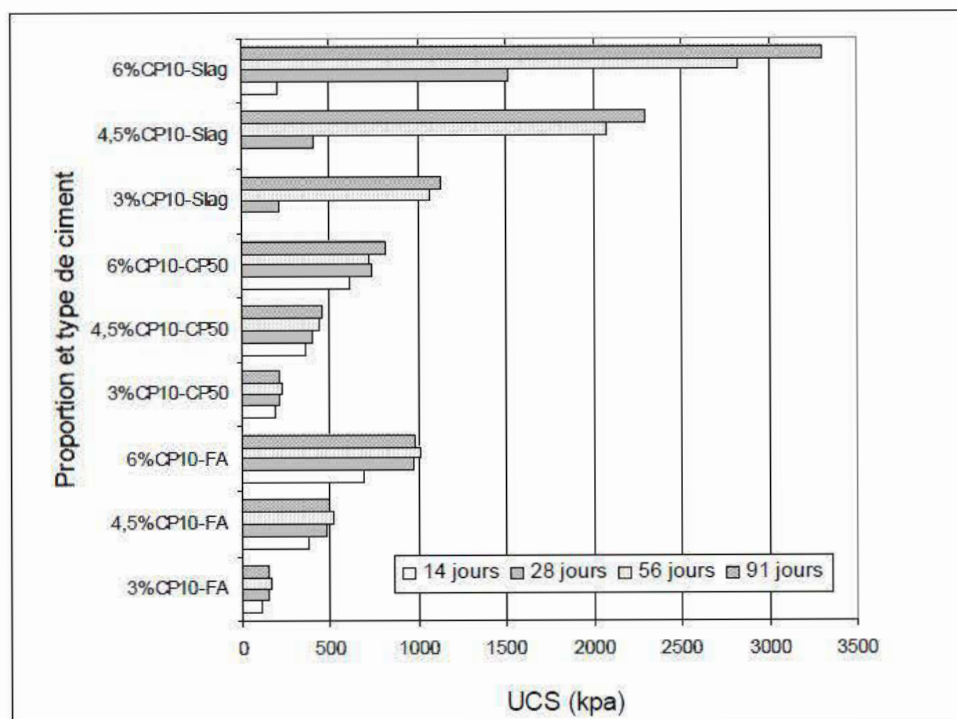


Figure 2-8 : Évolution de l'UCS avec le type et la proportion de liant (Benzaazoua et al., 2004)

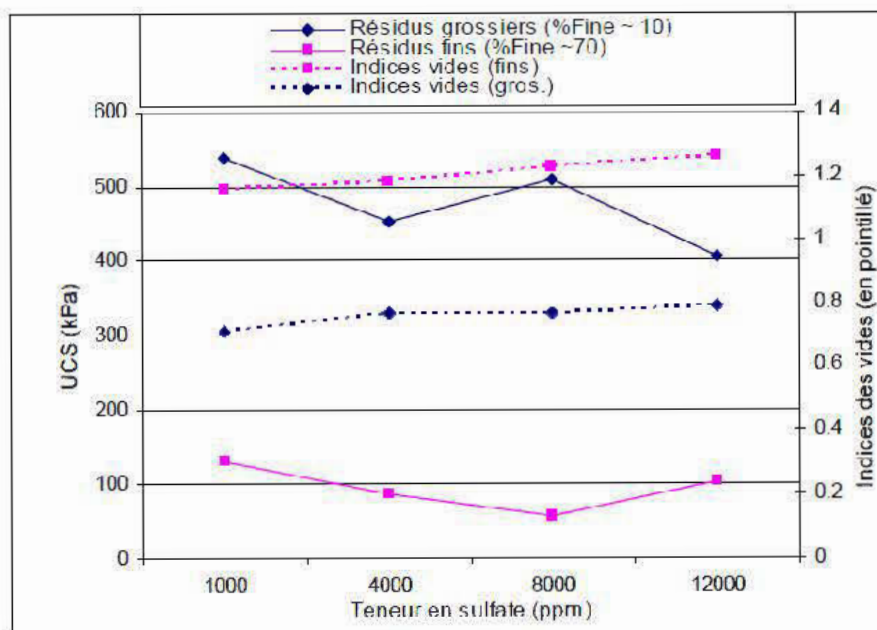


Figure 2-9 : Évolution de l'UCS avec la teneur en sulfate de l'eau de mélange (Benzaazoua et al., 2004)

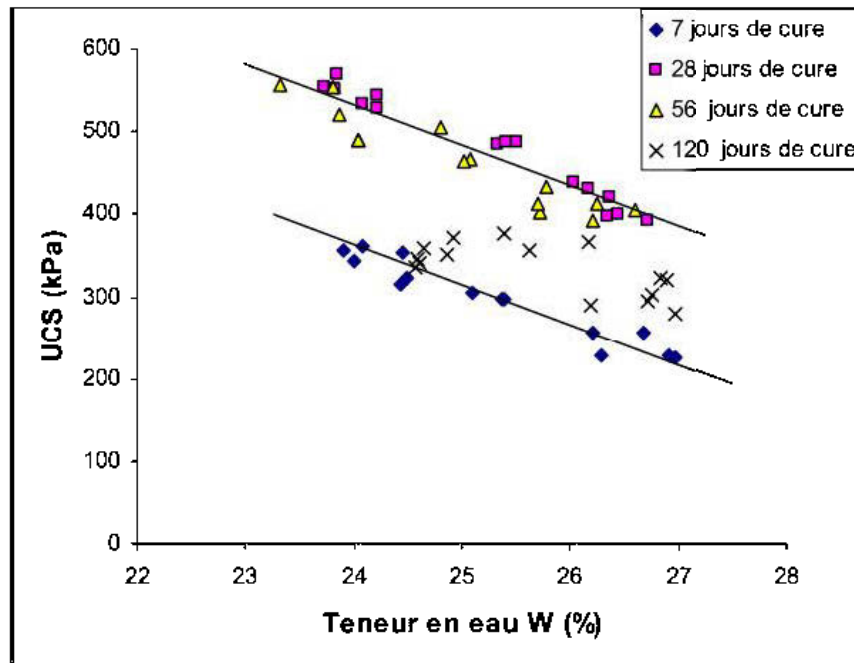


Figure 2-10 : Évolution de l'UCS avec la quantité de l'eau de mélange (Benzaazoua et al., 2003)

La détermination des propriétés mécaniques des RMPC requises est l'objectif principal du design des systèmes de remblayage ainsi que celui des calculs de stabilité. Ces propriétés mécaniques serviront également lors des simulations numériques de la stabilité des chantiers miniers remblayés. Les principales propriétés mécaniques des remblais sont la résistance en compression uniaxiale (UCS), la résistance au cisaillement à la rupture (t_f), le module de déformation (E), la limite d'écoulement (S_y), le coefficient de poisson (ν), la cohésion interne effective (c') ou non drainée (c) et l'angle de frottement interne effectif (ϕ'). Les essais devront être réalisés selon l'objectif de l'étude, soit en cherchant uniquement les paramètres élastiques (E, ν , S_y) ainsi que la résistance UCS, ou en cherchant les paramètres intrinsèques régissant cette rupture (c' et ϕ'). Dans le premier cas, on effectuera l'essai en compression uniaxiale (Figure 2-11) et dans le second cas, l'essai en compression triaxiale (Figure 2-12).

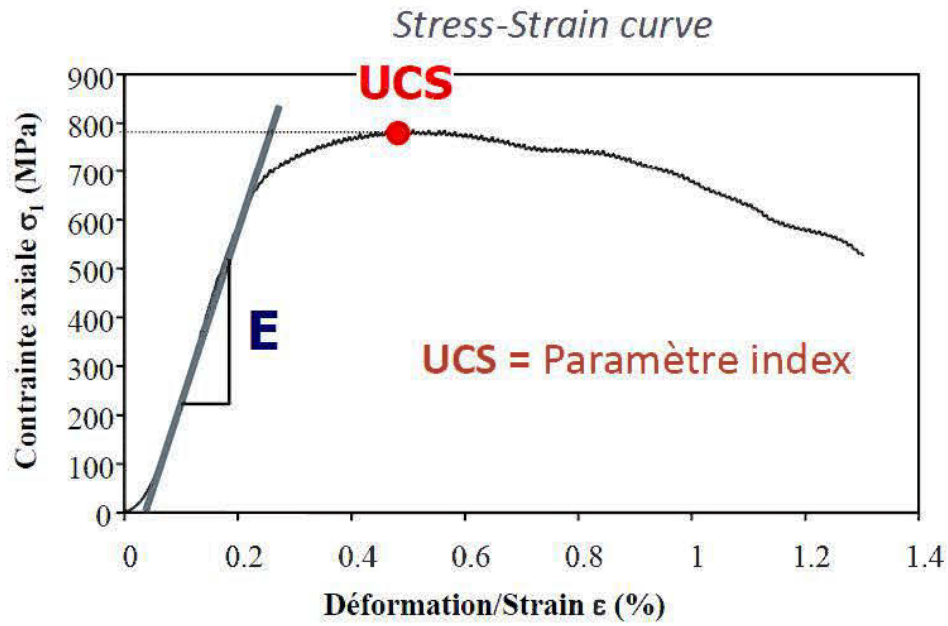


Figure 2-11 : Courbe typique d'un essai en compression uniaxiale (UCS) (Belem et al., 2000)

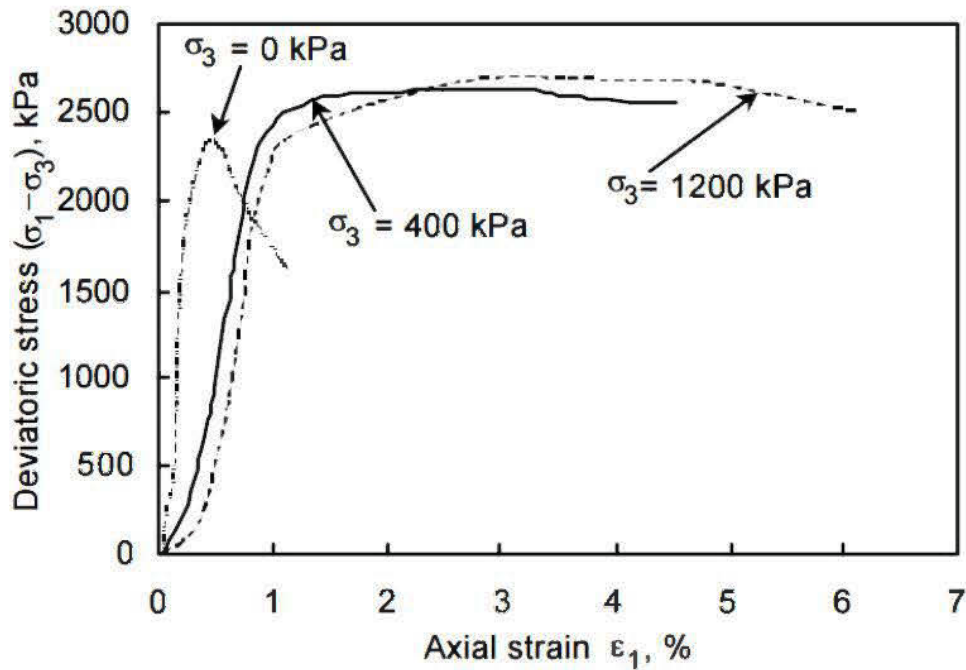


Figure 2-12 : Courbe typique d'essais en compression triaxiale sur des remblais en pâte (Belem et al., 2000)

2.3 Design, optimisation des recettes et fabrication des RMPC

Cette partie présente les différentes étapes desquelles découle un remblai prêt à être acheminer sous terre. En effet, il s'agit de la détermination de la résistance mécanique requise sous terre (design), de la détermination du type et de la teneur en liant adéquats pour atteindre cette résistance mécanique, enfin préparer le remblai.

2.3.1 Design

Les RMPC sont utilisés comme support de terrain secondaire, donc ils doivent avoir certaines caractéristiques mécaniques (Figure 2-13). Lors du design, il s'agit de déterminer la résistance mécanique critique que le remblai devra atteindre selon son utilisation comme support de terrain. En effet, lorsque le remblai en pâte est destiné à supporter le toit, la valeur limite de UCS devrait être de l'ordre de 5 MPa, tandis que dans le cas d'une face qui serait exposée, UCS devrait être de l'ordre de 1 MPa (Belem et al., 2003, 2007). Pour déterminer ces valeurs les équations développées par Mitchel et al (1982) peuvent être utilisées.

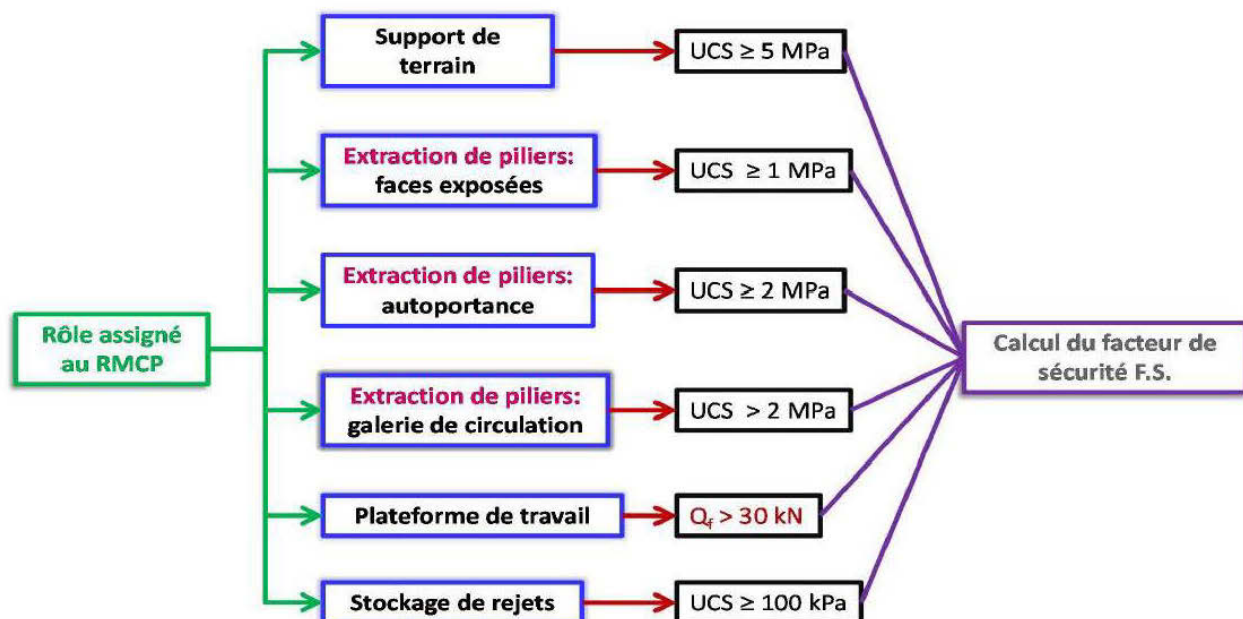


Figure 2-13 : Résistance mécanique requise pour chaque rôle assigné au RMPC (Belem, 2015)

2.3.2 Optimisation des recettes

Une fois le design fait, il faut trouver une formulation de remblai qui peut atteindre les résistances souhaitées. Au niveau de l'industrie minière, la nature des résidus et la composition de l'eau de mélange sont imposés, il s'agit donc plutôt de déterminer le type et la proportion de liant à utiliser (Benzaazoua & Belem, 2003, 2007; Peyronnard & Benzaazoua, 2012). De plus, l'achat des liants, à eux seuls, représente 80% des coûts de remblayage donc une optimisation s'avère indispensable. Parmi les méthodes d'optimisation, on peut citer entre autres la méthodologie des plans factoriels. Il s'agit d'une méthodologie expérimentale qui consiste à fixer le niveau de toutes les variables, sauf une, et à mesurer la réponse du système pour différentes valeurs de cette variable, ce qui implique la réalisation d'un nombre considérable d'essais (Benzaazoua & Belem, 2000). La méthode des plans d'expérience consiste à faire une série d'expérience à nombre réduit tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre les facteurs et les optimaux par rapport à une réponse (Peyronnard et al., 2012).

L'ajout de liant dans la formulation confère aux RMPC des résistances mécaniques pour leur rôle de support secondaire de terrain et permet de fixer les éléments nocifs (métaux lourds). En outre, les hydrates formés vont entraîner une cohésion entre les particules de résidus et jouer un rôle de barrière à l'oxygène prévenant ainsi le drainage minier acide (Benzaazoua et al. 2002). Le liant le plus couramment utilisé lors de la formulation des RMPC est le ciment Portland ordinaire type GU. Cependant, diverses recherches ont montré l'utilisation possible des matériaux pouzzolaniques (par exemple des cendres volantes (classe C ou F) et le laitier de haut fourneau), qui peuvent influencer de manière significative les performances mécaniques et rhéologiques des RMPC.

En résumé, les liants sont des matériaux ayant la particularité de s'hydrater par réactions en phase aqueuse (réactions d'hydratation). Deux types de liants sont généralement distingués :

- Les liants hydrauliques (ciment Portland) qui prennent en masse du seul fait de leurs réactions en phase aqueuse (l'ensemble de ces réactions constitue ce que l'on appelle l'hydratation des liants)
- Les liants pouzzolaniques n'ont, quant à eux, pas ou très peu de propriété hydraulique propre mais prennent en masse par réactions, en phase aqueuse, avec un activant (chaux par exemple). Les Pouzzolanes représentent des matières siliceuses ou de aluminosiliceux

de nature amorphe plutôt que cristalline et possèdent une finesse suffisante (Taylor, 1990).

Lorsque les liants sont rajoutés dans la formulation des RMPC, au contact de l'eau se produit la dissolution des phases anhydres avec une augmentation de la valeur du pH (Figure 2-14). Cette dissolution entraîne la précipitation de la portlandite et des gels de C-S-H. Si des matériaux pouzzolaniques sont rajoutés dans les formulations, ils vont être activés par la portlandite et former à leur tour des C-S-H (Peyronnard et al., 2011, 2012). Selon la teneur en sulfate soluble (qui peut être néfaste ou bénéfique dans l'acquisition de la résistance mécanique), les hydrates secondaires tels que l'étringite, le gypse, etc. peuvent se former (Benzaazoua et al., 2004a; Fried, 2006).

Pour des raisons d'amélioration de la performance des RMPC ou pour réduire les coûts liés à l'achat du liant, le ciment Portland peut faire l'objet d'une substitution par d'autres sous-produits. En effet, Benzaazoua et al. (2002) ont montré que le type de liant : 20% ciment Portland et 80% de laitier donnait de meilleure résistance pour les RMPC formulés avec des résidus miniers à teneur en soufre moyenne. Cependant, le prix du laitier ne cesse d'évoluer (Figure 2-15), il est même plus chère que le ciment Portland de nos jours. Dans cette perspective, des sous-produits sans valeur économique tels que les déchets de verres micronisés, les cendres de combustion de bois, scories de cuivre, cendres volantes des boues de désencrage de papiers etc. ont été utilisés dans la formulation des RMPC. Ces sous-produits ont besoin d'un activant lors du processus d'hydratation que d'autres sous-produits tels que les poussières de ciments et l'anhydrite peuvent assurer (Peyronnard et al., 2011, 2012).

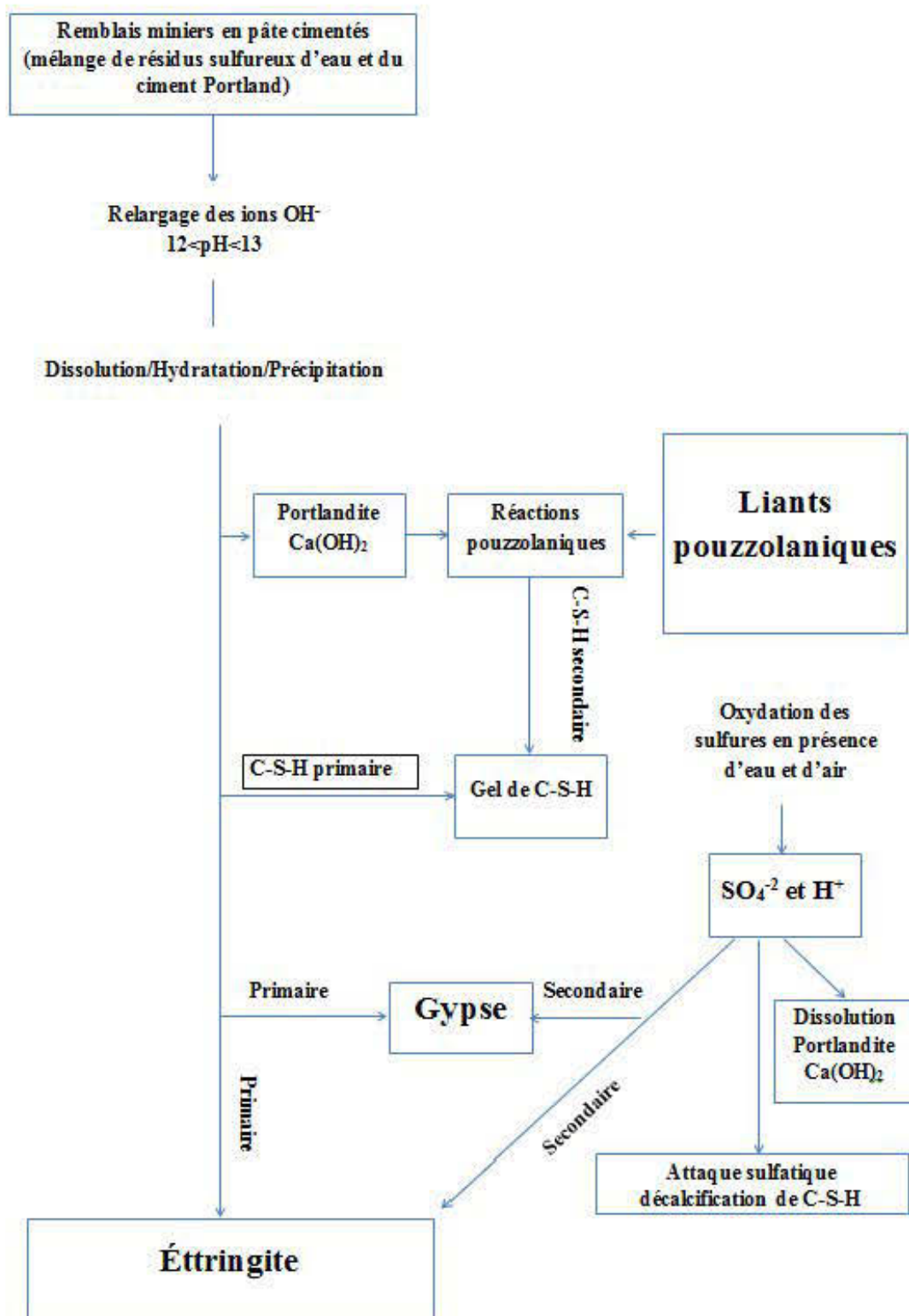


Figure 2-14 : Processus d'hydratation des liants dans les RMPC (adapté de Benzaazoua et al., 2004, Peyronnard et al., 2011, 2012)

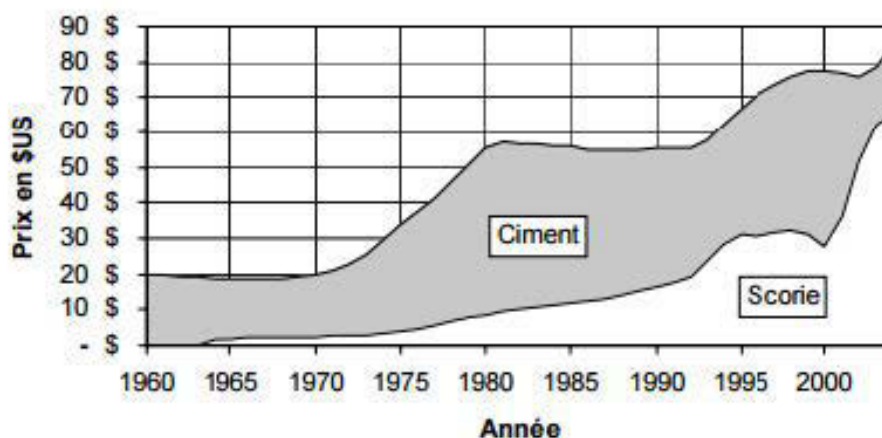


Figure 2-15 : Graphique illustrant l'évolution des coûts de liants (Gauthier, 2004)

2.3.3 Fabrication

Les composantes principales des RMPC sont, (Figure 2-16) : les résidus miniers issus des concentrateurs de l'usine de traitement chimique, du liant (composé ou non) et de l'eau (Benzaazoua et al., 2002)

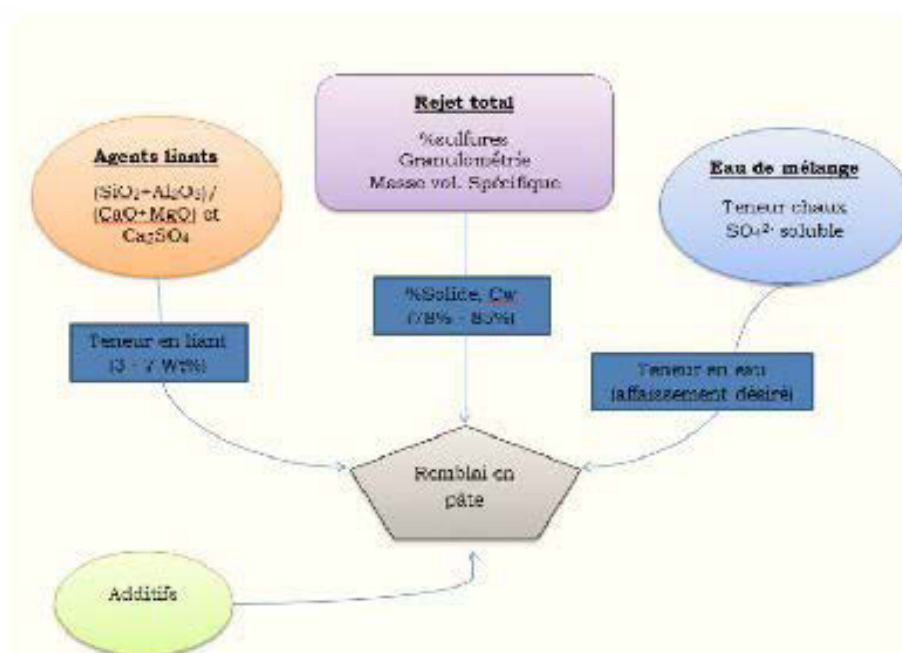


Figure 2-16 : Constituants des remblais miniers en pâte cimentés (Benzaazoua et al., 2002)

Dans l'industrie minière la fabrication des RMPC se procède ainsi : à la sortie de l'usine de traitement (pourcentage solide environ 33%), les résidus sont épaissis (pourcentage solide à 55%)

à l'aide d'un flocculant pour aider la sédimentation des particules. Stockés dans un réservoir, les résidus épaissis sont pompés vers les filtres à disques (pourcentage solide de 80%) puis au niveau du malaxeur sont ajoutées les quantités adéquates de liants et d'eau. Le mélange est ensuite acheminé sous terre à l'aide d'une pompe à déplacement positif (Belem et al., 2003, 2008).

Cyanide Destruction & Paste Backfill

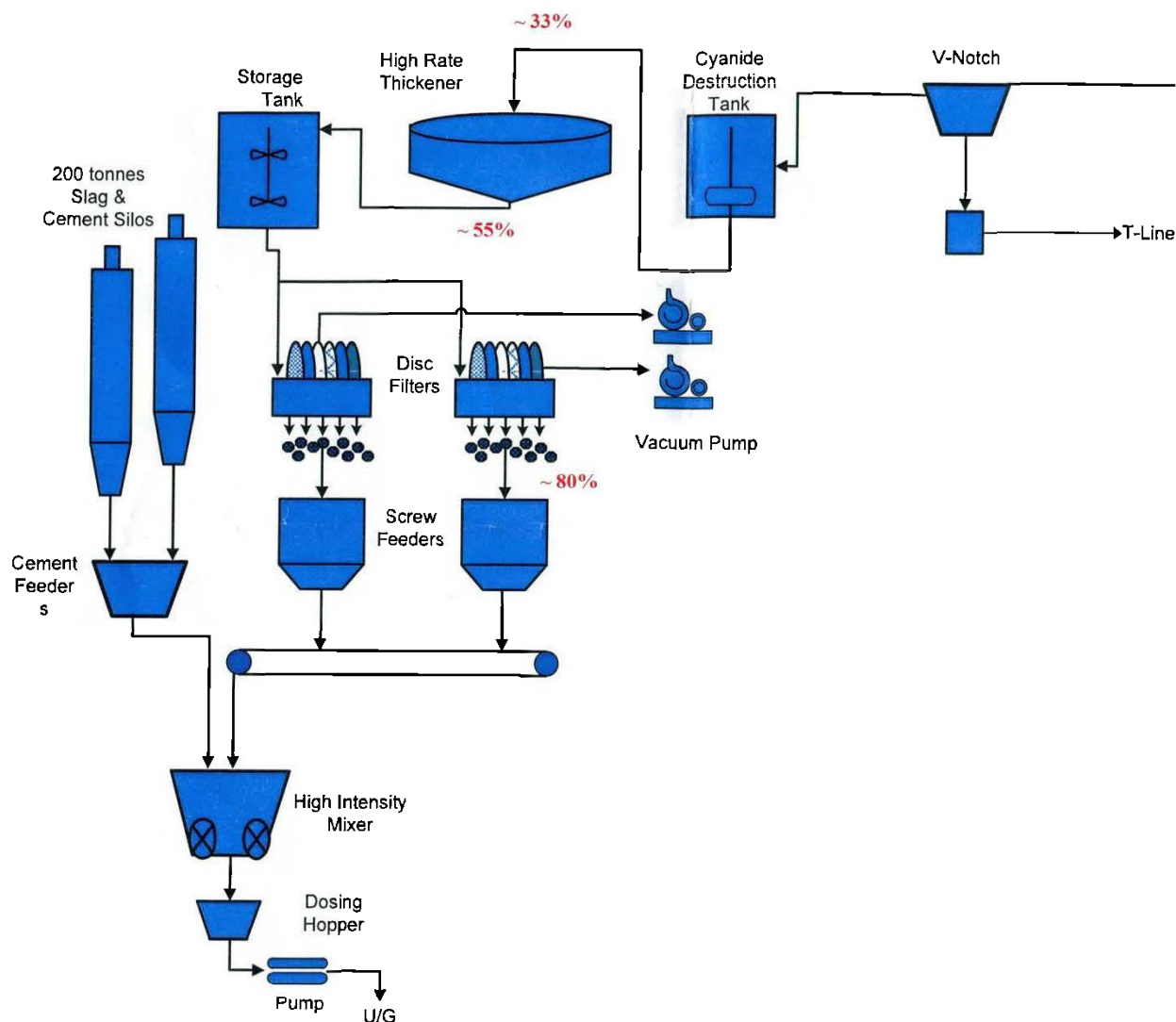


Figure 2-17 : Schéma de l'usine de remblai de la mine LaRonde

2.4 Transport et mise en place

Une fois le remblai fabriqué, il est acheminé sous terre via la tuyauterie soit par un système (i) gravité, (ii) gravité/pompage ou (iii) pompage/gravité (Figure 2-18). Une connaissance préalable

des pertes de charge au niveau des pipelines est indispensable pour le bon fonctionnement du transport. Après le respect des paramètres d'écoulement, le remblai est coulé dans les cavités pour assurer leur intégrité et jouer le rôle de support secondaire (Figure 2-19) (Benzaazoua et al., 2003). Cependant, certaines défaillances sont enregistrées au niveau du système de transport. La majorité de ces défaillances sont due aux blocages des pipelines (De Souza et al., 2003). Le blocage de pipeline est souvent causé par un mauvais suivi de l'affaissement de la pâte de remblai ou à une perte de fluidité dans la tuyauterie. Une fois sous terre, les phénomènes de drainage, de consolidation, de précipitation de minéraux secondaires et d'hydratation des liants modifiant la microstructure des RMPC vont avoir lieu (Belem et al., 2016; Benzaazoua et al., 2004a; Fried, 2006). Il faut noter cependant que le phénomène de consolidation, bien que bénéfique pour le gain en résistance mécanique, oblige un retour sur les chantiers déjà remblayés pour remplir à nouveau le vide créé par la baisse de la hauteur du RMPC.

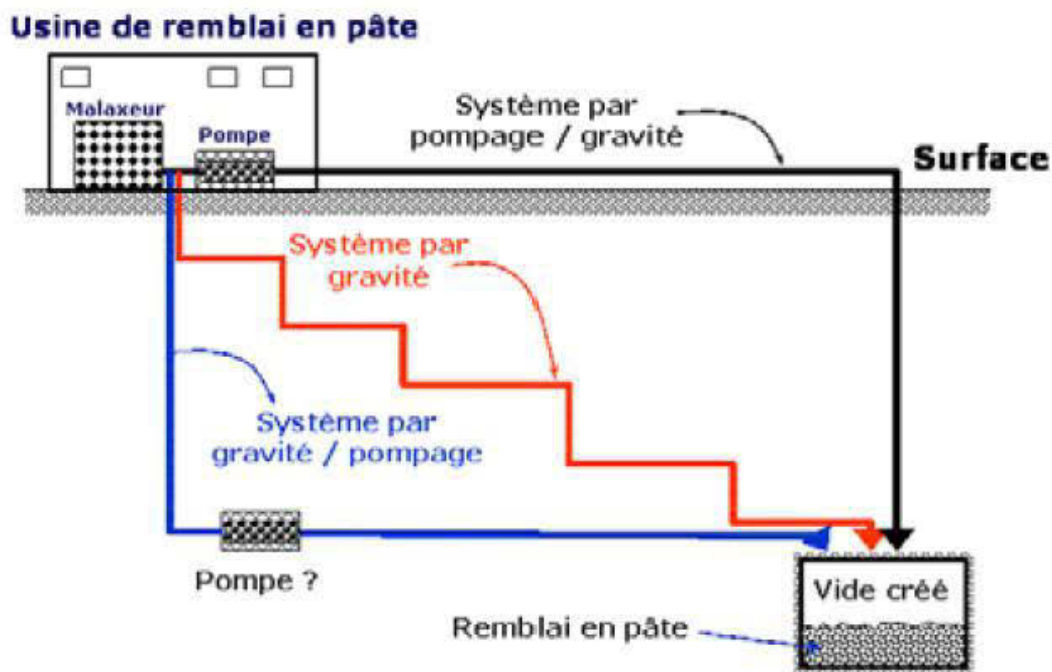


Figure 2-18 : Les configurations possibles du transport du remblai (Belem et al., 2003)

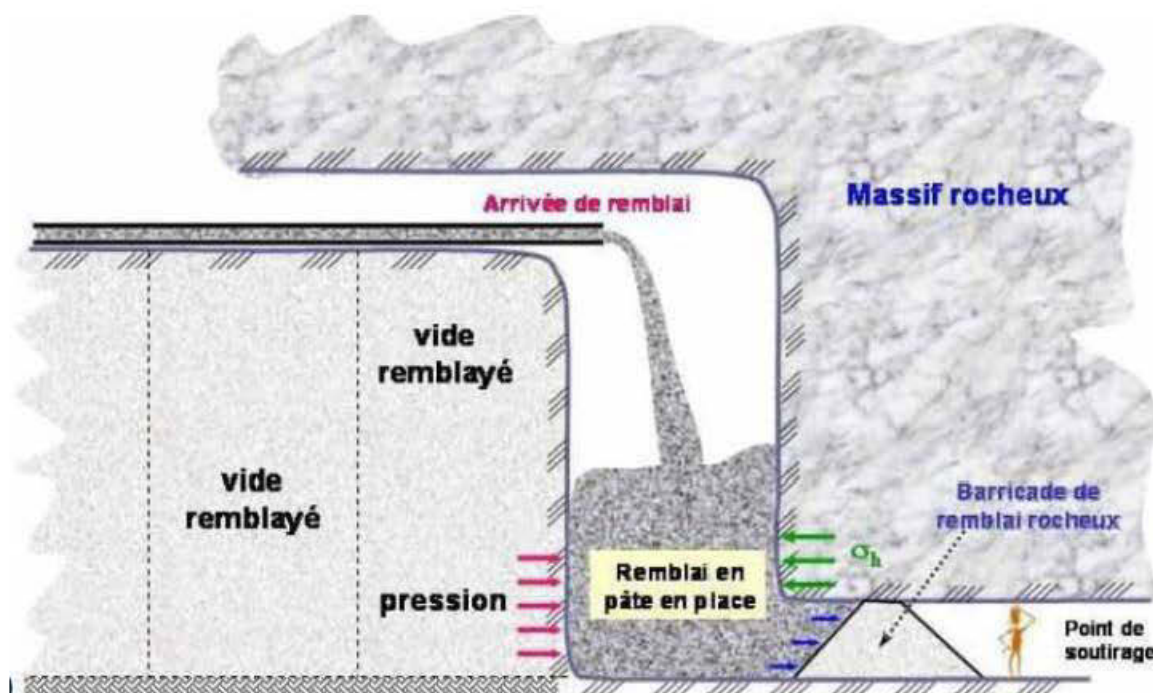


Figure 2-19 : Mise en place du remblai (Belem et al., 2003)

2.5 Généralités sur les adjuvants utilisés dans les bétons

Pour les besoins de l'industrie minière, des adjuvants peuvent être utilisés lors de la fabrication des remblais. Cependant, la plupart de ces adjuvants sont largement utilisés dans le domaine du béton donc leurs effets et mode d'action sont très bien compris. Dans cette perspective, cette partie présente les divers adjuvants ainsi que leurs effets sur les performances des bétons.

2.5.1 Introduction

Le béton est un mélange de deux constituants : la pâte de ciment (eau et ciment) et le granulat (graviers fins ou grossiers) (Kosmatka et al., 1991; Ramachandran, 1996). Le dosage de ce mélange est calculé selon l'utilisation de ces derniers. Le Tableau 2.1 donne le rapport eau/ciment selon la résistance mécanique désirée et le Tableau 2.2 donne la quantité d'eau selon l'affaissement cible. Par conséquent, selon la résistance mécanique et l'affaissement cible la teneur en ciment varie entre 300 et 500 kg/m³ de béton.

Tableau 2.1 : Relation entre le rapport eau/ciment et la résistance en compression du béton
(Kosmatka et al., 1991)

Résistance en compression à 28 jours (MPa)	Rapport eau/ciment
45	0,38
40	0,42
35	0,47
30	0,54
25	0,61
20	0,69
15	0,79

Tableau 2.2 : Quantité d'eau de gâchage pour différents affaissements et grosseurs nominales maximales de granulats (Kosmatka et al. 1991)

Affaissement (mm)	Quantité d'eau en kg/m ³ de béton pour les grosseurs nominales de granulats indiquées							
	10 mm	14 mm	20 mm	28 mm	40 mm	56 mm	80 mm	150 mm
25 à 50	207	199	190	179	166	154	130	113
75 à 100	228	216	205	193	181	169	145	124
150 à 175	243	228	216	202	190	178	160	-----

Cependant, afin d'améliorer les performances de ces derniers, un adjuvant, additif autre que du ciment ou de l'eau, est ajouté en faible quantité pendant ou après la formulation du béton (Ramachandran, 1996; Ramachandran et al., 2002b). Ici, l'impact de quelques types d'adjuvant sera abordé, sur les propriétés rhéologiques (demande en eau, slump, etc.) et les propriétés mécaniques (résistance mécanique) des bétons.

2.5.2 Accélérateur de prise

Un accélérateur de prise est un adjuvant qui permet de réduire le temps de prise des ciments, par conséquent il permettra d'améliorer le développement, à court terme, de la résistance mécanique (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002b). Parmi ces adjuvants, les plus communs sont : (i) le chlorure de calcium (sous-produit de la fabrication du carbonate de sodium dans le procédé de Solvay) (ii) le formiate de calcium (sous-produit de la fabrication de l'alcool polyhydrique) et (iii) le triéthanolamine, (produit par la réaction entre l'ammoniac et l'oxyde d'éthylène) (Mailvaganam & Rixom, 2002). Le chlorure de calcium a été l'adjuvant le plus employé mais son utilisation est interdite dans certains pays comme le Canada et les États-Unis d'Amérique du fait de son caractère corrosif (Mailvaganam et al., 2002). Ces types d'adjuvants n'ont pas une influence significative sur la demande en eau et les propriétés rhéologiques des bétons. Cependant, comme il accélère la prise du ciment, on observe une augmentation de la viscosité à court terme (Mailvaganam et al., 2002). Les bétons contenant du chlorure de calcium développent une meilleure résistance à court terme et cet effet est beaucoup plus accentué à de basses températures (Figure 2-20) (Ramachandran et al., 2002).

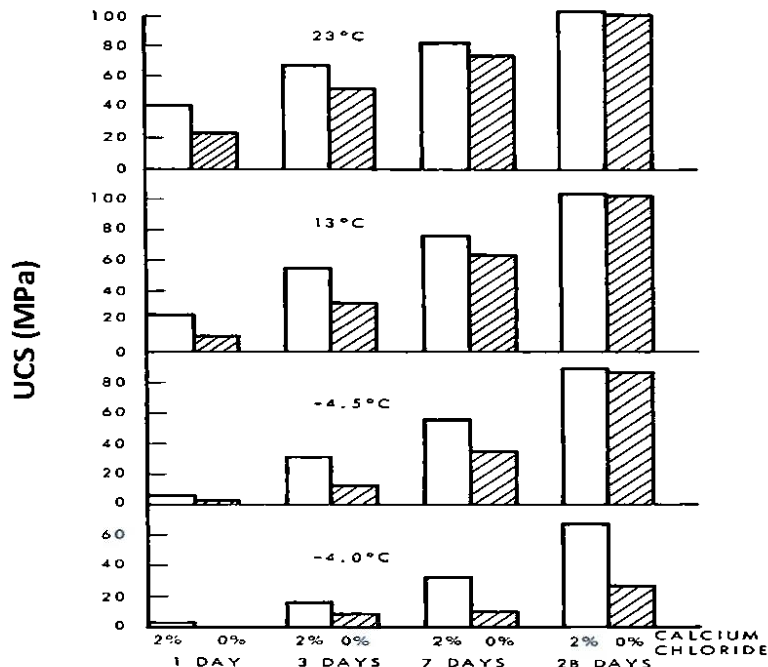


Figure 2-20 : Effet d'ajout du chlorure de calcium sur le développement de résistance à différentes température (Ramachandran et al 2002)

2.5.3 Retardateur de prise

Ce type d'adjuvant est utilisé pour prolonger le temps de prise des bétons. Ils sont souvent composés d'acides lignosulfoniques et de ses dérivés, des acides hydroxycarboxyliques (Ramachandran et al., 2002). Il faut noter que ces adjuvants peuvent aussi être des réducteurs d'eau. Comme pour les accélérateurs de prise, les retardateurs de prise ont une influence significative sur le développement de la résistance mécanique. En effet, l'ajout de ce type d'adjuvant donne des résistances mécaniques inférieures à celles des bétons ne contenant pas de retardateur de prise à 3, 7 et 28 jours (Ramachandran et al., 2002).

2.5.4 Agents entraîneurs d'air

L'entraînement d'air est l'incorporation de bulles d'air dans les bétons par adsorption des agents entraîneurs d'air sur les particules de ciment les rendant ainsi hydrophobes; par conséquent des bulles d'air vont adhérer aux particules hydrophobes. Cette incorporation d'air permet d'améliorer la durabilité des mortiers et des bétons (Ramachandran et al., 2002). Les agents entraîneurs d'air qui assurent cette fonction sont entre autres les sels de résines de bois, les détergents synthétiques, les sels de lignine sulfonée, les sels d'acides de pétrole, les sels de matières protéiniques, acides gras et résineux et leurs sels, et des sels organiques d'hydrocarbures sulfonés. Contrairement aux adjuvants cités ci-dessus les agents entraîneurs d'air ont une influence sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons et mortiers. En effet, l'ajout d'agent entraîneur d'air entraîne une augmentation de la viscosité et influence négativement le développement de la résistance mécanique (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002).

2.5.5 Superplastifiants

Définition

Les superplastifiants sont définis comme étant, des polymères, molécules organiques ayant la faculté de s'adsorber sur les particules de ciment et ainsi entraîner leur dispersion (effets électrostatiques et/ou stériques). Ils n'ont pas pour but d'avoir une action chimique sur les hydrates formés lors de l'hydratation du ciment mais agissent plutôt sur la microstructure de ce dernier en réduisant considérablement la porosité et la perméabilité (Papayianni et al., 2005).

Ajoutés à un dosage inférieur ou égal à 5% par rapport à la masse du ciment, ils permettent de réduire la demande en eau aux alentours de 30% tout en augmentant l'ouvrabilité, les performances mécaniques et rhéologiques ainsi que la durabilité. Ils sont classés en quatre familles : lignosulfonates, sulfonates mélamines formaldéhydes, sulfonates naphthalène formaldéhydes et les polycarboxylates (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002), celle-ci étant la plus performante (Papayianni et al., 2005).

Lignosulfonates

Les lignosulfonates sont fabriqués à partir des sous-produits du bois et sont les premiers à être utilisés comme réducteur d'eau. Ce sont des macromolécules formées d'unités de phenylpropane et reliées entre elles par des liaisons éther ou carbone (Figure 2-21). En plus d'augmenter l'ouvrabilité et les performances du béton, les lignosulfonates ont des effets de retardateur de prise. Leur faible performance peut être reliée à la variation de leur composition due à leur origine naturelle (Ramachandran et al., 2002)

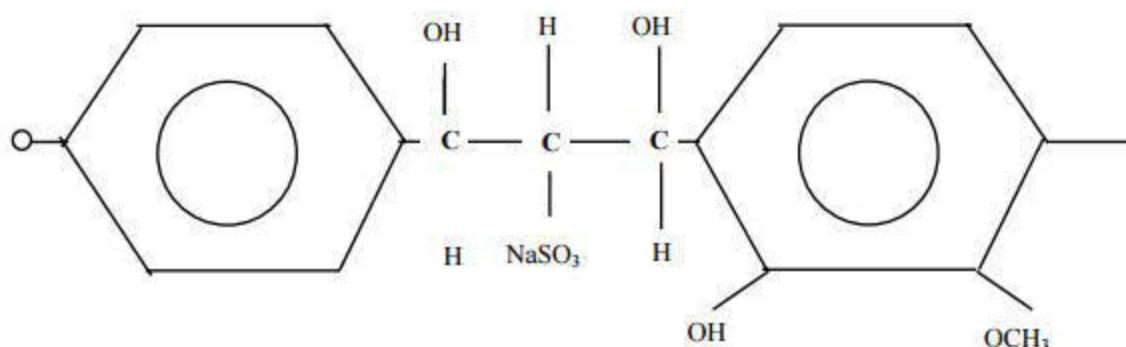


Figure 2-21 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des lignosulfonates
(Ramachandran et al., 2002)

Les sulfonates naphthalène

Les polynaphthalènes sulfonates (PNS), ou polycondensats de formaldéhyde et de naphthalène sulfoné, ont été introduits sur le marché dans les années 60 et sont largement utilisés de nos jours. Ils sont plus efficaces que les lignosulfonates et permettent ainsi une réduction d'eau plus importante. Les PNS sont des polymères linéaires constitués de la répétition d'un même

monomère composé d'un groupement naphthalène sur lequel est greffée une fonction sulfonate (Figure 2-22).

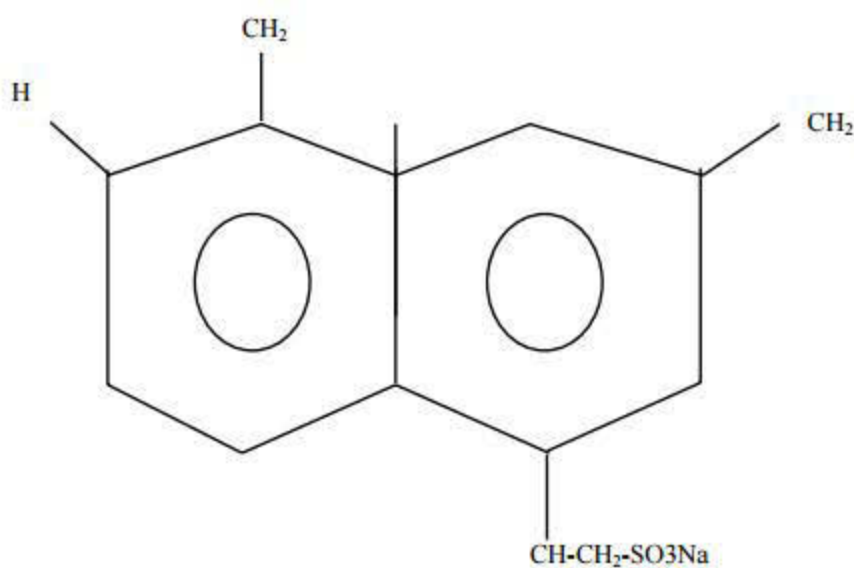


Figure 2-22 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des polynaphtalènes sulfonates (Ramachandran et al., 2002)

Les sulfonates mélamines

Les polymélamines sulfonates (PMS), ou polycondensats de formaldéhyde et de mélamine sulfonée, sont apparus au milieu des années 70. Ces polymères sont également constitués de la répétition d'un même monomère composé d'une molécule de mélamine sulfonée (Figure 2-23). Leur efficacité, en tant que réducteur d'eau, est comparable à celle des PNS. Le maintien de la consistance dans le temps est cependant légèrement meilleur avec les PNS. Par ailleurs, ils sont préférés aux PNS pour des résistances aux jeunes âges car ils retardent très peu la prise du ciment (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002).

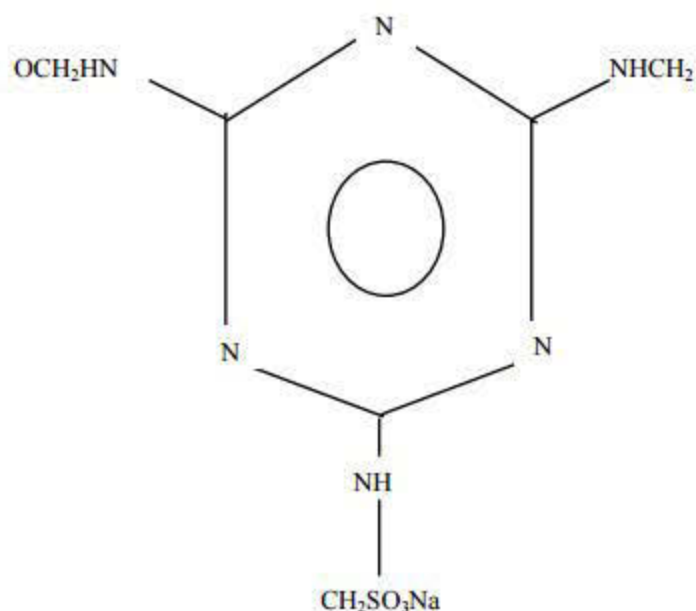


Figure 2-23 : Représentation chimique d'une molécule de la famille des polyméamines sulfonates (Ramachandran et al., 2002)

Les polycarboxylates (PC)

Ce sont des copolymères peignes appelés de cette façon du fait de leur forme (le préfixe « co » indique que les monomères de la chaîne principale et de la chaîne latérale sont différents). Ils possèdent ainsi une chaîne principale anionique formée de groupes carboxyle sur laquelle sont greffées des chaînes latérales d'oxyde de polyéthylène (PEO) ou de glycol de polyéthylène (PEG) (Figure 2-21). Les principaux monomères composant la chaîne principale sont des acides acryliques, maléique ou méthacrylique. Les chaînes latérales sont, quant à elles, connectées à la chaîne principale par l'intermédiaire d'une liaison ester (-COO-), amide (-CO-NH-) ou éther (-C-O-C-). Les groupes carboxyle gouvernent l'adsorption du polymère sur les particules de ciment tandis que les chaînes latérales non ioniques ne s'adsorbent pas sur les particules et restent en mouvement dans le fluide interstitiel. Contrairement aux LS, PNS et PMS, la charge négative apportée par les PC sur les particules de ciment est beaucoup plus faible et dépend du nombre de groupes carboxyle présents dans la chaîne principale. L'effet dispersant des PC est alors clairement dominé par la répulsion stérique causée par le mouvement des chaînes latérales dans le fluide interstitiel. Bien que ce type de polymère soit composé de motifs basiques, il est

possible, grâce à de petites variations dans sa structure, de développer des PC pour des applications spéciales et répondre ainsi au besoin de l'industrie. Ils sont très intéressants pour leur capacité à réduire la teneur en eau et rallonger le temps durant lequel le système reste maniable. Ils ont notamment permis le développement des bétons à hautes performances (BHP), des bétons à ultra hautes performances (BUHP), des bétons fibrés à ultra hautes performances (BFUHP) et des bétons autoplaçants (BAP) (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002).

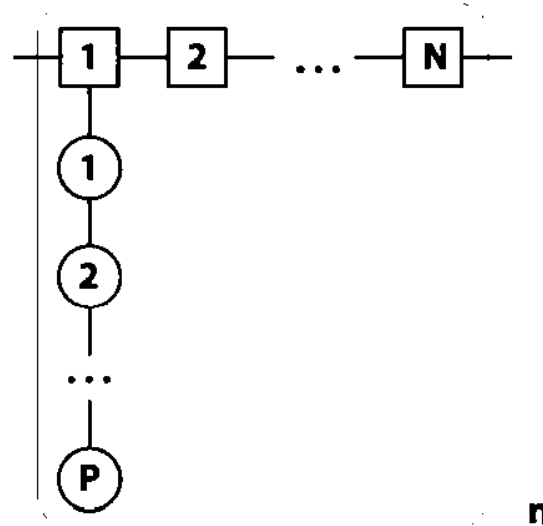


Figure 2-24 : Représentation schématique des polymères peignes (P: nombre de monomères dans chaque chaîne latérale, n : nombre de chaînes latérales, N: nombre de monomères dans une unité de répétition de la chaîne principale)

Mécanismes d'action

- **Potentiel Zeta**

Dans une suspension, les particules de ciments sont chargées positivement. Les ions de charges opposées seront donc attirés au voisinage des particules. En s'éloignant de ces particules, cette concentration d'ions de signes contraires diminue et forme ainsi une couche plus diffuse. Au-delà de la couche diffuse, la distribution des ions se fait au hasard dans la solution. Le potentiel existant entre la couche diffuse et la solution est appelé le potentiel Zeta. Plus ce potentiel est élevé, plus la dispersion des particules dans la solution sera efficace. Pour jouer leur rôle de dispersant, les superplastifiants vont s'adsorber sur les particules cimentaires modifiant ainsi leur potentiel Zeta (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002).

- **Adsorption**

Lorsqu'un superplastifiant est ajouté en solution, il va s'adsorber sur les particules du ciment. Le degré d'adsorption dépend du type de polymère superplastifiant, du type de ciment et de sa finesse. En effet, parmi les familles de superplastifiants ce sont les lignosulfonates qui ont une forte adsorption d'où leur effet retardateur, suivi des polynaphtalènes, des polymélamines et des polycarboxylates. En outre, l'adsorption est meilleure avec le ciment type III suivi du type I et enfin le type II (Mailvaganam et al., 2002).

- **Interactions colloïdales**

Mises en solutions, les particules mettent en jeu plusieurs interactions, il s'agit des interactions colloïdales qui peuvent être attractives ou répulsives. À faibles distances, ce sont les forces de Van Der Waals qui sont mises en jeu et sont attractives. Lorsque des ions s'adsorbent à la surface des particules, les forces de Van Der Waals sont supérieures aux forces électrostatiques. L'adsorption des polymères superplastifiants, en plus d'amplifier les forces électrostatiques, peuvent mettre en jeu des forces stériques qui sont elles aussi répulsives et empêche ainsi la floculation des particules (Mailvaganam et al., 2002).

- **Les forces électrostatiques**

En raison de la concentration importante d'ions calcium dans la solution interstitielle du ciment, et de l'adsorption de ces ions sur les C-S-H, les grains de ciment sont chargés positivement. Les adjuvants de type superplastifiants présents dans la plupart des matériaux cimentaires modernes sont, quant à eux, des polymères anioniques chargés négativement. Ainsi, par simple attraction électrostatique, les polymères peuvent s'adsorber sur les grains de ciment. Ils modifient alors les propriétés de surface des grains ainsi que leur potentiel de surface, et peuvent entraîner une répulsion électrostatique plus forte entre les grains de ciment (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002b).

- **Forces stériques**

Avant la mise au point des polycarboxylates, la défloculation des particules était seulement attribuée aux forces électrostatiques. Les forces de répulsion stérique apparaissent lorsque des polymères de type polycarboxylate sont utilisés. Les polymères adsorbés forment une couche à la surface des grains de ciment dont la conformation évolue sans cesse sous l'effet de l'agitation

thermique. Lorsque ces couches rentrent en contact, la mobilité des chaînes des polymères se trouve alors limitée. Celles-ci interagissent et contrôlent la distance d'approche des grains, évitant ainsi les séparations faibles pour lesquelles les interactions attractives de Van der Waals dominent. Des forces de répulsion stérique sont alors créées entraînant ainsi la défloculation des grains, et donc une stabilisation de la suspension. Par ailleurs, l'adsorption des polymères sur les grains de ciment étant contrôlée par la densité de charge de la chaîne principale, la répulsion stérique est alors renforcée par le greffage sur la chaîne principale de chaînes latérales se prolongeant dans le fluide interstitiel (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002).

Conclusion

En définitive les superplastifiants agissent sur le potentiel Zeta des particules en s'adsorbant sur ces derniers et en mettant en jeu des forces électrostatiques et/ou des forces stériques. Cela est fonction du type de polymère et de sa conformation par conséquent ses polymères jouent uniquement sur la microstructure de la pâte pour augmenter les performances de la pâte fraîche et durcie. En effet, les lignosulfonates donnent une meilleure adsorption d'où leur effet retardateur, les polynaphtalènes et les polymélamines ont une meilleure répulsion par les forces électrostatiques mais à de faibles distances les forces attractives de Van der Waals prennent le dessus. En outre, les polycarboxylates en plus de mettre en jeu des forces de répulsions électrostatiques, entraînent des forces de répulsions stériques à travers les chaînes latérales et qui donnent une meilleure défloculation des particules. Ceci expliquerait les meilleures performances des polymères de type polycarboxylate.

Effets sur les performances des bétons

L'ajout de superplastifiant a une influence positive sur la demande en eau et les propriétés mécanique et rhéologique des bétons. En effet, l'ajout de superplastifiant réduit la viscosité (Figure 2-25) et la demande en eau de la pâte de ciment (Figure 2-26). Ce qui entraîne une amélioration de l'ouvrabilité et un meilleur développement de résistance mécanique (Figure 2-27) (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran, 1996; Ramachandran et al., 2002).

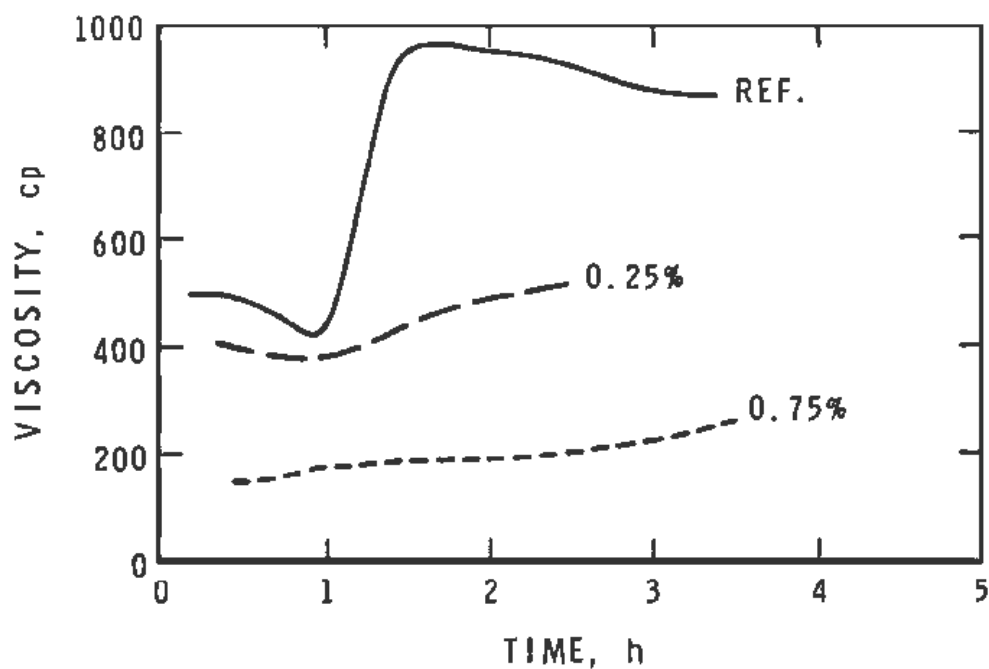


Figure 2-25 : Effet d'ajout de sulfonate mélamine formaldéhydes sur la viscosité de la pâte de ciment (Ramachandran et al., 2002)

Dosage	w/c Ratio	Water Reduction	Slump
Reference	0.60	0	100
Normal	0.57	5	100
Double	0.52	15	100
Triple	0.48	20	100
Reference	0.55	0	50
Normal	0.48	13	55
Double	0.44	20	50
Triple	0.39	28	45

Figure 2-26 : Réduction de la demande en eau avec le sulfonate naphthalène formaldéhyde (Ramachandran et al., 2002)

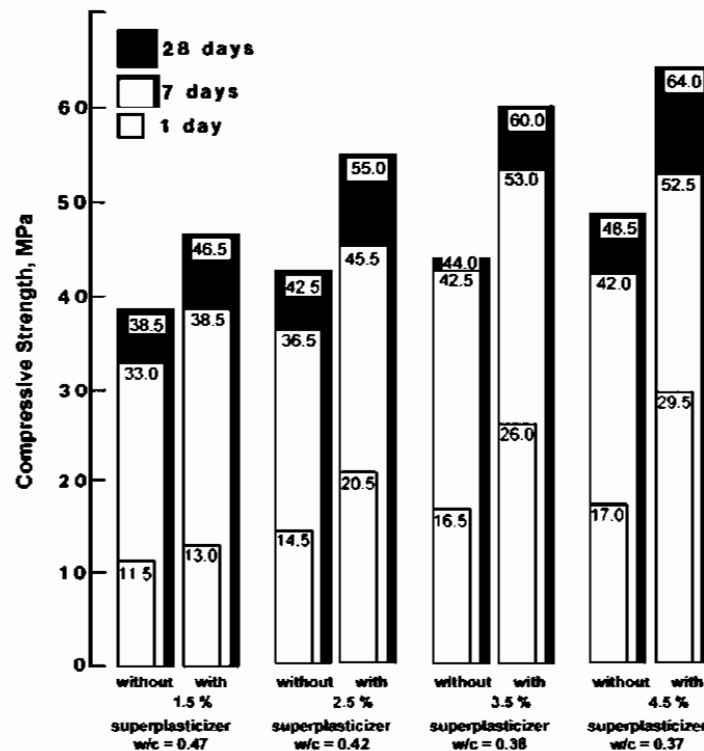


Figure 2-27 : Effet d'ajout de sulfonate mélamine formaldéhydes sur la résistance mécanique (Ramachandran et al., 2002)

2.5.6 Les floculants

Les floculants, polymères organiques solubles dans l'eau augmentant la viscosité des pâtes de ciment et sont utilisés pour améliorer la stabilité et la cohésion de ces dernières (Khayat, 1998). Il existe 5 classes selon leur mode d'action (Mailvaganam et al., 2002) :

- Classe A : polymères organiques synthétiques et naturels solubles dans l'eau
- Classe B : floculants organiques solubles dans l'eau (même type de floculant utilisé dans le circuit d'épaississage)
- Classe C : émulsions acryliques et des dispersions aqueuses d'argile
- Classe D : Matériaux inorganiques gonflables
- Classe E : Matériaux inorganiques

Lorsqu'ils sont ajoutés dans la formulation du béton, les floculants peuvent mettre en jeu trois types d'interactions à savoir : interactions polymère-eau de solution, polymère-polymère et

polymère-particules (Khayat et al., 2012) (Figure 2-28). Pour ce qui est de l'interaction polymère-particule, le polymère peut, soit mettre en jeu une force électrostatique pour s'adsorber sur les particules de ciment puis neutraliser leurs charges, favoriser leur rapprochement et entraîner ainsi la floculation. Soit par liaison 'pont polymère'; les longues chaînes de polymère vont s'adsorber sur plusieurs particules par des liaisons hydrogène (sans neutraliser leurs charges), ces longues chaînes vont ainsi s'entrelacer et entraîner la floculation. Dans les bétons, floculant et superplastifiant sont ajoutés en même temps, du fait de leurs fonctions antagonistes, il y a une compétition entre les adjuvants sur les sites d'adsorption des particules cimentaires. La compétition est fonction du poids moléculaire, le degré de charge des adjuvants et le dosage de chaque adjuvant. La Figure 2-29 montre que plus on augmente le dosage du floculant, plus la quantité de superplastifiant adsorbée diminue. Afin d'éviter la compétition des adjuvants sur les sites d'adsorption des particules, les polymères de floculant non-absorptif sont suggérés dans les formulations de béton et mortier (Yammamuro, 1997).

En définitive, l'ajout simultané de floculant et superplastifiant entraîne une augmentation de la demande en superplastifiant mais une forte dose de superplastifiant peut entraîner un retard de prise du ciment. L'ajout de floculant dans la pâte de ciment entraîne une augmentation de la viscosité et de son seuil de cisaillement. Il agit aussi sur le slump; en effet l'ajout de floculant entraîne une diminution du slump entre 25% et 50% (Lasheras-Zubiate et al., 2012). L'ajout de floculant entraîne une chute de la résistance mécanique qui est beaucoup plus accentuée quand le ratio eau/ciment est petit (Khayat, 1998).

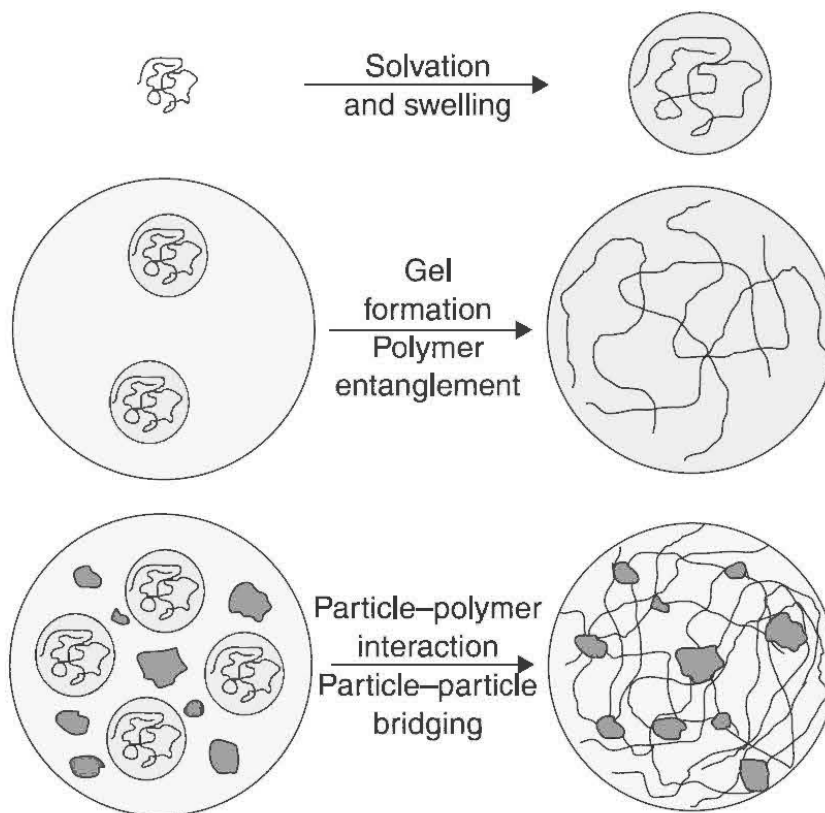


Figure 2-28 : Mode d'action des polymères de flocculation (Khayat, 2012)

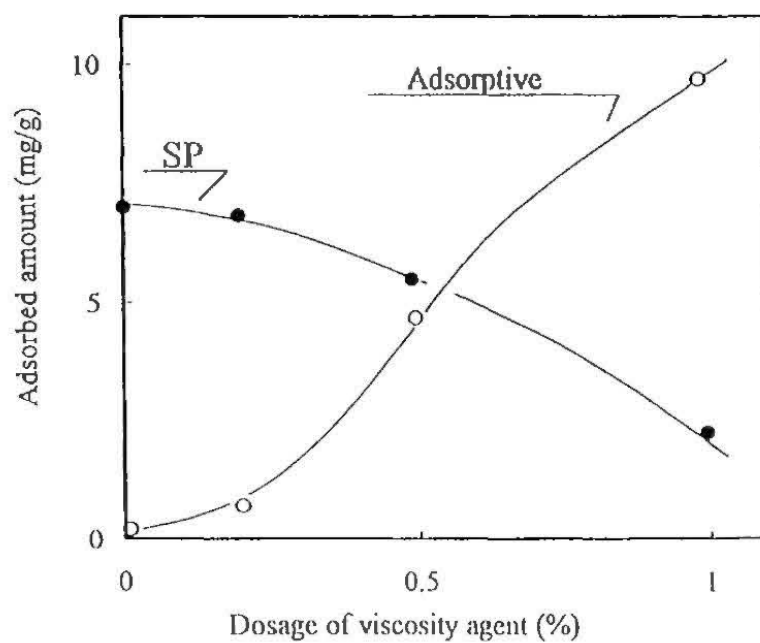


Figure 2-29 : Évolution de la quantité de superplastifiant adsorbée en fonction du dosage en flocculant (Yammamuro, 1997)

2.6 Effet d'ajout d'adjuvant sur les performances des RMPC

Cette partie présente les divers additifs utilisés lors du processus de fabrication du remblai et leurs effets sur les propriétés de ce dernier.

2.6.1 Les divers additifs utilisés lors de la préparation des RMPC

Le processus de fabrication des RMPC est décrit au paragraphe 2.3.3. À la sortie de l'usine de flottation, la pulpe a un pourcentage solide d'environ 30% ce qui n'est pas adéquat pour la fabrication du remblai. Cette pulpe est donc épaissie à l'aide d'un polymère de floculation qui est rajouté et permet ainsi une sédimentation rapide des particules solides. Pour améliorer l'efficacité des polymères de floculation, de la chaux est rajoutée à la pulpe en amont de l'étape d'épaississage. En effet, dans la plupart des suspensions minérales, les particules solides sont de charge négative or les flocculants utilisés dans l'industrie minière, les plus performants et plus économiques, sont anioniques donc l'ajout de chaux permettra de créer un pont entre flocculant et particules via les ions Ca^{2+} . Lors du mélange du résidu, de l'eau et du ciment pour former les RMPC, des adjuvants peuvent être utilisés pour améliorer leurs performances (pour le transport et pour le développement de la résistance mécanique). En effet, l'industrie minière recherche des solutions pour l'optimisation du transport du remblai en agissant sur les propriétés rhéologiques à savoir la viscosité, le seuil de cisaillement et le slump. En outre l'industrie minière cherche un développement de résistance rapide pour pouvoir ouvrir les chantiers dans un délai court. Dans cette perspective les adjuvants les plus utilisés dans les RMPC sont les accélérateurs, les réducteurs d'eau et les superplastifiants (Jung et al., 2002).

2.6.2 Effet d'ajout d'adjuvant sur la demande en eau

Comme dans les mortiers et bétons parmi les adjuvants utilisés seuls les superplastifiants ont un effet sur la demande en eau. En effet, l'ajout de superplastifiants permet d'atteindre le même slump mais à des teneurs en eau moindres (~6.6%) (Ercikdi et al., 2010).

2.6.3 Effet d'ajout d'adjuvant sur les propriétés rhéologiques

Ce sont les superplastifiants qui ont une influence significative sur les propriétés rhéologiques. L'ajout de superplastifiants donne une meilleure fluidité et ouvrabilité de la pâte de remblai et diminue aussi leur seuil de cisaillement ainsi que leur viscosité plastique (Ouattara et al., 2013). Par

exemple, l'ajout d'une quantité de 0.185% de superplastifiants type polycarboxylates par rapport à la masse sèche de remblais (Figure 2-30) entraîne une diminution du seuil de cisaillement de 1000 Pa à moins de 10 Pa (Dragana et al., 2011). Dans leurs travaux, Ouattara et al (2013), ont montré que l'incorporation de superplastifiants tels que les polycarboxylates améliore le slump (Figure 2-31a) des RMPC tout en les rendant plus fluides, diminue le seuil de cisaillement (Figure 2-31b) ainsi que la viscosité plastique (Figure 2-31c) aussi bien pour les RMPC formulés avec du ciment portland seul (GU) que pour ceux formulés avec le mélange ciment Portland et laitier de hauts fourneaux (GU-SG).

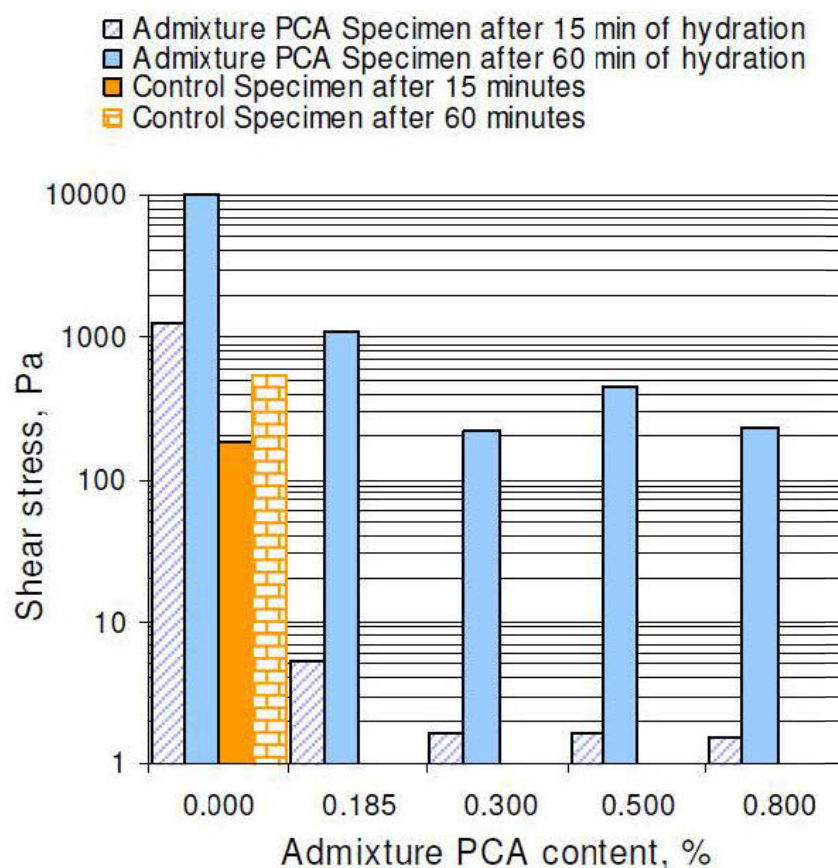


Figure 2-30 : Effet de superplastifiant type polycarboxylate sur le seuil de cisaillement (Simon et al., 2011)

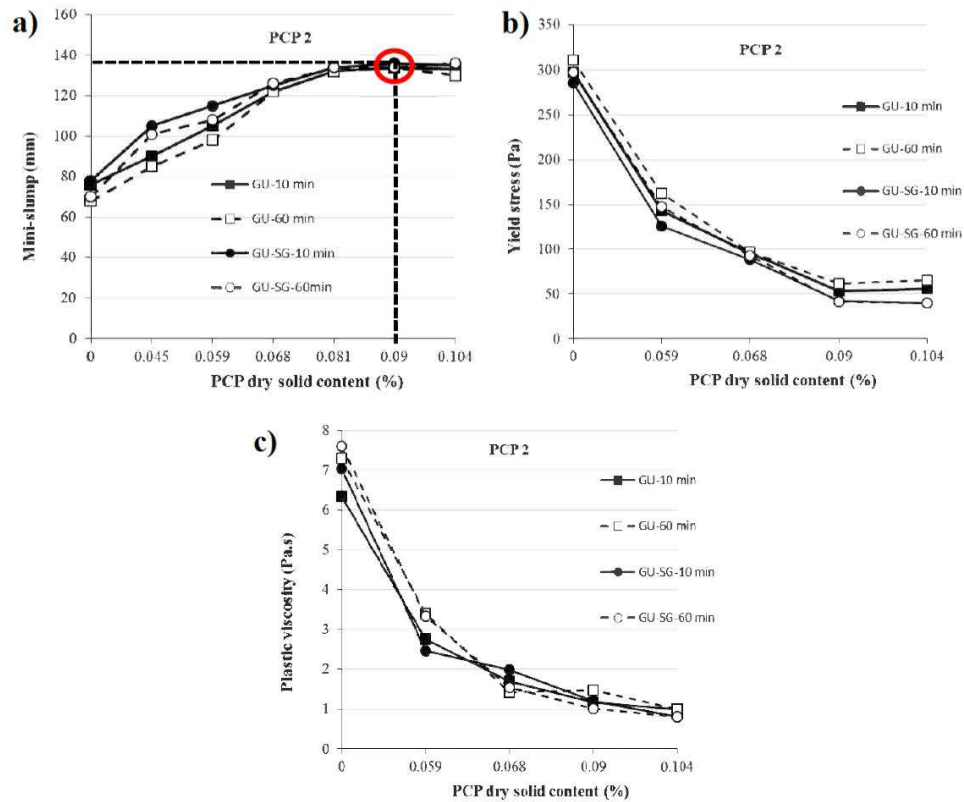


Figure 2-31 : Effet d'ajout de polycarboxylate sur a) le slump b) seuil de cisaillement c) viscosité plastique des RMPC (Ouattara et al., 2013)

2.6.4 Effet d'ajout d'adjuvant sur la résistance mécanique

L'ajout de retardateur et d'accélérateur modifie le temps de prise et l'ajout de superplastifiant entraîne une augmentation de la résistance mécanique (Figure 2-32).

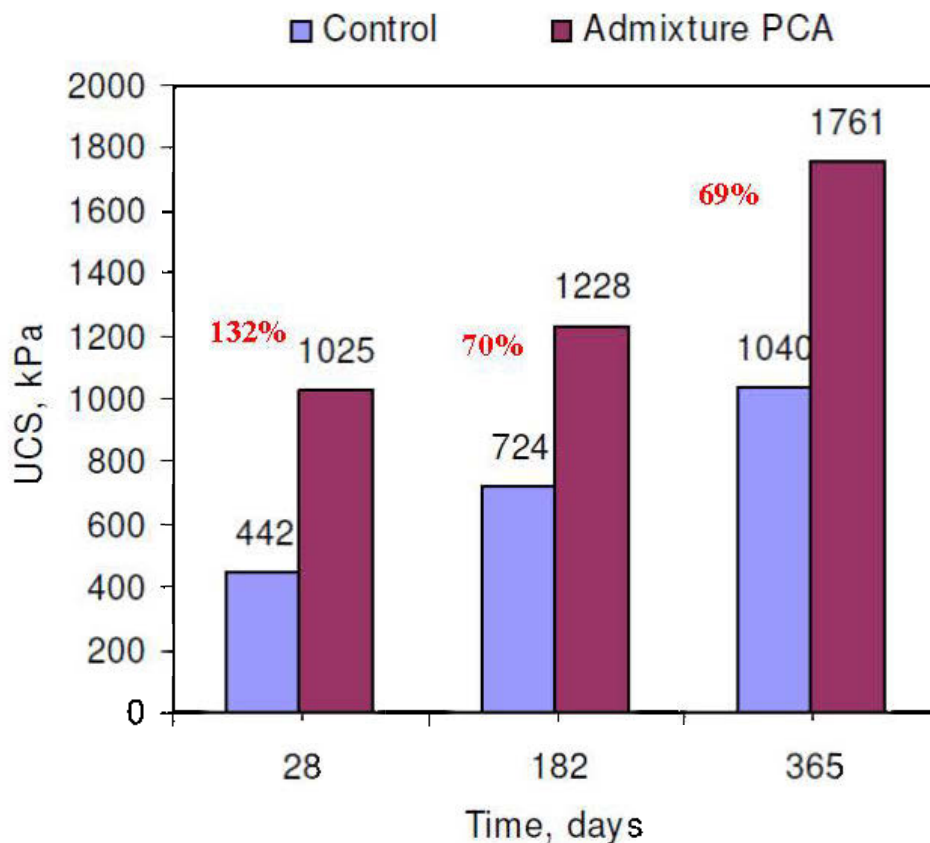


Figure 2-32 : Effet d'ajout de superplastifiant type polycarboxylate sur la résistance mécanique des RMPC (Simon et al., 2011)

2.7 Discussion

Les adjuvants ont une influence sur les performances des RMPC. Cependant, il convient de noter que les adjuvants, bien que bénéfiques pour le béton, ne sont pas un remède pour améliorer les qualités des recettes de remblai. En outre, si l'effet des adjuvants est extensivement étudié au niveau des bétons, tel n'est pas le cas dans les RMPC. En effet, il conviendrait, du fait de l'utilisation d'additif tels que les floculants lors de la préparation du remblai, de :

- Remonter en amont de la préparation du remblai pour comprendre l'effet des divers additifs sur les performances du remblai.
- Comprendre l'interaction entre les additifs utilisés dans la préparation du remblai (floculant) et d'autre part ceux utilisés pour améliorer leurs performances mécaniques et rhéologiques (superplastifiants).

Il faut noter ici une différence entre l'ajout de SP dans les RMPC et le béton : dans les RMPC, le ciment est rajouté avec le superplastifiant lors du malaxage. Le flocculant quant à lui est rajouté avec de la chaux pour ajuster le pH (alcalin) plus en amont avant l'étape de décantation et de filtration. On connaît mal les effets et la stabilité du flocculant après ces dernières. Le SP devrait, s'il était utilisé, « défaire » la floculation résiduelle des particules de résidus. Ainsi, l'efficacité du superplastifiant dépendra de son dosage, du type de liant (degré de compatibilité) et de la performance des forces de répulsions mises en jeu. Vu la faible quantité de ciment et la grande quantité d'eau généralement utilisées dans les RMPC, le degré d'influence des adjuvants dans les RMPC ne peut être comparable à celui dans les bétons où le ciment jouerait un rôle important dans l'adsorption des adjuvants. Or, dans les RMPC, il y a une faible quantité de ciment (8% de la masse de résidus au maximum) (Huynh et al., 2006). Il faut noter aussi que l'ajout d'additifs entraîne des coûts supplémentaires et ne conduit pas toujours aux résultats escomptés par le fait de la complexité des recettes de mélanges des RMPC (Farzam et al., 1998).

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Ce chapitre présente les différents matériaux utilisés, la méthodologie globale de l'étude ainsi que la démarche suivie et enfin la description des différentes méthodes de caractérisation des matériaux.

3.1 Matériaux

3.1.1 Résidus miniers

Pour les besoins du projet de recherche, quatre points d'échantillonnage ont été effectués au niveau de l'usine de remblayage de la mine LaRonde située dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue (Figure 3-1) :

- Résidu type 1 (R1) : prélèvement à la sortie du circuit de traitement de zinc (Zn) et avant cyanuration (pourcentage solide 30%);
- Résidu type 2 (R2) : prélèvement après la destruction des cyanures et avant épaisissement (pourcentage solide 30%);
- Résidu type 3 (R3) : prélèvement après l'épaissement (pourcentage solide 55%);
- Résidu type 4 (R4) : prélèvement après les disques de filtration (pourcentage solide 80%).

Arrivés au laboratoire, les résidus R1, R2 et R3 ont été filtrés avec la presse pour ramener leur pourcentage solide aux alentours de 80%, puis homogénéisés et mis dans des sceaux hermétiques.

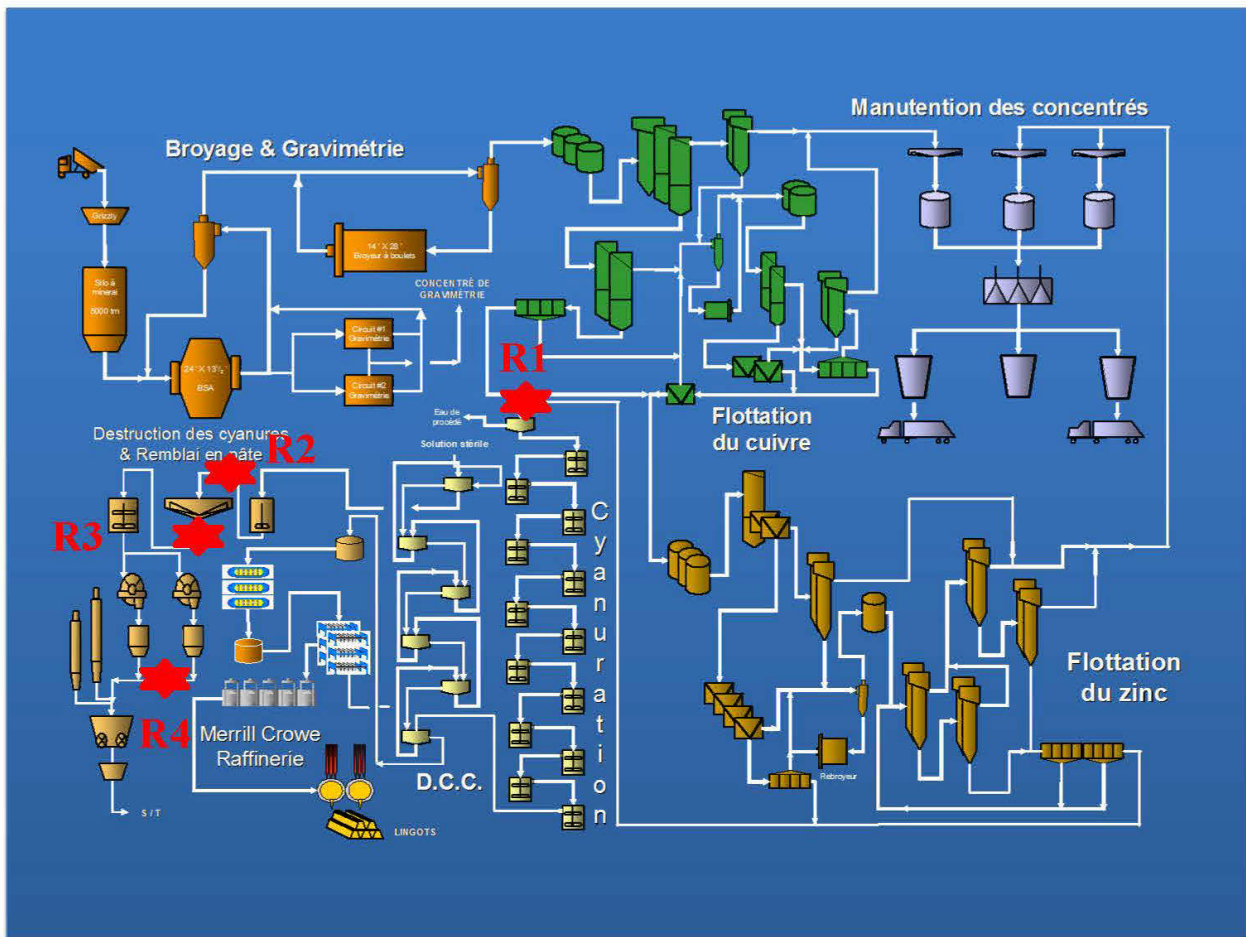


Figure 3-1 : Points de prélèvements des résidus à l'usine de remblai (mine LaRonde, Québec - Canada)

3.1.2 Liants

Les liants sont rajoutés à la formulation des remblais à une proportion de 5 % par rapport à la masse sèche de résidus. Le mélange 80% Slag et 20% ciment Portland est utilisé comme référence et a fait l'objet d'une substitution partielle par des sous-produits industriels ayant une propriété pouzzolanique.

Liants traditionnels

Il s'agit du ciment Portland (GU) et du laitier de hauts fourneaux (Slag) qui sont utilisés par la plupart des mines dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue.

Cinq liants alternatifs ont également été utilisés :

- L'Anhydrite (Anh): résultant de la production d'aluminium en utilisant le procédé BUSS (réaction entre l'acide fluorite et sulfurique pour produire du fluorure d'hydrogène). Il est composé d'anhydrite et de fluorite.
- Des poussières de ciment (CKD): elles sont collectées au niveau des fours de combustion du clinker. Elles sont principalement composées de ciment Portland, des matières premières (argile et calcaire) et des résidus de combustion.
- Des cendres volantes de Kruger (KFA): ces cendres de boues de papier résultent de l'incinération des boues papeteries mélangées à des déchets de la biomasse. Ces matériaux proviennent de l'usine de Kruger.
- Des cendres de combustion de bois (WBA): ces cendres de sous-grille proviennent de la combustion des déchets de bois dans une centrale de cogénération. Ce sont des mélanges de phases minérales (quartz, albite) et de carbone organique.
- Des déchets de verres broyés (WG): ces verres de post-consommation qui ne peuvent être recyclés dans la production de verre en raison de leurs couleurs ou de leurs compositions chimiques. Ils sont principalement composés de SiO₂ amorphe.

3.1.3 Adjuvants

Dans cette étude cinq différents types de superplastifiant (Tableau 3.1) appartenant aux quatre différentes familles (lignosulfonate, polynaphtalene sulfonate, polymélamine sulfonate et polycarboxylate) ont été utilisés. ARBO A02L lignosulfonate d'ammonium (S1) et ARBO S01L lignosulfonate sodium (S2) appartiennent à la famille des lignosulfonates, DISAL (S3) et MELADYNE (S4) aux familles polynaphtalene et polymélamine respectivement. Tandis que MEGAPOL MP (S5) appartient à la famille (Polycarboxylate).

L'agent flocculant est le Flomin 905, généralement utilisé dans les opérations minières pour optimiser les techniques de séparation liquide/solide. Il impose en général une utilisation de chaux, l'optimum en termes de performance de cet adjuvant est à pH alcalin.

FloatSil™, silicate de sodium, fourni par National Silicate a été utilisé comme produit d'activation des sous-produits alternatifs ayant une propriété pouzzolanique.

Tableau 3.1 : Familles et propriétés des superplastifiants

	S1 (NH-Ligno)	S2 (Na-Ligno)	S3 (Naph)	S4 (Mela)	S5 (Poly)
Nom commercial	ARBO A02L	ARBO S01L	DISAL	MELADYNE	MEGAPOL MP
Famille	Lignosulfonate	Lignosulfonate	Naphtalène	Mélatamine	Polycarboxylate
pH	6,5-9,0	4-6	7-9	8-11,4	3,5-5
ρ (g/cm ³)	1.23	1.2	1.19-1.24	1,12-1,32	1.083

3.2 Méthodologie

Le cadre scientifique du projet de recherche est expérimental et il s'agit de faire des recettes de mélanges qui prendront deux volets à savoir l'optimisation des liants alternatifs en vue de la substitution des liants traditionnels par des liants alternatifs ensuite le deuxième volet sera l'étude de l'effet d'ajout d'adjuvants tels que les superplastifiants sur les performances mécanique et rhéologique du remblai. Les matériaux ont été caractérisés. Ensuite, afin d'investiguer sur l'effet des différents adjuvants durant le processus de fabrication du remblai, des recettes de remblai avec les quatre types de remblai ont été formulées. Enfin, pour investiguer l'effet des superplastifiants et la substitution des liants traditionnels par les liants alternatifs, les résidus après filtration (R4) ont été utilisés (Figure 3-2).

3.2.1 Méthodes de caractérisation

- **Caractérisations physiques**

Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique détermine la répartition des différentes tailles des grains d'un matériau donné. Il en existe plusieurs méthodes : le tamisage, la sédimentation et la granulométrie au laser pour les particules fines ou ultrafines. Pour les résidus, les particules sont acheminées vers le faisceau laser par de l'eau tandis que pour les ciments c'est de l'air comprimé qui a été utilisé afin d'éviter une dissolution éventuelle des particules de ciment.

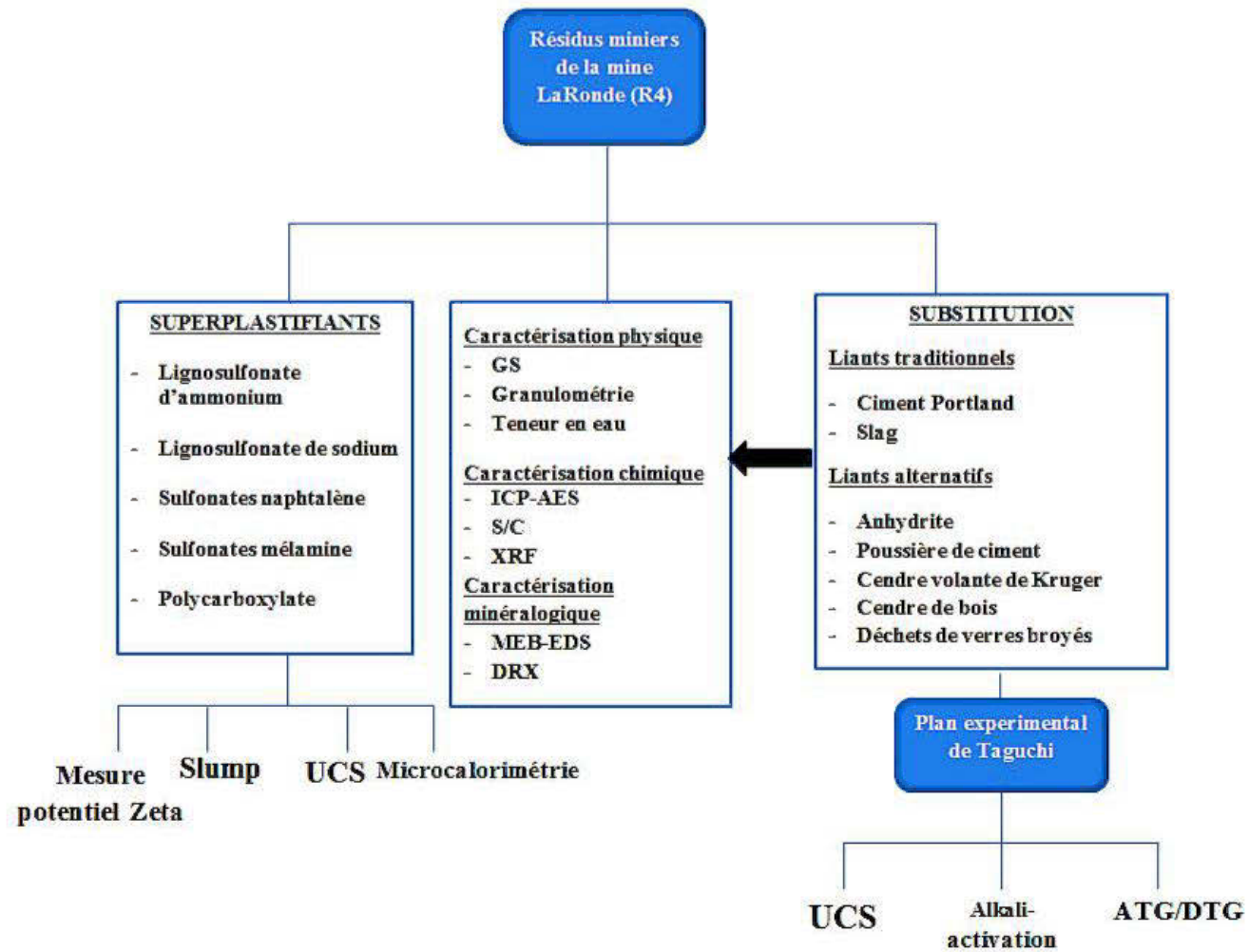


Figure 3-2 : Méthodologie globale du projet de recherche

Surface spécifique Blaine

C'est une méthode de mesure de la finesse des matériaux solide. Elle est aussi appelée le test de la perméabilité à l'air. Cette méthode consiste à mesurer le temps mis par un volume d'air donné pour traverser un échantillon avec une épaisseur donnée.

Surface spécifique par adsorption de gaz inerte (méthode BET)

La surface spécifique peut être déterminée par des mesures d'adsorption de gaz inertes (azote) en utilisant la théorie de BET (Brunauer, Emmett et Teller). Cette technique repose sur l'adsorption des molécules de gaz. La surface spécifique est estimée à partir de la quantité d'azote adsorbée à la surface du solide. La surface spécifique des matériaux a été déterminée à l'aide de l'analyseur de surface GEMINI de Micromeritics.

La densité relative

La densité relative des matériaux est déterminée à l'aide du pycnomètre à hélium AccuPyc 1330 de Micromeritics. Une masse connue de l'échantillon est introduite dans le cylindre de mesure. De l'hélium à une pression d'environ 145 kPa est injecté dans la cuve contenant le matériau, remplissant ainsi la partie vide de la cuve. Le volume et la masse de la cuve étant connus, l'appareil détermine la masse et le volume de l'échantillon et calcule la masse volumique des grains solides.

- **Caractérisations chimiques**

Analyse soufre carbone totaux

Cette méthode sert à déterminer le carbone et le soufre dans les échantillons solides. Cependant, la quantité de carbone et de soufre dans des échantillons qui ne deviennent pas liquides dans le four à 1 400 °C (par ex. les alliages) ne peut pas être mesurée. L'échantillon est inséré dans une fournaise à haute température en présence d'oxygène afin de dégrader la matière en dioxyde de carbone et de dioxyde de soufre. Les gaz (CO₂ et SO₂) produits sont acheminés vers le détecteur à infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone total et du soufre total présent dans l'échantillon.

Spectrométrie au plasma à couplage inductif

Le principe de l'ICP-AES réside dans l'atomisation et l'excitation des éléments contenus dans une solution à l'aide d'un plasma d'argon. Lorsqu'un élément excité retrouve son état

fondamental, il y a libération d'énergie sous forme de radiations électromagnétiques à des longueurs d'ondes qui sont propres à l'élément. L'intensité de ces radiations est directement proportionnelle à la concentration de l'élément dans la solution analysée. Un détecteur capte et enregistre simultanément les intensités des éléments choisis qui sont converties en concentrations suivant l'étalonnage quotidien. Le pourcentage massique de chacun des éléments choisis est calculé en tenant compte de la masse initiale de l'échantillon, du volume final de la solution ainsi que sa concentration mesurée. L'expérience du laboratoire montre que les résultats produits par ICP-AES possèdent une erreur relative d'environ 5 %.

- **Caractérisations minéralogiques**

Microscope électronique à balayage

Les observations microscopiques seront réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) S3500N d'*Hitachi* équipé d'un système d'analyse des rayons X de type EDS (X-Max d'*Oxford Instruments*). La microscopie électronique à balayage MEB (ou « Scanning Electron Microscopy » SEM) permet de décrire simultanément tous les aspects du solide : topographie, liaisons chimiques, caractéristiques de polarisation et de relaxation des diélectriques. L'échantillon à analyser est placé dans une chambre sous vide et est bombardé par un faisceau d'électrons arrachés à un filament de tungstène ou d'hexaborure de lanthane (LaB6) en lui appliquant une haute tension. Au contact de l'échantillon, les électrons qui y pénètrent, diffusent dans un volume appelé poire de diffusion et peuvent subir deux types d'interactions : élastique et inélastique. Dans un premier temps, les électrons peuvent entrer en collision avec les atomes de l'échantillon pour en ressortir avec peu ou pas de perte d'énergie, ce sont les électrons rétrodiffusés. L'image obtenue en contraste de phase dépend du numéro atomique de l'élément. Ainsi, les zones de l'échantillon ayant un numéro atomique élevé seront donc plus blanches que celles ayant un numéro atomique faible. Lorsque l'interaction est inélastique, il se produit un transfert d'énergie des électrons incidents aux atomes de l'échantillon (électrons secondaires et les électrons Auger et Rayon X). Les électrons secondaires (couches superficielles) fournissent de l'information sur la topographie et la morphologie de l'échantillon tandis que les électrons Auger et Rayon X permettent de soustraire de l'information sur la composition chimique de l'échantillon. En effet, en réponse au bombardement par le faisceau d'électrons de forte énergie, il y a une ionisation, c'est-à-dire, qu'un électron d'une couche profonde est éjecté et remplacé par un

électron d'une couche supérieure et un photon X est émis. Une fraction de l'énergie des photons X peut être transmise à un électron d'une orbite externe qui se trouve éjecté (électron d'Auger, exploité en Spectrométrie Auger AES). Le MEB devient un outil d'analyse chimique quand il est équipé d'un détecteur qui enregistre les rayons X (EDS, plus rarement avec un WDS).

Diffraction aux rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'estimation semi-quantitative qui permet l'identification des minéraux cristallisés présents dans un échantillon préalablement broyé (~10 µm). Elle peut être utilisée pour étudier les matériaux à grains très fins difficiles à observer par microscopie optique. Il faut cependant préciser que la DRX ne peut pas détecter les minéraux amorphes. Le principe de fonctionnement consiste à bombarder l'échantillon par un faisceau de rayons X (issus d'un canon à cathode de cuivre) avec le diffractomètre en faisant varier l'angle d'incidence (θ). Un diffractogramme est alors acquis en balayant l'échantillon, puisque les rayons X sont diffractés selon la loi de Bragg ($n\lambda=2d\sin\theta$) et récupérés par le détecteur de l'appareil. À partir de la longueur d'onde (λ) du faisceau incident (général en général par une anticathode de Co ou de Cu) et l'angle de diffraction (θ) il est possible d'obtenir les distances propres à chaque minéral. Il devient donc possible d'identifier les minéraux constitutifs d'un mélange et d'obtenir une semi-quantification de ces derniers par modélisation mathématique (dans notre cas c'est la méthode Rietveld; (Izumi et al., 1993).

- **Caractérisation hydro-géotechnique, microstructurale et mécanique des RMPC**

Teneur en eau, degré de saturation et porosité théorique

A chaque temps de cure, les échantillons de RMPC sont soumis à l'essai UCS. Les cylindres sont démoulés puis suivent les étapes de mesure de la hauteur du cylindre, de la masse humide, et la masse sèche des échantillons afin de déterminer la teneur en eau par laquelle découlera la détermination du degré de saturation. La teneur en eau de chaque éprouvette de remblai est mesurée, par séchage à l'étuve à 40° C, après le cassage. Ensuite, la porosité totale est le calcul de la porosité théorique (η) (équation 3-1) réalisée sur la base de valeurs expérimentales obtenues au cours de la formulation des RMPC.

$$\eta = 1 - \frac{\rho_{d.CPB}}{\rho_{s.CPB}} \quad [3-1]$$

Où $\rho_{d.CPB}$ (Eq 3-2) est la masse volumique sèche des RMPC et $\rho_{s.CPB}$ (Eq 3-3) est la masse volumique des grains solides des RMPC.

$$\rho_{d.CPB} = \frac{M_d}{V} \quad [3-2]$$

Où M_d est la masse sèche des moules de RMPC et V est le volume total des moules de RMPC.

$$\rho_{s.CPB} = (1 + B_w) \left[\frac{1}{\rho_{s.résidus}} + \frac{B_w}{\rho_{s.liants}} \right]^{-1} \quad [3-3]$$

Où $\rho_{s.résidus}$ est la masse volumique des résidus miniers, $\rho_{s.liants}$ est la masse volumique des liants et B_w est la teneur en liant.

Porosimétrie par intrusion de mercure

Porosimétrie par intrusion de mercure a été utilisée pour déterminer la distribution du diamètre des pores des RMPC (Ouellet et al., 2006; Yilmaz et al., 2011) avec le porosimètre à mercure AutoPore-III de Micromeritics®. Les essais ont été réalisés selon la norme ASTM D 4404. Après le test de compression uniaxiale à 90 jours de temps de cure, deux échantillons sont prélevés pour chaque mélange de CPB formulé avec du polycarboxylate (S5) à différents pourcentages, à des endroits aussi loin que possible du plan de cisaillement pour éviter les effets de la concentration des contraintes qui pourraient affecter la propriété des matériaux. Le principe est de forcer, sous pression, le mercure dans l'échantillon. La relation de Washburn $d = - (1/P) 4\gamma \cos\phi$ relie la pression P le diamètre des pores d . Le volume de mercure qui pénètre dans l'échantillon à une pression P permet d'estimer le volume des pores d'une dimension d . Le volume total de mercure, qui entre dans l'échantillon, permet d'évaluer la porosité totale.

Essais de compression uniaxiale (UCS)

À l'issue des temps de cure (7, 28 et 90 jours), les éprouvettes sont soumises à des essais de compression uniaxiale afin de déterminer leur UCS (résistance en compression non confinée). Cet essai consiste à placer une éprouvette de remblai entre les deux plateaux de la presse, puis d'appliquer une charge axiale jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cet essai est aussi conduit à l'aide d'une presse hydraulique MTS 10G/L d'une capacité de 50 kN et un taux de chargement de 0,001 mm/mn. Les essais sont réalisés en triplicata, et les valeurs de résistance données dans la suite sont la valeur moyenne de ces trois essais. Avant le cassage, chaque éprouvette est rectifiée à

l'aide d'un couteau, afin de s'assurer de la planéité des surfaces et de leur orthogonalité par rapport à l'axe de compression. La teneur en eau de chaque éprouvette de remblai est mesurée par séchage à l'étuve à 40° C après le cassage.

3.2.2 Substitution des liants traditionnels par les liants alternatifs

Le premier volet du présent projet de recherche est de déterminer une substitution optimale des liants traditionnels par des sous-produits industriels sans valeur économique. Pour cela, un plan expérimental par la méthode de Taguchi a été utilisé pour déterminer les recettes optimales de substitution. Pour confirmer la pouzzolanité des sous-produits, des mortiers ont été préparés suivi d'une analyse thermogravimétrique des pâtes pures des différentes recettes optimales. Enfin, l'alkali-activation a été testée par le silicate de sodium sur les liants contenus dans les recettes optimales.

Plan expérimental de Taguchi

La méthode des plans d'expérience consiste à faire une série d'essais en nombre réduit, en détectant les interactions entre les facteurs étudiés et en déterminant les valeurs optimales. Ainsi la méthode de Taguchi fixe ainsi un certain nombre de paramètres, étudie leurs interactions, et en fonction de la réponse, en donne une valeur optimale.

Pour la présente étude, quatre paramètres (P) dont trois valeurs (V) pour chacun des paramètres (Tableau 3.3) ont été testés :

- **Ratio sous-produits/ activant** : en effet les sous-produits ont besoin d'une source de calcium pour leur réaction d'hydratation donc ce paramètre donne les différentes proportions du mélange sous-produits source de calcium,
- **Type d'activant** : tout matériaux riches en calcium peut jouer le rôle d'activateur des réactions pouzzolanique. GU est pris comme activant avec substitution partielle par l'anhydrite,
- **Slag-KFA** : pour respecter les critères de design (plus de 1000 kPa à 28 jours) du laitier de hauts fourneaux est rajouté dans la formulation de remblai. Vu que les cendres de Kruger ont une composition chimique assez proche de la Slag, ce dernier a fait l'objet d'une substitution partielle,

- **Poussières de ciment** : ce sous-produit est une source de calcium et avec son alcalinité, permet d'accélérer les réactions d'hydratations pouzzolaniques.

Le choix des valeurs est basé sur les études antérieures de (Peyronnard et al., 2011, 2012). Ces derniers se sont basés, pour déterminer les valeurs des paramètres, sur les compositions chimiques des liants pour établir les proportions optimales entre les trois pôles CaO, SiO₂ et Fe₂O₃. Al₂O₃. Ce qui fait un total de neuf expériences pour chaque sous-produit (Tableau 3-4). La réponse dans cette étude est la résistance mécanique. Pour chaque expérience le signal (S/N) « larger is better » (Eq 3-4) est calculé. Le but est de maximiser la valeur de la réponse : la résistance mécanique. Ensuite, pour chaque valeur de chaque paramètre une moyenne des S/N des expériences réalisées avec ladite valeur est calculée. Enfin pour chaque paramètre la valeur optimale sera la valeur qui aura le S/N maximal.

$$S/N_i = -10 \log_{10} \left[\sum_{j=1}^n \frac{1}{Y_{ij}^2} \right] \quad [3-4]$$

où i est le numéro de l'expérience, j le numéro du réplicat, n nombre de réplication et Y²_{ij} la réponse (résistance mécanique)

Tableau 3.2 : Valeurs et paramètres de l'optimisation des recettes de remblais par Taguchi

Paramètres	Valeur 1	Valeur 2	Valeur 3
P1 Ratio sous-produit/activant			
Déchets de verre	20-80	35-65	50-50
Cendre de Kruger	20-80	30-70	40-60
Cendres de combustion de bois	20-80	30-70	40-60
P2 Type d'activant	GU 100	GU-Anh 70-30	GU-Anh 60-40
P3 Taux de Slag – Cendre de Kruger (%)	50 Slag	Slag-CK 45-5	Slag-CK 40-10
P4 Taux de poussière de cimenterie (%)	0	5	10

Tableau 3.3 : Série de neuf expériences de mélange de remblais

Expérience	Paramètre 1	Paramètre 2	Paramètre 3	Paramètre 4
1	V1.1	V2.1	V3.1	V4.1
2	V1.1	V2.2	V3.2	V4.2
3	V1.1	V2.3	V3.3	V4.3
4	V1.2	V2.1	V3.1	V4.1
5	V1.2	V2.2	V3.2	V4.2
6	V1.2	V2.3	V3.3	V4.3
7	V1.3	V2.1	V3.1	V4.1
8	V1.3	V2.2	V3.2	V4.2
9	V1.3	V2.3	V3.3	V4.3

Pouzzolanicité des sous-produits

- **UCS des mortiers**

Pour évaluer la pouzzolanicité des sous-produits industriels, des éprouvettes de mortiers de 4x4x16 cm³ (Figures 3-4a) ont été fabriqués (1350g de sable, 450g de ciment, 225g d'eau). Pour chaque recette, trois éprouvettes sont faites avec un ratio eau/ciment égale à 0.5 puis curées pendant 28 jours à 20°C dans l'eau. La résistance du mortier contenant le ciment de référence (GU-Slag : 20-80) est comparée à celle d'un mortier réalisé avec une substitution de 30% du ciment de référence par les sous-produits industriels (cendres de combustion de bois, cendre de Kruger et déchets de verre). Pour pouvoir quantifier la réactivité des sous-produits, 30% du ciment de référence est remplacée par un matériau inerte (Birec), qui a une distribution granulométrique proche de celle des ciments. Cet appareil (RP 8/250 FC - RP8/40/250 FC) est doté de deux vérins dont un en flexion et un autre en compression avec une capacité comprise entre 8-50kN et 200-500kN respectivement. Cet appareil est équipé également d'un autre vérin en compression avec une capacité maximale 40kN destiné le plus souvent aux matériaux ayant une faible résistance mécanique (Figure 3-4b).

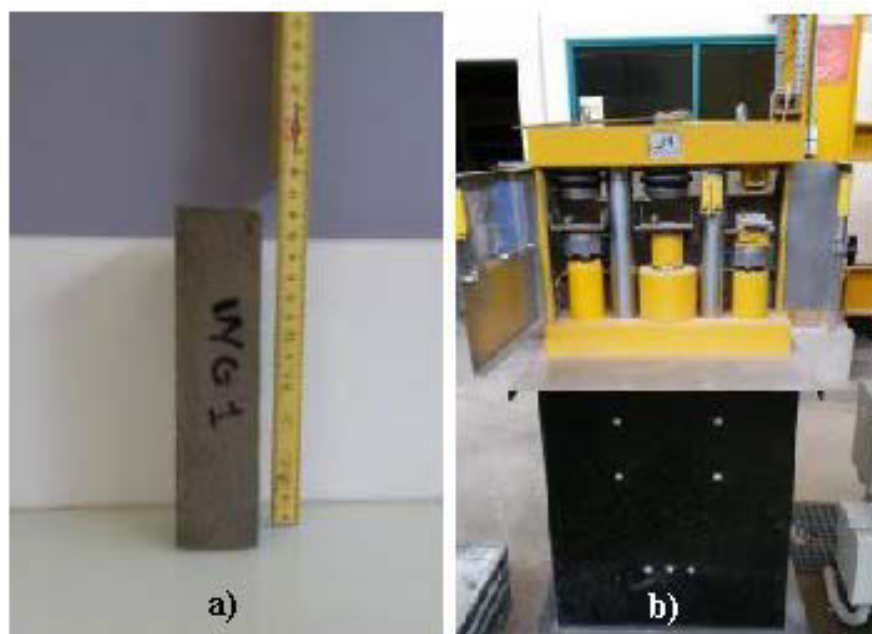


Figure 3-3 : a) Échantillon de mortier curé à 28 jours et b) presse RP 8/250 FC - RP8/40/250 FC doté d'un vérin en flexion et deux en compression

- **Étude de l'hydratation des sous-produits par analyse thermogravimétrique**

L'analyse thermogravimétrique (TG) est une technique expérimentale d'étude macroscopique de la matière. Cette technique détermine la température et le changement de poids d'un échantillon en fonction de la température. L'analyse différentielle thermique (ADT) détermine l'énergie nécessaire ou libérée lors d'une réaction (changement de phase, décomposition des phases hydratées, etc.) tandis que l'analyse thermogravimétrique (ATG) détermine la perte de masse due à ces réactions. Cette technique permet de quantifier, dans un matériau cimentaire, l'eau liée chimiquement aux hydrates tel que la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ainsi que le dioxyde de carbone liée aux carbonates de calcium. Le thermogravimètre comporte trois parties fondamentales : la balance proprement dite, qui assure la pesée en continu de l'échantillon, le four avec sa régulation de température et le dispositif d'enregistrement (Figure 3-8). Dans la présente étude, le thermogravimètre (ATG/ATD) du modèle 92-16.18 fourni par le fabricant SETARAM a été utilisé. L'analyse a été mise en œuvre sur les recettes optimales obtenues avec la méthode de Taguchi et celles réalisées par la substitution de 30% de la Slag par les sous-produits industriels, curées à 28 jours, avec un ratio eau/ciment égale à 1. Préalablement à cet essai, à 28 jours, les échantillons ont été démoulés et broyés pour les faire passer au tamis de 80 μm . Ensuite, ces fragments sont submergés dans de l'acétone pour arrêter l'hydratation et empêcher la

carbonatation puis rincer trois fois avec de l'éther et à la fin séchés dans un four à 40°C pendant 30 minutes.

Remarque : en parallèle de l'analyse thermogravimétrique, une analyse par diffraction des rayons X est réalisée sur les mêmes échantillons en phase anhydre et hydratée.

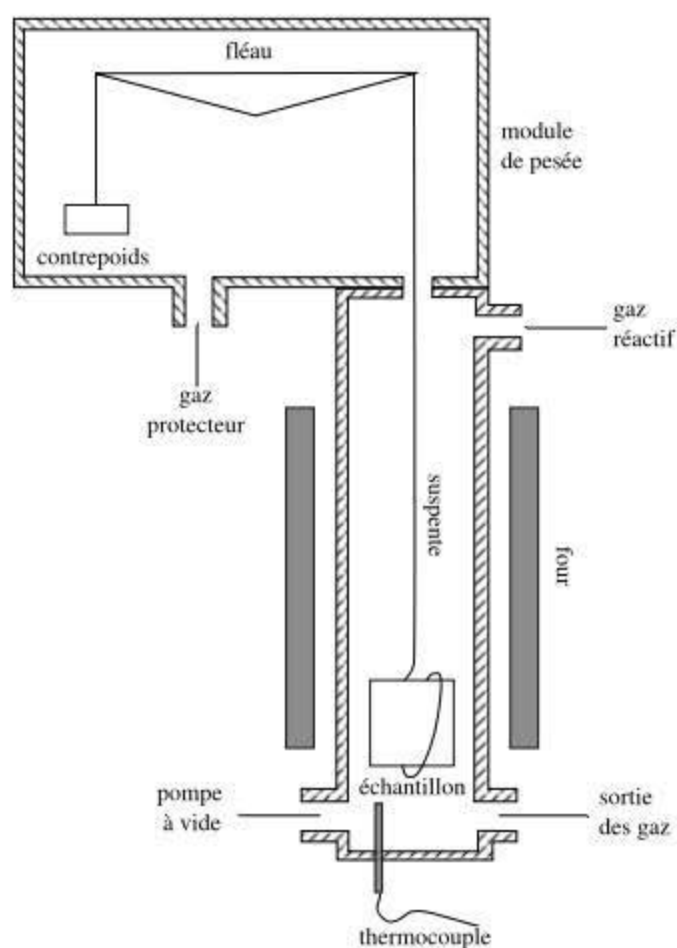


Figure 3-4 : Schéma de fonctionnement d'un thermogravimètre

3.2.3 Essais d'ajout de superplastifiants dans les formulations de RMPC

Pour investiguer l'effet des superplastifiants sur les performances des remblais miniers, des formulations de remblais ont été réalisées avec : (i) les résidus après filtration (R4), (ii) un liant (mélange 20-80 du ciment Portland et Slag, ajouté à une proportion de 5% par rapport à la masse sèche de résidu et d'eau) et (iii) un superplastifiant. Les superplastifiants sont ajoutés à trois différentes proportions à savoir 5, 7 et 10% de la masse de liant. Le choix porté sur ces trois

dosages est justifié par l'étude antérieure d'Ercikdi et al. (2010) qui a montré que le dosage optimal de superplastifiant qui permettrait d'atteindre une consistance cible de 7'' était de 7% par rapport à la masse sèche de ciment. Cette étude a été réalisée avec des paramètres similaires à la présente étude : résidus sulfureux, ciment ajouté à 5% par rapport à la masse sèche de résidus et une consistance cible de 7''. L'évaluation de l'effet des superplastifiants sur les performances du remblai a été faite à l'aide des essais de mesure du slump (affaissement), de compression uniaxiale, microcalorimétrie et de mesure du potentiel Zêta.

Préparation et conditionnement des remblais en pâte

Les échantillons de remblais en pâte ont été préparés au laboratoire à l'aide d'un malaxeur de type Hobart et les recettes des mélanges sont présentées au Tableau 3.2. Le ciment est mélangé avec de l'eau en premier lieu pendant 60s suivi de l'ajout du superplastifiant. Le résidu est finalement rajouté suivi de l'ajout progressif de l'eau de mélange jusqu'à l'obtention de la consistance visée (affaissement au petit cône entre 70 et 80 mm). Entre chaque ajout d'eau, un temps de malaxage est laissé pour que la pâte s'homogénéise. Après obtention de la consistance cible, le remblai est malaxé pendant encore trois minutes à la vitesse intermédiaire du pétrin (200 tr/min). Ensuite les éprouvettes sont moulées dans des cylindres de 2''X 4'' remplis en une couche, pilonnée 25 fois. Un tapotement latéral des moules remplis permet également de limiter les bulles d'air présentes dans le remblai. Les éprouvettes sont préparées en conditions non-drainées (pas d'écoulement d'eau possible). Chaque moule est fermé hermétiquement. Pour chaque temps de cure (7, 28 et 90 jours), trois éprouvettes sont préparées, afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. La cure des éprouvettes se fait dans une chambre à atmosphère contrôlée : 90 % d'humidité relative et température comprise entre 25 et 26° C.

Mesure du Slump et de la demande en eau

Les effets d'ajout de superplastifiant sur le slump et la demande en eau des remblais ont été évalués par trois différents essais.

- Évolution du slump avec l'ajout de différents superplastifiants à différents dosages : il s'agit de rajouter des superplastifiants dans la formulation de remblai dont le pourcentage solide est fixé à 80%, puis de mesurer l'affaissement.

- Réduction de la demande en eau : il s'agit de mélanger le remblai avec les différents types de superplastifiants puis de déterminer la quantité d'eau à ajouter pour atteindre la consistance cible (τ'').
- Perte d'ouvrabilité : il s'agit d'évaluer l'efficacité de l'action des superplastifiants au cours du temps. En effet, il y a une perte d'ouvrabilité avec les superplastifiants malgré le fait qu'ils améliorent la consistance à des teneurs en eau moindres (Ramachandran et al., 2002a). Dans un intervalle de temps de deux heures, une mesure de l'affaissement est réalisée chaque 30 minutes. Le remblai est malaxé continuellement à la vitesse moyenne (200 tr/min) entre chaque mesure pour simuler le mouvement du remblai dans les tuyaux.

La mesure de l'affaissement est réalisée selon la norme ASTM C145 avec le mini cône d'Abrams (hauteur = 150 mm) : le cône est rempli en trois couches égales et pilonnées 25 fois puis le cône est retiré verticalement suivi de la mesure de l'affaissement (distance entre le sommet du cône et le haut du remblai).

Tableau 3.4 : Recettes de mélange des remblais avec les superplastifiants

Recettes	Superplastifiants (%)	Ratio Eau/Ciment	Teneur en eau (%)	Pourcentage solide (%)	Slump (mm)
Ref GU-Slag	0	5.9	28.2	78	75±5
S1 (NH-Ligno)	5	5.5	26.1	79.3	75±5
	7	5.5	26.1	79.3	75±5
	10	5.5	26	79.3	75±5
S2 (Na-Ligno)	5	5.5	26	79.4	75±5
	7	5.5	26	79.4	75±5
	10	5.4	25.7	79.5	75±5
S3 (Naph)	5	5.6	26.7	78.9	75±5
	7	5.4	25.6	79.6	75±5
	10	5.3	25.3	79.8	75±5
S4 (Mela)	5	5.5	26.2	79.2	75±5
	7	5.6	26.5	79.1	75±5
	10	5.3	25.4	79.7	75±5
S5 (Poly)	5	4.8	22.9	81.4	75±5
	7	4	19.2	83.9	75±5
	10	3.9	18.7	84.2	75±5

Prédiction de la résistance mécanique

Les superplastifiants permettent d'atteindre la consistance désirée à des teneurs en eau bien moindres, ce qui a pour conséquence directe l'amélioration de la résistance mécanique. En effet, la réduction de la teneur en eau permet d'augmenter la proportion de solide contenu dans le remblai, d'augmenter sa compacité et donc de réduire sa porosité. Afin de déterminer l'impact sur les performances mécaniques pour chaque type (et dosage) de superplastifiant et pour les besoins de contrôle de la qualité, il serait essentiel de pouvoir prédire la résistance mécanique, juste après formulations. Dans le mortier et le béton, il a été démontré que la résistance mécanique dépend du type et de la quantité de liant, de la quantité en eau, de l'arrangement

granulaire de particules, etc. Dans cette perspective, Féret (1892) a trouvé une relation volumétrique entre les différentes composantes de la pâte cimentaire. En effet, il a montré que la résistance mécanique du béton dépend du carré du rapport entre le volume de ciment et le volume de la pâte totale (Eq 3-5). Cette formule a été largement utilisée dans le béton et de mortier (Oner et al., 2005; Pekmezci et al., 2004). La constante K permet de prendre en compte le type de ciment, la mise œuvre du béton, l'empilement granulaire, etc.

$$UCS(MPa) = K \left(\frac{C}{C+E+V} \right)^2 \quad [3-5]$$

Où UCS est la résistance mécanique, K un coefficient, C volume de ciment, E volume d'eau et V le volume des vides (volumes exprimées en L par m³).

La détermination du coefficient K pour le type de ciment et de résidu utilisés dans cette étude pourrait permettre de prédire la résistance mécanique des RMPC formulés avec des superplastifiants.

Microcalorimétrie

L'hydratation des ciments est un processus exothermique. La mesure de la chaleur d'hydratation informe sur la vitesse d'hydratation. Afin d'évaluer l'effet des superplastifiants sur l'hydratation des ciments, le microcalorimètre isotherme à conduction evo μ DSC7 a été utilisé. L'appareil possède deux cellules dont l'une est vide (référence) et l'autre contient l'échantillon (ciment, eau et adjuvant) (Figure 3-5). Le ratio eau distillée et ciment (mélange GU-Slag : 20-80) est égale à 0.5. Le superplastifiant est ajouté (en absence de résidu) à deux proportions à savoir 0.5 et 1% par rapport à la masse sèche de ciment. La détermination de ces deux proportions a été faite sur la base de l'hypothèse suivante : en présence de résidu, les superplastifiants vont s'adsorber sur les particules solides (résidus miniers et ciment) qui ont une taille inférieure ou égale à 15 μ m. Par conséquent, il s'agit de déterminer la part de liant par rapport aux particules solides sur laquelle les superplastifiants vont s'adsorber (particules cimentaires avec une taille inférieure ou égale à 15 μ m). L'essai a été exécuté à une température fixe de 20°C pendant une durée de 48 heures. En effet, selon la distribution granulométrique, la proportion des particules inférieure à 15 μ m pour les résidus et liants est 30% et 65% respectivement. Considérant un pourcentage solide de 80% où les liants sont ajoutés à une proportion de 5% par rapport à la masse sèche de résidus, donc le mélange contient respectivement 76.2% et 3.8% de résidus et de liants. Par conséquent, dans le remblai environ 22.9% de particules de résidus et 2.5% de particules de ciments ont une taille

inférieure ou égale à 15 μm . Environ 10% du superplastifiant s'adsorberont sur les particules cimentaires.

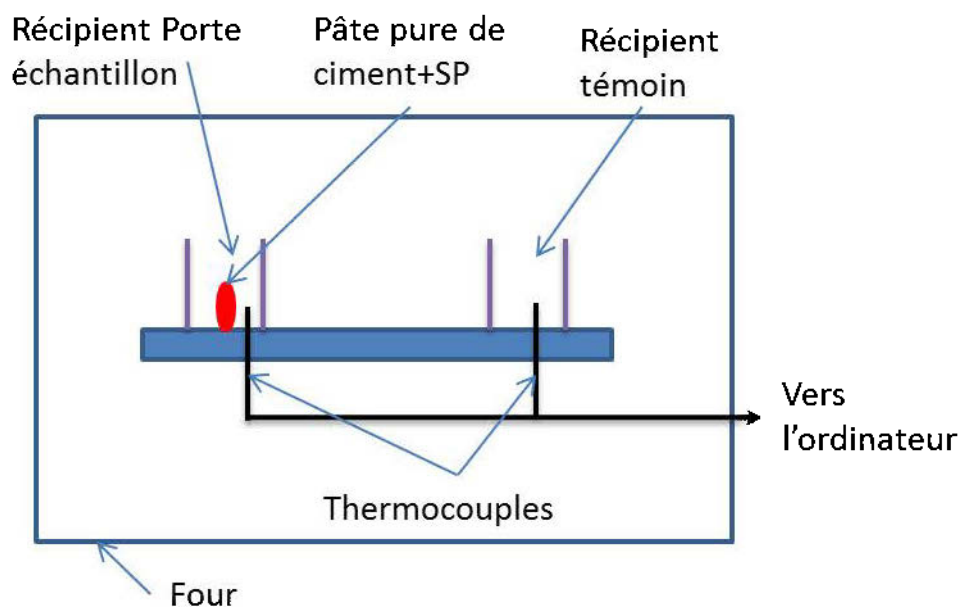


Figure 3-5 : Schéma de fonctionnement d'un microcalorimètre isotherme à conduction

Mesure du potentiel Zêta

Lorsqu'ils sont ajoutés dans la formulation de remblai, les superplastifiants agissent sur le potentiel zêta des particules solides afin de mettre en jeu leur effet dispersif. Dans le but d'évaluer l'effet des adjuvants (superplastifiants et flocculant) sur les particules solides des résidus, le Zêta-mètre a été utilisé. Le Zêta-mètre (Zetaphoremètre- Zetacompact version 7.06) est un instrument pour déterminer la charge électrostatique (potentiel zêta) de petites particules dispersées dans un liquide. Les résidus miniers ont été micronisés à moins de 30 μm puis un échantillon de 100 ml a été préparé (1 mg de résidus, 1 mg adjuvant et 100 ml d'eau distillée).

CHAPITRE 4 RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX

Cette partie présente les résultats de la caractérisation physique chimique et minéralogique des matériaux. Il s'agit de la présentation des résultats de la distribution granulométrique des matériaux, leur densité relative, leur surface spécifique, leur composition chimique et celles des eaux de pores des résidus.

4.1 Résultats de la caractérisation physique

4.1.1 Résidus

Les résultats de la caractérisation physique des résidus miniers sont présentés au Tableau 4.1 et à la Figure 4-1. Seuls les résultats des résidus R4 sont présentés ici car les paramètres physiques ne varient pratiquement pas aux différents points d'échantillonnage. Les résidus ont une densité relative égale 3.28. Vu que la quantité de ciment à rajouter dans la formulation du remblai est calculée par rapport à la masse des résidus, plus celle-ci est importante plus la quantité de ciment à rajouter sera élevée. Ceci aura pour effet l'amélioration de la résistance mécanique du remblai, mais par contre va induire des coûts supplémentaires (Figure 4-2). Cette valeur suspecte la présence de minéraux lourds en l'occurrence les sulfures. Environ 38% des résidus ont une taille inférieure à 20 μm . Cette proportion de fine (particule avec une taille inférieure à 20 μm) a un effet sur les propriétés rhéologique et mécanique des remblais (Figure 4-1). Plus cette proportion est élevée, plus sera la résistance mécanique du remblai sera faible. Cependant elle devrait atteindre au moins 15% pour assurer un bon transport du remblai (Landriault et al., 1997). Golder Paste Technology (1997) propose une classification des remblais miniers en fonction de la proportion en fine des résidus miniers qui les composent (Tableau 4.2). Les remblais miniers formulés avec les résidus miniers dans cette étude sont dans la classe « Moyen ».

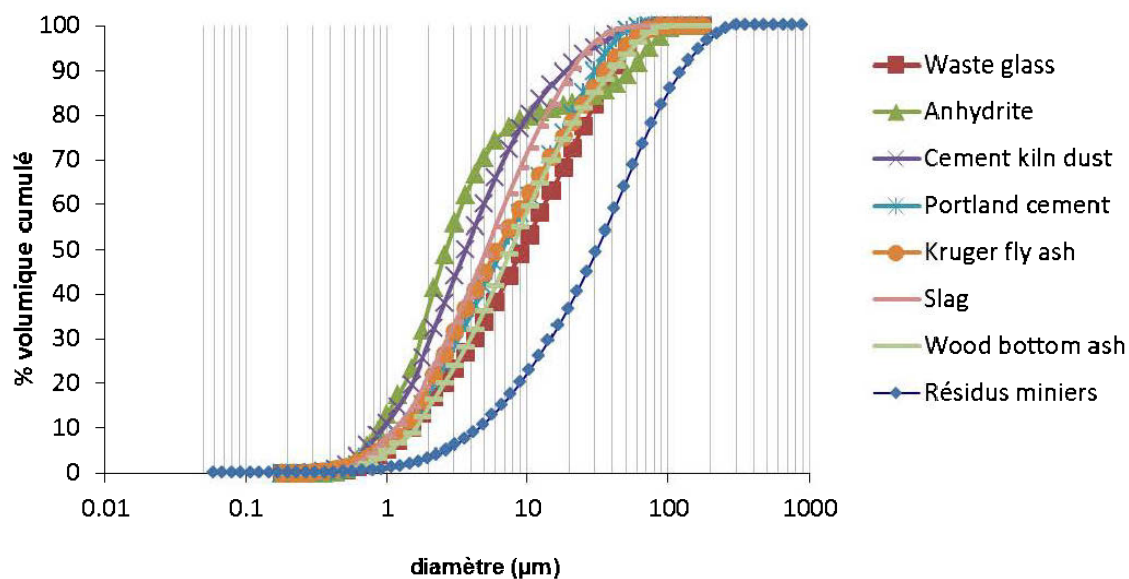


Figure 4-1 : Distribution granulométrique des grains de résidus LaRonde, des liants et des sous-produits industriels

Tableau 4.1 : Propriétés physiques des résidus miniers

	R1	R2	R3	R4
Densité relative	3.21	3.25	3.23	3.28
Surface spécifique (m²/g)	--	--	--	1.69
Cu = D₆₀/D₁₀	7.39	9.7	8.19	9,31
Cc = D₃₀²/ (D₆₀*D₁₀)	1.14	1.10	1.08	1,08
D₁₀	5.34	5.02	4.82	4,63
D₅₀	29.92	35.37	29.11	31,31
D₉₀	115.37	134.57	112.5	125,81

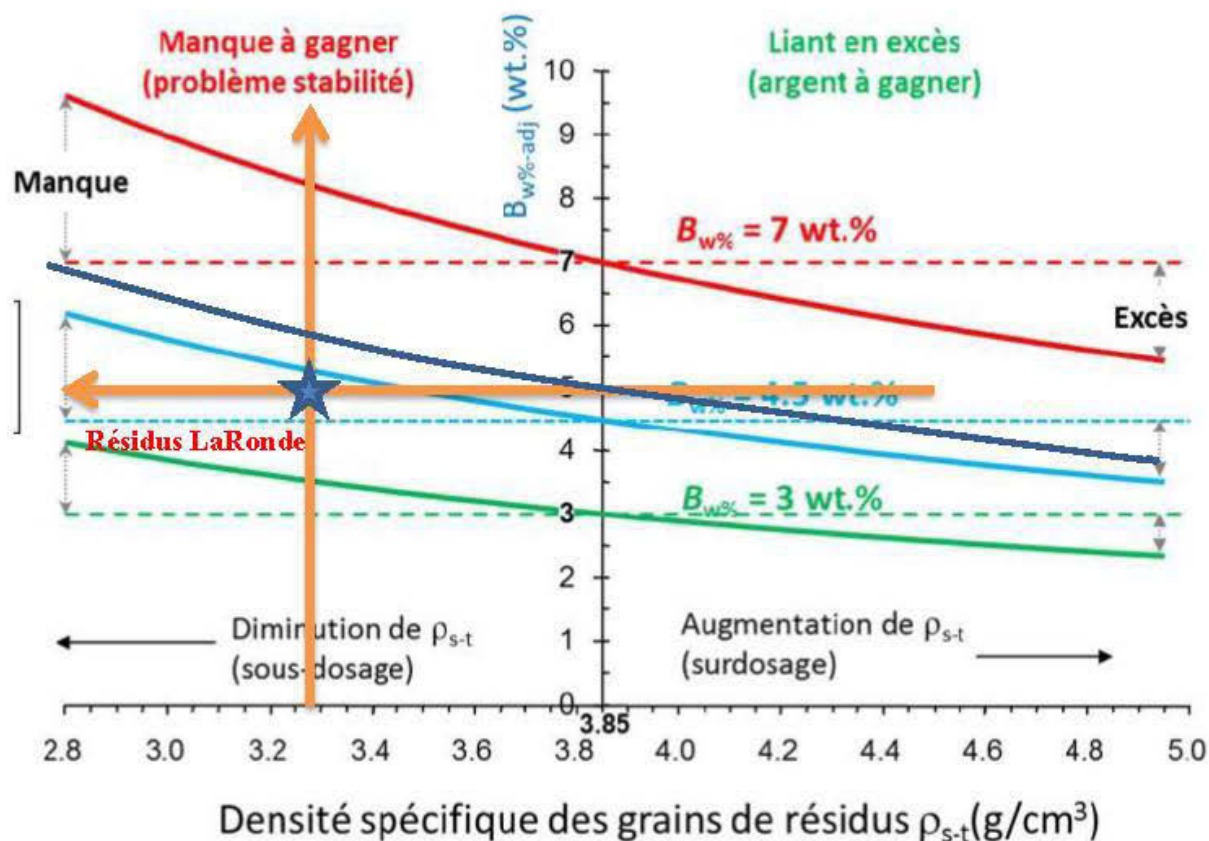


Figure 4-2 : Évolution de la quantité de ciment avec la densité relative des grains de résidus (Belem et al., 2008)

Tableau 4.2 : Classification des remblais en pâte en fonction de la proportion en fine des résidus miniers (Golder Paste Technology, 1997)

Classification	% Solide	d < 20 μm (%)
Grossier	78-85	15-35
Moyen	70-78	35-60
Fin	55-70	60-90
Remblais LaRonde (granulométrie moyenne)	Env. 78	38

4.1.2 Liants

La distribution granulométrique et les propriétés physiques (densité, surface spécifique, etc.) des liants sont présentés à la Figure 4-1 et au Tableau 4.4. Ces propriétés renseignent sur la finesse des liants qui est directement liée à la réactivité de ces produits. La masse volumique (comprise

entre 2.26 et 3.12 g/cm³) et la surface spécifique (comprise entre 0.77 et 4.43 m²/g) des liants sont typiques de celles des matériaux cimentaires. Cependant, la faible densité relative (2.26), la surface spécifique Blaine (0.6 m²/g) et la grande surface spécifique (43.28 m²/g) des cendres de bois (WBA) pourraient être dues à la présence de matières organiques et d'imbrulés.

Tableau 4.3 : Propriétés physiques des liants et sous-produits cimentaires utilisés

	GU	SLAG	WBA	KFA	WG	CKD	ANH
Cu, D60/D10	7.0	6.1	6.7	6.9	9.0	5.3	4.1
Cc, D30²/D60*D10	0.8	0.9	0.9	0.7	0.9	0.6	0.9
U, D90-D10/D50	4.3	3.7	5.0	5.7	4.2	4.8	19.9
D10 µm	1.39	1.15	1.59	1.36	1.49	0.94	0.89
D30 µm	3.27	2.72	3.98	2.94	4.26	1.69	1.73
D50 µm	6.75	5.18	7.75	6.14	9.32	3.69	2.68
D60 µm	9.77	7.01	10.62	9.43	13.43	4.99	3.67
D90 µm	30.43	20.56	40.75	36.66	40.67	18.75	54.33
Surface spécifique m²/g	1.1	2.75	43.28	4.43	0.77	2.25	1.31
Surface Blaine m²/g	0.5	0.5	0.6	0.5	0.4	0.7	0.2
Densité relative	3.12	2.84	2.26	2.92	2.53	2.77	2.95

4.2 Résultats de la caractérisation chimique

4.2.1 Résidus

Les résultats de l'analyse chimique des résidus miniers et des eaux interstitielles des résidus prélevés à la sortie de l'usine de flottation du zinc et après épaisissage sont présentés au Tableau 4.3. La composition chimique des résidus est caractérisée par une haute teneur en SiO₂ (50%), Fe₂O₃ (23%) et en soufre total (18%). L'analyse chimique de l'eau de pore des deux types de résidus (R1 et R3) est importante car une étape de décyanuration a lieu entre ces deux prélèvements. En effet, pour les résidus ayant subi un traitement de destruction des cyanures par le procédé SO₂-Air, il faut tenir compte d'un apport probable de sulfates solubles dans le mélange. Cependant, dans la présente étude, les analyses chimiques montrent des valeurs

similaires aux deux points de prélèvements (eau de pores R1 = 5633 mg/L, R3 = 5483.2 mg/L). L'apport de sulfates solubles par le procédé SO₂-Air n'a donc pas eu lieu.

En outre, l'analyse soufre/carbone permet d'évaluer le comportement environnemental des résidus en calculant les paramètres suivant :

PA : potentiel de génération d'acide (kg CaCO₃/t) = 31,25 x %S_{total}

PN : potentiel de neutralisation (kg CaCO₃/t) = 83,3 x %C

PNN : potentiel net de neutralisation (kg CaCO₃/t) = PN – PA

Ici, PN = 2,5 kgCaCO₃/t et PA = 569,1 kgCaCO₃/t alors PNN = - 566,6 kgCaCO₃/t donc les résidus présentent un potentiel de génération d'acidité (Miller et al., 1991). Par conséquent, ces résidus seraient problématiques pour un stockage en surface, d'où la nécessité d'une gestion intégrée de ces résidus. L'utilisation de ces résidus comme matériaux de remblai permettra d'éviter une pollution environnementale s'ils étaient déposés en surface. Cependant, la présence de minéraux sulfureux ainsi que des sulfates solubles pourrait avoir un effet néfaste sur la résistance mécanique des remblais due à l'attaque sulfatique (Benzaazoua et al., 2002).

4.2.2 Liants

L'analyse chimique des liants est présentée au Tableau 4.5 et à la Figure 4-6. Les liants peuvent être répartis en trois groupes : les liants riches en calcium, riches en silice et ceux qui présentent une composition chimique intermédiaire.

- Liants riches en calcium (en vert Figure 4-6) : il s'agit des liants GU, CKD et ANH avec une teneur en chaux de 63.9, 35.6 et 43.3% respectivement. La forte teneur en calcium (et sulfate pour l'anhydrite) de ces produits permet d'envisager leur utilisation comme source pour l'activation de l'hydratation des sous-produits. La forte teneur en alcalins des CKD (10.2 % de K₂O) leur confèrent un rôle d'activateur. En effet, les alcalins favorisent la dissolution des pouzzolanes et permettent ainsi une accélération des réactions d'hydratation. La forte teneur en sulfates de l'anhydrite peut favoriser la formation de certaines phases hydratées (étringite, gypse..) mais peut, également, être néfaste à l'hydratation;

- Liants riches en silice (en rouge Figure 4-6) : il s'agit de WBA et WG avec de teneurs en silice de 31.7 et 69.6% respectivement. Ces sous-produits sont susceptibles de posséder des propriétés pouzzolaniques intéressantes. Cependant, compte tenu de leur faible teneur en chaux (10.7 et 15.2% pour WBA et WG respectivement), leur activation requiert un apport en calcium important. Enfin, l'hydratation des WBA pourrait être perturbée par leur forte teneur en matière organique ou la présence de minéraux qui ne participent pas à l'hydratation;
- Le laitier et KFA (en bleu Figure 4-6) ont une composition équilibrée entre les trois pôles CaO, SiO₂ et Fe₂O₃-Al₂O₃. Cet équilibre entre chaux, silice et oxydes d'aluminium et de fer pourrait leur conférer des propriétés hydrauliques, c'est-à-dire que la prise en masse ne nécessite pas ou peu d'apport en chaux. Les taux de substitution envisageables sont alors plus importants que pour les sous-produits riches en silice;

La perte au feu (LOI) permet également de caractériser la réactivité des sous-produits. Ainsi une perte au feu élevée pour les WBA (35.6%) et CKD (23.8%) pourrait être due à la présence de carbone minéral (carbonates) ou organique.

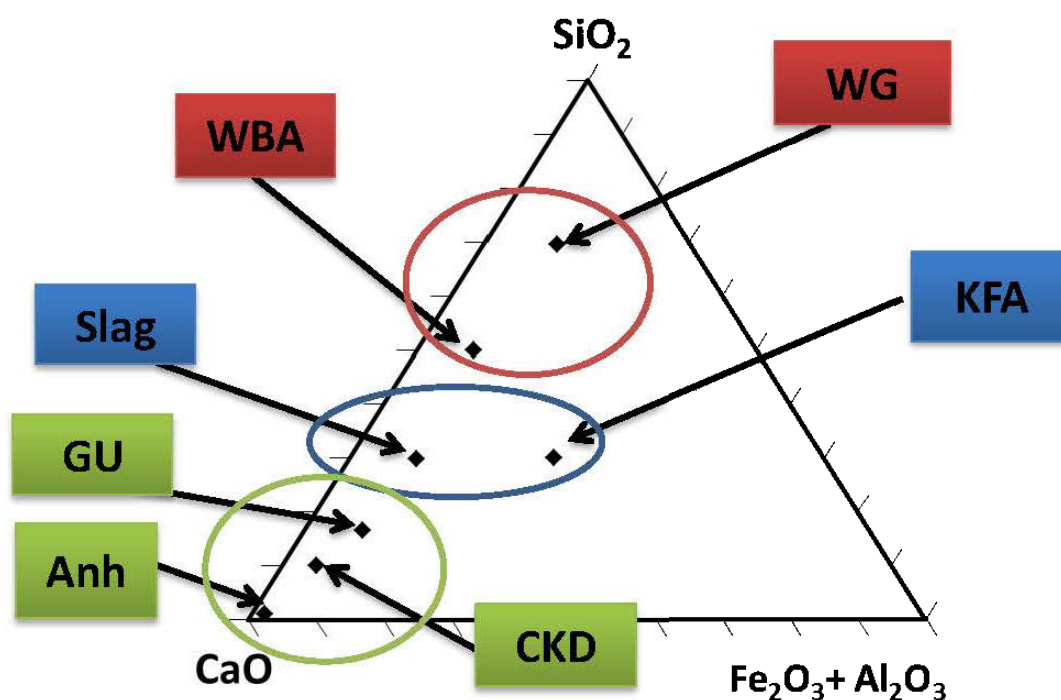


Figure 4-3 : Projection de la composition chimique des sous-produits dans le diagramme ternaire CaO-SiO₂-Al₂O₃+Fe₂O₃

Tableau 4.4 : Résultats d'analyse chimique des résidus et eaux interstitielles

Sulfates solubles eau des pores (mg/L)	
Eau de pores R1	5633
Eau de pores R3	5483
Soufre et carbone totaux résidus (%) (XRF)	
S _{total}	18.21
C _{total}	0.03
Composition en oxyde résidus (%)	
SiO ₂	49.7
Al ₂ O ₃	9.35
Fe ₂ O ₃	23.1
CaO	0.68
MgO	0.22
Na ₂ O	0.58
K ₂ O	0.9
TiO ₂	0.4
LOI	13.7

Tableau 4.5 : Composition chimique des liants et sous-produits cimentaires utilisés

Composition chimique (%)	GU	Slag	KFA	WG	WBA	Anh	CKD
SiO₂	16.6	29.93	16.9	69.6	31.7	0.25	10.1
Al₂O₃	5.14	9.86	6.7	2.16	5.88	0.07	3.23
Fe₂O₃	3.4	0.04	2.65	0.42	2.41	0.09	1.85
MgO	2.19	9.92	2.17	1.08	2.09	0.07	1.16
CaO	67.8	40.56	46.3	10.7	15.2	43.3	35.6
Na₂O	0.84	0.81	1	12.2	1.64	0.06	0.94
K₂O	1.06	0.52	0.81	0.64	2.35	0.02	10.2
TiO₂	1.3	1.68	1.19	0.07	0.39	< 0,01	0.17
LOI	1.61	1.08	10.5	1.57	35.6	1.45	23.8

LOI = Perte au feu

4.3 Résultats d'analyse minéralogique

4.3.1 Résidus

Les résultats d'analyse chimique sont en concordance avec les résultats de la DRX, qui montrent l'abondance des silicates (quartz, labradorite et chamosite) et de la pyrite (Figure 4-4). Le gypse a été également détecté en plus faible quantité. Les observations au MEB montrent une abondance de la pyrite sous forme de petites particules libres ou en rares inclusions dans les minéraux silicatés, et par conséquent une faible partie de la pyrite est non réactive. En effet, la Figure 4-5a présente cette distribution minérale typique et la texture des résidus étudiés, tandis que la Figure 4-5b montre les rares inclusions de la pyrite dans les minéraux silicatés. Ces observations décrivent le potentiel de génération d'acidité des résidus. En effet, elles montrent une abondance des minéraux sulfureux et l'absence de minéraux neutralisants tels que les carbonates.

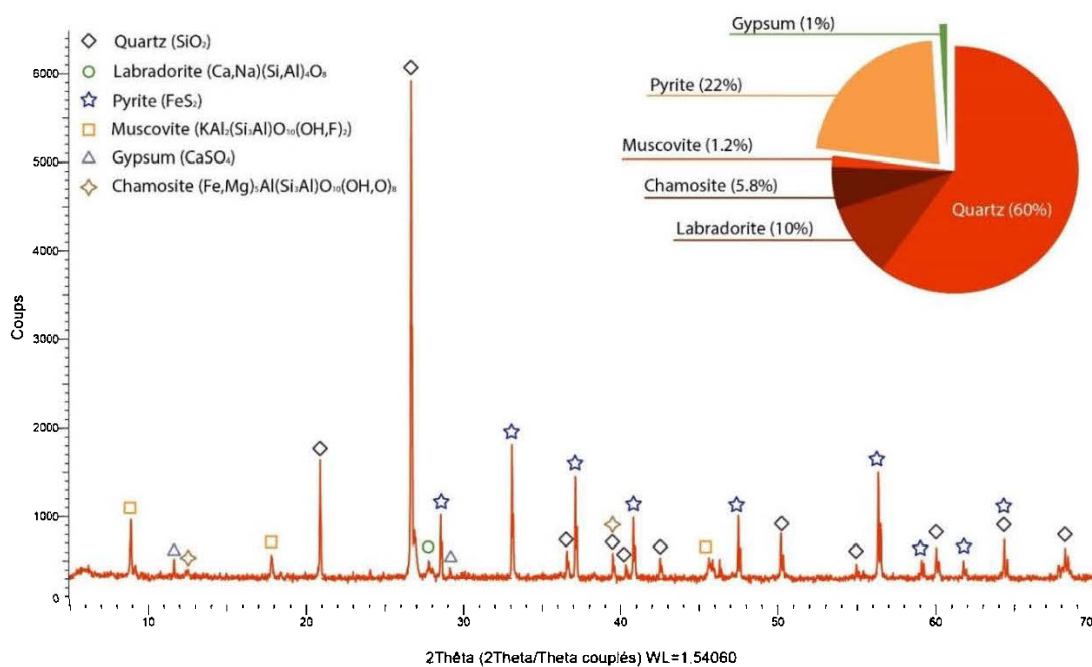


Figure 4-4 : Diffraction aux rayons X des résidus miniers

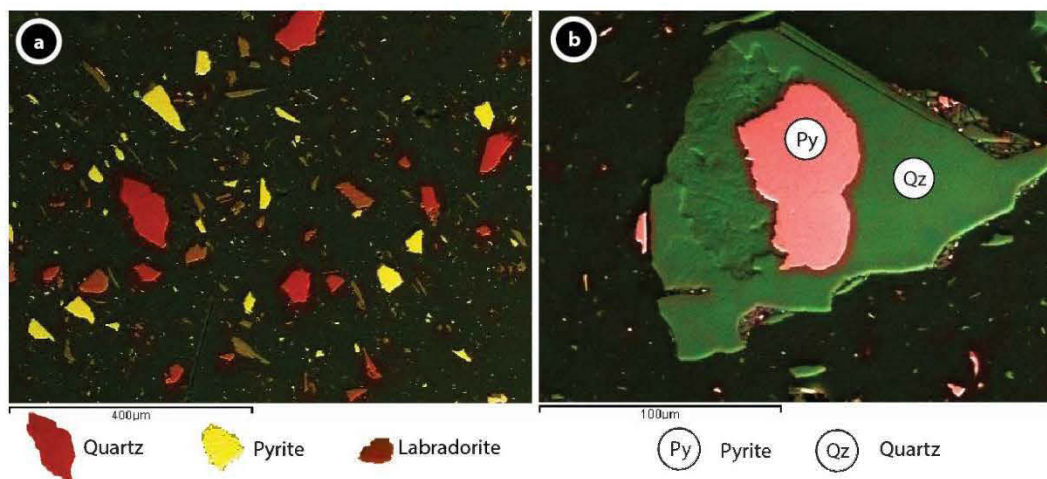


Figure 4-5 : Images en électrons secondaires et en rayons X d'un échantillon de résidus (a) distribution des minéraux (b) pyrite incluse

4.3.2 Liants

La pouzzolanité ou l'hydraulicité d'un matériau cimentaire est directement liée à sa teneur en minéraux cristallisés se solubilisant facilement (chaux, anhydrite), à sa fraction amorphe et à sa finesse. Ainsi, les sous-produits ayant une fraction amorphe élevée présentent généralement de bonnes propriétés liantes. L'analyse minéralogique des sous-produits (Tableau 4.6) met en évidence des phases cristallisées suffisamment solubles pour participer à l'hydratation (portlandite, chaux, gypse, anhydrite) ainsi que des minéraux inertes ne participant pas ou peu à l'hydratation, dont le quartz et la calcite. Par conséquent, la quasi-totalité du calcium présent dans les KFA, WBA et CKD ne participe pas à l'hydratation car est présent sous forme de calcite (respectivement 36.47%, 34.95% et 67.86%). La perte de masse de WBA (35%) à 1000°C correspond à la perte en carbone minérale (calcite : 35%) mais également à l'oxydation du carbone organique (en accord avec la BET particulièrement élevée).

Tableau 4.6 : Composition minéralogique des sous-produits (semi-quantification par la méthode de Rietveld, exprimée en % de la fraction cristallisée de l'échantillon)

Minéraux	KFA	WG	WBA	Anh	CKD
Quartz	5.9	100	23.4		5.1
Anhydrite	16.4		3.1	93	
Fluorite				6.3	
Calcite	36.5		34.9		67.9
Albite	5.8		23.9		
Hematite	6.1				
Pseudobrookite	7.1				
Siderite	5.7				2.2
Orthoclase			12		
Titanite			2.6		
Dolomite					9.3
Rosenhahnite					3.2
Gehlénite					11.8
Portlandite	15.7				

CHAPITRE 5 ARTCLE 1 : DEVELOPMENT OF NOVEL TECHNIQUES TO ENHANCE THE MECHANICAL PERFORMANCES OF PASTE BACKFILL

Le premier volet du projet de recherche à savoir l'utilisation des liants alternatifs a fait l'objet d'un article de conférence (Paste 2016) présenté à Santiago (Chili). Cet article est présenté par Mohamed B.C Mangane, Rabei Argane, Mostafa Benzaazoua et Romain Trauchessec.

5.1 Abstract

The objective of the present research is to evaluate the use of alkali-activation and alternative binders (wood bottom ashes (WBA), micronized glass wastes (WG), paper sludge ash (KFA), cement kiln dusts (CKD) and anhydrite) to produce cemented paste backfills (CPB) with higher mechanical properties and lower costs than common CPB formulations (using Portland cement (GU) and slag). To attain this aim, the Taguchi's experimental design regarding mechanical strength development was firstly used to determine optimal recipes with alternative binders. Then alkali-activators were added to these recipes in order to improve their mechanical strengths. CPBs were formulated with filtered mill tailings from LaRonde mine (Agnico-Eagle) and traditional binders such as Portland cement and ground granulated blast furnace slags were used as reference mixtures. A technical-economic comparison was also conducted to evaluate cost differences between the proposed innovative formulations and the commonly used CPB. The obtained results showed that optimal recipes allowed substituting around 30% of common binders (GU and slag) by alternative by-products that have low or no commercial value. In addition, alkali-activation enhanced the mechanical performances of CPBs, which attained at 28 days 1315 kPa, 1402 kPa and 1300 kPa for WBA, KFA and WG, respectively. Furthermore, economic comparison shows that optimal recipes using by-products and alkali activation allowed significant savings and ensured similar mechanical performances.

5.2 Introduction

The Mining industry generates large volumes of solid wastes, which consist of waste-rocks and mine tailings. Both wastes are generally stored on the surface in tailings ponds or waste-rock piles. These wastes are also characterized by the presence of sulfides, which in contact with air and water can cause acid mine drainage with very low pH and leaching of heavy metals. This effect is much more problematical for tailings because they are more reactive due to their fineness. Currently, the mining laws are increasingly challenging and restoration is becoming more costly, hence the need for integrated and sustainable alternative solutions for efficient mine waste management.

One of the most used alternative methods to manage tailings is to use these materials to produce cemented paste backfill (CPB), which consists of a mixture of filtered tailings, hydraulic binders and water. This technique has various technical, economic and environmental benefits that reside mainly in reducing ecological impacts related to surface disposal of mine tailings and increasing availability of ore reserve by acting as secondary ground support pillars. Three types of binders are commonly used namely Portland cement (GU), mixture of 80% ground granulated blast furnace slags and 20% Portland cement and blends of 30-50% coal fly ash (type C or F) and 50–70% of Portland cement (Peyronnard et al., 2012). The Binder' content of these materials, ranging from 3% to 7% of tailings dry mass, provides adequate mechanical strength of the mixtures. There are two kinds of binder: hydraulic binder (Portland cement) which sets in aqueous phase and pozzolan binder (slag) which needs a source of calcium hydroxide and water to harden. Pozzolan binders are defined as siliceous or alumino-silicate material having no or low binding properties, but can react with an activator (as calcium hydroxide) and water to form a cement (Peyronnard et al., 2011). They are characterized by high silica content, high amount of amorphous phase and high specific surface area.

Binders make up to 80% of the cost of backfilling (Gauthier, 2004). Traditional binders costs are directly linked to energy cost which constantly increases. These insights underline the importance of satisfactory binder hydration and highlight the significance of finding innovative techniques that may reduce binder costs. Previous studies (Peyronnard et al., 2011, 2012) showed that some industrial by-products with no or low commercial values such as wood bottom ashes, micronized glass wastes, paper sludge (pozzolan cement) cement kiln dusts and anhydrite (activators) can

substitute between 35% and 45% of expensive binders. However, substitution of traditional binders (GU, Slag) by industrial by-product based binders produce CPB with lower mechanical strength in comparison to common binders. Hence, the significance of finding new ways to produce CPB formulated with low cost alternative binders.

Pozzolan cement hydration needs a source of lime which has two roles in order to enhance pH value that allows dissolution of cement and precipitation of mineral hydrates (Ercikdi et al., 2009). Therefore, any material which plays these two roles can act as an activator. Indeed aqueous sodium silicate and sodium hydroxide was used as activators in formulation of CPB with Slag (pozzolan cement) (Cihangir et al., 2011). Results showed that adding these materials enhanced the mechanical strength of CPB. Furthermore addition of 0.3% of sodium silicate by dry mass of tailings allowed CPB to reach higher mechanical performance than CPB formulated with traditional binders (blend of GU-Slag) (Kermani et al., 2015). The relevant mechanism is geopolymerization which is transformation of pozzolan binders from the amorphous phase into very compact well-cemented composites (Palomo et al., 1999). Indeed, when pozzolan binders are in contact with an alkali solution, there is the leaching of Si^{4+} , Al^{3+} and other ions which bond each other to form a compacted structure (Van Jaarsveld et al., 1999).

The main goal of this work is to create low cost binders which provide optimal substitution of traditional binders with alternative by-products that are more efficient than traditional binders. To reach this aim, by-products based binders (wood bottom ashes, micronized glass wastes, cement kiln dusts and anhydrite, paper sludge ash) are used in the formulation of CPB. Optimization of CPB recipes are performed by using the Taguchi experimental design in regard to mechanical strength development. The Taguchi method is an experimental design method which consists of performing a series of experiments aimed at reducing the number of test runs while increasing the number of factors studied by detecting interactions between factors and optimal responses. When optimal recipes are detected then alkali solution (aqueous sodium silicate) was added to enhance mechanical properties of CPB. Finally, a technical-economic comparison was also conducted to evaluate cost differences between the proposed innovative formulations and the commonly used CPB.

5.3 Materials and methods

5.3.1 Materials

In this study, the filtered tailings used for CBP formulations were collected from a gold mine in Abitibi-Témiscamingue region (Canada). In the laboratory, these filtered tailings were homogenized and poured into hermetically sealed buckets. Formulations were performed immediately.

A blend of 80% of ground granulated blast-furnace slag with 20% Portland cement was used as the reference binder. Binder content was 5 % of dry mass of tailings.

Industrial by-products were used as binder substitute and these were composed of:

- Wood bottom ashes (WBA): bottom ash from wood waste combustion in a cogeneration power plant. These are a mixture of mineral phases (quartz, albite) and unburned organic carbon;
- Micronized glass wastes (WG): post-consumer glass that cannot be recycled in glass production because of its color or its chemical composition (technical glass). WG is mainly composed of amorphous SiO_2 ;
- Kruger fly ash (KFA): paper sludge ashes, resulting from the incineration of sludge paper mixed with biomass wastes. These materials are from the Kruger plant;
- Cement kiln dust (CKD): dust collected from Portland clinker kiln fume. CKD are mainly composed of Portland cement, raw materials (clay and limestone) and combustion residue;
- Anhydrite (Anh): fluorgypsum (anhydrite) resulting from aluminum production using the BUSS process (reaction between fluorite and sulphuric acid to produce hydrogen fluoride). Fluorgypsum is composed of anhydrite and fluorite.

FloatSil™ (commercial name of liquid sodium silicate), supplied by National Silicates was used as the activator at proportion of 0.3% by dry mass of tailings

5.3.2 Characterization

5.3.2.1 Tailings characterization

Physical analysis was conducted by determining particle size distribution (using Malvern Mastersizer with laser diffraction technique) followed by specific surface area and specific gravity performed with helium pycnometer, nitrogen adsorption, and the BET method, respectively.

Mineralogy was determined by X-ray diffractometry (XRD) using a D8 advance from Bruker. The Rietveld method (TOPAS software) was used for semi-quantification purpose.

The chemical composition of solids was determined by using X-ray fluorescence (Bruker, Tiger Model) and by inducting a coupled plasma-atomic emission spectroscopy (ICP-AES) following a total HNO₃/Br₂/HF/HCl digestion, while total carbon and sulphide content were determined by using LECO carbon/sulfuranalyzer (ELTRA CS-2000).

5.3.2.2 By-products characterization

Specific gravity was determined using a helium pycnometer while surface specific area was determined using nitrogen adsorption and the BET method, both with Micromeritics' apparatuses. Chemical composition was determined by using an X-ray Fluorescence (Bruker, Tiger Model).

5.3.2.3 Optimization of CBP recipes (Taguchi method)

For optimization of CBP recipes, Taguchi method, which is a set of experiments designed by an orthogonal array (each value of each parameter is tested once with each value of the other parameters), was used. In this study, there are four parameters and 3 values (values were determined in previous studies (Peyronnard et al., 2011, 2012) and each parameter (Table 5.1) make a set of nine mixtures for each by-product. Furthermore, to maximize mechanical strength's development for each experiment, the factor (larger is better) of each parameter was calculated, the average of these factors was computed. The optimal value of a given parameter is the value giving the highest average's factor. More details of Taguchi method can be found in (Chaulia et al., 2008; Peyronnard et al., 2012; Taguchi, 1987).

Table 5.1 : Values and parameters of CBP recipes optimization

Parameters	Value 1	Value 2	Value 3
By-product/activator			
Waste glass	20-80	35-65	50-50
Kruger fly ash and Wood bottom ash	20-80	30-70	40-60
Kind of activator	GU 100	GU-Anh 70-30	GU-Anh 60-40
Slag – Kruger fly ash (KFA) (in% of 50 % of binder content)	Slag 100	Slag-KFA 90-10	Slag-KFA 80-20
CKD content (in% of binder content)	0	5	10

5.3.2.4 CPB mixtures preparation

Two sets of CPB mixtures were prepared using a bread type mixer. For partial substitution of traditional binders with pozzolan cement, binder is added into 5% of dry mass of tailings for 60 s before mixing in with water. Finally supplementary water was added gradually to reach the target consistency (slump=180 mm \pm 10 mm measured with Abrams cone) while CPB formulated with alkali materials, binders and alkali-solution were mixed, firstly, for 60 s after tailings and water were added. The specimens were cured in a humidity chamber at controlled ambient temperature (25°C) and more than 90% of humidity.

5.3.2.5 UCS determination

For each curing time (7, 28 and 90 days), specimens were subjected to uniaxial compression test to determine their unconfined compressive strength (UCS). UCS was performed on a hydraulic press MTS 10 G/L with a capacity of 50 kN. The tests were carried out in triplicate, and the resistance values given in the following is the average value of these three tests. The water content of each broken tube of CPB was measured by drying in an oven at 40° C.

5.4 Results and discussion

5.4.1 Characterization

Figures 5-1 and 5-2, Tables 4.2 and 4.3 present the physical, chemical and mineralogical characterization of materials used in this study. It can be seen that tailings had a fine grain size distribution (GSD) (35% of tailing's particles had less than 20 μm) and were also characterized by high sulphur content (approximately 18%) (Table 4.3). Pyrite was the major sulphur mineral phase (Figure 5-2).

Chemical and physical characterization of by-products presented in Table 4.2 and Table 4.3 showed that:

- By-products had fineness similar to typical binders (specific surface area between 0.77 and 43.38 m²/g)
- WG and WBA are siliceous pozzolan which require an amount of lime for their hydration while KFA presents equilibrate composition in term of lime alumina and silica which is very similar to the chemical composition of slag
- CKD and Anh can be used as activators because they are enriched in calcium 35.6% and 43.3% respectively (Table 4.2). They can substitute GU as a calcium source.

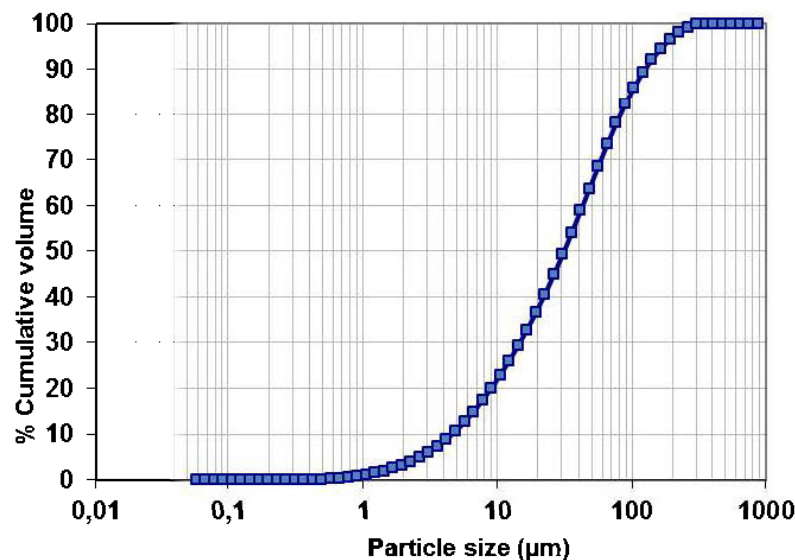


Figure 5-1 : Grain size distribution of tailings

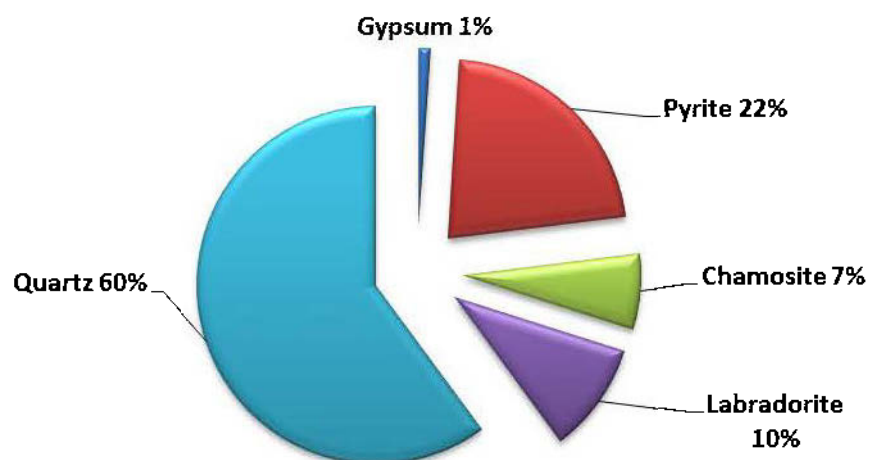


Figure 5-2 : Mineralogical composition of tailing sample

Table 5.2 : Physical and chemical properties of tailing sample and by-products

Physical properties	Tailings	Kruger fly ash	Waste glass	Wood bottom ash	Anhydrite	Cement kiln dust
Specific gravity (g/cm ³)	3.28	2.92	2.53	2.26	2.95	2.77
Specific surface area (m ² /g)	1.69	4.43	0.77	43.28	1.31	2.25
Oxide composition (%)						
SiO ₂	49.7	16.9	69.6	31.7	0.25	10.1
Al ₂ O ₃	9.35	6.7	2.16	5.88	0.07	3.23
Fe ₂ O ₃	23.1	2.65	0.42	2.41	0.09	1.85
MgO	0.22	2.17	1.08	2.09	0.07	1.16
CaO	0.68	46.3	10.7	15.2	43.3	35.6
Na ₂ O	0.58	1	12.2	1.64	0.06	0.94
K ₂ O	0.9	0.81	0.64	2.35	0.02	10.2
TiO ₂	0.4	1.19	0.07	0.39	< 0,01	0.17
LOI	13.7	10.5	1.57	35.6	1.45	23.8

Table 5.3 : Chemical composition of tailing sample

Total Sulphid/Carbon	
S _{total} (%)	18.21
C _{total} (%)	0.03
Minor elements (mg/kg)	
As	71
Cd	<5
Co	<5
Cr	132
Mn	116
Mo	<5
Ni	<5
Pb	<5
Zn	1251

5.4.2 Mechanical strength development and economic comparison

Table 5.4 presents optimal values of each parameter at a given curing time. The general observation was that optimum values were different at each curing time for the parameters: kind of activator, Slag-KFA and CKD content. While by-products/activator parameters optimum values did not vary much at each curing time considering wood bottom ash and waste glass by-products. However, for Kruger fly ash by-product, optimal values did not vary at each curing time. Indeed, addition of cement kiln dust and anhydrite allowed achieving the best mechanical strength for a short and medium term (7 days and 28 days). Furthermore, activation by GU alone and addition of Slag (50%) gave better development of the mechanical strength for a long term (90 days). Therefore, considering 28 days of curing time, optimal recipes which were binders added into a 5% of dry mass of tailing, constituting 13.5% of WBA, 22.05% of GU, 9.45% of Anh, 45% of Slag, 5% of CKD and 5% of KFA (13.5WBA-22.05GU-9.45Anh-45Slag-5CKD-5KFA) for wood bottom ash by-product. In the same way optimal recipes for Kruger fly ash and

micronized glass wastes were respectively (14KFA-25.2GU-10.8Anh-45Slag-5CKD) and (15.75WG-20.48GU-8.78Anh-45Slag-5CKD-5KFA).

Figures 5-3a, 5-3c and 5-3e show that mechanical strengths of different formulations with optimal recipes for WBA (13.5WBA-22.05GU-9.45Anh-45Slag-5CKD-5KFA), KFA (14KFA-25.2GU-10.8Anh-45Slag-5CKD) and WG (15.75WG-20.48GU-8.78Anh-45Slag-5CKD-5KFA) reached over 1000 kPa at 28 days of curing time 1097 kPa, 1113 kPa and 1167 kPa respectively. This evolution was maintained over 90 days of curing time which is the required mechanical strength to open a stope with an exposed face (Brackebusch, 1994). However optimal recipes cannot compete with the blended GU-Slag 20-80 used as reference. Nevertheless, CPB formulated with optimal recipes may be used as secondary ground support for mining because their mechanical strengths reached over 1000 kPa at 28 days of curing time. Furthermore, optimal recipes allowed substituting 33%, 30% and 35% of expensive binders (GU and Slag) with alternative binders with low or no commercial value for WBA, KFA and WG respectively.

Figures 5-3b, 5-3d and 5-3f show that adding 0.3% of sodium silicate allowed enhancement of the optimal recipes mechanical strength. Indeed, at seven day of curing time, mechanical strengths of CPB formulated with optimal recipes reached 84%, 97% and 83% of mechanical strength of CPB formulated with blended GU-Slag for WBA, KFA, and WG respectively. This evolution was maintained over 28 days of curing time. Indeed mechanical strengths of optimal recipes reached 1315 kPa, 1402 kPa and 1300 kPa for WBA, KFA and WG respectively. Therefore, it can be observed that KFA with sodium silicate type N gave similar mechanical strength as the reference blended of GU-Slag.

For economic comparison, CBP formulation parameters consisted of 5% of binder content, 78% of percentage solid with binder costs for mines in the Abitibi region (Canada) as follows: \$210/t for Slag, \$195/t for GU, and \$50/t for industrial by-products which correspond to their transportation cost. Therefore, binder costs per ton of backfill are \$7.7, \$5.7, \$5.95 and \$5.66 for blended GU-Slag optimal recipes of WBA, KFA, and WG respectively with saving of \$1.93, \$1.75, and \$2.04 for optimal recipes of WBA, KFA, and WG respectively. Adding sodium silicate on optimal recipes of industrial by-products came to \$1.5 per ton of backfill and allowed reaching similar mechanical strengths of reference GU-Slag and savings per ton of backfill of \$0.41, \$0.23 and \$0.53 for optimal recipes of WBA, KFA and WG respectively.

Table 5.4 : Optimal values of each parameter at given curing time

	Curing time (day)	By-products/activator (%wt)	Kind of activator	Slag-KFA (%wt)	CKD (%)
WBA	7	40-60	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	28	30-70	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	90	30-70	GU	Slag 50	0
KFA	7	30-70	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	28	30-70	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	90	30-70	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
WG	7	35-65	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	28	35-65	GU-Anh 70- 30	Slag-KFA 45-5	5
	90	35-65	GU	Slag 50	0

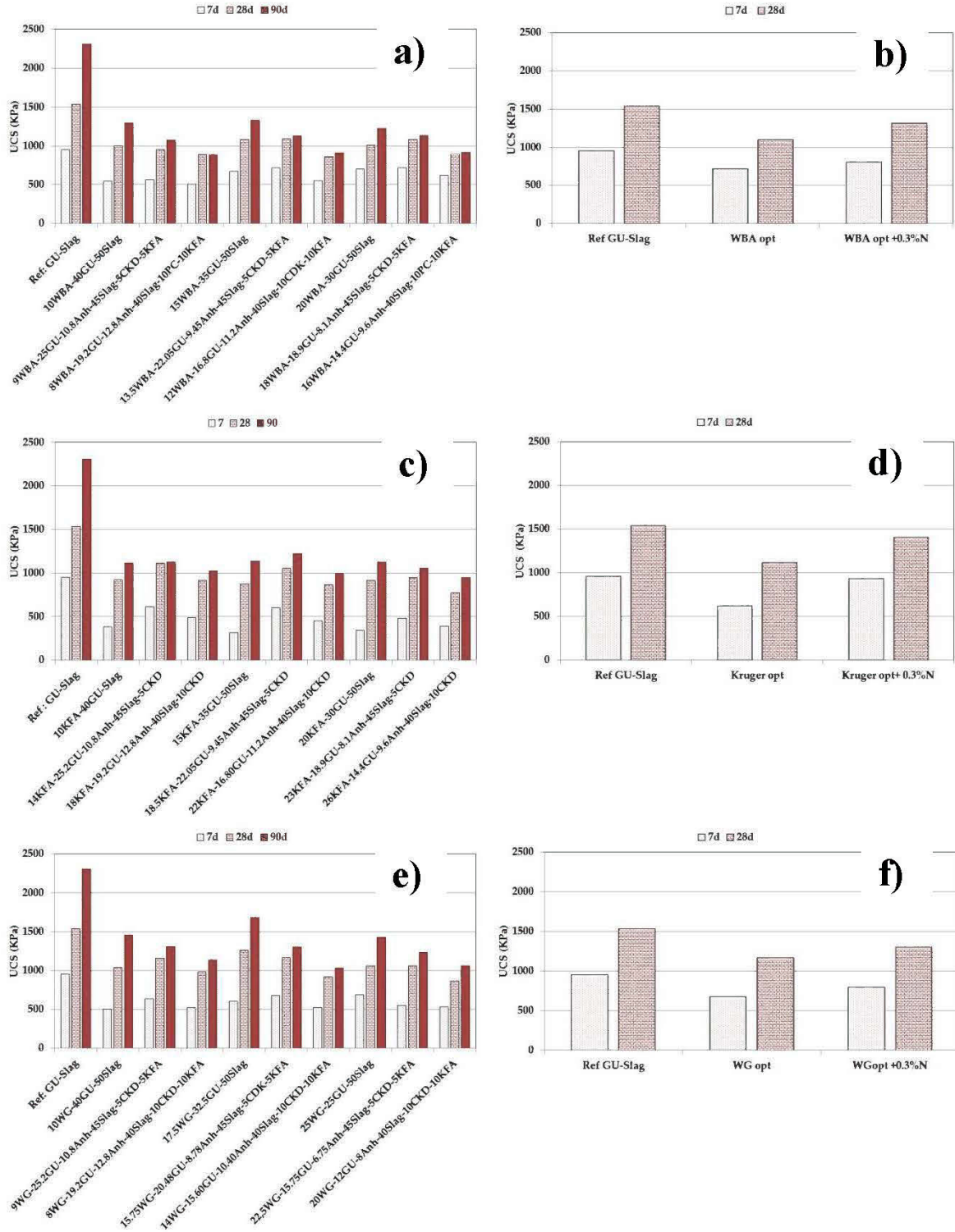


Figure 5-3 Mechanical strength of nine experiments of Taguchi method and addition of sodium silicate with optimal recipes of by-products a-b) WBA, c-d) KFA, e-f) WG

5.5 Conclusion

The main goal of this paper was to create low cost binders by substituting traditional binders with alternative by-products with low or no commercial values. To reach this aim Taguchi method was used to formulate optimal recipes with a substitution around 30% of common binders with alternative by-products. These optimal recipes can be used for mine backfilling operations because their mechanical strengths reached over 1000 kPa for 28 days of curing time and maintained this value over 90 days of curing time. However, optimal recipes did not compete with blended GU-Slag but adding 0.3% of sodium silicate by dry mass of tailings allowed to enhance mechanical strengths of optimal recipes of by-products. Indeed, mechanical strengths of optimal recipes at 28 days of curing time reached 1315 kPa, 1402 kPa and 1300 kPa of WBA, KFA and WG respectively where mechanical strength of blended GU-Slag at 28 days of curing time was 1525 kPa. Furthermore, economic comparison shows that optimal recipes of by-products allowed an average saving of \$1.9 per ton of backfill. In addition, the use of sodium silicate allowed an average saving of \$0.4 giving similar mechanical strength as the reference GU-Slag. Moreover, substitution of common binders with alternative binder presents important environmental benefits by reducing greenhouse gas emission and the impact related to by-products storage.

5.6 References

- Brackebusch, F. (1994). Basics of paste backfill systems : F. W. Brackebusch, *Mining Engineering*, 46(1), 1994, pp 1175–1178. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 32(3), A122. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0148-9062\(95\)90153-V](http://dx.doi.org/10.1016/0148-9062(95)90153-V)
- Chaulia, P. K., & Das, R. (2008). Process parameter optimization for fly ash brick by Taguchi method. *Materials Research*, 11(2), 159-164.
- Cihangir, F., Ercikdi, B., Kesimal, A., Turan, A., & Deveci, H. (2012). Utilisation of alkali-activated blast furnace slag in paste backfill of high-sulphide mill tailings: Effect of binder type and dosage. *Minerals Engineering*, 30, 33-43.
- Ercikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., & Alp, İ. (2009). Utilization of industrial waste products as pozzolanic material in cemented paste backfill of high sulphide mill tailings. *Journal of Hazardous Materials*, 168(2–3), 848-856. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.02.100>
- Gauthier, P. (2004). Valorisation des liants et des rejets industriels dans les remblais miniers. *DESS Thesis, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue Rouyn-Noranda, Canada*.
- Kermani, M., Hassani, F., Aflaki, E., Benzaazoua, M., & Nokken, M. (2015). Evaluation of the effect of sodium silicate addition to mine backfill, Gelfill– Part 1. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*.
- Palomo, A., Grutzeck, M., & Blanco, M. (1999). Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1323-1329.
- Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2011). Estimation of the cementitious properties of various industrial by-products for applications requiring low mechanical strength. *Resources, Conservation and Recycling*, 56(1), 22-33. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.08.008>
- Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2012). Alternative by-product based binders for cemented mine backfill: Recipes optimisation using Taguchi method. *Minerals Engineering*, 29(0), 28-38. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2011.12.010>
- Taguchi, G. (1987). System of experimental design; engineering methods to optimize quality and minimize costs.
- Van Jaarsveld, J., & Van Deventer, J. (1999). Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 38(10), 3932-3941.

CHAPITRE 6 ARTICLE 2: INFLUENCE OF SUPERPLASTICIZERS ON MECHANICAL PROPERTIES AND WORKABILITY OF CEMENTED PASTE BACKFILLS

Le second volet (utilisation des superplastifiants) est sous forme d'article de revue qui est soumis pour publication au journal «Cement and Concrete Research». Cet article est présenté par M B C. Mangane, R. Argane, R. Trauchessec, A. Lecomte et M. Benzaazoua

6.1 Abstract

This paper presents new insights into mechanical properties and workability of cemented paste backfills (CPB) including various superplasticizers. Effects of these admixtures on cement hydration were also presented. Five admixtures belonging to the main superplasticizers groups (Lignosulfonate, Naphthalene, Melamine and Polycarboxylate) were used at 5, 7 and 10% by dry mass of binder (a mixture of OPC 20% and Slag 80%). Effect on CPB formulated with OPC and the most effective superplasticizer was also studied. Results showed that impact of superplasticizers on CPB performances depends on admixture type and dosage. Polycarboxylate presented best whole performances and allowed achieving target consistency at lower water content (between 6 to 10%) without altering the mechanical strength. Results also revealed that a reduction in binder content (from 5 to 3%) could be achieved conserving their strength when using polycarboxylate admixtures in CPB formulations.

6.2 Introduction

The utilization of cemented paste backfill (CPB) has become an essential component of underground mining in the last two decades (Benzaazoua et al., 2002; Benzaazoua et al., 1999). This increasing prominence of CPB in comparison to other backfill types is firstly related to their mechanical properties, which corroborate their use as ground support. In fact, CPB may be used as floor, wall or head covers to enhance ore recovery (Belem et al., 2007). Its additional attractive advantage is the reduction of tailings volume that requires surface disposal and may generate significant ecological disruptions if it is not properly monitored. CPB consists essentially of a hydraulic binder (between 3 and 7 wt %), thickened and/or filtered tailings and water (added to achieve the desired consistency). The most common binder used for the manufacture of CPB is

ordinary Portland cement (OPC). Various researches showed also the possible use of pozzolanic materials (e.g. fly ash and blast-furnace slag or a combination of these) (Benzaazoua et al., 2002), which may significantly influence CPB mechanical and rheological performances. Although, CPB technology has some environmental and economic benefits, paste fill practices still have some concerns related to its costs and transportation. De Souza *et al.* (2003) reported that paste fill practices consume significant amounts of binders (100 thousand tons per year), which represent up to 80% of backfilling cost charge (Gauthier, 2004), and transportation system failures are mainly represented by pipeline plugs. CPB properties (mechanical strength and flowability) depend on physical, chemical and mineralogical characteristics of the tailings (Benzaazoua et al., 1999). In fact, the presence of iron sulfide minerals within mine tailings has a well-known deleterious effect on CPB performances due to sulfate attack (Benzaazoua et al., 1999). It is also important to underline that CPB is commonly transported from the paste plant to the underground openings, necessitating the use of sufficient water to achieve the desired consistency. Indeed, a high water-to-cement (w/c) ratio may lower strength and durability performances of CPB (Benzaazoua et al., 2002). Therefore, the main challenge in CPB production is the use of appropriate water content, binder proportion and type to reach the desired consistency and strength, while reducing its costs without altering long terms durability performances.

In this perspective many authors worked on innovative techniques to reduce binder costs and enhanced flow characteristics. On the one hand, substituting traditional and expensive binders with alternative binders (wood bottom ashes, micronized glass wastes, paper sludge, cement kiln dusts and anhydrite) which have low or no commercial values (Mangane et al., 2016; Peyronnard et al., 2011, 2012). Peyronnard *et al.* (2012) reported that between 35% and 45% of industrial by-products can substitute common binders (GU and Slag). However, all tested alternative binders produced CPBs with insufficient mechanical strength compared to those of common binders. Mangane *et al.* (2016) showed that around 30% of substitution can be made with alternative binders and alkali-activation of CPB formulated with industrial by-products allowed to reach similar mechanical strength of traditional binders. It is important to notice that previous works did not assess effects of by-products on CPB flow characteristics. On the other hand, Erismann *et al.* (2016) reported that incorporating superplasticizers (Lignosulfonate, Naphthalene and Polycarboxylate based products) in CPB formulations have some benefits that are namely the

reduction of binders' consumption and the enhancement of CPB properties. Indeed, one way to enhance mechanical properties of cement-based materials is to reduce the mixing water amount. There are some chemical admixtures (e.g. superplasticizers) that allowed achieving target consistency with a reduced water contents (Ercikdi et al., 2010). These additives are defined as organic polymer molecules with the faculty to adsorb on cement particles and thus cause their dispersion through internal electrostatic and steric forces. The predominant dispersant chemistry available in admixtures today is classified in four families: lignosulfonate, sulfonated naphthalene formaldehyde, sulfonated melamine formaldehyde and polycarboxylate. They affect the microstructure of cement pastes by reducing significantly their porosity and permeability (Papayianni et al., 2005). These chemical admixtures were intensively evaluated for their use in concrete preparation. Added with a dosage less than 5%, they allowed to reduce water demand up to 30% while increasing workability, mechanical and rheological performances as well as durability of concretes (Mailvaganam et al., 2002). However, for CPB only few studies were conducted to evaluate their influence and performances due to additional costs involved and limited knowledge about admixture benefits (Farzam et al., 1998). The particularity of CPB is that during its upstream preparation, flocculent polymers are added in order to help the thickening and filtration processes. These additives may also adsorb on particles and neutralize its charge. This might involve competition between antagonistic forces, and increase superplasticizer demand (Yammamuro, 1997), which can cause a delay in setting time (Khayat, 1998). In addition, cement content in CPB is so weak and superplasticizers are consumed with tailing particles in larger scale. Therefore, more finely are tailing particles, higher will be superplasticizer demand (Erdođdu, 2000).

Ercikdi *et al.* (2010) studied the effect of lignosulfonate (EUCCO-FILL 30), naphthalene sulfonate (IKSAMENT NS) and polycarboxylate-based admixtures (POLYCAR-100) on CPB performances. Paste fills were formulated using OPC and Portland composite cement. The required dosage to reach the targeted slump (7'') was 7%, 6% and 5.4% (by dry mass of binder) for lignosulfonate, naphthalene sulfonate and polycarboxylate-based admixtures respectively. Authors reported that admixtures lowered water content (~6.6%), enhanced CPB mechanical properties (between 20 to 50%) and could be exploited for CPB of sulphide-rich tailings. Furthermore, admixtures enhanced CPB durability, the mechanical strength loss of CPB formulated with OPC was between 1-8% (with admixtures) and 25% (without admixtures).

Simon *et al.* (2011) investigated the effects of polycarboxylate-based admixture on flow characteristics and mechanical properties of CPB formulated with Portland cement. Results showed that addition of 4% (by dry mass of binder) of polycarboxylate-based admixture decreased fresh paste yield stress from 1000 Pa to 3 Pa but workability loss seemed to occur over the time. The mechanical strength, also, increased from 450 kPa to 1000 kPa. Moreover, Ouattara *et al.* (2013) reported that incorporating polycarboxylate based-admixtures enhanced significantly flow characteristics of CPB formulated with Portland cement and blended Portland cement-Slag (20-80). However, additional data is required especially for composed binders (OPC 20% and Slag 80%) commonly used in the mining industry and their effect at different percentages.

The main objective of this work is to evaluate the influence of various superplasticizers at different dosages on CPB performances (mainly mechanical properties and workability) and cement hydration.

6.3 Materials and methods

6.3.1 Tailings sampling

The tailings studied were collected from a Canadian polymetallic site located in Abitibi region in Quebec. They were sampled directly after filtration step (solid percentage around 80%) from the backfilling process at the mine site. Arrived at laboratory, samples were homogenized, poured into hermetically sealed buckets and CPB formulations were performed immediately. Samples were also subjected to physical, chemical and mineralogical characterizations.

Grain size distribution (GSD), physical, chemical and mineralogical (XRD) properties of materials used are presented in Figure 6-1, Table 6.1, and Figure 6-2, respectively. The physical characteristics, namely the particle size distribution were determined by a Malvern Mastersizer using laser diffraction technique; bulk density and specific gravity were analyzed according to EN 1097-3 and by Micrometrics helium pycnometer, respectively. Furthermore, chemical analysis was performed using X-ray fluorescence (Bruker, Tiger Model) and by inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy (ICP-AES) following a total HNO₃/Br₂/HF/HCl digestion. Finally, mineralogy was determined by a combination of X-ray diffraction spectroscopy (XRD) and scanning electron microscope's (SEM) analysis were used to see the microstructure of CPB. XRD's analysis was carried out using a Bruker AXS D8, advance

diffractometer equipped with a copper anticathode, scanning over a diffraction angle (2θ) ranges from 5 to 60. Scan settings were 0.005° 2θ step size and 1 s counting time per step. The DiffracPlus EVA® software was used to identify mineral species. TOPAS® software implementing Rietveld refinement (Young et al., 1995) has been used to quantify the abundance of all identified mineral species. Scanning electron microscope's (SEM) observations were made on a Hitachi S-3500N, variable pressure microscope equipped with a silicon drift detector (max 20 mm²), X-ray energy dispersive spectrometer (EDS) from Oxford operated by INCA software (450 energy). The operating conditions were 20 keV, $\approx 100 \mu\text{A}$, and 15 mm working distance.

Tailings are characterized by a fine GSD (up to 38% of particles had less than 20 μm) (Figure 6-1). The chemical composition of the tailings is characterized by high SiO_2 (50%), Fe_2O_3 (23%), Al_2O_3 (9%) and S_{total} (18%) content (Table 6.1). These results are in accordance with XRD analysis, which specified the abundance of silicates (quartz, labradorite and chamosite) and pyrite (Figure 6-2). Gypsum was also detected in insignificant content. The mineralogical occurrence of pyrite was mainly in the form of liberated particles of variable sizes with rare included pyrite within silicate minerals. The acid generating and neutralizing potentials of the studied polymetallic mine tailings are $\text{AP} = 569.1 \text{ kgCaCO}_3/\text{t}$ and $\text{NP} = 2.5 \text{ kgCaCO}_3/\text{t}$, which lead to a net neutralizing potential of $\text{NNP} = - 566.6 \text{ kgCaCO}_3/\text{t}$ meaning that the tailings is highly acidic (Miller et al., 1991).

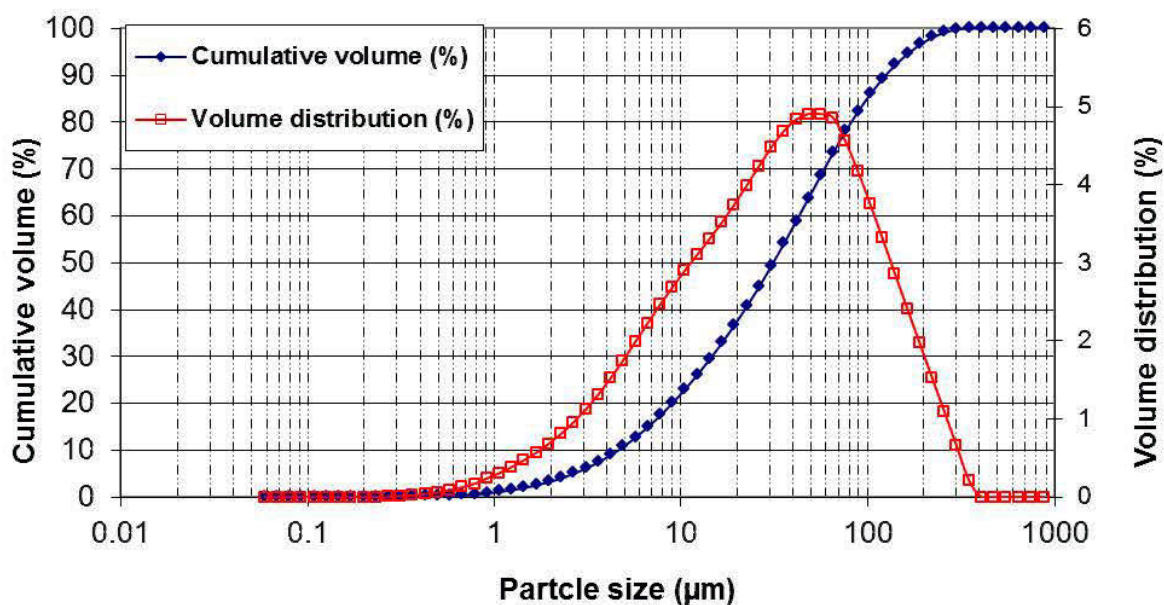


Figure 6-1 : Grain size distribution of the studied polymetallic mine tailings sample

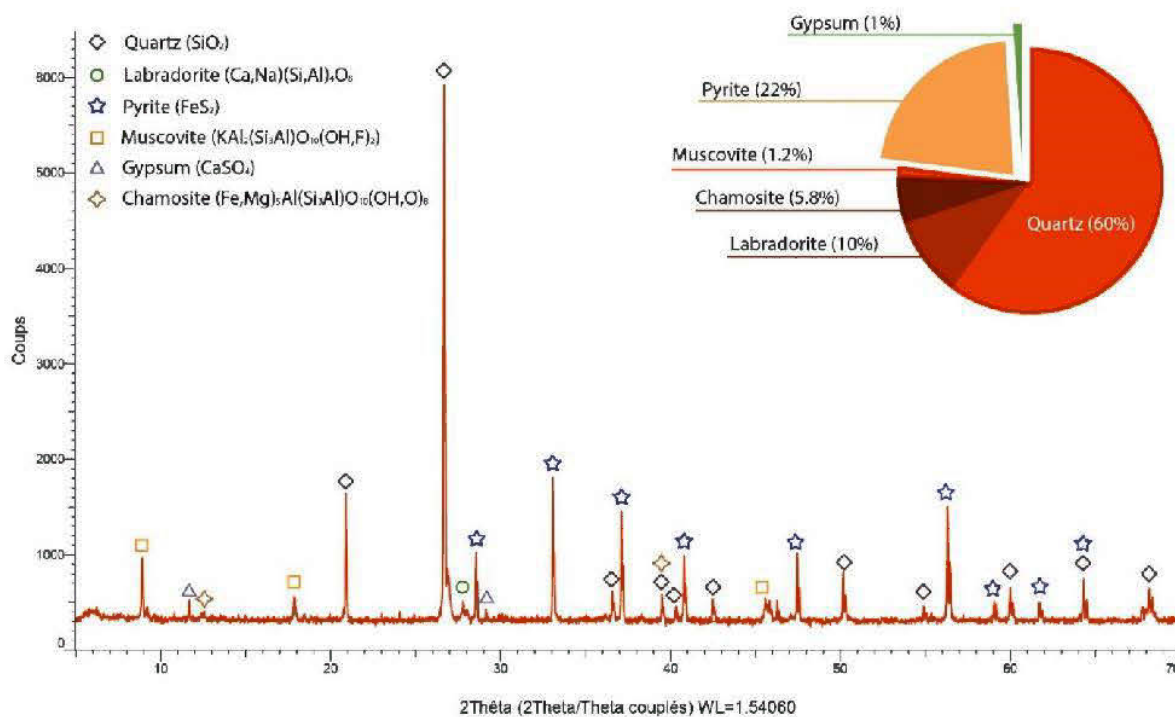


Figure 6-2 : XRD analyses and semi-quantification with TOPAS of studied polymetallic mine tailings sample

6.3.2 Binders, CPB preparation and mix design

The binders used were supplied by Lafarge Canada Inc. It is about Type I OPC (General Use GU) and a blend of GU (20%) and Slag (80%) commonly used in the Abitibi region for CPB preparation. The properties of binders are presented in Table 6.1.

Several mixtures of tailings, binders, mix water (tap water) and superplasticizers were prepared in the laboratory using a Hobart mixer. The five different superplasticizers used in this study are presented in Table 6.2. They all belong to the four different groups (Lignosulfonate, Naphthalene, Melamine and Polycarboxylate). ARBO A02L ammonium Lignosulfonate (S1), ARBO S01L sodium Lignosulfonate (S2) both were supplied by Tembec and belong to the same family of Lignosulfonate. DISAL (S3) and MELADYNE (S4) belong to sulfonated naphthalene formaldehyde and sulfonated melamine formaldehyde, respectively while MEGAPOL MP (S5) belongs to the Polycarboxylate family. All three were superplasticizers supplied by Ruetgers Polymers Ltd. It is important to notice that all superplasticizers were supplied in pure form (no mixing with other commercial chemical products).

Superplasticizers were added at three dosages: 5, 7 and 10% by dry mass of binders. These proportions were chosen based on previous work of Ercikdi *et al.* (2010) on similar materials, who stated that addition of admixtures at the proportion between 5 to 7% by dry mass of cement allowed reaching targeted consistency (τ') of CPB while solid percentage was maintained around 78% relative to the overall mass of backfill. Binders were firstly mixed with water at a dosage of 5% by the dry mass of tailings (60s). Superplasticizers are then added, after 60 seconds, at a proportion of 5, 7 and 10% by the mass of binders (0.2, 0.28 and 0.4% respectively by mass of backfill). Tailings are finally added and remaining water is gradually used to reach the desired consistency (slump = 75 mm \pm 5 measured with small Abrams cone). CPB was then mixed for another three minutes at the intermediate speed (200 rpm) of mixer. Once prepared, the pastes were poured into cylinders hermetically closed having 5 10^{-2} m. of diameter and 10 10^{-2} m height. The specimens were prepared in undrained conditions (no possible water drainage). For each curing time (7, 28 and 90 days), three specimens were prepared, in order to ensure the validity of the results. The specimens were cured in a chamber at controlled ambient atmosphere between 25 \pm 2° C and more than 90% humidity.

Table 6.1 : Physical and chemical properties of materials used in this study

	Tailings	GU	Slag
Blaine surface area (m ² /g)	--	0.5	0.5
Specific gravity (g/cm ³)	3.28	3.12	2.84
Specific surface area (m ² /g)	1.69	1.1	2.75
Bulk density (kg/m ³)	1600	--	--
Cu = D ₆₀ /D ₁₀	9.31	7	6.1
Cc = D ₃₀ ² /(D ₆₀ *D ₁₀)	1.08	0.8	0.9
D ₁₀	4.63	1.39	1.15
D ₅₀	31.31	6.75	5.18
D ₉₀	125.81	30.43	20.56
S _{total} (%)	18.21	--	--
C _{total} (%)	0.03	--	--
Oxide composition %			
SiO ₂	49.7	16.60	29.93
Al ₂ O ₃	9.35	5.14	9.86
CaO	0.68	67.80	40.56
Fe ₂ O ₃	23.1	3.40	0.04
K ₂ O	0.9	1.06	0.52
MgO	0.22	2.19	9.92
MnO	--	0.04	0.48
Na ₂ O	0.58	0.84	0.81
SO ₃	--	6.24	4.74
TiO ₂	0.4	1.30	1.68

Table 6.2 : Families and properties of the superplasticizers

	S1(NH-Ligno)	S2 (Na-Ligno)	S3 (Naph)	S4 (Mela)	S5 (Poly)
Commercial Name	ARBO A02L	ARBO S01L	DISAL	MELADYNE	MEGAPOL MP
Chemical base	Ammonium Lignosulfonate	Sodium Lignosulfonate	Naphthalene	Melamine	Polycarboxylate
pH	6.5-9.0	4-6	7-9	8-11.4	3.5-5
Density	1.23	1.20	1.19-1.24	1.12-1.32	1.083

6.3.3 Characterization of CPB properties

6.3.3.1 Slump and water demand evolution of fresh paste fill

The influences of the different superplasticizers and their dosage on CPB workability were evaluated using two tests. The first one allowed the assessment of slump using a constant solid percentage (80%): slump was measured after adding different proportion of superplasticizers (5, 7 and 10%). The second test aimed to evaluate water demand by fixing the targeted consistency (7'') : superplasticizers were first added followed by slump measurement, and then water was added until reaching the targeted slump. Slump test was performed according to ASTM C 143. Slump was measured using small Abrams cone (height 150 mm) with a target slump of 75 mm \pm 5 equivalents to 7'' with Abrams cone.

6.3.3.2 Unconfined compressive strength (UCS)

For each curing time (7, 28 and 90 days), specimens were subjected to uniaxial compression test in order to determine their unconfined compressive strength (UCS). UCS was performed on a hydraulic press MTS 10 G/L with a capacity of 50 kN. The tests were carried out in triplicate, and the mechanical strength values given in the following are the average value of these three tests. The water content of each broken tube of CPB was measured by drying it in an oven at 40°C.

6.3.3.3 Theoretical porosity

At each curing time, specimens were subjected to UCS test. Therefore, the cylinders are held then follow the measurement steps of the height, the wet, the dry mass of the specimens, and the settlement. Then, the total porosity is the calculation of the theoretical porosity (η) (Eq 6-1) made on the basis of experimental values obtained during the formulation of CPB. As UCS, tests were performed in triplicate and averages are presented in the following.

$$\eta = 1 - \frac{\rho_{d.CPB}}{\rho_{s.CPB}} \quad [6-1]$$

Where $\rho_{d.CPB}$ (Eq 4-2) is the dry density of CPB and $\rho_{s.CPB}$ (Eq 4-3) is the specific gravity of CPB.

$$\rho_{d.CPB} = \frac{M_d}{V} \quad [6-2]$$

Where M_d is the dry mass of CPB tube and V is the total volume of CPB.

$$\rho_{s.CPB} = (1 + B_w) \left[\frac{1}{\rho_{s.Tailings}} + \frac{B_w}{\rho_{s.Binders}} \right]^{-1} \quad [6-3]$$

Where $\rho_{s.Tailings}$ is the specific density of tailings, $\rho_{s.Binders}$ is the specific density of binders and B_w is the binder content

6.3.3.4 Mercury intrusion porosity

Mercury intrusion porosity (MIP) was used to determine the distribution pores diameter of CPB (Ouellet et al., 2006; Yilmaz et al., 2011) with AutoPore-III mercury porosimeter from Micromeritics®. The test was done according to ASTM D 4404. After the UCS test at 90 days of curing time, two samples will be collected for each mixture of CPB formulated with polycarboxylate based admixture (S5) at different percentage, to locations as far as possible from the plane of shear to avoid the effects of stress concentration that might affect the property of materials. The principle is to force, under pressure, the mercury in the sample. The relationship of Washburn $d = - (1/P) 4\gamma \cos\phi$ links pressure P to the diameter of the pores d . The amount of mercury that enters into the sample at a pressure P allows estimating the volume of pores of a dimension d . The total amount of mercury, which enters into the sample, allows evaluating the total porosity.

6.3.3.5 Mechanical strength prediction

In mortar and concrete, it had been shown that mechanical strength depends on the type and quantity of binder, water content, granular arrangement of particles, etc. In this perspective Féret (1892) had found a volumetric relationship between the mechanical strength and the square of the ratio of the volume of cement and the total paste volume (Eq 6-4). This formula was widely used in concrete and mortar. In the first approach, it has been adopted that this formula could be used to determine probable mechanical strength of CPB formulated with superplasticizers.

$$UCS(MPa) = K \left(\frac{C}{C+E+V} \right)^2 \quad [6-4]$$

Where UCS: compressive strength (MPa), K: coefficient (MPa), V: vacuum volume, C: cement volume, and E: total water volume of fresh concrete.

6.3.3.6 Microcalorimetry

The reactions of various types of cements and their components with water are an exothermic process (Taylor, 1961). The measurement of the total heat and rate of heat release provides information on hydration, and the potential effect of additives. In this perspective, the effect of superplasticizers on cement hydration was evaluated using microcalorimeter Evo μ DSC7 isotherm mode. Given the lower binder content in CPB formulations, it will be difficult to measure heat released from hydration. Consequently, the test was performed on cement paste (blended GU-Slag 80-20) and distilled water with water/cement ratio equal to 0.5. According to the lower water cement ratio and the absence of tailing, superplasticizers were added in two proportions (0.5 and 1% by dry mass of cement). The duration of the test was 48 hours and data measured were heat flow which normalised by solid mass.

6.4 Results and discussion

6.4.1 Slump and water demand evolution

Slump test results are presented in Figure 6-3a. As it can be seen, addition of all superplasticizers improved globally the slump of CPB. This effect depends upon the dosage and type of superplasticizer used. Indeed, S5 (Poly) based superplasticizer presented the highest value corresponding to 150 mm. It is noteworthy to mention that S5 (Poly) reached this slump using

only 5%. Furthermore, S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno) had the same effect on CPB consistency and performed relatively better than S3 (Naph) and S4 (Mela), which their addition presented similar slump evolution. Moreover, the addition of superplasticizer allowed reaching targeted slump at lowered water demand. Figure 6-3b shows that the addition of S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno) involved that water content of CPB is maintained at 26% when dosage of superplasticizers increased from 5% to 10%. For S3 (Naph), S4 (Mela) and S5 (Poly) water demand decreases with increasing of dosage. It is S5 (Poly) that presented the lower water demand, decreasing from 22.9% to 18.7%. It is noteworthy to mention that enhancing consistency of CPB at lowered water demand increases the solid percentage and will allow a significant improvement on mechanical strengths. Indeed, Table 6.3 which presents fresh paste fill properties, shows that addition of superplasticizers increased solid percent which induced the decrease of water/cement ratio.

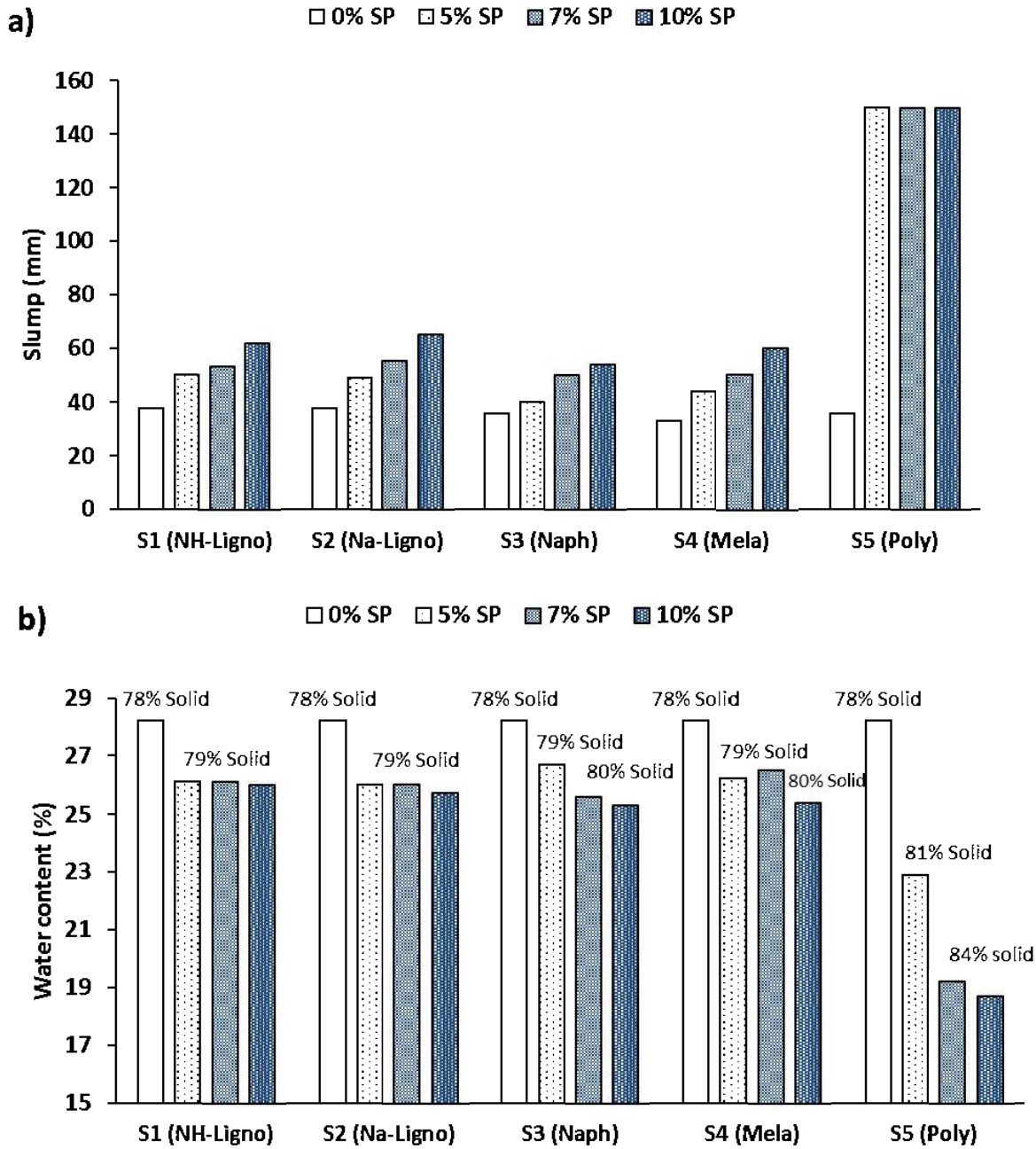


Figure 6-3 : Effect of addition of superplasticizers on: a) workability of CPB with a percentage solid fixed at 80% and b) water demand of CPB with a consistency of 77

Table 6.3 : Mixture design of CPB

Samples	Superplasticizers dosage (%)	Water/Cement Ratio	Initial moisture content (%)	Solid percentage (%)	Slump (mm)
Ref GU-Slag	0	5.9	28.2	78	75±5
	5	5.5	26.1	79.3	75±5
	7	5.5	26.1	79.3	75±5
S1 (NH-Ligno)	10	5.5	26	79.3	75±5
	5	5.5	26	79.4	75±5
S2 (Na-Ligno)	7	5.5	26	79.4	75±5
	10	5.4	25.7	79.5	75±5
	5	5.6	26.7	78.9	75±5
S3 (Naph)	7	5.4	25.6	79.6	75±5
	10	5.3	25.3	79.8	75±5
	5	5.5	26.2	79.2	75±5
S4 (Mela)	7	5.6	26.5	79.1	75±5
	10	5.3	25.4	79.7	75±5
	5	4.8	22.9	81.4	75±5
S5 (Poly)	7	4	19.2	83.9	75±5
	10	3.9	18.7	84.2	75±5

6.4.2 Mechanical strength development

UCS of all CPB are presented in Figure 6-4. The addition of superplasticizer in CPB mixtures allowed a considerable improvement of their mechanical performances, which depended mainly on superplasticizers type and dosage. In fact, S5 (Poly) presented the highest values at all curing times and it improved UCS values, at 28 days, of reference mixtures from 1535 kPa to 3649 kPa, 5142 kPa and 5401 kPa at 5%, 7% and 10%, respectively (Figure 6-4e). On the other hand, at 5%, S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno) showed better enhancement of mechanical strength than S3 (Naph) and S4 (Mela).

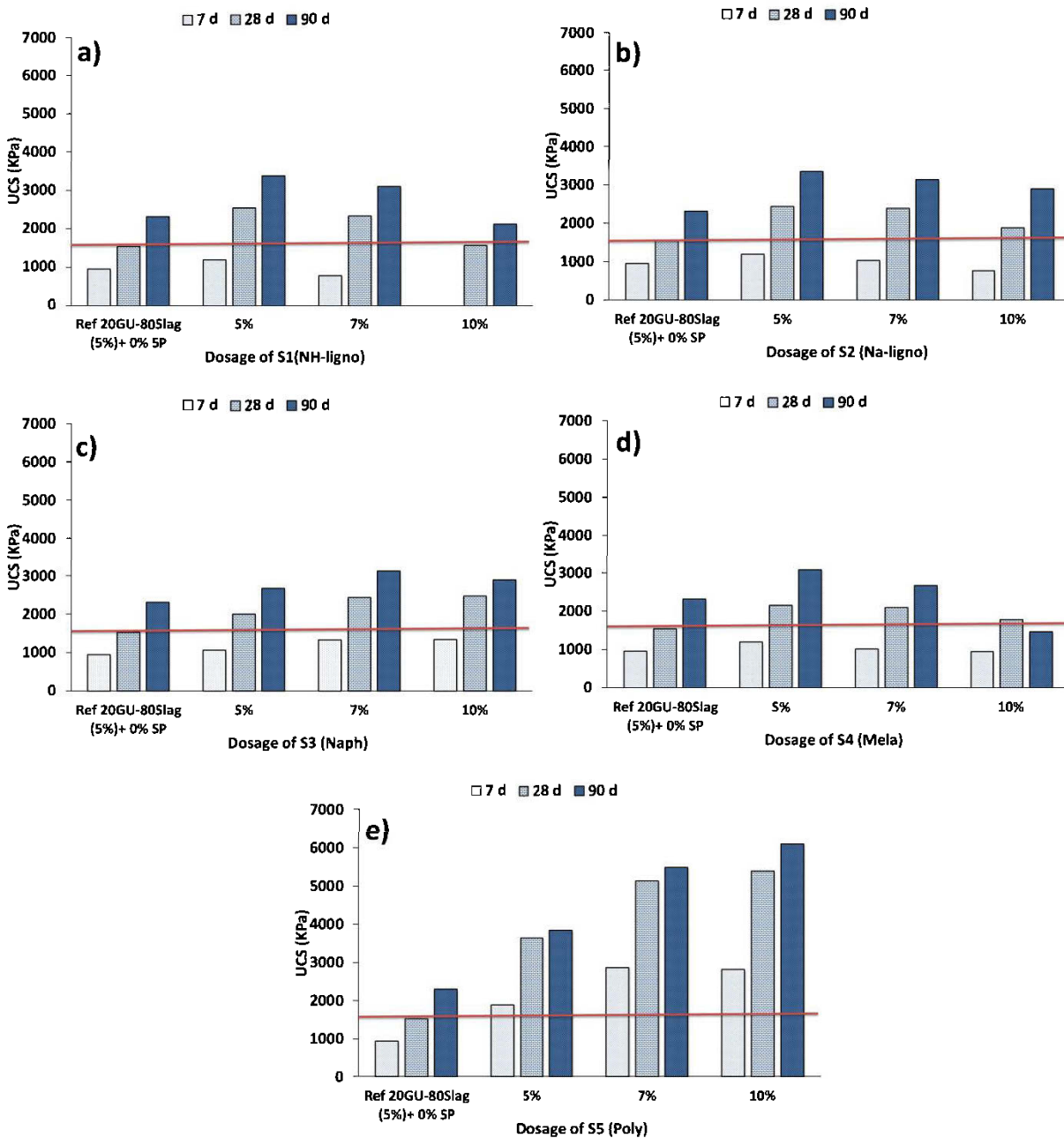


Figure 6-4 : Effects of addition of superplasticizers on the evolution of mechanical strengths of CPB at 5% binder (20%-80% GU-Slag) containing superplasticizers: a) S1 (NH-Ligno), b) S2 (Na-Ligno), c) S3 (Naph) d) S4 (Mela) and e) S5 (Poly)

However, for S1 (NH-Ligno), S2 (Na-Ligno) and S4 (Mela), UCS decreased when dosages were over 5%. In fact, there was no mechanical strength development for S1 (NH-Ligno) at 10% at seven days of curing time (Figure 6-4a). In fact, an excessive dosage could cause delay on setting

time and in the same way inhibit cement hydration. Therefore, optimal dosages were 5% for S1 (NH-Ligno), S2 (Na-Ligno) and S4 (Mela), 7% for S5 (Poly) and S3 (Naph).

Mechanical performance of CPB is directly linked to its microstructure (Ouellet et al., 2006). The CPB microstructure are affected by many phenomenons namely drainage, settlement, secondary minerals precipitation and cement hydration (Belem et al., 2016; Benzaazoua et al., 2004a). It is noteworthy to mention that for CPB formulated with polycarboxylate settlement was not observed at any curing time (7, 28, and 90 days). The total theoretical porosity (η) values presented in Table 6.4, confirmed the evolution of CPB mechanical strength. At all curing time, the total theoretical porosity of CPB with superplasticizers (46.7-38.0%) was less than reference (\approx 46.9%). S5 (Poly) presented smaller values of porosity and its values dropped from 42.6% to 38.8% in 28 days of curing time when the dosage was increased from 5% to 10%.

It is noteworthy to mention that UCS of CPB formulated with S5 (Poly) exceed required mechanical strength for underground mines. Indeed UCS value of CPB with 5% of S5 (Poly) was 1897 kPa at 7 days while UCS value for the reference (20GU-80Slag without superplasticizers) was 1535 kPa at 28 days. Therefore, S5 (Poly) based admixture can allow to reduce binder content from 5% to 3% for 20GU-80Slag binder with similar performances at 28 days of curing time namely 1534.8 kPa and 1423.7 kPa (Figure 6-5a). Furthermore, S5 (Poly) added at 7% improved the mechanical strength of 100% GU cement roughly at the same performance of GU-Slag binder at 28 days of curing time (Figure 6-5b). In fact, in mining industry in Abitibi, for high sulphur tailings, mines use the GU-Slag mixture: 20-80 for its performances because 100% GU cement does not give expected mechanical strength (1MPa at 28 days) due to sulphate attack (Benzaazoua et al., 2002). Indeed, the high sulphur content of tailings has deleterious effects on CPB mechanical performances via the mechanism of sulphate attack.

Table 6.4 : Total porosity and degree of saturation of CPB

Recipes	Curing time (day)	η (%)		UCS (kPa)			
	7	47.2		952			
Ref GU-Slag	28	47		1535			
	90	46.9		2306			
Superplasticizers dosage		5%		7%		10%	
		UCS		UCS		UCS	
		η (%)	(kPa)	η (%)	(kPa)	η (%)	(kPa)
S1 (NH- Ligno)	7	44.5	1190.7	45.2	777.5	--	0
	28	44.2	2535.5	45	2330.3	46.5	1558.3
	90	43.6	3370	44	3095	46.2	2121.3
S2 (Na- Ligno)	7	46.2	1187.8	45.9	1023.9	46.8	764.2
	28	45.3	2437	45.7	2388.1	46.7	1881.4
	90	44.8	3337.5	45.7	3126.9	46	2890.9
S3 (Naph)	7	46.4	1061.5	45.1	1333	45.4	1344.5
	28	46.4	1999.4	44.5	2428.6	45.3	2471.8
	90	45.6	2669.6	44.4	3122.7	44.4	2891.9
S4 (Mela)	7	45.5	1187	46.7	1008.7	45.5	943
	28	45.5	2147.7	46.4	2091	45.5	1771.5
	90	45.4	3075.7	46.1	2665.4	45.2	1454.5
S5 (Poly)	7	42.6	1896.5	40	2869.2	38.9	2825.3
	28	42.6	3849.4	40	5142.4	38.8	5400.7
	90	42.6	3849.4	39.4	5493.6	38	6106

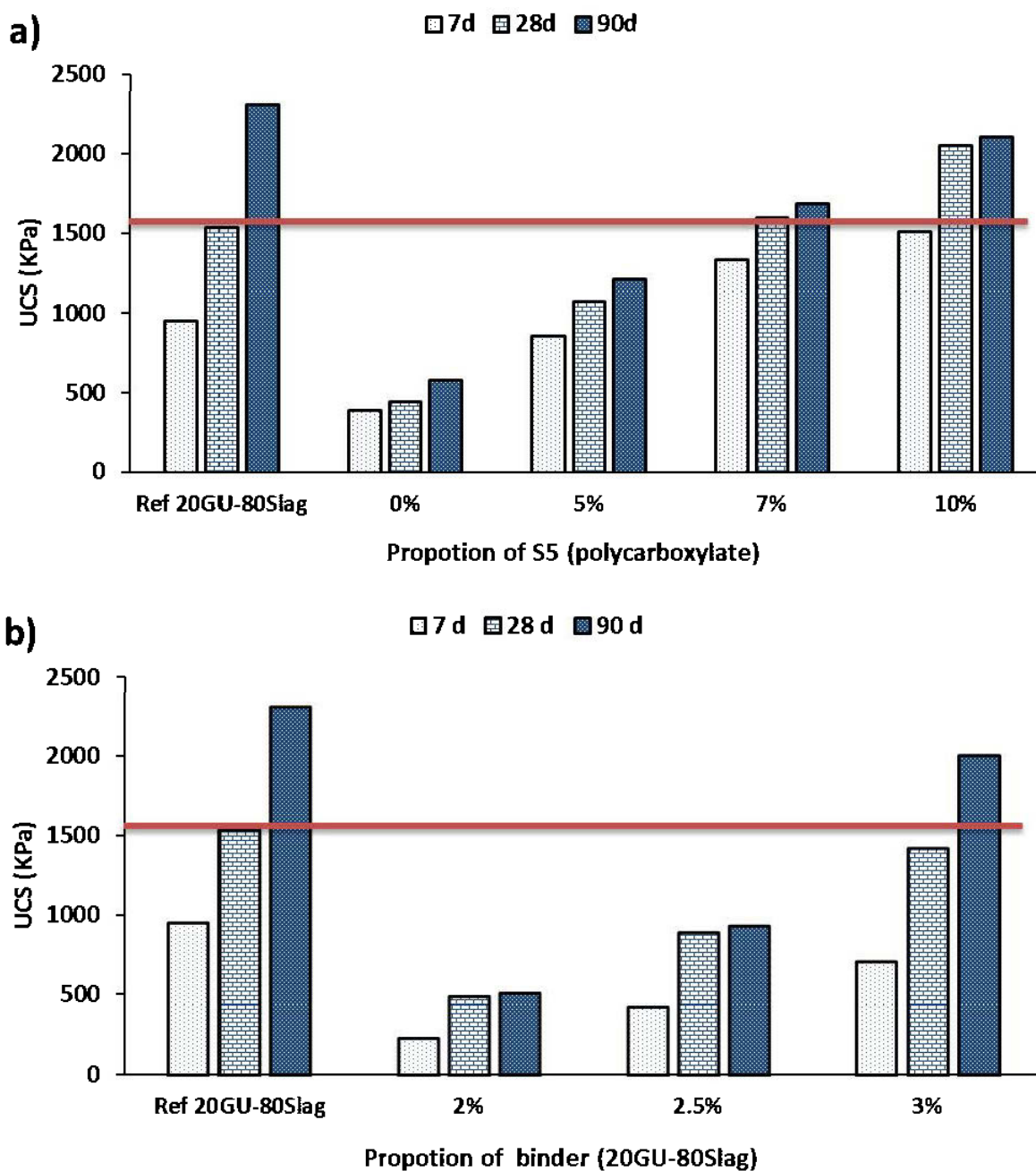


Figure 6-5 : Evolution of mechanical strength development of mixtures with addition of S5 (Poly) a) CPB formulated with cement GU at 5% binder b) CPB formulated with 7% of S5 (Poly) of blended 20GU-80Slag

6.4.3 Mechanical strength prediction

In Figure 6-6 are plotted natural logarithm of mechanical strength of CPB with all different types of superplasticizers at 0, 5 and 7% at 28 days of curing time. The values of CPB mechanical strengths with superplasticizer at 10% are not added due to the fall of the mechanical resistance for most of superplasticizers added at 10%. The linear curve ($Y = 1.8X + 13$) shows a good correlation between values, and allows the mechanical strength prediction ($UCS(MPa) = EXP(13) \left(\frac{C}{C+E+V} \right)^{3.6}$) with a minor error of $\pm 15\%$.

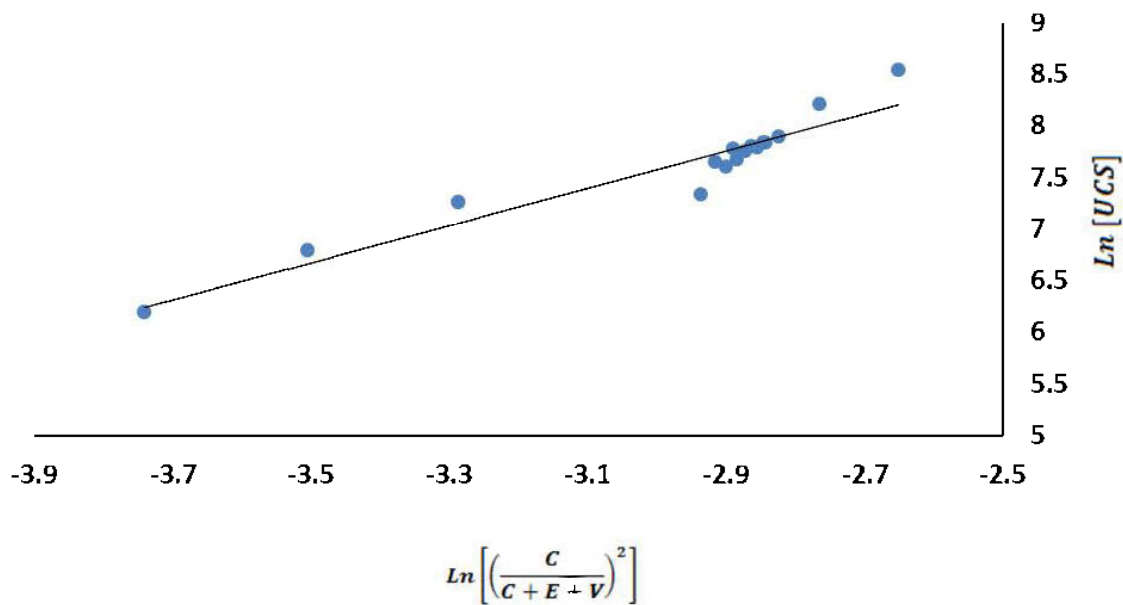


Figure 6-6 : Prediction of probable mechanical strength at 28 days of CPB with five various superplasticizers at 0, 5, and 7%

6.4.4 Discussion

Results showed that superplasticizers have significant effects on workability and mechanical performances of CPB. Indeed, added in CPB formulation, superplasticizers with their dispersant effects, allow the release of water trap from tailings particles, which reduce water demand, improve workability and enhance mechanical strengths. However, the effectiveness of superplasticizers depends on their modes of action. Indeed superplasticizers brought into play repulsion forces: electrostatic and/or steric (Mailvaganam et al., 2002). With regard to electrostatic forces, added in the suspension, polymers will adsorb onto tailings particles and neutralize its charges. The effectiveness of this neutralization will depend on the degree of polymer charge. On the other hand, for the steric forces, polymers will not adsorb onto particle to neutralize its charges but they are linked to the particle via hydrogen bonding and by hindrance cause dispersion (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002b).

Moreover, addition of binders in CPB formulation ensures the mechanical strength development. Therefore, their interactions with superplasticizers could explain effects of these admixtures on CPB mechanical properties. The heat flow released by cement hydration and cumulative heat flow for the different superplasticizers are presented in Figure 6-7 and show that the superplasticizers used act differently on cement hydration kinetic. For blended GU-Slag reference, dormancy period was about three hours while peak of hydration was about 12 hours with a total heat of 80 J/g. Superplasticizers effect on cement kinetic hydration and heat evolution was more observed with S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno). In fact, the addition of S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno) at 0.5% increased dormancy period to 10 and 5 hours respectively. Furthermore, the addition of S1 (NH-Ligno) at 1% inhibited cement hydration after 48 hours (Figure 6-7a). In conclusion, for S1 (NH-Ligno) and S2 (Na-Ligno), the low compressive strength at 7 days could be linked to the cement hydration retardation. However, S3 (Naph) had no effect on dormancy period of cement and total heat (Figure 6-7c) while the addition of 1% of S4 (Mela) reduced moderately total heat (60 J/g after 48 hours) (Figure 6-7d). This effect may be explained by less interaction between S3 (Naph), S4 (Mela), and cement particles. These observations could explain the less influence of S3 (Naph) and S4 (Mela) on CPB slump evolution and mechanical strength development. Moreover, addition of S5 (Poly) moderately affected the hydration kinetic and total heat (Figure 6-7e).

In summary, the best performance of polycarboxylate based superplasticizers (S5) in CPB can be explained by its modes of action in involving the steric repulsion and its moderate effect on kinetic of cement hydration. Causing the repulsion of particles of cement and tailings, S5 (Poly) was more likely to be used to avoid excess of negative charges. This repulsion resulted in a reduction of water demand while improving CPB consistency. It had direct effect on the improvement of mechanical strengths.

Futhermore, the use of superplasticizers affect CPB microstructure by reducing its porosity which induced the decreasing of permeability as shown by Belem et al. (2001) and Godbout et al. (2004). This will limitate moisture and oxygen ingress and prevent the oxydation of pyrite, hence ,mitigate sulphate attack mechanism. Indeed, in Figure 6-8, it can be seen the pore refinement of CPB containing polycarboxylate (Figure 6-8b) which induced the decreasing of porosity (from 41.3 to 35.6%) when polycarboxylate dosage increased from 0 to 10% (Figure 6-8a). It is noteworthy that superplasticizers have no significant effect on CPB miscrostructure over 7%. The electron microscope observations confirm the MIP results. Indeed, Figure 6-9a shows a porosity more pronounced for CBP without Polycarboxylate while Figure 6-9b shows the densification of the matrix of CPB formulated with polycarboxylate.

The use of superplasticizer in CPB showed some environmental and economic benefits. Indeed, it can reduce binder proportion and will also increase the proportion of tailings percentage store underground as the percentage of solid increase from 78 to 84%. Furthermore, economic comparison showed that reference (blended 20GU-80Slag at 5 %) and blended 20GU-80Slag at 3% with 7% of S5 came to similar cost per ton of backfill.

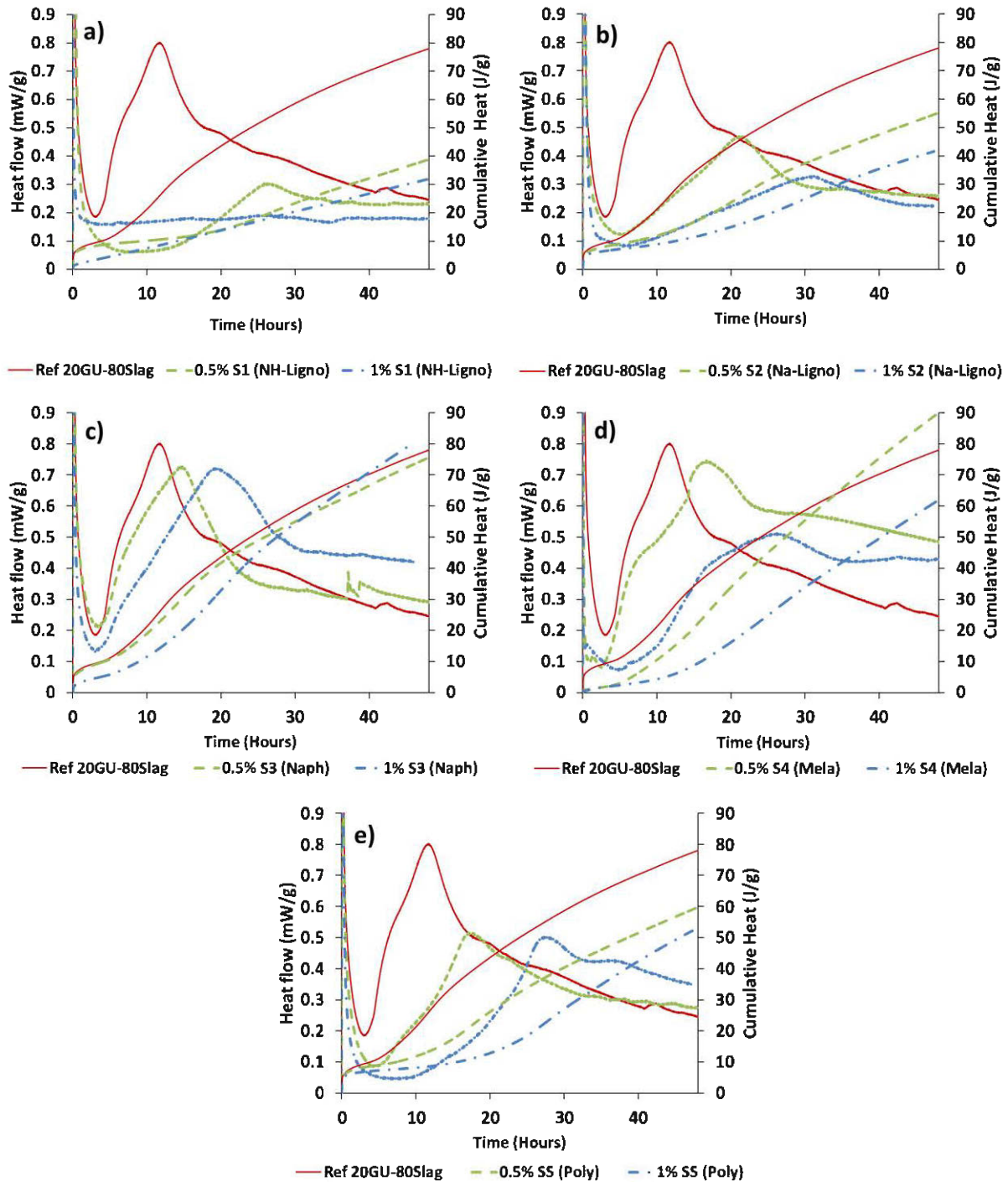


Figure 6-7 : Evolution of hydration heat of paste cement containing superplasticizers: a) ammonium lignosulfonate, b) sodium lignosulfonate, c) sulfonated naphthalene formaldehyde, d) sulfonated melamine formaldehyde, e) polycarboxylate

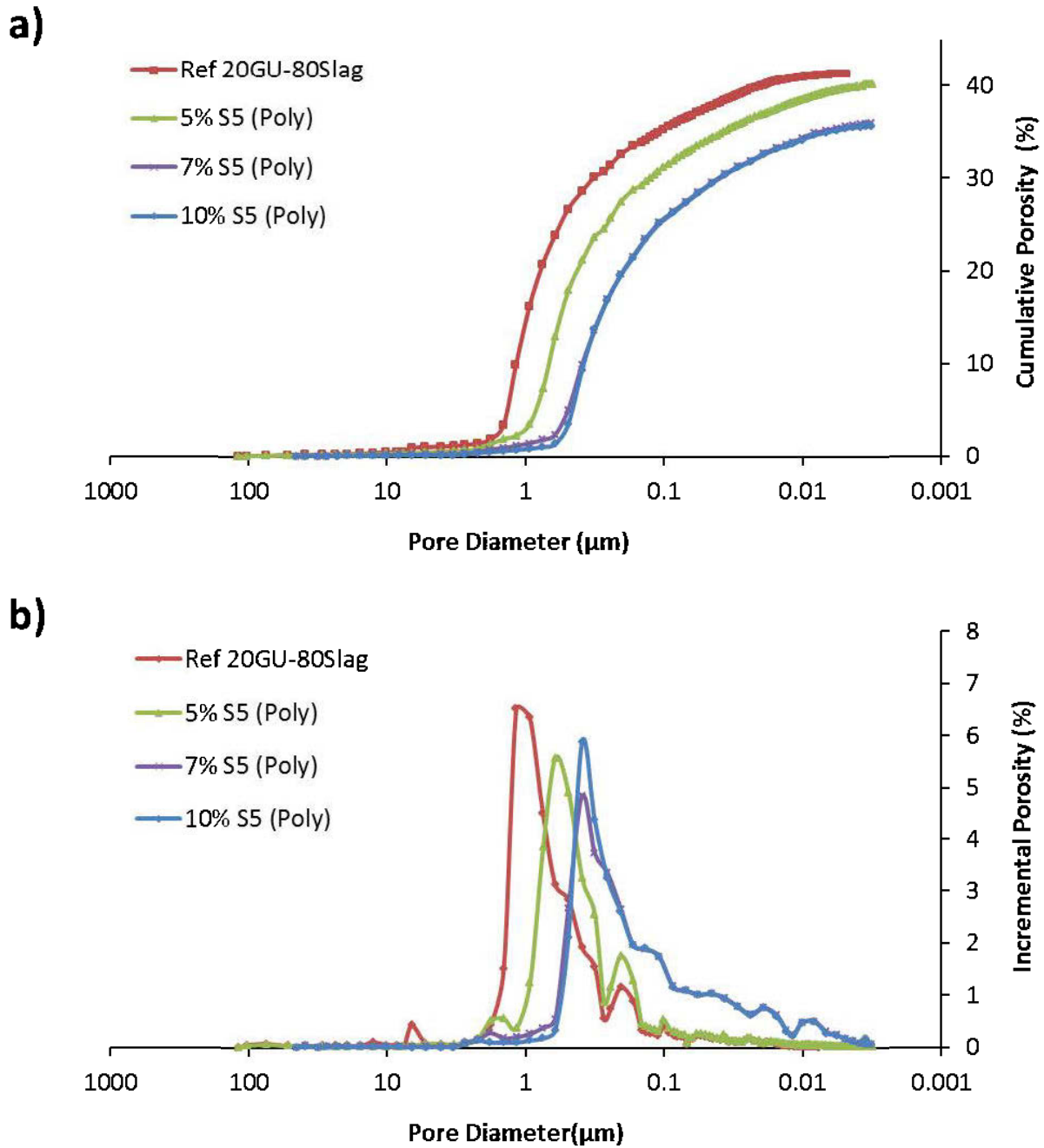
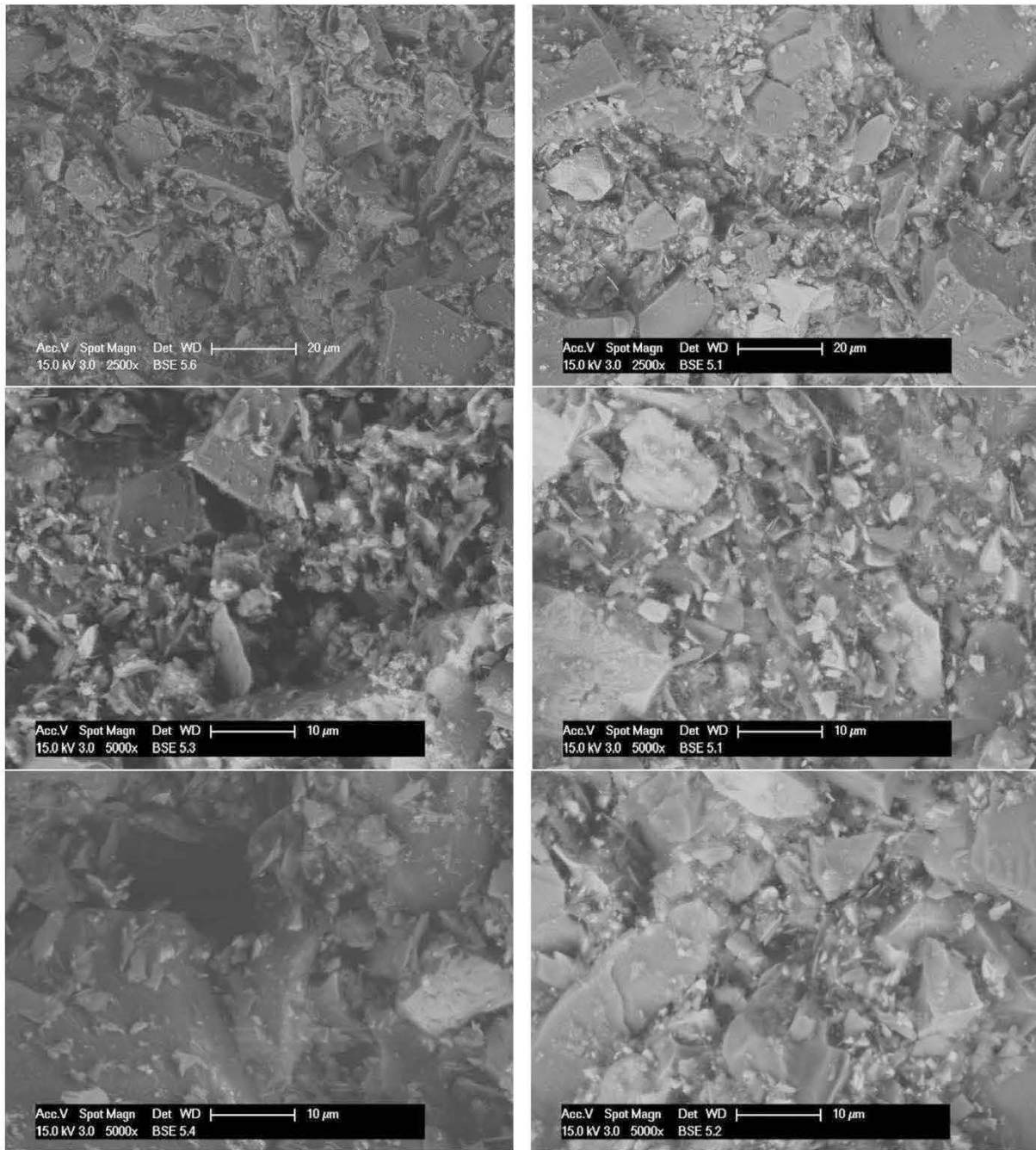


Figure 6-8 : a) Overall porosity and b) incremental pore size distribution of CPB containing 0, 5, 7, and 10% of polycarboxylate based-admixture (S5)



a)

b)

Figure 6-9 : Scanning electron microscope's observations of CPB formulated a) without superplasticizers b) with polycarboxylate

6.5 Conclusion

Addition of superplasticizers on CPB formulation reduced water demand (between 6 to 10%) while improving the slump and workability that induced an enhancement of mechanical strengths. Furthermore, the addition of superplasticizers caused delay time on cement hydration. Effect on the kinetic of cement hydration was more pronounced with lignosulphonate (S1 and S2), sulfonated naphthalene formaldehyde (S3) had no significant effect while polycarboxylate and sulfonated melamine formaldehyde (S4) affected it moderately. Superplasticizers' effect depends on the type used, indeed in this study, polycarboxylate based superplasticizer (S5) performed better for reduction of water demand and enhancement of mechanical strength (between 100 to 250% at 28 days). Moreover, the addition of polycarboxylate allowed reducing cement content from 5% to 3% of GU - Slag 20-80 type with similar performances and increased the mechanical performance of cement 100% GU type. The addition of polycarboxylate may also increase CPB durability. In fact, the pore refinement and the decrease of porosity (from 41.3 to 35.6%) of CPB containing polycarboxylate were observed. Moreover, the settlement of CPB formulated with polycarboxylate was not observed in cylinder specimens. It may be benefic for mine industries; in fact mines operators will not obligated to turn back on stopes already backfilled to refill void create by the settlement.

It is noteworthy to mention that the study had a vocation to be multidisciplinary and might bring new insights for the eventual use of SP in CPB recipes. The work is not too much fundamental and far from optimal operating condition. It supplements the previous studies listed above, and consists of a new background for further investigations on the use of superplasticizers in paste fill practices. Therefore, it would be interesting for further works:

- To assess the effect of superplasticizers on CPB workability over the time,
- To investigate the effect of admixtures with different tailings mineralogy,
- To increase the curing time over one year for assessing the loss of mechanical strength,
- To perform lixiviation tests for assessing the durability of CPB containing polycarboxylate based admixture against the aggressivity of sulphated solutions.

6.6 Acknowledgment

The authors would like to thank Le Fonds de recherche du Québec – Nature et technologies (FRQNT) for its financial support. We are also grateful to Lafarge Canada, Tembec, and Ruetgers Polymers Ltd for the free supplies provided.

6.7 References

1. Benzaazoua, M., T. Belem, and B. Bussière, *Chemical factors that influence the performance of mine sulphidic paste backfill*. Cement and Concrete Research, 2002. **32**(7): p. 1133-1144.
2. Benzaazoua, M., et al., *Cementitious backfill with high sulfur content Physical, chemical, and mineralogical characterization*. Cement and Concrete Research, 1999. **29**(5): p. 719-725.
3. Belem, T. and M. Benzaazoua, *Design and Application of Underground Mine Paste Backfill Technology*. Geotechnical and Geological Engineering, 2007. **26**(2): p. 147-174.
4. De Souza, E., J. Archibald, and A. Dirige. *Economics and perspectives of underground backfill practices in Canadian mines*. in *Proceedings of the 105th Annual General Meeting of CIM*. 2003.
5. Gauthier, P., *Valorisation des liants et des rejets industriels dans les remblais miniers*. DESS Thesis, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue Rouyn-Noranda, Canada, 2004.
6. Mangane, M., et al. *Development of Novel Techniques to Enhance the Mechanical Performances of Paste Backfill*. in *19th International Seminar on Paste and Thickened Tailings*. 2016. Santiago, Chile.
7. Peyronnard, O. and M. Benzaazoua, *Estimation of the cementitious properties of various industrial by-products for applications requiring low mechanical strength*. Resources, Conservation and Recycling, 2011. **56**(1): p. 22-33.
8. Peyronnard, O. and M. Benzaazoua, *Alternative by-product based binders for cemented mine backfill: Recipes optimisation using Taguchi method*. Minerals Engineering, 2012. **29**(0): p. 28-38.
9. Erismann, F., et al. *The Benefits of Incorporating Admixtures into Mine Paste Backfill*. in *19th International Seminar on Paste and Thickened Tailings*. 2016.
10. Ercikdi, B., et al., *Utilization of water-reducing admixtures in cemented paste backfill of sulphide-rich mill tailings*. Journal of Hazardous Materials, 2010. **179**(1–3): p. 940-946.
11. Papayianni, I., et al., *Influence of superplasticizer type and mix design parameters on the performance of them in concrete mixtures*. Cement and Concrete Composites, 2005. **27**(2): p. 217-222.
12. Mailvaganam, N.P. and M. Rixom, *Chemical admixtures for concrete*. 2002: CRC Press.

13. Farzam, H., M. Rispin, and R. Karlson. *The use of unique admixture technologies in mine backfill, technology description and case histories*. in *Minefill'98: Proceedings of the 6th International Symposium on Mining with Backfill, Brisbane, Australia*. 1998.
14. Yammamuro, H., *Study of non-adsorptive viscosity agents applied to self-compacting concrete*. ACI Special Publication, 1997. **173**.
15. Khayat, K.H., *Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview*. Cement and Concrete Composites, 1998. **20**(2–3): p. 171-188.
16. Erdoğan, Ş., *Compatibility of superplasticizers with cements different in composition*. Cement and Concrete Research, 2000. **30**(5): p. 767-773.
17. Dragana, S., M.W. Grabinsky, and W. Bawden, *Effect of polycarboxylated acrylic acid polymerbased*. Geotechnical and Geological Engineering, 2011.
18. Ouattara, D., et al. *Rheology of cemented paste backfill incorporating superplasticizers*. in *Canadian geotechnical conference*. 2013.
19. Young, R., et al., *DBWS-9411—an upgrade of the DBWS*. * programs for Rietveld refinement with PC and mainframe computers*. Journal of Applied Crystallography, 1995. **28**(3): p. 366-367.
20. Miller, S., J. Jeffery, and J. Wong. *Use and misuse of the acid base account for “AMD” prediction*. in *Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Que.* 1991.
21. Ramachandran, V.S., et al., *Handbook of thermal analysis of construction materials*. 2002: William Andrew.
22. Ouellet, S., et al., *Microstructural evolution of cemented paste backfill: Mercury intrusion porosimetry test results*. Cement and Concrete Research, 2007. **37**(12): p. 1654-1665.
23. Yilmaz, E., et al., *Relationships between microstructural properties and compressive strength of consolidated and unconsolidated cemented paste backfills*. Cement and Concrete Composites, 2011. **33**(6): p. 702-715.
24. Feret, R., *Sur la compacité des mortiers hydrauliques*. 1892.
25. Taylor, H., *The chemistry of cement hydration*. Progress in ceramic science, 1961. **1**: p. 89-145.
26. Ramachandran, V.S., et al., *Introduction to Concrete Admixtures*, in *Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials*, V.S. Ramachandran, et al., Editors. 2002, William Andrew Publishing: Norwich, NY. p. 143-188.
27. Godbout, J., et al., *Évolution des propriétés de rétention d'eau des remblais miniers en pâte cimentésdurant le curage* 2004.

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Ce chapitre présente la discussion de certains aspects reliés à présente étude et non discutés dans les chapitres précédents (chapitres 5 et 6). On y abordera entre autres :

- L'effet du point d'échantillonnage des résidus dans l'usine de remblai,
- La pouzzolanité des liants alternatifs,
- Du mode d'action et du dosage des superplastifiants ainsi que de leur évolution dans le temps,
- De quelques points d'ordre technico-économique de l'ajout de SP dans les RMPC.

7.1 Effet du point d'échantillonnage des résidus sur la résistance mécanique des remblais

Lors du processus de fabrication du remblai, les résidus miniers font l'objet d'ajout de divers adjuvants et de procédé chimique en l'occurrence l'ajout de flocculant, de chaux et la destruction des cyanures, qui peuvent influencer les propriétés mécaniques des remblais. Dans le but d'investiguer l'influence des différents procédés dans la fabrication du remblai, des formulations de remblai ont été faites avec des résidus à différents points d'échantillonnage (voir Figure 3-1) dans l'usine de remblai. Pour rappel, les différents types de résidus sont :

- Résidu type 1 (R1) : prélèvement à la sortie du circuit de traitement de zinc (Zn) et avant cyanuration (pourcentage solide 30%),
- Résidu type 2 (R2) : prélèvement après la destruction des cyanures et avant épaisissement (pourcentage solide 30%),
- Résidu type 3 (R3) : prélèvement après l'épaissement (pourcentage solide environ 55%),
- Résidu type 4 (R4) : prélèvement après les disques de filtration (pourcentage solide 80%).

La Figure 7-1 présente la résistance mécanique des remblais formulés avec les différents types de résidus et montre que les différents procédés durant la fabrication du remblai n'ont pas une influence significative sur le développement de la résistance mécanique des remblais. En effet, il

y a une très faible variation (qu'on pourrait attribuer à un écart type) de la valeur des résistances mécaniques des différents types de résidus à chaque temps de cure. Cependant, il faut noter que les RMPC fabriqués avec les résidus R2 et R4 donnent les meilleures résistances mécaniques. Ceci pourrait s'expliquer par l'ajout de la chaux dans les résidus R2 en vue d'optimiser l'étape de l'épaississement avec l'ajout d'un agent flocculant. Par ailleurs, à l'étape de filtration, les résidus types R4 se voient enlever d'une bonne partie de l'eau sulfatée (pourcentage solide ~80%). En effet, l'eau sulfatée est prouvée être néfaste, dans certains cas, au développement de la résistance mécanique des RMPC (Benzaazoua et al., 2004)

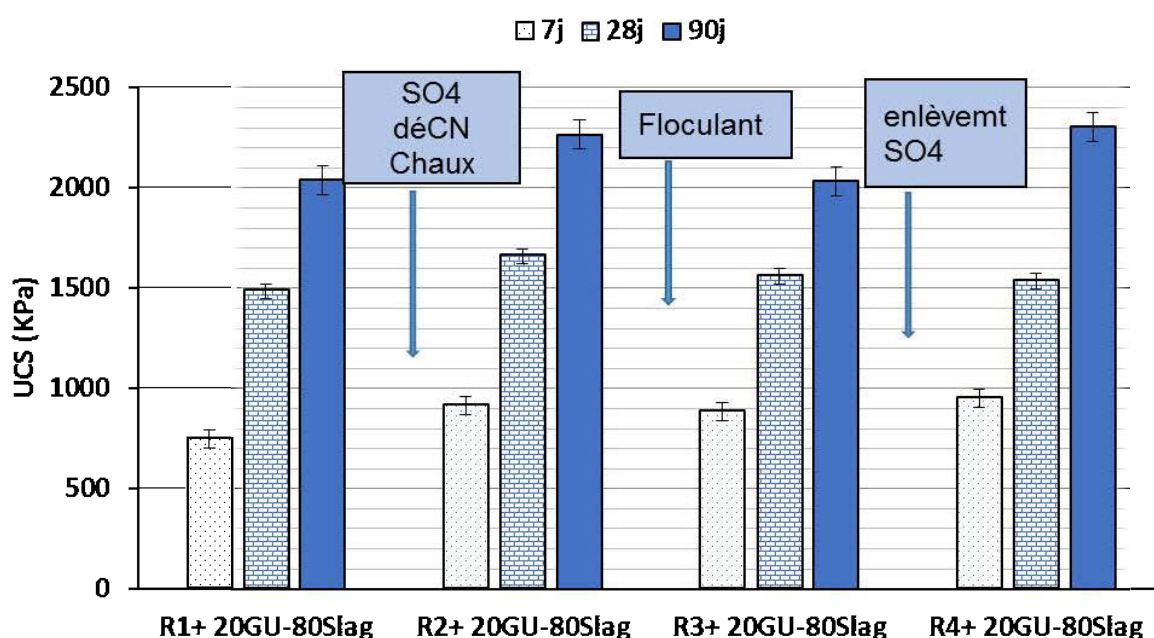


Figure 7-1 : Résistance mécanique des remblais formulés avec des résidus miniers prélevés à différents points dans l'usine de remblayage

7.2 Pouzzolanité des liants alternatifs

La Figure 7-2 montre que les liants alternatifs ont une propriété pouzzolanique et participent au développement de la résistance mécanique. En outre, ce sont les cendres de Kruger (KFA) qui performant le plus, la résistance étant similaire à celle de la référence (GU-Slag). Les cendres de bois (WBA) et les déchets de verre (WG) présentent des propriétés pouzzolaniques moins prononcés et similaires. En comparaison de l'échantillon avec un résidu siliceux, la résistance augmente de quelques 2-3 MPa seulement. Le module hydraulique Hmb, donné à l'équation 7-

1, renseigne sur la réactivité des liants. Le module hydraulique de la référence (20GU-80slag) est 1.25 tandis que ceux des substitutions de 30% de la Slag par les sous-produits KFA, WBA et WG sont respectivement 1.52, 1.04 et 0.80. Les modules hydrauliques de ces liants sont compris entre 0.36 et 1.7. Ce qui permet de les classer dans la catégorie des liants ayant une hydratation lente (typique des liants pouzzolaniques) mais avec une bonne résistance mécanique à long terme (temps de cure ≥ 91 jours) (Belem et al., 2010).

$$Hmb = \frac{\sum_{i=1}^n yiCi}{\sum_{i=1}^n yiSi + \sum_{i=1}^n yiAi + \sum_{i=1}^n yiFi} \quad [7-1]$$

Où C = CaO pourcentage d'oxyde de calcium ; S = SiO₂ = pourcentage de silice ; A = Al₂O₃ pourcentage d'alumine ; F = Fe₂O₃ = pourcentage d'oxyde ferrique et yi est la proportion fractionnaire du ciment/sous-produits du liant.

Les résultats d'analyse thermogravimétriques, présentés à la Figure 7-3, viennent confirmer la pouzzolanicité des sous-produits. Qualitativement, les hydrates formés et responsables du développement de la résistance mécanique sont : le gypse (de 60 à 120°C), les CSH (110°C), l'étringite (140°C) et la portlandite (450-550°C). La présence de la portlandite en faible quantité pourrait être expliquée par le fait de la faible quantité d'ajout du ciment Portland et de sa consommation lors des réactions pouzzolaniques. En outre, pour les recettes optimales des liants alternatifs (KFA opt, WBA opt et WG opt), la quantité d'étringite et de gypse augmente du fait de l'ajout d'anhydrite dans la formulation des recettes optimales.

Cependant, les recettes optimales avec les liants alternatifs présentent des résistances mécaniques inférieures à celle de la référence. En effet, le laitier de hauts fourneaux (Slag) est plus réactif que les liants alternatifs du fait que ces derniers sont caractérisés par une abondance de phases minérales (quartz et calcite) qui ne participent pas aux réactions d'hydratation comme le montre la Figure 7-4.

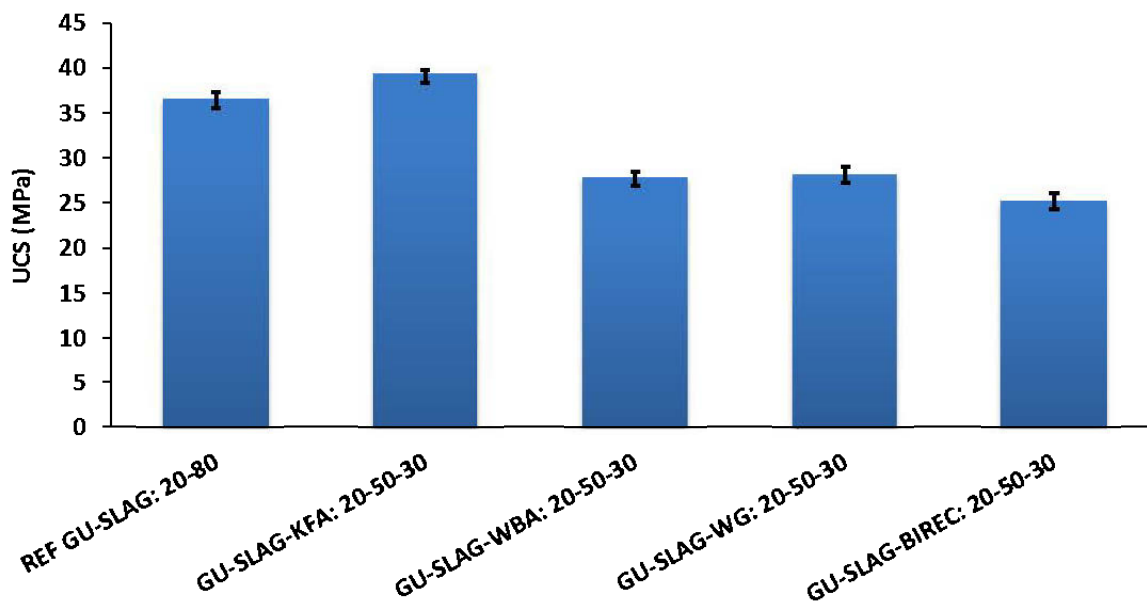


Figure 7-2 : Résistance mécanique de mortiers à 28 jours

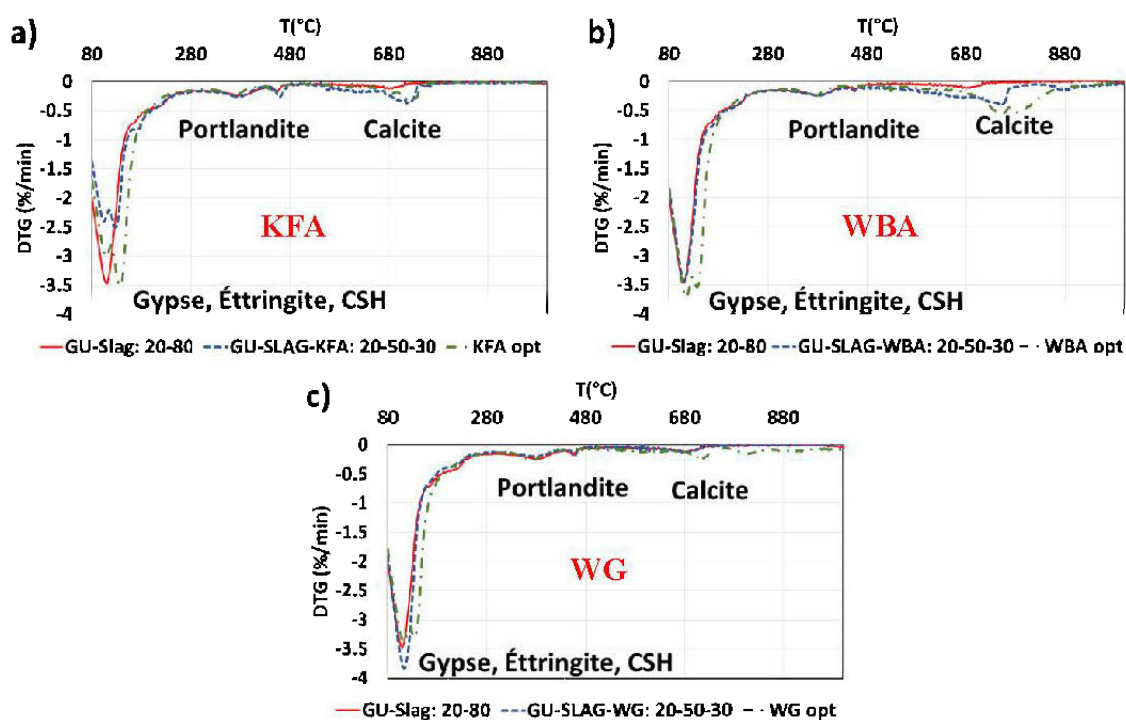


Figure 7-3 : Courbes d'analyse thermo différentielle des recettes optimales et substitution de 30% de la Slag par les sous-produits industriels : a) Cendres de Kruger, b) Cendres de bois et c) Déchets de verre

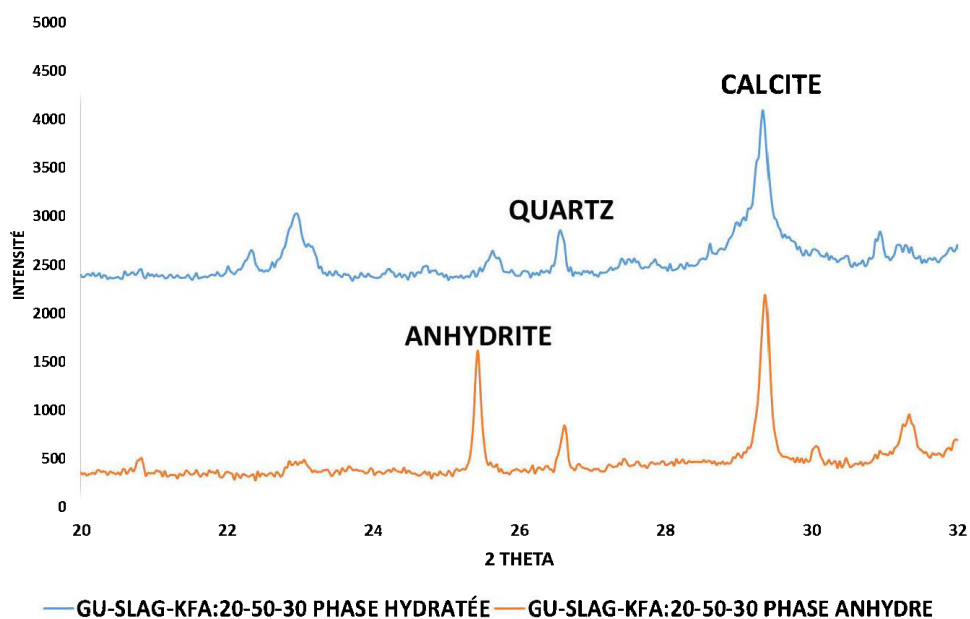


Figure 7-4 : Diffractogrammes relatifs aux phases hydratées et anhydres du mélange GU-Slag-KFA (20-50-30)

7.3 Effet d'ajout des superplastifiants

La Figure 7-5 montre que les superplastifiants S1 (NH-Ligno), S2 (Na-Ligno), S3 (Naph) et S4 (Mela) mettent en jeu un excès de charges négatives sur les particules des résidus. En effet, en présence de superplastifiant, le potentiel zêta passe de -21 mV (référence) à 35 ± 2 mV. S5 (Poly) n'a pas une influence significative sur le potentiel zêta puisqu'il est identique à la référence. Donc il jouerait son effet dispersant en mettant en jeu des forces de répulsion stérique. En outre, la figure montre l'effet antagoniste du floculant. En effet, il a tendance à ramener le potentiel zêta à zéro ce qui entrainerait la floculation des particules de résidus. En définitive, la défloculation des particules est fonction du type de polymère et de sa conformation. Elle est faite soit par adsorption et apport de charges négatives excessives ou une répulsion stérique par encombrement. En effet, les lignosulfonates (S1 et S2) donnent une meilleure adsorption d'où leur effet retardateur, les polynaphtalènes (S3) et les polymélamines (S4) ont une meilleure répulsion par les forces électrostatiques mais à de faibles distances les forces attractives de Van der Waals prennent le dessus. Les polycarboxylates (S5), en plus de mettre en jeu des forces de répulsions électrostatiques, entraînent des forces de répulsions stériques à travers les chaînes latérales permettant une meilleure défloculation des particules. Ceci expliquerait les meilleures

performances des polymères type polycarboxylate (Figure 7-6) (Mailvaganam et al., 2002; Ramachandran et al., 2002). En outre, le flocculant est rajouté à l'étape d'épaississage dans le processus de fabrication de remblai et compte tenu de l'effet antagoniste de ces deux adjuvants, qui est plus accentué avec les superplastifiants mettant en jeu les forces électrostatiques, la demande en superplastifiant pourrait augmenter et induire des effets néfastes sur le développement de la résistance mécanique des RMPC. En effet, il ne s'agit pas seulement de trouver le superplastifiant qui performe le plus mais avec un dosage adéquat. Comme le montre la Figure 7-6, le dosage optimal serait de l'ordre de 5 voire 3% pour les lignosulfonates (S1 et S2) (Figure 7-6a-b), 5% pour les polynaphtalènes (S3) (Figure 7-6c), et les polymélamines (S4) (Figure 7-6d), 7% pour les polycarboxylates (S5) (Figure 7-6e). Au-delà de ces valeurs, on observe une chute ou une amélioration non significative de la résistance mécanique.

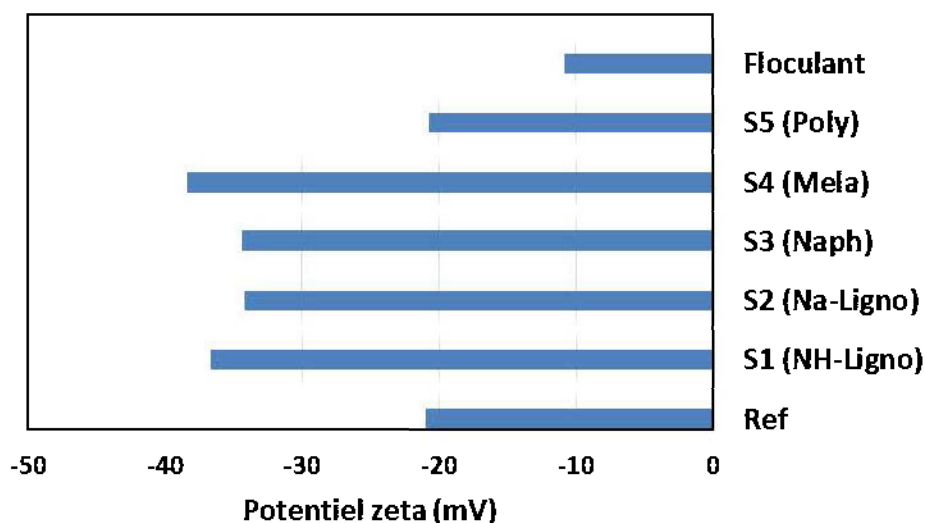


Figure 7-5 : Effet d'ajout d'adjuvant sur le potentiel zêta des résidus miniers

L'ajout de superplastifiant dans la formulation des RMPC améliore leurs performances mécaniques et c'est le polycarboxylate qui performe le plus. La résistance mécanique du CPB formulé avec S5 (Poly) dépassent celle nécessaire pour les mines souterraines. La valeur de la résistance mécanique du CPB avec 5% de S5 (Poly) est égale à 1897 kPa à 7 jours tandis que celle pour la référence (20GU-80Slag sans superplastifiants) est égale à 1535 kPa à 28 jours. Les superplastifiants augmentent les valeurs d'affaissement, mais une perte d'ouvrabilité se produit souvent après la période de mélange (Ramachandran et al., 2002a). Dans cette perspective, des essais d'évaluation de l'évolution de l'affaissement avec le temps ont été réalisés. Les essais des

RMPC formulées avec 5% de liant (20GU-80Slag) avec 7% de superplastifiants, présentés à la Figure 7-7a ont montré que les RMPC formulés avec le S5 (Poly) ont perdu leur ouvrabilité après 30 minutes, malgré la grande capacité du polycarboxylate à améliorer l'affaissement. Cependant, pour les autres superplastifiants, une perte d'ouvrabilité est produite au bout d'une heure, tandis que le S4 (Mela) maintient l'ouvrabilité des RMPC au bout de deux heures. La limite inférieure de la consistance ciblée (7 ") est de 70 mm, sous cette valeur le remblai n'est plus à la consistance requise dans cette étude. Considérant une vitesse de 1,5 m/ s dans les pipelines, l'acheminement des RMPC formulés avec du polycarboxylate pour les mines souterraines assez profondes, pourrait être problématique. Pour une mine souterraine profonde de 2,5 km, le temps d'acheminement est estimé à 42 min. Pour remédier à cette perte d'ouvrabilité, l'eau doit être ajoutée pour augmenter l'ouvrabilité initiale à un point où la perte d'ouvrabilité donnera la consistance nécessaire au moment voulu après le mélange. Une optimisation de la quantité de liant versus le dosage en superplastifiant pourrait aussi remédier à cette perte d'ouvrabilité. Les Figures 7-7b et 7-7d montrent que pour deux types de liant, 100% GU et le mélange 20GU-80Slag à une proportion de 5%, un dosage à 3% en polycarboxylate maintient l'ouvrabilité au bout de deux heures. Un dosage supérieur à 3% entraîne perte d'ouvrabilité au bout de 30 min. La Figure 7-7c montre aussi que le taux de liant avec un dosage fixe de 7% de polycarboxylate joue sur l'ouvrabilité des RMPC. Le polycarboxylate maintient l'ouvrabilité des RMPC formulés avec 3% de liant (20GU-80Slag) tandis qu'une perte d'ouvrabilité a lieu avec 5% de liant (20GU-80Slag). L'optimisation de la recette des RPMC est nécessaire dans l'atteinte des critères de design mécanique et rhéologique. D'une part par la substitution des liants communément utilisés par des sous-produits industriels et d'autre part par l'ajout de superplastifiants dans la formulation des RMPC. Par ailleurs, l'optimisation permettra de réduire les coûts de fabrication des RMPC par la diminution des taux de liants ou l'utilisation de liants plus économiques tout en améliorant l'ouvrabilité et son maintien au cours du temps. La comparaison des prix des RMPC a montré que la référence (20GU-80Slag à 5%) et le mélange 20GU-80Slag à 3% avec 7% de polycarboxylate (S5) reviennent à un coût similaire par tonne de remblai. Le ciment Portland et de laitier sont fournis au prix de 195 \$/t et 210 \$/t et le superplastifiant à base de polycarboxylate est fourni au prix de 1,25 \$ / kg au départ de l'usine pour une quantité supérieure à 2000 tonnes/an. Par conséquent, les taux de 5% et 3% du mélange 20GU-80Slag reviennent,

respectivement, aux prix de 7,7 \$ et de 5 \$ par tonne de remblai, tandis que l'ajout polycarboxylate à 7% revient à 2 \$ par tonne de remblai.

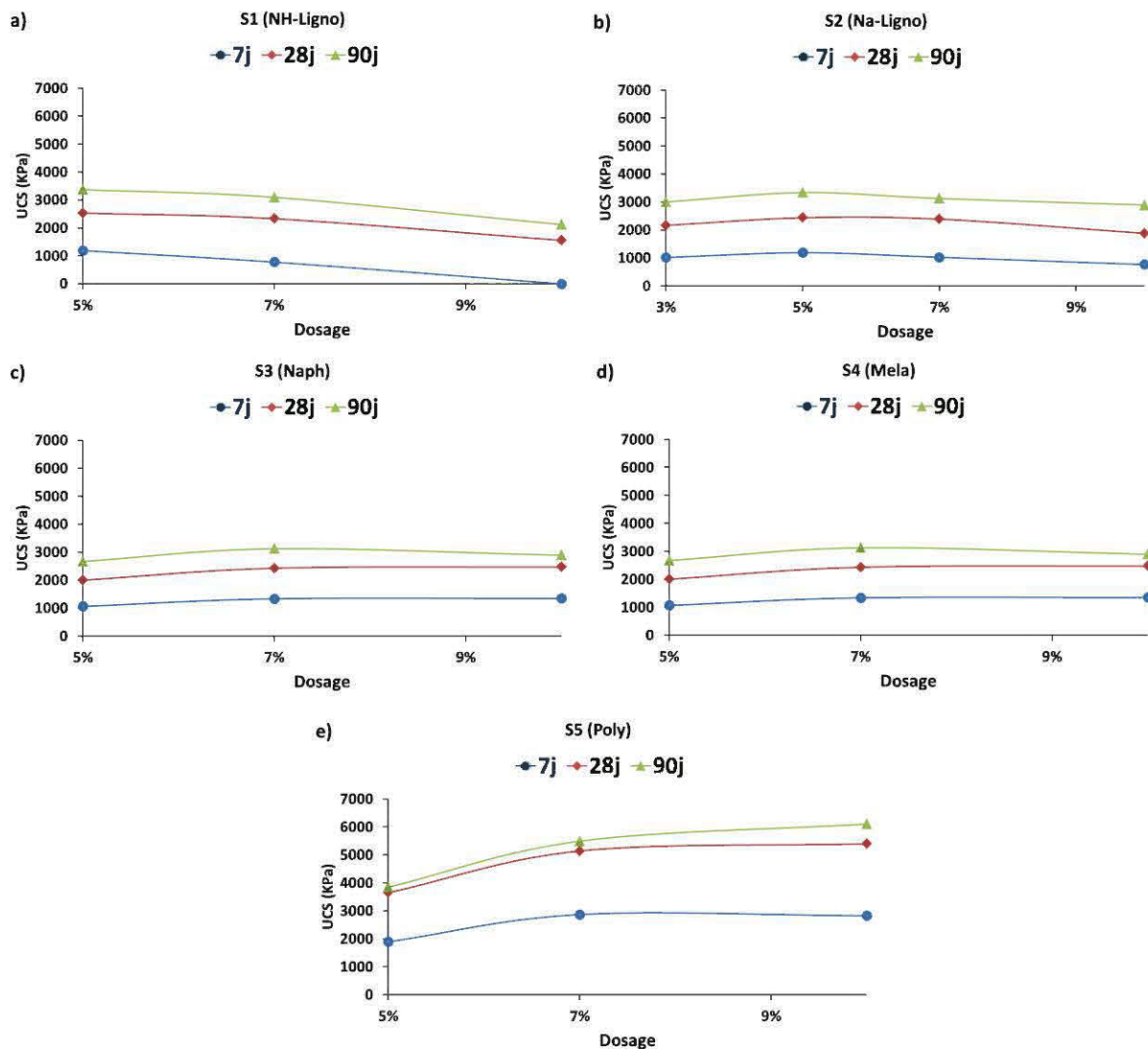


Figure 7-6 : Effet du dosage des superplastifiants : a) S1 (NH-Ligno), b) S2 (Na-Ligno), c) S3 (Naph), S4 (Mela) et S5 (Poly) sur la résistance mécanique des remblais

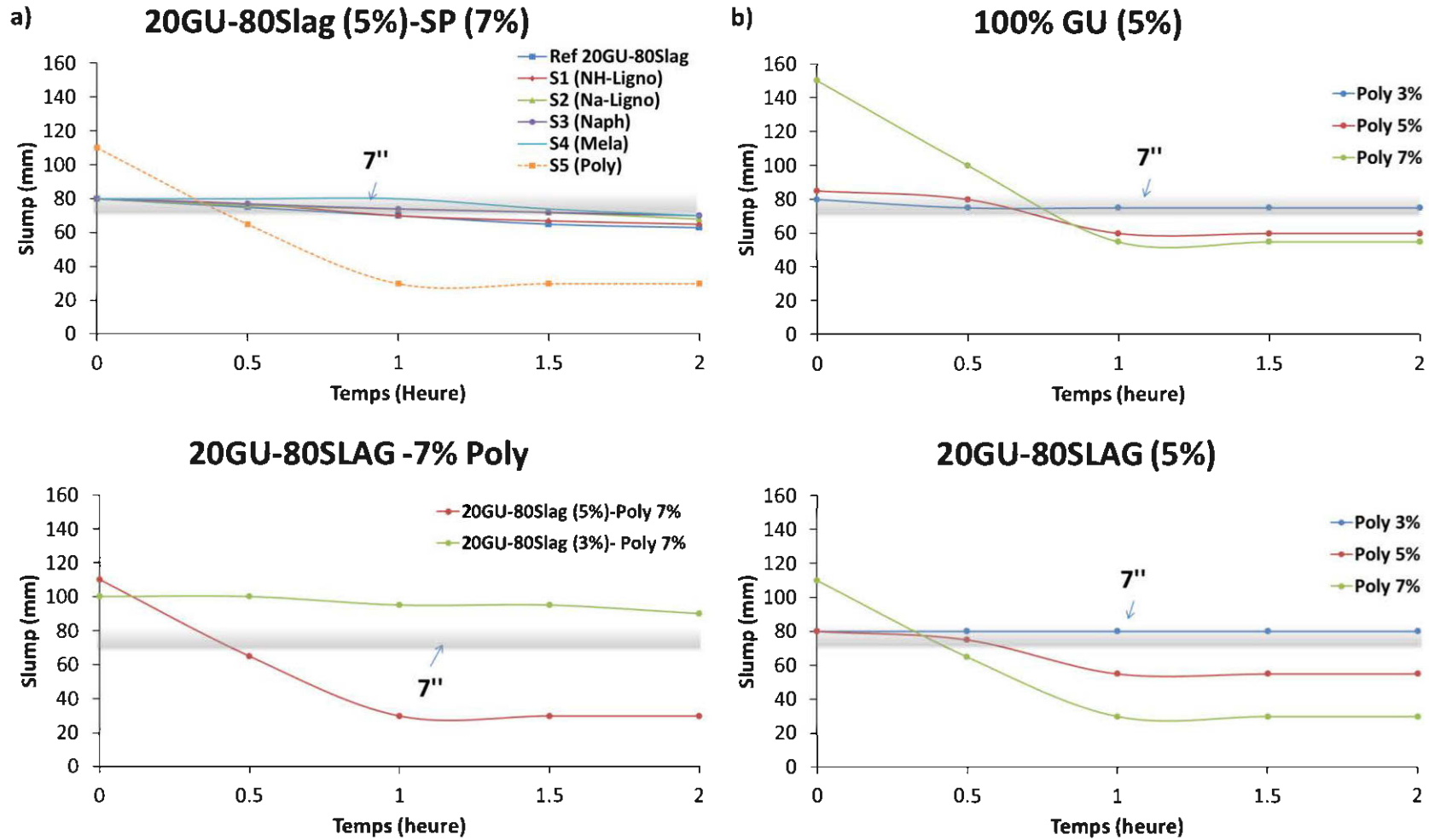


Figure 7-7 : Suivi de l'évolution de l'ouvrabilité des a) RMPC formulés avec un dosage fixe de 7% de différents SP et 5% du mélange 20GU-80Slag b) RMPC formulés avec le ciment Portland (GU) à 5% et du polycarboxylate c) RMPC formulés avec le mélange 20GU-80Slag et du polycarboxylate à 7% d) RMPC formulés avec le ciment Portland (GU) à 5% et du polycarboxylate

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

8.1 Conclusion

L'industrie minière génère d'importantes quantités de rejets qui sont le plus fréquemment stockés en surface et qui, s'ils sont mal confinés, peuvent être néfastes pour l'environnement. Il est donc très souhaitable d'adopter une gestion saine et intégrée de ces rejets solides. La technologie du remblayage, utilisée par les mines canadiennes les plus modernes, permet d'enfouir une bonne partie de ces rejets grâce à leur utilisation comme matériaux de remblayage sous terre. Si du liant hydraulique est ajouté lors de la fabrication du remblai, il joue alors un rôle de support secondaire de terrain. De nos jours, le remblai minier en pâte cimenté est la technologie de remblayage la plus utilisée à travers le monde, grâce à ses avantages environnementaux et technico-économiques (exploitation minière plus complète). Cependant, le RMPC entraîne d'importants coûts dus à l'achat des liants hydrauliques, qui représente à lui seul 80% des coûts de fabrication des RMPC (Gauthier, 2004). L'objectif de la présente étude est donc de produire des RMPC respectant les critères de performance (rhéologique et mécanique) à moindres coûts. Dans cette perspective, deux approches ont été évaluées :

- **L'utilisation de liants alternatifs** en substitution des liants traditionnels et la détermination d'une recette optimale
- **L'utilisation de différents types de superplastifiants** à divers dosages dans les remblais. L'étude vise à comprendre leurs effets sur les ciments ainsi que sur les résidus. Aussi, il a été question d'une évaluation de l'influence des divers additifs utilisés (chaux, flocculant etc.) dans les étapes de fabrication des RMPC.

Pour ce faire, quatre types de résidus (4 points d'échantillonnage dans l'usine de remblai) provenant de la mine polymétallique de LaRonde, quatre différentes familles de superplastifiants et des liants alternatifs (sous-produits industriels ayant des propriétés pouzzolaniques) ont été utilisés. Les résidus et les liants ont fait l'objet d'une caractérisation physique, chimique et minéralogique.

Les résultats de la présente étude ont montré que les sous-produits industriels ont une propriété pouzzolanique leur permettant de participer aux réactions de cimentation. Ce sont les cendres de

Kruger qui présentent les meilleures propriétés pouzzolaniques. Environ 30% des liants traditionnels sont substitués par les liants alternatifs mais les résistances mécaniques des liants traditionnels demeurent les meilleures. Les liants alternatifs sont moins réactifs du fait qu'ils contiennent des phases plus ou moins inertes qui ne participent pas aux réactions de cimentation (la calcite, le quartz). Cependant, l'ajout d'un activant tel que le silicate de sodium permet d'améliorer la résistance mécanique des remblais. À 7 et 28 jours de temps de cure, la résistance mécanique de la recette optimale à base des cendres de Kruger a atteint 97% de celle de la référence (GU-Slag 20-80). La substitution des liants traditionnels par les liants alternatifs présente donc certains avantages environnementaux et économiques. L'utilisation des sous-produits industriels permet de réduire les aires de stockage en surface, limitant ainsi leur empreinte sur l'environnement. En outre, la substitution permet de réduire les coûts liés aux liants conventionnels participant ainsi à la limitation des gaz à effet de serre. Elle respecte les critères de design (1000 kPa à 28 jours) avec une économie, en moyenne, de 1.9 \$ par tonne de remblai et avec l'ajout du silicate de sodium, elle permet aussi d'atteindre des résistances mécaniques similaires à la référence (GU-Slag 20-80) avec une économie de 0.4\$ par tonne de remblai.

L'ajout de superplastifiants dans la formulation des remblais améliore leurs performances rhéologique et mécanique avec une demande en eau moindre. Les superplastifiants se caractérisent par un effet dispersant. L'ajout de superplastifiant n'empêche pas la perte en consistance (accentuée dans le cas des polycarboxylates) au fur du temps malgré son effet retardateur sur l'hydratation des liants. Par ailleurs, une bonne combinaison d'un dosage adéquat en liant et en polycarboxylate permet d'atteindre la résistance mécanique requise et de maintenir la consistance cible (τ') durant une longue période pouvant correspondre à la durée de transport des RMPC depuis l'usine en surface vers les chantiers souterrains. L'effet des superplastifiants dépend de leurs dosages et modes d'action. Le superplastifiant de type polycarboxylate semble le plus performant dans l'amélioration des résistances mécaniques du remblai. Son utilisation permettrait de réduire la teneur en ciment de 5 à 3% tout en assurant les mêmes performances rhéologiques et mécaniques que la référence (GU-Slag 20-80). Lorsqu'un superplastifiant est ajouté dans la formulation du remblai, il modifie les propriétés de surface des particules solides entraînant ainsi une libération de l'eau piégée dans les floes en mettant en jeu des forces de répulsions électrostatique et/ou stérique. À l'aide de tests de mesure du potentiel Zêta, il a été confirmé que la répulsion stérique serait plus efficace car le superplastifiant n'a pas besoin de

s'adsorber sur la particule. En excès, l'ajout de superplastifiant induit une inhibition des processus de cimentation ou du moins une amélioration non significative du développement de la résistance mécanique. Notre étude a démontré que les dosages optimaux sont de 3% pour les lignosulfonates, 5% pour le naphthalène et la mélamine et 7% pour le polycarboxylate. Ainsi, l'utilisation des superplastifiants présente des avantages environnementaux et économiques maintenant prouvés. L'ajout de superplastifiants entraîne la possibilité de préparer des RMPC avec de hauts pourcentages solide, ce qui augmente la quantité de résidus à retourner sous terre d'environ 10%. Entre outre, ils permettent de réduire la quantité de liants, entraînant ainsi une baisse des coûts relatifs à l'achat des liants.

Enfin, les résultats de la présente étude ont également montré que les différents procédés en amont de l'étape de mélange et les divers additifs (floculant, chaux, etc.) qui y sont utilisés n'ont aucune influence significative sur les propriétés mécaniques des remblais.

8.2 Recommandations

Dans le but d'améliorer, de compléter et de parfaire ce travail, quelques recommandations peuvent être émises comme perspectives:

- Étudier la faisabilité de la substitution du liant traditionnel par des liants alternatifs au niveau industriel en se limitant à des mélanges binaires voire ternaires,
- Étudier l'alkali-activation de chaque sous-produit seul (KFA, WG, WBA),
- Étudier l'alkali-activation avec ajout de solution d'hydroxyde de calcium ou sodium afin de comparer l'efficacité de la cimentation par géopolymérisation et ses répercussions sur les coûts de fabrication des RMPC.
- Tester les superplastifiants avec d'autres types de résidus pour étudier l'influence du type de résidus sur les performances des superplastifiants,
- Faire des tests de rhéologie (mesure de la viscosité et du seuil de cisaillement) sur des remblais formulés avec les superplastifiants,
- Investiguer l'influence des divers additifs utilisés (ex. floculants) lors de la fabrication du remblai en pâte en utilisant un type de ciment autre que le mélange GU-Slag : 80-20. En

effet, la performance du mélange GU-Slag : 80-20 pourrait atténuer l'influence de ces divers additifs,

- Mettre l'emphasis sur l'optimisation du taux de liant et le dosage en polycarboxylate pour des RMPC à moindre coût tout en respectant les critères de design.

BIBLIOGRAPHIE

- Belem, T. (2015). Notes de cours Remblais miniers Hiver 2015. *GNM1002 Cours remblais miniers*.
- Belem, T., & Benzaazoua, M. (2003). Utilisation du remblai en pâte comme support de terrain partie I *In Proceedings of Après-mines 2003. Impacts et gestion des risques: besoins et acquis de la recherche. 5–7 February. Nancy. GISOS. CD-ROM.*
- Belem, T., & Benzaazoua, M. (2007). Design and Application of Underground Mine Paste Backfill Technology. *Geotechnical and Geological Engineering, 26(2)*, 147-174. doi:10.1007/s10706-007-9154-3
- Belem, T., El Aatar, O., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2016). Gravity-driven 1-D consolidation of cemented paste backfill in 3-m-high columns. *Innovative Infrastructure Solutions, 1(1)*, 37.
- Belem, T., Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2010). *A model of formulation of blended binders for use in cemented mine backfills*. Paper presented at the 1st International Seminar on Reduction of Risk in the Management of Tailings and Mine Waste.
- Benzaazoua, M., & Belem, T. (2000). *Optimization of sulfide-rich paste backfill mixtures for increasing long-term strength and stability*. Paper presented at the Proceedings of fifth conference on clean technology for mining industry, Santiago, University of Concepción.
- Benzaazoua, M., & Belem, T. (2001). Investigation de l'effet de la chimie des liants et des résidus miniers sur les propriétés des remblais en pâte.
- Benzaazoua, M., & Belem, T. (2003). Utilisation du remblai en pâte comme support de terrain partie II *In Proceedings of Après-mines 2003 Impacts et gestion des risques: besoins et acquis de la recherche. 5–7 February. Nancy GISOS CD-ROM.*
- Benzaazoua, M., Belem, T., & Bussière, B. (2002). Chemical factors that influence the performance of mine sulphidic paste backfill. *Cement and Concrete Research, 32(7)*, 1133-1144. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00752-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00752-4)
- Benzaazoua, M., Bois, D., Belem, T., Ouellet, S., Gauthier, P., & Fall, M. (2005). Remblais souterrains, évolution des connaissances et de la pratique.
- 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. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2007.11.012>
- Benzaazoua, M., Fall, M., & Belem, T. (2004a). A contribution to understanding the hardening process of cemented pastefill. *Minerals Engineering, 17(2)*, 141-152. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2003.10.022>
- Benzaazoua, M., Fall, M., & Ouellet, S. (2004b). *Étude pluridisciplinaire visant à mettre au point un outil expert pour la prédiction du comportement des remblais en pâte: rapport*: Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail, Direction des communications.

- Benzaazoua, M., Ouellet, J., Servant, S., Newman, P., & Verburg, R. (1999). Cementitious backfill with high sulfur content Physical, chemical, and mineralogical characterization. *Cement and Concrete Research*, 29(5), 719-725. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00023-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00023-X)
- Brackebusch, F. (1994). Basics of paste backfill systems : F. W. Brackebusch, *Mining Engineering*, 46(1), 1994, pp 1175–1178. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 32(3), A122. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/0148-9062\(95\)90153-V](http://dx.doi.org/10.1016/0148-9062(95)90153-V)
- Chaulia, P. K., & Das, R. (2008). Process parameter optimization for fly ash brick by Taguchi method. *Materials Research*, 11(2), 159-164.
- Cihangir, F., Ercikdi, B., Kesimal, A., Turan, A., & Deveci, H. (2012). Utilisation of alkali-activated blast furnace slag in paste backfill of high-sulphide mill tailings: Effect of binder type and dosage. *Minerals Engineering*, 30, 33-43.
- De Souza, E., Archibald, J., & Dirige, A. (2003). *Economics and perspectives of underground backfill practices in Canadian mines*. Paper presented at the Proceedings of the 105th Annual General Meeting of CIM.
- Dragana, S., Grabinsky, M. W., & Bawden, W. (2011). Effect of polycarboxylated acrylic acid polymerbased. *Geotechnical and Geological Engineering*.
- Ercikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., & Alp, İ. (2009). Utilization of industrial waste products as pozzolanic material in cemented paste backfill of high sulphide mill tailings. *Journal of Hazardous Materials*, 168(2–3), 848-856. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.02.100>
- Ercikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., & Alp, İ. (2010). Utilization of water-reducing admixtures in cemented paste backfill of sulphide-rich mill tailings. *Journal of Hazardous Materials*, 179(1–3), 940-946. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.03.096>
- Erdoğan, Ş. (2000). Compatibility of superplasticizers with cements different in composition. *Cement and Concrete Research*, 30(5), 767-773. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00229-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00229-5)
- Erismann, F., Shawn O'Hara, Christophe Kurz, & Hansson, M. (2016). *The Benefits of Incorporating Admixtures into Mine Paste Backfill*. Paper presented at the 19th International Seminar on Paste and Thickened Tailings.
- Farzam, H., Rispin, M., & Karlson, R. (1998). *The use of unique admixture technologies in mine backfill, technology description and case histories*. Paper presented at the Minefill'98: Proceedings of the 6th International Symposium on Mining with Backfill, Brisbane, Australia.
- Feret, R. (1892). Sur la compacité des mortiers hydrauliques.
- Fried, É. (2006). *Étude du phénomène d'hydratation et du comportement des remblais en pâte cimentés*. (Maîtrise), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Gauthier, P. (2004). Valorisation des liants et des rejets industriels dans les remblais miniers. *DESS Thesis, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue Rouyn-Noranda, Canada*.

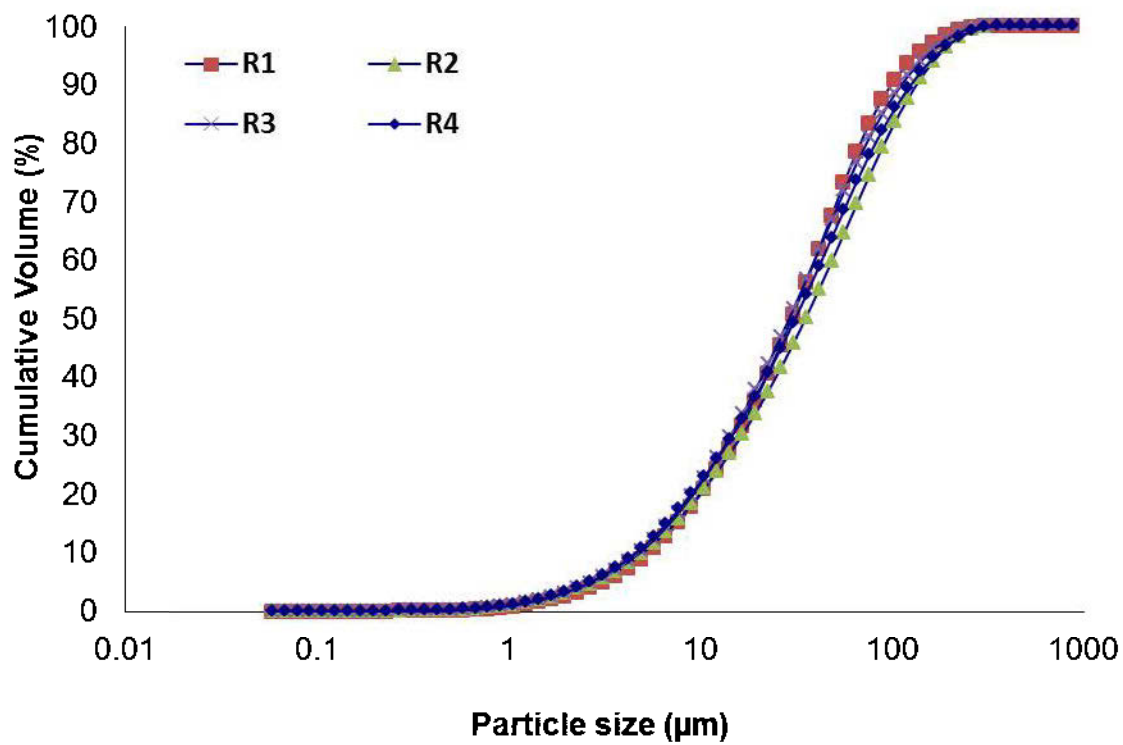
- Hassani, F., & Archibald, J. (1998). Mine backfill.[CD-ROM]. *Canadian institute of mine, metallurgy and petroleum*, 262.
- Huynh, L., Beattie, D. A., Fornasiero, D., & Ralston, J. (2006). Effect of polyphosphate and naphthalene sulfonate formaldehyde condensate on the rheological properties of dewatered tailings and cemented paste backfill. *Minerals Engineering*, 19(1), 28-36. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2005.05.001>
- Izumi, F., & Young, R. (1993). *The Rietveld Method*: Oxford University Press, Oxford.
- Jung, S., & Biswas, K. (2002). Review of current high density paste fill and its technology. *Mineral Resources Engineering*, 11(02), 165-182.
- Kermani, M., Hassani, F., Aflaki, E., Benzaazoua, M., & Nokken, M. (2015). Evaluation of the effect of sodium silicate addition to mine backfill, Gelfill– Part 1. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*.
- Kesimal, A., Yilmaz, E., Ercikdi, B., Alp, I., & Deveci, H. (2005). Effect of properties of tailings and binder on the short-and long-term strength and stability of cemented paste backfill. *Materials Letters*, 59(28), 3703-3709. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.042>
- Khayat, K. H. (1998). Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview. *Cement and Concrete Composites*, 20(2–3), 171-188. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465\(98\)80006-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465(98)80006-1)
- Khayat, K. H., & Mikanovic, N. (2012). 8 - Viscosity-enhancing admixtures and the rheology of concrete. In N. Roussel (Ed.), *Understanding the Rheology of Concrete* (pp. 209-228): Woodhead Publishing.
- Kosmatka, S. H., Panarese, W. C., Allen, G. E., & Cumming, S. (1991). *Dosage et contrôle des mélanges de béton*: Association canadienne du ciment Portland, Région du Québec.
- 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.
- Lasheras-Zubiate, M., Navarro-Blasco, I., Fernández, J. M., & Álvarez, J. I. (2012). Effect of the addition of chitosan ethers on the fresh state properties of cement mortars. *Cement and Concrete Composites*, 34(8), 964-973. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.04.010>
- Mailvaganam, N. P., & Rixom, M. (2002). *Chemical admixtures for concrete*: CRC Press.
- Mangane, M., Argane, R., Benzaazoua, M., & Trauchessec, R. (2016, 5-8 July 2016). *Development of Novel Techniques to Enhance the Mechanical Performances of Paste Backfill*. Paper presented at the 19th International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Santiago, Chile.
- Miller, S., Jeffery, J., & Wong, J. (1991). *Use and misuse of the acid base account for “AMD” prediction*. Paper presented at the Proceedings of the 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montréal, Que.
- Oner, A., Akyuz, S., & Yildiz, R. (2005). An experimental study on strength development of concrete containing fly ash and optimum usage of fly ash in concrete. *Cement and Concrete Research*, 35(6), 1165-1171.

- Ouattara, Yahia, A., Mbonimpa, M., & Belem, T. (2013). *Rheology of cemented paste backfill incorporating superplasticizers*. Paper presented at the Canadian geotechnical conference.
- Ouattara, D. (2011). *ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES DE RÉSIDUS MINIERS DENSIFIÉS*.
- Ouattara, D., Mbonimpa, M., & Belem, T. (2010). *Rheological Properties of Thickened Tailings and Cemented Paste Tailings and the Effect of Mixture Characteristics on Shearing Behaviour*. Paper presented at the Proceedings of 63rd Canadian Geotechnical Conference and 1st Joint CGS/CNC-IPA Permafrost Specialty Conference.
- Ouellet, S., Bussière, B., Aubertin, M., & Benzaazoua, M. (2006). Microstructural evolution of cemented paste backfill: Mercury intrusion porosimetry test results. *Cement and Concrete Research*, 37(12), 1654-1665. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.016>
- Palomo, A., Grutzeck, M., & Blanco, M. (1999). Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1323-1329.
- Papayianni, I., Tsohos, G., Oikonomou, N., & Mavria, P. (2005). Influence of superplasticizer type and mix design parameters on the performance of them in concrete mixtures. *Cement and Concrete Composites*, 27(2), 217-222. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.02.010>
- Pekmezci, B., & Akyüz, S. (2004). Optimum usage of a natural pozzolan for the maximum compressive strength of concrete. *Cement and Concrete Research*, 34(12), 2175-2179.
- Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2011). Estimation of the cementitious properties of various industrial by-products for applications requiring low mechanical strength. *Resources, Conservation and Recycling*, 56(1), 22-33. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.08.008>
- Peyronnard, O., & Benzaazoua, M. (2012). Alternative by-product based binders for cemented mine backfill: Recipes optimisation using Taguchi method. *Minerals Engineering*, 29(0), 28-38. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2011.12.010>
- Ramachandran, V. S. (1996). *Concrete admixtures handbook: properties, science and technology*: Cambridge University Press.
- Ramachandran, V. S., Paroli, R. M., Beaudoin, J. J., & Delgado, A. H. (2002a). *Handbook of thermal analysis of construction materials*: William Andrew.
- Ramachandran, V. S., Paroli, R. M., Beaudoin, J. J., & Delgado, A. H. (2002b). Introduction to Concrete Admixtures. In V. S. Ramachandran, R. M. Paroli, J. J. Beaudoin, & A. H. Delgado (Eds.), *Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials* (pp. 143-188). Norwich, NY: William Andrew Publishing.
- Simon, D., Grubinsky, M. W., & Bawden, W. (2011). Effect of polycarboxylated acrylic acid polymer-based superplasticizer on cemented paste backfill.
- Taguchi, G. (1987). *System of experimental design; engineering methods to optimize quality and minimize costs*. Retrieved from
- Taylor, H. (1961). The chemistry of cement hydration. *Progress in ceramic science*, 1, 89-145.

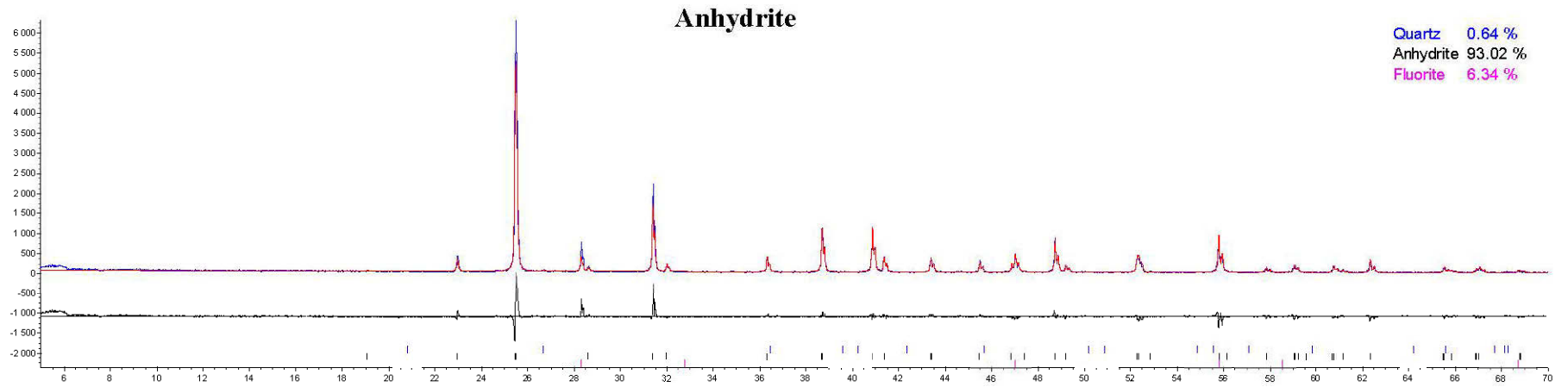
- Van Jaarsveld, J., & Van Deventer, J. (1999). Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 38(10), 3932-3941.
- Yammamuro, H. (1997). Study of non-adsorptive viscosity agents applied to self-compacting concrete. *ACI Special Publication*, 173.
- Yilmaz, E., Belem, T., Bussière, B., & Benzaazoua, M. (2011). Relationships between microstructural properties and compressive strength of consolidated and unconsolidated cemented paste backfills. *Cement and Concrete Composites*, 33(6), 702-715. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.03.013>
- Young, R., Sakthivel, A., Moss, T., & Paiva-Santos, C. (1995). DBWS-9411—an upgrade of the DBWS*. * programs for Rietveld refinement with PC and mainframe computers. *Journal of Applied Crystallography*, 28(3), 366-367.

ANNEXES

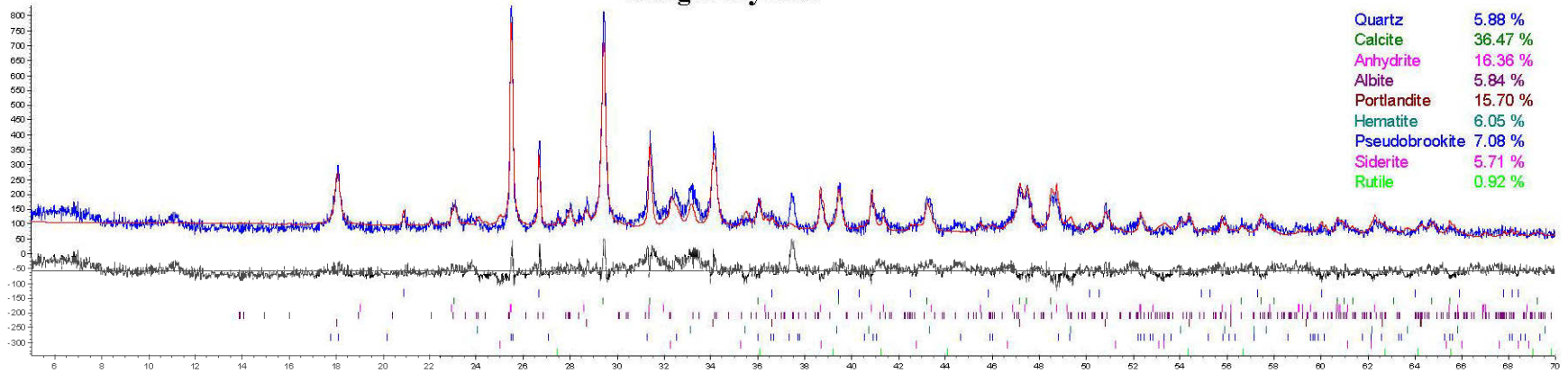
Annexe A – Distributions granulométriques des résidus



Annexe B – Diffractions des rayons X des liants alternatifs et des substitutions partielles

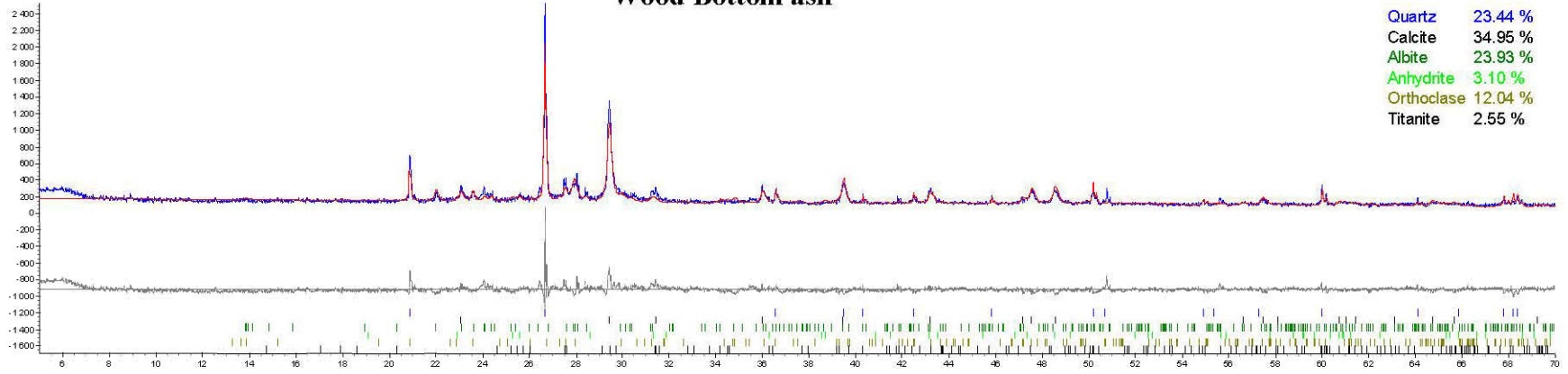


Kruger Fly Ash



Wood Bottom ash

Quartz	23.44 %
Calcite	34.95 %
Albite	23.93 %
Anhydrite	3.10 %
Orthoclase	12.04 %
Titanite	2.55 %



Waste Glass

Quartz 100.00 %

