



### **Mise en garde**

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT) 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.

### **Warning**

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT) obtained the permission of the author to use a copy of this document for nonprofit 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.

**POLYTECHNIQUE MONTRÉAL**

affiliée à l'Université de Montréal

et

l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

**Traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers**

**GRIMAULT ARNAUD**

Département des génies civil, géologique et des mines

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

Génie Minéral

Août 2025

# **POLYTECHNIQUE MONTRÉAL**

affiliée à l'Université de Montréal

et

l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Ce mémoire intitulé :

## **Traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers**

présenté par **Arnaud GRIMAULT**

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

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

**Lucie COUDERT**, présidente

**Carmen M. NECULITA**, membre et directrice de recherche

**Thomas GENTY**, membre et codirecteur de recherche

**Éric ROSA**, membre et codirecteur de recherche

**Dominique CLAVEAU-MALLET**, membre externe

## REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers ma directrice, Carmen Neculita, ainsi que mes co-directeurs, Éric Rosa et Thomas Genty, pour leur encadrement, leurs précieux conseils et leur patience tout au long de ce projet. Leur expertise et leur disponibilité ont été d'une aide précieuse pour surmonter les défis rencontrés et mener cette recherche à terme.

Je remercie également l'Unité de Recherche et de Service en Technologie Minérale (URSTM) et le Centre Technologique des Résidus Industriels (CTRI), où les expérimentations ont été réalisées. L'accès à leurs infrastructures et le soutien technique fourni ont joué un rôle essentiel dans la réussite de ce projet. Je suis particulièrement reconnaissant envers leur personnel pour leur engagement et leur précieuse assistance. Un grand merci également à l'équipe Environnement de la mine Meadowbank, dont la collaboration et le soutien logistique ont permis la mise en œuvre de plusieurs aspects clés de cette étude.

Je souhaite aussi adresser mes plus sincères remerciements à ma conjointe, Mathilde, pour son soutien inébranlable tout au long de cette aventure. Par son encouragement constant et son implication dans les tâches du quotidien, elle m'a permis de me consacrer pleinement à ce travail. Sa patience et sa compréhension ont été d'un immense soutien.

Enfin, une pensée particulière pour Loki et Aiko, mes fidèles petits compagnons félins, dont la présence réconfortante et les moments de malice ont apporté une touche bienvenue de légèreté aux longues heures de rédaction. Je remercie également toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à l'avancement de ce projet par leurs échanges, leur aide ou leur soutien.



## RÉSUMÉ

Bien que l'industrie minière joue un rôle essentiel dans l'économie canadienne, elle génère des effluents souvent fortement concentrés en contaminants azotés tels que le thiocyanate ( $\text{SCN}^-$ ), l'azote ammoniacal ( $\text{N-NH}_3$ ), les nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ) et les nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ). Ces polluants, principalement issus de l'utilisation d'explosifs au nitrate d'ammonium et de la cyanuration, présentent des risques écotoxicologiques importants. Leur traitement est d'autant plus complexe que la forte concentration en solides totaux dissouts des effluents miniers limite l'efficacité des méthodes conventionnelles, notamment les procédés membranaires, souvent sujets au colmatage.

Ce mémoire propose une évaluation comparative de trois stratégies de traitement des contaminants azotés présents dans des effluents miniers à forte concentration en SDT (solides totaux dissouts) : l'ozonation à microbulles (approche active), le réacteur biologique à lit mobile MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor, une approche biologique) et la promotion de l'atténuation naturelle (approche semi-passive).

L'ozonation à microbulles a permis une oxydation rapide et très efficace du  $\text{SCN}^-$  et du  $\text{N-NH}_3$ , avec plus de 99 % d'oxydation en 1,5 à 2,5 heures de temps de résidence hydraulique (TRH) selon la charge initiale en contaminants. Par exemple, un effluent contenant 100 mg/L de  $\text{N-NH}_3$  a été complètement traité en deux heures. Un probable effet catalytique des ions chlorure, par formation de (per)chlorate, est mentionné dans la littérature. Les résultats n'ont pas confirmé la formation de ces éléments, invalidant cette hypothèse. La consommation moyenne d'ozone variait entre 10 et 25 g- $\text{O}_3$  par g de  $\text{N-NH}_3$  traité, avec une efficacité améliorée pour des concentrations initiales élevées. Toutefois, le procédé a entraîné une accumulation importante de nitrates, dépassant parfois 1 g/L, pouvant nécessiter une étape de dénitrification complémentaire.

Le système MBBR a atteint au moins 80 % d'enlèvement de l'azote sur une période de neuf mois. Les vitesses maximales d'enlèvement surfacique, à température ambiante ( $\approx 22^\circ\text{C}$ ), ont atteint 3,3 g-N/ $\text{m}^2$ /jour pour le  $\text{SCN}^-$  dans le premier réacteur et 1,7 g-N/ $\text{m}^2$ /jour pour les  $\text{NO}_3^-$  dans l'étape de dénitrification. Des accumulations ponctuelles de nitrites ou d'azote ammoniacal ont alors pu survenir. L'usage du saccharose, du fait des doses élevées requises, figure parmi les causes majeures possibles. Cela souligne l'importance du choix de la source de carbone organique et du contrôle du rapport C:N. Les tests écotoxicologiques ont confirmé que l'effluent traité n'était

généralement pas toxique, à l'exception de deux cas isolés, probablement liés à une demande chimique en oxygène (DCO) excessive ou à un pic de nitrites.

L'approche semi-passive par atténuation naturelle, testée en chambre de culture et en conditions réelles, a permis une réduction modérée mais constante des contaminants, notamment du N-NH<sub>3</sub>, à condition que l'alcalinité initiale soit suffisante ( $\approx 80 \text{ mg-CaCO}_3/\text{L}$ ). L'assimilation biologique par les microalgues a été identifiée comme mécanisme principal, comme le confirment les analyses isotopiques ( $\delta^{15}\text{N}$ ,  $\delta^{18}\text{O}$ ) et les dénombrements biologiques. Toutefois, lors des phases de mortalité de la biomasse, une remobilisation des contaminants a été observée, représentant jusqu'à 30 % du N-NH<sub>3</sub> précédemment éliminé, dans des essais menés à 4 °C sur cinq mois. Ce phénomène peut être efficacement atténué grâce à la récupération de la biomasse par coagulation-floculation. Les coagulants métalliques (sulfate ferrique, PAC) associés à un polymère ionique, ainsi qu'un polymère naturel (chitosane), ont permis une récupération de plus de 90 % de la biomasse en suspension.

Ces résultats soulignent que chaque méthode de traitement présente des avantages et des limites spécifiques, selon les caractéristiques de l'effluent, sa charge polluante et les contraintes opérationnelles. L'ozonation convient particulièrement aux effluents fortement chargés nécessitant un traitement rapide, le MBBR assure des performances durables en conditions maîtrisées, et l'atténuation naturelle représente une option économique intéressante pour des sites isolés ou en fermeture. Le mémoire conclut en proposant un ensemble de critères décisionnels pour guider le choix de la stratégie de traitement des contaminants azotés dans les eaux minières.

## ABSTRACT

Although the mining industry plays a vital role in the Canadian economy, it generates effluents often highly concentrated with nitrogen-based contaminants such as thiocyanate ( $\text{SCN}^-$ ), ammonia nitrogen ( $\text{N-NH}_3$ ), nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ), and nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ). These pollutants, primarily resulting from the use of ammonium nitrate explosives and cyanidation processes, pose significant ecotoxicological risks. Their treatment is particularly challenging due to the high total dissolved solids (TDS) content in mining effluents, which limits the effectiveness of conventional methods, especially membrane processes, which are prone to fouling.

This thesis presents a comparative evaluation of three treatment strategies for nitrogen contaminants in mining effluents with high TDS concentrations: microbubble ozonation (an active approach), the Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR, a biological approach), and the promotion of natural attenuation (a semi-passive approach).

Microbubble ozonation enabled rapid and highly efficient oxidation of  $\text{SCN}^-$  and  $\text{N-NH}_3$ , with more than 99% oxidation achieved within 1.5 to 2.5 hours of hydraulic retention time (HRT), depending on the initial contaminant load. For instance, an effluent containing 100 mg/L of  $\text{N-NH}_3$  was fully treated within two hours. A possible catalytic effect of chloride ions, via the formation of (per)chlorates, has been reported in the literature. However, the results did not confirm the formation of such compounds, thus invalidating this hypothesis. Average ozone consumption ranged from 10 to 25 g- $\text{O}_3$  per g of  $\text{N-NH}_3$  treated, with improved efficiency at higher initial concentrations. Nevertheless, the process led to significant accumulation of nitrates, sometimes exceeding 1 g/L, potentially requiring a complementary denitrification step.

The MBBR system achieved at least 80% nitrogen removal over a nine-month period. Maximum surface removal rates at ambient temperature ( $\approx 22^\circ\text{C}$ ) reached 3.3 g-N/ $\text{m}^2$ /day for  $\text{SCN}^-$  in the first reactor and 1.7 g-N/ $\text{m}^2$ /day for  $\text{NO}_3^-$  in the denitrification step. Occasional accumulations of nitrites or ammonia nitrogen were observed, potentially linked to the use of sucrose and the high dosage it required. This highlights the importance of selecting an appropriate organic carbon source and carefully controlling the C:N ratio. Ecotoxicological tests confirmed that the treated effluent was generally non-toxic, except for two isolated cases, likely due to excessive chemical oxygen demand (COD) or nitrite spikes.

The semi-passive natural attenuation approach, tested both in growth chambers and under real conditions, allowed for moderate but consistent reduction of contaminants, particularly N-NH<sub>3</sub>, provided that initial alkalinity was sufficient ( $\approx 80$  mg-CaCO<sub>3</sub>/L). Biological assimilation by microalgae was identified as the main mechanism, as confirmed by isotopic analyses ( $\delta^{15}\text{N}$ ,  $\delta^{18}\text{O}$ ) and biological counts. However, during biomass die-off phases, remobilization of contaminants was observed, accounting for up to 30% of the previously eliminated N-NH<sub>3</sub>, in tests conducted at 4 °C over five months. This phenomenon can be effectively mitigated through biomass recovery via coagulation-flocculation. Metallic coagulants (ferric sulfate, PAC) combined with an ionic polymer, as well as a natural polymer (chitosan), enabled recovery of over 90% of the suspended biomass.

These results highlight that each treatment method presents specific advantages and limitations depending on effluent characteristics, pollutant loads, and operational constraints. Ozonation is particularly suited for highly loaded effluents requiring rapid treatment; the MBBR offers sustained performance under controlled conditions; and natural attenuation represents a cost-effective option for remote or decommissioning sites. The thesis concludes with a proposed set of decision-making criteria to guide the selection of appropriate nitrogen contaminant treatment strategies for mining waters.

## TABLE DES MATIÈRES

|                                                                    |      |
|--------------------------------------------------------------------|------|
| REMERCIEMENTS .....                                                | III  |
| RÉSUMÉ.....                                                        | IV   |
| ABSTRACT .....                                                     | VI   |
| LISTE DES TABLEAUX.....                                            | XI   |
| LISTE DES FIGURES.....                                             | XIII |
| LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....                             | XV   |
| LISTE DES ANNEXES.....                                             | XVII |
| CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....                                       | 1    |
| 1.1 Contexte .....                                                 | 1    |
| 1.2 Objectifs .....                                                | 3    |
| 1.3 Contenu du mémoire et principale contribution.....             | 3    |
| CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE .....                              | 5    |
| 2.1 Origines des contaminants azotés dans les eaux minières .....  | 6    |
| 2.2 Aspects législatifs.....                                       | 6    |
| 2.3 Traitement des contaminants azotés dans les eaux minières..... | 8    |
| 2.3.1 Traitement actif .....                                       | 11   |
| 2.3.2 Ozonation à microbulles.....                                 | 12   |
| 2.3.3 Traitement biologique .....                                  | 14   |
| 2.3.4 Inhibiteurs biologiques dans les effluents miniers .....     | 19   |
| 2.3.5 Contacteurs biologiques rotatifs (RBC) .....                 | 22   |
| 2.3.6 Réacteurs biologiques à lit fluidisé (MBBR) .....            | 24   |
| 2.3.7 Traitement (semi-)passif .....                               | 28   |
| 2.3.8 Réhabilitation du site minier Colomac.....                   | 30   |

|                                         |                                                                                                                   |    |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.3.9                                   | Autres études .....                                                                                               | 32 |
| 2.4                                     | Utilisation des données isotopiques pour la détermination des origines et du devenir des contaminants azotés..... | 33 |
| 2.5                                     | Synthèse des connaissances .....                                                                                  | 40 |
| CHAPITRE 3 MATÉRIEL ET MÉTHODES .....   |                                                                                                                   | 44 |
| 3.1                                     | Prétraitement – Coagulation-floculation des métaux dissouts .....                                                 | 46 |
| 3.2                                     | Pilotes d’essais .....                                                                                            | 47 |
| 3.2.1                                   | Essais d’ozonation à microbulles .....                                                                            | 47 |
| 3.2.2                                   | Essais de nitrification-dénitrification active MBBR .....                                                         | 48 |
| 3.2.3                                   | Promotion de l’atténuation naturelle .....                                                                        | 50 |
| 3.3                                     | Effluents testés .....                                                                                            | 52 |
| 3.3.1                                   | Ozonation à microbulles.....                                                                                      | 52 |
| 3.3.2                                   | MBBR .....                                                                                                        | 54 |
| 3.3.3                                   | Promotion de l’atténuation naturelle .....                                                                        | 55 |
| 3.4                                     | Suivi des conditions opératoires.....                                                                             | 56 |
| 3.5                                     | Évolution de la spéciation de l’azote.....                                                                        | 57 |
| 3.6                                     | Efficacité du traitement .....                                                                                    | 58 |
| 3.7                                     | Identification des processus biochimiques impliqués .....                                                         | 59 |
| 3.8                                     | Essais de dégradation de la biomasse.....                                                                         | 60 |
| 3.9                                     | Récupération de la biomasse par coagulation-floculation.....                                                      | 60 |
| CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSION..... |                                                                                                                   | 61 |
| 4.1                                     | Essais de traitement par ozonation à microbulles .....                                                            | 61 |
| 4.1.1                                   | Suivi des conditions opératoires.....                                                                             | 61 |
| 4.1.2                                   | Évolution de la spéciation de l’azote.....                                                                        | 62 |
| 4.1.3                                   | Efficacité du pilote d’étude .....                                                                                | 65 |

|                 |                                                                                      |     |
|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.1.4           | Évaluation des consommations en réactifs.....                                        | 67  |
| 4.2             | Essais de traitement biologique actif MBBR .....                                     | 68  |
| 4.2.1           | Prétraitement par coagulation-floculation.....                                       | 68  |
| 4.2.2           | Suivi des conditions opératoires.....                                                | 69  |
| 4.2.3           | Évolution de la spéciation de l'azote au sein du pilote d'étude .....                | 69  |
| 4.2.4           | Toxicité des effluents produits .....                                                | 74  |
| 4.2.5           | Efficacité du pilote d'étude .....                                                   | 75  |
| 4.2.6           | Évaluation des consommations en réactifs.....                                        | 77  |
| 4.2.7           | Identification des processus biochimiques impliqués au cours du traitement MBBR      | 78  |
| 4.3             | Essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle .....                  | 79  |
| 4.3.1           | Essai préliminaire en chambre de culture .....                                       | 80  |
| 4.3.2           | Suivi des conditions opératoires des essais in-situ.....                             | 81  |
| 4.3.3           | Évolution de la spéciation de l'azote.....                                           | 83  |
| 4.3.4           | Identification et dénombrement des souches d'algues et de bactéries.....             | 86  |
| 4.3.5           | Efficacité du traitement semi-passif.....                                            | 86  |
| 4.3.6           | Évaluation des consommations en réactifs.....                                        | 87  |
| 4.3.7           | Identification des processus biochimique impliqué au cours du traitement semi-passif | 87  |
| 4.3.8           | Essais de dégradation des algues.....                                                | 91  |
| 4.3.9           | Essais de récupération des algues par coagulation-floculation .....                  | 93  |
| CHAPITRE 5      | SYNTHÈSE .....                                                                       | 95  |
| CHAPITRE 6      | CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS .....                                                  | 106 |
| RÉFÉRENCES..... |                                                                                      | 110 |
| ANNEXES .....   |                                                                                      | 122 |

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 2.1 : Concentrations en contaminants des effluents miniers maximales admissibles pour rejet en milieu naturel (Gouvernement du Québec, 2025; Gouvernement du Canada, 2025) | 7  |
| Tableau 2.2 : LC50 des contaminants azotés sur <i>Daphnia magna</i> .....                                                                                                          | 8  |
| Tableau 2.3 : Avantages et limites des principales méthodes de traitement des contaminants azotés présents dans des effluents miniers en contexte nordique.....                    | 10 |
| Tableau 2.4 : Principaux agents chimiques utilisés comme oxydant pour le traitement des effluents .....                                                                            | 11 |
| Tableau 2.5 : Principaux inhibiteurs biologiques pouvant se trouver dans les eaux minières .....                                                                                   | 21 |
| Tableau 2.6 : Récapitulatif des principaux processus biochimiques du cycle de N et de leurs effets sur la composition isotopique des contaminants résiduels.....                   | 39 |
| Tableau 2.7 : Paramètres importants dans le choix d'une méthode de traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers .....                                             | 41 |
| Tableau 3.1 : Description des différents réacteurs composant la filière MBBR étudiée .....                                                                                         | 50 |
| Tableau 3.2 : Essais de promotion de l'atténuation naturelle réalisés .....                                                                                                        | 52 |
| Tableau 3.3 : Effluents synthétiques S et réels E utilisés lors des essais d'ozonation.....                                                                                        | 53 |
| Tableau 3.4 : Masses de sels ajoutés lors de la préparation (15 L) des effluents synthétiques utilisés lors des essais d'ozonation à microbulles .....                             | 53 |
| Tableau 3.5 : Effluents réels utilisés lors des essais de nitrification-dénitrification au sein de la filière MBBR.....                                                            | 54 |
| Tableau 3.6 : Effluents réels utilisés lors des essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle.....                                                                 | 55 |
| Tableau 3.7 : Liste des principaux paramètres physico-chimiques suivis lors des essais réalisés                                                                                    | 56 |
| Tableau 3.8 : Méthodes de détermination des concentrations en contaminants azotés au cours des essais.....                                                                         | 57 |
| Tableau 3.9 : Protocole de récupération des algues par coagulation-floculation.....                                                                                                | 60 |



|                                                                                                                                                                           |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 4.1 : Principaux métaux inhibiteurs présents dans les différents prélèvements (P1 à P5) de l'effluent E1 et après prétraitement par coagulation-floculation ..... | 68  |
| Tableau 4.2 : Spéciation de l'azote des effluents en sortie de traitement au sein de la filière MBBR .....                                                                | 74  |
| Tableau 4.3 : Résultats des essais de toxicité (en unité de toxicité TU) sur les daphnies et truites de l'effluent traité.....                                            | 75  |
| Tableau 4.4 : Suivi des consommations en réactifs (en g/g-N traité) lors des essais de traitement au sein de la filière MBBR.....                                         | 77  |
| Tableau 4.5 : Évolution des concentrations en contaminants azotés au cours des essais en chambre de culture .....                                                         | 80  |
| Tableau 4.6 : Évolutions des masses de contaminants impliqués dans les essais de promotion de l'atténuation naturelle.....                                                | 84  |
| Tableau 4.7 : résultats des essais de récupération de la biomasse.....                                                                                                    | 94  |
| Tableau 5.1 : Synthèse des différents résultats obtenus pour les trois méthodes de traitement testées .....                                                               | 103 |

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                                                          |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 3.1 : Schéma conceptuel des différents essais menés et des objectifs attenants au cours du projet de Maitrise .....                               | 45 |
| Figure 3.2 : Déroulement des essais de coagulation-floculation des métaux en amont du traitement biologique.....                                         | 46 |
| Figure 3.3 : Photographie du pilote d’ozonation à microbulles .....                                                                                      | 47 |
| Figure 3.4 : Schéma simplifié du pilote d’ozonation à microbulles (d’après Ryskie et al., 2023)                                                          | 47 |
| Figure 3.5 : Photographie du pilote d’essais de nitrification-dénitrification MBBR.....                                                                  | 48 |
| Figure 3.6 : Schéma simplifié du pilote d’essais MBBR .....                                                                                              | 49 |
| Figure 3.7 : Photographie des essais de promotion de l’atténuation naturelle en chambre de culture .....                                                 | 51 |
| Figure 3.8 : Photographie des essais de promotion de l’atténuation naturelle réalisés sur un site minier .....                                           | 51 |
| Figure 4.1 : Évolution du pH au cours des essais d'ozonation à microbulles .....                                                                         | 61 |
| Figure 4.2 : Évolution du POR au cours des essais d'ozonation à microbulles .....                                                                        | 62 |
| Figure 4.3 : Évolution des concentrations en $\text{SCN}^-$ lors des essais d’ozonation à microbulles ....                                               | 63 |
| Figure 4.4 : Évolution des concentrations en $\text{N-NH}_3$ lors des essais d’ozonation à microbulles .                                                 | 64 |
| Figure 4.5 : Évolution des concentrations en $\text{NO}_3^-$ lors des essais d’ozonation à microbulles.....                                              | 65 |
| Figure 4.6 : Évolution temporelle de l’efficacité de traitement par ozonation à microbulles.....                                                         | 66 |
| Figure 4.7 : Évolution de la vitesse d’oxydation de $\text{SCN}^-$ et $\text{N-NH}_3$ au cours de l’ozonation à microbulles .....                        | 66 |
| Figure 4.8 : Évolution de la consommation en $\text{O}_3$ (en $\text{mg-O}_3/\text{mg-N}$ ) au cours des essais d’ozonation à microbulles .....          | 67 |
| Figure 4.9 : Évolution des concentrations en $\text{SCN}^-$ dans les différents réacteurs MBBR au cours des essais de nitrification-dénitrification..... | 70 |
| Figure 4.10 : Évolution des concentrations en $\text{N-NH}_3$ dans les différents réacteurs MBBR.....                                                    | 71 |

|                                                                                                                                                                      |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 4.11 : Évolution des concentrations en $\text{NO}_2^-$ dans les différents réacteurs MBBR .....                                                               | 72  |
| Figure 4.12 : Évolution des concentrations en $\text{NO}_3^-$ dans les différents réacteurs MBBR .....                                                               | 73  |
| Figure 4.13 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R1 de la filière MBBR.....                                                                             | 75  |
| Figure 4.14 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R2 de la filière MBBR.....                                                                             | 76  |
| Figure 4.15 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R3 de la filière MBBR.....                                                                             | 76  |
| Figure 4.16 : Évolution de $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ et de $\delta^{15}\text{N-MOP}$ au cours des essais de traitement MBBR                                         | 79  |
| Figure 4.17 : Évolution de la turbidité au cours des essais de promotion de l'atténuation naturelle<br>sur l'effluent minier réel E5 .....                           | 81  |
| Figure 4.18 : Évolution de la turbidité au cours des essais de promotion de l'atténuation naturelle<br>sur l'effluent minier réel E4 .....                           | 82  |
| Figure 4.19 : Évolution de $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ et $\delta^{15}\text{N-MOP}$ au cours des essais A7 à A9 de promotion de<br>l'atténuation naturelle.....       | 88  |
| Figure 4.20 : Évolutions de $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$ et $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$ au cours des essais A7 à A9 de promotion de<br>l'atténuation naturelle..... | 90  |
| Figure 4.21 : Évolution de $\delta^{15}\text{N}$ de $\text{N-NH}_3$ et de la biomasse lors des essais A1 à A3 de promotion<br>de l'atténuation naturelle .....       | 91  |
| Figure 5.1 : Photographie d'un média du réacteur R4 montrant une stratification des populations<br>biologiques .....                                                 | 97  |
| Figure 5.2 : Principaux avantages et inconvénients des méthodes testées pour le traitement des<br>contaminants azotés.....                                           | 101 |

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Anammox : Anaerobic Ammonium Oxidation

ANFO : Ammonium Nitrate Fuel Oil

BAO : Bactéries ammonium oxydantes

BNO : Bactéries nitrite oxydantes

CCME : Conseil canadien des ministres de l'environnement

D019 : Directive 019

DCO : Demande chimique en oxygène

DNRA : Dissimilative Nitrate Reduction to Ammonium

EC50 : Concentration entraînant une immobilisation ou des retards de développement chez 50 % des individus d'une population biologique

ENA : Promotion de l'atténuation naturelle (Enhanced Natural Attenuation)

EPS : Substance polymère extracellulaire

FBR : Réacteur à lit fluidisé (Fluidized Bed Reactor)

IC50 : Concentration entraînant une inhibition de 50 % d'un processus biologique

IFAS : Film fixe intégré et boues activées (Integrated Fixed-film Activated Sludge)

LC50 : Concentration létale pour 50 % des individus d'une population biologique

LQE : Loi sur la Qualité de l'Environnement

MAP : Phosphate monoammonique

MBBR : Moving Bed Biological Reactor

MES : Matières en suspension

NAP : Nitrate réductase périplasmique

NAR : Nitrate réductase respiratoire

OD : Oxygène dissout

OI : Osmose inverse

POA : Procédés d'oxydation avancée

POR : Potentiel d'oxydoréduction

RBC : Rotating Biological Contactor

REMMD : Règlement sur les effluents des mines de métaux et des mines de diamants

SDT : Solides dissouts totaux

TRH : Temps de résidence hydraulique

TU : Unité de toxicité

UTEI : Usine de traitement des eaux industrielles

UTFE : Usine de traitement final des eaux

VSMOW : Vienna Standard Mean Ocean Water

## LISTE DES ANNEXES

|          |                                                                              |     |
|----------|------------------------------------------------------------------------------|-----|
| ANNEXE A | Protocole suivi lors des essais d’ozonation à microbulles .....              | 122 |
| ANNEXE B | Protocole suivi lors des essais de nitrification-dénitrification MBBR.....   | 126 |
| ANNEXE C | Protocole suivi lors des essais de promotion de l’atténuation naturelle..... | 131 |
| ANNEXE D | Protocole suivi pour la précipitation des métaux .....                       | 135 |
| ANNEXE E | Données des suivis des essais d’ozonation à microbulles .....                | 138 |
| ANNEXE F | Données des suivis des essais de nitrification-dénitrification MBBR.....     | 140 |
| ANNEXE G | Données des suivis des essais de promotion de l’atténuation naturelle.....   | 262 |

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION

### 1.1 Contexte

De nombreux contaminants azotés peuvent être présents au sein des eaux minières. Outre la cyanuration, un procédé massivement utilisé au sein de l'industrie minière aurifère, l'utilisation courante d'explosifs de type ANFO (Ammonium Nitrate Fuel Oil) ou en émulsion est aussi source de contaminations. Celles-ci peuvent alors avoir des effets délétères sur les milieux naturels récepteurs. Cela s'explique, d'une part, par leur toxicité, tout particulièrement  $\text{NO}_2^-$  et  $\text{NH}_3$  (de l'ordre du mg/L) et dans une moindre mesure  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$  (quelques dizaines de mg/L). Ces contaminants peuvent participer à l'eutrophisation des milieux récepteurs et doivent donc être traités. Les efforts réalisés par l'industrie minière afin de recirculer au maximum ces eaux sont sources, d'une part, de l'augmentation des concentrations en composés azotés, mais aussi d'une augmentation des SDT (solides dissouts totaux) des effluents. Cela suscite un réel enjeu quant au choix de la méthode de traitement la plus adaptée à mettre en œuvre. De nombreuses technologies de traitement de la pollution azotée existent. Celles-ci peuvent être classées selon la nature des processus impliqués, qu'ils soient physiques, chimiques ou biologiques, mais aussi selon le niveau de consommation en réactifs et énergie. Bien que la sorption, sur charbon actif par exemple, soit l'une des moins énergivore, elle ne peut être envisagée pour le traitement de fortes charges en contaminants. Les techniques membranaires sont limitées par les colmatages récurrents observés lors du traitement d'effluents salins. La problématique de gestion des saumures potentiellement générées renforce encore plus le choix de se tourner vers d'autres alternatives.

L'ozonation à microbulles est l'une d'elles et fournit de très bons résultats, y compris pour des SDT élevés. Certains éléments constitutifs sont même suspectés de pouvoir avoir un effet catalytique sur l'oxydation des composés azotés lors de l'ozonation. L'approche active biologique, du fait de ses consommations limitées, en réactifs et en énergie, est source d'un vif intérêt. Bien que les procédés biologiques puissent être fortement inhibés par de fortes salinités, les technologies permettant le développement des bactéries sous forme de biofilm, et tout particulièrement la technologie MBBR (Moving Bed Biological Reactor), répondent particulièrement bien au traitement de tels effluents, y compris miniers. Ces derniers s'avèrent aussi plus résilients face à des températures froides que des procédés biologiques plus classiques tels que les boues activées. L'approche biologique de nitrification-dénitrification a ainsi été employée avec succès à de

nombreuses reprises, à l'échelle du pilote de laboratoire comme industrielle. Celle-ci permet un réel enlèvement de la contamination azotée, le  $N_2$  (un gaz inerte et non dangereux) étant le produit terminal du traitement. Enfin, le souhait actuel de restreindre l'empreinte écologique des procédés de traitement ouvre la porte au développement des procédés (semi) passifs. La promotion de l'atténuation naturelle, au cours de laquelle une croissance biologique (algues et bactéries) peut induire une immobilisation des contaminants, s'avère donc particulièrement intéressante.

Cependant, malgré la diversité des technologies disponibles, plusieurs enjeux techniques, environnementaux et opérationnels restent insuffisamment documentés et compliquent le choix d'une solution adaptée aux effluents miniers à forte salinité. D'une part, peu d'études comparent de manière systématique l'efficacité relative de différentes filières de traitement des contaminants azotés en conditions réelles, particulièrement en présence de fortes concentrations en sels dissous, en métaux et à basse température, conditions typiques de nombreux sites miniers canadiens. D'autre part, certaines hypothèses avancées dans la littérature, telles que le potentiel effet catalytique de certains ions (comme  $Cl^-$ ) sur l'ozonation, n'ont pas encore été rigoureusement testées expérimentalement. L'influence de la qualité du carbone organique ajouté (comme le saccharose) sur la performance de la dénitrification en environnement salin reste encore mal comprise, tout comme les phénomènes de remobilisation des contaminants après assimilation biologique dans les procédés semi-passifs.

En outre, les contraintes d'exploitation propres aux sites nordiques, telles que l'isolement logistique, des températures extrêmes, ou la variabilité des charges à traiter, imposent de privilégier des procédés résilients, économes en énergie et limités en besoins de maintenance. Pourtant, les critères permettant d'orienter rationnellement le choix entre une approche biologique active ou (semi) passive demeurent peu explicités dans la littérature technique.

Ce manque de données comparatives en conditions contrôlées et de lignes directrices opérationnelles rend difficile l'optimisation des procédés de traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers. C'est dans ce contexte que s'inscrit la présente étude, qui vise à combler ces lacunes en évaluant, à l'aide d'essais pilotes, l'efficacité, les mécanismes, les limites et les besoins en réactifs de trois filières prometteuses pour le traitement de l'azote dans des effluents miniers salins : l'ozonation à microbulles, le procédé biologique MBBR, et la promotion de l'atténuation naturelle.



## 1.2 Objectifs

Le présent mémoire a pour objectif général d'évaluer comparativement l'efficacité de trois méthodes de traitement des contaminants azotés présents dans les effluents miniers salins. Les méthodes étudiées incluent l'ozonation à microbulles (approche active), le traitement biologique MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor), et la promotion de l'atténuation naturelle (approche semi-passive).

Trois objectifs spécifiques ont été définis :

1. Caractériser les performances de chacune des méthodes en termes d'efficacité de traitement des contaminants azotés, de robustesse opérationnelle des procédés et de production de sous-produits indésirables.
2. Analyser les contraintes techniques et opérationnelles associées à chaque méthode, notamment les besoins en réactifs (ozone, carbone organique), les conditions opératoires optimales (temps de résidence, pH, température) et la sensibilité à la salinité ou à la présence de métaux et métalloïdes.
3. Identifier les mécanismes biochimiques mis en jeu dans les procédés biologiques, par l'utilisation de données isotopiques ( $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$ ), afin de mieux comprendre les voies de transformation de l'azote.

## 1.3 Contenu du mémoire et principale contribution

Ce mémoire de maîtrise est divisé en cinq chapitres. Le premier chapitre présente le contexte autour du présent projet, les objectifs visés, ainsi que l'organisation du mémoire. Le deuxième chapitre est destiné à renseigner, sous forme de revue de littérature, les sources des différents contaminants azotés, ainsi que les objectifs de traitement à atteindre. Le cheminement ayant mené à l'identification des méthodes de traitement d'intérêt y est, de plus, exposé. Une attention particulière est portée aux trois méthodes définies d'intérêt. Le chapitre 3 est consacré à la présentation du matériel et des méthodes utilisés lors des différentes phases d'essais. Les pilotes utilisés ainsi que les suivis analytiques réalisés y sont présentés. Le chapitre 4 est destiné à la présentation des différents résultats obtenus lors des essais effectués, chaque méthode de traitement faisant l'objet d'un sous-chapitre dédié. Ceux-ci seront exposés afin de mettre en avant les capacités de traitement, mais aussi les consommations en réactifs engendrées. La comparaison de

ces derniers résultats doit permettre de définir des conditions préférentielles (ex. : chimie initiale de l'effluent, charge à traiter) pour chacune des méthodes de traitement étudiées. Cela est l'objet du chapitre 5, dédié à la discussion des résultats obtenus. Cette discussion devrait permettre de répondre à l'objectif général initial du projet, et donc fournir une identification d'un ensemble de critères d'intérêt quant au choix des meilleures pratiques applicables pour le traitement des contaminants azotés dans les eaux minières salines. Enfin, le dernier chapitre, présentant les divers conclusions et recommandations du présent projet, a pour objectif de dresser la liste des objectifs généraux et spécifiques de l'étude atteints et propose des pistes d'études potentielles pour de futurs travaux.

## CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

L'exploitation des sites miniers peut impacter l'environnement, du fait de l'importance des volumes de rejets liquides et solides qui y sont générés. Dans le cas de l'exploitation de gisement aurifère, l'utilisation d'explosifs de type ANFO, la plus fréquente (environ 80%) dans l'industrie minière, ou en émulsion (de l'ordre de 10 à 15 %) (Bailey et al., 2013), et la cyanuration du minerai qui y ont lieu sont des sources majeures d'azote ammoniacal ( $\text{N-NH}_3$ ) et de contaminants azotés ( $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{CNO}^-$ ) (Koren et al., 2000 ; Zaitsev et al., 2008). Outre une éventuelle toxicité, ceux-ci peuvent être des sources d'eutrophisation, d'acidification ou d'anoxie des milieux récepteurs (Bailey et al., 2013) et sont donc soumis à des normes environnementales de rejets rendant nécessaire leur traitement (Gouvernement du Québec, 2025; Gouvernement du Canada, 2025).

Afin d'atteindre un enlèvement suffisant pour répondre à ces objectifs légaux, différentes alternatives de traitement s'offrent aux industriels du secteur minier (Jermakka et al., 2015). Cette revue de littérature se propose donc de présenter un ensemble, non exhaustif, des méthodes couramment utilisées. Les technologies membranaires, bien que permettant une haute efficacité de traitement, sont limitées par le colmatage récurrent des membranes lors du traitement d'effluents hautement salins, tels que le sont généralement les effluents miniers. De plus, leur coût énergétique est élevé (Jermakka et al., 2015). L'alternative chimique, hautement efficace, est limitée par la dangerosité de certains réactifs ( $\text{Cl}_2$  ou ferrates par exemples). Elle peut aussi être source d'une éventuelle toxicité ainsi que d'une augmentation de la salinité pouvant affecter la qualité de l'effluent produit (Jermakka et al., 2015). L'approvisionnement peut, de plus, s'avérer particulièrement ardu, notamment pour les sites nordiques plus isolés. L'alternative que représente l'ozonation peut alors s'avérer intéressante, lors d'une diffusion en microbulles en particulier. Outre sa haute efficacité, certains contaminants constitutifs des SDT, tels que le  $\text{Br}^-$  et le  $\text{Cl}^-$ , des effluents miniers pourraient avoir un effet catalytique sur l'oxydation des contaminants azotés lors de l'ozonation à microbulles (Khuntia et al., 2013; Ryskie, 2017).

La voie biologique représente une autre alternative. Bien que les procédés biologiques puissent être fortement inhibés par la salinité (Bassin et al., 2012 ; Navada et al., 2021), les technologies permettant le développement biologique sous forme de biofilm, et en particulier les MBBR,

s'avèrent particulièrement résilientes (Hoang et al., 2014 ; Kwofie et al., 2021 ; Villemur et al., 2015). Ces procédés jouissent de coûts en réactifs et énergie plus modérés.

La recherche actuelle de modération des consommations en réactifs et en énergie des procédés de traitement des effluents est aussi à l'origine du regain d'intérêt pour les procédés semi-passifs tels que la promotion de l'atténuation naturelle. La diversité des algues et des bactéries, ainsi que leur capacité à se développer dans des milieux divers, en font alors une option intéressante.

## **2.1 Origines des contaminants azotés dans les eaux minières**

Les effluents miniers contiennent une grande variété de contaminants azotés, issus de sources diverses. Par exemple, les  $\text{SCN}^-$  peuvent provenir de la réaction entre les ions  $\text{CN}^-$ , utilisés lors de la cyanuration dans les mines d'or et d'argent, et le soufre naturellement présent dans les gisements (Koren et al., 2000 ; Zaitsev et al., 2008). Cette réaction est favorisée par la faible sélectivité des  $\text{CN}^-$ . Le  $\text{N-NH}_3$  peut alors se former comme sous-produit de la dégradation du cyanure. Une autre source de  $\text{N-NH}_3$  au sein des eaux minières est l'utilisation d'explosifs contenant du nitrate d'ammonium. Ceux-ci sont largement utilisés dans les opérations minières à ciel ouvert et souterraines en raison de leur grande efficacité et de leur coût relativement faible. Les explosifs de type ANFO représentent environ 80% des besoins en explosifs dans l'industrie minière (Bailey et al., 2013). La contamination en  $\text{N-NH}_3$  peut aussi être exacerbée par la dégradation de biomasse (Chapman et al., 2007). Au cours de celle-ci, l'ammonification mène à la minéralisation de l'azote organique et donc à la formation de  $\text{N-NH}_3$ .

## **2.2 Aspects législatifs**

L'activité minière au Québec est principalement encadrée par un corpus législatif provincial (Gouvernement du Québec, 2025 - Directive 019) et fédéral (Gouvernement du Canada, 2025 - Règlement sur les mines de métaux et les mines de diamants, REMMD), imposant à l'industriel des critères en termes de qualité physico-chimique des eaux de rejets (Tableau 2.1) ou de toxicité des effluents.

La Directive 019 émet un certain nombre de recommandations, en termes de concentrations en métaux et métalloïdes ou en matières en suspension notamment. Bien que celle-ci n'ait pas valeur de loi au même titre qu'un règlement, elle est massivement utilisée pour la définition des objectifs de traitement définis au sein des certificats d'autorisation d'exploiter en vertu de la Loi sur la

qualité de l'environnement (LQE). Le REMMD (Gouvernement du Canada, 2025) ajoute à la liste des contaminants ciblés l'azote ammoniacal sous forme non-ionisé  $\text{NH}_3$ , celui-ci ne devant pas dépasser 1 mg-N/L (0,5 mg-N/L pour la moyenne mensuelle). Cela correspond à une évolution législative récente (2021).

Tableau 2.1 : Concentrations en contaminants des effluents miniers maximales admissibles pour rejet en milieu naturel (Gouvernement du Québec, 2025; Gouvernement du Canada, 2025)

| Éléments                | Concentration moyenne mensuelle |                                 | Concentration maximale instantanée |                               |
|-------------------------|---------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|-------------------------------|
|                         | D019                            | REMMD                           | D019                               | REMMD                         |
| Arsenic extractible     | 0,2 mg/L                        | 0,10 mg/L                       | 0,4 mg/L                           | 0,20 mg/L                     |
| Cuivre extractible      | 0,3 mg/L                        | 0,10 mg/L                       | 0,6 mg/L                           | 0,20 mg/L                     |
| Fer extractible         | 3 mg/L                          |                                 | 6 mg/L                             |                               |
| Nickel extractible      | 0,5 mg/L                        | 0,25 mg/L                       | 1 mg/L                             | 0,50 mg/L                     |
| Plomb extractible       | 0,2 mg/L                        | 0,08 mg/L                       | 0,4 mg/L                           | 0,16 mg/L                     |
| Zinc extractible        | 0,5 mg/L                        | 0,40 mg/L                       | 1 mg/L                             | 0,80 mg/L                     |
| Cyanures totaux         | 1 mg/L                          | 0,50 mg/L                       | 2 mg/L                             | 1,00 mg/L                     |
| Hydrocarbures (C10-C50) | -                               | -                               | 2 mg/L                             | -                             |
| Matières en suspension  | 15 mg/L                         | 15 mg/L                         | 30 mg/L                            | 30 mg/L                       |
| Radium 226              | -                               | 0,37 Bq/L                       | -                                  | 1,11 Bq/L                     |
| Ammoniac non ionisé     | -                               | 0,5 mg/L sous forme d'azote (N) | -                                  | 1 mg/L sous forme d'azote (N) |

Les différents sites miniers peuvent être soumis à des objectifs de traitement plus stricts définis au sein de l'autorisation d'exploiter. Dans le cas de l'exploitation de zone particulièrement sensible à l'eutrophisation par exemple, une attention particulière peut être portée sur les différentes formes présentes des trois éléments nutritifs que sont le carbone, le phosphore, mais aussi les composés azotés, y compris les nitrates très peu toxiques. Outre ces critères chimiques, l'effluent doit répondre positivement à des tests écotoxicologiques.

Bien que ne faisant pas l'objet de critère de rejet, la présence de certains contaminants, tels que  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{CNO}^-$  et  $\text{SCN}^-$  par exemples, peut être à l'origine de toxicité aiguë ou sublétales et donc empêcher le rejet de l'effluent en milieu naturel. La toxicité d'un contaminant peut être estimée par la détermination de la concentration pour laquelle 50% d'une population donnée subit une mortalité (LC50) ou un retard de développement ou l'immobilisation des individus (EC50). L'apparition des

effets néfastes est dépendante du temps d'exposition. La législation en vigueur impose des essais de 48h pour *Daphnia magna* et de 96h pour la truite arc-en-ciel pour un rejet en eaux douces. Cette première présente une sensibilité particulièrement importante à la présence de contaminant et peut s'avérer être à l'origine de non-conformité, notamment en cas de présence des contaminants azotés tels que  $\text{NH}_3$ , et dans une moindre mesure  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , pour lesquels les LC50 sont de l'ordre de seulement quelques mg/L (Tableau 2.2).

Tableau 2.2 : LC50 des contaminants azotés sur *Daphnia magna*

| Contaminant                | LC50 (mg/L) | Durée du test (h) | References             |
|----------------------------|-------------|-------------------|------------------------|
| $\text{NH}_3$ (non ionisé) | 1,98        | 24                | USEPA, 2013            |
| $\text{NO}_3^-$            | 2047        | 48                | CCME, 2012             |
| $\text{NO}_2^-$            | 23          | 48                | Eytcheson et al., 2018 |
| $\text{CNO}^-$             | 18          | 48                | Dauchy et al., 1980    |
| $\text{SCN}^-$             | 57,4        | 48                | Gould et al., 2012     |
|                            | 0,63-32     | 96                |                        |

La toxicité de N- $\text{NH}_3$  est principalement liée à la présence de sa forme non protonée  $\text{NH}_3$ . Celle-ci dépend du pH et de la température principalement (USEPA, 2013) :

$$\text{Équation 2.1 : } [\text{NH}_3] = [\text{N} - \text{NH}_3] \cdot \frac{1}{1 + 10^{(pK_a(T) - pH)}}$$

La constante d'acidité du couple  $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$  dépend, elle-même, de la température et peut être déterminée par :

$$\text{Équation 2.2 : } pK_a(T) = 0,09018 + \frac{2729,92}{T}, \text{ où } T \text{ est la température exprimée en K.}$$

Le risque de toxicité de N- $\text{NH}_3$  se trouve alors particulièrement important pour des effluents ayant un pH proche ou supérieur au  $pK_a$  du couple  $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$  (environ 9,25 à 25 °C) ou pour des températures élevées.

## 2.3 Traitement des contaminants azotés dans les eaux minières

Les différentes technologies existantes (Tableau 2.3) pour l'enlèvement des contaminants azotés peuvent être classées selon la nature du processus responsable du traitement, qu'il soit physique, chimique ou biologique (Jermakka et al., 2015). Les techniques membranaires, comme l'osmose inverse, offrent une excellente qualité d'effluent, mais elles présentent des limites opérationnelles

importantes dans un contexte minier. Elles sont notamment sujettes à des colmatages fréquents, accentués la présence de matières dissoutes dans les effluents miniers (Jermakka et al., 2015 ; Papirio, 2012), et génèrent des saumures concentrées dont la gestion est coûteuse et contraignante (Hoang et al., 2014). L'oxydation chimique, qu'elle soit réalisée par ajout d'oxydants puissants (comme les ferrates par exemple) ou par des procédés électrochimiques, constitue une alternative. Cette méthode peut atteindre un traitement important des contaminants azotés, y compris le  $\text{N-NH}_3$ , souvent difficile à oxyder, mais elles nécessitent des consommations élevées en réactifs et/ou en énergie (Gonzalez-Merchan et al., 2016 ; Marcotte, 2020). Ce besoin en intrants rend leur mise en œuvre particulièrement complexe dans des contextes isolés, comme les mines nordiques, où l'approvisionnement en produits chimiques peut être limité ou saisonnier (Ryskie, 2017).

À l'inverse, les traitements biologiques, bien qu'actifs et nécessitant un suivi opérationnel, se distinguent par leur coût d'exploitation plus modéré et leur impact environnemental réduit. Ils reposent principalement sur les processus de nitrification et de dénitrification, avec une efficacité prouvée même dans des effluents complexes, à condition que les conditions environnementales (température, pH, salinité) soient adéquatement contrôlées (Hoang et al., 2014 ; Villemur et al., 2015 ; Navada et al., 2021). Le développement de biofilms, notamment via les réacteurs MBBR, améliore la résilience de ces procédés face aux inhibiteurs potentiellement présents dans les effluents miniers (Papirio, 2012). Cela est aussi le cas pour les faibles températures (Young et al., 2016). Enfin, une approche plus passive, comme la promotion de l'atténuation naturelle, s'avère particulièrement intéressante pour les sites à faibles charges ou en phase de fermeture (Chapman et al., 2007). Cette méthode repose sur la croissance contrôlée d'algues et de bactéries capables d'assimiler l'azote, tout en minimisant les besoins en réactifs et en supervision (Li et al., 2022). Malgré des cinétiques plus lentes, elle présente une solution économique et durable lorsque les contraintes opérationnelles sont majeures.

Tableau 2.3 : Avantages et limites des principales méthodes de traitement des contaminants azotés présents dans des effluents miniers en contexte nordique

| Méthode de traitement                                              | Avantage(s)                                                                                                                                                                         | Limite(s)                                                                                                                                                                                                            | Référence(s)                                                                                              |
|--------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Traitements membranaires                                           | Très efficaces (> 95 %)                                                                                                                                                             | Colmatage récurrent pour des effluents fortement minéralisés<br>Gestion de la saumure générée<br>Consommation en énergie                                                                                             | Jermakka et al., 2015                                                                                     |
| Oxydation chimique (chloration alcaline ou ferrates)               | Très efficace<br>Nécessite un faible TRH<br>Peu influencé par de faibles températures                                                                                               | Difficultés d'approvisionnement en réactifs pour les sites nordiques<br>Réactifs résiduels ou sous-produits d'oxydation potentiellement toxiques                                                                     | Jermakka et al., 2015<br>Gonzalez-Merchan et al., 2016                                                    |
| Ozonation à microbulles                                            | Très efficace<br>Nécessite un faible TRH<br>N'induit pas d'augmentation des matières dissoutes                                                                                      | Sous-produits d'oxydation (nanoparticules métalliques) potentiellement toxiques<br>Coûts de traitement élevés                                                                                                        | Khuntia et al., 2013<br>Ryskie, 2017<br>Marcotte, 2020                                                    |
| Boues activées (traitement biologique avec biomasse en suspension) | Coûts de traitement modérés<br>Impacts environnementaux faibles du fait d'une consommation modérée en réactifs                                                                      | Sensible à la présence d'inhibiteurs (salinité, métaux, faibles températures) ou à des variations de charges à traiter<br>Recirculation nécessaire des boues<br>Phase de démarrage et d'acclimatation de la biomasse | Bassin et al., 2012<br>Navada et al., 2021                                                                |
| MBBR, RBC                                                          | Coûts de traitement modérés<br>Impacts environnementaux faibles du fait d'une consommation modérée en réactifs<br>Moins sensible à la présence d'inhibiteurs que les boues activées | Maîtrise stricte des conditions opératoires nécessaires<br>Nécessite l'ajout d'un système de chauffage pour le maintien des populations bactériennes                                                                 | Hoang et al., 2014<br>Navada et al., 2021<br>Papirio, 2012<br>Villemur et al., 2015<br>Young et al., 2016 |
| Promotion de l'atténuation naturelle                               | Très peu de réactifs nécessaires<br>Faible besoin en supervision<br>Très économique                                                                                                 | Faible cinétique de traitement (applicable pour de faibles charges ou pour des sites en cours de fermeture)                                                                                                          | Chapman et al., 2007<br>Li et al., 2022<br>Marcotte et al., 2023                                          |



### 2.3.1 Traitement actif

Les opportunités actives de traitement sont nombreuses. Celles-ci peuvent s'avérer particulièrement intéressante pour le traitement de fortes charges, que ce soit par les concentrations en contaminants ou de débits à traiter. Comme exposé précédemment, les techniques membranaires ne semblent pas en mesure de fournir une réponse viable dans le cadre du traitement des effluents miniers salins. L'oxydation par des oxydants chimiques (Tableau 2.4) tels que le peroxyde  $\text{H}_2\text{O}_2$  ( $E^0 = 1,78 \text{ V}$ ) ou l'hypochlorite  $\text{HClO}$  ( $E^0 = 1,49 \text{ V}$ ) est assez commune, notamment dans le cadre de l'oxydation des cyanures.

Tableau 2.4 : Principaux agents chimiques utilisés comme oxydant pour le traitement des effluents

| Oxydant                             | Réactions                                                                                                                                                                                                                          | $E^0 \text{ (V)}$ | Références                    |
|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|-------------------------------|
| $\text{Cl}_2$ gazeux                | $\text{Cl}_2 + 2 \text{e}^- \leftrightarrow 2 \text{Cl}^-$                                                                                                                                                                         | 1,36              | Zaviska et al., 2009          |
| $\text{ClO}^-$                      | $\text{ClO}^- + \text{H}_2\text{O} + 2 \text{e}^- \leftrightarrow \text{Cl}^- + 2 \text{OH}^-$                                                                                                                                     | 0,84              | Zaviska et al., 2009          |
| $\text{HClO}$                       | $\text{HClO} + \text{H}^+ + 2 \text{e}^- \leftrightarrow \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$                                                                                                                                         | 1,49              | Zaviska et al., 2009          |
| $\text{ClO}_2$ dissout              | $\text{ClO}_2 + \text{e}^- \leftrightarrow \text{ClO}_2^-$                                                                                                                                                                         | 1,27              | Muruganandham et al., 2014    |
| $\text{ClO}_4^-$                    | $\text{ClO}_4^- + 8 \text{H}^+ + 8 \text{e}^- \leftrightarrow \text{Cl}^- + 4 \text{H}_2\text{O}$                                                                                                                                  | 1,39              | Zaviska et al., 2009          |
| $\text{O}_3$                        | $\text{O}_3 + 2 \text{H}^+ + 2 \text{e}^- \leftrightarrow \text{O}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$                                                                                                                                       | 2,07              | Muruganandham et al., 2014    |
| $\text{O}_2$ dissout                | $\text{O}_2 + 4 \text{H}^+ + 4 \text{e}^- \leftrightarrow 2 \text{H}_2\text{O}$                                                                                                                                                    | 1,23              | Muruganandham et al., 2014    |
| $\text{H}_2\text{O}_2$              | $\text{H}_2\text{O}_2 + 2 \text{H}^+ + 2 \text{e}^- \leftrightarrow 2 \text{H}_2\text{O}$                                                                                                                                          | 1,78              | Muruganandham et al., 2014    |
| $[\text{FeO}_4]^{2-}$<br>(ferrates) | $\text{FeO}_4^{2-} + 8 \text{H}^+ + 3 \text{e}^- \leftrightarrow \text{Fe}^{3+} + 7 \text{H}_2\text{O}$<br>$\text{FeO}_4^{2-} + 8 \text{H}_2\text{O} + 3 \text{e}^- \leftrightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + 8 \text{H}_2\text{O}$ | 2,20<br>0,70      | Gonzalez-Merchan et al., 2016 |

Le  $\text{N-NH}_3$  est, en revanche, plus réfractaire et nécessite l'utilisation d'agent oxydant plus puissant (Jermakka et al., 2015 ; Gonzalez-Merchan et al., 2016). Un intérêt particulier émerge en ce sens pour de nouveaux oxydants, tels que les ferrates ( $E^0 = 2,20 \text{ V}$ ) (Gonzalez-Merchan et al., 2016). Ces procédés sont généralement plus rapides et moins sensibles aux variations de pH, de température ou à la présence d'autres contaminants toxiques pouvant inhiber les processus biologiques (Jermakka et al., 2015). Leur production et/ou leur manipulation peut en revanche s'avérer problématique et ne sont donc pas nécessairement adéquats au traitement des effluents miniers.

### 2.3.2 Ozonation à microbulles

Les méthodes traditionnelles de traitement de l'ammoniac, telles que la nitrification biologique, présentent des limites, notamment en termes d'efficacité et d'applicabilité à des chimies d'eau variées (Jermakka et al., 2015). Par conséquent, les procédés d'oxydation avancés (POA), en particulier l'ozonation, ont attiré l'attention pour leur potentiel de dégradation de  $\text{N-NH}_3$  dans les eaux minières. Utilisé comme oxydant,  $\text{O}_3$  peut mener à la formation de diverses espèces réactives capables de dégrader  $\text{N-NH}_3$  (Khuntia et al., 2013; Ryskie, 2017). L'ozone est facilement généré à partir de dioxygène ( $\text{O}_2$ ) et est connu comme étant un bon oxydant pour la dégradation de divers composés présents dans les eaux minières contaminées (Takahashi et al., 2012). Malgré les limitations potentielles liées à une diffusion insuffisante de l'ozone, causée par des bulles de taille excessive, l'utilisation de diffuseurs générant des microbulles ( $< 50 \mu\text{m}$ ) améliore significativement l'efficacité du procédé (Khuntia et al., 2013 ; Ryskie et al., 2020). La technologie des microbulles améliore alors le transfert de masse de l'ozone dans l'eau, ce qui permet d'améliorer la cinétique de la réaction et d'accroître l'efficacité de l'oxydation (Ryskie et al., 2020). Pour une quantité d'ozone dissous similaire, la diffusion par microbulles permet un enlèvement environ 1,3 fois plus rapide que pour une diffusion plus grossière (Takahashi et al., 2012). Cela s'explique par l'augmentation de la surface d'interface gaz-liquide et la diminution de la vitesse d'ascension des bulles d'ozone lors de la microdiffusion (Ryskie, 2017; Marcotte, 2020; Khuntia et al., 2013).

Afin d'être optimale, l'ozonation peut en revanche nécessiter un ajustement du pH de l'effluent aux alentours de 9 (Ryskie, 2017 ; Khuntia et al., 2013), permettant ainsi la formation d'hydroxydes fortement oxydants. Dans ces conditions, une dégradation de plus de 95 % des  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{CNO}^-$  et  $\text{N-NH}_3$ , sous forme de  $\text{NO}_3^-$ , est obtenue avec un temps de résidence hydraulique (TRH) de l'ordre de l'heure. Une oxydation de 100 mg/L de  $\text{N-NH}_3$  en 2 heures a ainsi été trouvée (Khuntia et al., 2013). Des effets inhibiteurs liés à la présence de  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$  (Ryskie, 2017 ; Marcotte, 2020) sur l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$ , ainsi que de la température (Marcotte, 2020) sur les performances de traitement ont aussi été constatés. Les températures élevées augmentent généralement les taux de réaction en raison d'une activité moléculaire accrue ; cependant, elles peuvent également entraîner une décomposition accélérée et une plus faible solubilité de l'ozone (Marcotte, 2020). Une plage de température optimale (20-30 °C) est alors souvent recommandée pour une oxydation efficace de  $\text{N-NH}_3$  par ozonation (Ryskie, 2017; Marcotte, 2020). Divers autres paramètres peuvent influencer sur les performances d'ozonation. L'inhibition de l'ozonation en présence de concentrations

élevées en  $\text{CO}_3^{2-}$  a ainsi été documentée (Khunthia et al., 2013). Cela est particulièrement vrai à un pH proche de la neutralité. À l'inverse, un effet catalytique est observé en présence de  $\text{Br}^-$  ( $> 75$  mg/L). Cela est confirmé par les essais réalisés par Ryskie (2017), bien qu'une concentration plus élevée (500 mg/L) en  $\text{Br}^-$  ait été nécessaire afin d'obtenir un effet catalytique significatif. Un effet similaire est suspecté en présence de  $\text{Cl}^-$ . Ainsi, bien que Khuntia et al. (2013) n'aient pas observé de différences de cinétique entre l'ozonation de solutions de sulfate et de chlorure d'ammonium, l'étude de Marcotte (2020) a mis en évidence un traitement plus rapide pour l'effluent le plus salin riche en  $\text{Cl}^-$ . Cette différence a été attribuée à la forte concentration en  $\text{Cl}^-$ , susceptible d'avoir entraîné la formation de (per)chlorates, des oxydants puissants, pouvant avoir catalysé l'oxydation des contaminants azotés. Cela accroît l'intérêt que suscite une telle méthode de traitement qui pourrait ainsi tirer profit de la forte salinité des effluents miniers. De telles conditions peuvent rendre le traitement biologique inopérant. Dans ces cas, l'ozonation par microbulles constitue une alternative crédible, bien que plus coûteuse. À capacité équivalente (200  $\text{m}^3/\text{h}$ ), le CAPEX estimé est d'environ 15 M CAN\$ pour l'ozonation, contre 3 M CAN\$ pour un MBBR (Marcotte, 2020). Cette évaluation du procédé biologique n'intègre cependant pas le chauffage de l'effluent, indispensable en climat froid pour maintenir les communautés bactériennes. En l'intégrant, un CAPEX allant du simple au double peut être observé entre les MBBR et l'ozonation à microbulles (Marcotte, 2020). En conséquence, l'ozonation reste en général moins compétitive que le MBBR pour de forts débits ou des charges élevées. D'autres critères peuvent toutefois pencher en faveur de l'ozonation : délais de mise en service, résilience du procédé, besoins en main-d'œuvre et en réactifs. Côté OPEX, on estime à 1,31 CAN\$/ $\text{m}^3$  pour une unité de 100  $\text{m}^3/\text{h}$  et 5,81 CAN\$/ $\text{m}^3$  pour 5  $\text{m}^3/\text{h}$ . La main-d'œuvre pèse particulièrement sur les petites installations. L'électricité dédiée à la production d' $\text{O}_3$  et les réactifs d'ajustement du pH représentent respectivement  $\sim 0,47$  et  $\sim 0,34$  CAN\$/ $\text{m}^3$  (Marcotte, 2020). Ces chiffres reflètent un contexte canadien où l'électricité est peu coûteuse. Des sites alimentés par groupes électrogènes subiraient alors un OPEX sensiblement plus élevé.

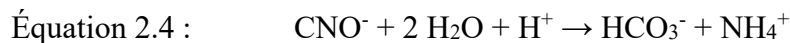
L'ozonation catalytique, pouvant permettre une diminution de la consommation en  $\text{O}_3$  et donc de l'OPEX, constitue l'une des principales voies de développement actuelles des procédés d'ozonation (Cao et al., 2024; An et al., 2025). Selon An et al. (2025), celle-ci s'avère particulièrement adaptée au traitement des effluents contaminés par  $\text{N-NH}_3$ , en raison de son efficacité, de sa rapidité et de sa compatibilité avec des matrices complexes (salinité élevée, métaux

dissous, pH extrême). Ce procédé repose sur la décomposition de l'ozone ( $O_3$ ) en radicaux hydroxyles ( $OH^\cdot$ ) et superoxydes ( $O_2^\cdot$ ) à la surface de catalyseurs solides, souvent à base d'oxydes métalliques, tels que  $TiO_2$  par exemple, capables de transformer  $N-NH_3$  en  $N_2$  gazeux de manière sélective (Marcotte, 2020; Cao et al., 2024). Dans une étude récente, Cao et al. (2024) ont démontré qu'un catalyseur nanostructuré  $Co/Mg(OH)_2$  permettait d'atteindre un rendement d'enlèvement de 97,6 % de  $N-NH_3$  avec une sélectivité vers  $N_2$  de 92,3 % en 40 minutes, et ce, sans perte d'efficacité après plusieurs cycles. De leur côté, An et al. (2025) ont évalué un système combinant ozonation catalytique hétérogène et irradiation UV, atteignant une efficacité de 96,6 % de diminution d'azote ammoniacal, contre 73,4 % avec l'ozone seul, tout en améliorant la minéralisation des composés organiques (réduction du carbone organique total COT de 20 % supplémentaire). Ces résultats diffèrent de ceux obtenus par Ryskie (2017), pour lesquels le couplage d'une irradiation UV à l'ozonation à microbulles n'apportait pas de gain en efficacité comparativement à l'ozonation seule. Une défaillance des lampes UV est cependant suspectée dans cette dernière étude. Dans l'ensemble, l'ozonation catalytique permet non seulement d'accélérer le traitement, mais aussi de réduire la consommation de réactifs chimiques, tout en limitant la formation de sous-produits potentiellement toxiques (Cao et al., 2024; An et al., 2025). Ces caractéristiques en font une option durable, modulable et particulièrement pertinente pour le traitement des eaux minières complexes, en phase avec les exigences réglementaires et environnementales croissantes de l'industrie.

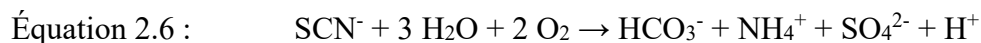
### 2.3.3 Traitement biologique

Les  $SCN^-$  et  $CNO^-$  peuvent aussi être dégradés biologiquement (Équation 2.6), notamment par des bactéries de type *Thiobacilles* (Potivichayanon et al., 2017; Villemur et al., 2015). Si certaines d'entre elles peuvent assimiler ces contaminants, la plupart les utilisent comme donneurs d'électrons. Les accepteurs d'électrons sont alors généralement l' $O_2$ , ou le  $NO_3^-$  dans le cas de *Thiobacillus denitrificans*, ce qui peut alors conduire à une dénitrification partielle de l'effluent ou à une légère accumulation de  $NO_2^-$  (Katayama et al., 1992). Les  $SCN^-$  sont d'abord hydrolysés en  $CNO^-$  (Équation 2.3), ces derniers étant finalement hydrolysés pour former  $N-NH_3$  (Équation 2.4). Le  $NH_3$  peut inhiber la dégradation des  $SCN^-$  et la nitrification dans un bioprocédé (Villemur et al., 2015). Outre  $N-NH_3$ , la dégradation des  $SCN^-$  est aussi source de  $SO_4^{2-}$ , par oxydation du soufre (Équation 2.5).



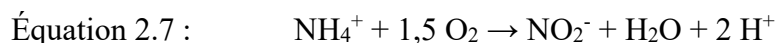


La réaction globale de la biodégradation est alors donnée par l'équation suivante :



De nombreuses souches microbiologiques sont capables de dégrader les thiocyanates. La majorité d'entre elles sont de type autotrophe chimiolithotrophe et tirent le carbone nécessaire à leur développement par assimilation du  $\text{CO}_2$  dissous et leur énergie de l'oxydation de composants minéraux tels que  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  ou encore  $\text{Fe}^{2+}$  (Tanabène, 2016 ; Villemur et al., 2015). Certaines, dont *Acidithiobacillus thiosparus*, anciennement connue sous le nom de *Acidithiobacillus thiocyanooxidans*, peuvent répondre à leurs besoins en carbone et en azote par assimilation des  $\text{SCN}^-$  (Happold et al., 1954) et ainsi oxyder ces derniers, même pour une contamination élevée jusqu'à une concentration de 50 mM, soit environ 3 g/L de  $\text{SCN}^-$  (Youatt, 1954). Bien qu'autotrophes, les thiobacilles ont un taux de croissance élevé, proche de celui généralement observé pour les populations hétérotrophes (Bougie, 2011). Cette importante formation de biomasse peut notamment être à l'origine de certains désagréments, tels que les problèmes mécaniques (bris d'essieu) lors de l'étape de traitement des  $\text{SCN}^-$  de l'UTFE (Unité de traitement final des eaux) à la mine LaRonde (Bougie, 2011).

À la suite de la dégradation des  $\text{SCN}^-$ , une étape de nitrification peut alors être avoir lieu. Celle-ci est un processus biochimique dans lequel l'azote ammoniacal va être successivement oxydé en  $\text{NO}_2^-$  (nitritation, Équation 2.7), puis en  $\text{NO}_3^-$  (nitratisation, Équation 2.8) en conditions aérobiques et constitue le moyen le plus économique d'éliminer  $\text{N-NH}_3$  (Tchobanoglous et al., 2003 ; Hoang et al., 2014; Ahmed et al., 2019). Les populations bactériennes majoritairement responsables de la nitrification sont autotrophes et sont du genre *Nitrosomonas*, *Nitrosococcus* ou *Nitrospira* pour la nitritation, et du genre *Nitrobacter* pour la nitratisation (Zaitsev et al., 2008). Celles-ci sont autotrophes. Une alcalinité suffisante est alors nécessaire à leur développement. Cette dernière permet aussi le maintien du pH et de contrer l'acidification du milieu lors de la nitrification. À cette fin, une consommation de 7,14 g- $\text{CaCO}_3$ /L par g-N/L à nitrifier est attendue (Hoang et al., 2014).



La nitrification peut être fortement inhibée par de faibles températures (inférieures à 10 °C), et même s'avérer nulle à 6 °C ou moins (Tchobanoglous et al., 2003). Une efficacité de la nitrification doublée pour une augmentation de 10 °C (Tchobanoglous et al., 2003) a ainsi été observée, ce qui est relativement cohérent avec une diminution d'environ 80 % du taux d'oxydation biologique de N-NH<sub>3</sub> observée lors du passage de 20 à 1 °C (Hoang et al., 2014 ; Ahmed et al., 2019). Cela est dû aux effets de la température sur les cinétiques de développement des bactéries, presque 15 fois plus faible à 5 °C qu'à 30 °C (Ahmed et al., 2019). La loi d'Arrhenius peut être utilisée afin de prédire le taux de croissance bactérien  $\mu_2$  (Équation 2.9), et donc l'enlèvement de N-NH<sub>3</sub>  $k_2$  (Équation 2.10) à une température  $T_2$  comparativement à un état initial ( $T_1$ ,  $k_1$ ,  $\mu_1$ ) connu (Tchobanoglous et al., 2003) :

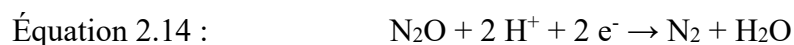
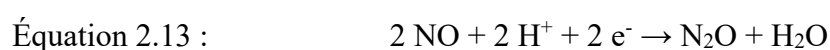
Équation 2.9 : 
$$\mu_2 = \mu_1 \cdot \theta^{T_2 - T_1}$$

Équation 2.10 : 
$$k_2 = k_1 \cdot \theta^{T_2 - T_1}$$

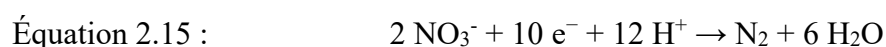
Cela correspond à une cinétique d'ordre 0, ce qui a été fréquemment observée pour des concentrations en N-NH<sub>3</sub> supérieures à quelques mg/L (USEPA, 2013). Le coefficient  $\theta$  a été déterminé par différentes études et est compris entre 1,03 et 1,15 (Aravinthan et al., 1998 ; Delatolla et al., 2009 ; Hwang et Oleszkiewicz, 2007 ; Salvetti et al., 2006). Celui-ci dépend notamment des conditions au sein du réacteur, de la balance des nutriments (Salvetti et al., 2006), du développement sous forme de biofilm (Aravinthan et al., 1998), ou par le temps laissé pour l'acclimatation des bactéries aux faibles températures (Hwang et Oleszkiewicz, 2007 ; Delatolla et al., 2009).

Le pH au sein du réacteur est un autre paramètre d'influence. La nitrification est optimale pour des pH compris entre 7 et 8, les pH préférentiels de *Nitrosomonas* et *Nitrobacter* variant respectivement de 7,9 à 8,2 et de 7,2 à 7,6 (Alleman et al., 1984). L'alcalinité doit, de plus, permettre de contrer l'acidification liée à la nitrification afin de permettre le maintien de conditions optimales. L'évolution du pH a également un effet sur les couples acidobasiques HNO<sub>2</sub>/NO<sub>2</sub><sup>-</sup> et NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/NH<sub>3</sub>, HNO<sub>2</sub> et NH<sub>3</sub> pouvant être inhibiteurs (Anthonisen et al., 1976). Une inhibition de l'oxydation du N-NH<sub>3</sub> a ainsi été observée à des concentrations de NH<sub>3</sub> libre supérieures à 10 mg/L, tandis que l'oxydation des NO<sub>2</sub><sup>-</sup> était inhibée dès 0,1 mg/L (Anthonisen et al., 1976). Les populations responsables de l'oxydation de ce dernier étant plus sensibles à la concentration en NH<sub>3</sub> libre, une accumulation de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> peut alors avoir lieu.

Bien opérées, ces différentes étapes permettent alors une oxydation totale des contaminants azotés. Puisque les permis d'exploitation pouvant imposer des critères de rejet relatifs aux  $\text{NO}_3^-$ , une étape subséquente à la nitrification peut être nécessaire. La dénitrification, processus biochimique anaérobique qui utilise les  $\text{NO}_3^-$  comme accepteurs pour les électrons fournis par la dégradation du carbone organique, menant alors à une désoxygénation des  $\text{NO}_3^-$ , peut permettre de répondre à ces objectifs. Celle-ci peut être décomposée en différentes étapes successives (équations 2.11 à 2.14) :



Le processus complet peut s'exprimer sous forme d'une réaction d'oxydo-réduction équilibrée, par laquelle  $\text{NO}_3^-$  est entièrement réduit sous forme d'azote gazeux  $\text{N}_2$  (Équation 2.15).



La dénitrification peut, elle aussi, être inhibée par des températures inférieures à  $5^\circ\text{C}$  (Tchobanoglous et al., 2003), principalement du fait d'un déclin de l'activité des populations bactériennes permettant la dégradation du carbone organique et l'assimilation de celui-ci par les populations dénitrifiantes hétérotrophes, nécessaires à leur développement. Les sources de carbone peuvent être classées selon leur qualité, permettant ainsi d'évaluer leur capacité à soutenir le développement microbiologique. Cet indice est déterminé par le nombre de dégradations enzymatiques successives nécessaires pour rendre le carbone disponible pour les populations microbiologiques, un nombre d'étapes important définissant alors une mauvaise qualité du carbone. La qualité diminue généralement avec la masse moléculaire du substrat, les sources plus complexes étant plus difficilement assimilables, un déficit en carbone organique pouvant rendre la dénitrification incomplète (De Filippis et al., 2013). Un excès de carbone organique peut toutefois être source d'inhibition de la dénitrification au profit du DNRA (Dissimilative Nitrate Reduction to Ammonium) (van der Berg et al., 2015) et ainsi provoquer une accumulation de  $\text{N-NH}_3$  au sein du système de traitement. Le choix de la source de carbone est donc très important et peut avoir un impact sur les performances d'un processus de dénitrification. La disponibilité, le coût et la facilité de transport et de stockage peuvent être des critères décisifs dans ce choix, en particulier pour les

sites miniers du Nord, éloignés des principales chaînes d'approvisionnement. L'utilisation du saccharose, bien que beaucoup moins documentée que des sources plus conventionnelles comme le méthanol, l'éthanol ou les acétates, semble donc intéressante. Elle peut, cependant, légèrement favoriser la DNRA ou provoquer une accumulation temporaire de  $\text{NO}_2^-$  (De Filippis et al., 2013; Phung et al, 2014). La quantité de carbone organique nécessaire dépend de nombreux paramètres, tels que la nature du composé contenant le carbone, la température, le TRH et le type de développement (en suspension ou en biofilm) de la biomasse. Celle-ci, exprimée en g-DCO/g-N, est généralement comprise entre 2,5 et 6 (Zaitsev et al., 2008, Papirio, 2012).

Afin de s'affranchir des besoins en source de carbone organique afin de soutenir la dénitrification, la mise en place d'un traitement de dénitrification autotrophe peut s'avérer intéressante. Celle-ci peut avoir lieu via le procédé Anammox. Celui-ci est un processus bactérien au cours duquel le N- $\text{NH}_3$  est oxydé par les  $\text{NO}_2^-$  pour former une molécule d'azote gazeux (Équation 2.16) :



La faisabilité du traitement par le procédé Anammox a été prouvée à l'échelle du laboratoire (Vazquez-Padin et al., 2009; Shaw et al., 2020) et permet d'éviter l'accumulation du N- $\text{NH}_3$  dans les effluents de mines d'or. Cependant, celui-ci nécessite un contrôle strict des conditions opératoires, dont la température. Ainsi, bien que les populations Anammox puissent supporter des températures faibles, jusqu'à  $-1^\circ\text{C}$  (Vazquez-Padin et al., 2009), les conditions optimales se situent plutôt aux alentours de  $37^\circ\text{C}$ , l'activité dénitrifiante étant diminuée pour des températures inférieures. Une autre problématique liée à cette approche est le manque de prédictibilité du traitement pour des températures inférieures à  $20^\circ\text{C}$  (Vazquez-Padin et al., 2009). Le design de l'unité de traitement s'avère alors complexe. La faisabilité de ce traitement dès  $12^\circ\text{C}$  par l'ajout d'étapes préalables de pré-nitrification de l'effluent et par l'acclimatation progressive des micro-organismes aux faibles températures au sein d'un effluent synthétique a été démontré (Vazquez-Padin et al., 2009). Cette dernière étude définit d'ailleurs la combinaison de la nitrification partielle et de l'approche Anammox comme étant idéale pour l'enlèvement du N- $\text{NH}_3$  sans ajout de sources de carbone organique. Elle peut de plus permettre de s'affranchir de toute accumulation de  $\text{NO}_2^-$  et  $\text{NO}_3^-$  (Shaw et al., 2020). Cependant, afin d'être pleinement efficace, le contrôle de la pré-nitrification, et donc des populations biologiques responsables, est nécessaire (Vazquez-Padin et al., 2009). Celui-ci répond au besoin d'inhibition du développement des BNO (bactéries nitrite



oxydantes) au profit des BAO (bactéries ammonium oxydantes) afin d'obtenir l'oxydation de N-NH<sub>3</sub> préférentiellement sous forme de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> et non de NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. La balance adéquate entre ces populations peut aussi être obtenue lors du traitement d'effluents ayant une faible teneur en OD. En effet, les BAO ayant plus d'affinité à l'oxygène que les BNO (Shaw et al., 2020), le développement de ces dernières sera plus fortement impacté par de faibles teneurs en oxygène. Une autre option consiste en une augmentation de la concentration en NH<sub>3</sub> libre en élevant le pH, les BAO ayant une meilleure résistance aux fortes concentrations que les BNO (Anthonisen et al., 1976). Du fait de la complexité de l'approche Annamox et de sa faible résilience aux basses températures, celle-ci ne s'avère pas optimale pour le traitement des eaux minières en conditions nordiques, notamment au Canada.

Un processus biologique de nitrification-dénitrification se termine généralement par un traitement de polissage impliquant une réaération de l'effluent. Dans un processus où la nitrification et le traitement de la matière organique se produisent de manière concomitante, les micro-organismes hétérotrophes à croissance rapide, qui consomment du carbone organique, sont en concurrence avec les micro-organismes autotrophes à croissance lente, ce qui entraîne une diminution de la nitrification (Hoang et al., 2014 ; Schopf et al., 2018). En raison des différences de taux de croissance, un biofilm stratifié se développe avec des bactéries hétérotrophes habitant les couches superficielles. Cela pose un problème pour les nitrifiants, qui seront alors plus affectés par la limitation de la diffusion de l'oxygène (Schopf et al., 2018). Cette compétition s'avère moins défavorable aux bactéries nitrifiantes à basse température (Hoang et al., 2014).

### **2.3.4 Inhibiteurs biologiques dans les effluents miniers**

Divers inhibiteurs biologiques peuvent être présents dans les eaux minières (Tableau 2.5). La forte salinité généralement observée pour les effluents miniers peut avoir un effet majeur sur l'activité biologique. Elle est notamment issue de l'utilisation de sels de déglacage et de l'ajout de produits chimiques lors du traitement du minerai ou des effluents. Une concentration importante de ces sels dissous peut être une source d'inhibition et affecter les performances des unités de traitement biologique des eaux usées, pour des salinités supérieures à 10 ‰ (Bassin et al., 2012; Navada et al., 2021). Cela s'explique notamment par l'impact de la salinité sur certains paramètres de l'effluent tels que sa densité ou la pression osmotique (van Dam et al., 2014). Cela est particulièrement vrai en présence de Cl<sup>-</sup>. L'inhibition se fait ressentir dès quelques mg/L de Cl<sup>-</sup> et

s'accroît fortement au-delà de 6 mg/L ( $\approx 10$  mg-NaCl/L) pour devenir quasi-complète au-dessus de 30 g/L, même après acclimatation (Bassin et al., 2012). À l'inverse, le  $\text{SO}_4^{2-}$  présente un pouvoir inhibiteur nettement moindre : des effets significatifs apparaissent surtout au-delà d'environ 10 g·L<sup>-1</sup> de  $\text{SO}_4^{2-}$ , touchant d'abord les NOB (Bassin et al., 2012). La faisabilité de la nitrification-dénitrification d'effluents salins a tout de même été démontrée, notamment lors de l'utilisation d'un inoculum prélevé sur les sédiments de bassin dans lequel les micro-organismes ont su développer une tolérance du fait de modifications physiologiques ou du développement préférentiel de taxons halotolérants (Grommen et al., 2005). L'acclimatation par stress osmotique provoqué par une élévation graduelle de la salinité est une autre alternative afin de diminuer l'inhibition chronique (Andrade-Linares et al., 2016; Navada et Vadstein, 2022) ou de répondre à une problématique de pics réguliers de la salinité (Navada et Vadstein, 2022), menant à des inhibitions ponctuelles. Ainsi, une filière biologique de traitement par nitrification-dénitrification peut permettre de répondre aux besoins en enlèvement des contaminants azotés malgré les différentes inhibitions pouvant altérer le développement bactérien, et ainsi produire un effluent de qualité suffisante pour son rejet en milieu naturel.

La présence de fortes concentrations de N-NH<sub>3</sub> peut être une autre source d'inhibition de la nitrification. À la suite d'un tel épisode d'inhibition, quelques semaines peuvent être nécessaires pour un retour à la normale après le rétablissement de conditions favorables (Villemur et al., 2015). Le développement des BNO, responsables de la nitrification, peut être tout particulièrement limitée à des concentrations en NH<sub>3</sub> libre supérieures à 1 mg/L (Anthonisen et al., 1976). Les BAO, à l'origine de la nitrification, sont moins sensibles, leur activité étant inhibée à partir de quelques dizaines de mg/L (Anthonisen et al., 1976). La différence de résilience de ces deux populations à la présence de NH<sub>3</sub> peut conduire à une accumulation de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> lors de la nitrification (Anthonisen et al., 1976). Bien que cela puisse être souhaité dans le cadre d'un procédé Annamox, l'accumulation de NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, notamment sous sa forme HNO<sub>2</sub>, peut alors être une source d'inhibition supplémentaire de la nitrification autotrophe (Anthonisen et al., 1976; Villemur et al., 2015).

La présence de métaux ou de métalloïdes peut aussi avoir un impact sur le développement bactérien. Ainsi, alors que de faibles concentrations stimulent la croissance, des concentrations plus élevées peuvent affecter la dégradation des contaminants et ainsi rendre l'unité de traitement inopérante (Stasinakis et al., 2003). Le nickel, le chrome et le cuivre sont admis comme étant des inhibiteurs potentiels majeurs, des concentrations de 0,25 mg/L pour Ni et Cr et de 0,10 mg/L pour

Cu pouvant inhiber la nitrification (Skinner et Walker, 1961), notamment du fait de la lyse cellulaire, de la perturbation des processus enzymatiques ou de modification structurale de l'ADN (Sterritt et Lester, 1980). La valeur de l'IC50 du cuivre, concentration pour laquelle une inhibition de 50% est observable, est comprise entre 0,08 et 40 mg/L (Skinner et Walker, 1961 ; Sterritt et Lester, 1980 ; Çeçen et al., 2010). Les différences notables entre ces valeurs peuvent s'expliquer par la diversité des conditions : pH, concentrations en azote total et en matière en suspension, ou encore la présence de substances pouvant mener à la formation de complexes (Çeçen et al., 2010 ; Sterritt et Lester, 1980), ainsi que par la diversité des méthodes de détermination de l'inhibition. La spéciation doit aussi être prise en compte. Celle-ci exerce une influence majeure sur la mobilité et la biodisponibilité des métaux, et donc leurs toxicités. Dans le cas de Cu par exemple, la forme ionique, et dans une moindre mesure certains complexes, provoquent une inhibition plus importante (Çeçen et al., 2010).

Tableau 2.5 : Principaux inhibiteurs biologiques pouvant se trouver dans les eaux minières

| Éléments                      | Population(s) biologique(s) | Limite(s) admissible(s)             | Remarque(s)                                                                                                              | Référence(s)                                                                                     |
|-------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Cr                            | Nitrifiantes (BNO et BAO)   | 0,25 mg/L                           | -                                                                                                                        | Skinner et Walker, 1961                                                                          |
| Cu                            | Nitrifiantes (BNO et BAO)   | IC50 comprise entre 0,08 et 40 mg/L | Inhibition fortement dépendante de la spéciation du Cu (particulièrement élevée pour la forme ionique $\text{Cu}^{2+}$ ) | Skinner et Walker, 1961; Sterritt et Lester, 1980; Çeçen et al., 2010                            |
| $\text{NH}_3$<br>(non ionisé) | BNO                         | 1 mg- $\text{NH}_3$ /L              | [ $\text{NH}_3$ ] dépendant de T et pH                                                                                   | Anthonisen et al., 1976                                                                          |
|                               | BAO                         | $\approx 10$ mg- $\text{NH}_3$ /L   |                                                                                                                          |                                                                                                  |
| Ni                            | Nitrifiantes (BNO et BAO)   | 0,25 mg/L                           | -                                                                                                                        | Skinner et Walker, 1961                                                                          |
| $\text{NO}_2^-$               | Nitrifiantes (BNO et BAO)   | $\approx 2$ mg-N/L                  | Inhibition particulièrement marquée en cas de présence de $\text{HNO}_2$ (à pH acide)                                    | Anthonisen et al., 1976                                                                          |
| SDT                           | Nitrifiantes (BNO et BAO)   | < 10 %                              | Peut-être limité par utilisation de biomasse préacclimatée                                                               | Bassin et al., 2012; Navada et al., 2021; Andrade-Linares et al., 2016; Navada et Vadstein, 2022 |

Le développement des populations bactériennes sous forme de biofilm peut permettre de limiter l'influence de ces différents agents inhibiteurs. Ainsi, bien que Harrison et al. (2004) n'aient pas constaté de différences de concentrations inhibitrices entre des cultures en suspension et une culture fixe mono-espèce, plusieurs études tendent à démontrer la résilience apportée par le biofilm, permettant, par exemple, de lever l'inhibition liée à une concentration de 25 mg Cu/L (Çeçen et al., 2010). Le gain en résilience peut s'avérer particulièrement important, l'inhibition pouvant être 600 fois plus faible pour les RBC que pour une culture libre (Teitzel et Parsek, 2003). La technologie MBBR permet, elle aussi, une meilleure résistance à des conditions environnementales défavorables telles que des variations de températures (Young et al., 2016) ou la toxicité d'inhibiteurs, y compris le cuivre (Hoang et al., 2014). Cela peut s'expliquer par la barrière structurale formée par le biofilm sous forme de substances polymères extracellulaires réduisant l'accès des toxines aux cellules au cœur du biofilm. La proximité entre les micro-organismes au sein du biofilm favorise le transfert de gènes bénéfiques entre les bactéries (Hoang et al., 2014 ; Young et al., 2016) et contribue, ainsi, aux bonnes performances des procédés à biofilm. Des réacteurs à lit mouvant (Rotating Biological Contactor RBC, MBBR, etc.) ont été développés et permettent une importante surface de biofilm, rendant possible de plus faibles TRH et donc la diminution de la taille des installations. Ces technologies présentent généralement une meilleure résilience à des phases de démarrage / arrêt ou à l'exposition des populations du biofilm à des stress (augmentation soudaine de facteurs inhibiteurs). De plus, elles présentent un très bon maintien de leurs propriétés hydrauliques, l'excès de biomasse y étant lessivé et ne créant alors pas d'accumulation pouvant générer un colmatage, comme cela peut avoir lieu dans les réacteurs à lit fixe. Ainsi, bien que les coûts inhérents (le garnissage, ainsi que sa mise en mouvement par sur-aération ou par agitation mécanique notamment) soient plus importants que pour d'autres technologies de bioréacteur, les RBC et MBBR sont l'objet de nombreuses applications industrielles.

### **2.3.5 Contacteurs biologiques rotatifs (RBC)**

Les RBC font l'objet de nombreuses applications industrielles, notamment dans le cadre du traitement d'effluents domestiques en Europe et en Amérique du Nord (Mba et al., 1999). Les 4 à 12 segments reliés par un axe horizontal (Mba et al., 1999) les composant sont simultanément exposés à l'air et aux eaux contaminées. La rotation des biodisques, généralement entre 1 et 10 RPM, peut avoir lieu grâce à un moteur ou par brassage avec de l'air comprimé (Patwardhan,

2003). Cela permet la formation d'une couche mince d'effluent à la surface du biofilm et ainsi d'optimiser les échanges entre celui-ci, l'atmosphère et les populations bactériennes. La principale force des RBC réside dans leur haute surface de contact et de la formation de biofilm qui y a lieu, permettant d'accommoder des charges en contaminants élevées, contrairement à des technologies telles que les boues activées (Mba et al., 1999; Patwardhan, 2003). Ils présentent, de plus, des coûts en énergie inférieurs à ces dernières (Mba et al., 1999; Patwardhan, 2003). Les RBC font donc l'objet de nombreuses applications industrielles, y compris pour le traitement des  $\text{SCN}^-$  et de  $\text{N-NH}_3$  dans les effluents miniers (Bougie, 2011). Ils sont, en revanche, sources de problèmes de bris, notamment liés à la corrosion du moyeu. Celle-ci a lieu du fait de l'oxydation par l'effluent ou par l'activité biologique. La réparation nécessite, alors, le changement complet des biodisques et entraîne donc des coûts élevés (Mba et al., 1999). L'usure étant amplifiée par la masse de biofilm déposée sur les disques, il est primordial de maintenir celui-ci le plus fin possible, notamment par augmentation de la vitesse de rotation (Mba et al., 1999), cette dernière étant cependant source d'une augmentation des coûts énergétiques.

Le complexe minier LaRonde, situé à Preissac en Abitibi, dans le nord-ouest du Québec (Bougie, 2011), est doté d'une capacité de traitement, notamment par cyanuration, de 7000 tonnes de minerai par jour. Le site dispose de diverses installations de traitement de ses effluents contaminés, dont l'usine de traitement des eaux (UTE), permettant principalement le traitement des  $\text{CN}^-$ . Le site s'est, de plus, doté de 2 lignes de 4 RBC en 2004 afin de répondre au besoin d'enlèvement des contaminants azotés et des thiocyanates notamment. La capacité de traitement a ultérieurement été augmentée par l'ajout de 2 nouvelles filières, portant le total à 16 biodisques installés (4 filières de 4 biodisques), représentant une surface de traitement d'un peu moins de 5 millions de pieds carré, au sein de l'UTFE. La mise en rotation des biodisques, d'un diamètre de 12 m, et immergés à 80 % au sein de cuves en béton pouvant contenir chacune 200 000 L d'effluent, est assurée par l'envoi d'air comprimé au sein des diffuseurs, à une vitesse comprise entre 1 et 1,5 RPM. Les premiers réacteurs de chacune des filières sont dédiés à l'hydrolyse des  $\text{SCN}^-$ , les suivants étant conçus pour la nitrification. Les eaux des différentes filières sont alors collectées et subissent une décantation afin de limiter la quantité de matières en suspension (MES), principalement composées de biomasse morte, cette dernière étant acheminée vers le parc à résidus. Bien que le traitement ait montré sa capacité à produire un effluent non-toxique, les performances de celui-ci sont entachées par des problèmes récurrents de bris, notamment au sein des premiers réacteurs de chaque filière

qui subissent la plus forte croissance de la biomasse (Bougie, 2011). Ces casses, causant non seulement des coûts élevés de réparation, mais aussi l'arrêt temporaire des filières, et donc une perte de capacité de traitement, ont incité à la substitution progressive de certains des RBC par des réacteurs de type MBBR.

### **2.3.6 Réacteurs biologiques à lit fluidisé (MBBR)**

Les réacteurs à lits fluidisés MBBR ont été développés en Suède au début des années 1990 afin de répondre aux limites des différents systèmes alors disponibles (Ødegaard, 2006). L'utilisation de médias plastiques, fabriqués en polyéthylène notamment, et entraînés au sein du réacteur par l'aération ou par agitation mécanique permet une utilisation optimale du volume de celui-ci (Ødegaard, 2006). Les médias présentent, de plus, de nombreuses stries. Cela permet d'augmenter considérablement la surface disponible pour l'établissement du biofilm. De nombreux garnissages commerciaux ont ainsi une surface spécifique allant de 500 à 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> (Ødegaard, 2006). Du fait de l'érosion occasionnée par le choc entre les médias, la colonisation du support par le biofilm se fait principalement sur les parois internes, entraînant alors une perte de près de 30% de la surface du support colonisable (Pastorelli et al., 1997). De plus, la diffusion des contaminants à travers le biofilm ne se faisant sur une épaisseur que d'environ 100 µm, le maintien d'un biofilm fin est primordial (Ødegaard, 2006). Celui-ci se fait grâce aux turbulences au sein du réacteur permettant le lessivage de la biomasse excédentaire. L'accumulation de cette dernière au sein des réacteurs, associée à sa dégradation, peut mener à l'apparition de zones anoxiques, y compris pour des réacteurs aérés, et limiter leur efficacité (Ødegaard, 2006). Le dimensionnement du système d'aération doit alors faire l'objet d'une attention particulière et permettre à la fois l'oxygénation de l'eau contaminée et une bonne mise en mouvement du garnissage (Ødegaard, 2006). L'aération des réacteurs contribue fortement aux besoins énergétiques des MBBR, pouvant représenter 70% de la consommation totale (Wang et al., 2019 ; Tchobanoglous et al., 2003). Au cours du fonctionnement d'une unité MBBR, différents problèmes impactant les performances peuvent survenir, tels que le colmatage des installations, une agitation non-homogène ou une mauvaise circulation des médias (Wang et al., 2019). Une autre source de perte de performance est l'entartrage des médias, notamment pour les effluents ayant une forte charge en calcium ou en N-NH<sub>3</sub> (Wang et al., 2019). La précipitation de l'effluent, fréquemment sous forme de struvite, d'hématite, d'hydroxyapatite ou de maghémite (Wang et al., 2019), a lieu en cas de sursaturation minérale et dépend principalement du pH et des concentrations en ions. Le dépôt de minéraux sur

les médias diminuent leur surface spécifique, limitant alors la surface colonisable et donc le transfert de masse entre l'effluent et le biofilm. L'augmentation de la masse des médias peut, de plus, mener à une augmentation de l'aération nécessaire à la fluidisation du garnissage, voire au dépôt des médias au fond des réacteurs (Ødegaard, 2006).

Contrairement aux procédés de croissance en suspension plus conventionnels, les procédés à lit fluidisé, et plus particulièrement les MBBR, ont démontré leur capacité à atteindre et à maintenir la nitrification à basse température et sont donc prometteurs pour le traitement de  $\text{N-NH}_3$  dans les effluents des mines d'or (Hoang et al., 2014 ; Ahmed et al., 2019 ; Young et al., 2016). La capacité des réacteurs MBBR à s'adapter et à se rétablir rapidement après les pics de température suggère que les nitrifiants ne sont ni perdus ni lysés, mais plutôt maintenus dans le biofilm, ce qui laisse supposer que les bactéries nitrifiantes existent à un niveau d'activité plus faible à des températures plus basses (Hoang et al., 2014). De nombreux modèles dérivés de la loi d'Arrhenius permettent d'estimer l'impact d'un changement de température sur l'activité biologique. Bien qu'un facteur  $\theta$  d'environ 1,08 soit couramment utilisé pour la nitrification, il s'est avéré surestimé pour les MBBR, pour lesquels une étude à 10 et 4 °C a donné une valeur de 1,049 (Ahmed et al., 2019).

Lors d'épisodes d'inhibition, liés à des changements brusques de température par exemple, le traitement MBBR peut être source de modestes pics de nitrites, ceux-ci étant fortement atténués après une courte période d'acclimatation (Young et al., 2016). Cela peut être notamment dû à une diminution temporaire de l'abondance relative de *Nitrosospira*, plus sensible à la température que *Nitrosomonas* (Hoang et al., 2014). Outre la température, les MBBR présentent une résilience particulièrement intéressante à d'autres inhibiteurs. Par rapport aux systèmes de traitement par croissance en suspension, les systèmes à biofilms tels que les MBBR se sont révélés plus résistants aux conditions environnementales défavorables telles que les fluctuations de température, les basses températures (Young et al., 2016 ; Hoang et al., 2014), et la toxicité chimique, notamment l'inhibition du cuivre (Schopf et al., 2018). Les biofilms constituent une barrière structurelle sous la forme d'une substance polymère extracellulaire (EPS) qui limite la pénétration des toxines dans les cellules profondément enfouies (Schopf et al., 2018). Cette étude a évalué l'effet de la présence de Cu sur les performances de traitement d'une unité MBBR de nitrification. Il a été constaté qu'une concentration inférieure à 0,6 mg/L n'avait aucun effet sur l'oxydation biologique de  $\text{N-NH}_3$ , mais pouvait conduire à une accumulation de  $\text{NO}_2^-$  lorsqu'elle était supérieure à 0,3 mg/L (Schopf et al., 2018). Par conséquent, pour les concentrations de cuivre typiques des effluents des mines d'or nord-

américaines, la technologie MBBR peut fournir une nitrification suffisante, même pour de fortes contaminations en  $\text{N-NH}_3$  (Schopf et al., 2018). Il a également été démontré que les processus de croissance de biofilms permettent d'atteindre des objectifs de traitement similaires à ceux des systèmes de croissance en suspension, tout en nécessitant une empreinte carbone et écologique plus faible (Ødegaard, 2006), en raison de l'augmentation de la densité cellulaire dans le réacteur (Schopf et al., 2018). Les MBBR apparaissent alors comme une alternative de choix. La nitrification d'effluents miniers dans des réacteurs MBBR fait l'objet de différentes études. Villemur et al. (2015), par exemple, étudient la dégradation des  $\text{SCN}^-$  et la nitrification dans une série de 4 réacteurs MBBR avec un TRH compris entre 10 et 40 h, le premier réacteur étant aéré ou non. A l'exception des phases de démarrage et d'augmentation du débit d'alimentation, le  $\text{SCN}^-$  était complètement oxydé à la sortie du 2ème réacteur et le  $\text{N-NH}_3$  à la sortie du 4ème réacteur. Un traitement maximal de  $2,3 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$  a alors été obtenu à température ambiante (de l'ordre de  $20^\circ\text{C}$ ), ce qui est cohérent avec les valeurs communément admises, de l'ordre de  $2 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$ , pour un réacteur nitrifiant MBBR (Ødegaard, 2006). Ce résultat est également similaire à celui obtenu par Hoang et al. (2014) dans les mêmes conditions de températures, bien qu'un TRH plus faible (1,5 h) ait été appliqué pour cette seconde étude. Ceci confirme le potentiel des MBBR à fournir une nitrification efficace à faible TRH, et donc dans des réacteurs plus petits. L'étude de Villemur et al. (2015) a également mis en évidence le gain potentiel en efficacité représenté par la recirculation de l'effluent nitrifié dans un 1er réacteur anaérobie. L'enlèvement supplémentaire de l'azote a lieu principalement par dénitrification, les  $\text{SCN}^-$  pouvant jouer le rôle de donneur d'électrons (Villemur et al., 2015; Tanabène, 2016).

La dénitrification des eaux minières, en particulier dans les réacteurs MBBR, est beaucoup moins bien documentée. Dans l'étude de Zaitsev et al. (2008), plus de 95% de traitement de  $\text{NO}_3^-$  est obtenu à  $5^\circ\text{C}$  en ajoutant du méthanol à un taux de  $3 \text{ kg-méthanol/kg-N-NO}_3^-$  au sein d'un procédé MBBR. Une dénitrification instable (30-70 % des nitrates) est observée au cours des 6 premiers mois, probablement due à une croissance lente des bactéries dénitrifiantes méthylophiles à  $5^\circ\text{C}$ . Le taux de dénitrification atteint, de  $4,1 \text{ g N-NO}_3^-/\text{m}^2/\text{j}$ , est significativement plus élevé que les taux de dénitrification rapportés pour les réacteurs à bactéries en suspension alimentés avec du méthanol ou de l'éthanol, plus généralement de l'ordre de  $1 \text{ à } 2 \text{ g N-NO}_3^-/\text{m}^2/\text{j}$  à  $5^\circ\text{C}$  (Hem et al., 1994). Papirio (2012) a utilisé de l'éthanol avec un rapport stœchiométrique éthanol/nitrate de 0,42 (mol/mol) sous un TRH de 9 h dans un procédé de type FBR (Fluidized Bed Reactor). Les



efficacités de traitement étaient alors en moyenne d'environ 65 et 75 % à 7-8 et 22 °C, respectivement. Ces différentes études ont permis de confirmer la valeur des procédés permettant une croissance sous forme de biofilm, tel que les MBBR, pour la nitrification-dénitrification des effluents miniers, même à basse température.

Outre la mine LaRonde, les réacteurs MBBR sont aussi utilisés pour le traitement des effluents sur le site Éléonore (Vincent et al., 2016). Celui-ci, mis en fonction en 2014 en Baie-James (QC), a connu des épisodes de toxicité des effluents sur les daphnies et truites en 2015, malgré une unité existante dédiée à la précipitation des métaux et l'oxydation des cyanures. Les fortes concentrations en  $\text{N-NH}_3$  et  $\text{CNO}^-$  peuvent en être les origines. Le site s'est alors pourvu d'une unité de traitement biologique des  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$ , l'UTEI (Usine de traitement des eaux industrielles). Une étude à l'échelle pilote a permis de poser les bases de son dimensionnement. Elle a notamment permis de valider l'efficacité d'une filière de traitement composée de 4 réacteurs MBBR en série. Le premier est alors dédié à la dégradation aérobie des  $\text{SCN}^-$ , le second à la nitrification et le troisième à la dénitrification. Le dernier réacteur permet, quant à lui, l'oxydation de l'excès de carbone organique de la dénitrification. Cette configuration a permis la production d'un effluent non-toxique, même pour de faibles températures. À l'échelle industrielle, un système de chauffage de l'effluent a tout de même été ajouté. Celui-ci permet un développement plus rapide du biofilm pendant le démarrage, un meilleur rétablissement de la biomasse à la suite d'un épisode de mortalité, ou encore d'accommoder des pics de contaminants en période hivernale. Du fait de la faible toxicité des nitrates et de l'absence d'une concentration limite de rejet, l'étape de dénitrification a été retirée. L'UTEI est entrée en fonctionnement en 2017. Celle-ci a une capacité de traitement à 8 °C de 147 kg-N/j sous formes de cyanures et dérivés ( $\text{CN}^-$ ,  $\text{CNO}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ) et de 462 kg-N/j sous forme de  $\text{N-NH}_3$ . Bien que l'unité ait été dimensionnée pour un fonctionnement à 8 °C (maintenue au cours du premier hiver), une diminution du chauffage a été décidée afin de limiter les coûts d'exploitation. Celui-ci, fixé à seulement 3 °C, permet d'éviter le bris lié au gel. Une nitrification complète a été obtenue, aucune accumulation de  $\text{N-NH}_3$  ou de  $\text{NO}_2^-$  n'étant observée, et ce même lors d'un épisode de forte pluviométrie ayant entraîné un doublement des débits à traiter.

Bien que les MBBR soient considérés comme des technologies matures, ils continuent de faire l'objet de nombreuses recherches visant à surmonter certaines limites persistantes (Makki et al., 2025). Les performances de ces systèmes sont notamment affectées dans des conditions extrêmes, telles que les fortes salinités (Navada et Vadstein, 2022) ou les températures hivernales rencontrées

en milieu nordique (Ren et al., 2025). À ce titre, Ren et al. (2025) ont démontré qu'une gestion saisonnière adaptée des charges en  $\text{N-NH}_3$ , avec un apport soutenu à l'automne, favorise la formation d'un biofilm plus mince mais plus dense, améliorant significativement la nitrification en période froide. Parallèlement, des procédés biologiques innovants sont également étudiés. Qiu et al. (2025) ont montré que les systèmes IFAS (Integrated Fixed-film Activated Sludge), qui combinent biomasse libre et biofilm fixé, surpassent les MBBR en conditions salines en maintenant une diversité fonctionnelle accrue des communautés nitrifiantes et dénitrifiantes. Cette configuration permet notamment de limiter l'inhibition de l'*ammonia monooxygenase* (AMO) et de la *nitrite reductase*, deux enzymes clés affectées par la salinité. Aktan et al. (2025) proposent pour leur part un procédé en deux étapes combinant la nitrification dans un réacteur MBBR et la dénitrification autotrophe en colonne. Ce système, reposant sur l'oxydation du soufre élémentaire comme donneur d'électrons, atteint des rendements d'enlèvement de 90 % pour les nitrites et de 85 % pour les nitrates. Il offre en outre une grande stabilité opérationnelle, sans nécessiter l'ajout de carbone organique externe, ce qui réduit à la fois les coûts d'exploitation, la consommation énergétique et les émissions potentielles de  $\text{CO}_2$ .

### 2.3.7 Traitement (semi-)passif

Il existe naturellement de nombreuses interactions entre la biomasse (végétaux, micro-organismes), les sédiments, l'eau et l'atmosphère dans les écosystèmes. L'enlèvement de l'azote total (TN) peut alors y être régi par des phénomènes de volatilisation, de nitrification-dénitrification, d'assimilation par les macrophytes et phytoplanctons, par sorption sur la biomasse ou les sédiments, ou encore par sédimentation (Reddy et De Laune, 2022). La nitrification-dénitrification est généralement le phénomène majoritairement responsable de l'enlèvement de l'azote (Vymazal, 2007). De nombreux procédés s'appuyant sur ces phénomènes naturels, pouvant notamment avoir lieu au sein de marais épurateurs, existent. Ceux-ci jouissent notamment de coûts en réactifs et en énergie, ainsi que de besoins en suivi, bien plus modéré que ceux des procédés plus conventionnels actifs. Leur utilisation peut, en revanche, être limitée pour de forte contamination des effluents ou pour d'importants volumes à traiter. Leur déploiement implique souvent une exigence élevée en termes de surface disponible au sol.

Divers agents biologiques peuvent intervenir sur le cycle de l'azote en contexte minier. Les algues en font partie et sont des organismes photosynthétiques comprenant des milliers d'espèces

aquatiques, dont la majorité est photoautotrophe (Ali et al., 2022). Bien que la phycoremédiation (procédé de traitement utilisant des algues) reste marginale dans les applications de traitement des eaux usées, elle a fait l'objet de nombreuses études depuis le début du 20ème siècle (Li et al., 2022). La recherche de procédés toujours plus économes en énergie a suscité un regain d'intérêt pour la possibilité d'exploiter la capacité des algues à éliminer de nombreux contaminants, ces procédés présentant une efficacité énergétique et économique supérieure à celle des procédés conventionnels (par exemple, le procédé de coagulation/floculation et le procédé de boues activées) ou des procédés de traitement avancés (par exemple, les technologies membranaires et les procédés d'oxydation avancé) (Li et al., 2022 ; Ali et al., 2022). Les algues peuvent, de plus, se développer dans des environnements hautement contaminés. À titre d'exemple, Nanda et al. (2021) ont étudié la tolérance de diverses souches d'algues au Pb(II) et au Cd(II). L'IC50, la concentration menant à une diminution de 50% du développement de la population testée, était de l'ordre de 80 mg/L pour le CdCl<sub>2</sub> et atteignait 400 - 500 mg/L pour le PbCl<sub>2</sub>. En comparaison, une inhibition de plus de 90% de l'activité nitrifiante microbienne est observée pour des concentrations de Cd de l'ordre de 10 mg/L (Semerci et Çeçen, 2007), ce qui prouve la résilience des systèmes de phycoremédiation et leur capacité à traiter des effluents avec des niveaux d'inhibiteurs plus élevés. L'utilisation de souches endémiques, ayant poussé dans des conditions similaires, peut encore accroître la robustesse des processus de phycoremédiation (Li et al., 2022). Cette capacité à croître malgré des concentrations élevées de métaux et de métalloïdes peut s'expliquer par la capacité des algues à adsorber ces substances à leur surface, qui présente de nombreux sites fonctionnels différents (Ali et al., 2022), les rendant indisponibles pour la biomasse interne. Do et al. (2021), par exemple, ont étudié le potentiel d'une souche de microalgues, *Chlorella sorokiniana*, pour le traitement biologique de deux concentrés d'osmose inverse (OI), l'un d'entre eux ayant une salinité élevée, en raison de concentrations élevées de Cl<sup>-</sup> (1,6 g/L), Na<sup>+</sup> (1,1 g/L) et de certains métaux et métalloïdes tels que Mn (3,8 mg/L) et Ni (0,8 mg/L). L'étude a prouvé que la culture de microalgues peut être utilisée comme une stratégie efficace pour enlever les nutriments et les métaux de l'OI.

Au sein d'un environnement complexe tel qu'un bassin d'eaux minières, de nombreux processus biogéochimiques peuvent impliquer les contaminants azotés. Comme mentionné précédemment, l'assimilation par les algues est l'un d'eux. Des processus bactériens tels que la nitrification-dénitrification en est un autre. Cette dernière a d'ailleurs joué un rôle majeur dans l'enlèvement des contaminants azotés dans un marais épurateur (Vymazal, 2007). Une activité symbiotique entre

les algues et les bactéries peut aussi être observée (Reddy et De Laune, 2022; Ali et al., 2022). L'immobilisation de métaux, tels que Cu par exemple, lors de la croissance des algues et permettant un développement des populations bactériennes en est un exemple (Ali et al., 2022). L'oxygénation de l'effluent par la photosynthèse peut aussi stimuler la nitrification (Reddy et De Laune, 2022). L'accumulation d'algues en décomposition au fond des bassins peut fournir le carbone organique et les conditions anoxiques nécessaires à la dénitrification (Vymazal, 2007). Cette dernière peut cependant être source de remobilisation de  $\text{N-NH}_3$  (Chapman et al., 2007), par ammonification de la matière organique principalement. Bien que généralement plus minoritaires, l'enlèvement des contaminants azotés peut être complété par d'autres procédés biologiques (Anammox, dénitrification autotrophe), ou par des processus physico-chimiques tels que l'adsorption sur les sédiments et la biomasse ou l'oxydation chimique et par les UV solaires notamment (Vymazal, 2007; Reddy et De Laune, 2022).

L'un des principaux inconvénients de la phycoremédiation est toutefois la nécessité de récolter la biomasse, car sa dégradation peut entraîner la remobilisation des contaminants enlevés. Cet inconvénient peut être compensé par la possibilité de valoriser la biomasse, grâce à l'extraction d'acides gras et à la production de biocarburants (Li et al., 2022). L'augmentation de la production de métabolites et de lipides par les algues exposées à de fortes concentrations en métaux en fait, de plus, une solution intéressante pour le traitement des eaux minières (Ali et al., 2022). Une autre alternative de valorisation est basée sur la production de charbon actif, qui peut ensuite être utilisé pour la sorption des métaux. Une telle approche a été utilisée pour le traitement du  $\text{Cr(VI)}$ , permettant la sorption de 15,24 mg/g de biomasse (Afshin et al., 2021) pour des effluents synthétiques contenant initialement entre 50 et 100 mg/L de  $\text{Cr(VI)}$ .

### **2.3.8 Réhabilitation du site minier Colomac**

Bien que les applications minières de la phycoremédiation soient actuellement limitées, quelques études ont été menées pour examiner les avantages des processus à base d'algues pour la décontamination de l'eau des mines. La réhabilitation du site minier abandonné de Colomac, dans les Territoires du Nord-Ouest, est l'une de ces études. Celle-ci fait l'objet de l'article de Chapman et al. (2007). Pendant l'exploitation du site minier, l'eau de cyanuration a été stockée dans l'aire de confinement des résidus construite dans les bassins des lacs Tailings et Spruce (TCA). À l'origine, l'aire de confinement des résidus avait été autorisée en tant qu'installation à rejet nul. Les résidus

n'ont donc pas été traités pour éliminer le cyanure pendant les opérations. Lorsque le niveau d'eau du bassin a augmenté et que sa capacité de stockage maximale a été atteinte, l'eau contaminée a été transférée dans le lac de la fosse de la zone 2 pour la première fois en 1998. Cette opération a été répétée en 2004 et 2006. La qualité de l'eau s'est alors révélée similaire pour les deux zones, mais avec des concentrations plus faibles pour la zone 2. Une stratégie de traitement a alors dû être définie. Différentes alternatives (chloration alcaline au point de rupture, traitement biologique actif dans un contacteur biologique rotatif RBC, promotion de l'atténuation naturelle) ont alors été envisagées. Cette dernière a été retenue comme stratégie privilégiée, et éventuellement la chloration pour augmenter temporairement la capacité de traitement, et a été mise en œuvre en 2002. Douze tonnes de MAP ont été utilisées pour le lac de résidus ( $\approx 3,12$  millions de  $\text{m}^3$ ) et 24 tonnes ont été nécessaires pour le lac de la fosse de la zone 2 ( $6,44$  millions de  $\text{m}^3$ ). Le MAP a été appliqué à la surface des lacs juste avant le dégel afin de favoriser la dissolution du MAP relativement peu soluble. L'objectif était alors d'atteindre une concentration de  $1 \text{ mg/L}$  de  $\text{P}_{\text{tot}}$ . En mai 2003, 9 tonnes supplémentaires de MAP ont été ajoutées à chaque masse d'eau pour augmenter le niveau de phosphore. Depuis lors, aucun ajout supplémentaire de phosphore n'a été effectué. Une surveillance bimensuelle (pH, POR, oxygène dissous,  $\text{NH}_4^+$ , identification des algues et des bactéries) de l'eau à différents endroits et à différentes profondeurs a ensuite été mise en place. Le cyanure total et le cyanure WAD (à acide faible dissociable) ont été rapidement éliminés et sont devenus inférieurs aux limites de la licence de rejet de l'eau de  $0,1 \text{ mg/L}$  et  $0,025 \text{ mg/L}$  respectivement en 2004 dans le TCA. Les concentrations de thiocyanate ont diminué en l'espace de quelques mois après l'ajout initial de phosphore et se situent constamment sous le seuil de détection, bien en deçà des  $3 \text{ mg/L}$  de la limite de la licence. Cette diminution a été plus importante que celle estimée si aucun ajout de MAP n'avait été effectué. Le  $\text{N-NH}_3$  a été plus long à traiter et se situait encore à  $20,9 \text{ mg/L}$  et  $12,5 \text{ mg/L}$  en septembre 2003 et 2004 respectivement. Il a continué à diminuer au cours des années suivantes pour atteindre  $2,1 \text{ mg/L}$  en 2006. Les  $\text{NO}_3^-$ , initialement plus faibles, ont suivi la même tendance, tandis que les  $\text{NO}_2^-$  sont restés constamment très faibles ( $< 0,4 \text{ mg/L}$ ). Ces diminutions ont été accompagnées par des diminutions de  $\text{P}_{\text{tot}}$  et  $\text{PO}_4^{3-}$ . Une augmentation des concentrations en nutriments ( $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{P}_{\text{tot}}$ ) a été observée en hiver, allant jusqu'à une remobilisation de l'ordre  $150 \text{ mg/m}^2/\text{j}$  pour  $\text{N-NH}_3$ .

Bien que la même procédure ait été appliquée pour la zone 2, les résultats ont été très différents. Ceci est dû à la profondeur importante ( $100 \text{ m}$ ) de ce lac. La profondeur du mélange dans la fosse

de la zone 2 a été estimée à 15 à 20 m, inférieure à la profondeur de 100 m de la fosse. L'atténuation naturelle du  $\text{SCN}^-$  était donc limitée à la partie supérieure de la colonne d'eau, où elle était similaire à celle observée pour le TCA. L'absence de formation de  $\text{NO}_3^-$  et de  $\text{NO}_2^-$  pendant la période de diminution maximale des concentrations en  $\text{N-NH}_3$  était également un signe de l'absence de processus de nitrification biologique, qui a été attribuée à un manque d'oxygène. Un programme d'aération en profondeur a donc été mis en œuvre en 2006 afin d'homogénéiser complètement la colonne d'eau et de promouvoir l'oxydation des  $\text{SCN}^-$  contenus dans les eaux plus profondes en introduisant de l'oxygène. Une diminution rapide des quantités de  $\text{SCN}^-$  contenues dans le lac a alors été observée. Même si le traitement du  $\text{N-NH}_3$  a eu lieu dans la colonne d'eau (par volatilisation, oxydation ou assimilation par les algues), les concentrations ont eu tendance à augmenter dans un premier temps. Cela est dû au fait que le taux d'oxydation du  $\text{SCN}^-$  dépassait le taux de traitement de  $\text{N-NH}_3$ . Après oxydation totale du  $\text{SCN}^-$ , celle de  $\text{N-NH}_3$  a progressé à des taux comparables à ceux observés avant le fonctionnement de l'aération. Le  $\text{NO}_3^-$  a été généré à un rythme similaire à celui de l'oxydation du  $\text{N-NH}_3$ , ce qui suggère que la majeure partie de  $\text{N-NH}_3$  a été nitrifiée. Cette hypothèse a été confirmée par la formation de  $\text{NO}_2^-$ , un intermédiaire de la nitrification. La promotion de l'atténuation naturelle, par l'ajout de phosphore, combinée à une meilleure gestion de l'eau, s'est finalement avérée être une méthode très rentable de gestion de l'eau contaminée dans la fosse TCA et la zone 2 et a ainsi permis d'économiser, par rapport au traitement chimique traditionnel, plusieurs millions de dollars.

### 2.3.9 Autres études

L'intérêt potentiel de l'utilisation d'un procédé à base d'algues pour le traitement des eaux minières a été confirmé plus récemment (Marcotte et al., 2023). Dans cette étude, différents dosages de  $\text{PO}_4^{3-}$  (0 à 8 mg/L) et éventuellement de multivitamine ou de vitamine B12 ont été ajoutés à un effluent minier salin. Sur la base de preuves visuelles, cohérentes avec le pH et les concentrations d'azote ammoniacal enregistrées, la croissance accrue des algues a été la plus importante pour 0,5, 1 et 2 mg- $\text{PO}_4^{3-}$ /L et a conduit à un taux élevé de traitement de  $\text{N-NH}_3$ . Celui-ci était plus faible lorsqu'aucun phosphate n'était ajouté et pour 4 mg- $\text{PO}_4^{3-}$ /L, et même très faibles lorsque 8 mg- $\text{PO}_4^{3-}$ /L étaient appliqués. Cela montre que le phosphore, qui est à l'origine le nutriment limitant dans l'effluent minier testé, peut également conduire à l'inhibition de la croissance des algues s'il est en excès. Ceci a démontré qu'un ajout de 0,5 à 2,0 mg de P- $\text{PO}_4^{3-}$ /L pouvait améliorer l'atténuation naturelle de l'azote ammoniacal sur le site de la mine. Pour ces dosages, le traitement

de près de 90 % de  $\text{N-NH}_3$  a été observé en 24 jours. Cet essai en laboratoire a été suivi d'un essai à grande échelle. 3650  $\text{m}^3$  d'eau contaminée ont donc été pompés dans un étang revêtu d'une membrane (profondeur moyenne de l'eau de 1,3 m), où environ 1 mg de  $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$  a été ajouté, en ajoutant 11,5 kg de phosphate monoammonique (MAP). La qualité de l'eau a ensuite été contrôlée pendant les 68 jours de l'essai. Aucune différence significative n'a été constatée en fonction de la profondeur. Alors que les sédiments présents au fond du bassin étaient initialement visibles, la turbidité a rapidement augmenté, rendant l'eau opaque après seulement 2 jours et restant ainsi jusqu'à la fin de l'essai. Ce phénomène est dû à une forte croissance des populations de microalgues, qui a entraîné une diminution des concentrations de  $\text{N-NH}_3$  de 70 à un peu moins de 50 mg/L en 68 jours. La baisse des concentrations de  $\text{N-NH}_3$  a été particulièrement notable au cours des 12 premiers jours, comme pour l'essai à l'échelle du laboratoire, ce qui correspond à la période de croissance maximale des algues. Même si une légère diminution était attendue, les performances du traitement étaient en revanche significativement inférieures à celles obtenues à l'échelle du laboratoire et nécessitent donc de plus profondes investigations.

## **2.4 Utilisation des données isotopiques pour la détermination des origines et du devenir des contaminants azotés**

Selon leurs sources et leurs transformations, les différentes espèces azotées peuvent présenter des compositions isotopiques distinctes (Coplen et al., 2002). Les compositions isotopiques de l'azote ( $\delta^{15}\text{N}$ ) pour divers produits azotés (incluant des fertilisants) commerciaux ont été auparavant inventoriées (Coplen et al., 2002). Les valeurs sont généralement comprises entre -5‰ et +15‰ pour les sels d'ammonium et entre -20‰ et +15‰ pour les nitrates. Ces contrastes dans les compositions isotopiques de différents produits azotés représentent une opportunité pour l'utilisation du traçage isotopique dans la perspective de suivre les sources et la migration de contaminants dans l'hydrosphère. Une telle approche ( $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ ,  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$ ) a notamment été utilisée afin d'évaluer les impacts de l'utilisation d'explosifs de type ANFO et de cyanure de sodium au sein de mines d'or comme sources de contamination en  $\text{N-NH}_3$  et  $\text{NO}_3^-$  de trois lacs situés au sein de deux districts miniers au nord de la Suède (Widerlund et al., 2014). Le traçage isotopique a aussi permis d'identifier et de quantifier les sources de  $\text{NO}_3^-$  des lixiviats issus de stériles de charbon se déversant au sein de la rivière Elk River, au sud de la Colombie Britannique (Mahmood et al., 2017). Cette étude a permis d'identifier l'utilisation des explosifs

comme étant la source principale de contamination en  $\text{NO}_3^-$ . La composition isotopique ( $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ ,  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$ ) montre que ces derniers sont issus de la nitrification au cours de l'écoulement de lixiviats d'explosifs riches en  $\text{N-NH}_3$ . Cette étude a permis d'établir un lien entre l'augmentation de la concentration en  $\text{NO}_3^-$  dans la rivière et le volume de stériles générés sur le site minier adjacent. Une partie des  $\text{NO}_3^-$  produits par l'oxydation des résidus d'explosifs se trouve, cependant, réduits au sein de stériles saturés en eau. Le traçage isotopique s'appuyant sur les  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$  a permis d'identifier la dénitrification biologique comme étant la cause de cette diminution des  $\text{NO}_3^-$  en zone anoxique sur le site minier d'Elk River, en Colombie Britannique (Hendry et al., 2018). Cette constatation est à l'origine de la mise en place d'essais in-situ de promotion de l'atténuation naturelle à grande échelle par ajout de méthanol (Hendry et al., 2023). Cette dernière étude a démontré que l'approche isotopique double, basée sur les signatures  $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  du nitrate, permettait d'estimer avec une grande fiabilité la fraction de  $\text{NO}_3^-$  résiduel dans un aquifère soumis à une bioremédiation active. Les résultats obtenus par cette méthode étaient en excellent accord avec ceux issus de l'approche conventionnelle fondée sur la mesure des concentrations en  $\text{NO}_3^-$  et en  $\text{Br}^-$  (traceur conservatif). Cette convergence méthodologique valide la robustesse de l'outil isotopique pour le suivi quantitatif de la dénitrification in situ, même dans des environnements complexes comme les zones saturées des stériles miniers.

Bosman (2009) a, pour sa part, utilisé des données  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$  et une caractérisation chimique ( $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ) de l'eau afin d'identifier les sources de contamination en  $\text{NO}_3^-$  d'eau de distribution au sein d'une école avoisinant une mine à ciel ouvert dans la province de Limpopo, en Afrique du Sud. Cette étude a permis de lier les problèmes de contamination dans la région avec les activités minières, ce qui a été corroboré par une étude portant sur les sources de contamination par un couplage d'analyses chimiques avec une approche multi-isotopique ( $\delta^2\text{H-H}_2\text{O}$ ,  $\delta^{18}\text{O-H}_2\text{O}$ ,  $\delta^{34}\text{S-SO}_4^{2-}$ ,  $\delta^{18}\text{O-SO}_4^{2-}$ ,  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$ ) (Ihlenfeld et al., 2009). Cette étude permis d'expliquer la contamination par l'écoulement de lixiviats depuis la zone de stockage de stériles miniers ou depuis des installations domestiques et agricoles. L'utilisation des données isotopiques peut ainsi s'avérer être un puissant outil pour l'identification de sources de contamination des aquifères par des activités anthropiques, y compris minières.

De nombreux processus biogéochimiques impliquant la transformation des espèces azotées peuvent également engendrer des fractionnements isotopiques. Ces processus exercent une influence sur la composition isotopique de l'azote et de l'oxygène dans les espèces azotées. Par



exemple, la dénitrification biologique, entraîne une diminution de la concentration en  $\text{NO}_3^-$  accompagnée d'un enrichissement en isotopes lourds au sein des  $\text{NO}_3^-$  résiduels. Le suivi des concentrations et de la composition isotopique des espèces azotées peut ainsi contribuer à l'identification et à la quantification de processus de dénitrification notamment dans les eaux minières (Marcotte et al., 2022). Cette approche a été utilisée avec succès à l'échelle du site minier suédois de Kiruna, la plus grande mine souterraine de fer au monde (Nilsson et Widerlund, 2017). L'étude précitée a notamment permis de mettre en évidence l'influence de réactions de nitrification, de volatilisation de l'ammoniac et d'adsorption de l'ammonium dans les eaux du site minier.

L'ampleur du fractionnement isotopique est définie par le facteur de fractionnement isotopique  $\alpha$  (Équation 2.17), lequel est lié mathématiquement à l'enrichissement isotopique  $\varepsilon$  (Équation 2.18). Pour les isotopes de l'oxygène et de l'azote, le rapport isotopique  $R$  des réactifs et produits est défini, par convention, comme étant le ratio de l'abondance en isotopes lourds d'une substance donnée sur l'abondance en isotopes légers ( $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  et  $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ ).

Équation 2.17 :

$$\alpha_{\text{réactifs}}^{\text{produits}} = \frac{R_{\text{produits}}}{R_{\text{réactifs}}} = \frac{1}{\alpha_{\text{produits}}^{\text{réactifs}}}$$

Équation 2.18 :

$$\varepsilon_{\text{réactifs}}^{\text{produits}} = 1000 (\alpha_{\text{réactifs}}^{\text{produits}} - 1)$$

Du fait des faibles variations des rapports isotopiques  $R$  généralement observées, ceux-ci sont fréquemment exprimés sous leur forme relative  $\delta$  (exprimée en ‰ par rapport à un standard de référence). Les mesures conjointes des ratios isotopiques dans l'échantillon ( $R_{\text{éch}}$ ) et dans un matériau de référence ( $R_{\text{réf}}$ ) permet alors d'en déterminer la valeur (Équation 2.19). Dans le cas des données isotopiques de l'oxygène et de l'azote, les valeurs sont exprimées par rapport aux standards de référence VSMOW (Vienna Standard Mean Ocean Water) pour l'oxygène et à l'azote atmosphérique (Air- $\text{N}_2$ ) pour l'azote.

Équation 2.19 :

$$\delta_{\text{éch}} = \left( \frac{R_{\text{éch}}}{R_{\text{réf}}} - 1 \right) * 1000$$

Au sein d'un système non réalimenté en réactifs, les divers processus biochimiques induisant un fractionnement isotopique peuvent être décrits à l'aide du modèle de Rayleigh. Il est alors théoriquement possible de prédire les valeurs des compositions isotopiques des réactifs  $\delta_r$  (Équation 2.20) et des produits  $\delta_p$  (Équations 2.21 et 2.22) en fonction de la fraction  $f$  de réactifs résiduels et de la composition isotopique initiale des réactifs  $\delta_{r,0}$  :

Équation 2.20 : 
$$\delta_r = (\delta_{r,0} + 1000) \cdot f^{\alpha-1} - 1000$$

Équation 2.21 : 
$$\delta_p = (\delta_{r,0} + 1000) \cdot \alpha \cdot f^{\alpha-1} - 1000$$

Équation 2.22 : 
$$\delta_p = \delta_{r,0} - \varepsilon F, \text{ avec } F = \frac{f \ln(f)}{1-f}$$

La projection de données expérimentales sur des graphiques comportant des courbes théoriques calculées à partir de ces équations peut permettre d'estimer le facteur de fractionnement isotopique associé à une réaction. Par exemple, la construction d'un graphique présentant les valeurs  $\delta^{15}\text{N}$  de réactifs résiduels en fonction de  $-\ln(f)$  devrait théoriquement permettre de définir une droite de pente  $\varepsilon$  (Mariotti et al., 1981).

Comme préalablement discuté, diverses études ont évalué l'évolution de la composition isotopique de différentes espèces azotées en réponse aux processus biogéochimiques impliqués dans le cycle de l'azote en contexte minier. La fixation de l'azote atmosphérique (ammonification), par exemple, n'induit pas de fractionnement isotopique significatif ( $\alpha \sim 1$ ) (Hoering et Ford, 1960) et abouti ainsi à la formation d'une biomasse fixant le  $\text{N}_2$  et du  $\text{N-NH}_3$  dont les  $\delta^{15}\text{N}$  sont, par conséquent, similaires à celui de l'azote atmosphérique (0 ‰ par convention). Dans le cas de la nitrification biologique, ayant pour conséquence une diminution des concentrations en  $\text{N-NH}_3$  accompagnée d'un enrichissement en isotope lourd au sein des  $\text{N-NH}_3$  résiduels, un enrichissement  $\varepsilon_{\text{N-NH}_3}^{\text{NO}_3^-}$  de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  de l'ordre de -10‰ à -20‰ est généralement constaté (Mahmood et al., 2017; Hendry et al., 2018, Marcotte et al., 2022). Cela correspond à un facteur de fractionnement  $\alpha_{\text{N-NH}_3}^{\text{NO}_3^-}$  compris entre 0,98 et 0,99. Le fractionnement isotopique de l'oxygène au cours de la nitrification est, quant à lui, plus modéré et imposé par l'incorporation, au cours de celle-ci, d'un atome d'oxygène issu de l'air et de deux atomes issus de l'eau (Buchwald et Casciotti, 2010). Les évolutions de  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$  restent globalement corrélées. La construction d'un graphique présentant  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$  en fonction de  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  mène alors à une droite dont la pente est de l'ordre de 1 (Granger et al., 2004). Buchwald et Casciotti (2010) s'intéressent tout particulièrement au fractionnement de l'oxygène induit par la nitratisation, la dernière étape de la nitrification au cours de laquelle les nitrites sont oxydés en nitrates. Des expériences menées avec de l'eau marquée au  $^{18}\text{O}$  ont montré que moins de 3 % des atomes d'oxygène du nitrite étaient échangés avec ceux de l'eau (Knöller et al., 2011). Un tel échange n'aurait lieu que lorsque le pH est faible ou que les températures sont élevées (Knöller et al., 2011). Ainsi, bien que certains auteurs préconisent

une analyse immédiate après échantillonnage, ces derniers résultats invalident fortement l'hypothèse d'un équilibre isotopique entre les  $\text{NO}_x^-$  et l'eau. Cela serait dû au fait que la nitrification, ainsi que sa réaction inverse (réduction des nitrates) n'impliquent que l'atome d'oxygène issu de l'air, les deux venant de l'eau restant inchangés. Une autre étude, menée avec *Nitrococcus*, *Nitrobacter* et *Nitrospira*, trois souches nitrifiantes communes, a montré que l'incorporation de l'eau lors de la réaction enzymatique de nitrite oxydoréductase est l'étape limitante de la nitrification en présence d'un pool de  $\text{NO}_2^-$  suffisant, et provoque un enrichissement en isotopes lourds des  $\text{NO}_2^-$  résiduels,  $\epsilon_{\text{NO}_2^-}^{\text{NO}_3^-}$  étant situé entre -12,8 ‰ à -18,2 ‰ (Buchwald et Casciotti, 2010).

La dénitrification biologique est un autre processus pouvant exercer une influence sur la composition isotopique des espèces azotées. Les valeurs de  $\epsilon_{\text{NO}_3^-}^{\text{N}_2}$  pour  $\delta^{15}\text{N}-\text{NO}_3^-$  peuvent atteindre des valeurs inférieures à -20 ‰ (Swart et al., 2014) et ainsi entraîner de fortes augmentations en  $\delta^{15}\text{N}$  dans le réservoir résiduel de  $\text{NO}_3^-$ . Des valeurs de  $\epsilon_{\text{NO}_3^-}^{\text{N}_2}$  pour  $\delta^{15}\text{N}-\text{NO}_3^-$  se situant généralement entre -5‰ et -40‰ sont rapportées dans la littérature scientifique concernant la dénitrification (Swart et al., 2014; Granger et al., 2008; Knöller et al., 2011). Cela suggère une forte dépendance du fractionnement isotopique à plusieurs conditions expérimentales et environnementales (concentrations initiales, pH, température et salinité notamment) ainsi qu'aux voies de réaction et aux enzymes impliquées. Ainsi, bien que la catalyse enzymatique soit la cause la plus probable de l'enrichissement isotopique du nitrate au cours de la dénitrification (Granger et al., 2008), ce dernier peut aussi être contrôlé par des processus limitant la vitesse en amont de la réaction enzymatique (par exemple, l'absorption et le transport d'un substrat vers le site réactif de l'enzyme, la liaison du substrat pour former des complexes enzyme-substrat) (Knöller et al., 2011). L'étude précitée a également mis en évidence que ni les compositions isotopiques du donneur d'électrons (généralement un carbone organique) ni celle de l'eau n'affecte significativement les facteurs de fractionnement isotopique  $\alpha_{\text{NO}_3^-}^{\text{N}_2}$  observés. Les évolutions des  $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  des  $\text{NO}_3^-$  sont, de plus, généralement corrélés. La construction d'un graphique présentant les valeurs de  $\delta^{15}\text{N}$  en fonction de  $\delta^{18}\text{O}$  donne une droite dont la pente est comprise entre 0,5 et 1 (Mariotti et al., 1981; Granger et al., 2008), ce qui est caractéristique de la dénitrification. L'étude menée par Knöller et al. (2011) suggère pour sa part que l'enrichissement en isotopes lourds de l'azote et de l'oxygène ( $\delta^{15}\text{N}-\text{NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O}-\text{NO}_3^-$ ) des nitrates résiduels au cours de la dénitrification

biologique aurait varié entre 8,6-16,2 et 4,0-7,3 ‰, respectivement, soit une pente de  $\delta^{15}\text{N}-\text{NO}_3^-$  en fonction de  $\delta^{15}\text{N}-\text{NO}_3^-$  de 0,49. Alors qu'une telle pente de l'ordre de 0,5 est fréquente pour des eaux douces, un rapport des facteurs d'enrichissement en N et en O en milieu marin d'environ 1 est plus généralement constaté (Granger et al., 2008). Selon les auteurs, cela résulterait de différences de localisation du site permettant la fixation biologique de  $\text{NO}_3^-$ , et tout particulièrement de l'étape enzymatique de réduction du nitrate en nitrite par le nitrate réductase. Alors que cette dernière a lieu au sein de la membrane respiratoire (NAR) dans un environnement salin, les rapports plus faibles obtenus pour les eaux douces seraient quant à eux caractéristiques de la réduction du nitrate par le nitrate réductase périplasmique (NAP) (Granger et al., 2008; Knöller et al., 2011).

L'assimilation, qu'elle soit promue par des micro-organismes, des végétaux ou des algues, est un autre exemple de processus pouvant être suivi par traçage isotopique. Swart et al. (2014), par exemple, se sont intéressés au fractionnement isotopique provoqué par l'assimilation des  $\text{NO}_3^-$  par des algues. Cette étude a permis de documenter l'influence de la concentration de  $\text{NO}_3^-$  sur le fractionnement isotopique de N et de O pendant l'assimilation, jusqu'à tendre vers zéro à des concentrations inférieures à 1  $\mu\text{M}$ . Bien que le  $\delta^{18}\text{O}$  et le  $\delta^{15}\text{N}$  des  $\text{NO}_3^-$  résiduels restent corrélés, la pente de la relation varie avec la concentration de  $\text{NO}_3^-$ , avec des pentes supérieures à l'unité (de l'ordre de 2) à faible concentration. Ces résultats suggèrent des changements dans le mécanisme de fractionnement dominant, probablement dû à des changements dans la physiologie et possiblement dans le mécanisme d'absorption des algues (Swart et al., 2014). Celui-ci peut être considéré comme un processus en trois étapes (Granger et al., 2004 ; Mariotti et al., 1981 ; Swart et al., 2014). L'assimilation de  $\text{NO}_3^-$  par les algues, par exemple, peut se décomposer en une première étape de transport de  $\text{NO}_3^-$  à travers la membrane cellulaire ( $\epsilon_{\text{in}}$ ), suivie d'une étape de nitrate réductase assimilative ( $\epsilon_{\text{NR}}$ ), et enfin un flux hors de la cellule ( $\epsilon_{\text{out}}$ ). Le fractionnement global manifesté par l'organisme, exprimé  $\epsilon_{\text{org}}$ , est lié au fractionnement de l'influx, de l'efflux et de la nitrate réductase par :

$$\text{Équation 2.23 :} \quad \epsilon_{\text{org}} = \epsilon_{\text{in}} + \gamma (\epsilon_{\text{NR}} + \epsilon_{\text{out}})$$

où  $\gamma$  est la proportion relative de l'efflux par rapport à l'influx.

Alors que la nitrate réductase est généralement l'étape limitante, notamment en présence de concentrations élevées en  $\text{NO}_3^-$ , et donc celle majoritairement responsable du fractionnement, le transport à travers la membrane biologique peut devenir limitant à faible concentration. Cette

évolution est à l'origine des différentes pentes des graphiques  $\delta^{15}\text{N} = f(\delta^{18}\text{O})$  obtenues par Swart et al. (2014), un rapport de 1 : 1 étant cohérent avec le fractionnement de l'azote et de l'oxygène pendant le NR, alors que le fractionnement pendant la diffusion cellulaire donnerait une relation 2 : 1 (Granger et al., 2004). Des concentrations plus faibles entraînant une diffusion limitée, l'effet du fractionnement isotopique associé à l'activité enzymatique s'exprime moins et celui associé au processus de transport intracellulaire (qui est généralement faible) peut alors devenir prépondérant (Swart et al., 2014).

Sur un site minier, il est fréquent de rencontrer simultanément plusieurs processus biochimiques de transformation de l'azote (Tableau 2.6). Leurs effets sont parfois opposés, ce qui peut complexifier la compréhension des données obtenues. L'utilisation des données isotopiques en complément à la caractérisation chimique des effluents a néanmoins permis d'identifier et de quantifier des processus de transformation de l'azote en contexte minier dans plusieurs études récentes, tels que la nitrification, la dénitrification biologique ou encore l'adsorption sur les sédiments (Hendry et al., 2018 ; Marcotte et al., 2022; Hendry et al., 2023).

Tableau 2.6 : Récapitulatif des principaux processus biochimiques du cycle de N et de leurs effets sur la composition isotopique des contaminants résiduels

| Processus                                                       | Contaminant(s) traité(s)                         | Spéciation finale de N                                       | Évolution de $\delta^{15}\text{N}$ des contaminants résiduels | Référence(s)                |
|-----------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| Anammox                                                         | N-NH <sub>3</sub> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | N <sub>2</sub> (g)                                           | ↗                                                             | Mariotti et al., 1981       |
| Assimilation                                                    | N-NH <sub>3</sub> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | biomasse                                                     | ↗                                                             | Granger et al., 2004        |
| Dénitrification hétérotrophe                                    | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                     | N <sub>2</sub> (g) (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )           | ↗                                                             | Hendry et al., 2023         |
| Dénitrification autotrophe                                      | SCN <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  | N <sub>2</sub> (g)                                           | ↗                                                             | Knöller et al., 2011        |
| Nitrification                                                   | N-NH <sub>3</sub> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ) | ↗                                                             | Buchwald et Casciotti, 2010 |
| Réduction dissimilative des NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (DNRA) | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                     | N-NH <sub>3</sub>                                            | ↗                                                             | Granger et al., 2008        |
| Sorption de NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>                        | N-NH <sub>3</sub>                                | R – NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>                             | ↘                                                             | Hendry et al., 2023         |
| Volatilisation                                                  | N-NH <sub>3</sub>                                | NH <sub>3</sub> (g)                                          | ↗                                                             | Hendry et al., 2018         |

Aucune étude, en revanche, n'a entrepris de caractériser les performances de traitement des contaminants azotés au sein d'une unité MBBR ou de déterminer les processus impliqués dans le traitement par promotion de l'atténuation naturelle.

## 2.5 Synthèse des connaissances

Comme indiqué précédemment, de nombreux paramètres (Tableau 2.7) peuvent être déterminant quant au choix de la méthode de traitement optimal des contaminants azotés présents dans les effluents miniers. La salinité en est l'un des principaux. En effet, les procédés (électro)chimiques sont, par exemple, moins affectés que les systèmes biologiques par de fortes salinités (Ryskie et al., 2020; Ryskie et al., 2023). Ils peuvent, de plus, avoir lieu au sein de réacteurs de taille plus modeste, du fait des faibles TRH qui y sont généralement nécessaires. Cette méthode de traitement peut, de plus, tirer avantage de la présence de certains composés dissouts tels que  $\text{Br}^-$  (Khuntia et al., 2013; Marcotte, 2020) ou éventuellement  $\text{Cl}^-$ , ces derniers ayant alors un effet catalytique sur l'oxydation des contaminants azotés par ozonation. La présence de  $\text{Br}^-$  peut, de plus, favoriser une oxydation partielle de  $\text{N-NH}_3$  en  $\text{N}_2$  au lieu de  $\text{NO}_3^-$  (Khuntia et al., 2013). La présence de bromates résiduels peut en revanche être source de toxicité (Ryskie et al., 2020). Bien que pouvant parfois légèrement catalyser l'ozonation, la présence de métaux peut en revanche conduire à la toxicité de l'effluent traité (Ryskie et al., 2023), certainement par formation de nanoparticules métalliques. Enfin, dans le cadre du traitement d'effluents particulièrement contaminés, pour lesquelles une approche biologique (active ou passive) ne serait pas appropriée, l'ozonation à microbulles peut s'avérer particulièrement intéressante. La cinétique élevée de l'oxydation des contaminants azotés par l'ozone (Ryskie et al., 2020), comparativement aux méthodes biologiques, permet, en effet, le traitement de fortes charges. L'efficacité du traitement s'avère, d'ailleurs, plus élevée pour des effluents fortement contaminés.

Bien que plus résilient que d'autres procédés biologiques, tels que les boues activées par exemple (Young et al., 2016 ; Hoang et al., 2014), les procédés actifs biologiques de type MBBR peuvent être inhibés par divers paramètres. Les concentrations en métaux dissouts, en Cu notamment (Stasinakis et al., 2003), font partie de ceux-ci. Une étape de prétraitement par coagulation-floculation y est toutefois facile à implanter. Le recours à une filière MBBR de traitement peut, de plus, permettre de répondre à la problématique d'inhibition liée à une présence massive d'autres inhibiteurs tels que les dérivés du cyanure ( $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ ),  $\text{N-NH}_3$  ou  $\text{NO}_2^-$  (Villemur et al., 2015)

au cours du traitement. La salinité (Bassin et al., 2012; Navada et al., 2021) est un autre paramètre pouvant avoir un impact important sur les performances d'un procédé de traitement biologique. L'utilisation d'une biomasse acclimatée, telle que celle se développant dans les bassins de rétention de l'effluent à traiter ou au sein d'installations de traitement semblables, peut toutefois permettre d'y remédier (Grommen et al., 2005).

Tableau 2.7 : Paramètres importants dans le choix d'une méthode de traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers

| Paramètre                                                  | Ozonation à microbulles                                                                                                                                                 | Nitrification-dénitrification<br>MBBR                                                                                                                                                                                             | Promotion de l'atténuation<br>naturelle                                                                            |
|------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Alcalinité                                                 | Chute du pH observée si alcalinité < 50 mg/L CaCO <sub>3</sub> . Optimal : > 100 mg/L pour maintien du pH (Ryskie, 2017).                                               | Nécessaire ≈ 7,1 mg CaCO <sub>3</sub> /mg-N (Hoang et al., 2014).                                                                                                                                                                 | Alcalinité optimale > 80–120 mg/L CaCO <sub>3</sub> (Marcotte et al., 2023).                                       |
| Br <sup>-</sup> / Cl <sup>-</sup>                          | Br <sup>-</sup> : catalyseur de l'ozonation par formation d'oxybromures à pH > 8 (Kuntia et al., 2013).<br>Cl <sup>-</sup> : effet similaire suspecté (Marcotte, 2020). | Cl <sup>-</sup> inhibe si > 5 g/L. Pas d'effet pour < 1 g/L (Navada et Vadstein, 2022).                                                                                                                                           | Peut inhiber l'activité microbienne comme pour le traitement biologique – algues moins sensibles (Do et al., 2021) |
| Charges à traiter                                          | Cinétique élevée permettant le traitement de fortes charges (Ryskie, 2017)                                                                                              | NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> > 300 mg/L : inhibition. Rendement stable jusqu'à 200 mg/L (Young et al., 2016).<br>Une filière de traitement permet de répondre au besoin de traitement de fortes charges (Villemur et al., 2015)   | Plus adapté à de faibles charges ou à des sites en fermeture (Chapman et al., 2007)                                |
| Cyanures et dérivés (SCN <sup>-</sup> , CNO <sup>-</sup> ) | CN <sup>-</sup> et SCN <sup>-</sup> oxydé en < 15 min (Ryskie, 2017).<br>Oxydation plus lente des CNO <sup>-</sup> (≈ 30 min) (Ryskie, 2017).                           | CN <sup>-</sup> inhibe nitrifiants dès 1 mg/L. Dénitrifiants sensibles aussi. Prétraitement recommandé (Gould et al., 2012).<br>Filière de traitement permet de limiter l'inhibition de la nitrification (Villemur et al., 2015). | CN <sup>-</sup> toxique dès 0,3 mg/L. Inhibition complète à 1 mg/L (Ali et al., 2022).                             |
| MES / turbidité de l'effluent traité                       | Pas de retrait direct des MES mais amélioration de la clarification (Takahashi et al., 2012).                                                                           | MES = 10 à 30 mg/L en sortie.<br>Clarificateur peut être nécessaire (Young et al., 2016).                                                                                                                                         | Peut être très élevée et nécessite une clarification (Marcotte et al., 2023)                                       |

Tableau 2.7 : Paramètres importants dans le choix d'une méthode de traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers (suite)

| Paramètre                                | Ozonation à microbulles                                                                                                            | Nitrification-dénitrification MBBR                                                                                                                                                                                                                          | Promotion de l'atténuation naturelle                                                                                                                                                                  |
|------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Métaux et métalloïdes (Cu, Co, Ni, etc.) | Bien que pouvant améliorer l'efficacité du traitement, peut générer des nanoparticules métalliques toxiques (Ryskie et al., 2023). | $\text{Cu}^{2+}$ inhibe nitrifiants dès 0,25 mg/L. $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ effet similaire (Schopf et al., 2018; Çeçen et al., 2010).                                                                                                           | Bioaccumulation de $\text{Cd}^{2+}$ jusqu'à 5 mg/L, $\text{Pb}^{2+}$ 2 mg/L. Toxique à plus forte dose (Nanda et al., 2021).                                                                          |
| $\text{NO}_2^-$                          | $\text{NO}_2^-$ transformé rapidement en $\text{NO}_3^-$ . Très réactif avec $\text{O}_3$ (Marcotte, 2020).                        | Intermédiaire transitoire, notamment lors de l'utilisation du saccharose (De Filippis et al. 2013).<br>S'accumule si nitrobactéries affectées (Hoang et al., 2014).<br>Peut inhiber la croissance bactérienne, surtout à pH acide (Anthonisen et al., 1976) | Assimilation possible selon l'espèce. N- $\text{NH}_3$ privilégié. (Ali et al., 2022).<br>Peut-être oxydé biologiquement en présence de $\text{O}_2$ produit par les algues (Reddy et De Laune, 2022) |
| pH                                       | pH optimal 9,5 à 11. À pH <9, rendement chute fortement. Nécessité d'un tampon alcalin (Ryskie, 2017).                             | pH optimal 7,5 à 8,2 pour nitrification (Alleman et al., 1984).<br>Dénitrification possible entre 6,5–8,5 (Salveti et al., 2006).                                                                                                                           | Photosynthèse active à pH 7 à 9. Inhibition au-delà de 10.<br>Acidité réduit l'adsorption (Ali et al., 2022).                                                                                         |
| $\text{PO}_4^{3-}$                       | -                                                                                                                                  | $\text{PO}_4^{3-}$ nécessaire pour croissance. Consommation minime. Apport recommandé >1 mg/L (Painter & Loveless, 1983).                                                                                                                                   | $\text{PO}_4^{3-}$ indispensable. Arrêt croissance pour <0,5 mg/L. Idéal : 1–3 mg/L (Li et al., 2022, Marcotte et al, 2023).                                                                          |
| Produit final du traitement              | Produit final : $\text{NO}_3^-$ . Conversion complète si ozone en excès (Ryskie et al., 2020).                                     | $\text{NO}_3^-$ converti en $\text{N}_2$ si source de carbone organique. Dénitrification partielle sinon (Oleszkiewicz & Berquist, 1988).                                                                                                                   | N assimilé dans biomasse (Chapman et al., 2007 ; Marcotte et al., 2023).                                                                                                                              |
| Salinité                                 | Peu affectée (Ryskie, 2020).                                                                                                       | Rendement diminue si >10 g/L. Adaptation possible jusqu'à 20 g/L NaCl (Navada et Vadstein, 2022).                                                                                                                                                           | Algues moins sensibles à la salinité (Ali et al., 2022)<br>Peut réduire l'activité microbienne (dégradation des $\text{SCN}^-$ notamment)                                                             |
| Température                              | Perte de performance pour T > 30 °C (Marcotte, 2020).                                                                              | Taux de nitrification réduit drastiquement entre 20 °C et 1 °C. Biofilm maintient 30–50 % d'activité (Young et al., 2016).<br>5 % de perte d'efficacité par °C en moins (Ahmed et al., 2019)                                                                | Croissance maximale entre 20–30 °C. Croissance ralentie de 50–70 % à 10 °C (Ali et al., 2022).                                                                                                        |



La promotion de l'atténuation naturelle, quant à elle, peut s'avérer particulièrement intéressante pour le traitement de faibles charges, pour lesquelles elle s'avère la plus économique (Marcotte et al, 2023; Chapman et al, 2007). Sa mise en place, par épandage de  $\text{PO}_4^{3-}$  directement sur les bassins de rétention des effluents en période de gel, s'avère, de plus, la plus simple à mettre en œuvre. Les algues étant autotrophes, un ajout d'alcalinité peut s'avérer nécessaire. L'alcalinité minimale nécessaire est estimée entre 50 et 100  $\text{mgCaCO}_3/\text{L}$  (Marcotte et al., 2023). Cette méthode de traitement peut, en revanche, être largement affectée par la présence d'inhibiteurs biologiques (métaux et métalloïdes principalement) et est entachée par la remobilisation des contaminants liée à la dégradation des algues en conditions hivernales (Chapman et al., 2007 ; Marcotte et al., 2023). Les populations biologiques responsables de l'enlèvement des contaminants azotés (algues et bactéries) se montre généralement plus résiliente que les bactéries nitrifiantes et dénitrifiantes (Afshin et al., 2021 ; Ali et al., 2022).

### CHAPITRE 3 MATÉRIEL ET MÉTHODES

Afin d'identifier les paramètres clés influençant le choix d'une méthode de traitement des contaminants azotés, des essais ont été menés sur une gamme variée d'effluents réels et synthétiques (Figure 3.1), couvrant un large spectre de charges azotées et de salinités. Trois approches ont été évaluées dans le contexte du traitement des eaux minières : l'ozonation à microbulles, la nitrification-dénitrification en réacteur MBBR, et la promotion de l'atténuation naturelle.

L'effluent réel E1, caractérisé par une forte teneur en solides dissous totaux (SDT) et une contamination légèrement supérieure à 50 mg/L en  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$ , a servi de cas d'étude commun aux trois méthodes, permettant une évaluation comparative directe. En complément, deux effluents moins chargés, E4 et E5, ont été testés spécifiquement dans le cadre de l'atténuation naturelle, afin d'examiner la sensibilité de cette approche à la charge initiale en contaminants.

Concernant l'ozonation à microbulles, des essais ont été réalisés sur un panel plus large d'effluents, à la fois synthétiques et réels. Les effluents synthétiques ont été formulés pour reproduire les caractéristiques (charge en azote oxydable, SDT) des effluents réels ultérieurement testés, et présentent une diversité marquée en termes de concentrations en  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  et  $\text{Cl}^-$ . Cette démarche vise à isoler et à quantifier l'impact de chaque paramètre sur l'efficacité du traitement. Enfin, E1, E2 et E3 ont été soumis à l'ozonation à microbulles afin de valider les enseignements tirés des essais sur les effluents synthétiques, en évaluant la transférabilité des résultats au traitement d'effluents réels complexes et représentatifs du terrain.

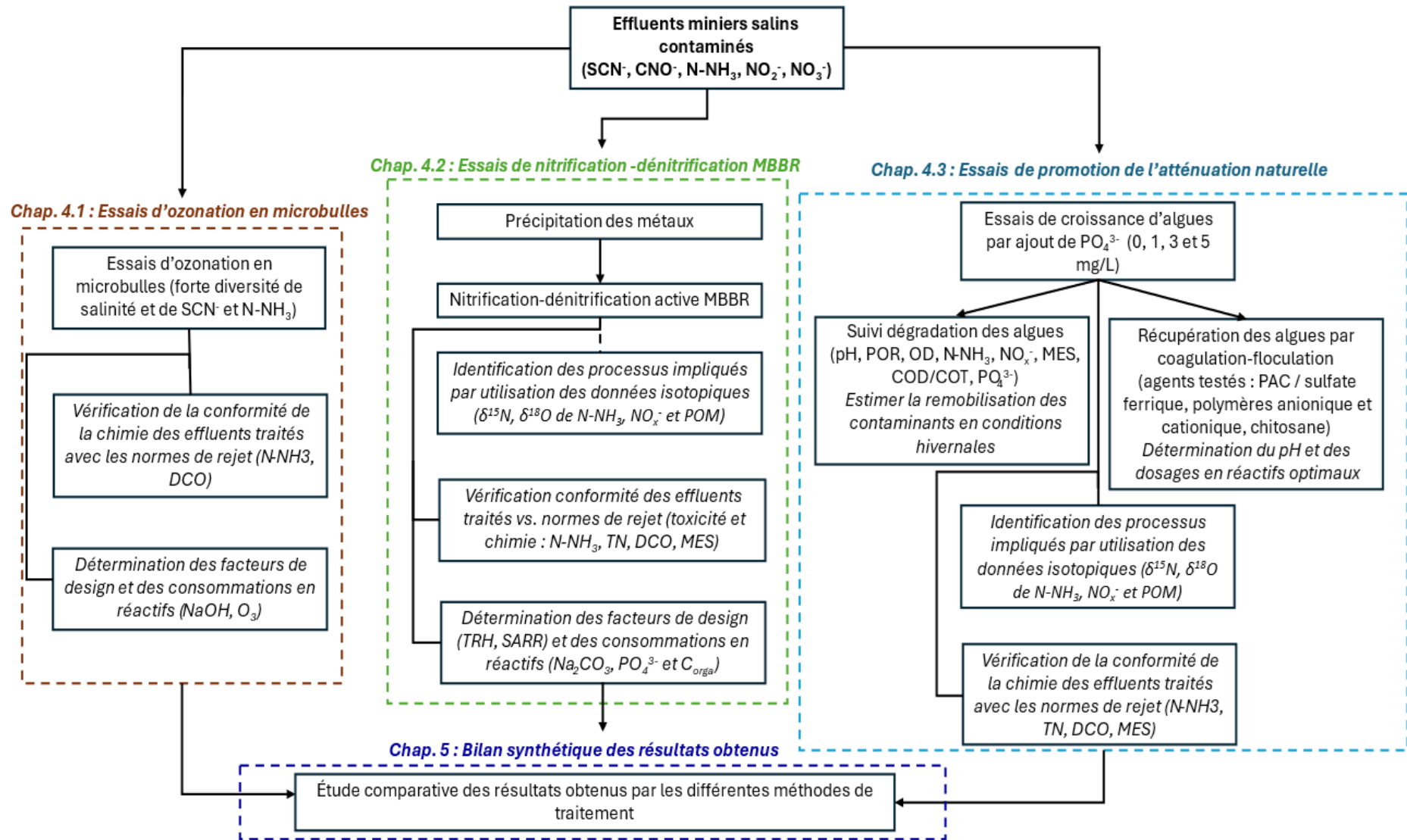


Figure 3.1 : Schéma conceptuel des différents essais menés et des objectifs attenants au cours du projet de Maitrise

### 3.1 Prétraitement – Coagulation-floculation des métaux dissouts

La présence de métaux et de métalloïdes peut inhiber le développement biologique, même à de faibles concentrations (Stasinakis et al., 2003 ; Çeçen et al., 2010). Pour atténuer cet effet, les métaux dissouts présents dans l'effluent à traiter sont précipités avant leur passage dans l'installation pilote (Annexe D).

La coagulation-floculation débute par l'ajout de 1 mL de sulfate ferrique (100 g/L) par litre d'eau, sous une agitation de 250 tours par minute (Figure 3.2). Le pH est ensuite ajusté à 9,0 à l'aide d'une solution de NaOH (50 g/L). À  $t = 2$  min, 25  $\mu\text{L}$  d'Hydrex 6909 (par L d'eau) sont ajoutés. À  $t = 8$  min, du microsable (10 g/L) et la moitié du polymère anionique Hydrex 6105 (0,5 mL/L à 10 g/L) sont incorporés. Le reste du polymère est ajouté à  $t = 9,5$  min. L'agitation est arrêtée à  $t = 13,5$  min, et des échantillons sont prélevés pour analyse à  $t = 15,5$  min.

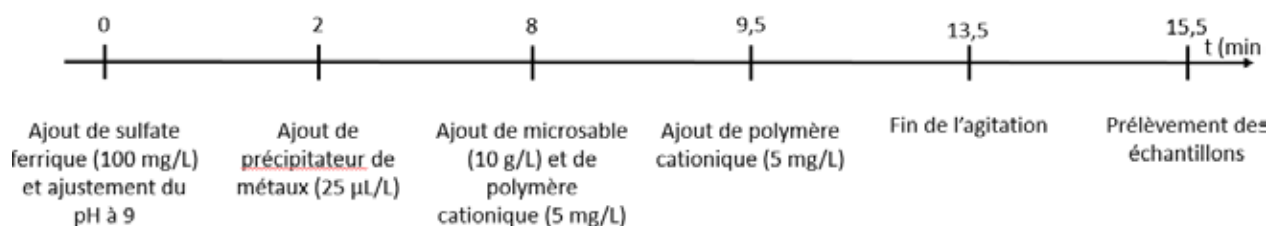


Figure 3.2 : Déroulement des essais de coagulation-floculation des métaux en amont du traitement biologique

La turbidité et la concentration en cuivre dissouts sont alors mesurées. Pour chaque essai de précipitation, la concentration en cuivre est déterminée par colorimétrie (méthode Hach 8506) et/ou ICP-OES avant le transfert dans le réservoir d'alimentation. Si la concentration résiduelle en Cu est inférieure à 0,2 mg/L, seuil correspondant à la concentration moyenne mensuelle acceptable définie par le REMMD (Gouvernement du Canada, 2025), l'effluent est considéré conforme. Il est alors utilisé pour les essais de nitrification-dénitrification au sein de l'unité MBBR. La faible teneur en cuivre présente ne devrait alors pas provoquer d'inhibition particulière du développement bactérien.

## 3.2 Pilotes d'essais

### 3.2.1 Essais d'ozonation à microbulles



Figure 3.3 : Photographie du pilote d'ozonation à microbulles

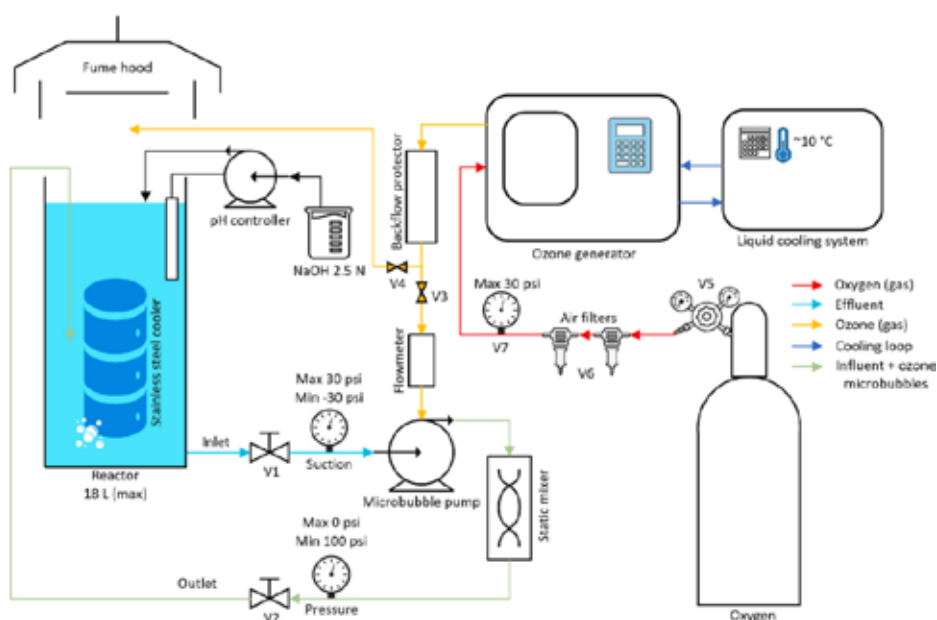


Figure 3.4 : Schéma simplifié du pilote d'ozonation à microbulles (d'après Ryskie et al., 2023)

Les essais d'oxydation des contaminants azotés sont réalisés dans des conditions similaires (Figures 3.3 et 3.4) à ceux menés par Ryskie et al. (2023). Le protocole des essais est fourni en

annexe (Annexe A). Le générateur d’ozone utilisé pour les essais est un Primozone® GM1. Celui-ci, dépendamment du débit d’oxygène médicale ( $> 99,5\%$  - N° CAS : 7782-44-7) d’alimentation, peut produire jusqu’à 60 g  $O_3/h$ . Pour les présents essais, le débit utilisé était de 22 g- $O_3/h$ . La pompe utilisée pour la production des microbulles est une NIKUNI KTM20N (60 Hz). La pression d’opération de cette pompe était de 58 psi à la sortie et de -5 psi à la succion. Après son passage dans la pompe à microbulles, l’effluent chargé en  $O_3$  passe au sein d’un mélangeur statique OHR modèle MX-E15 permettant d’affiner la taille des bulles. L’ozone y est ainsi diffusé sous forme de microbulles. Le pH des effluents est maintenu constant à 9 par ajout de NaOH. Cela permet notamment la formation de radicaux hydroxyles fortement oxydants (Ryskie et al., 2020).

### 3.2.2 Essais de nitrification-dénitrification active MBBR

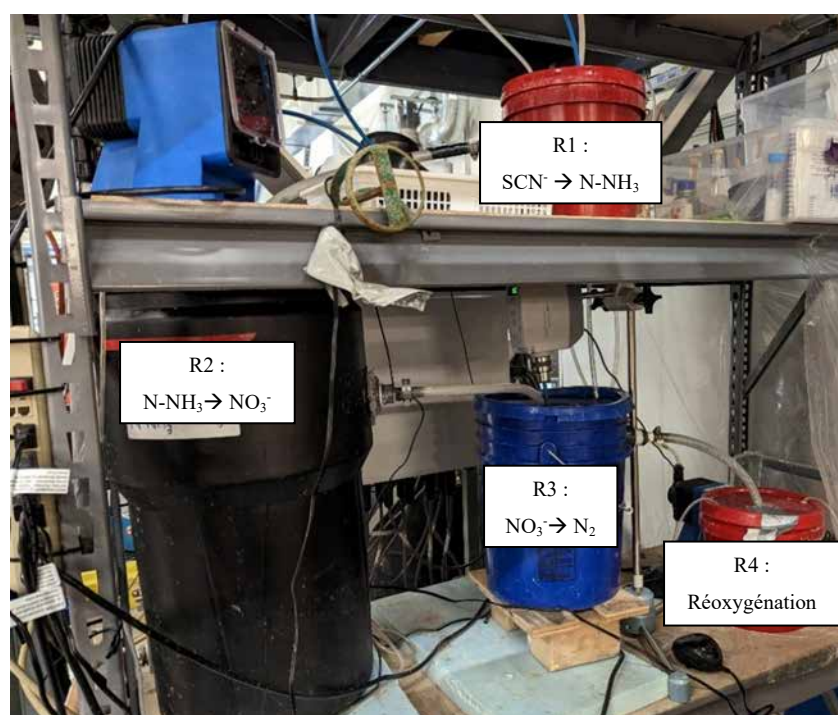


Figure 3.5 : Photographie du pilote d’essais de nitrification-dénitrification MBBR

Le but de cette partie du projet est d’évaluer si le traitement par nitrification-dénitrification au sein d’une filière MBBR peut durablement atteindre les objectifs de qualité des effluents pour un possible rejet en milieu naturel. Un essai pilote a donc été mis en place et a fonctionné en continu pendant 9 mois (Annexe B). Celui-ci reprend le design proposé par Villemur et al. (2015), auquel est ajouté une étape supplémentaire de dénitrification (Figures 3.5 et 3.6). L’effluent à traiter est ainsi envoyé du réservoir d’alimentation aux réacteurs MBBR par une pompe péristaltique à un

débit contrôlé. Le débit est initialement faible (0,1 L/h) pour permettre à la biomasse de se développer et est progressivement réajusté en fonction de la capacité du pilote à répondre à la charge de contaminants. L'écoulement gravitaire se fait ensuite entre les différents réacteurs (R1 à R5), qui ont alors une fonction principale définie (Tableau 3.1), nécessitant l'ajout de différents réactifs, l'aération ou l'agitation pour permettre des conditions optimales pour la croissance des populations biologiques.

Le premier réacteur est dédié à l'oxydation du  $\text{SCN}^-$  et à l'hydrolyse du  $\text{CNO}^-$  ainsi produit. Le réacteur est équipé d'un système d'aération (pompe d'aquarium et pierre de diffusion). Pour contrer une éventuelle acidification du milieu, notamment dans le cas d'une nitrification partielle dans ce réacteur, le pH est contrôlé autour de 7,4 au moyen d'une pompe doseuse distribuant une solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . De plus, une pompe péristaltique est utilisée pour ajouter une solution de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  afin de répondre aux besoins en  $\text{PO}_4^{3-}$  de la croissance biologique. Le second réacteur est dédié à la nitrification des effluents et est alors en conditions aérobies (présence d'une pompe d'aquarium équipée d'une pierre de diffusion) et est à l'origine de l'acidification de l'eau, ce pourquoi le pH est constamment ajusté par l'ajout d'une solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à l'aide d'une pompe doseuse à une valeur de consigne de 7,4.

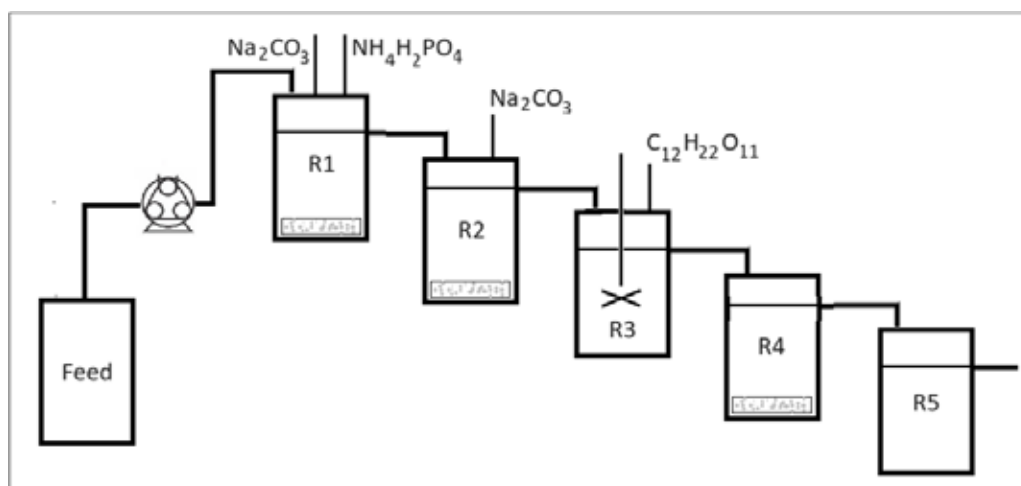


Figure 3.6 : Schéma simplifié du pilote d'essais MBBR

Le réacteur R3 est conçu pour la dénitrification des effluents. L'effluent n'est donc pas aéré, l'homogénéisation étant réalisée par agitation mécanique. Une pompe péristaltique assure l'ajout contrôlé d'une solution de  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$  pour fournir le carbone organique nécessaire aux bactéries dénitrifiantes hétérotrophes. Le débit de la solution de saccharose est initialement défini de manière

à obtenir un rapport massique C/N de l'ordre de 4. Celui-ci est ensuite réévalué en fonction des performances de dénitrification, d'une éventuelle DCO excessive en sortie du pilote ou au contraire d'une OD trop élevée au sein du réacteur. R4 est conçu pour un traitement de polissage par réoxygénation. Même si l'objectif principal dans ce réacteur est l'oxydation de l'excès de carbone organique provenant de l'étape de dénitrification, diverses autres réactions d'oxydation peuvent alors avoir lieu (telles que celles de  $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{NO}_2^-$  et, éventuellement,  $\text{H}_2\text{S}$  formé lors de la dénitrification) dans le réacteur R4 qui doit donc être aéré.

Tableau 3.1 : Description des différents réacteurs composant la filière MBBR étudiée

| Réacteur | Principale fonction                                          | Ajout de réactifs                                              | Aération | Agitation mécanique | Volume du réacteur (L) | Taux de remplissage MBBR initial (%) |
|----------|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|----------|---------------------|------------------------|--------------------------------------|
| R1       | Oxydation/<br>hydrolyse des $\text{SCN}^-$ et $\text{CNO}^-$ | $\text{Na}_2\text{CO}_3$<br>$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ | Oui      | Non                 | 5                      | 30                                   |
| R2       | Nitrification                                                | $\text{Na}_2\text{CO}_3$                                       | Oui      | Non                 | 40                     | 30                                   |
| R3       | Dénitrification                                              | $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$                      | Non      | Oui                 | 15                     | 30                                   |
| R4       | Réoxydation                                                  | -                                                              | Oui      | Non                 | 5                      | 30                                   |
| R5       | Sédimentation de la biomasse                                 | -                                                              | Non      | Non                 | 15                     | 0                                    |

Bien que les MBBR produisent moins de MES que les systèmes à boues activées, le dernier réacteur est conçu pour permettre la sédimentation de la biomasse détachée des différentes étapes du pilote. Cela permet non seulement de réduire la turbidité de l'effluent traité, mais aussi de limiter la possibilité de remobilisation des contaminants lors de la dégradation de la biomasse.

### 3.2.3 Promotion de l'atténuation naturelle

L'objectif principal de cette partie du projet est d'évaluer l'impact de la matrice de l'eau sur le développement des algues en effectuant des tests sur trois effluents miniers réels représentant une diversité de salinité et d'espèces dissoutes, comme les composés azotés et les métaux par exemple (protocole fourni dans l'Annexe C). Les algues, qui sont autotrophes, ont notamment besoin de carbone inorganique. Une alcalinité inférieure à 50 mg- $\text{CaCO}_3/\text{L}$  peut entraîner un déficit et donc limiter la croissance (Marcotte et al., 2023). Elles ont également besoin d'une source de phosphore. Celle-ci est introduite sous la forme d'une solution de 10 g/L (7,0 g- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ ) d'engrais (Plant starter fertilizer, 10/52/10, Golfgreen™). Différents dosages de nutriments sont donc opérés. Ces tests



sont réalisés en période estivale (juillet-août 2023), correspondant aux meilleures conditions de température et de luminosité pour le développement biologique, celui-ci pouvant se retrouver nul en conditions hivernales (faibles température et luminosité). Dans de telles conditions, la dégradation des algues étant supérieure à leur croissance, une remobilisation de contaminants est même attendue.

La possibilité de cultiver des microalgues dans les effluents a d'abord été étudiée lors de tests en chambre de culture (Figure 3.7). Pour ce faire, différents ajouts de  $\text{PO}_4^{3-}$  ont été effectués (0, 1, 3 et 5 mg/L). Afin de simuler les conditions observables en été, les tests ont été réalisés avec une période d'éclairage journalière de 18 h.

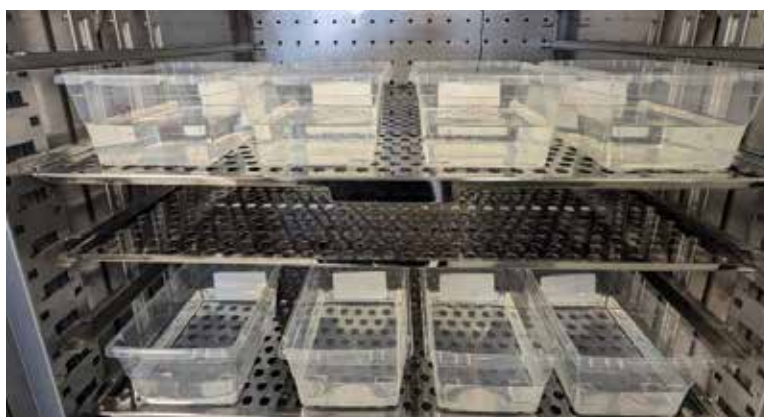


Figure 3.7 : Photographie des essais de promotion de l'atténuation naturelle en chambre de culture



Figure 3.8 : Photographie des essais de promotion de l'atténuation naturelle réalisés sur un site minier

Des essais sur un site minier ont ensuite été réalisés sur de plus gros volume d'effluents (1000 L) dans des bacs dont la paroi supérieure a été enlevée (Figure 3.8). Ceux-ci ont été précédés d'une

caractérisation initiale complète (chimie, teneur en bactéries et/ou algues) des effluents étudiés (Tableau 3.2). Les différents bacs ont ensuite été placés sur une surface plane et donc sans ombres. Cela permet une exposition homogène à la lumière du soleil, nécessaire à la croissance des algues photoautotrophes. Différents ajouts de  $\text{PO}_4^{3-}$  ont ensuite été effectués (1, 3 et 5 mg/L) au début de la période d'essais.

Tableau 3.2 : Essais de promotion de l'atténuation naturelle réalisés

| Essais             | Effluent | Test | Volume d'effluent initial (L) | Concentration souhaitée en $\text{PO}_4^{3-}$ (mg/L) | Volume de $\text{PO}_4^{3-}$ ajouté (mL) |
|--------------------|----------|------|-------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Chambre de culture | E5       | -    | 1                             | 0                                                    | 0                                        |
|                    |          | -    | 1                             | 1                                                    | 0,14                                     |
|                    |          | -    | 1                             | 3                                                    | 0,43                                     |
|                    |          | -    | 1                             | 5                                                    | 0,72                                     |
| In-situ            | E4       | A1   | 1030                          | 1                                                    | 148                                      |
|                    |          | A2   | 980                           | 3                                                    | 422                                      |
|                    |          | A3   | 1020                          | 5                                                    | 733                                      |
|                    | E1       | A4   | 1000                          | 1                                                    | 144                                      |
|                    |          | A5   | 965                           | 3                                                    | 416                                      |
|                    |          | A6   | 990                           | 5                                                    | 711                                      |
|                    | E5       | A7   | 1000                          | 1                                                    | 144                                      |
|                    |          | A8   | 1000                          | 3                                                    | 431                                      |
|                    |          | A9   | 1050                          | 5                                                    | 754                                      |

### 3.3 Effluents testés

Afin d'estimer l'influence de différents paramètres tels que la salinité ou la charge en contaminants sur les performances de traitement pour les trois méthodes étudiées, les essais sont conduits sur divers effluents. Ceux-ci peuvent notamment être synthétique, comme cela est majoritairement le cas pour les essais d'ozonation à microbulles. Les essais biologiques (MBBR et promotion de l'atténuation naturelle) n'ont été menés que sur des effluents miniers réels. Il est d'ailleurs à noter que l'effluent E1 a fait l'objet d'essais selon les trois méthodes de traitement.

#### 3.3.1 Ozonation à microbulles

L'objectif des essais d'ozonation à microbulles est d'estimer l'influence de la salinité et de la charge en contaminants sur les performances de traitement. Une attention particulière est portée aux

anions majoritaires présents. Trois effluents réels E1, E2 et E3, de profil anionique respectif  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  et  $\text{Cl}^-$ , ont été testés (Tableau 3.3).

Tableau 3.3 : Effluents synthétiques S et réels E utilisés lors des essais d'ozonation

| Effluent        | $[\text{SO}_4^{2-}]$<br>(g/L) | $[\text{Cl}^-]$<br>(g/L) | $[\text{N-NH}_3]$<br>(mg N/L) | $[\text{SCN}^-]$<br>(mg N/L) | $[\text{N oxydable}]$<br>(mg N/L) |
|-----------------|-------------------------------|--------------------------|-------------------------------|------------------------------|-----------------------------------|
| S1              | 2,40                          | -                        | 55                            | 55                           | 110                               |
| E1              | 2,30                          | 0,23                     | 56                            | 53                           | 109                               |
| S2              | 2,40                          | -                        | 100                           | 50                           | 150                               |
| E2              | 2,50                          | 0,18                     | 103                           | 50                           | 153                               |
| S3              | 2,40                          | -                        | 110                           | -                            | 110                               |
| S4              | -                             | 2,40                     | 110                           | -                            | 110                               |
| S5              | -                             | 18,0                     | 110                           | -                            | 110                               |
| E3 dilué (30 %) | -                             | 18,0                     | 110                           | -                            | 110                               |
| E3              | -                             | 60,0                     | 370                           | -                            | 370                               |

Tableau 3.4 : Masses de sels ajoutés lors de la préparation (15 L) des effluents synthétiques utilisés lors des essais d'ozonation à microbulles

Divers effluents synthétiques ont de même été testés afin de vérifier le comportement observé pendant les essais sur les effluents réels, mais aussi de définir plus précisément l'influence de la salinité et du profil anionique des effluents sur les performances de traitement.

| Effluent | $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (g) | $\text{NH}_4\text{Cl}$ (g) | $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g) | $\text{NaCl}$ (g) | $\text{NaSCN}$ (g) |
|----------|----------------------------------|----------------------------|------------------------------|-------------------|--------------------|
| S1       | 3,89                             | -                          | 49,05                        | -                 | 4,78               |
| S2       | 7,08                             | -                          | 45,62                        | -                 | 4,34               |
| S3       | 7,78                             | -                          | 44,86                        | -                 | -                  |
| S4       | -                                | 6,30                       | -                            | 52,46             | -                  |
| S5       | -                                | 6,30                       | -                            | 438,24            | -                  |

Les effluents synthétiques de profil anionique  $\text{SO}_4^{2-}$  ont été préparés par dissolution de sels de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  dans de l'eau désionisée afin d'obtenir une concentration en  $\text{N-NH}_3$  de 55 et de 110 mg/L. Afin que la concentration en  $\text{SO}_4^{2-}$  soit similaire à celle généralement observée dans des effluents miniers, une masse donnée de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  a été ajoutée dans les différentes solutions. Les différents sels sont préalablement déshydratés pendant 4 heures dans un dessiccateur. Les effluents synthétiques de profil anionique  $\text{Cl}^-$  ont été obtenus de manière analogue aux précédents par préparation de solutions de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (100 mg/L de  $\text{N-NH}_3$ ) dans de l'eau désionisée. Les

concentrations en  $\text{Cl}^-$  ont ensuite été ajustées par ajout de  $\text{NaCl}$ . L'ensemble des masses de sels, préalablement séchés, et des volumes d'eau à ajouter pour la préparation de 15 L d'effluent sont regroupées dans le Tableau 3.4. Le pH est, enfin, éventuellement corrigé à une valeur de 9 par ajout de  $\text{NaOH}$  à 10 g/L ou de  $\text{HCl}$  concentré.

### 3.3.2 MBBR

Les essais de nitrification-dénitrification au sein de la filière MBBR ont été menés sur l'effluent minier réel E1 ayant la même origine que celui utilisé lors des essais d'ozonation à microbulles. Aussi, afin de vérifier la capacité du traitement biologique à répondre aux fluctuations de la composition initiale des effluents, cinq prélèvements (P1 à P5) ont été réalisés entre juin et octobre 2023 et envoyés à l'UQAT pour la réalisation des essais (Tableau 3.5).

Tableau 3.5 : Effluents réels utilisés lors des essais de nitrification-dénitrification au sein de la filière MBBR

| Paramètre          | Unité                 | E1 – P1 | E1 – P2 | E1 – P3 | E1 – P4 | E1 – P5 |
|--------------------|-----------------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Alcalinité         | mg $\text{CaCO}_3$ /L | 130     | 140     | 140     | 110     | 110     |
| $\text{CNO}^-$     | mg-N/L                | <0,2    | 0,5     | 12,3    | 5,7     | 0,3     |
| $\text{Cu}^{2+}$   | $\mu\text{g/L}$       | 154     | 440     | 44      | 15      | 16      |
| $\text{N-NH}_3$    | mg-N/L                | 49      | 50      | 54      | 52      | 57      |
| $\text{NO}_2^-$    | mg-N/L                | 0,4     | 0,4     | 0,4     | 0,3     | 0,3     |
| $\text{NO}_3^-$    | mg-N/L                | 11,8    | 12,0    | 14,6    | 13,7    | 15,0    |
| pH                 | -                     | 7,93    | 7,86    | 7,84    | 7,89    | 7,78    |
| $\text{PO}_4^{3-}$ | mg/L                  | 0,01    | <0,05   | <0,05   | 0,05    | <0,05   |
| $\text{SCN}^-$     | mg-N/L                | 53,1    | 50,6    | 60,3    | 67,5    | 67,5    |

Bien qu'ayant la même origine, ces différents prélèvements montrent une certaine diversité, notamment en terme de salinité (Tableau 3.5). Les  $\text{SCN}^-$ , par exemple, sont compris entre 50,6 (prélèvement P2) et 67,5 (prélèvements P4 et P5) mg-N/L. Le  $\text{N-NH}_3$  varie lui aussi entre 49 (P1) et 57 (P5) mg-N/L. Le  $\text{NO}_3^-$ , pour sa part, reste minoritaire quand  $\text{NO}_2^-$  et  $\text{CNO}^-$  peuvent même s'avérer négligeables. L'effluent testé peut aussi contenir divers métaux, tels que  $\text{Cu}^{2+}$  connu pour son potentiel inhibiteur. Celui-ci est préalablement traité par coagulation-floculation (Annexe D). Le  $\text{PO}_4^{2-}$ , quant à lui, reste très faible et insuffisant pour la nitrification-dénitrification.

### 3.3.3 Promotion de l'atténuation naturelle

Les essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle ont été mené sur trois effluents miniers réels (Tableau 3.6). L'un de ceux-ci (E1) a aussi été utilisé lors des essais de nitrification-dénitrification MBBR et d'ozonation à microbulles. Ces trois effluents couvrent une large gamme de concentrations en  $\text{SCN}^-$  (3,4 mg-N/L pour E5 contre 79,6 mg-N/L pour E1), en  $\text{CNO}^-$  (0,2 mg-N/L pour E5 contre 53,3 mg-N/L pour E1) et en  $\text{N-NH}_3$  (18 mg-N/L pour E5 contre 64 mg-N/L pour E1). Le  $\text{NO}_3^-$  est une autre forme prépondérante de l'azote au sein des effluents testés, particulièrement pour E1 (21 mg-N/L). Les  $\text{NO}_2^-$  sont, en revanche, négligeables. Les différents effluents testés contiennent également des concentrations diverses en métaux tels que Cu. Celui-ci, très faible pour l'effluent E5 (4  $\mu\text{g/L}$ ), se situe à des niveaux élevés pour les effluents E4 (1 mg/L) et E1 (10 mg/L). De telles concentrations en Cu peuvent être source d'une sévère inhibition de processus biologiques tels que la nitrification-dénitrification (Çeçen et al., 2010). Le  $\text{PO}_4^{3-}$ , indispensable au développement des bactéries et des algues, est initialement très faible ( $< 0,1$  mg/L). L'alcalinité, quant à elle, est comprise entre 71 (E5) et 110 (E4) mg- $\text{CaCO}_3/\text{L}$ .

Tableau 3.6 : Effluents réels utilisés lors des essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle

| Paramètre          | Unité                        | E1                                                                                                                               | E4                                                                                                                                                                                                        | E5                                                                                                                               |
|--------------------|------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Essais             | -                            | A4 (+1 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A5 (+3 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A6 (+5 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ ) | Chambre de culture<br>(0, 1, 3 et 5 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A1 (+1 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A2 (+3 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A3 (+5 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ ) | A7 (+1 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A8 (+3 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ )<br>A9 (+5 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ ) |
| Alcalinité         | mg- $\text{CaCO}_3/\text{L}$ | 86                                                                                                                               | 110                                                                                                                                                                                                       | 71                                                                                                                               |
| $\text{CNO}^-$     | mg-N/L                       | 53,3                                                                                                                             | 6,0                                                                                                                                                                                                       | 0,2                                                                                                                              |
| $\text{Cu}^{2+}$   | $\mu\text{g/L}$              | 9600                                                                                                                             | 950                                                                                                                                                                                                       | 3,7                                                                                                                              |
| $\text{N-NH}_3$    | mg-N/L                       | 64                                                                                                                               | 29                                                                                                                                                                                                        | 18                                                                                                                               |
| $\text{NO}_2^-$    | mg-N/L                       | 0,3                                                                                                                              | $< 0,2$                                                                                                                                                                                                   | 0,37                                                                                                                             |
| $\text{NO}_3^-$    | mg-N/L                       | 21                                                                                                                               | 4                                                                                                                                                                                                         | 0,23                                                                                                                             |
| pH                 | -                            | 7,60                                                                                                                             | 7,99                                                                                                                                                                                                      | 7,90                                                                                                                             |
| $\text{PO}_4^{3-}$ | mg/L                         | 0,05                                                                                                                             | $< 0,05$                                                                                                                                                                                                  | $< 0,05$                                                                                                                         |
| $\text{SCN}^-$     | mg-N/L                       | 79,6                                                                                                                             | 22,4                                                                                                                                                                                                      | 3,4                                                                                                                              |

### 3.4 Suivi des conditions opératoires

Divers paramètres font l'objet d'un suivi au cours des différents essais. Le Tableau 3.7 présente ceux-ci ainsi que les méthodes d'analyse associées. Les différents échantillons ont été prélevés et conservés selon les diverses recommandations du CEAEQ (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2024).

Le POR, le pH, la température et l'OD au cours des essais sont mesurés à l'aide d'une sonde multiparamétrique. Le suivi de la concentration en  $\text{Cu}^{2+}$  et de la turbidité est réalisé à l'aide d'un colorimètre Hach DR900 selon les méthodes Hach 8505 et 8237 respectivement. L'alcalinité est déterminée par dosage pHmétrique jusqu'à  $\text{pH} = 4,5$  à l'aide d'une sonde pH, tel que défini dans la méthode MA. 315 – Alc-Aci 1.0 du CEAEQ (2016). Les matières en suspension (MES) sont déterminées par mesure gravimétrique tel que défini par la méthode MA. 104 – S.S. 2.0 (CEAEQ, 2012). Enfin, dans le cas des essais d'ozonation à microbulles, les concentrations en  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$  et en (per)chlorates sont déterminées par chromatographie ionique (chromatographe ThermoFisher muni d'une colonne AS18 et d'un détecteur infrarouge).

Tableau 3.7 : Liste des principaux paramètres physico-chimiques suivis lors des essais réalisés

| Paramètre                     | Ozon | MBBR | ENA | Instrument de mesure                              | Méthode                                 |
|-------------------------------|------|------|-----|---------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| Alcalinité                    | X    | ✓    | ✓   | Sonde pH                                          | MA. 315 – Alc-Aci 1.0 (CEAEQ, 2016)     |
| $\text{Cl}^-$ / (per)chlorate | ✓    | X    | X   | Chromatographe ionique ThermoFisher               | MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6 (CEAEQ, 2020) |
| $\text{Cu}^{2+}$              | X    | ✓    | X   | Colorimètre Hach DR900                            | Hach 8506                               |
| MES                           | X    | ✓    | ✓   | Balance de précision analytique ( $\pm 0,0001$ g) | MA. 104 – S.S. 2.0 (CEAEQ, 2012)        |
| OD                            | X    | ✓    | ✓   | Sonde de terrain multi-paramètre                  | -                                       |
| pH                            | ✓    | ✓    | ✓   | Sonde de terrain multi-paramètre                  | MA. 100 – pH 1.1, Rév. 6 (CEAEQ, 2023)  |
| POR                           | ✓    | ✓    | ✓   | Sonde de terrain multi-paramètre                  | -                                       |
| $\text{SO}_4^{2-}$            | ✓    | X    | X   | Chromatographe ionique ThermoFisher               | MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6 (CEAEQ, 2020) |
| Turbidité                     | X    | ✓    | ✓   | Colorimètre Hach DR900                            | Hach 8237                               |

Dans le cas des essais MBBR avec écoulement, le débit d'eau à l'entrée et celui des ajouts de  $\text{PO}_4^{3-}$  et de saccharose ont aussi été mesurés régulièrement. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un cylindre gradué pendant au moins 10 minutes et confirmées par le contrôle des différents volumes de nutriments pompés. Dans le cas de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ajouté ponctuellement, cette méthode ne permet pas d'en déterminer le débit. La consommation est alors estimée en suivant l'évolution du volume de solution restant et les ajouts réalisés. Le TRH dans chacun des réacteurs, de volume  $V_{\text{Réacteur}}$ , est calculé à partir du débit d'alimentation du pilote  $Q$  uniquement :

Équation 3.1 : 
$$TRH = Q / V_{\text{Réacteur}}$$

Les effets de dilution générée par l'ajout de solutions de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  et de saccharose sont considérés comme négligeables.

### 3.5 Évolution de la spéciation de l'azote

Différentes méthodes analytiques ont été utilisées au cours des essais afin d'estimer les concentrations en contaminants azotés. Celles-ci sont regroupées au sein du Tableau 3.8. Les mesures des concentrations en  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , par exemples, sont effectués par chromatographie ionique.

Tableau 3.8 : Méthodes de détermination des concentrations en contaminants azotés au cours des essais

| Paramètre       | Ozon             | MBBR             | ENA              | Instrument de mesure                                                     | Méthode                                                         |
|-----------------|------------------|------------------|------------------|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| $\text{SCN}^-$  | ✓                | ✓                | ✓                | Chromatographe ionique<br>ThermoFisher                                   | MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6<br>(CEAEQ, 2020)                      |
| $\text{CNO}^-$  | ✓                | ✓                | ✓                | Chromatographe ionique<br>ThermoFisher                                   | MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6<br>(CEAEQ, 2020)                      |
| $\text{N-NH}_3$ | ✓ <sub>(1)</sub> | ✓ <sub>(1)</sub> | ✓ <sub>(2)</sub> | Sonde sélective ThermoFisher<br>Orion (1)<br>Colorimètre Hach DR900 (2)  | Hach 10031 (2)                                                  |
| $\text{NO}_2^-$ | ✓ <sub>(4)</sub> | ✓ <sub>(3)</sub> | ✓ <sub>(3)</sub> | Colorimètre Hach DR900 (3)<br>Chromatographe ionique<br>ThermoFisher (4) | Hach 8507 (3)<br>MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6<br>(CEAEQ, 2020) (4) |
| $\text{NO}_3^-$ | ✓ <sub>(6)</sub> | ✓ <sub>(5)</sub> | ✓ <sub>(5)</sub> | Colorimètre Hach DR900 (5)<br>Chromatographe ionique<br>ThermoFisher (6) | Hach 8039 (5)<br>MA. 300 – Ions 1.3 Rév. 6<br>(CEAEQ, 2020) (6) |

Le  $\text{N-NH}_3$  est mesuré, après ajout de  $\text{NaOH}$  ( $\text{pH} > 12$ ), à l'aide d'une électrode sélective Thermo Scientific Orion High-Performance Ammonia Electrode. Celle-ci est étalonnée avant chaque

utilisation. Les échantillons sont filtrés (filtre pour seringue de 0,45 µm en PTFE) avant la mesure, le plus souvent effectuée le jour même de l'échantillonnage. Ils sont conservés au frais si ce n'est pas le cas. Les analyses sont ensuite effectuées dans un délai maximum de 48 heures après le prélèvement. Dans le cas des essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle, réalisés sur un site minier, le suivi de N-NH<sub>3</sub> se fait par colorimétrie, selon la méthode Hach 10031.

Les NO<sub>2</sub><sup>-</sup> et NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sont aussi mesurés à l'aide du colorimètre Hach DR900 selon les méthodes 8507 et 8039, respectivement. Ces paramètres sont mesurés juste après l'échantillonnage et la filtration. Une dilution des échantillons peut alors être nécessaire pour se situer dans les plages de mesure des différentes méthodes. L'oxydation du NO<sub>2</sub><sup>-</sup> par l'addition de KI, comme recommandée par la méthode Hach 8039, a été utilisée à partir de t = 50 j pour les essais MBBR afin d'éliminer l'interférence sur la mesure du NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. Les mesures effectuées sont alors celles de (NO<sub>2</sub><sup>-</sup> + NO<sub>3</sub><sup>-</sup>). Le suivi des NO<sub>x</sub><sup>-</sup> est effectué, dans le cas des essais d'ozonation à microbulles, par chromatographie ionique.

Le suivi régulier ainsi décrit est complété, dans le cas des essais MBBR et de promotion de l'atténuation naturelle, par une caractérisation chimique plus poussée au sein d'un laboratoire externe à l'UQAT. Les composés à base d'azote (SCN<sup>-</sup>, CNO<sup>-</sup>, N-NH<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, TN, TKN), de S (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>-</sup>, S<sub>4</sub>O<sub>6</sub><sup>-</sup>) ou de P (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, P total/dissous) sont concernés. Un balayage ICP complet est également effectué pour déterminer les concentrations en métaux et métalloïdes.

### 3.6 Efficacité du traitement

L'efficacité du traitement, exprimé en %, est défini, pour un contaminant X, de concentrations initiales et finales [X]<sub>i</sub> et [X]<sub>f</sub>, selon l'équation suivante :

Équation 3.2 : 
$$Efficacité = \frac{([X]_i - [X]_f)}{[X]_i} * 100,$$

Dans le cas des essais de promotion de l'atténuation naturelle, impactés par une évaporation significative (≈ 30 %), l'efficacité est déterminée de manière analogue à partir des masses de contaminants en présence, ces dernières étant calculées à partir des concentrations mesurées et des volumes d'eau restants (Équation 3.2) :

Équation 3.2 : 
$$Efficacité = \frac{(V_i * [X]_i - V_f * [X]_f)}{V_i * [X]_i} * 100$$



Cela permet de s'affranchir de l'effet de l'évaporation ou d'épisodes de pluviométrie sur les concentrations des espèces dissoutes. L'efficacité des différents traitements est aussi exprimée sous forme de capacité surfacique et/ou volumique de traitement (SARR, Surface Area Removal Rate). Alors que cette donnée est exprimée relativement au volume des essais pour l'ozonation à microbulles et la promotion de l'atténuation naturelle (Équation 3.3), celle-ci est aussi déterminée par m<sup>2</sup> de garnissage (S<sub>MBBR</sub>) pour les essais MBBR (Équation 3.4).

Équation 3.3 :

$$SARR = \frac{(V_f * [X]_f - V_i * [X]_i)}{V_i * t}$$

Équation 3.4 :

$$SARR = \frac{Q_v * ([X]_f - [X]_i)}{S_{MBBR}}, \text{ avec } Q_v \text{ est le débit d'alimentation du pilote}$$

### 3.7 Identification des processus biochimiques impliqués

Les échantillons destinés à des analyses isotopiques ( $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  des espèces dissoutes  $\text{NO}_3^-$  et  $\text{N-NH}_3$ ) ont été filtrés à 0,45  $\mu\text{m}$  puis congelés (- 15 °C) immédiatement après l'échantillonnage. Dans le cas des essais de promotion de l'atténuation naturelle réalisés sur un site minier, les échantillons ont été congelés après prélèvement, sans filtration, et transportés au sein d'une glacière munie de blocs de glaces jusqu'au laboratoire. Les échantillons ont ensuite été maintenus dans une chambre froide à 4 °C jusqu'à leur fonte complète (environ 72 h). Ils ont ensuite été filtrés à 0,45  $\mu\text{m}$ . Les filtrats (100 mL pour  $\text{NO}_3^-$  et 50 mL pour  $\text{N-NH}_3$ ) ont été recueillis dans des flacons en HDPE puis envoyés à l'*Isotope Science Laboratory* de l'Université de Calgary dans une glacière. Les analyses isotopiques des espèces dissoutes  $\text{N-NH}_3$  et  $\text{NO}_3^-$  ont été réalisées par EA-IRMS (couplage d'un analyseur élémentaire EA et d'un spectromètre à ratio isotopique IRMS). Les analyses sont précédées de la récupération de  $\text{N-NH}_3$ , ou de  $\text{NO}_3^-$  préalablement réduit par ajout de réactif Dévarda, sur un filtre acidifié (méthode de microdiffusion).

Les filtres ayant permis la récupération de la biomasse ont été rincés à l'eau désionisée puis lyophilisés. Tel que préconisé par Velázquez-Ochoa et al. (2022), les filtres ont ensuite été placés dans un espace clos dans lequel a été introduit un b  cher d'acide chlorhydrique concentr   (37 %). Un tel environnement riche en vapeur acide devrait permettre d'enlever une grande partie des MES min  rales telles que les carbonates. Les filtres sont ensuite    nouveau rinc  s    l'eau d  sionis  e puis lyophilis  s. Les masses retenues sur les filtres lors des diff  rentes   tapes sont d  termin  es, permettant ainsi la d  termination des quantit  s de MES et de biomasse. Les filtres sont finalement

envoyés vers l'*Environmental Isotope Laboratory* de l'Université de Waterloo pour analyse de la composition isotopique de la biomasse par EA-IRMS.

### 3.8 Essais de dégradation de la biomasse

Une remobilisation partielle des contaminants azotés pouvant être observée en conditions hivernales, une étude de la dégradation des algues a été menée pendant 5 mois. Quinze litres ont alors été prélevés dans chaque bac contenant de l'eau provenant de tests de croissance d'algues effectués précédemment et ont été placés dans une chambre froide dans des seaux fermés afin de simuler les conditions froides et sombres de l'hiver. Un suivi régulier a ensuite été effectué (N-NH<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, pH, POR, DO, température) à l'aide d'un colorimètre Hach DR900 (méthodes 10031, 8507 et 8039) et d'une sonde multiparamètre de terrain.

### 3.9 Récupération de la biomasse par coagulation-floculation

Des essais de récupération des algues par coagulation-floculation ont été opérés. Ces différents essais ont été menés sur des eaux échantillonnées à la fin des essais de croissance d'algues pour lesquelles un bloom d'algues avait été atteint. Les essais de récupération des MES par coagulation-floculation ont été réalisés sur 500 mL (selon les étapes définies dans le Tableau 3.9 ci-dessous).

Le sulfate ferrique et le PAC (chlorure de polyaluminium) ont été utilisés comme coagulant et des polymères anioniques ou cationiques ont été utilisés pour la floculation après une éventuelle correction du pH à l'aide de NaOH. Le chitosan, d'origine naturelle et agissant à la fois comme coagulant et floculant, est aussi testé. À la fin des essais de coagulation-floculation, la turbidité du surnageant a été mesurée afin d'estimer la récupération des algues et est confirmée pour les meilleures recettes par une analyse gravimétrique des MES résiduelles.

Tableau 3.9 : Protocole de récupération des algues par coagulation-floculation

| Temps (min) | Ajout effectué                 | Agitation (rpm) |
|-------------|--------------------------------|-----------------|
| 0           | NaOH + coagulant               | 200             |
| 3           | 50 % du polymère + microsaable |                 |
| 4,5         | 50 % du polymère               |                 |
| 6           | Fin de l'agitation             | 0               |
| 9           | Échantillonnage du surnageant  |                 |

## CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 4.1 Essais de traitement par ozonation à microbulles

L'effet catalytique potentiel de  $\text{Br}^-$  sur l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$  a déjà été rapporté dans la littérature (Khuntia et al., 2013 ; Marcotte, 2020). Un mécanisme similaire est envisagé pour  $\text{Cl}^-$ , notamment par la formation de (per)chlorate (Ryskie et al., 2020). Les essais menés visent ainsi à évaluer l'influence de  $\text{Cl}^-$  sur le traitement par ozonation à microbulles des effluents miniers.

Dans un premier temps, l'ozonation à microbulles est appliquée à divers effluents synthétiques afin d'analyser l'impact des concentrations initiales en  $\text{N-NH}_3$  et, potentiellement, en  $\text{SCN}^-$ , ainsi que l'effet de la salinité et du profil anionique, en comparant  $\text{SO}_4^{2-}$  et  $\text{Cl}^-$ . Une seconde série d'essais a ensuite été réalisée sur des effluents réels afin de confirmer les observations préliminaires obtenues avec les effluents synthétiques.

#### 4.1.1 Suivi des conditions opératoires

Le pH des effluents, initialement compris entre 5,9 et 8,0 pour les effluents synthétiques et entre 7,1 et 8,9 pour les effluents réels (Figure 4.1), est ajusté dès le début des essais par l'ajout de NaOH. De plus, afin de compenser l'acidification induite par l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$ , un suivi régulier du pH est réalisé, accompagné d'ajouts de NaOH si nécessaire. Grâce à ces ajustements, le pH se maintient entre 9 et 9,5 tout au long des essais.

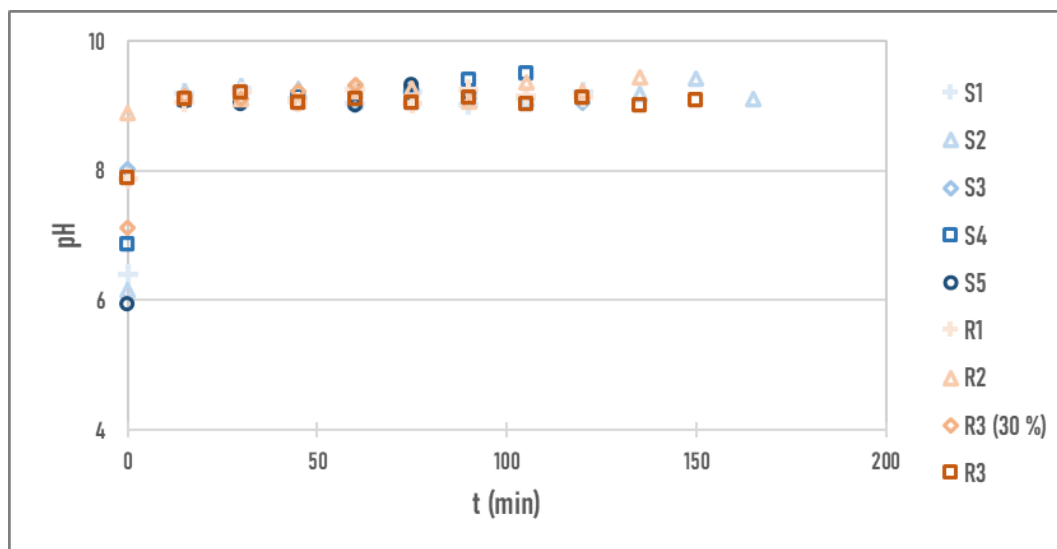


Figure 4.1 : Évolution du pH au cours des essais d'ozonation à microbulles

Concernant le potentiel d'oxydoréduction (POR), il varie initialement entre 100 et 250 mV selon les effluents testés (Figure 4.2), qu'ils soient synthétiques ou réels. Sous l'effet de l'ozonation à microbulles, il augmente rapidement pour atteindre des valeurs de l'ordre de 500 à 600 mV en fin d'essais, et dépasse même 800 mV pour E3. Ces niveaux élevés traduisent des conditions fortement oxydantes au sein de la cuve de l'ozonateur en microbulles.

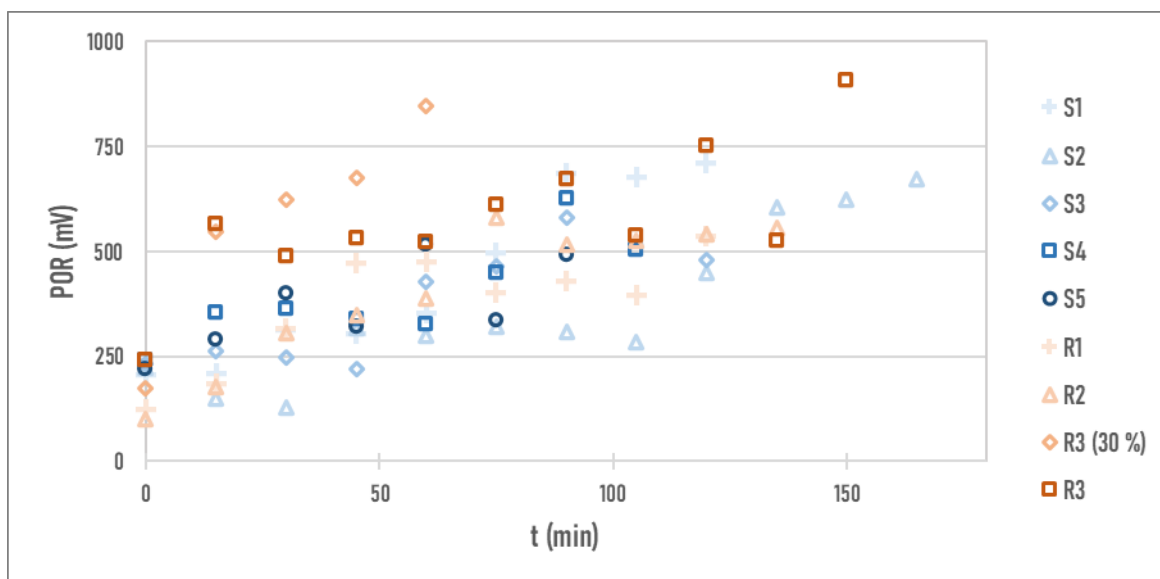


Figure 4.2 : Évolution du POR au cours des essais d'ozonation à microbulles

#### 4.1.2 Évolution de la spéciation de l'azote

Pour l'ensemble des essais, une ozonation à microbulles de 1h30 à 2h45 est nécessaire pour abaisser la concentration en  $\text{N-NH}_3$  sous 0,5 mg/L (Figure 4.4). Dans le cas de l'effluent S1, contenant initialement 62,1 mg-N/L de  $\text{N-NH}_3$ , 50,6 mg-N/L de  $\text{SCN}^-$  et 2,4 g/L de  $\text{SO}_4^{2-}$ , l'oxydation de 99,4 % du  $\text{N-NH}_3$  a été atteinte en 2 heures. Durant les 30 premières minutes, une dégradation complète des  $\text{SCN}^-$  a été observée (Figure 4.3), entraînant une accumulation temporaire de  $\text{N-NH}_3$  durant les 15 premières minutes. Ensuite, la concentration en  $\text{N-NH}_3$  a diminué rapidement à un rythme d'environ 1 mg-N/L/min, ce qui est cohérent avec les 2 heures nécessaires pour oxyder 100 mg/L de  $\text{N-NH}_3$  documenté dans une autre étude (Khuntia et al., 2013).

L'effluent S2 a nécessité un temps de traitement légèrement plus long, soit 2h15, pour diminuer la teneur en  $\text{N-NH}_3$  à 0,5 mg-N/L. Sa concentration initiale en  $\text{N-NH}_3$  était plus élevée (103,9 mg-N/L) que celle de S1, tandis que celle en  $\text{SCN}^-$  était de 44,4 mg-N/L. Comme pour S1, l'oxydation

complète des  $\text{SCN}^-$  a eu lieu en 30 minutes, provoquant une augmentation temporaire du  $\text{N-NH}_3$  durant les 15 premières minutes. La concentration en  $\text{N-NH}_3$  a ensuite diminué progressivement pour atteindre 0,38 mg-N/L après 135 minutes, soit une efficacité de plus de 99 %. À titre de comparaison, après 90 minutes de traitement, l'efficacité était de 76,3 % pour S2 contre 93,5 % pour S1. Ces résultats confirment que la charge initiale en  $\text{N-NH}_3$  influence directement le temps nécessaire à son oxydation complète. Plus la concentration est élevée, plus la cinétique de réaction est rapide au cours de l'ozonation à microbulles.

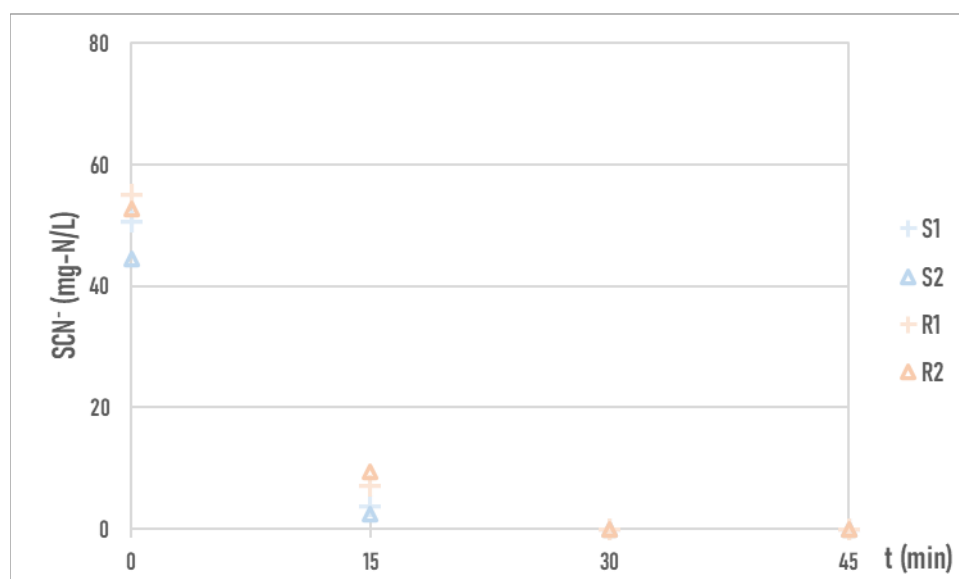


Figure 4.3 : Évolution des concentrations en  $\text{SCN}^-$  lors des essais d'ozonation à microbulles

L'effluent S3, contenant seulement du  $\text{N-NH}_3$  à 117 mg-N/L et des  $\text{SO}_4^{2-}$ , a nécessité un temps de traitement de 105 minutes, plus faible que pour S2. Cette différence est due à la présence de  $\text{SCN}^-$  dans l'effluent S2 qui consomment la majorité de l'ozone produite au début du traitement et par la plus forte charge en azote oxydable ( $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$ ), de 117 mg-N/L pour S3 contre 148 pour S2. Ces résultats sont cohérents avec ceux d'autres études au cours desquelles les procédés d'oxydation avancée ont été utilisés pour traiter simultanément  $\text{N-NH}_3$  et ces précurseurs, tels que  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , montrant alors le potentiel inhibiteur de ces derniers sur l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$  (Ryskie, 2017).

Des résultats similaires ont été obtenus pour les essais S3 et S4, ces deux effluents contenant les mêmes concentrations en  $\text{N-NH}_3$  mais une concentration de 2,4 g/L de  $\text{Cl}^-$  ou de  $\text{SO}_4^{2-}$  pour S4 et S3 respectivement. Cela, ajouté à l'absence de formation de (per)chlorate au cours de l'ozonation,

tend à infirmer l'hypothèse de la participation des  $\text{Cl}^-$  au processus d'oxydation de  $\text{N-NH}_3$ . L'effluent S5, similaire à S4, avec une concentration en  $\text{Cl}^-$  plus élevée (3,2 g/L), pour lequel un temps de traitement semblable a été nécessaire, et pour lequel aucune formation de (per)chlorate n'a été détectée, confirme cette observation. Bien que la formation de (per)chlorate au cours de l'ozonation ait déjà été documentée, celle-ci ne semble avoir lieu qu'après l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$  (Khuntia et al., 2013).

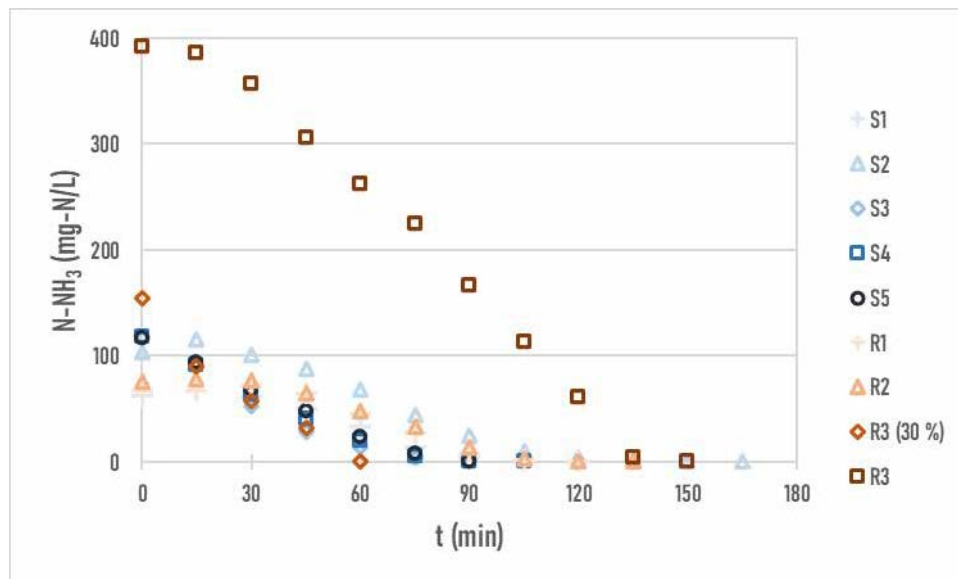


Figure 4.4 : Évolution des concentrations en  $\text{N-NH}_3$  lors des essais d'ozonation à microbulles

Trois effluents réels sont soumis, à leur tour, à une ozonation à microbulles. E1 contient initialement 54,9 et 67,5 mg-N/L en  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$  et un profil anionique fortement dominé par  $\text{SO}_4^{2-}$ . Le traitement par ozonation à microbulles a alors nécessité 2 h. Cela est similaire aux résultats obtenus pour S1 et S2, les deux effluents synthétiques de composition proche de celle de E1. Cela est aussi le cas pour E2, cet effluent étant proche de E1 en termes de contaminants azotés et de salinité. E3, présentant quant à lui une concentration initiale de 392 mg-N/L et pas de  $\text{SCN}^-$ , a tout d'abord été dilué (30 % massique). Seulement 60 minutes ont été nécessaires afin de complètement oxyder  $\text{N-NH}_3$ . La durée nécessaire à l'oxydation complète de  $\text{N-NH}_3$  a été plus importante (150 min) lors des essais avec l'effluent non dilué. Cela confirme l'influence de la charge en contaminants sur les performances de l'ozonation à microbulles. Étant donnée la forte concentration en  $\text{N-NH}_3$  de E3, une oxydation plus rapide est observée pour cet effluent. Cette constatation a déjà été effectuée lors des essais menés par Marcotte (2020). Cependant, bien que

ce dernier émette l'hypothèse que cela puisse être lié à la forte concentration en  $\text{Cl}^-$  de cet effluent, l'absence de (per)chlorate au cours des essais menés dans le cadre de ce projet tend à invalider cette présomption. Une étude plus approfondie des différents processus impliqués au cours de l'ozonation des effluents miniers est alors nécessaire afin de déterminer les causes réelles des gains en efficacité lors de l'ozonation à microbulles de ce dernier effluent réel.

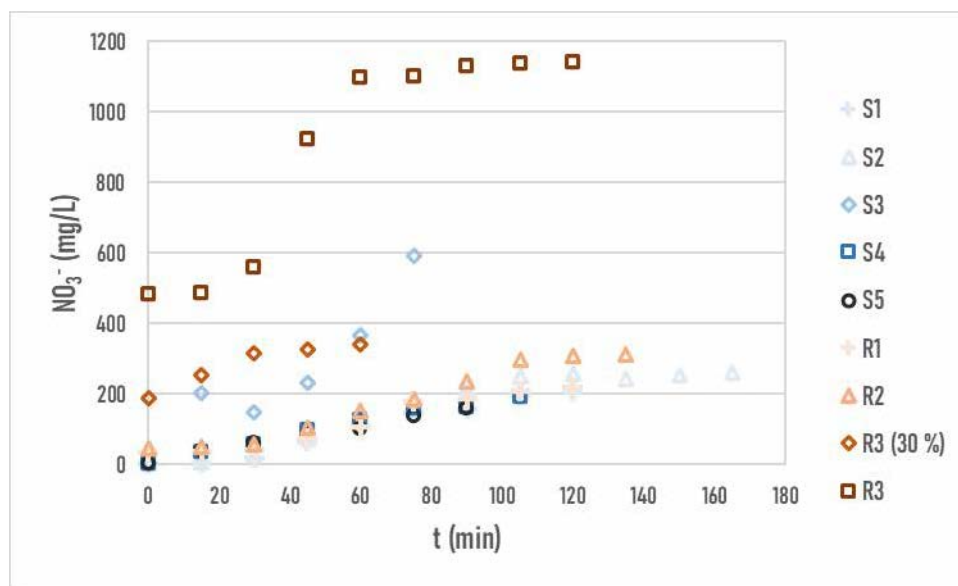


Figure 4.5 : Évolution des concentrations en  $\text{NO}_3^-$  lors des essais d'ozonation à microbulles

À la fin des essais, les ions  $\text{NO}_3^-$  représentent la principale forme d'azote résiduelle, atteignant des concentrations supérieures à 1 g/L dans le cas de l'effluent E3 (Figure 4.5). Cette accumulation résulte de l'oxydation progressive des différents contaminants azotés en conditions fortement oxydantes rencontrées pendant l'ozonation à microbulles. La présence de  $\text{NO}_3^-$  à des concentrations élevées peut favoriser des phénomènes d'eutrophisation. Ainsi, une étape de traitement complémentaire, telle qu'un procédé de dénitrification biologique ou une adsorption sur un matériau spécifique, pourrait être nécessaire pour limiter leur impact environnemental.

### 4.1.3 Efficacité du pilote d'étude

Comme mentionné précédemment, l'ozonation à microbulles au sein du pilote d'essais a permis l'oxydation de plus de 99 % de  $\text{N-NH}_3$ , et des  $\text{SCN}^-$  lorsque présents, pour l'ensemble des essais avec un TRH compris entre 60 (E3 dilué à 30%) et 135 (E3) minutes (Figure 4.6). Ces différences s'expliquent principalement par les différences de charges oxydables des différents effluents testés.

Ces résultats sont cohérents avec les 2 heures nécessaires à l'oxydation complète d'un effluent synthétique contenant 100 mg/L de  $\text{N-NH}_3$ .

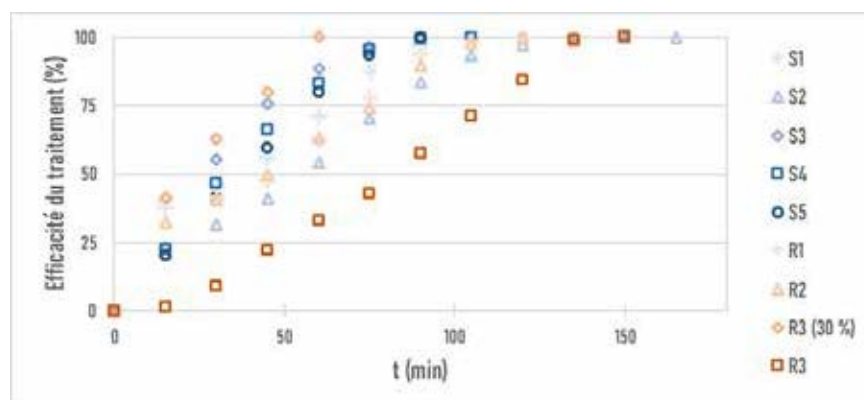


Figure 4.6 : Évolution temporelle de l'efficacité de traitement par ozonation à microbulles

Au cours des différents essais, le traitement de l'azote oxydable ( $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$ ) varie entre 0 et environ 4,8 g-N/h. L'efficacité est généralement plus élevée lorsque les concentrations en contaminants sont élevées, au début des essais notamment, et tend à diminuer au cours de l'oxydation de  $\text{N-NH}_3$ . Hormis pour E3 (dilué ou non), pour lequel un traitement maximal de l'ordre de 250 mg-N/L/h est observé, les vitesses maximales d'oxydation sont semblables pour les différents essais et sont de l'ordre de 100 à 150 mg-N/L/h (Figure 4.7).

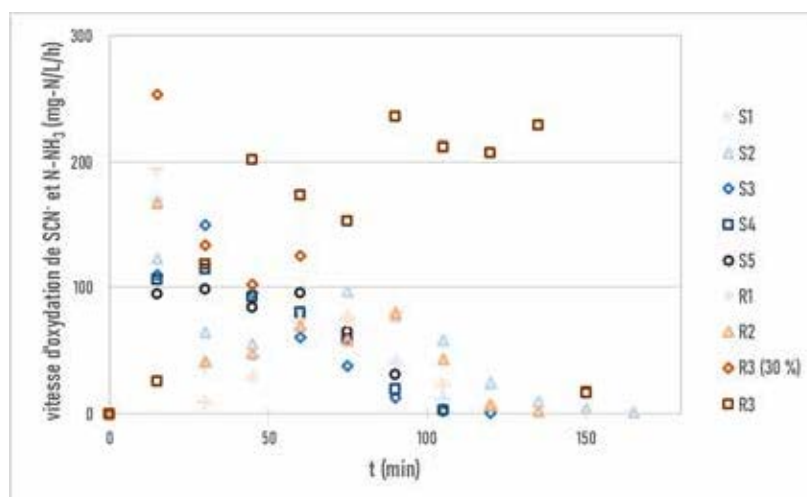


Figure 4.7 : Évolution de la vitesse d'oxydation de  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$  au cours de l'ozonation à microbulles

Les résultats obtenus corroborent ceux de Ryskie et al. (2020), en confirmant que l'effluent E3, caractérisé par la plus forte concentration en chlorures, présente une cinétique de traitement



significativement plus élevée lors des essais d'ozonation. Cependant, l'absence de formation de (per)chlorate tend à invalider l'effet catalytique suspecté de  $\text{Cl}^-$  sur les performances de traitement.

#### 4.1.4 Évaluation des consommations en réactifs

La concentration en  $\text{O}_3$  résiduelle dans l'effluent traité n'a pas fait l'objet de suivi. L'hypothèse que celui-ci est intégralement consommé au sein du réacteur est donc émise afin de déterminer la consommation en  $\text{O}_3$  (Figure 4.8).

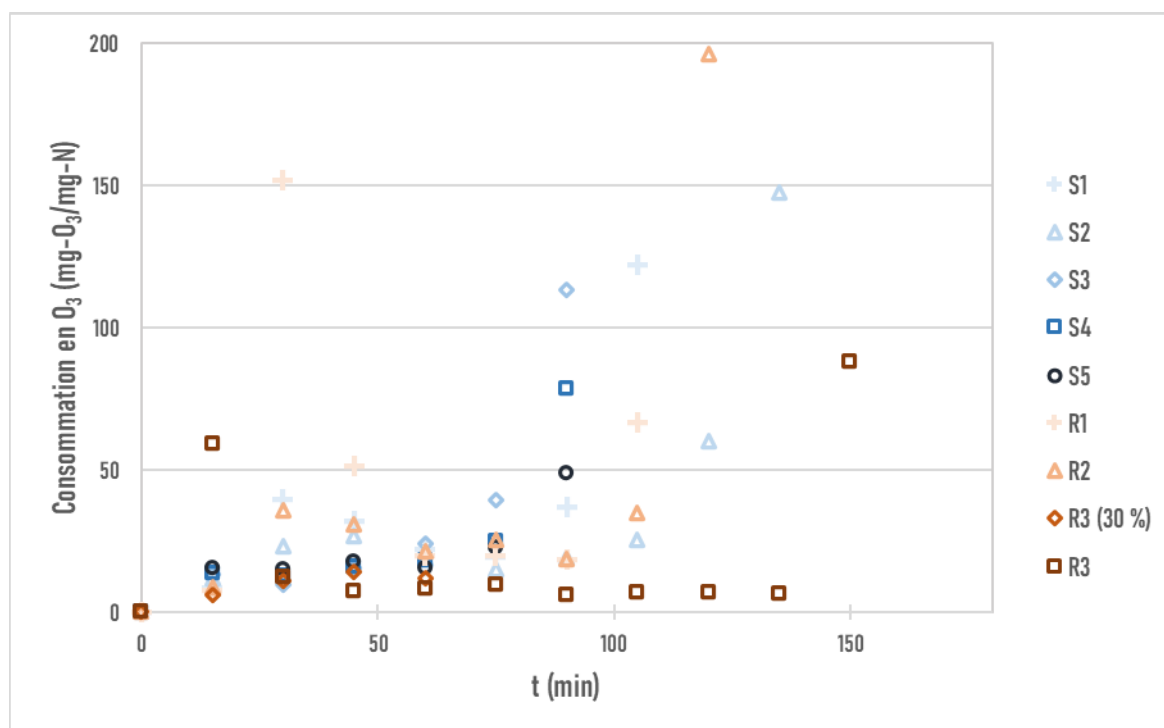


Figure 4.8 : Évolution de la consommation en  $\text{O}_3$  (en mg- $\text{O}_3$ /mg-N) au cours des essais d'ozonation à microbulles

Outre une meilleure efficacité du traitement, de hautes concentrations en contaminants induisent une consommation plus modérée en  $\text{O}_3$ . Cela confirme les observations déjà émises par différentes études (Marcotte, 2020; Ryskie et al., 2020). Elle est ainsi comprise entre 6 et 15 g- $\text{O}_3$ /g-N- $\text{NH}_3$  au cours des 15 premières minutes des différents essais (sauf R3) puis tend à augmenter au cours des essais du fait de la limitation de la quantité d'azote oxydable. La consommation en ozone au début des essais s'avère même légèrement inférieure à celles observées dans la dernière étude citée. Le débit d'ozone produit, 60 g/h, au lieu des 22 g/h dans le cas des présents essais, en est très certainement la principale cause. Ces résultats sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus

dans des conditions similaires (ozonation à microbulles à  $\text{pH} \approx 9$ ) par Ryskie et al. (2020) et bien moins élevée que lors de la diffusion plus grossière ( $\approx 50 \text{ g-O}_3/\text{g-N}_{\text{ox}}$ ) testée lors de cette même étude. Cela confirme l'importance que revêt la taille des bulles sur la performance d'une unité d'ozonation et sur la consommation en  $\text{O}_3$  qui y a lieu.

## 4.2 Essais de traitement biologique actif MBBR

La nitrification-dénitrification biologique est un procédé massivement utilisé pour le traitement des eaux usées. Dans le cas des effluents miniers, les fortes salinités peuvent être source d'inhibition. L'utilisation de biomasse préacclimatée peut alors être requise. À cette fin, le pilote est initialement alimenté avec des boues venant des biodisques RBC du site minier LaRonde pour l'oxydation des  $\text{SCN}^-$  et la nitrification et issues du clarificateur subséquent pour la dénitrification. Le développement biologique sous forme de biofilm, lors de l'emploi de RBC ou MBBR notamment, permet un gain en résilience du système de traitement. Le but de cette partie du projet est alors d'évaluer si un traitement par nitrification-dénitrification au sein d'une filière MBBR peut durablement permettre d'atteindre les objectifs de qualité des effluents pour un possible rejet en milieu naturel. Cette étude doit, de plus, permettre de déterminer les performances du pilote et d'estimer la consommation de réactifs dans le cadre d'une étude à long terme.

### 4.2.1 Prétraitement par coagulation-floculation

La présence de métaux ou de métalloïdes peut avoir un effet inhibiteur sur les processus biologiques. Cela est particulièrement vrai pour le cuivre, dont une concentration de  $0,1 \text{ mg/L}$  peut entraîner une perte de performance non négligeable (Stasinakis et al., 2003). L'effluent minier testé présente généralement des concentrations plus élevées (Tableau 4.1).

Tableau 4.1 : Principaux métaux inhibiteurs présents dans les différents prélèvements (P1 à P5) de l'effluent E1 et après prétraitement par coagulation-floculation

|                          | Paramètre              | P1   |      | P2  |     | P3   |       | P4  | P5  |
|--------------------------|------------------------|------|------|-----|-----|------|-------|-----|-----|
| E1 (avant précipitation) | Co ( $\mu\text{g/L}$ ) | 416  | -    | -   | -   | -    | 540   | -   | 760 |
|                          | Cu ( $\mu\text{g/L}$ ) | 154  | 240  | 440 | 460 | 44   | 7     | 15  | 1,8 |
|                          | Ni ( $\mu\text{g/L}$ ) | 1190 | 1500 | 720 | 720 | 350  | 280   | 230 | 1,3 |
| Alimentation du pilote   | Co ( $\mu\text{g/L}$ ) | 393  | -    | -   | -   | -    | 470   | -   | 560 |
|                          | Cu ( $\mu\text{g/L}$ ) | <1,0 | <0,5 | 1,3 | 4,5 | <0,5 | < 0,5 | 6,3 | 1,8 |
|                          | Ni ( $\mu\text{g/L}$ ) | 45,6 | 35   | 100 | 150 | 12   | < 1   | 1,6 | 1,1 |

Le Ni, et dans une moindre mesure le Co, sont deux autres espèces initialement présentes qui peuvent nuire à la nitrification-dénitrification (Skinner et Walker, 1961). Une étape de prétraitement est donc nécessaire. La précipitation, selon le protocole défini ci-dessus, permet une bonne récupération de ces métaux, et d'atteindre des niveaux de contamination permettant une croissance optimale de la biomasse vis-à-vis de ces paramètres (Tableau 4.1). La récupération du Co est, quant à elle, presque insignifiante, pouvant conduire à une légère inhibition du traitement biologique.

## 4.2.2 Suivi des conditions opératoires

Une mesure du pH, du POR et de l'OD dans l'eau d'alimentation et dans tous les réacteurs a été réalisée chaque semaine, à minima, à l'aide d'une sonde multi-paramètres. Le pH s'avère être le paramètre le plus stable au cours des essais et s'élève, en moyenne, à 7,88, 7,66, 7,53, 6,92 et 8,00 pour l'eau d'alimentation, R1, R2, R3 et R4 respectivement. Ces niveaux de pH neutres à légèrement alcalins sont idéaux pour le développement des bactéries nitrifiantes et dénitrifiantes (Alleman et al., 1984). Ils sont également conformes aux objectifs de qualité des effluents en vue de leur rejet en milieu naturel (6,0 - 9,0) tout au long de la période d'essai (Gouvernement du Canada, 2025; Gouvernement du Québec, 2025).

L'oxygène dissous est un autre paramètre de fonctionnement important. Il doit être suffisant dans les réacteurs aérobies R1, R2 et R4 (objectif : OD > 4 mg/L). En revanche, il doit être modéré (OD < 1 mg/L) dans le réacteur de dénitrification, sinon l'O<sub>2</sub> jouera préférentiellement le rôle d'accepteur d'électrons. A l'exception de quelques épisodes ponctuels, toutes les OD mesurées, 7,48, 7,17, 0,39 et 6,53 mg/L pour R1, R2, R3 et R4 respectivement, sont conformes à ces objectifs initialement définis. Tout au long des 9 mois d'essai, des conditions oxydantes ont alors été observées pour R1, R2 et R4, et des conditions réductrices pour R3. Dans le cas de R5, un développement de bactéries sulfato-réductrices (BSR) est suspecté. Cela est cohérent avec les conditions particulièrement réductrices observées et par l'odeur caractéristique du H<sub>2</sub>S en émanant. Ce dernier pouvant induire une toxicité de l'effluent traité, ce réacteur a été démantelé à t = 82 j.

## 4.2.3 Évolution de la spéciation de l'azote au sein du pilote d'étude

Les SCN<sup>-</sup>, environ 60 mg-N/L dans l'alimentation du pilote, sont généralement complètement oxydés en sortie du réacteur R1 (Figure 4.9). Les quelques accumulations de SCN<sup>-</sup> dans le réacteur

R1 étaient principalement dues à des défaillances du pilote (rupture de l'écoulement ou arrêt de la pompe à aquarium). Les concentrations dans les autres réacteurs ont toutefois été constamment maintenues en dessous de 5 mg/L, et même plus généralement en dessous de 1 mg/L. Les  $\text{SCN}^-$  à la sortie du pilote ne devraient donc pas être une source de toxicité des effluents produits (Gould et al., 2012).

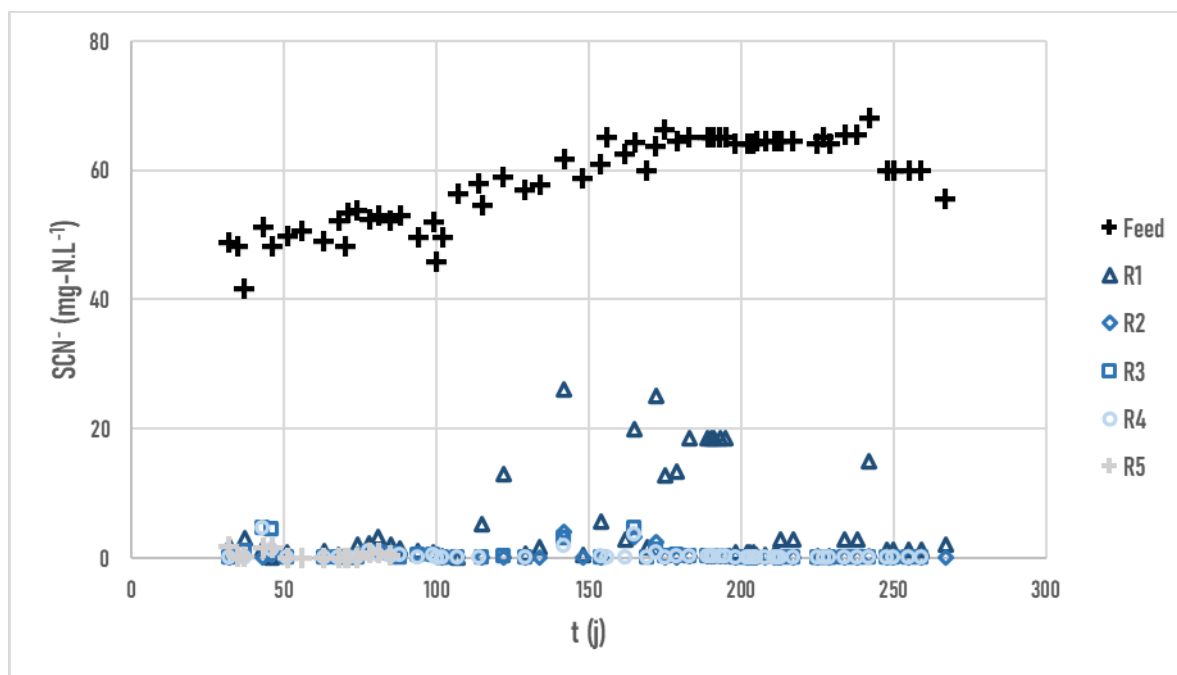


Figure 4.9 : Évolution des concentrations en  $\text{SCN}^-$  dans les différents réacteurs MBBR au cours des essais de nitrification-dénitrification

Lors de la dégradation du  $\text{SCN}^-$ , l'hydrolyse initiale en  $\text{CNO}^-$  est généralement l'étape limitante, ces derniers étant à leur tour rapidement hydrolysés en  $\text{N-NH}_3$ . L'absence d'accumulation significative de  $\text{CNO}^-$  est également confirmée par le bilan de masse du réacteur R1. Par conséquent, les concentrations en  $\text{CNO}^-$  n'ont pas été mesurées, à l'exception des analyses effectuées par le laboratoire externe sur l'alimentation et la sortie de l'installation pilote. La dégradation des  $\text{SCN}^-$  dans R1 s'accompagne d'une augmentation de la concentration de  $\text{N-NH}_3$ , qui devient la forme d'azote prédominante dans ce réacteur (Figure 4.10). En effet, à l'exception des 70 premiers jours des essais durant lesquels le taux d'alimentation a été augmenté et pour lesquels un début de nitrification est observable dans ce réacteur,  $\text{N-NH}_3$  représente la majeure partie de l'azote au sein de R1.

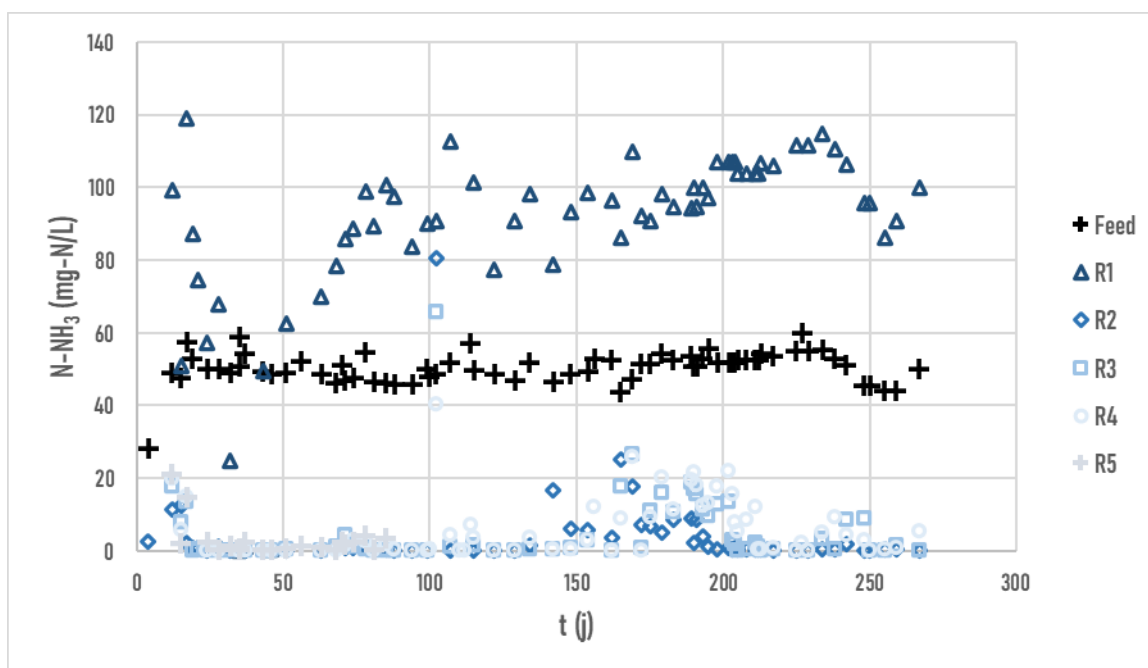


Figure 4.10 : Évolution des concentrations en  $\text{N-NH}_3$  dans les différents réacteurs MBBR

Le  $\text{N-NH}_3$  est ensuite oxydé dans R2 et devient alors généralement négligeable dans ce réacteur. À l'exception de la période de 150 à 200 jours, le  $\text{N-NH}_3$  dans ces différents réacteurs reste constamment inférieur à 10 mg/L. Cela a été corrigé par le simple ajout d'une nouvelle pompe à air, équipée de pierre de diffusion. Cela démontre l'importance de l'influence potentielle d'une mauvaise conception des systèmes d'aération. Cela est cohérent avec les conclusions d'une autre étude de la dénitrification biologique (Ødegaard, 2006). Au cours des 70 premiers jours, la nitrification a partiellement lieu dans R1. Une accumulation de  $\text{NO}_2^-$  (Figure 4.11) et de  $\text{NO}_3^-$  (Figure 4.12) est alors observable. Il faut également noter que les valeurs élevées de  $\text{NO}_3^-$  mesurées autour de  $t = 40$  j sont surévaluées. Ceci est dû à l'interférence générée par  $\text{NO}_2^-$  sur la mesure de  $\text{NO}_3^-$  par colorimétrie. Une oxydation préalable aux mesures par une solution de KI a alors été mise en œuvre. Les paramètres mesurés sont  $\text{NO}_2^-$  et  $(\text{NO}_2^- + \text{NO}_3^-)$ . La concentration en  $\text{NO}_3^-$  correspond à la différence entre ces deux valeurs mesurées. La quantité d'azote nitrifié dans R1 augmente au cours des 40 premiers jours et diminue ensuite en raison de l'augmentation du taux d'alimentation jusqu'à devenir négligeable à partir de  $t = 70$  j. La nitrification a alors lieu dans le réacteur R2. Ainsi, à l'exception de la période de 150 à 200 jours où elle est incomplète, conduisant à une accumulation de  $\text{NO}_2^-$ , les  $\text{NO}_3^-$  sont la forme prédominante dans R2. La mise en place de la

nouvelle pompe d'aération dans ce réacteur opérée à  $t = 190$  jours semble alors avoir aussi été efficace face aux accumulations de  $\text{NO}_2^-$  dans ce réacteur.

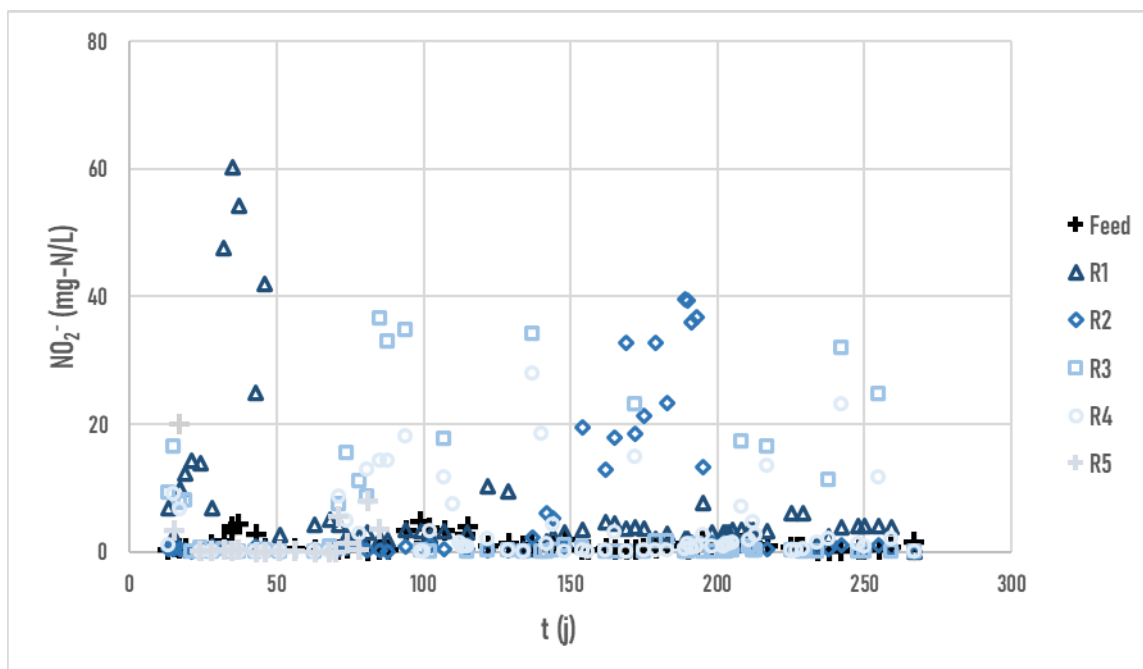


Figure 4.11 : Évolution des concentrations en  $\text{NO}_2^-$  dans les différents réacteurs MBBR

Le  $\text{NO}_3^-$  subit ensuite une réduction en  $\text{N}_2$  dans R3. Ce phénomène est modéré au début ( $t < 100$  j), ce qui entraîne des concentrations importantes de  $\text{NO}_3^-$ . Ceci est dû non seulement à l'augmentation des taux d'alimentation, mais aussi aux faibles taux de croissance des bactéries hétérotrophes anaérobies telles que les dénitrifiantes (Zaitsev et al., 2008). Après cette période, le  $\text{NO}_3^-$  devient faible à la sortie de R3 et reste ensuite constamment inférieur à 20 mg/L. L'effluent initial contenant légèrement plus de 100 mg/L de TN, cela représente une efficacité de dénitrification minimale de l'ordre de 80 %. La dénitrification reste cependant incomplète, comme le montre l'accumulation de  $\text{NO}_2^-$  parfois jusqu'à plus de 30 mg/L, observée dans ce réacteur (Figure 4.11). Le potentiel d'accumulation de  $\text{NO}_2^-$  lors de l'utilisation de saccharose a déjà été documenté (De Filippis et al., 2013; Phung et al., 2014). Bien que cela ne soit pas perceptible dans les essais réalisés, elle est généralement temporaire. Les  $\text{NO}_2^-$  subissent alors une réoxydation au sein de R4. Celle-ci est cependant incomplète, l'excès de carbone organique issu de la dénitrification étant préférentiellement oxydé (Schopf et al., 2018). La réduction de cette dernière charge devrait améliorer la situation mais pourrait également conduire à une dénitrification plus partielle. Un excès de  $\text{NO}_2^-$  peut être problématique, une concentration supérieure à 1 mg/L

pouvant être source de toxicité, notamment pour la truite. L'optimisation de l'étape de réoxygénation devrait alors permettre de corriger cette situation. Le changement de la source de carbone peut être une autre solution. Le glucose, par exemple, un monosaccharide, est moins propice à l'accumulation de  $\text{NO}_2^-$  (De Filippis et al., 2013).

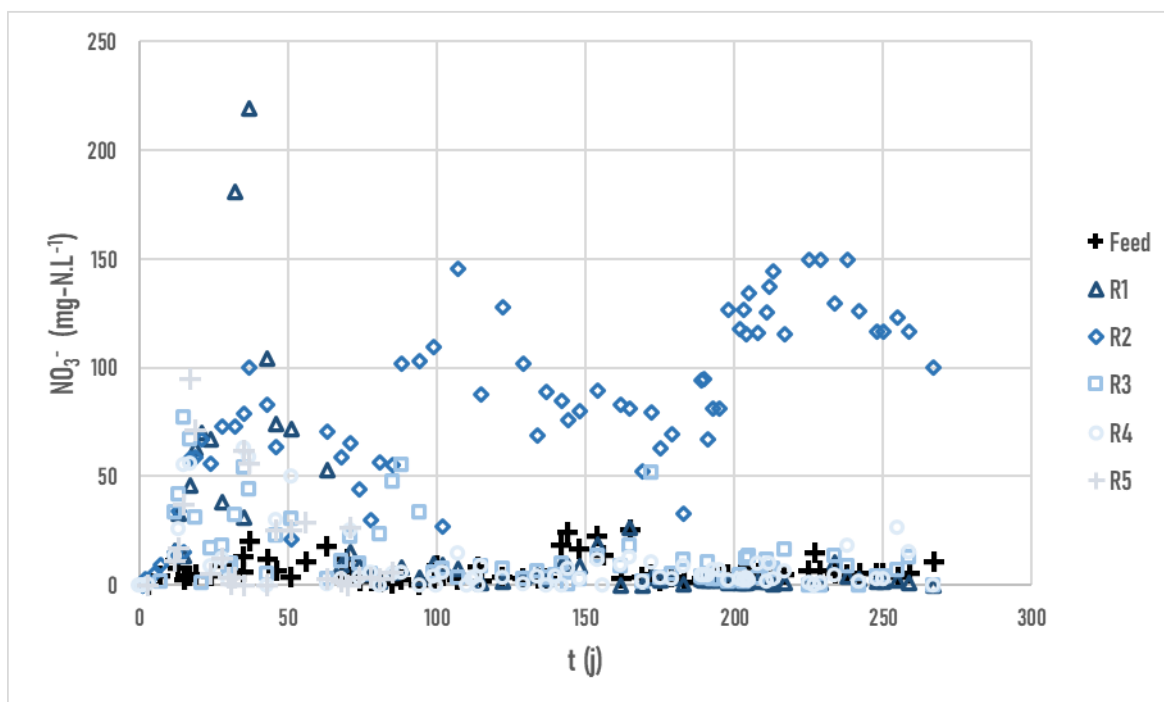


Figure 4.12 : Évolution des concentrations en  $\text{NO}_3^-$  dans les différents réacteurs MBBR

Une caractérisation chimique plus poussée est réalisée par un laboratoire externe pour l'effluent en sortie du pilote d'étude (Tableau 4.2). Celle-ci, reposant majoritairement sur des analyses chromatographiques, permet de valider les résultats obtenus par colorimétrie, méthode pour laquelle de nombreuses interférences existent. Ainsi, elle confirme l'absence de  $\text{SCN}^-$  ( $< 5 \text{ mg/L}$ ) et  $\text{CNO}^-$  ( $< 1 \text{ mg/L}$ ), ou du moins leur maintien à des seuils bien inférieurs à une éventuelle toxicité pour les daphnies et les truites, au sein de l'effluent traité. Le  $\text{N-NH}_3$ , en revanche, peut s'avérer non-négligeable en sortie de pilote. Celui-ci monte ainsi jusqu'à  $12 \text{ mg N/L}$  pour le prélèvement P4. De plus, du fait du pH proche du  $\text{pK}_a = 8,25$  du couple acidobasique  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$  pour ce prélèvement, le  $\text{NH}_3$  est non-négligeable et s'avère supérieur au critère de rejet admissible défini par la REMMD ( $0,5 \text{ mg N/L}$  en moyenne; Gouvernement du Canada, 2025). Un autre dépassement de ce critère est aussi constaté, dans une moindre mesure, pour P3. À la vue de la  $\text{DL}_{50}$  de  $\text{N-NH}_3$  sur les daphnies, de l'ordre de  $2 \text{ mg/L}$  selon l'USEPA (2013), ces épisodes d'accumulation de  $\text{N-}$

NH<sub>3</sub> pourrait alors être sources de léthalité lors des essais de toxicité. L'accumulation de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> constatée pour P3, de l'ordre du mg N/L, pourrait aussi être problématique. Ces accumulations ont lieu malgré l'existence du réacteur R4 dédié à la réaération post-dénitrification.

Tableau 4.2 : Spéciation de l'azote des effluents en sortie de traitement au sein de la filière MBBR

| Paramètre                    |                      | P1    |       | P2    |       | P3    |       | P4    | P5    |
|------------------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH                           | -                    | 8,10  | 7,79  | 7,64  | 7,67  | 7,71  | 7,19  | 7,97  | 7,56  |
| SCN <sup>-</sup>             | mg N.L <sup>-1</sup> | 0,14  | <0,04 | <0,04 | <0,04 | <0,04 | <0,04 | <0,04 | 0,00  |
| CNO <sup>-</sup>             | mg N.L <sup>-1</sup> | 0,90  | <0,02 | <0,02 | <0,02 | <0,02 | <0,02 | <0,02 | <0,02 |
| N-NH <sub>3</sub>            | mg N.L <sup>-1</sup> | 0,75  | 1,20  | 2,40  | 0,50  | 7,30  | <0,02 | 12,0  | 2,20  |
| NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | mg N.L <sup>-1</sup> | 0,04  | 0,21  | <0,20 | <0,20 | 0,91  | <0,20 | <0,20 | 0,22  |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | mg N.L <sup>-1</sup> | <0,02 | 29,0  | 0,02  | 0,09  | <0,02 | <0,20 | <0,20 | <0,20 |

Diverses solutions existent afin de limiter ces accumulations de N-NH<sub>3</sub> et NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. Tout d'abord, l'utilisation du saccharose comme source de carbone organique au cours de la dénitrification ne semble pas optimale compte tenu de sa propension à favoriser de telles accumulations, comparativement à des sources plus simples telles que le méthanol par exemple (Phung et al, 2014). Ce dernier peut, en revanche, présenter certains risques lors de son transport ou sa manipulation. Le glucose, monomère du saccharose, peut alors s'avérer être une alternative de choix. Une diminution du ratio C/N utilisé au cours de la dénitrification peut aussi permettre de remédier à ces problèmes d'accumulation de N-NH<sub>3</sub> et de NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. En effet, le carbone en excès est prioritairement oxydé dans R4 et est donc source d'inhibition de l'oxydation des contaminants azotés (Schopf et al., 2018). La diminution du rapport C/N pourrait, en revanche, être responsable d'une dénitrification incomplète induisant une légère accumulation de NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

#### 4.2.4 Toxicité des effluents produits

Les 8 campagnes d'échantillonnage mentionnées ci-dessus ont aussi été réalisées à des fins d'étude de la toxicité de l'effluent produit au sein du pilote d'étude. Les certificats des analyses réalisées par des laboratoires externes à l'UQAT sont fournis en Annexe F. Pour la majorité des prélèvements, aucune toxicité anormale (> à 50 %) n'a été signalée, que ce soit pour les daphnies comme pour les truites (Tableau 4.3).



Tableau 4.3 : Résultats des essais de toxicité (en unité de toxicité TU) sur les daphnies et truites de l'effluent traité

|          | P1  |     | P2  |     | P3   |     | P4   | P5  |
|----------|-----|-----|-----|-----|------|-----|------|-----|
| Daphnies | < 1 | < 1 | < 1 | < 1 | < 1  | < 1 | 1,41 | < 1 |
| Truites  | < 1 | < 1 | < 1 | < 1 | 1,41 | < 1 | < 1  | < 1 |

En fait, deux prélèvements seulement se sont montrés toxiques, l'un pour les daphnies, certainement du fait d'une forte DCO ainsi que par une concentration en  $\text{N-NH}_3$  supérieure à la  $\text{DL}_{50}$ , de l'ordre de  $2\text{mg/L}$  (USEPA, 2013). L'autre épisode de toxicité concerne les truites. Ce dernier est concomitant à une accumulation de  $\text{NO}_2^-$  (cf. Tableaux 4.2 et 4.3) qui en est alors très certainement la cause.

#### 4.2.5 Efficacité du pilote d'étude

Les taux de traitement surfaciques (SARR) ont été calculés à partir des concentrations obtenues par colorimétrie lors du suivi analytique réalisé tout au long des essais. Ces valeurs sont donc déterminées pour une température de l'ordre de  $20^\circ\text{C}$ .

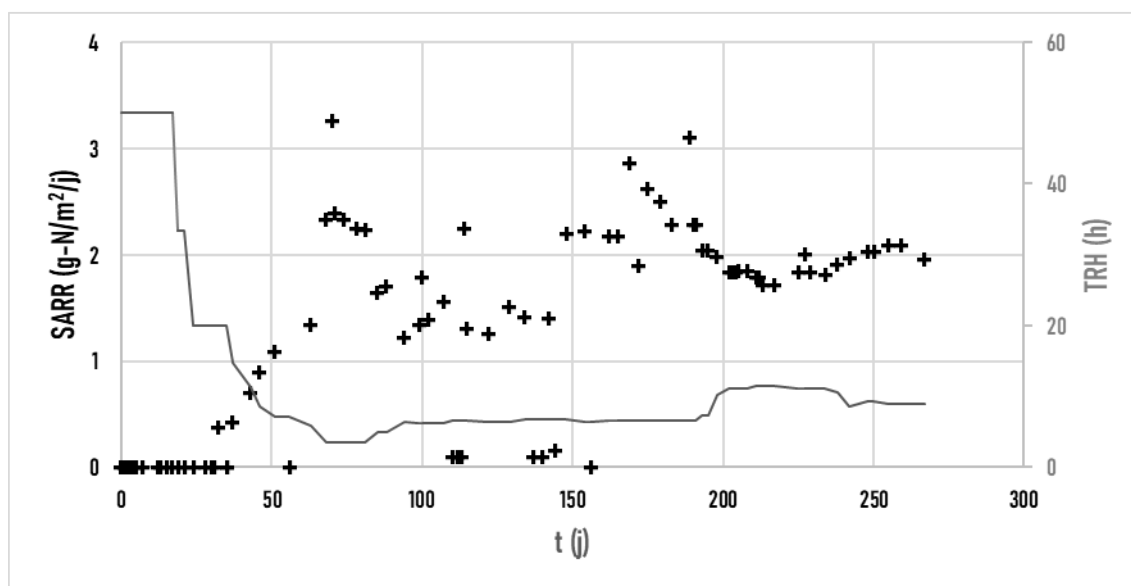


Figure 4.13 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R1 de la filière MBBR

Le réacteur R1 est soumis initialement à un TRH de 50 h puis ce dernier est progressivement ramené à 10 h (Figure 4.13). L'oxydation des  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , initialement nulle, se développe au cours des essais et atteint  $3,3\text{ g-N/m}^2/\text{j}$  lorsque le TRH est le plus faible ( $t = 70\text{ j}$ ). Aucune accumulation notable de  $\text{SCN}^-$  n'est cependant constatée lors de cet épisode. Cela implique que

l'oxydation des  $\text{SCN}^-$  en  $\text{N-NH}_3$  reste complète dans R1. Les capacités maximales de ce réacteur n'ont, par conséquent, peut-être pas totalement été atteintes.

Du fait de son volume plus élevé (40 L), le TRH appliqué au sein du réacteur R2 est bien supérieur à celui au sein de R1. Initialement de 400 h, celui-ci est progressivement diminué, au cours des 70 premiers jours d'essais, jusqu'à environ 30 h (Figure 4.14).

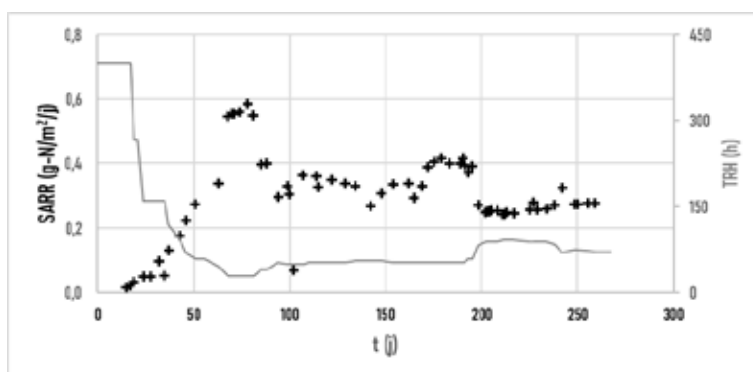


Figure 4.14 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R2 de la filière MBBR

La transformation de l'azote y est plus modérée que dans R1. Ainsi, la nitrification dans ce réacteur atteint  $0,59 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$ . Celle-ci a été atteinte sans accumulation de  $\text{N-NH}_3$  ou de  $\text{NO}_2^-$ , ce qui suggère que la limite maximale n'avait pas encore été totalement atteinte. Cela reste néanmoins bien en deçà des valeurs communément admises, de l'ordre de  $2 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$  (Ødegaard, 2006), pour la nitrification des eaux usées domestiques. Cela met notamment en avant l'influence importante de la salinité des eaux minières sur les performances de traitement par nitrification.

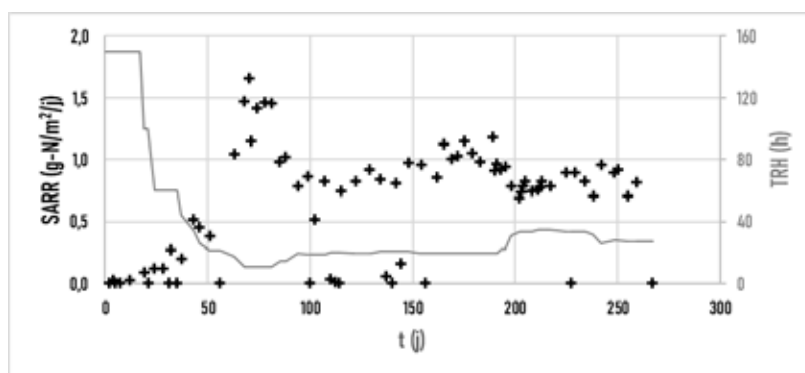


Figure 4.15 : Évolution du TRH et du SARR au sein du réacteur R3 de la filière MBBR

Le réacteur R3, dédié à la dénitrification de l'effluent, est quant à lui soumis à un TRH initial de l'ordre de 150 h (Figure 4.15). Après une période d'acclimatation de la biomasse, ce dernier est

progressivement diminué jusqu'à atteindre environ 30 h. Une réduction sous forme de  $N_2$  d'environ  $1,7 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$  est alors obtenue avec le TRH le plus court. L'accumulation de  $NO_3^-$  et de  $NO_2^-$  résiduels à ce stade pourrait être le signe que la capacité maximale du traitement était proche d'être atteinte.

#### 4.2.6 Évaluation des consommations en réactifs

Au cours des essais de nitrification-dénitrification, les consommations en réactifs ont demeurer globalement stables. Les fortes incertitudes liées à la mesure de celles-ci expliquent en partie la dispersion des valeurs obtenues. La consommation est alors comprise entre 0,09 et 0,16  $\text{g-NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4/\text{g-N}$  pour le phosphore (Tableau 4.4).

Tableau 4.4 : Suivi des consommations en réactifs (en  $\text{g/g-N}$  traité) lors des essais de traitement au sein de la filière MBBR

| Réactif                                   | Réacteur       | P1           |      | P2   |      | P3   |      | P4   | P5   |
|-------------------------------------------|----------------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$        | Pilote complet | 0,09         | 0,16 | 0,13 | 0,15 | 0,14 | 0,15 | 0,12 | 0,12 |
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$                  | R1             | 1,7          | 2,9  | 10,6 | 9,7  | -    | 0    | 4,2  | 0    |
|                                           | R2             | 3,5          | 0,6  | 2,4  | 1,4  | 4,6  | 3,6  | 2,8  | 3,9  |
|                                           | R1 + R2        | 2,2          | 1,4  | 3,5  | 2,3  | 4,6  | 3,4  | 2,9  | 3,7  |
| $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ | R3             | $\approx 10$ |      |      |      |      |      |      |      |

L'alcalinité initiale de l'effluent testé ne suffit pas à endiguer l'acidification liée à la nitrification au sein des réacteurs. Cela est généralement le cas pour les eaux minières (Jermakka et al., 2015). Compte tenu des concentrations en  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$  (les  $\text{CNO}^-$  et  $\text{NO}_2^-$  sont considérés comme négligeables) de l'ordre de  $50 \text{ mg/L}$  et de l'alcalinité de l'effluent légèrement supérieure à  $100 \text{ mg-CaCO}_3/\text{L}$ , environ  $1 \text{ g-CaCO}_3/\text{g-N}$  nitrifiable est initialement disponible. Cela est inférieur au  $7,1 \text{ g-CaCO}_3/\text{g-N}$  nécessaire (Hoang et al., 2014). L'ajout d'une solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  est donc nécessaire. Sa consommation montre des fluctuations plus marquées que pour le  $\text{PO}_4^{3-}$  et s'élève en moyenne à  $2,9 \text{ g-Na}_2\text{CO}_3/\text{g-N}$ , équivalent à  $2,7 \text{ g-CaCO}_3/\text{g-N}$ . Cela est plus faible que ce qui était attendu. Cela peut notamment s'expliquer par l'élévation de l'alcalinité lors de l'étape de précipitation des métaux préalables aux essais de nitrification-dénitrification n'a pas été pris en compte dans ce bilan. Oscillant entre 1,4 et  $4,6 \text{ g-Na}_2\text{CO}_3/\text{g-N}$  nitrifié sur l'ensemble du pilote, les consommations au sein mêmes des réacteurs connaissent des variations encore plus importantes, allant jusqu'à  $10,6 \text{ g-Na}_2\text{CO}_3/\text{g-N}$  au sein du réacteur R1. Ces périodes de consommations plus

élevées en alcalinité correspondent à une diminution de l'activité nitrifiante au sein de ce réacteur. Elles sont alors suivies d'une nette diminution, la consommation étant alors proche de 0 lorsque ce réacteur ne permet plus que la dégradation des  $\text{SCN}^-$  en  $\text{N-NH}_3$ .

Le saccharose, quant à lui, est alimenté afin de fournir un ratio massique C/N de l'ordre de 3,7, soit légèrement inférieur à 10 quand exprimé en g-DCO/g-N. Cela est bien supérieures aux recommandations émises pour des sources de carbone organiques, telles que le méthanol, l'éthanol ou les acétates par exemples. Dans ces conditions, le rapport C/N est usuellement compris entre 3 et 5 g-DCO/g-N (Zaitsev et al., 2008). Des diminutions à court-terme (de l'ordre de 1 à 2 jours) du ratio C/N ont été expérimentées. Celles-ci ont menées à des augmentations de  $\text{NO}_3^-$ . Cela a aussi été le cas lors de la période pour laquelle le débit d'alimentation en effluent était sous-estimé de l'ordre de 35 % (t compris entre 68 à 80 jours). Au cours de cette période, pour laquelle le rapport C/N est légèrement supérieur à 7 g-DCO/g-N, le  $\text{NO}_3^-$  représente jusqu'à 25 % de l'azote total initial de l'effluent en sortie de dénitrification. Des accumulations de  $\text{NO}_2^-$  ont aussi été constatées au cours de cette période. Cela est le signe d'une dénitrification incomplète dont la cause a été attribuée à un déficit en carbone organique. Le rétablissement du ratio C/N initial a alors été décidé.

#### **4.2.7 Identification des processus biochimiques impliqués au cours du traitement MBBR**

L'azote subit de nombreuses transformations au sein de la filière de réacteurs MBBR étudiée. L'eau alimentant le pilote est initialement composée de  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$  (environ 50 mg/L chacun). Cet effluent va subir une oxydation au sein de R1. L'azote y est alors quasi exclusivement sous forme  $\text{N-NH}_3$ . Cette évolution de la spéciation est accompagnée d'une diminution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ , de 7,1 ‰ à 0,8 ‰ (Figure 4.16). Cette augmentation de la concentration en  $\text{N-NH}_3$  accompagnée d'une diminution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  est typique de la dégradation biologique des  $\text{SCN}^-$  (Marcotte et al., 2023). Le  $\text{N-NH}_3$  est par la suite presque totalement oxydé dans le réacteur R2 ( $f < 0,01$ ). Comme nous aurions pu s'y attendre dans le cas de la nitrification biologique, une augmentation de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  est alors constatée. Celui-ci est alors de 13,2 ‰ dans le réacteur R2. Une légère augmentation de la concentration en  $\text{N-NH}_3$  est constatée ( $f \approx 0,02$ ) au sein du réacteur R3. Celle-ci s'accompagne d'une augmentation de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  s'élevant alors à 18,6 ‰. Les concentrations en  $\text{N-NH}_3$  et les compositions isotopiques  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  restent relativement stables dans le réacteur suivant (R4) ainsi que dans l'effluent traité (15,9 et 17,3 ‰ respectivement).

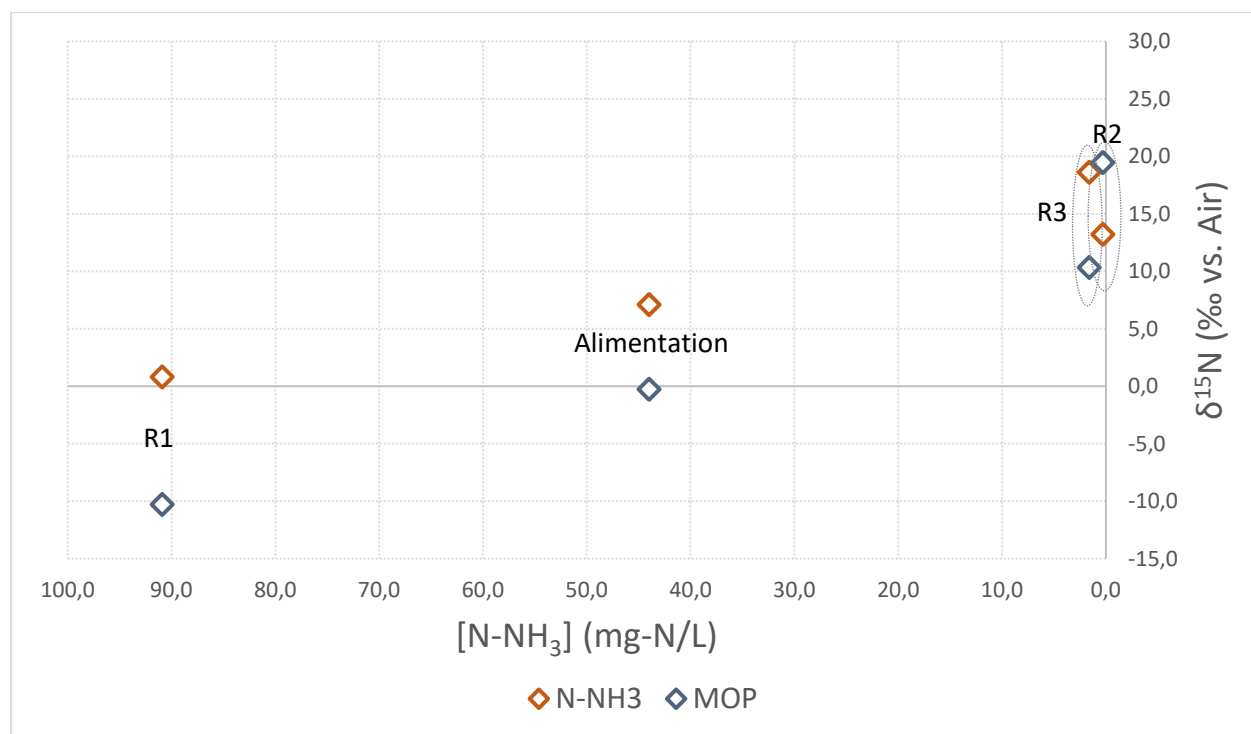


Figure 4.16 : Évolution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  et de  $\delta^{15}\text{N-MOP}$  au cours des essais de traitement MBBR

La composition isotopique de la biomasse ( $\delta^{15}\text{N-MOP}$ ) connaît une évolution semblable à celle de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ . Initialement très proche de 0 ‰ dans l'effluent alimentant le pilote,  $\delta^{15}\text{N-POM}$  descend jusqu'à - 10,3 ‰ dans R1 et connaît une remontée, comme dans le cas de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ , jusqu'à atteindre 19,5 ‰ en sortie de R2. Une nouvelle diminution de  $\delta^{15}\text{N-POM}$ , aux alentours de 11 ‰, est observé au sein du réacteur R3. Une raison possible est la formation de  $\text{N-NH}_3$  par DNRA. Cette hypothèse prend une considération particulière compte-tenu de l'excès de carbone organique appliqué au sein de ce réacteur favorable au DNRA. L'augmentation de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  concomitante à la diminution de  $\delta^{15}\text{N-POM}$  pourrait aussi indiquer une dégradation de biomasse accumulée dans le réacteur R3.  $\delta^{15}\text{N-POM}$  reste, par la suite, relativement stable au sein du réacteur R4 et dans l'effluent traité.

### 4.3 Essais de traitement par promotion de l'atténuation naturelle

À la vue des informations exposées dans la revue de littérature de ce présent mémoire, la promotion de l'atténuation naturelle est jugée comme étant une alternative de premier intérêt dans le cadre du traitement des contaminants azotés présents dans des effluents miniers salins. Ce choix est

notamment conforté par les faibles coûts de mise en place, comparativement à d'autres méthodes plus traditionnelles, d'une telle approche semi-passive.

### 4.3.1 Essai préliminaire en chambre de culture

Des essais initiaux ont été réalisés sur un effluent minier faiblement salin dans une chambre de croissance. Une augmentation significative de la turbidité a alors été observée dans l'effluent auquel une solution fertilisante avait été ajoutée (à respectivement 1, 2 et 3 mg- $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ ). En revanche, aucune croissance n'a été observée lorsqu'aucune solution d'engrais n'a été ajoutée.

Tableau 4.5 : Évolution des concentrations en contaminants azotés au cours des essais en chambre de culture

| Contaminant     | Ajout de $\text{PO}_4^{3-}$ (mg/L) | Initiale | Finale | Balance (%) |
|-----------------|------------------------------------|----------|--------|-------------|
| $\text{SCN}^-$  | 0                                  | 3,4      | < 1    | - 100       |
|                 | 1                                  |          | < 1    | - 100       |
|                 | 3                                  |          | < 1    | - 100       |
|                 | 5                                  |          | < 1    | - 100       |
| $\text{CNO}^-$  | 0                                  | 0,2      | < 1    | - 100       |
|                 | 1                                  |          | < 1    | - 100       |
|                 | 3                                  |          | < 1    | - 100       |
|                 | 5                                  |          | < 1    | - 100       |
| $\text{N-NH}_3$ | 0                                  | 18       | 13,9   | - 23        |
|                 | 1                                  |          | 1,7    | - 91        |
|                 | 3                                  |          | 0,8    | - 96        |
|                 | 5                                  |          | 1,3    | - 93        |
| $\text{NO}_2^-$ | 0                                  | 0,1      | 0,1    | + 16        |
|                 | 1                                  |          | 0,1    | + 6         |
|                 | 3                                  |          | 0,1    | + 9         |
|                 | 5                                  |          | 0,1    | + 13        |
| $\text{NO}_3^-$ | 0                                  | 0,1      | 0,1    | + 8         |
|                 | 1                                  |          | 0,1    | + 2         |
|                 | 3                                  |          | 0,1    | + 4         |
|                 | 5                                  |          | 0,1    | - 2         |

Ces observations sont cohérentes avec les valeurs de pH mesurées. Une augmentation de ce dernier est en effet attendue lors de la croissance des algues (Marcotte et al., 2023). Alors que le pH est

resté pratiquement constant lorsqu'aucune solution de  $\text{PO}_4^{3-}$  n'a été ajoutée, une augmentation a été observée pour les échantillons expérimentant la croissance d'algues. Ceci confirme l'hypothèse initiale selon laquelle la quantité de  $\text{PO}_4^{3-}$  initialement présente dans les effluents miniers étudiés est trop faible pour soutenir efficacement la promotion de l'atténuation naturelle. Les échantillons qui ont connu une croissance algale notable (lors de l'ajout de  $\text{PO}_4^{3-}$ ) ont montré une diminution significative de TN, et particulièrement de  $\text{N-NH}_3$ . Par exemple, alors que le  $\text{N-NH}_3$  a légèrement diminué (23 %) lorsque aucun  $\text{PO}_4^{3-}$  n'a été ajouté, une diminution supérieure à 90 % a été observée pour les autres tests (Tableau 4.5). Cela confirme que l'atténuation naturelle des composés azotés pourrait être améliorée par l'ajout d'une source de  $\text{PO}_4^{3-}$ .

### 4.3.2 Suivi des conditions opératoires des essais in-situ

Les températures des bacs ont fluctué entre 11 et 25°C au cours des essais, en raison des variations météorologiques et des moments de mesure (matin ou après-midi). Toutefois, elles sont restées homogènes entre les bacs pour une même date, garantissant des conditions similaires.

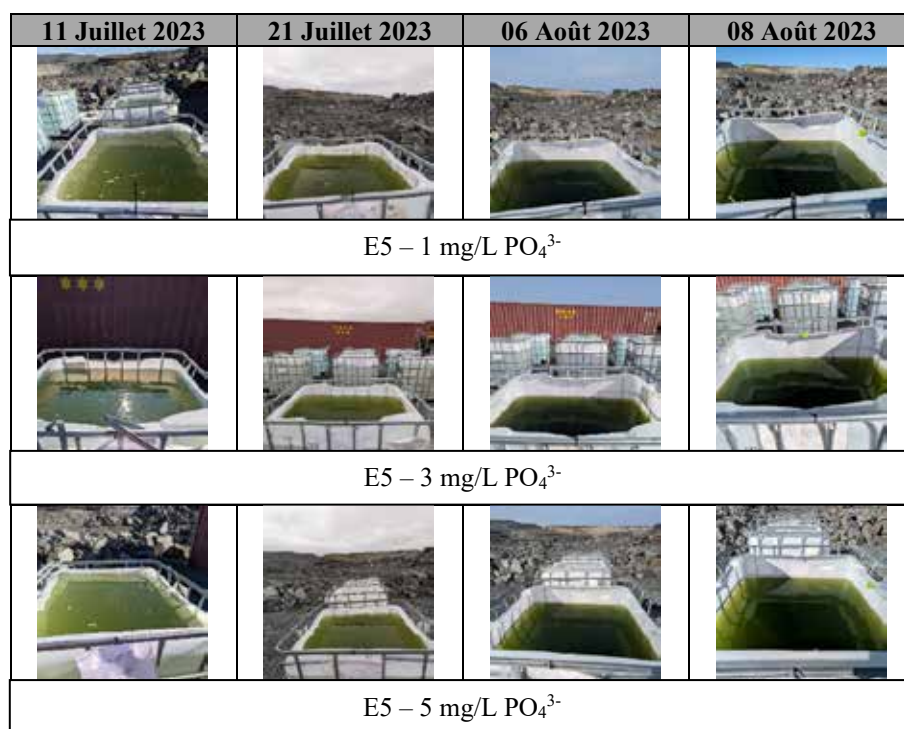


Figure 4.17 : Évolution de la turbidité au cours des essais de promotion de l'atténuation naturelle sur l'effluent minier réel E5

Les essais en plein air ont exposé les bacs à l'évaporation et aux précipitations, nécessitant un contrôle régulier des niveaux d'eau. En raison des faibles précipitations, les volumes ont diminué

de 15 à 20 %, passant de 965 (A4) -1050 L (A9) initialement à 800 (A2 et A7) -860 L (A1 et A3). Pour éviter les biais liés aux variations de concentration, les contaminants sont exprimés en masse totale plutôt qu'en concentration. La turbidité, indicatrice de la présence de matières en suspension et de microalgues, a évolué différemment selon les effluents. Stable pour E1, elle a augmenté pour E5 dès les premiers jours des essais (de 20 à 60 UFA en 7 jours). La turbidité a ensuite connu une évolution plus modérée (Figure 4.17). Dans le cas de l'effluent E4, la turbidité s'est maintenue relativement constante pendant une bonne partie des essais. L'augmentation de la turbidité a alors principalement eut lieu au cours des derniers jours des essais et s'est avéré bien plus importante lorsque des ajouts 3 et 5 mg/L de  $\text{PO}_4^{3-}$  avaient été réalisés (Figure 4.18).

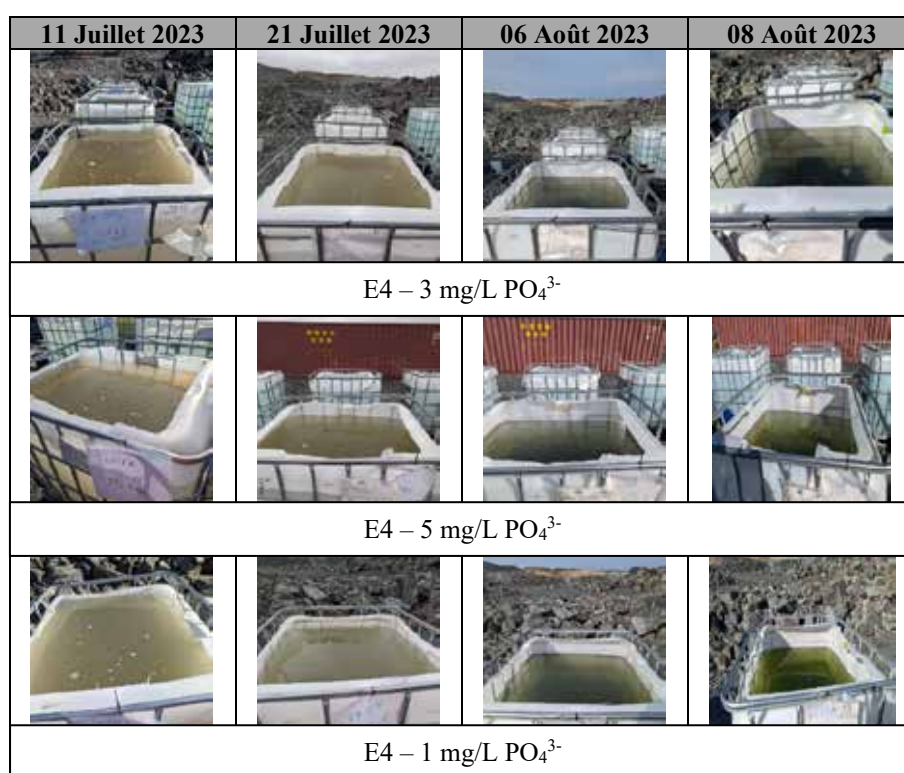


Figure 4.18 : Évolution de la turbidité au cours des essais de promotion de l'atténuation naturelle sur l'effluent minier réel E4

Le pH initial d'environ 8 est resté stable hors périodes de forte croissance algale. Pour R5, il a augmenté jusqu'à 10 en six jours, tandis que pour E4, la hausse plus tardive (durant les 2-3 derniers jours des essais) était modérée et dépendante du dosage de  $\text{PO}_4^{3-}$ . Aucune augmentation notable n'a été observée pour E1.



L'alcalinité a évolué différemment selon les effluents. Elle a diminué lors de la croissance des algues pour E5 et E4, conséquence de l'assimilation des carbonates par les algues autotrophes, mais a augmenté dans d'autres cas, notamment par dégradation des  $\text{SCN}^-$ . Ces hausses de pH, concomitantes à des baisses d'alcalinité, observées pour E5 et au cours des derniers jours d'essai pour E4, sont cohérentes avec les observations faites dans d'autres études (Chapman et al., 2007, Marcotte et al., 2023), car ces changements sont des conséquences directes de la prolifération des algues. L'alcalinité inférieure à 50-100 mg- $\text{CaCO}_3/\text{L}$  peut limiter la croissance des algues (Marcotte et al., 2023) et expliquer l'absence de croissance algale au début des essais sur E5 et leur développement plus tardif comparé à E4.

Le POR n'a été mesuré que les premières et dernières semaines en raison d'un dysfonctionnement de la sonde. Il est resté stable pour E1 mais a diminué pour E4 et E5, cette baisse coïncidant avec la phase de croissance des algues pour E5. L'oxygène dissous (OD) a montré des tendances distinctes selon les effluents. Il est resté stable pour E1, tandis qu'une forte augmentation a été observée pour E5 pendant la croissance algale, atteignant la limite de mesure de la sonde (15 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ ). La baisse en fin d'essais résulte du déclin de la biomasse et de la consommation d'OD par sa dégradation. Pour E4, l'OD a chuté jusqu'à des conditions quasi-anaérobies ( $< 2 \text{ mg/L}$ ) pour les faibles dosages en  $\text{PO}_4^{3-}$ , avant d'augmenter légèrement avec le développement des algues. Ces fluctuations sont également influencées par l'alternance jour-nuit, la photosynthèse augmentant l'OD le jour et la respiration le réduisant la nuit.

### 4.3.3 Évolution de la spéciation de l'azote

Les trois effluents testés contenaient initialement différentes charges de contaminants azotés, notamment  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , allant respectivement de 3,4 à 80 mg-N/L et de 0,2 à 53 mg-N/L (Tableau 4.6). Les concentrations de ces contaminants changent de manière significative au cours des 32 jours d'essais de croissance des algues. Le  $\text{CNO}^-$ , par exemple, est presque complètement éliminé, même pour E1, l'effluent le plus contaminé contenant initialement 53 mg-N/L, qui n'a pas connu de prolifération d'algues. La diminution des concentrations en  $\text{CNO}^-$  ne semble donc pas être liée à la croissance des algues. D'autre part, les changements de concentration en  $\text{SCN}^-$  dépendent de l'effluent testé. Ainsi, alors qu'une diminution négligeable ( $< 10 \%$ ), a été observée pour E1 et E5, une nette diminution a été rapportée pour E4 ( $\geq 90 \%$ ). Cette réduction semble également être affectée par le dosage de  $\text{PO}_4^{3-}$  utilisé, étant d'autant plus importante que l'ajout de

$\text{PO}_4^{3-}$  est élevé. Plus de 87% des  $\text{SCN}^-$  ont donc été éliminés à la fin des essais pour A1 (1 mg- $\text{PO}_4^{3-}$ /L), et même la quasi-totalité pour A3 (5 mg/L). Le suivi régulier de la masse de  $\text{SCN}^-$  contenue dans les différents bacs montre également que cette réduction n'est pas constante tout au long de la période d'essai. Alors qu'il n'y a pratiquement pas eu de réduction au cours des 19 premiers jours, il y a eu une forte baisse au cours des derniers jours.

Tableau 4.6 : Évolutions des masses de contaminants impliqués dans les essais de promotion de l'atténuation naturelle

| Effluent                            |                | R <sub>4</sub> |        |        | R <sub>1</sub> |      |        | R <sub>5</sub> |        |      |
|-------------------------------------|----------------|----------------|--------|--------|----------------|------|--------|----------------|--------|------|
| Dosage en $\text{PO}_4^{3-}$ (mg/L) |                | 1              | 3      | 5      | 1              | 3    | 5      | 1              | 3      | 5    |
| Essais                              |                | A1             | A2     | A3     | A4             | A5   | A6     | A7             | A8     | A9   |
| N- $\text{SCN}^-$                   | Initial (g)    | 22,8           | 21,7   | 22,5   | 78,4           | 75,6 | 77,6   | 3,3            | 3,3    | 3,5  |
|                                     | Final (g)      | 2,5            | 1,9    | < 0,1  | 71,8           | 72,1 | 76,0   | 3,0            | 3,3    | 3,4  |
|                                     | Balance (g)    | 20,3           | 19,8   | > 22,4 | 6,6            | 3,6  | 1,6    | 0,3            | 0,0    | 0,1  |
|                                     | Enlèvement (%) | 89,2           | 91,2   | > 99,8 | 8,4            | 4,7  | 2,1    | 8,6            | 0,4    | 1,7  |
| N- $\text{CNO}^-$                   | Initial (g)    | 6,2            | 5,9    | 6,1    | 53,3           | 51,5 | 52,8   | 0,2            | 0,2    | 0,2  |
|                                     | Final (g)      | < 0,1          | < 0,2  | < 0,2  | 0,9            | 1,7  | < 0,3  | 0,1            | < 0,1  | 0,1  |
|                                     | Balance (g)    | > 6,1          | > 5,7  | > 5,9  | 52,4           | 49,8 | > 52,5 | 0,1            | > 0,1  | 0,1  |
|                                     | Enlèvement (%) | > 98,7         | > 97,7 | > 97,6 | 98,3           | 96,8 | > 99,5 | 52,7           | > 66,5 | 43,6 |
| N- $\text{NH}_3$                    | Initial (g)    | 29,9           | 28,4   | 29,6   | 64,0           | 61,8 | 63,3   | 18,0           | 18,0   | 18,9 |
|                                     | Final (g)      | 36,1           | 34,4   | 35,3   | 57,1           | 58,2 | 59,0   | 0,6            | 0,7    | 0,9  |
|                                     | Balance (g)    | -6,3           | -6,0   | -5,7   | 6,9            | 3,5  | 4,3    | 17,4           | 17,3   | 18,1 |
|                                     | Enlèvement (%) | -20,9          | -21,0  | -19,2  | 10,8           | 5,7  | 6,8    | 96,5           | 96,4   | 95,5 |
| N- $\text{NO}_2^-$                  | Initial (g)    | < 0,2          | < 0,2  | < 0,2  | 0,3            | 0,3  | 0,3    | 0,4            | 0,4    | 0,4  |
|                                     | Final (g)      | < 0,2          | < 0,2  | < 0,2  | 0,1            | 0,2  | 0,2    | 0,0            | 0,1    | 0,2  |
|                                     | Balance (g)    | -              | -      | -      | 0,1            | 0,1  | 0,1    | 0,3            | 0,2    | 0,2  |
|                                     | Enlèvement (%) | -              | -      | -      | 50,2           | 38,1 | 32,3   | 88,8           | 60,1   | 56,7 |
| N- $\text{NO}_3^-$                  | Initial (g)    | 4,1            | 3,9    | 4,1    | 21,0           | 20,2 | 20,8   | 0,2            | 0,2    | 0,2  |
|                                     | Final (g)      | < 0,1          | < 0,1  | < 0,1  | 19,1           | 17,6 | 17,7   | 0,3            | 0,3    | 0,3  |
|                                     | Balance (g)    | > 4,0          | > 3,8  | > 4,0  | 1,9            | 2,6  | 3,1    | -0,1           | -0,0   | -0,0 |
|                                     | Enlèvement (%) | > 97,9         | > 98,0 | > 97,9 | 9,2            | 13,0 | 14,8   | -28,7          | -14,1  | -9,1 |

L'évolution de la masse de  $\text{N-NH}_3$  contenue dans les différents bacs lors des essais in situ dépend de l'effluent étudié. Par exemple, alors que la masse de  $\text{N-NH}_3$  contenue dans E4 tend à augmenter, en raison de l'oxydation des  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$ , elle diminue pour E5 durant les 20 premiers jours. Cette période correspond à une phase de croissance algale intense. Dans le cas des essais menés sur l'effluent E1, une légère diminution de  $\text{N-NH}_3$  est constatée ( $\approx 5$  à  $10\%$ ). Du fait de l'absence de signe d'activité biologique significative (turbidité constante, pas de formation de  $\text{NO}_3^-$ , conditions peu favorables à la dénitrification), ce dernier résultat reste inexpliqué. Le  $\text{NO}_2^-$  a aussi fait l'objet d'un suivi régulier et n'a pas montré de variations significatives. Il est ainsi resté globalement négligeable dans le bilan global de l'azote.

Le  $\text{NO}_3^-$  est relativement constant au cours des tests effectués sur R5. Ceci, ajouté à la diminution de  $\text{N-NH}_3$ , tend à confirmer l'hypothèse selon laquelle les algues assimilent préférentiellement  $\text{N-NH}_3$  au lieu de  $\text{NO}_3^-$ . Cela indique également que l'assimilation par les algues est le principal processus et que la nitrification peut être considérée comme négligeable. Les résultats des  $\text{NO}_3^-$  pour R1 et R4 sont un peu plus difficiles à interpréter. Les mesures montrent alors des variations imprévisibles. Celles-ci pourraient être partiellement attribuées à la dilution nécessaire des échantillons pour effectuer l'analyse. C'est particulièrement le cas pour R1 qui a nécessité la plus forte dilution. De légères diminutions du  $\text{NO}_3^-$  semblent toutefois s'être produites.

Un bilan massique de l'azote est effectué selon les états initiaux et finaux caractérisés par les laboratoires du Bureau Veritas. Au cours des essais sur R4, une diminution d'environ 25 g de TN est observée. La masse de  $\text{SCN}^-$  a diminué d'environ 20 g, tandis que 6 g de  $\text{CNO}^-$  ont également été éliminés. Dans le même temps, le  $\text{N-NH}_3$  n'a augmenté que d'environ 6 g. Aucun signe de nitrification notable n'a été observé. Cette diminution de TN, environ 40 %, pourrait être en partie liée à la croissance massive des algues observée au cours des derniers jours. Même si aucune algue n'a poussé pendant les tests effectués sur R1, l'azote total a diminué de près de 60 g. Le  $\text{CNO}^-$  est la principale espèce concernée (perte de 52,4 g). Comme aucune croissance d'algues n'a été observée, une augmentation équivalente de la masse de  $\text{N-NH}_3$  (ou forme plus oxydée comme  $\text{NO}_2^-$  ou  $\text{NO}_3^-$ ) était attendue. Ces résultats restent inexpliqués. R5, moins contaminée, a atteint une diminution de TN encore plus élevée (approximativement 80%). Cela correspond au traitement d'environ 18 g de TN pour chacun de ces tests. Celle-ci est principalement due à une forte diminution de  $\text{N-NH}_3$ . Ceci est cohérent avec les données mesurées sur site par colorimétrie qui

ont montré une diminution significative de ce paramètre pendant les deux premières semaines de croissance massive des algues.

#### 4.3.4 Identification et dénombrement des souches d'algues et de bactéries

Les populations d'algues et de bactéries ont été identifiées et dénombrées par *Larratt Aquatic Consulting* (certificats d'analyse fournis en annexe) au début et à la fin du projet. Initialement, l'effluent R<sub>4</sub> était dominé par des bactéries et des micro-chrysophytes. Les micro-chrysophytes dominantes comprenaient *Chromulina nebulosa* et *Stichogloea cf. doederleinii*. Les concentrations de limon et de détritrus organique ont été jugées communes. R<sub>1</sub> était dominée par de grandes quantités de limon et contenait de faibles densités de *Chromulina nebulosa* et de bactéries. R<sub>5</sub> était dominée par des bactéries et des micro-flagellés. Les micro-flagellés dominants comprennent des espèces de *Chrysococcus*. Cet échantillon contenait également plusieurs amiboïdes. Les concentrations de limon et de détritrus organique ont été jugées communes. À la fin du projet, les échantillons A2, A3 (R<sub>4</sub>), A7, A8 et A9 (R<sub>5</sub>) présentaient des densités variables d'une efflorescence d'algues vertes, suffisamment importante pour colorer les échantillons en vert vif. L'échantillon A1 présentait une abondance de taxons similaires à ceux de ces échantillons, ainsi qu'une abondance de bactéries aquatiques. Les échantillons A4, A5 et A6 (tests sur R<sub>1</sub>) présentaient, quant à eux, un dénombrement d'algues pratiquement nul. Ces densités de biomasse sont cohérentes avec les observations précédentes. Des cyanobactéries, présentes dans pratiquement tous les environnements aquatiques, ont aussi été observées dans les échantillons A1 (faible), A2 (faible), A3 (commun) et A7 (commun). Le risque de cyanotoxicité posé par les échantillons A1 et A2 est négligeable, tandis que les échantillons A3 et A7 présentent un risque faible. D'autres souches, comme *Chrysochromulina*, pourraient avoir des effets nocifs. Seules des traces ont été détectées dans les échantillons A1, A2 et A3 à des concentrations très faibles (7 - 154 cellules/mL). Le risque de toxicité de *Chrysochromulina* dans ces échantillons est donc négligeable. Les problèmes de toxicité ne se posent que lorsque cette algue prolifère (par exemple, ~600 000 cellules/mL).

#### 4.3.5 Efficacité du traitement semi-passif

Les diminutions de N-NH<sub>3</sub> pour R<sub>5</sub> sont particulièrement marquées au cours des 19 premiers jours. Au cours de cette période, la masse de N-NH<sub>3</sub> dans les bacs est passée de près de 19 à un peu moins de 3 g de N. Ramené à la surface occupée au sol ( $\approx 1 \text{ m}^2$ ), cela correspond à une assimilation d'environ 840 mg N-NH<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>/j. Sur l'ensemble de la période d'essai (32 jours), cela correspond à

une diminution de 590 mg N-NH<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>/j. Le SARR réel en N-NH<sub>3</sub> est même un peu plus élevé, car R<sub>5</sub> contenait à l'origine du SCN<sup>-</sup> et du CNO<sup>-</sup> et atteindrait alors 600 mg N-NH<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>/j.

Même si une croissance des algues a été observée pour les tests sur R<sub>4</sub>, une augmentation de N-NH<sub>3</sub> a été observée. Ceci est dû à l'oxydation des SCN<sup>-</sup> et CNO<sup>-</sup>. Cette augmentation n'est, en revanche, pas équilibrée par la baisse de SCN<sup>-</sup> / CNO<sup>-</sup>, indiquant que la croissance des algues était responsable d'une consommation significative de N-NH<sub>3</sub>, comprise entre 620 et 710 mg N-NH<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>/j (pour les ajouts de 1 et 5 mg-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> respectivement).

### 4.3.6 Évaluation des consommations en réactifs

Le comportement du PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> a varié en fonction des tests réalisés. Par exemple, pour le traitement R<sub>5</sub>, la concentration en PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> a diminué rapidement pour atteindre la concentration initiale après seulement une semaine, même pour les doses plus élevées. Ce phénomène est en adéquation avec la prolifération des algues observée durant cette période, ainsi qu'avec l'augmentation du pH, favorable à la précipitation du PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Bien qu'une croissance significative des algues ait été notée à la fin des essais avec R<sub>4</sub>, la concentration en PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> est restée globalement stable tout au long de la période d'expérimentation. Cette stabilité a également été constatée pour R<sub>1</sub>, où aucune croissance notable de la biomasse n'a été observée.

### 4.3.7 Identification des processus biochimique impliqué au cours du traitement semi-passif

L'utilisation des données isotopiques, des  $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  notamment, s'avère un outil pertinent pour l'identification de processus impliqués au cours du cycle géochimique de l'azote (Hendry et al., 2023; Marcotte et al., 2023). L'assimilation par les algues, la nitrification ou la dénitrification, par exemples, font partie des processus susceptibles d'engendrer des fractionnements isotopiques.

Une augmentation significative de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  est constatée lors des premiers jours des essais menés sur E5 (essais A7, A8 et A9), passant d'environ 5 ‰ à environ 16-18 ‰, dépendamment des essais, au bout de 10 jours (Figure 4.19). Un facteur de fractionnement  $\alpha_{\text{N-NH}_3}^{\text{POM}} = 0,992$ , appliqué dans un modèle de Rayleigh, modélise assez fidèlement l'évolution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  au cours de cette première partie des essais. Aux vues des données existantes dans la littérature, la valeur obtenue pour  $\alpha_{\text{N-NH}_3}^{\text{POM}}$  s'avère un peu élevée, celle-ci étant plus usuellement de l'ordre de 0,98 (Hendry et al., 2018). Bien que la concentration en N-NH<sub>3</sub> ait continué de décroître dans un deuxième temps (jours 11 à 30),

l'évolution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  diverge fortement. Ainsi, alors qu'une faible augmentation est constatée pour l'essai A9,  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  diminue significativement pour A7, et dans une moindre mesure pour A8. Les valeurs de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  à la fin des essais sont de 4,7, 16,3 et 20,1 ‰ pour les essais A7, A8 et A9, respectivement. Cela pourrait notamment être le signe de changements des processus biochimiques impliqués ou de leurs contributions respectives.

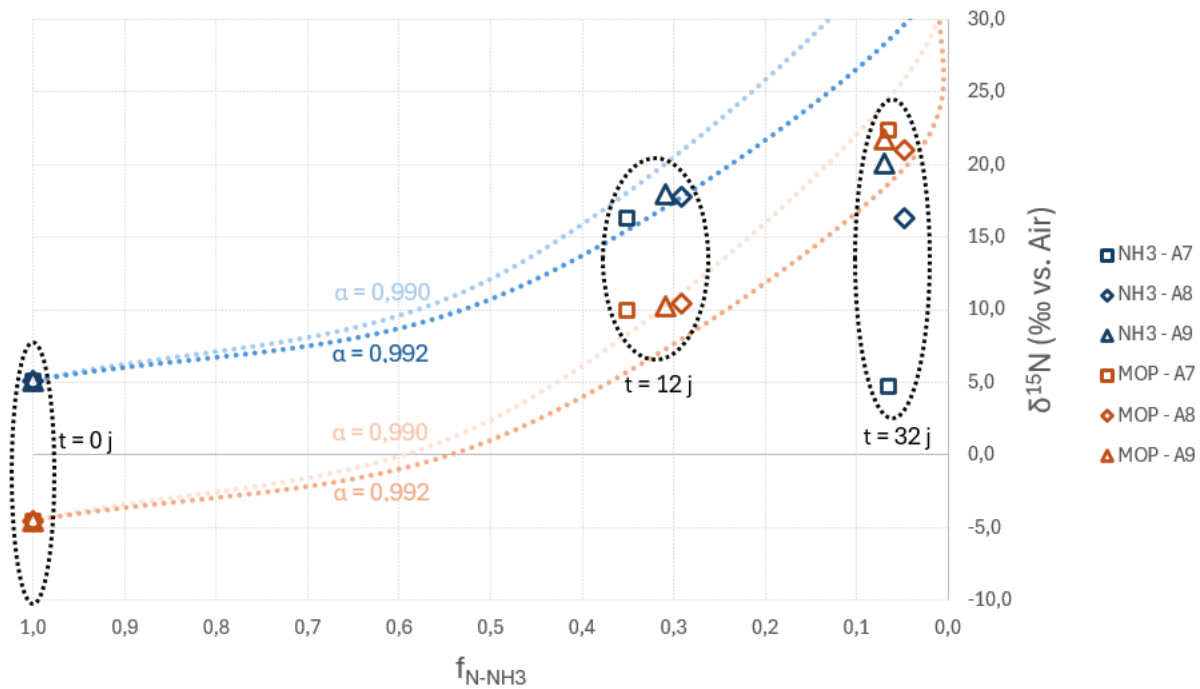


Figure 4.19 : Évolution de  $\delta^{15}\text{N-NH}_3$  et  $\delta^{15}\text{N-MOP}$  au cours des essais A7 à A9 de promotion de l'atténuation naturelle

Comme l'indique Marcotte et al. (2022), l'évaporation peut mener à une mauvaise interprétation des données isotopiques du cycle de l'azote décrite au sein d'un système de Rayleigh. Cela est dû à l'effet de l'évaporation sur  $f$ , par concentration des contaminants résiduels. Dans le cas des présents essais, l'évaporation s'est avérée non négligeable (de l'ordre de 15 à 20 %). Un changement de la définition de la fraction résiduelle  $f$  prenant alors en compte les masses de contaminants en présence (équation 4.1) au lieu des concentrations doit permettre de pallier ce problème.

Équation 4.1 :

$$f_{corr} = \frac{m_t}{m_i} = \frac{C_t \cdot V_t}{C_i \cdot V_i}$$

Dans le cas des présents essais, cette correction apporte peu de changements, l'ensemble des données restant modélisables, au sein d'un système de Rayleigh, par un processus dont le facteur de fractionnement  $\alpha_{N-NH_3}^{POM} = 0,991$ .

Au cours de la deuxième partie des essais ( $t > 12$  j), bien que  $\delta^{15}N$ -MOP continue de suivre une évolution vraisemblablement imputable au développement biologique, l'assimilation ne permet plus de décrire l'évolution de  $\delta^{15}N$ - $NH_3$ . Cela renforce l'hypothèse voulant qu'un nouveau processus soit impliqué dans l'évolution des concentrations et de la composition isotopique de  $N-NH_3$ . Aucune accumulation notable de  $NO_2^-$  ou de  $NO_3^-$  n'étant constatée, la piste de la nitrification est peu probable, d'autant plus avec le pH atteint ( $\approx 10$ ) au cours de cette période. L'élévation de ce dernier a en revanche fait évoluer la spéciation de  $N-NH_3$ ,  $NH_4^+$  étant majoritaire au début des essais ( $pH_i = 8 < pK_a(NH_4^+/NH_3)$ ) et  $NH_3$  au bout de quelques jours. La piste de la volatilisation serait donc plus réaliste. Outre les conditions de pH, l'exposition des bacs au soleil et au vent, ainsi que l'échange permanent d' $O_2$  des eaux sursaturées vers l'atmosphère peuvent, eux aussi, avoir promu la volatilisation. Ce processus implique cependant préférentiellement le  $^{14}N$ . Une augmentation de  $\delta^{15}N$ - $NH_3$  est donc attendue dans le pool résiduel de  $N-NH_3$ . La sorption pourrait pour sa part expliquer une diminution de  $\delta^{15}N$ - $NH_3$ . Bien que le pH à la fin des essais et donc de la spéciation de  $N-NH_3$ ,  $NH_4^+$  étant fortement minoritaire, n'y soient pas favorables, la sorption de  $N-NH_3$  sur la biomasse pourrait être un processus prépondérant. Comme le mentionne Marcotte et al. (2022), une diminution de  $\delta^{15}N$ - $NH_3$  peut aussi parfois être imputable à la dégradation de  $SCN^-$  et de  $CNO^-$ .

Les données isotopiques  $\delta^{15}N$  et  $\delta^{18}O$  des  $NO_3^-$  sont aussi sources d'intérêt (Figure 4.20). Ceux-ci connaissent une légère augmentation de  $\delta^{15}N$ , associée à une diminution de  $\delta^{18}O$  au cours des premiers jours d'essais. Cela invalide l'hypothèse de l'existence d'assimilation de  $NO_3^-$  au cours de cette phase. Les augmentations concomitantes de  $\delta^{15}N$ - $NO_3^-$  et de  $\delta^{18}O$ - $NO_3^-$  dans un deuxième temps pourraient, en revanche, laisser penser que l'assimilation de  $NO_3^-$  a lieu. Les pentes obtenues à l'aide de la représentation de l'évolution de  $\delta^{15}N$ - $NO_3^-$  en fonction de celle de  $\delta^{18}O$ - $NO_3^-$  sont de 0,44, 0,14 et 0,21 pour A7, A8 et A9 respectivement. Cela est faible aux vues des données existantes dans la littérature, celles-ci étant plutôt de l'ordre de 0,5 à 0,6 pour l'assimilation des  $NO_3^-$  dans des eaux salines et de l'ordre de 1 pour les eaux douces (Granger et al., 2004). Plus encore que pour les données relatives à  $N-NH_3$ , les suivis par colorimétrie des  $NO_3^-$  sont entachés de nombreuses incertitudes ayant pu fausser ces valeurs, qui nécessiterait alors confirmation. Cela

est tout de même cohérent avec la diminution des concentrations en  $\text{NO}_3^-$  observées au cours de la deuxième partie des essais principalement et des études existantes, faisant état d'une possible assimilation des  $\text{NO}_3^-$  après épuisement de  $\text{N-NH}_3$  (Li et al., 2022). La diminution des concentrations en  $\text{NO}_3^-$ , ainsi que les conditions (OD, POR) oxydantes observées, invalident pour leur part l'existence de nitrification ou de dénitrification.

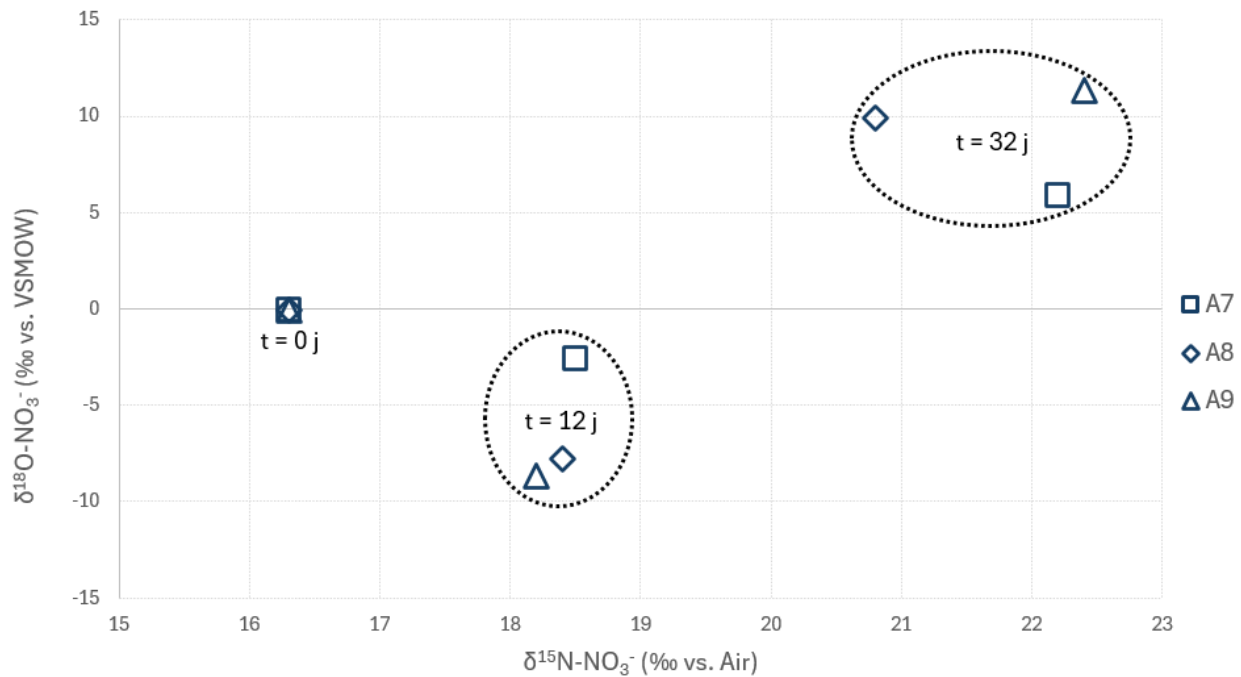


Figure 4.20 : Évolutions de  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{18}\text{O-NO}_3^-$  au cours des essais A7 à A9 de promotion de l'atténuation naturelle

Dans le cas des essais A1 à A3, les évolutions de  $\text{N-NH}_3$  et de sa composition isotopique ne peuvent être modélisées à l'aide des équations de Rayleigh. En effet, la présence non-négligeable de  $\text{SCN}^-$  et  $\text{CNO}^-$  induit une augmentation en  $\text{N-NH}_3$  au cours des essais. Cela reviendrait à une augmentation graduelle de la fraction résiduelle  $f$  au cours des essais, celui-ci étant constamment supérieur à 1. Une modification de la définition  $f_{\text{corr}}$  (Équation 4.2) de  $f$  est alors apportée afin de tout de même permettre une représentation graphique (Figure 4.21).

Équation 4.2 :

$$f_{\text{corr}} = \frac{\sum(\text{SCN}^- + \text{CNO}^- + \text{N-NH}_3)_t}{\sum(\text{SCN}^- + \text{CNO}^- + \text{N-NH}_3)_0}$$



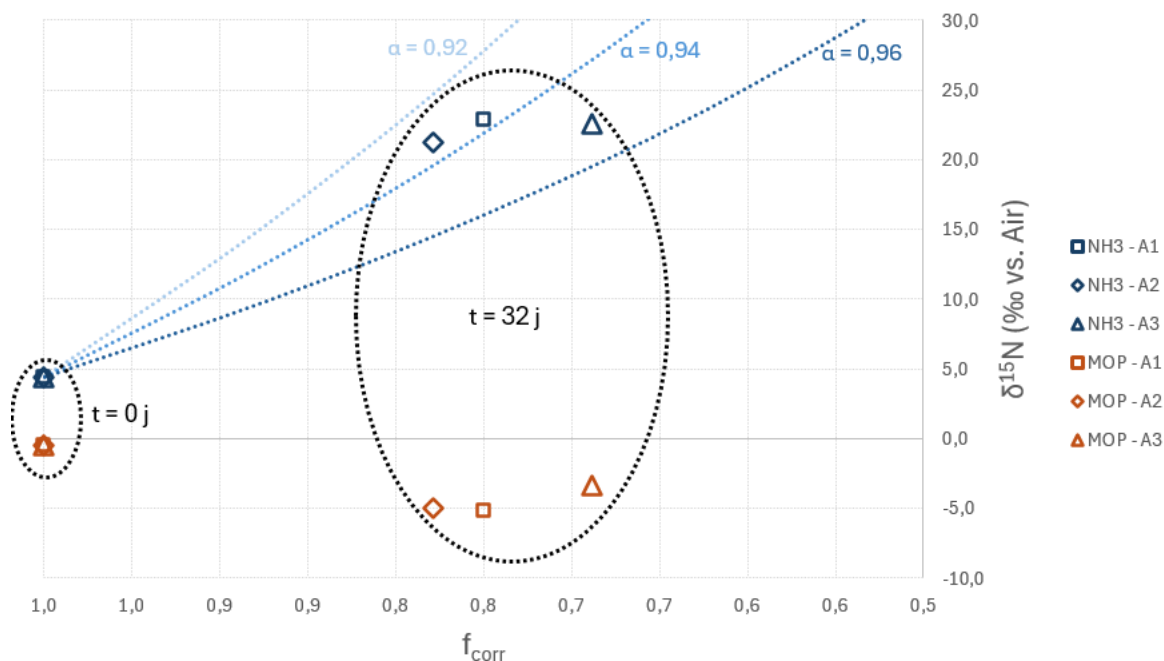


Figure 4.21 : Évolution de  $\delta^{15}N$  de N-NH<sub>3</sub> et de la biomasse lors des essais A1 à A3 de promotion de l'atténuation naturelle

Ayant initialement un  $\delta^{15}N$  de l'ordre de 5‰, N-NH<sub>3</sub> connaît un enrichissement en  $^{15}N$  au cours des essais A1 à A3.  $\delta^{15}N$ -NH<sub>3</sub> s'établit alors à environ 22 ‰ à la fin des essais. L'augmentation de  $\delta^{15}N$ -NH<sub>3</sub> constatée est cohérente avec un processus d'assimilation de N-NH<sub>3</sub> par les algues. Cela correspondrait toutefois à un processus dont le facteur de fractionnement  $\alpha_{N-NH_3}^{POM}$  serait de 0,94, soit un enrichissement  $\varepsilon_{N-NH_3}^{POM}$  de 60 ‰. Cela est significativement plus élevé que les valeurs rapportées dans la littérature. Comme le mentionne Marcotte et al. (2022), cette surestimation est principalement due à la présence initiale de SCN<sup>-</sup> et de CNO<sup>-</sup>. Les souches d'algues ainsi que leurs dénombrements finaux étant assez similaires pour les essais A1 à A3 à ceux obtenus pour A7 à A9, une valeur de  $\alpha_{N-NH_3}^{POM}$  de l'ordre de 0,991 devrait être plus fidèle pour la modélisation de l'assimilation au cours des essais A1 à A3.

#### 4.3.8 Essais de dégradation des algues

Le 10 août 2023, 15 L de chacun des tests de croissance d'algues réalisés sur site ont été prélevés dans des seaux opaques et hermétiquement fermés. Dès leur réception, ces échantillons ont été stockés en chambre froide. Un suivi régulier, comprenant la mesure de la température, du pH, du POR, de l'OD et des composés azotés, a été effectué au moins une fois toutes les trois semaines

pour évaluer l'impact de la dégradation des algues sur la qualité de l'eau. À l'exception des premiers jours (avant la réception des seaux), les échantillons ont été maintenus à une température constante entre 4 et 5°C.

L'évolution du pH a varié d'un échantillon à l'autre. Pour l'échantillon R<sub>1</sub>, où aucune croissance d'algues n'a été observée, le pH est passé de 8,5 à 9 durant les premiers jours (avant l'entrée en chambre froide), avant de redescendre à sa valeur initiale le mois suivant et de se stabiliser pour le reste des essais. En revanche, pour l'échantillon E5, où la croissance des algues a été similaire indépendamment du dosage de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> utilisé, une forte baisse du pH a été observée durant la période de transport (de 9,8 à 6,8), suivie d'une diminution plus modérée pendant le mois suivant, pour se stabiliser ensuite autour de 6,5. Dans les essais effectués avec E4, la croissance des algues a été modérée avec un dosage de 1 mg/L de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, tandis que le bloom a été atteint avec les dosages de 3 et 5 mg/L. Ce phénomène explique que le pH initial soit plus faible (7,8) pour le dosage de 1 mg/L, par rapport à 8,4 pour 3 mg/L et 9,0 pour 5 mg/L. Une diminution du pH a été observée au cours des tests de dégradation pour ces trois dosages. Tandis que cette diminution est survenue au cours du premier mois pour les essais avec E1 et E5, elle a pris plus de temps (environ 3 à 4 mois) pour les essais dans lesquels un bloom algal avait été observé avec E4. Malgré les différences dans l'évolution du pH selon l'effluent et le dosage de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, les pH finaux restent conformes aux normes de rejet en milieu naturel (Gouvernement du Canada, 2025 ; Gouvernement du Québec, 2025).

Bien que le POR et l'OD aient été contrôlés régulièrement, les données collectées sont difficiles à interpréter en raison de problèmes techniques liés à la sonde utilisée, rendant les mesures instables et difficiles à reproduire. Néanmoins, une tendance générale semble se dessiner. Tous les tests ont montré un POR relativement constant. Les mesures d'OD, bien qu'affectées par des erreurs, indiquent également des tendances générales. Par exemple, pour E1, où aucune dégradation de la biomasse n'était attendue, les valeurs constantes du POR et de l'OD sont cohérentes avec l'absence de dégradation. Pour les tests E4 et E5, bien que des proliférations algales aient eu lieu, aucune baisse substantielle de l'OD n'a été observée, contrairement à ce qui était attendu lors de la dégradation des matières organiques. Toutefois, une augmentation des concentrations de N-NH<sub>3</sub> a été observée. Dans le cas de l'effluent E5, la concentration initiale en N-NH<sub>3</sub> était de 18 mg/L avant les essais de promotion de l'atténuation naturelle et celle-ci a chuté à 1 mg/L à la fin des essais, avec une remobilisation d'environ 30 % de la contamination assimilée durant les 5 mois d'essais de

dégradation. L'augmentation de  $\text{N-NH}_3$  de 5 mg/L observée est similaire à celle notée pour les essais réalisés sur l'effluent E4.

#### 4.3.9 Essais de récupération des algues par coagulation-floculation

La récupération des matières en suspension (MES) a été réalisée à l'aide de divers coagulants (polychlorure d'aluminium, PAC, et sulfate ferrique,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) ainsi que de flocculants (polymères anioniques et cationiques) à différents dosages. Un coagulant-flocculant moins conventionnel, le chitosane, a également été testé. Le pH de l'effluent a été ajusté, si nécessaire, par l'ajout de NaOH. Les essais ont été effectués en ajoutant des dosages variés de coagulants (PAC et  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) accompagnés de 0,5 mL de solution de polymère (anionique ou cationique) à 10 g/L par litre d'effluent. Dans les expériences utilisant du  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  à 100 g/L, des ajouts de 0,5 mL ont conduit à une réduction significative de la turbidité, particulièrement à un pH légèrement alcalin, lorsque combiné avec un polymère cationique. Ce dosage correspond à une concentration de 100 mg/L de  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ . Cependant, pour la récupération efficace de la biomasse, des pH plus fortement alcalins sont requis lorsqu'un polymère anionique est utilisé, rendant ce dosage inadapté à la récupération des MES dans des conditions neutres ou légèrement alcalines. À l'inverse, un ajout de 1 mL de  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  a permis de réduire significativement la turbidité pour un pH légèrement alcalin ( $\approx 8,5$ ).

Les dosages nécessaires lors de l'utilisation du PAC comme coagulant sont généralement plus faibles. En effet, sauf à des pH élevés, non adaptés pour le rejet de l'effluent dans l'environnement naturel, les ajouts de 0,02 et 0,05 mL de PAC n'ont pas entraîné de diminution significative de la turbidité. Toutefois, un ajout de 0,1 mL de PAC a permis une réduction substantielle de la turbidité lorsque le pH était compris entre 5,5 et 8,5, quel que soit le polymère utilisé. Pour le chitosane, le dosage nécessaire était plus élevé, un ajout de plus de 6 mL (60 mg/L) étant requis pour atteindre une récupération de la biomasse supérieure à 80 %. Cependant, le chitosane présente l'avantage de pouvoir agir simultanément comme coagulant et flocculant, et son efficacité semble moins sensible aux variations de pH de l'effluent. L'approvisionnement peut en revanche s'avérer difficile. Le PAC, associé au polymère cationique, donne la meilleure efficacité de récupération de la biomasse. Il démontre aussi une bonne efficacité pour des pH compris entre 7 et 9. Cela peut engendrer une diminution des besoins en ajustement du pH et donc limiter les coûts de traitement. L'utilisation de PAC est donc recommandée.

En comparaison avec des données de la littérature (Matter et al., 2019), les dosages nécessaires (Tableau 4.7) pour une récupération optimale des MES semblent légèrement plus élevés. Cette différence pourrait être attribuée à la présence d'EDTA dans l'engrais utilisé pour l'ajout de  $\text{PO}_4^{3-}$ , ainsi qu'à la présence d'autres agents chélatants, comme  $\text{NH}_4^+$ , dans les échantillons traités dans le cadre de cette étude.

Tableau 4.7 : résultats des essais de récupération de la biomasse

| Effluent (mL) | Coagulant (dosage)                    | NaOH (mL) | Polymère (mL)       | Sable (g) | pH   | Turbidité (FTU) | MES (mg/L) |
|---------------|---------------------------------------|-----------|---------------------|-----------|------|-----------------|------------|
| 500           | Eau brute                             |           |                     |           | 5,98 | 11,6            | 37         |
| 500           | $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (0,5 mL) | 1         | Cationique (0,5 mL) | 5         | 7,06 | 5,3             | -          |
| 500           | $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (0,5 mL) | 1,5       | Cationique (0,5 mL) | 5         | 8,63 | 2,7             | 8,2        |
| 500           | Eau brute                             |           |                     |           | 6,74 | 11,8            | 42         |
| 500           | $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (0,5 mL) | 0,5       | Anionique (0,5 mL)  | 5         | 7,35 | 26,8            | -          |
| 500           | $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (1 mL)   | 1         | Anionique (0,5 mL)  | 5         | 8,54 | 2,29            | 8,4        |
| 500           | $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (1 mL)   | 1         | Anionique (0,5 mL)  | 5         | 8,41 | 2,02            | 7,8        |
| 500           | Eau brute                             |           |                     |           | 5,98 | 11,6            | 37         |
| 500           | PAC (0,1 mL)                          | 0,5       | Cationique (0,5 mL) | 5         | 6,73 | 0,38            | 1,0        |
| 500           | PAC (0,1 mL)                          | 1         | Cationique (0,5 mL) | 5         | 8,24 | 0,50            | 1,8        |
| 500           | Eau brute                             |           |                     |           | 7,07 | 13,43           | 42         |
| 500           | PAC (0,1 mL)                          | 0,5       | Anionique (0,5 mL)  | 5         | 6,61 | 0,57            | 1,2        |
| 500           | PAC (0,1 mL)                          | 1         | Anionique (0,5 mL)  | 5         | 8,91 | 1,94            | 6,6        |
| 500           | Eau brute                             |           |                     |           | -    | 10,2            | 37         |
| 500           | Chitosane (0,5 mL)                    | 5         | -                   | 9,16      | -    | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (1 mL)                      | 5         | -                   | 7,95      | -    | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (2 mL)                      | 5         | -                   | 6,38      | -    | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (3 mL)                      | 5         | -                   | 5,35      | -    | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (4 mL)                      | 5         | -                   | 4,12      | -    | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (6 mL)                      | 5         | -                   | 1,96      | 7,8  | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (8 mL)                      | 5         | -                   | 1,09      | 4,3  | 5               | -          |
| 500           | Chitosane (10 mL)                     | 5         | -                   | 0,49      | 2,4  | 5               | -          |

## CHAPITRE 5 SYNTHÈSE

Lors du choix d'une méthode de traitement des contaminants azotés dans les eaux minières, plusieurs paramètres fondamentaux doivent être pris en compte afin d'assurer une efficacité optimale et une intégration adéquate au contexte environnemental et opérationnel. L'analyse des essais réalisés (Tableau 5.1) met en évidence plusieurs critères déterminants. Le premier facteur concerne la nature du traitement requis. L'ozonation à microbulles et la nitrification (précédée, si nécessaire, d'une oxydation de  $\text{SCN}^-$  et de  $\text{CNO}^-$ ) assurent uniquement l'oxydation du  $\text{N-NH}_3$  en  $\text{NO}_3^-$ , ce qui ne constitue pas un enlèvement complet du contaminant mais seulement un changement de sa spéciation. L'accumulation de nitrates peut engendrer des impacts environnementaux indésirables, tels que l'eutrophisation des milieux aquatiques et la contamination des eaux souterraines (Bailey et al., 2013). La promotion de l'atténuation naturelle, quant à elle, favorise principalement l'assimilation de l'azote sous forme de biomasse algale ou microbienne (Vymazal, 2007). Cela est confirmé par les résultats des dénombrements biologiques et l'analyse des données isotopiques ( $\delta^{15}\text{N-NH}_3$ ,  $\delta^{15}\text{N-NO}_3^-$  et  $\delta^{15}\text{N-POM}$ ) issues des essais menés au cours de ce projet. Cette immobilisation temporaire n'élimine toutefois pas complètement l'azote du système, car la décomposition de la biomasse peut entraîner une remobilisation partielle des nutriments, notamment lors des phases de mortalité cellulaire et de dégradation de la matière organique (Chapman et al., 2007; Marcotte et al., 2023). Des essais menés lors de ce projet de maîtrise indiquent que la biomasse peut être facilement récupérée par coagulation-floculation à l'aide de divers coagulants et floculants usuels ( $\text{Fe}_2\text{SO}_4$ , PAC et polymère anionique ou cationique).

La dénitrification biologique est une autre méthode viable pour assurer un véritable enlèvement des contaminants azotés. Toutefois, cette étape reste fréquemment incomplète, notamment lorsque le saccharose est utilisé comme source de carbone organique (Phung et al., 2014). Lors des essais MBBR (nitrification-dénitrification) menés sur neuf mois, une réduction moyenne de 85 % du TN a été observée. Celle-ci peut, cependant, s'accompagner d'accumulations ponctuelles de  $\text{N-NH}_3$  et/ou de  $\text{NO}_2^-$ . Ces déséquilibres illustrent la nécessité d'un contrôle rigoureux des conditions opératoires, typique des procédés biologiques (Hoang et al., 2014 ; Kwoffie et al., 2021). Parmi ces paramètres critiques, le choix et le dosage du carbone jouent un rôle central. Un dosage supérieur à 7,5 mg-DCO/g-N à dénitrifier est nécessaire dans les conditions appliquées (utilisation de saccharose, TRH, température) lors des essais MBBR. Cela est notamment mis en avant par les

accumulations de  $\text{NO}_2^-$  et de  $\text{NO}_3^-$ , signes d'une dénitrification incomplète, constatées lors de l'application d'un tel dosage (à t compris entre 68 et 90 jours). Un excès de carbone, notamment lorsque le saccharose est utilisé, peut favoriser ces accumulations indésirables (De Filippis et al., 2013). Cette dernière étude suggère aussi que des substrats tels que le méthanol ou l'acide acétique pourraient non seulement limiter ces phénomènes, mais aussi réduire le temps de rétention hydraulique nécessaire à la conversion des nitrates. Selon Lorrain et al. (2004), le saccharose reste utilisable pour la dénitrification, mais son efficacité est nettement inférieure à celle de l'acétate ou de l'éthanol, avec des taux de dénitrification jusqu'à 2,5 fois plus faibles. Cette performance réduite s'explique par sa structure chimique complexe. En tant que disaccharide, le saccharose doit être hydrolysé en glucose et en fructose avant d'être assimilé par les bactéries dénitrifiantes, ce qui freine sa biodisponibilité. L'étude rapporte d'ailleurs une accumulation de ces monosaccharides, signe de cette assimilation différée. L'utilisation directe de glucose ou de fructose, plus simples et directement assimilables, constituerait alors une alternative plus efficace. Bien qu'ils n'aient pas été testés individuellement dans cette étude, les résultats exposés soulignent la supériorité des substrats facilement biodisponibles, justifiant leur préférence face au saccharose dans un contexte de dénitrification optimisée. Par ailleurs, des études ont montré que les conditions de forte disponibilité en carbone ou de faible concentration en nitrate peuvent favoriser la réduction dissimilatoire des nitrates en ammonium (DNRA), menant à une accumulation de  $\text{N-NH}_3$  (van den Berg et al., 2015 ; Kraft et al., 2014), au détriment de la dénitrification. Cette compétition entre DNRA et dénitrification dépend également des concentrations relatives en nitrite et en nitrate, influençant le métabolisme bactérien selon les conditions du milieu (van den Berg et al., 2017). Ainsi, un apport excessif de carbone peut non seulement ralentir la dénitrification mais également orienter le métabolisme microbien vers la voie DNRA, réduisant l'efficacité globale du procédé en termes d'élimination nette de l'azote. Une diminution de l'apport en carbone organique pourrait alors permettre de limiter ces accumulations de  $\text{N-NH}_3$  observées lors des essais menés de nitrification-dénitrification MBBR et ainsi limiter les risques associés de toxicité. Cela devrait aussi favoriser la nitrification au sein du réacteur R4, dédié à la réaération de l'effluent. Une diminution de l'inhibition, particulièrement marquée pour les bactéries de type NOB (conduisant donc à de possibles accumulations de  $\text{NO}_2^-$ ), liée à la présence de  $\text{NH}_3$  non ionisé pourrait en partie l'expliquer (Anthonisen et al., 1976; Villemur et al., 2015). Le maintien du pH, lors de cette étape du traitement, à des valeurs plus faibles pourrait conduire à des effets semblables (Anthonisen et

al., 1976) mais constituerait de nouveaux coûts de traitement. Les travaux menés par Schopf et al. (2018) mettent en avant l'inhibition potentielle de la nitrification lors de la présence élevée de carbone organique. Celle-ci est principalement due, selon les auteurs, à une stratification des populations biologiques. Cette disposition de la biomasse a été observée lors des essais MBBR menés (Figure 5.1). Les populations nitrifiantes se retrouvent alors cantonner au sein des couches inférieures, pouvant mener à une diminution de l'activité nitrifiante liée à une insuffisance de l'OD notamment (Schopf et al., 2018).



Figure 5.1 : Photographie d'un média du réacteur R4 montrant une stratification des populations biologiques

La charge à traiter est un autre paramètre clé influençant le choix du procédé à adopter. Lors des essais menés au cours de ce projet, l'atténuation naturelle a montré une capacité de traitement du  $\text{N-NH}_3$  d'environ  $700 \text{ mg-N/m}^3/\text{j}$  (rapporté au volume d'eau des essais), comparable aux résultats obtenus par une autre étude menée à plus grande échelle dans un bassin peu profond ( $< 10 \text{ m}$ ; Marcotte et al., 2023). En comparaison, la biodégradation des  $\text{SCN}^-$  dans la filière de réacteurs MBBR testée atteint environ  $3,5 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$  (rapporté à la surface de garnissage), tandis que le traitement du  $\text{N-NH}_3$  par nitrification est de  $0,6 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$  et que la dénitrification permet un enlèvement de  $1,7 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$ . À titre comparatif, une oxydation semblable de  $\text{N-NH}_3$  en  $\text{NO}_3^-$ , comprise entre  $0,35$  et  $0,70 \text{ g-N/m}^2/\text{j}$ , a été obtenue pour une autre étude ayant portée sur la nitrification au sein d'un réacteur MBBR (Ren et al., 2025) en condition hivernale. Cela démontre de l'importance cruciale de la température sur l'efficacité des procédés biologiques. Les essais de

traitement menés par ozonation à microbulles se distinguent par des performances nettement supérieures, atteignant jusqu'à 250 g-N/m<sup>3</sup>/j. Cette méthode est donc particulièrement adaptée aux charges élevées et aux eaux à forte teneur en azote ammoniacal. Une cinétique accrue a d'ailleurs été constatée pour ce type de traitement pour des effluents fortement contaminés (Khuntia et al., 2013; Ryskie et al., 2020). Cela est confirmé par les résultats des différents essais menés. Les capacités de traitement influencent directement l'empreinte spatiale des procédés. L'ozonation et, dans une moindre mesure, le réacteur MBBR, permettent alors une intensification du traitement dans des unités compactes, tandis que l'atténuation naturelle nécessiterait de vastes bassins ou une période prolongée pour atteindre un niveau de traitement équivalent. Toutefois, cette dernière peut être mise en œuvre directement dans des bassins de rétention existants, réduisant ainsi les coûts d'infrastructure (Chapman et al., 2007). Du fait de sa faible consommation en réactifs et en énergie, l'atténuation naturelle constitue une solution économiquement viable pour le traitement des charges modérées en contaminants azotés, notamment sur des sites orphelins ou en phase de fermeture (Chapman et al., 2007), où la maintenance à long terme des installations peut être une contrainte importante. Le traitement des contaminants azotés peut cependant se limiter à l'épilimnion (inférieure à 10 m de profondeur; Marcotte et al., 2023). La mise en place d'une aération forcée du bassin peut permettre d'y remédier (Marcotte et al., 2023) mais aussi fortement diminuer l'intérêt économique d'un traitement par promotion de l'atténuation naturelle. La stabilité de la charge à traiter est aussi à prendre en compte, notamment pour les procédés biologiques particulièrement sensibles aux variations de chimie des effluents (Koren et al., 2000; Jermakka et al., 2015; Kwofie et al., 2021).

La présence d'inhibiteurs biologiques, notamment certains métaux comme le cuivre, peut également impacter la sélection du procédé. Le cuivre est un inhibiteur majeur des processus biologiques dès des concentrations aussi faibles que 0,1 mg/L, entraînant une inhibition de la croissance et de l'activité enzymatique (Skinner et Walker, 1961). Lors des essais réalisés sur l'effluent E5 (Cu  $\approx$  1 mg/L), un développement des populations algales a tout de même été observée. La promotion de l'atténuation naturelle semble ainsi faire preuve d'une plus grande résilience à la toxicité du cuivre que les traitements biologiques classiques. L'ozonation à microbulles, moins sensible aux métaux et métalloïdes (Ryskie, 2017), demeure une autre alternative viable, bien que certains métaux puissent réagir avec les radicaux libres générés, favorisant la formation de complexes métalliques toxiques (Ryskie et al., 2023). Dans ce cas, une



étape préalable de coagulation-floculation est recommandée pour précipiter ces contaminants avant l'oxydation avancée (Ryskie et al., 2023).

La salinité constitue un autre facteur influençant les procédés biologiques, notamment la nitrification et la dénitrification (Navada et al., 2021). À titre d'exemple, des concentrations en sels dépassant 10‰ peuvent drastiquement inhiber l'activité des bactéries nitrifiantes (Bassin et al., 2012; Navada et Vadstein, 2022) en raison du stress osmotique provoqué. Toutefois, malgré une conductivité électrique initiale élevée (5,6 mS/cm) dans l'effluent E1, témoin d'une forte salinité, le procédé MBBR a permis un enlèvement du TN supérieur à 80 %. Cela suggère une bonne adaptation de la biomasse aux conditions salines lors des essais. En revanche, aucune croissance algale n'a été observée dans ce même effluent, ce qui a limité grandement l'enlèvement du N par assimilation biologique. Il est probable que cette absence de développement des algues soit davantage liée à la forte concentration en cuivre (10 mg/L). Cette hypothèse est confirmée par les résultats d'une étude parallèle sur un effluent similaire (Marcotte et al., 2023) où une efflorescence algale a été observée malgré des niveaux de salinité comparables. Ce paramètre impacte de manière bien moins significative les performances de traitement par ozonation à microbulles (Marcotte et al., 2020). La présence de  $\text{Cl}^-$  et de  $\text{Br}^-$  est même suspectée avoir un effet catalytique sur l'oxydation des contaminants azotés par ozonation à microbulles (Khuntia et al., 2013; Ryskie, 2017). Les essais menés au cours de ce projet n'ont cependant pu vérifier l'implication des  $\text{Cl}^-$ , aucune formation de (per)chlorate n'ayant été constatée.

La production de matières en suspension (MES) constitue un paramètre crucial influençant la qualité de l'eau traitée et les besoins en post-traitement. L'ozonation à microbulles génère peu de MES (Ryskie, 2017). Celles-ci, certainement des nanoparticules métalliques, peuvent en revanche présenter une toxicité pour *Daphnia Magna* notamment (Ryskie et al., 2023). Une précipitation par coagulation-floculation en amont de l'ozonation est alors préférable (Ryskie et al., 2023). Au contraire, dans les procédés biologiques, tels que la nitrification-dénitrification MBBR et l'atténuation naturelle, la biomasse en suspension et les sous-produits métaboliques peuvent s'accumuler (Chapman et al., 2007; Marcotte et al., 2023). Une dégradation excessive de cette biomasse peut entraîner une remobilisation des contaminants initialement assimilés, augmentant le risque de relargage de l'azote dans le milieu (Chapman et al., 2007). Cette problématique peut être atténuée par des procédés de séparation solides-liquides tels que la coagulation-floculation suivie d'une décantation ou d'une filtration (Matter et al., 2019; Ali et al., 2022). Les essais menés ont

montré que l'utilisation de coagulants conventionnels, comme le PAC ou le sulfate ferrique, associés à des polymères anioniques ou cationiques, permet un enlèvement efficace (>90 %) des MES pour des pH neutres à légèrement alcalins, tandis que le chitosane, un biopolymère naturel aux propriétés coagulantes et floculantes, offre un enlèvement légèrement moindre mais présente l'avantage de ne pas nécessiter d'ajustement du pH.

Les trois méthodes testées pour le traitement du N-NH<sub>3</sub> présents dans les eaux minières présentent des profils de coûts contrastés en matière de consommation énergétique, d'utilisation de réactifs et d'investissements en infrastructures. L'ozonation à microbulles se distingue par une efficacité de traitement très élevée, mais elle est aussi la plus consommatrice en énergie, principalement en vue de la génération d'ozone sous forme de microbulles (Takahaski et al., 2012). Elle nécessite des unités spécialisées et compactes, impliquant des coûts d'infrastructure élevés, bien que compensés partiellement par un encombrement réduit et une cinétique rapide de traitement, avantageuse pour les sites à forte charge ou contraints en espace (Jermakka et al., 2015). Le procédé MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor) repose sur une nitrification-dénitrification biologique, avec des consommations modérées en énergie, principalement liées à l'aération (Wang et al., 2019). Il requiert toutefois des apports réguliers en PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, en alcalinité et en carbone organique, ce qui représente des coûts récurrents en réactifs non-négligeables. Les infrastructures nécessaires, bien que plus complexes que pour l'atténuation naturelle, sont moins coûteuses que pour l'ozonation, avec une empreinte spatiale raisonnable et une automatisation accessible (Jermakka et al., 2015). Enfin, la promotion de l'atténuation naturelle est la méthode la moins coûteuse en énergie et en réactifs (Chapman et al., 2007 ; Ali et al., 2022), puisqu'elle s'appuie sur des processus biologiques spontanés. Elle peut souvent être mise en œuvre dans des bassins de rétention d'eaux déjà existants (Chapman et al., 2007), ce qui en fait une solution peu coûteuse en infrastructures. Cependant, elle requiert des surfaces importantes et des temps de traitement prolongés, ce qui peut limiter son efficacité ou son applicabilité sur les sites à forte charge ou soumis à des contraintes de temps ou d'espace (Chapman et al., 2007).

En conclusion, le choix de la méthode de traitement doit être basé sur une évaluation rigoureuse des besoins en traitement, des charges de contaminants, des contraintes environnementales et des interactions avec les paramètres physico-chimiques de l'effluent. La Figure 5.2 fournit ci-dessous une représentation graphique des principaux avantages et inconvénients des trois méthodes de traitement testées. Celles-ci sont ainsi évaluées sur différents critères (les notes fournies varient

de 0 correspondant à un état nul, à 3 dénotant d'un niveau élevé. L'ozonation à microbulles tire ainsi l'une de ses principales forces de sa cinétique élevée. Cela permet des installations dédiées au traitement plus compactes. Elle est aussi plus résiliente face à la présence d'inhibiteurs biologiques. Les métaux et métalloïdes en font partie. Aussi, bien que ces derniers impactent peu l'efficacité du traitement par ozonation à microbulles, ils peuvent mener à la formation de colloïdes toxiques. À l'image du procédé biologique MBBR, un traitement préalable par coagulation-floculation est alors conseillé (Marcotte et al., 2023). L'ozonation à microbulles est, de plus, entachée par des coûts importants du traitement (Marcotte, 2020), que ce soit en infrastructures, en réactifs et en énergie.

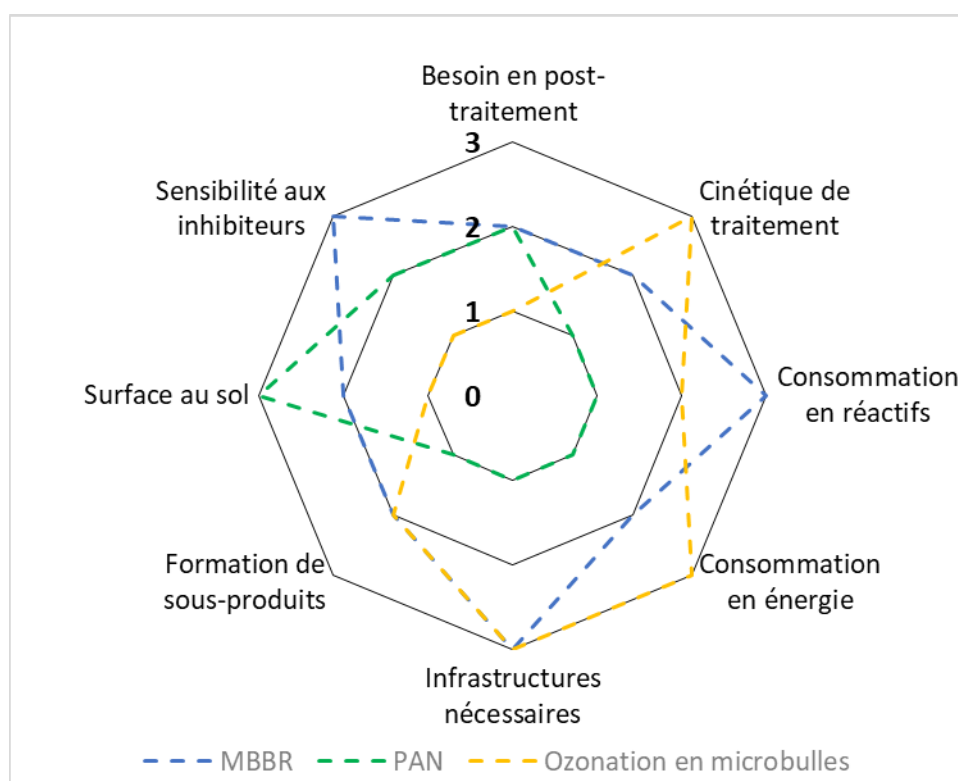


Figure 5.2 : Principaux avantages et inconvénients des méthodes testées pour le traitement des contaminants azotés

Le procédé biologique MBBR démontre, quant à lui, une cinétique de traitement plus modérée. Il nécessite, de plus, l'ajout de nombreux réactifs. Le  $\text{PO}_4^{3-}$  étant généralement limitant dans les eaux minières pour la croissance biologique, une source doit être ajoutée. Le pH doit, de plus, être maintenu aux alentours de 7,5 lors de la nitrification (Alleman et al., 1984) par ajout d'un produit alcalin. Une source de carbone organique est aussi nécessaire lors de la dénitrification. Ces

différents points justifie en partie les forts coûts de cette méthode de traitement. À ceux-ci s'ajoutent une consommation énergétique élevée, principalement pour l'aération des réacteurs, pouvant représenter jusqu'à 70 % du coût global de traitement (Wang et al, 2019), et un besoin important en infrastructures et matériels. Cela inclue généralement une étape de post-traitement pour la clarification des boues générées. Bien que le 5ème réacteur de la filière MBBR des présents essais ait été prévue à cette fin, l'anoxie au sein de ce réacteur, liée à l'accumulation de boues qui y a lieu, a conduit à des épisodes d'émissions de  $\text{H}_2\text{S}$  et donc à son démantèlement. La nitrification-dénitrification biologique reste cependant généralement considérée comme la plus économiquement viable afin de traiter efficacement les contaminants azotés dans les eaux minières (Jermakka et al., 2015; Hoang et al., 2014).

La promotion de l'atténuation naturelle, pour finir, bénéficie d'une réelle simplicité de mise en place. Un simple ajout de  $\text{PO}_4^{3-}$  peut alors permettre de traiter le  $\text{N-NH}_3$  efficacement. Elle peut avoir lieu directement au sein des bassins de rétention des eaux, participant ainsi aux faibles coûts. Celle-ci peut en revanche être fortement limitée dans les eaux profondes, supérieures à une dizaine de mètres (Chapman et al., 2007; Marcotte et al., 2023). Cela peut être corrigée par ajout de systèmes d'aération (Chapman et al., 2007; Marcotte et al., 2023) mais amenuise légèrement l'intérêt économique du procédé. La promotion de l'atténuation naturelle ne peut, de plus, pas être utilisée pour tout type d'effluents miniers. L'absence de croissance d'algues lors des essais menés sur l'effluent le plus contaminé en est la démonstration. Une alcalinité insuffisante peut aussi compromettre le traitement. Les travaux menés semble d'ailleurs confirmer l'hypothèse, émise par d'autres travaux (Marcotte et al., 2023), qu'une alcalinité minimale de l'ordre de 80 mg- $\text{CaCO}_3/\text{L}$  est nécessaire. Cette méthode est de plus limitée par sa très faible cinétique. Ainsi, alors que l'ozonation à microbulles et, dans une moindre mesure, le MBBR permettent un traitement efficace des charges élevées avec un encombrement réduit, l'atténuation naturelle constitue une solution viable seulement pour des charges plus modérées, notamment dans des contextes de fermeture de site (Chapman et al., 2007) où la réduction des coûts d'exploitation et de maintenance peut s'avérer primordiale.

Tableau 5.1 : Synthèse des différents résultats obtenus pour les trois méthodes de traitement testées

| Effluent testé                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Paramètre(s)                                                                  | Ozonation à microbulles                                                                                                                                   | Nitrification-dénitrification MBBR                                                                                                                                                                                                              | Promotion de l'atténuation naturelle                                                                                                |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| -                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | Contaminant(s) traité(s)                                                      | SCN <sup>-</sup> , CNO <sup>-</sup> , N-NH <sub>3</sub> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>                                                                    | SCN <sup>-</sup> , CNO <sup>-</sup> , N-NH <sub>3</sub> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                                                                                                                           | N-NH <sub>3</sub> , (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )                                                                                 |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Produit(s) final(s)                                                           | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                                                                                                                              | N <sub>2</sub> + Biomasse                                                                                                                                                                                                                       | Biomasse (+ NH <sub>3</sub> (atm))<br>N-NH <sub>3</sub> en conditions hivernales                                                    |
| E1 :<br>SCN <sub>i</sub> <sup>-</sup> = 79,6 mg-N/L<br>CNO <sub>i</sub> <sup>-</sup> = 17,8 mg-N/L<br>N-NH <sub>3,i</sub> = 64 mg-N/L<br>NO <sub>2,i</sub> <sup>-</sup> = 0,3 mg-N/L<br>NO <sub>3,i</sub> <sup>-</sup> = 21 mg-N/L<br>pH <sub>i</sub> = 7,6<br>Cu <sub>i</sub> = 9,6 mg/L<br>Alcalinité <sub>i</sub> = 86 mg CaCO <sub>3</sub> /L<br>EC <sub>i</sub> = 5,6 mS/cm<br>Cl <sub>i</sub> <sup>-</sup> = 0,18 mg/L<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> <sub>i</sub> = 2,5 g/L | Consommation en réactif(s)                                                    | ≈ 10 g O <sub>3</sub> /g-N-NH <sub>3</sub> au début des essais<br>≈ 25 g O <sub>3</sub> /g-N-NH <sub>3</sub> en moyenne<br>NaOH pour ajustement du pH à 9 | Alcalinité : 2,9 g-Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> /g-N ;<br>C <sub>orga</sub> : 10 g-C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> /g-N<br>PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> : 0,13 g-NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> /g-N        | Pas de croissance d'algues<br><br>Enlèvements limités en contaminants azotés (légère biodégradation des SCN <sup>-</sup> seulement) |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Performance maximale de traitement obtenue                                    | Oxydation complète de SCN <sup>-</sup> et de N-NH <sub>3</sub> (réacteur de 15 L) en moins de 2 heures                                                    | R1 (SCN <sup>-</sup> → N-NH <sub>3</sub> ) : 3,3 g-N/m <sup>2</sup> /j<br>R2 (N-NH <sub>3</sub> → NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) : 0,6 g-N/m <sup>2</sup> /j<br>R3 (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> → N <sub>2</sub> ) : 1,7 g-N/m <sup>2</sup> /j |                                                                                                                                     |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Processus impliqué dans l'évolution des concentrations en contaminants azotés | -                                                                                                                                                         | R1 : dégradation biologique des SCN <sup>-</sup><br>R2 : nitrification<br>R3 : dénitrification<br>R4 : dégradation de la biomasse + nitrification (partiellement bloquée à l'étape de nitrification)                                            |                                                                                                                                     |

Tableau 5.1 : Synthèse des différents résultats obtenus pour les trois méthodes de traitement testées (suite)

| Effluent testé                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Paramètre(s)                                                                  | Ozonation à microbulles                                                                                                 | Nitrification-dénitrification MBBR | Promotion de l'atténuation naturelle                                                                                                                                                                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| E2 :<br>SCN <sup>-</sup> <sub>i</sub> = 53 mg-N/L<br>N-NH <sub>3,i</sub> = 56 mg-N/L<br>pH <sub>i</sub> = 7,9<br>Cl <sup>-</sup> <sub>i</sub> = 0,23 mg/L<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> <sub>i</sub> = 2,3 g/L                                                                                                                                                                                     | Consommation en réactif(s)                                                    | ≈ 10 g O <sub>3</sub> /g-N-NH <sub>3</sub> au début des essais<br>≈ 25 g O <sub>3</sub> /g N-NH <sub>3</sub> en moyenne | -                                  | -                                                                                                                                                                                                       |
| E3 :<br>N-NH <sub>3,i</sub> = 370 mg-N/L<br>pH <sub>i</sub> = 7,9<br>Cl <sup>-</sup> <sub>i</sub> ≈ 60 g/L                                                                                                                                                                                                                                                                                            | Performance maximale de traitement obtenue                                    | Oxydation complète de SCN <sup>-</sup> et de N-NH <sub>3</sub> (réacteur de 15 L) en moins de 2 heures                  | -                                  | -                                                                                                                                                                                                       |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Performance maximale de traitement obtenue                                    | Oxydation complète de SCN <sup>-</sup> et de N-NH <sub>3</sub> (réacteur de 15 L) en 2,5 heures                         | -                                  | -                                                                                                                                                                                                       |
| E4 :<br>SCN <sup>-</sup> <sub>i</sub> = 22 mg-N/L<br>CNO <sup>-</sup> <sub>i</sub> = 6,0 mg-N/L<br>N-NH <sub>3,i</sub> = 29 mg-N/L<br>NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> <sub>i</sub> < 0,2 mg-N/L<br>NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> <sub>i</sub> = 4,0 mg-N/L<br>pH <sub>i</sub> = 8,0<br>Cu <sub>i</sub> = 950 mg/L<br>Alcalinité <sub>i</sub> = 110 mg-CaCO <sub>3</sub> /L<br>EC <sub>i</sub> = 2,7 mS/cm | Efficacité maximale de traitement obtenue                                     | -                                                                                                                       | -                                  | SCN <sup>-</sup> > 89 %<br>CNO <sup>-</sup> > 98 %<br>N-NH <sub>3</sub> : augmentation de 20 %<br>NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> > 98 %                                                                   |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Processus impliqué dans l'évolution des concentrations en contaminants azotés | -                                                                                                                       | -                                  | Assimilation majoritaire de N-NH <sub>3</sub> au début des essais<br>Dégradation biologique de SCN <sup>-</sup> et CNO <sup>-</sup><br>Adsorption de N-NH <sub>3</sub> sur la biomasse et des sédiments |

Tableau 5.1 : Synthèse des différents résultats obtenus pour les trois méthodes de traitement testées (suite)

| Effluent testé                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Paramètre(s)                                                                  | Ozonation à microbulles | Nitrification-dénitrification<br>MBBR | Promotion de l'atténuation<br>naturelle                                                       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| E5 :<br>$\text{SCN}^-_i = 3,4 \text{ mg-N/L}$<br>$\text{CNO}^-_i = 0,2 \text{ mg-N/L}$<br>$\text{N-NH}_{3,i} = 18 \text{ mg-N/L}$<br>$\text{NO}_2^-_i = 0,4 \text{ mg-N/L}$<br>$\text{NO}_3^-_i = 0,2 \text{ mg-N/L}$<br>$\text{pH}_i = 7,9$<br>$\text{Cu}_i = 4 \text{ mg/L}$<br>$\text{Alcalinité}_i = 71 \text{ mg-CaCO}_3/\text{L}$<br>$\text{EC}_i = 1,3 \text{ mS/cm}$ | Performance maximale de traitement obtenue                                    | -                       | -                                     | $\text{SCN}^- : 0,8 - 8,6 \%$<br>$\text{N-NH}_3 > 95 \%$                                      |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | Processus impliqué dans l'évolution des concentrations en contaminants azotés | -                       | -                                     | Dégradation biologique de $\text{SCN}^-$ et $\text{CNO}^-$<br>Assimilation de $\text{N-NH}_3$ |

## CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Ce mémoire, intitulé *Traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers*, vise à comparer trois approches distinctes de traitement, à savoir l’ozonation à microbulles, le réacteur biologique à lit fluidisé (MBBR) et la promotion de l’atténuation naturelle, dans le contexte spécifique des effluents miniers à forte salinité. L’objectif principal n’est pas de recommander une stratégie unique de gestion, mais de fournir des éléments techniques, analytiques et opérationnels permettant une prise de décision éclairée sur le choix du procédé le plus adapté selon les caractéristiques des effluents. L’évaluation porte notamment sur l’efficacité de traitement des principaux contaminants azotés ( $\text{SCN}^-$ ,  $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ), les conditions opératoires optimales, les consommations en réactifs, la résilience face aux inhibiteurs, ainsi que les contraintes pratiques d’implantation.

L’ozonation à microbulles a montré une efficacité particulièrement élevée pour l’oxydation des espèces azotées réduites, avec une diminution supérieure à 95 % pour les concentrations en  $\text{SCN}^-$  et  $\text{N-NH}_3$  en moins de 2 heures. Une efficacité accrue est constatée lors du traitement d’effluents plus contaminés. Les résultats indiquent une conversion quasi-complète des contaminants azotés en  $\text{NO}_3^-$ , ce qui peut nécessiter un traitement complémentaire dans le cas de rejets soumis à des seuils réglementaires stricts sur ce point. Les besoins en dénitrification pourraient éventuellement être comblés grâce à l’adoption d’un procédé d’ozonation catalytique (sur  $\text{MgO}$  ou  $\text{TiO}_2$  par exemples). Bien que l’hypothèse initiale d’un effet catalytique du chlorure ait été explorée, les résultats expérimentaux n’ont pas confirmé la formation de perchlorates ou d’autres oxydants secondaires significatifs. Cette hypothèse ne semble alors pas vérifiée pour des concentrations en  $\text{Cl}^-$  telles que celles rencontrées dans les effluents miniers. La consommation moyenne d’ozone a varié entre 10 et 25 g  $\text{O}_3$ /g N traité, et s’est révélée plus faible pour les effluents à forte charge azotée initiale. Cette technologie offre donc une solution rapide et efficace, notamment dans les cas où les contraintes temporelles ou la charge polluante excluent les procédés biologiques lents.

Le procédé biologique MBBR repose sur la formation d’un biofilm sur des supports mobiles, qui favorise la nitrification et la dénitrification même en conditions inhibitrices (métaux, salinité, faibles températures). Un enlèvement moyen de 80 % de l’azote total a été maintenu pendant neuf mois d’essai, avec des vitesses de traitement de 3,3 g N/m<sup>2</sup>/jour pour le  $\text{SCN}^-$  et de 1,7 g N/m<sup>2</sup>/jour pour les  $\text{NO}_3^-$ . Les tests écotoxicologiques ont confirmé que les effluents traités étaient conformes



aux exigences environnementales, sauf dans deux cas isolés, attribués à une DCO résiduelle excessive. Bien qu'ayant permis de soutenir la dénitrification, l'utilisation de saccharose comme source de carbone organique n'est pas conseillée. Celle-ci a notamment pu mener aux accumulations de  $\text{NO}_2^-$  et de  $\text{N-NH}_3$  observées. L'utilisation de sources plus facilement assimilables, telles que l'éthanol ou le méthanol, permettant un apport nécessaire plus limité, devraient être envisagée. Le glucose et/ou le fructose, monomères du saccharose, pourraient être d'autres pistes à explorer dans une recherche de compromis entre la qualité de la source de carbone organique et sa facilité et sécurité de transport, d'utilisation ou de stockage.

L'approche semi-passive par atténuation naturelle repose sur des processus biologiques impliquant des microalgues et des bactéries. Le traitement des contaminants azotés peut alors être complétés par des phénomènes d'adsorption sur la biomasse et les sédiments. La promotion de l'atténuation naturelle peut être obtenue grâce à des ajouts de 1 à 3  $\text{mg-PO}_4^{3-}/\text{L}$ . Elle s'est révélée efficace pour le traitement des effluents à charge modérée, avec un enlèvement mesuré de l'ordre de 40 à 60 % du  $\text{N-NH}_3$  dans des conditions favorables (alcalinité  $> 80 \text{ mg CaCO}_3/\text{L}$  et pour des faibles concentrations en inhibiteurs biologiques tels que le Cu). Les dénombrements réalisés indiquent que les populations biologiques sont alors dominées par des microalgues (*Chrysococcus* notamment). La présence de cyanobactéries a aussi été observée. Celle-ci est cependant restée à des niveaux pour lesquels une toxicité associée est peu probable. Une confirmation grâce à des essais écotoxicologiques des effluents en fin de traitement permettrait cependant de statuer plus précisément sur la capacité de cette méthode de traitement à fournir des effluents respectueux des normes réglementaires en vigueur à ce niveau. Une remobilisation des contaminants, sous forme de  $\text{N-NH}_3$  notamment, est généralement observée en période de mortalité de la biomasse. Une augmentation pouvant dépasser 30 % du  $\text{N-NH}_3$  initialement traité a été mesurée lors d'essais prolongés à 4 °C. Ce phénomène peut être contrôlé par des stratégies de récupération de la biomasse, notamment par coagulation-floculation. Les essais ont montré que des coagulants métalliques ( $\text{PAC}$ ,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) couplés à des polymères ioniques ou des polymères naturels seuls (chitosane) permettent une récupération de plus de 90 % de la biomasse algale. Cette étape limite l'attrait économique et en termes de simplicité de mise en place d'un tel traitement. Une valorisation, comme amendement, y compris pour la revégétalisation de sites, ou par la production de biocarburants seraient des pistes à explorer afin d'y remédier. Cette approche semble tout de même supérieure aux deux autres testées sur ces deux paramètres économiques et d'aisance de

mise en place. Elle pourrait ainsi s'avérer intéressante dans une phase post-fermeture de sites miniers par exemple, demeurant limitée par la lenteur de ses cinétiques.

L'analyse isotopique ( $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{18}\text{O}$ ) réalisée sur les effluents traités a permis de caractériser les mécanismes biochimiques prédominants dans chaque procédé biologique testé (assimilation, dégradation biologique de  $\text{SCN}^-$  en  $\text{N-NH}_3$ , nitrification, dénitrification ou adsorption sur la biomasse et les sédiments). Dans le cas des essais MBBR, celles-ci sont cohérentes avec les processus biologiques attendus de dégradation des  $\text{SCN}^-$ , de nitrification et de dénitrification dans les réacteurs R1, R2 et R3 respectivement. Les accumulations de  $\text{N-NH}_3$  au sein de ce dernier réacteur tendent à indiquer que la DNRA y est aussi impliquée dans la spéciation des contaminants azotés. Un complément d'étude pourrait alors permettre de quantifier les participations respectives de la DNRA et de la dénitrification. Cela nécessiterait notamment un plus grand nombre d'échantillons analysés afin d'affiner la modélisation de l'évolution des différentes données isotopiques. Des analyses des concentrations en  $\text{NO}_2^-$  et en  $\text{NO}_3^-$  par une méthode plus précise que la colorimétrie, la chromatographie ionique par exemple, pourrait aussi contribuer en ce sens. Ces données renforceraient la compréhension des transformations de l'azote et contribueraient à la validation des performances observées. Ces améliorations possibles des résultats sont aussi vraies pour les essais de promotion de l'atténuation naturelle menés. L'utilisation des données isotopiques y a tout de même permis de confirmer que des processus biologiques sont les principaux contributeurs au traitement des contaminants azotés observé. Dans le cas du traitement de  $\text{SCN}^-$ , celles-ci sont cohérentes avec leur dégradation biologique en  $\text{N-NH}_3$ . Les essais menés tendent aussi à confirmer l'assimilation préférentielle de  $\text{N-NH}_3$  sur  $\text{NO}_3^-$ . Celle-ci a principalement lieu lors d'une première phase de quelques jours, marquée par une augmentation intense de la turbidité. Le  $\text{N-NH}_3$  continue de diminuer dans un deuxième temps malgré l'absence d'augmentation de la turbidité. Bien qu'une volatilisation, liée à l'augmentation du pH lors de l'efflorescence d'algues, aurait pu en être la cause, l'évolution des données isotopiques indique que l'adsorption sur la biomasse ou les sédiments est plus probable. Les analyses réalisées au cours de ces essais ont indiqué une augmentation des matières particulaires minérales. Une simulation numérique (à l'aide d'outil tel que *Visual MINTECH* par exemple) pourrait alors permettre de définir les minéraux formés. Cela permettrait notamment de déterminer si ces derniers peuvent être impliqués dans le traitement de  $\text{N-NH}_3$  constaté et donc de prédire plus précisément le potentiel devenir de ce-dernier.

En conclusion, malgré les points demeurant à approfondir cités, ce travail fournit une base comparative rigoureuse permettant d'orienter le choix des technologies de traitement des contaminants azotés dans les effluents miniers salins. Il identifie des indicateurs clés, tels que la charge azotée, la salinité, la température, les métaux dissous, la disponibilité en carbone et les contraintes de temps, qui doivent être considérés pour sélectionner la méthode la plus adaptée. L'enjeu n'est alors pas de recommander un procédé unique, mais de fournir un cadre d'analyse robuste pour soutenir la prise de décision technico-économique dans divers contextes d'exploitation minière.

## RÉFÉRENCES

- Afshin, S., Rashtbari, Y., Vosough, M., Dargahi, A., Fazlzadeh, M., Behzad, A., & Yousefi, M. (2021). Application of Box–Behnken design for optimizing parameters of hexavalent chromium removal from aqueous solutions using Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> loaded on activated carbon prepared from alga: Kinetics and equilibrium study. *Journal of Water Process Engineering*, 42, 102113. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102113>
- Ahmed, W., Tian, X., & Delatolla, R. (2019). Nitrifying moving bed biofilm reactor: Performance at low temperatures and response to cold-shock. *Chemosphere*, 229, 295–303. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.04.176>
- Aktan, C. K., Dinler, V., Mesum, B. N., Caliskan, S. N., Ahmad, J. A., & Sahinkaya, E. (2025). A new approach for treating ammonia-rich wastewater deficient in organic matter: A tandem process for nitrification/nitritation in MBBR followed by sulfur-based denitrifying column reactor. *Chemical Engineering Journal*, 513, 1–9. <https://doi.org/10.2139/ssrn.5151579>
- Ali, S. S., El-Sheekh, M., Manni, A., Ruiz, H. A., Elsamahy, T., Sun, J., & Schagerl, M. (2022). Microalgae-mediated wastewater treatment for biofuels production: A comprehensive review. *Microbiological Research*, 265, Article 127187. <https://doi.org/10.1016/j.micres.2022.127187>
- Alleman, J. E., Kennedy, M. S., Mines, R. O., Weber, A. S., & Sherrard, J. H. (1984). Activated Sludge. *Journal (Water Pollution Control Federation)*, 56(6), 568-577. <http://www.jstor.org/stable/25042299>
- An, W., Xiao, S., Liu, H., & Ma, L. (2025). UV irradiation enhanced removal of ammonia nitrogen and mineralization of typical organic pollutants of high chlorine wastewater in catalytic ozonation. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 13(1), Article 115395. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2025.115395>
- Andrade-Linares, D. R., Lehmann, A., & Rillig, M. C. (2016). Microbial stress priming: A meta-analysis. *Environmental Microbiology*, 18(4), 1277–1288. <https://doi.org/10.1111/1462-2920.13223>

- Anthonisen, A. C., Loehr, R. C., Prakasam, T. B. S., & Srinath, E. G. (1976). Inhibition of nitrification by ammonia and nitrous acid. *Journal of the Water Pollution Control Federation*, 48(5), 835–852. <http://www.jstor.com/stable/25038971>
- Aravinthan, V., Takizawa, S., & Fujita, K. (1998). Factors affecting nitrogen removal from domestic wastewater using immobilized bacteria. *Water Science and Technology*, 38(1), 193–202. <https://doi.org/10.2166/wst.1998.0047>
- Bailey, B. L., Smith, L. J. D., Blowes, D. W., Ptacek, C. J., Smith, L., & Sego, D. C. (2013). The Diavik Waste Rock Project: Persistence of contaminants from blasting agents in waste rock effluent. *Applied Geochemistry*, 36, 256–270. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2012.04.008>
- Bassin, J. P., Kleerebezem, R., Muyzer, G., Rosado, A. S., van Loosdrecht, M. C. M., & Dezotti, M. (2012). Effect of different salt adaptation strategies on the microbial diversity, activity, and settling of nitrifying sludge in sequencing batch reactors. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 93(3), 1281–1294. <https://doi.org/10.1007/s00253-011-3428-7>
- Bougie, V. (2011). Diversité bactérienne d'un biofilm impliqué dans la biodégradation du thiocyanate et cyanate, Université du Québec - INRS-Institut Armand-Frappier]. <https://espace.inrs.ca/id/eprint/149>
- Bosman, C. (2009). *The hidden dragon: Nitrate pollution from open-pit mines – A case study from the Limpopo Province, South Africa*. In International Mine Water Conference 2009 Proceedings (pp. 982–987). International Mine Water Association. [https://www.imwa.info/docs/imwa\\_2009/IMWA2009\\_Bosman.pdf](https://www.imwa.info/docs/imwa_2009/IMWA2009_Bosman.pdf)
- Buchwald, C., & Casciotti, K. L. (2010). Oxygen isotopic fractionation and exchange during bacterial nitrite oxidation. *Limnology and Oceanography*, 55(3), 1064–1074. <https://doi.org/10.4319/lo.2010.55.3.1064>
- Cao, T., Xu, J., Li, X., Fu, S., Zeng, Q., Cui, B., Cui, H., & Zhou, D. (2024). Extremely efficient catalytic ozonation of ammonia N to N<sub>2</sub> using Co/Mg(OH)<sub>2</sub> as catalysts. *Journal of Hazardous Materials*, 480, Article 136076. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2024.136076>

- Çeçen, F., Semerci, N., & Geyik, A. G. (2010). Inhibitory effects of Cu, Zn, Ni and Co on nitrification and relevance of speciation. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 85(4), 520-528. <https://doi.org/10.1002/jctb.2321>
- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. (2024, 2 juillet). Mode de conservation des échantillons de rejets liquides (eaux usées) (Publication DR-09-04). Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. <https://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr-09-04-rejets-liquides.pdf>
- Chapman, J., Coedy, W., Schultz, S., & Rykaart, M. (2007). Water treatment and management during the closure of the Colomac Mine. Proc. Mine Closure 2007 Conference, Santiago, Chile (p. 16-19).
- Conseil canadien des ministres de l'environnement. (2012). *Recommandations canadiennes pour la qualité des eaux : protection de la vie aquatique : ion nitrate* [Document scientifique]. Winnipeg (Manitoba) : Auteur. <https://ccme.ca/fr/res/ion-nitrate-fr-recommandations-canadiennes-pour-la-qualit-des-eaux-protection-de-la-vie-aquatique.pdf>
- Coplen, T. B., Böhlke, J. K., De Bièvre, P., Ding, T., Holden, N. E., Hopple, J. A., ... Xiao, Y. K. (2002). Isotope-abundance variations of selected elements (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 74(10), 1987–2017. <https://doi.org/10.1351/pac200274101987>
- Dauchy, J. W., Waller, W. T., & Piwoni, M. D. (1980). Acute toxicity of cyanate to *Daphnia magna*. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 25(1), 194-196. <https://doi.org/10.1007/BF01985510>
- De Filippis, P., Di Palma, L., Scarsella, M., & Verdone, N. (2013). Biological denitrification of high-nitrate wastewaters: A comparison between three electron donors. *Chemical Engineering Transactions*, 32, 319–324. <https://doi.org/10.3303/CET1332054>
- Delatolla, R., Tufenkji, N., Comeau, Y., Gadbois, A., Lamarre, D., & Berk, D. (2009). Kinetic analysis of attached growth nitrification in cold climates. *Water Science and Technology*, 60(5), 1173–1184. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.419>

- Do, J.-M., Jo, S.-W., Yeo, H.-T., Yoon, H.-S., & Shin, D. H. (2021). Biological treatment of reverse osmosis concentrate by microalgae cultivation and utilization of the resulting algal biomass. *Journal of Water Process Engineering*. Advance online publication. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102157>
- Eytcheson, S. A., & LeBlanc, G. A. (2018). Hemoglobin levels modulate nitrite toxicity to *Daphnia magna*. *Scientific Reports*, 8, 7172. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-24087-7>
- Gonzalez-Merchan, C., Genty, T., Bussière, B., Potvin, R., Paquin, M., Benhammadi, M., & Neculita, C. M. (2016). Ferrates performance in thiocyanates and ammonia degradation in gold mine effluents. *Minerals Engineering*, 95, 124–130. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.06.022>
- Gould, D. W., King, M., Mohapatra, B. R., Cameron, R. A., Kapoor, A., & Koren, D. W. (2012). A critical review on destruction of thiocyanate in mining effluents. *Minerals Engineering*, 34, 38–47. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2012.04.009>
- Gouvernement du Canada. (2025). *Règlement modifiant le Règlement sur les effluents des mines de métaux et des mines de diamants (DORS 2025-138)*. *Gazette du Canada, Partie II*, 159(14), 42–43. <https://gazette.gc.ca/rp-pr/p2/2025/2025-07-02/html/sor-dors138-fra.html>
- Gouvernement du Québec, Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. (2025, février). *Directive 019 – Industrie minière* (éd. 2025). [https://www.environnement.gouv.qc.ca/milieu\\_ind/directive019/directive-019-2025.pdf](https://www.environnement.gouv.qc.ca/milieu_ind/directive019/directive-019-2025.pdf)
- Granger, J., Sigman, D. M., Needoba, J. A., & Harrison, P. J. (2004). Coupled nitrogen and oxygen isotope fractionation of nitrate during assimilation by cultures of marine phytoplankton. *Limnology and Oceanography*, 49(5), 1763–1773. <https://doi.org/10.4319/lo.2004.49.5.1763>
- Granger, J., Sigman, D. M., Lehmann, M. F., & Tortell, P. D. (2008). Nitrogen and oxygen isotope fractionation during dissimilatory nitrate reduction by denitrifying bacteria. *Limnology and Oceanography*, 53(6), 2533–2545. <https://doi.org/10.4319/lo.2008.53.6.2533>

- Grommen, R., Dauw, L., & Verstraete, W. (2005). Elevated salinity selects for a less diverse ammonia-oxidizing population in aquarium biofilters. *FEMS Microbiology Ecology*, 52(1), 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.femsec.2004.10.001>
- Happold, F. C., Johnstone, K. I., Rogers, H. J., & Youatt, J. B. (1954). The isolation and characteristics of an organism oxidizing thiocyanate. *Journal of General Microbiology*, 10(2), 261–266. <https://doi.org/10.1099/00221287-10-2-261>
- Harrison, J. J., Ceri, H., Stremick, C. A., & Turner, R. J. (2004). Biofilm susceptibility to metal toxicity. *Environmental Microbiology*, 6(12), 1220–1227. <https://doi.org/10.1111/j.1462-2920.2004.00656.x>
- Hem, L. J., Rusten, B., & Ødegaard, H. (1994). Nitrification in a moving-bed biofilm reactor. *Water Research*, 28(6), 1425–1433. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(94\)90310-7](https://doi.org/10.1016/0043-1354(94)90310-7)
- Hendry, M. J., Wassenaar, L. I., Barbour, S. L., Schabert, M. S., Birkham, T. K., Fedec, T., & Schmeling, E. E. (2018). Assessing the fate of explosives derived nitrate in mine waste rock dumps using the stable isotopes of oxygen and nitrogen. *Science of the Total Environment*, 640–641, 127–137. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.05.275>
- Hendry, M. J., Barbour, S. L., Schmeling, E. E., Wassenaar, L. I., Shaw, S., & Schabert, M. S. (2023). Quantifying denitrification in a field-scale bioremediation experiment. *Science of the Total Environment*, 854, 158762. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.158762>
- Hoang, V., Delatolla, R., Laflamme, E., & Gadbois, A. (2014). An investigation of moving bed biofilm reactor nitrification during long-term exposure to cold temperatures. *Water Environment Research*, 86(1), 36–42. <https://doi.org/10.2175/106143013X13807328848694>
- Hoering, T. C., & Ford, H. T. (1960). The isotope effect in the fixation of nitrogen by *Azotobacter*. *Journal of the American Chemical Society*, 82(2), 376–378. <https://doi.org/10.1021/ja01487a031>
- Hwang, J. H., & Oleszkiewicz, J. A. (2007). Effect of cold-temperature shock on nitrification. *Water Environment Research*, 79(9), 964–968. <https://doi.org/10.2175/106143007X176022>



- Ihlenfeld, C., Oates, C. J., Bullock, S., & Van Zyl, R. (2009, October 19–23). Isotopic fingerprinting of groundwater nitrate sources around Anglo Platinum's RPM Mogalakwena operation (Limpopo Province, South Africa). In *Proceedings of the International Mine Water Conference* (pp. 882–891). International Mine Water Association. Curran Associates, Inc. (ISBN 978-1-61738-662-6)
- Jermakka, J., Wendling, L., Sohlberg, E., Heinonen, H., & Vikman, M. (2015). Potential technologies for the removal and recovery of nitrogen compounds from mine and quarry waters in subarctic conditions. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 45(7), 703–748. <https://doi.org/10.1080/10643389.2014.900238>
- Katayama, Y., Narahara, Y., Inoue, Y., Amano, F., Kanagawa, T., & Kuraishi, H. (1992). A thiocyanate hydrolase of *Thiobacillus thioparus*: A novel enzyme catalyzing the formation of carbonyl sulfide from thiocyanate. *Journal of Biological Chemistry*, 267(13), 9170–9175. [https://doi.org/10.1016/S0021-9258\(19\)50404-5](https://doi.org/10.1016/S0021-9258(19)50404-5)
- Khuntia, S., Majumder, S. K., & Ghosh, P. (2013). Removal of ammonia from water by ozone microbubbles. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(1), 318–326. <https://doi.org/10.1021/ie302212p>
- Knöller, K., Vogt, C., Haupt, M., Feisthauer, S., & Richnow, H.-H. (2011). Experimental investigation of nitrogen and oxygen isotope fractionation in nitrate and nitrite during denitrification. *Biogeochemistry*, 103(1–3), 371–384. <https://doi.org/10.1007/s10533-010-9483-9>
- Koren, D. W., Gould, W. D., & Bédard, P. (2000). Biological removal of ammonia and nitrate from simulated mine and mill effluents. *Hydrometallurgy*, 56(2), 127–144. [https://doi.org/10.1016/S0304-386X\(99\)00088-2](https://doi.org/10.1016/S0304-386X(99)00088-2)
- Kwofie, I. A., Jogand, H., De Ladurantaye-Noël, M., & Dale, C. (2021). Removal of Cyanide and Other Nitrogen-Based Compounds from Gold Mine Effluents Using Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR). *Water*, 13(23), 3370. <https://www.mdpi.com/2073-4441/13/23/3370>
- Li, M., Zamyadi, A., Zhang, W., Dumée, L. F., & Gao, L. (2022). Algae-based water treatment: A promising and sustainable approach. *Journal of Water Process Engineering*, 46, 102630. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102630>

- Lorrain, M.-J., Tartakovsky, B., Peisajovich-Gilkstein, A., & Guiot, S. R. (2004). Comparison of different carbon sources for ground water denitrification. *Environmental Technology*, 25(9), 1041–1049. <https://doi.org/10.1080/09593330.2004.9619397>
- Mahmood, F. N., Barbour, S. L., Kennedy, C., & Hendry, M. J. (2017). Nitrate release from waste rock dumps in the Elk Valley, British Columbia, Canada. *Science of the Total Environment*, 605–606, 915–928. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.05.253>
- Makki, A. (2025). Moving Bed Biofilm Reactors for Wastewater Treatment: A Review and Analysis using VOSviewer. *Journal of Babylon University Engineering Sciences*, 33(3), 18–33. <https://mail.journalofbabylon.com/index.php/JUBES/article/view/5756/4309>
- Marcotte, P. (2020). Performance Evaluation of Pilot Scale Ozonation System for Nitrogen-Based Contaminants Removal in Mine Impacted Water [Master's thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/5235/>
- Marcotte, P., Neculita, C. M., Cloutier, V., Bordeleau, G., & Rosa, E. (2022). Tracing the sources and fate of nitrogen at a Canadian underground gold mine. *Applied Geochemistry*, 142, 105238. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2022.105238>
- Marcotte, P., Baechler, J., Gillman, M., & Genty, T. (2023, 30 avril–3 mai). *Ammonia nitrogen removal by enhanced algae growth: Case study of a subarctic mine site* [Communication présentée au congrès CIM 2023 Convention, Montréal, Canada].
- Mariotti, A., Germon, J. C., Hubert, P., Kaiser, P., Letolle, R., Tardieux, A., & Tardieux, P. (1981). Experimental determination of nitrogen kinetic isotope fractionation: Some principles; illustration for the denitrification and nitrification processes. *Plant and Soil*, 62(3), 413–430. <https://doi.org/10.1007/BF02374138>
- Matter, I. A., Bui, V. K. H., Jung, M., Seo, J. Y., Kim, Y. E., Lee, Y. C., & Oh, Y. K. (2019). Flocculation harvesting techniques for microalgae: A review. *Applied Sciences*, 9(15), 3069. <https://doi.org/10.3390/app9153069>
- Mba, D., Bannister, R. H., & Findlay, G. E. (1999). Mechanical redesign of the rotating biological contactor. *Water Research*, 33(18), 3679–3688. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(99\)00086-X](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(99)00086-X)

- Muruganandham, M., Suri, R. P. S., Jafari, S., Sillanpää, M., Lee, G. J., Wu, J. J., & Swaminathan, M. (2014). Recent developments in homogeneous advanced oxidation processes for water and wastewater treatment. *International Journal of Photoenergy*, 2014, Article 821674. <https://doi.org/10.1155/2014/821674>
- Nanda, M., Jaiswal, K. K., Kumar, V., Verma, M., Vlaskin, M. S., Gururani, P., ... Hussain, A. (2021). Bio-remediation capacity for Cd(II) and Pb(II) from the aqueous medium by two novel strains of microalgae and their effect on lipidomics and metabolomics. *Journal of Water Process Engineering*, 44, 102404. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102404>
- Navada, S., Gaumet, F., Tveten, A.-K., Kolarevic, J., & Vadstein, O. (2021). Seeding as a start-up strategy for improving the acclimation of freshwater nitrifying bioreactors to salinity stress. *Aquaculture*, 540, 736663. <https://doi.org/10.1016/j.aquaculture.2021.736663>
- Navada, S., & Vadstein, O. (2022). Salinity acclimation strategies in nitrifying bioreactors. *Frontiers in Marine Science*, 9, Article 867592. <https://doi.org/10.3389/fmars.2022.867592>
- Nilsson, L., & Widerlund, A. (2017). Tracing nitrogen cycling in mining waters using stable nitrogen isotope analysis. *Applied Geochemistry*, 84, 41–51. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2017.05.025>
- Ødegaard, H. (2006). Innovations in wastewater treatment: the moving bed biofilm process. *Water Science and Technology*, 53(9), 17–33. <https://doi.org/10.2166/wst.2006.284>
- Oleszkiewicz, J. A., & Berquist, S. A. (1988). Low temperature nitrogen removal in sequencing batch reactors. *Water Research*, 22(9), 1163–1171. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(88\)90012-7](https://doi.org/10.1016/0043-1354(88)90012-7)
- Painter, H. A., & Loveless, J. E. (1983). Effect of temperature and pH value on the growth-rate constants of nitrifying bacteria in the activated-sludge process. *Water Research*, 17(3), 237–248. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(83\)90176-8](https://doi.org/10.1016/0043-1354(83)90176-8)
- Papirio, S. (2012). Fluidized-bed bioreactor applications for the treatment of metal-sulfate and nitrate-contaminated mine waters. A Doctoral Thesis of the Department of Chemical Engineering. University of Cassino and Southern Lazio, Italy. [https://gitisa.it/wp-content/uploads/tesi/2013/06-Tesi\\_Stefano\\_Papirio.pdf](https://gitisa.it/wp-content/uploads/tesi/2013/06-Tesi_Stefano_Papirio.pdf)

- Pastorelli, G., Andreottola, G., Canziani, R., de Fraja Frangipane, E., De Pascalis, F., Gurrieri, G., & Rozzi, A. (1997). Pilot-plant experiments with moving-bed biofilm reactors. *Water Science and Technology*, 36(1), 43–50. [https://doi.org/10.1016/S0273-1223\(97\)00321-1](https://doi.org/10.1016/S0273-1223(97)00321-1)
- Patwardhan, A. W. (2003). Rotating biological contactors: A review. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42(10), 2035–2051. <https://doi.org/10.1021/ie0200104>
- Phung, A. D., Othman, M., & Yulian, J. (2014). Effect of sucrose on denitrification through simulation, lab-scaled batch tests and pilot plants. *Science & Technology Development*, 17(M2-2014). <https://doi.org/10.32508/stdj.v17i4.1535>
- Potivichayanon, S., Supromin, N., & Toensakes, R. (2017). Development of a mixed microbial culture for thiocyanate and metal cyanide degradation. *3 Biotech*, 7(3), 191. <https://doi.org/10.1007/s13205-017-0814-6>
- Qiu, H., Zhao, W., Zhao, Z., Bai, M., Bi, X., Zhou, X., Wang, Y., Su, S., Qin, Y., & Wang, C. (2025). Nitrogen removal activity and functional microbial community structure in IFAS, activated sludge, and MBBR systems under different salinity conditions. *Journal of Water Process Engineering*, 76, 108285. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2025.108285>
- Reddy, K. R., DeLaune, R. D., & Inglett, P. W. (2022). *Biogeochemistry of wetlands: Science and applications* (2<sup>e</sup> éd.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9780429155833>
- Ren, Y., Oleszkiewicz, J. A., Uyaguari, M., Ferraz, F., & Devlin, T. R. (2025). Impact of fall ammonia fluctuations on winter nitrification in moving bed biofilm reactors. *Science of the Total Environment*, 962, 178499. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2025.178499>
- Ryskie, S. (2017). *Traitement de l'azote ammoniacal dans les effluents miniers contaminés au moyen de procédés d'oxydation avancée* [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/2486/>
- Ryskie, S., Gonzalez-Merchan, C., Neculita, C. M., & Genty, T. (2020). Efficiency of ozone microbubbles for ammonia removal from mine effluents. *Minerals Engineering*, 145, Article 106071. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106071>
- Ryskie, S., Bélanger, E., Neculita, C. M., Couture, P., & Rosa, E. (2023). Influence of ozone microbubble enhanced oxidation on mine effluent mixes and *Daphnia magna* toxicity. *Chemosphere*, 329, 138559. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138559>

- Salveti, R., Azzellino, A., Canziani, R., & Bonomo, L. (2006). Effects of temperature on tertiary nitrification in moving-bed biofilm reactors. *Water Research*, 40(15), 2981–2993. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.05.013>
- Schopf, A., Delatolla, R., Mathew, R., Tsitouras, A., & Kirkwood, K. M. (2018). Investigation of copper inhibition of nitrifying moving bed biofilm (MBBR) reactors during long term operations. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 41(10), 1485–1495. <https://doi.org/10.1007/s00449-018-1976-2>
- Semerci, N., & Çeçen, F. (2007). Importance of cadmium speciation in nitrification inhibition. *Journal of Hazardous Materials*, 147(1), 503–512. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.01.041>
- Shaw, D. R., Ali, M., Katuri, K. P., Gralnick, J. A., Reimann, J., Mesman, R., van Niftrik, L., Jetten, M. S. M., & Saikaly, P. E. (2020). Extracellular electron transfer–dependent anaerobic oxidation of ammonium by anammox bacteria. *Nature Communications*, 11(1), Article 2058. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-16016-y>
- Skinner, F. A., & Walker, N. (1961). Growth of *Nitrosomonas europaea* in batch and continuous culture. *Archiv für Mikrobiologie*, 38(4), 339–349. <https://doi.org/10.1007/BF00408008>
- Stasinakis, A. S., Thomaidis, N. S., Mamais, D., Papanikolaou, E. C., Tsakon, A., & Lekkas, T. D. (2003). Effects of chromium (VI) addition on the activated sludge process. *Water Research*, 37(9), 2140–2148. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(02\)00623-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(02)00623-1)
- Sterritt, R. M., & Lester, J. N. (1980). Interactions of heavy metals with bacteria. *Science of the Total Environment*, 14(1), 5–17. [https://doi.org/10.1016/0048-9697\(80\)90122-9](https://doi.org/10.1016/0048-9697(80)90122-9)
- Swart, P. K., Evans, S., Capo, T., & Altabet, M. A. (2014). The fractionation of nitrogen and oxygen isotopes in macroalgae during the assimilation of nitrate. *Biogeosciences*, 11(21), 6147–6157. <https://doi.org/10.5194/bg-11-6147-2014>
- Takahashi, M., Ishikawa, H., Asano, T., & Horibe, H. (2012). Effect of microbubbles on ozonized water for photoresist removal. *Journal of Physical Chemistry C*, 116(23), 12578–12583. <https://doi.org/10.1021/jp301746g>

- Tanabene, R. (2016). *Développement d'une approche biologique de dénitrification des effluents des mines d'or à l'échelle de laboratoire* [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/2418/>
- Tchobanoglous, G., Burton, F. L., & Stensel, H. D. (2003). *Wastewater engineering: Treatment and reuse* (4<sup>e</sup> éd.). McGraw-Hill.
- Teitzel, G. M., & Parsek, M. R. (2003). Heavy metal resistance of biofilm and planktonic *Pseudomonas aeruginosa*. *Applied and Environmental Microbiology*, 69(4), 2313–2320. <https://doi.org/10.1128/AEM.69.4.2313-2320.2003>
- U.S. Environmental Protection Agency. (2013, août). *Aquatic Life Ambient Water Quality Criteria for Ammonia – Freshwater* (Document no. EPA-820-F-13-013). Office of Water. [https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-08/documents/fact\\_sheet\\_aquatic-life-ambient-water-quality-criteria-for-ammonia-freshwater-2013.pdf](https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-08/documents/fact_sheet_aquatic-life-ambient-water-quality-criteria-for-ammonia-freshwater-2013.pdf)
- Van Dam, R. A., Harford, A. J., Lunn, S. A., & Gagnon, M. M. (2014). Identifying the cause of toxicity of a saline mine water. *PLOS ONE*, 9(9), e106857. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0106857>
- van den Berg, E. M., van Dongen, U., Abbas, B., & van Loosdrecht, M. C. M. (2015). Enrichment of DNRA bacteria in a continuous culture. *The ISME Journal*, 9(10), 2153–2161. <https://doi.org/10.1038/ismej.2015.26>
- Vázquez-Padín, J., Fernández, I., Figueroa, M., Mosquera-Corral, A., Campos, J. L., & Méndez, R. (2009). Applications of Anammox based processes to treat anaerobic digester supernatant at room temperature. *Bioresource Technology*, 100(12), 2988–2994. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.01.028>
- Velázquez-Ochoa, R., Ochoa-Izaguirre, M. J., & Soto-Jiménez, M. F. (2022). An analysis of the variability in  $\delta^{13}\text{C}$  in macroalgae from the Gulf of California: Indicative of carbon concentration mechanisms and isotope discrimination during carbon assimilation. *Biogeosciences*, 19(1), 1–27. <https://doi.org/10.5194/bg-19-1-2022>
- Villemur, R., Juteau, P., Bougie, V., Ménard, J., & Déziel, E. (2015). Development of four-stage moving bed biofilm reactor train with a pre-denitrification configuration for the removal of



thiocyanate and cyanate. *Bioresource Technology*, 181, 254–262.  
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.01.051>

- Vincent, S., Dale, C., Young, B., Laliberté, M., & Pouzenc, A. (2016). Gold mine effluent treatment: Cyanide compounds and total nitrogen biodegradation using moving bed biofilm reactor [Conference paper]. *Proceedings of the Water Environment Federation*, 2016(7), 5636–5651. <https://doi.org/10.2175/193864716819714474>
- Vymazal, J. (2007). Removal of nutrients in various types of constructed wetlands. *Science of The Total Environment*, 380(1), 48–65. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2006.09.014>
- Wang, S., Parajuli, S., Sivalingam, V., & Bakke, R. (2019). Biofilm in moving bed biofilm process for wastewater treatment. In S. Dinçer, M. S. Özdenefe, & A. Arkut (Éds.), *Bacterial Biofilms* (p. 1–15). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.88520>
- Widerlund, A., Chlot, S., & Öhlander, B. (2014). Sedimentary records of  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  and organic matter accumulation in lakes receiving nutrient-rich mine waters. *Science of The Total Environment*, 485–486, 205–215. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2014.03.068>
- Youatt, J. B. (1954). Studies on the metabolism of *Thiobacillus thiocyanoxidans*. *Microbiology*, 11(2), 139–149. <https://doi.org/10.1099/00221287-11-2-139>
- Young, B., Delatolla, R., Ren, B., Kennedy, K., Laflamme, E., & Stintzi, A. (2016). Pilot-scale tertiary MBBR nitrification at 1 °C: Characterization of ammonia removal rate, solids settleability and biofilm characteristics. *Environmental Technology*, 37(16), 2124–2132. <https://doi.org/10.1080/09593330.2016.1143037>
- Zaitsev, G., Mettänen, T., & Langwaldt, J. (2008). Removal of ammonium and nitrate from cold inorganic mine water by fixed-bed biofilm reactors. *Minerals Engineering*, 21(1), 10–15. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.08.014>
- Zaviska, F., Drogui, P., Blais, J.-F., & Mercier, G. (2009). In situ active chlorine generation for the treatment of dye-containing effluents. *Journal of Applied Electrochemistry*, 39(12), 2397–2408. <https://doi.org/10.1007/s10800-009-9927-x>

## **ANNEXE A Protocole suivi lors des essais d'ozonation à microbulles**

### **1. Objectif des essais**

Ce protocole vise à évaluer de manière rigoureuse l'efficacité de l'ozonation en tant que procédé d'oxydation avancée pour l'élimination de l'azote ammoniacal (sous forme  $\text{N-NH}_3$ ) présent dans les effluents issus d'activités minières. L'étude accorde une attention particulière à l'influence de la salinité sur les performances du traitement, en mettant l'accent sur le rôle potentiel des ions chlorure ( $\text{Cl}^-$ ), suspectés de catalyser l'ozonation des composés azotés (Khuntia et al., 2013). Pour ce faire, des essais seront réalisés sur des effluents, qu'ils soient synthétiques ou réels, caractérisés par un profil anionique dominé soit par les chlorures ( $\text{Cl}^-$ ), soit par les sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), afin d'identifier et de quantifier l'impact différentiel de ces anions sur l'efficacité du procédé.

### **2. Matériel nécessaire**

Le pilote utilisé est le même que pour les travaux de Ryskie et al. (2020). Le matériel utilisé lors de ces essais est donc :

- Générateur d'ozone : Primozone® GM1.
- Réacteur batch en verre borosilicaté d'un volume utile de 15 litres.
- Système de diffusion d'ozone, incluant un générateur de microbulles NIKUNI KTM20N (60 Hz) et un mélangeur statique OHR MX-E15.
- Sonde multi-paramètre (pH, POR, température, conductivité) calibrée.
- Sonde sélective au  $\text{NH}_3$  (Thermo Scientific™ Orion™ High Performance Ammonia Combination Ion Selective Electrode)
- Flacons stériles pour les prélèvements d'échantillons.
- Filtres à seringue de 0,45  $\mu\text{m}$  en PTFE.
- Seringues et béciers en plastique ou verre.
- Équipement de sécurité (gants, lunettes, hotte ventilée).



### 3. Effluents testés

L'étude vise à évaluer de manière précise l'influence de la salinité et de la composition anionique sur les performances de traitement par ozonation à microbulles. Une attention particulière est portée à l'effet des anions majoritaires ( $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ) et des contaminants spécifiques ( $\text{SCN}^-$ ,  $\text{N-NH}_3$ ). Pour cela, une série d'essais a été réalisée en milieu synthétique afin de contrôler rigoureusement les paramètres d'intérêt. Des effluents synthétiques à profils anioniques dominants  $\text{SO}_4^{2-}$  ou  $\text{Cl}^-$  ont été préparés (15 L) à partir d'eau désionisée par dissolution de sels préalablement déshydratés pendant 4 heures dans un dessiccateur, afin de garantir la précision des concentrations (Tableau 1). Les effluents synthétiques à base de  $\text{SO}_4^{2-}$  ont été obtenus en dissolvant du  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  pour atteindre des concentrations en  $\text{N-NH}_3$  de 55 mg/L et 110 mg/L, puis en ajoutant du  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  afin d'ajuster la teneur en  $\text{SO}_4^{2-}$  à des niveaux représentatifs des effluents miniers. Les effluents synthétiques à base de  $\text{Cl}^-$  ont été préparés en dissolvant du  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ( $\text{N-NH}_3 = 100 \text{ mg/L}$ ) suivi d'un ajustement en  $\text{Cl}^-$  par ajout de  $\text{NaCl}$ .

Tableau 1 : Masses de sels ajoutés lors de la préparation (15 L) des effluents synthétiques utilisés lors des essais d'ozonation à microbulles

| Effluent | $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (g) | $\text{NH}_4\text{Cl}$ (g) | $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g) | $\text{NaCl}$ (g) | $\text{NaSCN}$ (g) |
|----------|----------------------------------|----------------------------|------------------------------|-------------------|--------------------|
| S1       | 3,89                             | -                          | 49,05                        | -                 | 4,78               |
| S2       | 7,08                             | -                          | 45,62                        | -                 | 4,34               |
| S3       | 7,78                             | -                          | 44,86                        | -                 | -                  |
| S4       | -                                | 6,30                       | -                            | 52,46             | -                  |
| S5       | -                                | 6,30                       | -                            | 438,24            | -                  |

Ces essais synthétiques permettent d'isoler et de quantifier précisément l'effet de chaque paramètre. Une étude paramétrique est mise en place en ne faisant varier qu'un seul facteur à la fois ( $\text{SCN}^-$ ,  $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{Cl}^-$  ou  $\text{SO}_4^{2-}$ ), les autres étant maintenus constants, afin de garantir la comparabilité des résultats. En complément, trois effluents réels (notés R1, R2 et R3) ont été sélectionnés pour valider les observations issues des milieux synthétiques. Ces effluents présentent des profils anioniques dominés respectivement par  $\text{SO}_4^{2-}$  (R1 et R2) et  $\text{Cl}^-$  (R3), comme indiqué dans le Tableau 2. Leur étude permet de confronter les résultats obtenus en conditions contrôlées avec ceux issus de matrices complexes. Aussi, afin de limiter les concentrations en métaux pouvant être source de toxicité de l'effluent traité (Marcotte et al., 2023), ceux-ci sont préalablement précipité. Le protocole de coagulation à flocs lestés est fourni en annexe D. Avant l'ozonation à

microbulles, le pH est ajusté à 9 par ajout de NaOH afin de garantir une bonne efficacité de traitement (Marcotte et al., 2020).

Tableau 2 : Effluents synthétiques S et réels R utilisés lors des essais d'ozonation

| Effluent                    | [SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ]<br>(g/L) | [Cl]<br>(g/L) | [N-NH <sub>3</sub> ]<br>(mg N/L) | [SCN <sup>-</sup> ]<br>(mg N/L) | [N oxydable]<br>(mg N/L) |
|-----------------------------|-------------------------------------------|---------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------|
| S <sub>1</sub>              | 2,40                                      | -             | 55                               | 55                              | 110                      |
| R <sub>1</sub>              | 2,30                                      | 0,23          | 56                               | 53                              | 109                      |
| S <sub>2</sub>              | 2,40                                      | -             | 100                              | 50                              | 150                      |
| R <sub>2</sub>              | 2,50                                      | 0,18          | 103                              | 50                              | 153                      |
| S <sub>3</sub>              | 2,40                                      | -             | 110                              | -                               | 110                      |
| S <sub>4</sub>              | -                                         | 2,40          | 110                              | -                               | 110                      |
| S <sub>5</sub>              | -                                         | 18,0          | 110                              | -                               | 110                      |
| R <sub>3</sub> dilué (30 %) | -                                         | 18,0          | 110                              | -                               | 110                      |
| R <sub>3</sub>              | -                                         | 60,0          | 370                              | -                               | 370                      |

Cette approche combinée, alliant essais synthétiques contrôlés et validation sur effluents réels, permet d'évaluer de manière robuste et détaillée l'influence de la salinité, de la composition anionique et de la charge en contaminants sur l'efficacité du procédé d'ozonation à microbulles.

#### 4. Mise en place de l'essai

1. Verser la solution (synthétique ou réelle) dans le réacteur d'ozonation.
2. Ajuster le pH à 9
3. Installer l'agitateur et le système de diffusion d'ozone.
4. Mettre en route l'agitateur à une vitesse constante (150 à 200 tr/min).
5. Lancer la production d'ozone et injecter celui-ci dans la solution à l'aide du diffuseur.
6. Le temps de contact doit être mesuré à partir de l'injection initiale d'ozone. Les échantillons sont prélevés à des intervalles réguliers de 15 minutes jusqu'à diminution de la concentration en N-NH<sub>3</sub> au-dessous de 1 mg/L.
7. À chaque temps de prélèvement, un échantillon est filtré à 0,45 µm, puis analysé immédiatement ou conservé à 4 °C pour analyse ultérieure (dans un délai de 24 heures).

## 5. Analyses à effectuer

À chaque point de prélèvement, effectuer les analyses suivantes :

- $[N-NH_3]$  : par sonde sélective
- $[SCN^-]$ ,  $[CNO^-]$ ,  $[NO_2^-]$ ,  $[NO_3^-]$ ,  $[Cl^-]$ ,  $[SO_4^{2-}]$ , (per)chlorate : par chromatographie ionique.
- pH, Température, Conductivité, Potentiel redox.

## 6. Traitement et interprétation des résultats

1. Calculer la concentration résiduelle de  $N-NH_3$  à chaque point, et en déduire le pourcentage d'élimination.
2. Tracer les courbes d'évolution de  $SCN^-$ ,  $N-NH_3$ ,  $NO_2^-$  et  $NO_3^-$  en fonction du temps.
3. Calculer la quantité d'ozone consommée par mg de  $N-NH_3$  éliminé.
4. Le cas échéant, déterminer les cinétiques (pseudo-premier ordre) à l'aide des courbes  $\ln([N-NH_3]_0/[N-NH_3]_t)$  en fonction du temps.

## **ANNEXE B Protocole suivi lors des essais de nitrification-dénitrification MBBR**

### **1. Objectifs**

Cette partie du projet a pour objectif d'évaluer la capacité d'un procédé de traitement biologique par nitrification-dénitrification, intégré dans une filière de type MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor), à atteindre de façon durable les standards de qualité exigés pour un rejet direct des effluents dans le milieu naturel. À cette fin, un essai pilote à l'échelle semi-industrielle est mis en place et fonctionne en continu pendant une période de neuf mois, afin d'analyser les performances du système dans des conditions représentatives d'une exploitation réelle.

### **2. Pilote d'essais MBBR**

Le procédé étudié reprend le design proposé par Villemur et al. (2015) en y intégrant une étape supplémentaire de dénitrification (Figure 1). L'effluent à traiter est d'abord transféré du réservoir d'alimentation vers les réacteurs MBBR à l'aide d'une pompe péristaltique, selon un débit rigoureusement contrôlé. Ce débit est initialement fixé à 0,1 L/h afin de favoriser le développement de la biomasse, puis il est progressivement ajusté en fonction de la capacité du système pilote à dégrader la charge contaminante. L'écoulement entre les réacteurs (R1 à R5) s'effectue par gravité. Chaque réacteur remplit une fonction spécifique (Tableau 2.1), nécessitant l'ajout de réactifs, une aération ou une agitation adaptée pour garantir des conditions optimales à la croissance et à l'activité des communautés microbiennes.

Le premier réacteur (R1) assure l'oxydation du thiocyanate ( $\text{SCN}^-$ ) et l'hydrolyse du cyanate ( $\text{CNO}^-$ ) qui en résulte. Il est équipé d'un système d'aération composé d'une pompe d'aquarium et d'une pierre de diffusion. Pour prévenir l'acidification du milieu — en particulier en cas de nitrification partielle — le pH est maintenu autour de 7,4 grâce à l'injection contrôlée de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) par une pompe doseuse. Une seconde pompe péristaltique injecte une solution de phosphate monoammonique ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) afin de satisfaire les besoins en phosphore ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) des microorganismes.

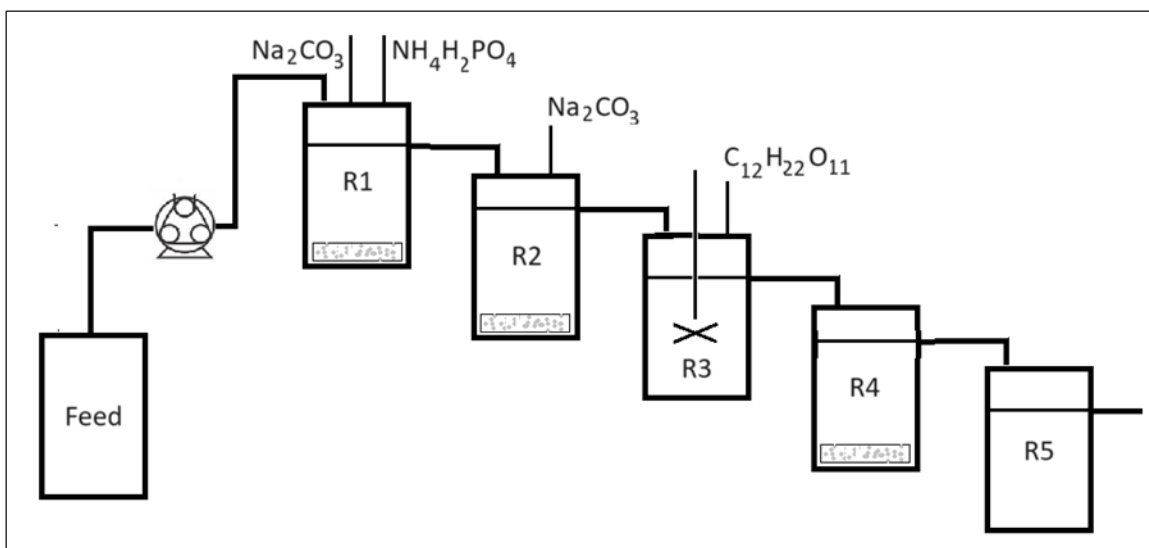


Figure 1 : Schéma simplifié du pilote d'essais MBBR

Le réacteur R2, également aéré via une pompe d'aquarium et une pierre de diffusion, est dédié à la nitrification des effluents. Ce processus générant une acidification du milieu, une régulation continue du pH à 7,4 est assurée par une injection de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à l'aide d'une pompe doseuse.

Tableau 1 : Description des différents réacteurs composant la filière MBBR étudiée

| Réacteur | Principale fonction                                      | Ajout de réactifs                                              | Aération | Agitation mécanique | Volume du réacteur (L) | Taux de remplissage MBBR initial (%) |
|----------|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|----------|---------------------|------------------------|--------------------------------------|
| R1       | Oxydation/hydrolyse des $\text{SCN}^-$ et $\text{CNO}^-$ | $\text{Na}_2\text{CO}_3$<br>$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ | Oui      | Non                 | 5                      | 30                                   |
| R2       | Nitrification                                            | $\text{Na}_2\text{CO}_3$                                       | Oui      | Non                 | 40                     | 30                                   |
| R3       | Dénitrification                                          | $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$                      | Non      | Oui                 | 15                     | 30                                   |
| R4       | Réoxydation                                              | -                                                              | Oui      | Non                 | 5                      | 30                                   |
| R5       | Sédimentation de la biomasse                             | -                                                              | Non      | Non                 | 15                     | 0                                    |

Le réacteur R3 prend en charge la dénitrification des effluents. Il n'est pas aéré, et l'homogénéisation du milieu s'effectue par agitation mécanique. Une pompe péristaltique ajoute une solution de saccharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ) servant de source de carbone organique pour les bactéries dénitrifiantes hétérotrophes. Le débit de cette solution est initialement défini pour atteindre un rapport massique C/N d'environ 4. Ce ratio est ensuite ajusté selon les performances de

dénitrification observées, les concentrations résiduelles de DCO en sortie, ou la présence d'oxygène dissous (OD) excessive dans le réacteur.

Le réacteur R4 réalise un traitement de polissage par réoxygénation. Bien que sa fonction principale soit l'oxydation de l'excès de carbone organique issu de la dénitrification, d'autres réactions d'oxydation peuvent également s'y produire, telles que celles des formes réduites de l'azote ( $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{NO}_2^-$ ) ou du sulfure d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{S}$ ) potentiellement formé lors de la dénitrification. Ce réacteur est donc maintenu en conditions aérobies.

Enfin, bien que les réacteurs MBBR génèrent moins de matières en suspension (MES) que les systèmes à boues activées, le réacteur R5 est conçu pour permettre la sédimentation de la biomasse détachée en aval des différentes étapes. Cette configuration permet à la fois de réduire la turbidité de l'effluent final et de limiter les risques de remobilisation des contaminants liés à la dégradation de la biomasse.

### ***2.1 Montage du pilote :***

- Dans les différents réacteurs, mesurer la hauteur nécessaire afin d'avoir le volume utile souhaité
- À cette hauteur, percer un trou pour le raccordement du tuyau de sortie
- Installer les différents réacteurs afin de permettre un écoulement gravitaire entre eux
- Mettre en place les différents réservoirs de réactifs. Les graduer afin de pouvoir en suivre le volume restant.
- Installer les pompes volumétriques (alimentation en effluent,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )
- Installer les pompes doseuses et calibrer les sondes pH
- Ajouter les médias MBBR (Kaldnes K3) afin que ceux-ci occupent 30 % du volume utile
- Mettre en place les pompes à aquarium (munies de pierre de diffusion) dans les réacteurs R1, R2 et R4
- Installer le système d'agitation
- Mettre en écoulement

## ***2.2 Inoculation des réacteurs***

Les réacteurs R1 et R2 sont respectivement inoculés à l'aide de médias MBBR prélevés directement à l'étage correspondant de l'Unité de Traitement des Effluents (UTFE) : l'étage de dégradation des thiocyanates ( $\text{SCN}^-$ ) pour R1 et l'étage de nitrification pour R2. Le réacteur R3 est quant à lui inoculé par des ajouts de boues récupérées au sein du clarificateur final de l'UTFE. Aucun inoculum n'est introduit dans le réacteur R4, tandis que le réacteur R5 ne contient pas de médias MBBR.

## **3. Réalisation des essais**

### ***3.1. Phase de démarrage (acclimatation)***

Le réacteur pilote reçoit dans un premier temps un débit de 0,1 L/h d'effluent minier. Afin de prévenir tout choc toxique, en particulier lié à la présence de cuivre (Cu), les métaux sont préalablement précipités (voir Annexe D). Si Cu se retrouve inférieur à 1 mg/L, l'effluent peut être utilisé au sein du pilote. Une fois le procédé biologiquement stabilisé, c'est-à-dire en l'absence d'accumulation significative de nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ) ou d'ammoniac ( $\text{N-NH}_3$ ) au-delà de 2 mg/L, le débit d'alimentation augmente progressivement. Cette montée en charge, effectuée par paliers contrôlés, permet de préserver l'intégrité de la biomasse et de conduire le système vers un débit cible d'environ 1 L/h.

### ***3.2 Suivi analytique***

À minima, un suivi du procédé est réalisé par semaine. Les paramètres suivis sont :

- $\text{N-NH}_3$  par sonde sélective calibrée (Thermo Scientific™ Orion™ High Performance Ammonia Combination Ion Selective Electrode)
- $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  par colorimétrie (Hach DR900)
- $\text{SCN}^-$  par spectrométrie (460 nm)
- pH, POR, temperature, OD à l'aide d'une sonde multiparamètre calibrée
- Volume restant dans les différents réservoirs de réactifs
- Débit des pompes (mesuré à l'aide d'un cylindre gradué et d'un chronomètre)

Avant analyse, les échantillons sont filtrés à 0,45  $\mu\text{m}$  puis directement analysés. Dans le cas où cela ne serait pas possible, ils sont conservés au maximum 48 h à 4 °C.

Ce suivi est complété par une caractérisation plus exhaustive (DCO, DBO, alcalinité, métaux et écotoxicologie) dans un laboratoire accrédité. L'échantillonnage est réalisé lorsque les données obtenues par colorimétrie s'avèrent stables et avant l'augmentation du débit d'alimentation. Après une éventuelle filtration (si nécessaire), les échantillons sont expédiés à ce dernier dans des glacières munies de pains de glace.

#### **4. Interprétation des données**

- Bilan massique : Établir un bilan massique de l'azote total pour vérifier la transformation des contaminants en produits finaux ( $N_2$ ,  $NO_3^-$ , etc.).
- Visualisation : représentations graphiques des évolutions temporelles des concentrations en azote, des paramètres physico-chimiques, et des rendements.
- Calculs de performance : Déterminer les rendements d'élimination (%), les vitesses spécifiques de dégradation (en  $g-N/m^2/h$ ) et les charges critiques pour chaque contaminant.
- Déterminer les consommations en réactifs (en  $g/g-N$ )
- Analyse de la stabilité du procédé : réponse du système aux variations de charge, pH, température, etc.



## **ANNEXE C Protocole suivi lors des essais de promotion de l'atténuation naturelle**

### **1. Objectif du protocole**

Ce protocole expérimental a pour objectif d'évaluer, dans un contexte de traitement semi-passif, l'efficacité de l'ajout de phosphate ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) — à des concentrations de 1, 2 et 3 mg/L — pour stimuler l'atténuation naturelle des contaminants azotés présents dans des eaux minières. L'étude vise à déterminer dans quelle mesure différents dosages de phosphate influencent les cinétiques de dégradation de ces contaminants, en identifiant la concentration optimale favorisant l'activité biologique.

L'analyse conjointe des paramètres physico-chimiques (pH, potentiel redox et oxygène dissous) permettra de caractériser les conditions redox les plus favorables à la transformation des composés azotés. En parallèle, la comparaison des résultats obtenus pour plusieurs types d'effluents miniers permettra d'identifier les facteurs influençant l'efficacité du traitement, notamment la charge polluante initiale, la salinité, et les concentrations en métaux dissous. Ces données seront essentielles pour établir des critères de sélection des sites propices à une stratégie de biostimulation au phosphate dans le cadre de traitements passifs ou semi-passifs.

### **2. Caractérisation initiale des eaux minières**

Avant le démarrage des essais, un échantillon représentatif des eaux minières à traiter sera collecté. Une première série d'analyse de l'effluent (pH, ORP, température, turbidité, OD,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{N-NH}_3$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ) est alors réalisée. Celle-ci est complétée par une caractérisation physico-chimique plus exhaustive (DCO, DBO, alcalinité, MES, carbone organique et métaux notamment) menée par un laboratoire accrédité. Des échantillons sont également prélevés afin d'identifier et dénombrer les espèces biologiques ou les matières minérales présentes. Cette étape permet de poser un diagnostic de l'état initial du système et d'identifier les paramètres pouvant influencer l'activité biologique.

### 3. Réalisation des essais

Différents essais de promotion de l'atténuation naturelle sont menés (Tableau 1). Ceux-ci sont réalisés, dans un premier temps, en chambre de culture. Ils sont par la suite repris lors d'essais in-situ à plus grande échelle.

Tableau 1 : Essais de promotion de l'atténuation naturelle réalisés

| Essais             | Effluent | Test | Volume d'effluent initial (L) | Concentration souhaitée en $\text{PO}_4^{3-}$ (mg/L) | Volume de $\text{PO}_4^{3-}$ ajouté (mL) |
|--------------------|----------|------|-------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Chambre de culture | R5       | -    | 1                             | 0                                                    | 0                                        |
|                    |          | -    | 1                             | 1                                                    | 0,14                                     |
|                    |          | -    | 1                             | 3                                                    | 0,43                                     |
|                    |          | -    | 1                             | 5                                                    | 0,72                                     |
| In-situ            | R4       | A1   | 1030                          | 1                                                    | 148                                      |
|                    |          | A2   | 980                           | 3                                                    | 422                                      |
|                    |          | A3   | 1020                          | 5                                                    | 733                                      |
|                    | R1       | A4   | 1000                          | 1                                                    | 144                                      |
|                    |          | A5   | 965                           | 3                                                    | 416                                      |
|                    |          | A6   | 990                           | 5                                                    | 711                                      |
|                    | R5       | A7   | 1000                          | 1                                                    | 144                                      |
|                    |          | A8   | 1000                          | 3                                                    | 431                                      |
|                    |          | A9   | 1050                          | 5                                                    | 754                                      |

#### 3.1. Essais en chambre de culture :

Des échantillons de 500 mL d'effluent minier sont ajoutés dans des petits bacs en plastique. Des ajouts de  $\text{PO}_4^{3-}$  sont alors éventuellement réalisés (0, 1, 2 ou 3 mg/L selon les essais). Celui-ci est ajouté ici sous forme d'une solution contenant 10 g/L d'engrais (7,0 g  $\text{PO}_4^{3-}$ /L), soit un fertilisant de type *Plant Starter 10-52-10* (Golfgreen™). Afin de simuler les conditions estivales, la chambre de culture est programmée pour une période d'éclairage de 18 h, suivie d'une période d'obscurité de 6 h.

### **3.2. Essais *in-situ***

Les essais sont réalisés dans des réservoirs en polyéthylène haute densité (PEHD) d'un volume unitaire de 1 m<sup>3</sup>, ouverts sur le dessus pour permettre une exposition directe aux conditions atmosphériques. Ces réservoirs sont installés sur une surface plane et stable, non ombragée, afin de maximiser l'ensoleillement tout au long de la journée. Chaque réservoir est rempli avec un type d'effluent spécifique à tester, dont le volume initial est soigneusement mesuré et consigné pour assurer la traçabilité et la reproductibilité des essais.

Les expérimentations sont conduites au cours des mois de juillet et août 2023, une période caractérisée par des températures diurnes élevées (souvent supérieures à 20 °C) et une intensité lumineuse maximale dans la région d'étude.

## **4. Suivi expérimental**

Des prélèvements d'échantillons liquides seront réalisés à intervalles réguliers (tous les 3 jours) au cours des 2 premières et de la dernière semaine des essais. Les concentrations en N-NH<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, et PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, ainsi que la turbidité, sont mesurées à l'aide d'un colorimètre Hach DR900. Le pH, le POR, l'OD, la température et la conductivité sont mesurés à l'aide d'une sonde de terrain multiparamètre calibrée. Un échantillon supplémentaire est filtré (0,45 µm) et conservé à 4 °C. Celui-ci est analysé (SCN<sup>-</sup>, CNO<sup>-</sup> et alcalinité notamment) dès le retour du terrain (conservation maximale de 15 jours). Une analyse par chromatographie ionique est aussi réalisée afin de confirmer les valeurs obtenues *in-situ* par colorimétrie.

## **5. Démantèlement des essais**

À la fin des essais, des échantillons sont prélevés, éventuellement filtrés à 0,45 µm, puis envoyé à un laboratoire accrédité afin de réaliser une caractérisation complète des effluents après traitement. Un autre échantillon est pris afin de réaliser une identification et un dénombrement des populations biologiques et d'éventuelles matières minérales particulières. Une chaudière de chacun des effluents après traitement est aussi prélevée afin de permettre la réalisation des essais de dégradation et de récupération de la biomasse à venir.

## **6. Analyse et interprétation des résultats**

Les résultats obtenus permettront de comparer les cinétiques de dégradation des contaminants azotés selon les différents dosages de phosphate appliqués. L'objectif est d'identifier la concentration en  $\text{PO}_4^{3-}$  qui favorise le plus efficacement l'activité biologique. Les données de pH, redox et oxygène dissous permettront aussi d'évaluer l'environnement redox favorable à la dégradation des contaminants. La comparaison des résultats obtenus pour les différents effluents testés, permettra de définir un ensemble de paramètres (charge à traiter, salinité, concentrations en métaux notamment) influant sur l'efficacité du traitement.

## **ANNEXE D Protocole suivi pour la précipitation des métaux**

La présence de métaux lourds et de métalloïdes dans les effluents industriels ou miniers constitue un facteur de risque majeur pour le bon déroulement des processus biologiques de traitement, en particulier la nitrification et la dénitrification. Même à faibles concentrations, ces éléments peuvent interférer avec l'activité enzymatique des micro-organismes et perturber l'équilibre des communautés bactériennes (Stasinakis et al., 2003 ; Çeçen et al., 2010). Afin de prévenir tout effet inhibiteur dans l'unité pilote de traitement biologique, une étape de décontamination chimique est systématiquement mise en œuvre pour réduire la teneur en métaux dissous, en particulier le cuivre.

### **1. Étape de la précipitation chimique**

La stratégie adoptée repose sur une séquence optimisée de coagulation-floculation visant à favoriser la précipitation des ions métalliques sous forme d'hydroxydes ou de complexes insolubles. Le traitement est réalisé selon le protocole suivant :

#### **1.1. Coagulation :**

- Ajout de 1 mL de sulfate ferrique ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , 100 g/L) par litre d'effluent.
- Agitation rapide à 250 tours par minute (rpm) pendant toute la phase de mélange.

Le sulfate ferrique agit comme coagulant primaire, en formant des hydroxydes ferriques ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) à pH basique, qui piègent les particules colloïdales et les métaux dissous

#### **1.2. Ajustement du pH :**

- Le pH est ajusté à 9,0 à l'aide d'une solution de soude caustique ( $\text{NaOH}$ , 50 g/L).

Ce pH favorise la précipitation optimale du cuivre sous forme de  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ , faiblement soluble à ce niveau de basicité, ainsi que d'autres métaux comme le zinc, le nickel ou le plomb.

#### **1.3. Floculation :**

- À  $t = 2$  minutes, injection de 25  $\mu\text{L}$  d'Hydrex 6909/L, un précipitateur sulfuré de métaux, destiné à renforcer la coagulation en facilitant la neutralisation des charges électrostatiques.

- À  $t = 8$  minutes, ajout de microsable (10 g/L) pour servir de noyau de floculation, et de la moitié du volume de polymère anionique Hydrex 6105 (soit 0,25 mL/L à 10 g/L). Ce polymère forme des ponts entre les particules, augmentant la taille et la densité des floes.
- Le reste du polymère est ajouté à  $t = 9,5$  minutes pour compléter la formation des floes.
- L'agitation est stoppée à  $t = 13,5$  minutes pour permettre la décantation.

#### ***1.4. Décantation et prélèvement :***

- Après 2 minutes de repos, soit à  $t = 15,5$  minutes, des échantillons clairs en surface sont prélevés pour analyses.

## **2. Contrôle de la qualité de l'effluent clarifié**

Les échantillons prélevés sont soumis à une double analyse pour évaluer l'efficacité du traitement :

- Turbidité : mesurée pour vérifier la clarté de l'effluent, indicateur de la bonne séparation phase solide/liquide.
- Concentration en cuivre dissous : par colorimétrie (méthode Hach 8506) et/ou par ICP-OES.

Le seuil critique est fixé à 0,2 mg/L de cuivre dissous, correspondant à la concentration mensuelle moyenne maximale autorisée selon le REMMD (Règlement sur les effluents des mines de métaux et des mines de diamants, Gouvernement du Canada, 2025). Si cette valeur est respectée, l'effluent est considéré conforme à la réglementation environnementale et apte à être introduit dans l'unité MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor).

## **3. Intégration dans le traitement biologique**

Une fois traité, l'effluent conforme ( $\text{Cu} < 0,2$  mg/L) est transféré dans le réservoir d'alimentation du pilote biologique MBBR pour les essais de nitrification-dénitrification. À cette concentration, le cuivre résiduel est suffisamment faible pour ne pas compromettre l'activité des bactéries

autotrophes (*Nitrosomonas*, *Nitrobacter*) et hétérotrophes impliquées dans le cycle de l'azote. Cette précaution est essentielle pour garantir la fiabilité des performances du procédé biologique étudié, sans biais liés à une toxicité métallique résiduelle.

|                 |                    |
|-----------------|--------------------|
| Préparation:    | Arnaud G           |
| Analyse:        | Roch Germain       |
| Date d'analyse: | Le 14 juillet 2023 |
| Vérification:   |                    |
| Projet:         | PI-Arnaud G        |

|                                        | Ion                                 | Fluorure<br>F <sup>-</sup> | Chlorure<br>Cl <sup>-</sup> | Nitrite<br>NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | Bromure<br>Br <sup>-</sup> | Nitrate<br>NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | Phosphate<br>PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | Sulfite<br>SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | Sulfate<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | Cyanate<br>CNO <sup>-</sup> | Thiosulfate<br>S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | Thiocyanate<br>SCN <sup>-</sup> | Tétrathionate<br>S <sub>4</sub> O <sub>6</sub> <sup>2-</sup> |
|----------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------|------------------------------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------------------------------|
|                                        | LDM                                 | 0,2                        | 0,7                         | 0,7                                     | 0,7                        | 0,7                                     | 0,9                                        | 1                                        | 1                                        | 1                           | 1                                                          | 1                               | 1                                                            |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R1 10 IC (U116170)        | <0,2                       | 247,4                       | <0,7                                    | 3,3                        | 68,8                                    | <0,9                                       |                                          | 1899                                     |                             | 245                                                        | 4                               | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R1 10 IC (U116170D)       | <0,2                       | 246,6                       | <0,7                                    | 3,3                        | 68,4                                    | <0,9                                       |                                          | 1892                                     |                             | 244                                                        | 3                               | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S2 10 IC (U116169)        | <0,2                       | 1,8                         | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | 2418                                     |                             | 194                                                        | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R3 10 IC (U116168)        | <0,2                       | 36329,5                     | <0,7                                    | 260,8                      | 2336,2                                  | <0,9                                       |                                          | 1208                                     |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R2 10 IC (U116167)        | 0,9                        | 220,2                       | 2,6                                     | 2,2                        | 93,2                                    | <0,9                                       |                                          | 2221                                     |                             | 229                                                        | 24                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S5 10 IC (U116166)        | <0,2                       | 17721,6                     | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | 2                                        |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R3 diluée 10 IC (U116165) | <0,2                       | 10354,3                     | 21,5                                    | 50,8                       | 620,0                                   | <0,9                                       |                                          | 325                                      |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S4 10 IC (U116164)        | <0,2                       | 2487,8                      | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | <1                                       |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S1 10 IC (U116163)        | <0,2                       | 1,1                         | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | 2521                                     |                             | 218                                                        | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S3 10 IC (U116162)        | <0,2                       | 1,1                         | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | 2426                                     |                             | 218                                                        | <1                              | <1                                                           |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S3 10 IC (U116162D)       | <0,2                       | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | 2510                                     |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Reprise                                |                                     |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             |                                                            |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R1 10 IC (U116170)        |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 1606                                     |                             | 251                                                        |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R1 10 IC (U116170D)       |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 1584                                     |                             | 248                                                        |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S2 10 IC (U116169)        |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 2378                                     |                             | 198                                                        |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R3 10 IC (U116168)        |                            | 33709,3                     |                                         |                            | 1949,6                                  |                                            |                                          | 996                                      |                             | <1                                                         |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R2 10 IC (U116167)        |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 1941                                     |                             | 234                                                        |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S5 10 IC (U116166)        |                            | A venir                     |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             |                                                            |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation R3 diluée 10 IC (U116165) |                            | 9324,3                      |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             | <1                                                         |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S4 10 IC (U116164)        |                            | 2206,1                      |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             | <1                                                         |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S1 10 IC (U116163)        |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 2435                                     |                             | 221                                                        |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S3 10 IC (U116162)        |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 2291                                     |                             | <1                                                         |                                 |                                                              |
| Pi-Arnaud G                            | Ozonation S3 10 IC (U116162D)       |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          | 2421                                     |                             | <1                                                         |                                 |                                                              |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>1</sup>  |                                     | 12,1                       | 463                         | nd                                      | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                          | 395                                      |                             | nd                                                         | nd                              | nd                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>2</sup>  |                                     | 10,3                       | 480,4                       | nd                                      | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                          | 393                                      |                             | nd                                                         | nd                              | nd                                                           |
| CQ Tétrathionate (15 ppm) <sup>1</sup> |                                     |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             |                                                            |                                 | 16                                                           |
| CQ Tétrathionate (6 ppm) <sup>1</sup>  |                                     |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                          |                                          |                             |                                                            |                                 | 6                                                            |
| CQ Anions (15 ppm) <sup>1</sup>        |                                     | 15,8                       | 16,5                        | 15,1                                    | 16,3                       | 16,6                                    | 15,3                                       |                                          | 15                                       |                             | 15                                                         | 16                              |                                                              |
| CQ Anions (15 ppm) <sup>1</sup>        |                                     | 15,1                       | 15,7                        | 14,9                                    | 13,7                       | 13,4                                    | 16,8                                       |                                          | 15                                       |                             | 15                                                         | 16                              |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         |                                     | 5,9                        | 5,9                         | 6,0                                     | 5,9                        | 5,9                                     | 6,0                                        |                                          | 6                                        |                             | 6                                                          | 6                               |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         |                                     | 6,3                        | 6,1                         | 6,7                                     | 6,1                        | 6,4                                     | 6,2                                        |                                          | 7                                        |                             | 6                                                          | 6                               |                                                              |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> |                                     | <0,2                       | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | <1                                       |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> |                                     | <0,2                       | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                          | <1                                       |                             | <1                                                         | <1                              | <1                                                           |

Les résultats sont exprimés en mg/l

LDM : limite de détection de la méthode.

<sup>1</sup> Valeurs attendues<sup>2</sup> Valeurs obtenues



### Analyse des anions par chromatographie ionique

Préparation: Arnaud Grimault  
Analyse: Roch Germain  
Date d'analyse: Le 19 juillet 2023  
Vérification:  
Projet: PI-Arnaud G

| Ion                                    | Fluorure<br>F <sup>-</sup>  | Chlorure<br>Cl <sup>-</sup> | Nitrite<br>NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | Bromure<br>Br <sup>-</sup> | Nitrate<br>NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | Phosphate<br>PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | Sulfite<br>SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 1 | Sulfate<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 1 | Cyanate<br>CNO <sup>-</sup> 1 | Thiosulfate<br>S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 1 | Thiocyanate<br>SCN <sup>-</sup> 1 | Tétrathionate<br>S <sub>4</sub> O <sub>6</sub> <sup>2-</sup> |
|----------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------------------------------|
| LDM                                    | 0,2                         | 0,7                         | 0,7                                     | 0,7                        | 0,7                                     | 0,9                                        | 1                                          | 1                                          | 1                             | 1                                                            | 1                                 |                                                              |
| PI-Arnaud G                            | ozo S4 ff IC sans (U116511) | <0,2                        | 748,0                                   | <0,7                       | 3,4                                     | 140,0                                      | <0,9                                       | 2                                          |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| PI-Arnaud G                            | ozo S3 ff IC (U116509)      | <0,2                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | 29,5                                       | <0,9                                       | 243                                        |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| PI-Arnaud G                            | ozo S2 ff IC (U116508D)     | <0,2                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | 186,6                                      | <0,9                                       | 822                                        |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| PI-Arnaud G                            | ozo S2 ff IC (U116508)      | <0,2                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | 187,0                                      | <0,9                                       | 820                                        |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>1</sup>  |                             | 12,1                        | 463,0                                   | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                            | 395                                        |                               | nd                                                           | nd                                | nd                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>2</sup>  |                             | 3,0                         | 474,1                                   | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                            | 389                                        |                               | nd                                                           | nd                                | nd                                                           |
| CQ Tétrathionate (15 ppm) <sup>1</sup> |                             |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                            |                                            |                               |                                                              |                                   | 15                                                           |
| CQ Tétrathionate (6 ppm) <sup>1</sup>  |                             |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                            |                                            |                               |                                                              |                                   | 6                                                            |
| CQ Anions (15 ppm) <sup>1</sup>        | 15,9                        | 14,8                        | 14,9                                    | 14,6                       | 15,1                                    | 15,2                                       |                                            | 16                                         |                               | 15                                                           | 16                                |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         | 6,3                         | 6,3                         | 6,1                                     | 6,7                        | 6,0                                     | 6,0                                        |                                            | 6                                          |                               | 6                                                            | 6                                 |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         | 5,7                         | 4,3                         | 5,9                                     | 5,1                        | 5,6                                     | 6,3                                        |                                            | 6                                          |                               | 6                                                            | 6                                 |                                                              |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> | <0,2                        | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                            | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> | <0,2                        | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                            | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |

Les résultats sont exprimés en mg/l

LDM : Limite de détection de la méthode.

<sup>1</sup> Valeurs attendues

<sup>2</sup> Valeurs obtenues

### Analyse des anions par chromatographie ionique

Préparation: Arnaud Grimault  
Analyse: Roch Germain  
Date d'analyse: Le 21 juillet 2023  
Vérification:  
Projet: PI-Arnaud G

| Ion                                    | Fluorure<br>F <sup>-</sup> | Chlorure<br>Cl <sup>-</sup> | Nitrite<br>NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> | Bromure<br>Br <sup>-</sup> | Nitrate<br>NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | Phosphate<br>PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | Sulfite<br>SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 1 | Sulfate<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 1 | Cyanate<br>CNO <sup>-</sup> 1 | Thiosulfate<br>S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 1 | Thiocyanate<br>SCN <sup>-</sup> 1 | Tétrathionate<br>S <sub>4</sub> O <sub>6</sub> <sup>2-</sup> |
|----------------------------------------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------------------------------|
| LDM                                    | 0,2                        | 0,7                         | 0,7                                     | 0,7                        | 0,7                                     | 0,9                                        | 1                                          | 1                                          | 1                             | 1                                                            | 1                                 |                                                              |
| PI-Arnaud G                            | S5 IC tf (U116542)         | 0,7                         | 773,4                                   | <0,7                       | <0,7                                    | 4,4                                        | <0,9                                       | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| PI-Arnaud G                            | S5 IC(1h) (U116539)        | 0,6                         | 751,7                                   | <0,7                       | <0,7                                    | 3,3                                        | <0,9                                       | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>1</sup>  |                            | 12,1                        | 463                                     | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                            | 395                                        |                               | nd                                                           | nd                                | nd                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>2</sup>  |                            | 9,9                         | 490,7                                   | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                            | 381                                        |                               | nd                                                           | nd                                | nd                                                           |
| peCHECK Minéraux, niv. 3 <sup>2</sup>  |                            | 10,2                        | 468,8                                   | nd                         | nd                                      | nd                                         |                                            | 362                                        |                               | nd                                                           | nd                                | nd                                                           |
| CQ Tétrathionate (15 ppm) <sup>1</sup> |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                            |                                            |                               |                                                              |                                   | 15                                                           |
| CQ Tétrathionate (6 ppm) <sup>1</sup>  |                            |                             |                                         |                            |                                         |                                            |                                            |                                            |                               |                                                              |                                   | 6                                                            |
| CQ Anions (15 ppm) <sup>1</sup>        | 16,3                       | 15,6                        | 15,8                                    | 15,1                       | 15,2                                    | 15,5                                       |                                            | 16                                         |                               | 15                                                           | 15                                |                                                              |
| CQ Anions (15 ppm) <sup>1</sup>        | 15,6                       | 14,1                        | 13,3                                    | 15,1                       | 16,4                                    | 14,7                                       |                                            | 15                                         |                               | 15                                                           | 15                                |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         | 5,7                        | 6,1                         | 6,1                                     | 6,1                        | 5,6                                     | 6,2                                        |                                            | 6                                          |                               | 6                                                            | 6                                 |                                                              |
| CQ Anions (6 ppm) <sup>1</sup>         | 5,8                        | 6,2                         | 5,8                                     | 6,3                        | 5,8                                     | 6,5                                        |                                            | 7                                          |                               | 6                                                            | 6                                 |                                                              |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> | <0,2                       | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                            | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |
| Blanc de contrôle (0 ppm) <sup>1</sup> | <0,2                       | <0,7                        | <0,7                                    | <0,7                       | <0,7                                    | <0,9                                       |                                            | <1                                         |                               | <1                                                           | <1                                | <1                                                           |

Les résultats sont exprimés en mg/l

LDM : Limite de détection de la méthode.

<sup>1</sup> Valeurs attendues

<sup>2</sup> Valeurs obtenues

## ANNEXE F Données des suivis des essais de nitrification-dénitrification

### MBBR

### F.1 – R1/P1

[illegible]



Site Location: Meadowbank Division  
Your C.O.C. #: 253665-01-01

**Attention: Thomas Genty**

Agrico Eagle Mines Ltd.  
Meadowbank Division  
280 Ave Larivière  
Rouyn-Noranda, QC  
CANADA J9K 4H4

Report Date: 2022/10/21  
Report #: R3251713  
Version: 3 - Final

**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C277535**

Received: 2022/10/04, 08:15

Sample Matrix: Water  
# Samples Received: 3

| Analyses                                                           | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method                | Analytical Method    |
|--------------------------------------------------------------------|----------|-------------------|------------------|----------------------------------|----------------------|
| Alkalinity @25C (pp, total), CO <sub>3</sub> ,HCO <sub>3</sub> ,OH | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00026                    | SM 23 2320 B m       |
| Biochemical Oxygen Demand                                          | 3        | 2022/10/06        | 2022/10/11       | BBY6SOP-00045                    | SM 23 5210 B m       |
| Chloride/Sulphate by Auto Colourimetry                             | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00011 /<br>BBY6SOP-00017 | SM23-4500-Cl/SO4-E m |
| Cyanide (Free) (1)                                                 | 3        | 2022/10/11        | 2022/10/11       | CAL SOP-00265                    | EPA 9016d R0 m       |
| Cyanide (total) (1)                                                | 1        | N/A               | 2022/10/10       | CAL SOP-00270                    | SM 23 4500-CN m      |
| Cyanide (total) (1)                                                | 2        | N/A               | 2022/10/11       | CAL SOP-00270                    | SM 23 4500-CN m      |
| COD by Colorimeter                                                 | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00024                    | SM 23 5220 D m       |
| Cyanate Calculation                                                | 3        | N/A               | 2022/10/12       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Daphnia Magna LC50 Multi-concentration                             | 1        | N/A               | 2022/10/07       | BBY2SOP-00007                    | EC EPS 1/RM/14 R2    |
| Carbon (DOC) -Lab Filtered (1, 4)                                  | 3        | N/A               | 2022/10/09       | AB SOP-00087                     | MMCW 119 1996 m      |
| Conductivity @25C                                                  | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00026                    | SM 23 2510 B m       |
| Fluoride                                                           | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00048                    | SM 23 4500-F C m     |
| Hardness Total (calculated as CaCO <sub>3</sub> ) (5)              | 3        | N/A               | 2022/10/12       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Hardness (calculated as CaCO <sub>3</sub> )                        | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Bromide as Bromine (Br) by ICPMS                                   | 3        | N/A               | 2022/10/11       | BBY7SOP-00002                    | EPA 6020b R2 m       |
| Na, K, Ca, Mg, S by CRC ICPMS (diss.)                              | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Elements by CRC ICPMS (dissolved) (6)                              | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY7SOP-00002                    | EPA 6020b R2 m       |
| Na, K, Ca, Mg, S by CRC ICPMS (total)                              | 3        | 2022/10/05        | 2022/10/12       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Elements by CRC ICPMS (total)                                      | 3        | 2022/10/07        | 2022/10/11       | BBY7SOP-00003 /<br>BBY7SOP-00002 | EPA 6020b R2 m       |
| Ammonia-N (Total)                                                  | 3        | N/A               | 2022/10/11       | AB SOP-00007                     | SM 23 4500 NH3 A G m |
| Nitrate + Nitrite (N)                                              | 3        | N/A               | 2022/10/06       | BBY6SOP-00010                    | SM 23 4500-NO3-1 m   |
| Nitrite (N) by CFA                                                 | 3        | N/A               | 2022/10/06       | BBY6SOP-00010                    | SM 23 4500-NO3-1 m   |
| Nitrogen - Nitrate (as N)                                          | 3        | N/A               | 2022/10/06       | BBY WI-00033                     | Auto Calc            |
| Filter and HNO <sub>3</sub> Preserve for Metals                    | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY7 WI-00004                    | SM 23 3030B m        |
| pH @25°C (7)                                                       | 3        | N/A               | 2022/10/07       | BBY6SOP-00026                    | SM 23 4500-H+ B m    |
| Orthophosphate by KoneLab (8)                                      | 2        | N/A               | 2022/10/06       | BBY6SOP-00013                    | SM 23 4500-P E m     |
| Orthophosphate by KoneLab (8)                                      | 1        | N/A               | 2022/10/12       | BBY6SOP-00013                    | SM 23 4500-P E m     |
| Rainbow Trout Single Concentration-100%                            | 1        | N/A               | 2022/10/06       | BBY2SOP-00004                    | EPS 1/RM/13 m        |
| Total Dissolved Solids (Filt. Residue)                             | 3        | 2022/10/07        | 2022/10/11       | BBY6SOP-00033                    | SM 23 2540 C m       |



Site Location: Meadowbank Division  
Your C.O.C. #: 253665-01-01

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Meadowbank Division  
280 Ave Larivière  
Rouyn-Noranda, QC  
CANADA J9X 4H4

Report Date: 2022/10/21  
Report #: R3251713  
Version: 3 - Final

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C277535**

**Received: 2022/10/04, 08:15**

Sample Matrix: Water  
# Samples Received: 3

| Analyses                      | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|-------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Carbon (Total Organic) (1, 9) | 3        | N/A               | 2022/10/09       | AB SOP-00087      | MMCW 119 1996 m      |
| Total Phosphorus              | 3        | 2022/10/07        | 2022/10/07       | BBY6SOP-00013     | SM 23 4500-P E m     |
| Total Suspended Solids (NFR)  | 3        | 2022/10/07        | 2022/10/11       | BBY6SOP-00034     | SM 23 2540 D m       |
| Thiocyanate (2)               | 3        | N/A               | 2022/10/12       | CAM SOP-00473     | SM 23 4500-CN M m    |
| Thiosulfates (3)              | 3        | N/A               | 2022/10/17       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as CCME, MELCC, EPA, APHA.

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

\* RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by Bureau Veritas Calgary, 4000 - 19 St., Calgary, AB, T2E 6P8

(2) This test was performed by Bureau Veritas Campobello, 6740 Campobello Road, Mississauga, ON, L5N 2L8

(3) This test was performed by Bureau Veritas Montreal, 889 Montee de Liesse, Ville St-Laurent, QC, H4T 1P5

(4) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC. Dissolved > Total Imbalance: When applicable, Dissolved and Total results were reviewed and data quality meets acceptable levels unless otherwise noted.

(5) "Total Hardness" was calculated from Total Ca and Mg concentrations and may be biased high (Hardness, or Dissolved Hardness, calculated from Dissolved Ca and Mg, should be used for compliance if available).



Site Location: Meadowbank Division  
Your C.O.C. #: 253665-01-01

**Attention: Thomas Genty**  
Agnico Eagle Mines Ltd.  
Meadowbank Division  
280 Ave Larivière  
Rouyn-Noranda, QC  
CANADA J9X 4H4

**Report Date: 2022/10/21**  
**Report #: R3251713**  
**Version: 3 - Final**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C277535**

**Received: 2022/10/04, 08:15**

- (6) Dissolved > Total Imbalance: When applicable, Dissolved and Total results were reviewed and data quality meets acceptable levels unless otherwise noted.  
(7) The CCME method requires pH to be analysed within 15 minutes of sampling and therefore field analysis is required for compliance. All Laboratory pH analyses in this report are reported past the CCME holding time. Bureau Veritas endeavours to analyze samples as soon as possible after receipt.  
(8) Orthophosphate > Total Phosphorus Imbalance: When applicable, Orthophosphate, Total Phosphorus and dissolved Phosphorus results were reviewed and data quality meets acceptable levels unless otherwise noted.  
(9) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC.

Encryption Key

Kandice Wilson  
Customer Solutions Representative  
21 Oct 2022 11:37:17

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to your Project Manager.  
Customer Solutions, Western Canada Customer Experience Team  
Email: customersolutionswest@bureauveritas.com  
Phone# (604) 734 7276

\*\*\*\*\*  
Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports.  
For Service Group specific validation please refer to the Validation Signature Page.



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### RESULTS OF CHEMICAL ANALYSES OF WATER

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |       |                          |         |          |                     |         |          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|--------------------------|---------|----------|---------------------|---------|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |       | BDP771                   |         |          | BDP772              |         |          |
| Sampling Date                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |       | 2022/10/03<br>14:00      |         |          | 2022/10/03<br>14:00 |         |          |
| COC Number                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |       | 253665-01-01             |         |          | 253665-01-01        |         |          |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | RDL     | QC Batch | FEED M88R           | RDL     | QC Batch |
| <b>ANIONS</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Nitrite (N)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | mg/L  | 0.397                    | 0.0050  | A746517  | 3.84                | 0.050   | A746517  |
| <b>Calculated Parameters</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Filter and HNO3 Preservation                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | N/A   | LAB                      |         | A744641  | LAB                 |         | A744641  |
| Nitrate (N)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | mg/L  | 11.8                     | 0.20    | A743706  | 5.83                | 0.10    | A743706  |
| Total Cyanate (CNO-)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | mg/L  | <0.50                    | 0.50    | A745993  | <0.75               | 0.75    | A745993  |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Thiosulphate                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | mg/L  | <1.3 (1)                 | 1.3     | A763522  | <1.3 (1)            | 1.3     | A763522  |
| <b>Demand Parameters</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Biochemical Oxygen Demand                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | mg/L  | 17                       | 2.0     | A744630  | 33                  | 2.0     | A744630  |
| Chemical Oxygen Demand                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | mg/L  | 309                      | 10      | A747436  | 241                 | 10      | A747436  |
| <b>Misc. Inorganics</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Conductivity                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | uS/cm | 4800                     | 2.0     | A751806  | 5000                | 2.0     | A751806  |
| Free Cyanide (CN)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | ug/L  | 10 (2)                   | 2.0     | A751104  | 14 (2)              | 2.0     | A751104  |
| Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | mg/L  | 0.0559                   | 0.00050 | A748021  | 0.0570              | 0.00050 | A748051  |
| pH                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | pH    | 7.93                     | N/A     | A751799  | 7.61                | N/A     | A751799  |
| Total Organic Carbon (C)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | mg/L  | 8.5                      | 0.50    | A749676  | 8.3                 | 0.50    | A749676  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | mg/L  | 3600 (3)                 | 17      | A747977  | 3500 (3)            | 22      | A747977  |
| Total Suspended Solids                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | mg/L  | 11 (4)                   | 3.3     | A747247  | 4.8                 | 1.0     | A747247  |
| <b>Lab Filtered Inorganics</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Dissolved Organic Carbon (C)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | mg/L  | 6.3                      | 0.50    | A749679  | 5.3                 | 0.50    | A748322  |
| <b>Anions</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |       |                          |         |          |                     |         |          |
| Alkalinity (PP as CaCO3)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | mg/L  | <1.0                     | 1.0     | A751805  | <1.0                | 1.0     | A751805  |
| Alkalinity (Total as CaCO3)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | mg/L  | 130                      | 1.0     | A751805  | 68                  | 1.0     | A751805  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>N/A = Not Applicable<br>(1) Detection limit raised due to matrix interference.<br>(2) Interference checks not performed at the time of sampling. The lab cannot guarantee that interferences were not present at the time of sampling and that there is no low bias in results.<br>Results may have a high bias due to decomposition of hexacyanoferrate and some other metal-cyanide complexes to free cyanide.<br>(3) RDL raised due to high concentration of solids in the sample.<br>(4) RDL raised due to limited initial sample amount. |       |                          |         |          |                     |         |          |





Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### RESULTS OF CHEMICAL ANALYSES OF WATER

|                                                            |              |                                  |            |                 |                     |            |                 |
|------------------------------------------------------------|--------------|----------------------------------|------------|-----------------|---------------------|------------|-----------------|
| <b>Bureau Veritas ID</b>                                   |              | BDP771                           |            |                 | BDP772              |            |                 |
| <b>Sampling Date</b>                                       |              | 2022/10/03<br>14:00              |            |                 | 2022/10/03<br>14:00 |            |                 |
| <b>COC Number</b>                                          |              | 253665-01-01                     |            |                 | 253665-01-01        |            |                 |
|                                                            | <b>UNITS</b> | <b>RAW WATER ST19<br/>(JUNE)</b> | <b>RDL</b> | <b>QC Batch</b> | <b>FEED MBBR</b>    | <b>RDL</b> | <b>QC Batch</b> |
| Bicarbonate (HCO <sub>3</sub> )                            | mg/L         | 160                              | 1.0        | A751805         | 82                  | 1.0        | A751805         |
| Carbonate (CO <sub>3</sub> )                               | mg/L         | <1.0                             | 1.0        | A751805         | <1.0                | 1.0        | A751805         |
| Dissolved Fluoride (F)                                     | mg/L         | 0.10                             | 0.050      | A747139         | 0.085               | 0.050      | A747139         |
| Hydroxide (OH)                                             | mg/L         | <1.0                             | 1.0        | A751805         | <1.0                | 1.0        | A751805         |
| Chloride (Cl)                                              | mg/L         | 470                              | 5.0        | A747686         | 430                 | 5.0        | A747639         |
| Sulphate (SO <sub>4</sub> )                                | mg/L         | 1800                             | 25         | A747686         | 1800                | 25         | A747639         |
| <b>Nutrients</b>                                           |              |                                  |            |                 |                     |            |                 |
| Total Ammonia (N)                                          | mg/L         | 49 (1)                           | 0.38       | A751883         | 59                  | 0.75       | A751883         |
| Orthophosphate (P)                                         | mg/L         | 0.011                            | 0.0030     | A753440         | <0.0030             | 0.0030     | A746150         |
| Total Phosphorus (P)                                       | mg/L         | 0.0069                           | 0.0030     | A748157         | 0.0097              | 0.0030     | A748157         |
| Nitrate plus Nitrite (N)                                   | mg/L         | 12.2                             | 0.20       | A746516         | 9.68                | 0.10       | A746516         |
| <b>Internal Sublet Analysis</b>                            |              |                                  |            |                 |                     |            |                 |
| Thiocyanate                                                | mg/L         | 220                              | 5          | A753227         | 200                 | 5          | A753227         |
| RDL = Reportable Detection Limit                           |              |                                  |            |                 |                     |            |                 |
| (1) Matrix Spike invalid due to high sample concentration. |              |                                  |            |                 |                     |            |                 |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### RESULTS OF CHEMICAL ANALYSES OF WATER

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |           |                     |         |          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|---------------------|---------|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |           | BDP773              |         |          |
| Sampling Date                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |           | 2022/10/03<br>14:00 |         |          |
| COC Number                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |           | 253665-01-01        |         |          |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | UNITS     | TREATED WATER       | RDL     | QC Batch |
| <b>ANIONS</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |           |                     |         |          |
| Nitrite (N)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | mg/L      | 0.0420              | 0.0050  | A746517  |
| <b>Calculated Parameters</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |           |                     |         |          |
| Filter and HNO3 Preservation                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | N/A       | LAB                 |         | A744641  |
| Nitrate (N)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | mg/L      | <0.020              | 0.020   | A743706  |
| Total Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | mg/L      | 2.7                 | 0.050   | A745993  |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |           |                     |         |          |
| Thiosulphate                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | mg/L      | 0.55                | 0.13    | A763522  |
| <b>Daphnia Magna Bioassay</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |           |                     |         |          |
| LCSO                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | % vol/vol | ATTACHED            | N/A     | A747996  |
| <b>Demand Parameters</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |           |                     |         |          |
| Biochemical Oxygen Demand                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | mg/L      | 35                  | 3.0     | A744630  |
| Chemical Oxygen Demand                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | mg/L      | 162                 | 10      | A747436  |
| <b>Misc. Inorganics</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |           |                     |         |          |
| Conductivity                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | uS/cm     | 4100                | 2.0     | A751806  |
| Free Cyanide (CN)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | ug/L      | 13 (1)              | 2.0     | A751104  |
| Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | mg/L      | 0.0515              | 0.00050 | A748051  |
| pH                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | pH        | 8.10                | N/A     | A751799  |
| Total Organic Carbon (C)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | mg/L      | 41                  | 2.5     | A749676  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | mg/L      | 3200 (2)            | 13      | A747977  |
| Total Suspended Solids                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | mg/L      | 38                  | 1.0     | A747247  |
| <b>Lab Filtered Inorganics</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |           |                     |         |          |
| Dissolved Organic Carbon (C)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | mg/L      | 18                  | 0.50    | A749679  |
| <b>Anions</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |           |                     |         |          |
| Alkalinity (PP as CaCO <sub>3</sub> )                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | mg/L      | <1.0                | 1.0     | A751805  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>N/A = Not Applicable<br>(1) Interference checks not performed at the time of sampling. The lab cannot guarantee that interferences were not present at the time of sampling and that there is no low bias in results.<br>Results may have a high bias due to decomposition of hexacyanoferrate and some other metal-cyanide complexes to free cyanide.<br>(2) RDL raised due to high concentration of solids in the sample. |           |                     |         |          |





Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### RESULTS OF CHEMICAL ANALYSES OF WATER

|                                          |           |                     |        |          |
|------------------------------------------|-----------|---------------------|--------|----------|
| Bureau Veritas ID                        |           | BDP773              |        |          |
| Sampling Date                            |           | 2022/10/03<br>14:00 |        |          |
| COC Number                               |           | 253665-01-01        |        |          |
|                                          | UNITS     | TREATED WATER       | RDL    | QC Batch |
| Alkalinity (Total as CaCO <sub>3</sub> ) | mg/L      | 320                 | 1.0    | A751805  |
| Bicarbonate (HCO <sub>3</sub> )          | mg/L      | 390                 | 1.0    | A751805  |
| Carbonate (CO <sub>3</sub> )             | mg/L      | <1.0                | 1.0    | A751805  |
| Dissolved Fluoride (F)                   | mg/L      | 0.11                | 0.050  | A747139  |
| Hydroxide (OH)                           | mg/L      | <1.0                | 1.0    | A751805  |
| Chloride (Cl)                            | mg/L      | 190                 | 5.0    | A747639  |
| Sulphate (SO <sub>4</sub> )              | mg/L      | 1500                | 25     | A747639  |
| <b>Nutrients</b>                         |           |                     |        |          |
| Total Ammonia (N)                        | mg/L      | 0.75                | 0.015  | A751883  |
| Orthophosphate (P)                       | mg/L      | <0.0030             | 0.0030 | A746150  |
| Total Phosphorus (P)                     | mg/L      | 0.43                | 0.0030 | A748157  |
| Nitrate plus Nitrite (N)                 | mg/L      | 0.047               | 0.020  | A746516  |
| <b>Internal Sublet Analysis</b>          |           |                     |        |          |
| Thiocyanate                              | mg/L      | 0.60                | 0.05   | A753227  |
| <b>Rainbow Trout Bioassay</b>            |           |                     |        |          |
| LC50                                     | % vol/vol | ATTACHED            | N/A    | A747576  |
| RDL = Reportable Detection Limit         |           |                     |        |          |
| N/A = Not Applicable                     |           |                     |        |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

#### ELEMENTS BY ATOMIC SPECTROSCOPY (WATER)

| Bureau Veritas ID                |       | BDP771                   | BDP772              | BDP773              |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|---------------------|---------------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2022/10/03<br>14:00      | 2022/10/03<br>14:00 | 2022/10/03<br>14:00 |      |          |
| COC Number                       |       | 253665-01-01             | 253665-01-01        | 253665-01-01        |      |          |
|                                  | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | FEED MBBR           | TREATED WATER       | RDL  | QC Batch |
| <b>ANIONS</b>                    |       |                          |                     |                     |      |          |
| Bromide (Br)                     | mg/L  | 3.53                     | 3.58                | 2.45                | 0.10 | A751033  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |                     |                     |      |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### CSR DISSOLVED METALS (NO CV-HG) IN WATER

| Bureau Veritas ID                       |       | BDP771                   | BDP772              |       | BDP773              |       |          |
|-----------------------------------------|-------|--------------------------|---------------------|-------|---------------------|-------|----------|
| Sampling Date                           |       | 2022/10/03<br>14:00      | 2022/10/03<br>14:00 |       | 2022/10/03<br>14:00 |       |          |
| COC Number                              |       | 253665-01-01             | 253665-01-01        |       | 253665-01-01        |       |          |
|                                         | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | FEED MBBR           | RDL   | TREATED WATER       | RDL   | QC Batch |
| <b>Calculated Parameters</b>            |       |                          |                     |       |                     |       |          |
| Dissolved Hardness (CaCO <sub>3</sub> ) | mg/L  | 1120                     | 1030                | 0.50  | 699                 | 0.50  | A745777  |
| <b>Dissolved Metals by ICPMS</b>        |       |                          |                     |       |                     |       |          |
| Dissolved Aluminum (Al)                 | ug/L  | <15                      | <15                 | 15    | <6.0                | 6.0   | A746269  |
| Dissolved Antimony (Sb)                 | ug/L  | 19.0                     | 12.6                | 2.5   | 3.9                 | 1.0   | A746269  |
| Dissolved Arsenic (As)                  | ug/L  | 81.0                     | 3.20                | 0.50  | 0.91                | 0.20  | A746269  |
| Dissolved Barium (Ba)                   | ug/L  | 84.7                     | 62.4                | 5.0   | 18.4                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Beryllium (Be)                | ug/L  | <0.50                    | <0.50               | 0.50  | <0.20               | 0.20  | A746269  |
| Dissolved Bismuth (Bi)                  | ug/L  | <5.0                     | <5.0                | 5.0   | <2.0                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Boron (B)                     | ug/L  | 288                      | 284                 | 250   | 193                 | 100   | A746269  |
| Dissolved Cadmium (Cd)                  | ug/L  | <0.050                   | <0.050              | 0.050 | 0.087               | 0.020 | A746269  |
| Dissolved Chromium (Cr)                 | ug/L  | <5.0                     | <5.0                | 5.0   | <2.0                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Cobalt (Co)                   | ug/L  | 416                      | 393                 | 1.0   | 264                 | 0.40  | A746269  |
| Dissolved Copper (Cu)                   | ug/L  | 154                      | <1.0                | 1.0   | 7.32                | 0.40  | A746269  |
| Dissolved Iron (Fe)                     | ug/L  | <25                      | <25                 | 25    | 1260                | 10    | A746269  |
| Dissolved Lead (Pb)                     | ug/L  | <1.0                     | <1.0                | 1.0   | <0.40               | 0.40  | A746269  |
| Dissolved Lithium (Li)                  | ug/L  | <10                      | <10                 | 10    | <4.0                | 4.0   | A746269  |
| Dissolved Manganese (Mn)                | ug/L  | <5.0                     | 21.1                | 5.0   | 80.8                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Molybdenum (Mo)               | ug/L  | 111                      | 99.1                | 5.0   | 52.6                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Nickel (Ni)                   | ug/L  | 1190                     | 45.6                | 5.0   | 12.7                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Selenium (Se)                 | ug/L  | 170                      | 164                 | 0.50  | 39.4                | 0.20  | A746269  |
| Dissolved Silicon (Si)                  | ug/L  | 3050                     | 2190                | 500   | 1550                | 200   | A746269  |
| Dissolved Silver (Ag)                   | ug/L  | 0.19                     | <0.10               | 0.10  | <0.040              | 0.040 | A746269  |
| Dissolved Strontium (Sr)                | ug/L  | 2160                     | 2040                | 5.0   | 1400                | 2.0   | A746269  |
| Dissolved Thallium (Tl)                 | ug/L  | <0.050                   | <0.050              | 0.050 | <0.020              | 0.020 | A746269  |
| Dissolved Tin (Sn)                      | ug/L  | <25                      | <25                 | 25    | <10                 | 10    | A746269  |
| Dissolved Titanium (Ti)                 | ug/L  | <25                      | <25                 | 25    | <10                 | 10    | A746269  |
| Dissolved Uranium (U)                   | ug/L  | 14.6                     | 11.3                | 0.50  | 0.91                | 0.20  | A746269  |
| Dissolved Vanadium (V)                  | ug/L  | <25                      | <25                 | 25    | <10                 | 10    | A746269  |
| Dissolved Zinc (Zn)                     | ug/L  | <25                      | <25                 | 25    | 758                 | 10    | A746269  |
| Dissolved Zirconium (Zr)                | ug/L  | <0.50                    | <0.50               | 0.50  | <0.20               | 0.20  | A746269  |
| Dissolved Calcium (Ca)                  | mg/L  | 406                      | 370                 | 0.25  | 251                 | 0.10  | A744029  |
| RDL = Reportable Detection Limit        |       |                          |                     |       |                     |       |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### CSR DISSOLVED METALS (NO CV-HG) IN WATER

| Bureau Veritas ID                |       | BDP771                   | BDP772              |      | BDP773              |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|---------------------|------|---------------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2022/10/03<br>14:00      | 2022/10/03<br>14:00 |      | 2022/10/03<br>14:00 |      |          |
| COC Number                       |       | 253665-01-01             | 253665-01-01        |      | 253665-01-01        |      |          |
|                                  | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | FEED MBBR           | RDL  | TREATED WATER       | RDL  | QC Batch |
| Dissolved Magnesium (Mg)         | mg/L  | 24.7                     | 25.4                | 0.25 | 17.7                | 0.10 | A744029  |
| Dissolved Potassium (K)          | mg/L  | 184                      | 186                 | 0.25 | 127                 | 0.10 | A744029  |
| Dissolved Sodium (Na)            | mg/L  | 453                      | 508                 | 0.25 | 534                 | 0.10 | A744029  |
| Dissolved Sulphur (S)            | mg/L  | 733                      | 769                 | 15   | 527                 | 6.0  | A744029  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |                     |      |                     |      |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### CSR TOTAL METALS (NO CV-HG) IN WATER

| Bureau Veritas ID                   |       | BDP771                   | BDP772              | BDP773              |       |          |
|-------------------------------------|-------|--------------------------|---------------------|---------------------|-------|----------|
| Sampling Date                       |       | 2022/10/03<br>14:00      | 2022/10/03<br>14:00 | 2022/10/03<br>14:00 |       |          |
| COC Number                          |       | 253665-01-01             | 253665-01-01        | 253665-01-01        |       |          |
|                                     | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | FEED MBBR           | TREATED WATER       | RDL   | QC Batch |
| <b>Calculated Parameters</b>        |       |                          |                     |                     |       |          |
| Total Hardness (CaCO <sub>3</sub> ) | mg/L  | 1180                     | 1130                | 731                 | 0.50  | A743728  |
| <b>Total Metals by ICPMS</b>        |       |                          |                     |                     |       |          |
| Total Aluminum (Al)                 | ug/L  | <15                      | <15                 | <15                 | 15    | A747316  |
| Total Antimony (Sb)                 | ug/L  | 19.4                     | 13.5                | 4.2                 | 2.5   | A747316  |
| Total Arsenic (As)                  | ug/L  | 84.5                     | 3.52                | 0.99                | 0.50  | A747316  |
| Total Barium (Ba)                   | ug/L  | 89.3                     | 66.7                | 19.8                | 5.0   | A747316  |
| Total Beryllium (Be)                | ug/L  | <0.50                    | <0.50               | <0.50               | 0.50  | A747316  |
| Total Bismuth (Bi)                  | ug/L  | <5.0                     | <5.0                | <5.0                | 5.0   | A747316  |
| Total Boron (B)                     | ug/L  | 288                      | 297                 | <250                | 250   | A747316  |
| Total Cadmium (Cd)                  | ug/L  | 0.100                    | <0.050              | 0.187               | 0.050 | A747316  |
| Total Chromium (Cr)                 | ug/L  | <5.0                     | <5.0                | <5.0                | 5.0   | A747316  |
| Total Cobalt (Co)                   | ug/L  | 307                      | 318                 | 236                 | 1.0   | A747316  |
| Total Copper (Cu)                   | ug/L  | 154                      | <2.5                | 14.7                | 2.5   | A747316  |
| Total Iron (Fe)                     | ug/L  | <50                      | 58                  | 4060                | 50    | A747316  |
| Total Lead (Pb)                     | ug/L  | <1.0                     | <1.0                | <1.0                | 1.0   | A747316  |
| Total Lithium (Li)                  | ug/L  | <10                      | <10                 | <10                 | 10    | A747316  |
| Total Manganese (Mn)                | ug/L  | 5.4                      | 21.5                | 79.2                | 5.0   | A747316  |
| Total Molybdenum (Mo)               | ug/L  | 109                      | 104                 | 51.4                | 5.0   | A747316  |
| Total Nickel (Ni)                   | ug/L  | 1260                     | 61.3                | 14.3                | 5.0   | A747316  |
| Total Selenium (Se)                 | ug/L  | 184                      | 184                 | 37.4                | 0.50  | A747316  |
| Total Silicon (Si)                  | ug/L  | 2680                     | 1950                | 1310                | 500   | A747316  |
| Total Silver (Ag)                   | ug/L  | 0.15                     | <0.10               | <0.10               | 0.10  | A747316  |
| Total Strontium (Sr)                | ug/L  | 2200                     | 2220                | 1390                | 5.0   | A747316  |
| Total Thallium (Tl)                 | ug/L  | <0.050                   | <0.050              | <0.050              | 0.050 | A747316  |
| Total Tin (Sn)                      | ug/L  | <25                      | <25                 | <25                 | 25    | A747316  |
| Total Titanium (Ti)                 | ug/L  | <25                      | <25                 | <25                 | 25    | A747316  |
| Total Uranium (U)                   | ug/L  | 13.7                     | 11.5                | 0.81                | 0.50  | A747316  |
| Total Vanadium (V)                  | ug/L  | <25                      | <25                 | <25                 | 25    | A747316  |
| Total Zinc (Zn)                     | ug/L  | <25                      | <25                 | 1570                | 25    | A747316  |
| Total Zirconium (Zr)                | ug/L  | <0.50                    | <0.50               | <0.50               | 0.50  | A747316  |
| Total Calcium (Ca)                  | mg/L  | 432                      | 408                 | 263                 | 0.25  | A744031  |
| RDL = Reportable Detection Limit    |       |                          |                     |                     |       |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### CSR TOTAL METALS (NO CV-HG) IN WATER

| Bureau Veritas ID                |       | BDP771                   | BDP772              | BDP773              |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|---------------------|---------------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2022/10/03<br>14:00      | 2022/10/03<br>14:00 | 2022/10/03<br>14:00 |      |          |
| COC Number                       |       | 253665-01-01             | 253665-01-01        | 253665-01-01        |      |          |
|                                  | UNITS | RAW WATER ST19<br>(JUNE) | FEED MBBR           | TREATED WATER       | RDL  | QC Batch |
| Total Magnesium (Mg)             | mg/L  | 25.4                     | 27.1                | 18.3                | 0.25 | A744031  |
| Total Potassium (K)              | mg/L  | 195                      | 200                 | 133                 | 0.25 | A744031  |
| Total Sodium (Na)                | mg/L  | 488                      | 547                 | 563                 | 0.25 | A744031  |
| Total Sulphur (S)                | mg/L  | 775                      | 795                 | 520                 | 15   | A744031  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |                     |                     |      |          |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

Sample BDP771 [RAW WATER ST19 (JUNE)] : The sample for dissolved metals was filtered and preserved at the lab. Values may not reflect concentrations at the time of sampling. Sample was analyzed past method specified hold time for Orthophosphate by Konelab. Exceedance of hold time increases the uncertainty of test results but does not necessarily imply that results are compromised.

Sample BDP772 [FEED MBBR] : The sample for dissolved metals was filtered and preserved at the lab. Values may not reflect concentrations at the time of sampling.

Sample BDP773 [TREATED WATER] : The sample for dissolved metals was filtered and preserved at the lab. Values may not reflect concentrations at the time of sampling.

**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                 | Date Analyzed | Value   | Recovery | UNITS | QC Limits |
|-------------|------|--------------|---------------------------|---------------|---------|----------|-------|-----------|
| A744630     | SYC  | Spiked Blank | Biochemical Oxygen Demand | 2022/10/11    |         | 89       | %     | 85 - 115  |
| A744630     | SYC  | Method Blank | Biochemical Oxygen Demand | 2022/10/11    | <2.0    |          | mg/L  |           |
| A744630     | SYC  | RPD          | Biochemical Oxygen Demand | 2022/10/11    | 5.3     |          | %     | 20        |
| A746150     | JAV  | Matrix Spike | Orthophosphate (P)        | 2022/10/06    |         | 87       | %     | 80 - 120  |
| A746150     | JAV  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)        | 2022/10/06    |         | 96       | %     | 80 - 120  |
| A746150     | JAV  | Method Blank | Orthophosphate (P)        | 2022/10/06    | <0.0030 |          | mg/L  |           |
| A746150     | JAV  | RPD          | Orthophosphate (P)        | 2022/10/06    | 0.16    |          | %     | 20        |
| A746269     | SOM  | Matrix Spike | Dissolved Aluminum (Al)   | 2022/10/07    |         | 99       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Antimony (Sb)   | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Arsenic (As)    | 2022/10/07    |         | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Barium (Ba)     | 2022/10/07    |         | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Beryllium (Be)  | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Bismuth (Bi)    | 2022/10/07    |         | 95       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Boron (B)       | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Cadmium (Cd)    | 2022/10/07    |         | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Chromium (Cr)   | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Cobalt (Co)     | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Copper (Cu)     | 2022/10/07    |         | 96       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Iron (Fe)       | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Lead (Pb)       | 2022/10/07    |         | 100      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Lithium (Li)    | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Manganese (Mn)  | 2022/10/07    |         | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Molybdenum (Mo) | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Nickel (Ni)     | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Selenium (Se)   | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Silicon (Si)    | 2022/10/07    |         | 110      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Silver (Ag)     | 2022/10/07    |         | 95       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Strontium (Sr)  | 2022/10/07    |         | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Thallium (Tl)   | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Tin (Sn)        | 2022/10/07    |         | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Titanium (Ti)   | 2022/10/07    |         | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Uranium (U)     | 2022/10/07    |         | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Vanadium (V)    | 2022/10/07    |         | 99       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Zinc (Zn)       | 2022/10/07    |         | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Zirconium (Zr)  | 2022/10/07    |         | 96       | %     | 80 - 120  |
| A746269     | SOM  | Spiked Blank | Dissolved Aluminum (Al)   | 2022/10/07    |         | 108      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Antimony (Sb)   | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Arsenic (As)    | 2022/10/07    |         | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Barium (Ba)     | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Beryllium (Be)  | 2022/10/07    |         | 109      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Bismuth (Bi)    | 2022/10/07    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Boron (B)       | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Cadmium (Cd)    | 2022/10/07    |         | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Chromium (Cr)   | 2022/10/07    |         | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Cobalt (Co)     | 2022/10/07    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Copper (Cu)     | 2022/10/07    |         | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Iron (Fe)       | 2022/10/07    |         | 110      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Lead (Pb)       | 2022/10/07    |         | 108      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Lithium (Li)    | 2022/10/07    |         | 110      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Manganese (Mn)  | 2022/10/07    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Molybdenum (Mo) | 2022/10/07    |         | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Nickel (Ni)     | 2022/10/07    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Selenium (Se)   | 2022/10/07    |         | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Silicon (Si)    | 2022/10/07    |         | 116      | %     | 80 - 120  |





Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                 | Date Analyzed | Value   | Recovery | UNITS | QC Limits |
|-------------|------|--------------|---------------------------|---------------|---------|----------|-------|-----------|
| A746269     | SOM  | Method Blank | Dissolved Silver (Ag)     | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Strontium (Sr)  | 2022/10/07    |         | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Thallium (Tl)   | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Tin (Sn)        | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Titanium (Ti)   | 2022/10/07    |         | 110      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Uranium (U)     | 2022/10/07    |         | 111      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Vanadium (V)    | 2022/10/07    |         | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Zinc (Zn)       | 2022/10/07    |         | 112      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Zirconium (Zr)  | 2022/10/07    |         | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Dissolved Aluminum (Al)   | 2022/10/07    | <3.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Antimony (Sb)   | 2022/10/07    | <0.50   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Arsenic (As)    | 2022/10/07    | <0.10   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Barium (Ba)     | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Beryllium (Be)  | 2022/10/07    | <0.10   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Bismuth (Bi)    | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Boron (B)       | 2022/10/07    | <50     |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Cadmium (Cd)    | 2022/10/07    | <0.010  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Chromium (Cr)   | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Cobalt (Co)     | 2022/10/07    | <0.20   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Copper (Cu)     | 2022/10/07    | <0.20   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Iron (Fe)       | 2022/10/07    | <5.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Lead (Pb)       | 2022/10/07    | <0.20   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Lithium (Li)    | 2022/10/07    | <2.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Manganese (Mn)  | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Molybdenum (Mo) | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Nickel (Ni)     | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Selenium (Se)   | 2022/10/07    | <0.10   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Silicon (Si)    | 2022/10/07    | <100    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Silver (Ag)     | 2022/10/07    | <0.020  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Strontium (Sr)  | 2022/10/07    | <1.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Thallium (Tl)   | 2022/10/07    | <0.010  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Tin (Sn)        | 2022/10/07    | <5.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Titanium (Ti)   | 2022/10/07    | <5.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Uranium (U)     | 2022/10/07    | <0.10   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Vanadium (V)    | 2022/10/07    | <5.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Zinc (Zn)       | 2022/10/07    | <5.0    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Dissolved Zirconium (Zr)  | 2022/10/07    | <0.10   |          | ug/L  |           |
| A746516     | YIL  | Spiked Blank | Nitrate plus Nitrite (N)  | 2022/10/06    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
| A746516     | YIL  | Method Blank | Nitrate plus Nitrite (N)  | 2022/10/06    | <0.020  |          | mg/L  |           |
| A746517     | YIL  | Spiked Blank | Nitrite (N)               | 2022/10/06    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
| A746517     | YIL  | Method Blank | Nitrite (N)               | 2022/10/06    | <0.0050 |          | mg/L  |           |
| A747139     | DDE  | Matrix Spike | Dissolved Fluoride (F)    | 2022/10/07    |         | 104      | %     | 80 - 120  |
| A747139     | DDE  | Spiked Blank | Dissolved Fluoride (F)    | 2022/10/07    |         | 98       | %     | 80 - 120  |
| A747139     | DDE  | Method Blank | Dissolved Fluoride (F)    | 2022/10/07    | <0.050  |          | mg/L  |           |
| A747139     | DDE  | RPD          | Dissolved Fluoride (F)    | 2022/10/07    | 0       |          | %     | 20        |
| A747247     | TSO  | Matrix Spike | Total Suspended Solids    | 2022/10/11    |         | 103      | %     | 80 - 120  |
| A747247     | TSO  | Spiked Blank | Total Suspended Solids    | 2022/10/11    |         | 101      | %     | 80 - 120  |
| A747247     | TSO  | Method Blank | Total Suspended Solids    | 2022/10/11    | <1.0    |          | mg/L  |           |
| A747247     | TSO  | RPD          | Total Suspended Solids    | 2022/10/11    | NC      |          | %     | 20        |
| A747316     | AA1  | Matrix Spike | Total Aluminum (Al)       | 2022/10/11    |         | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Antimony (Sb)       | 2022/10/11    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Arsenic (As)        | 2022/10/11    |         | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Barium (Ba)         | 2022/10/11    |         | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Beryllium (Be)      | 2022/10/11    |         | 90       | %     | 80 - 120  |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter             | Date Analyzed | Value | Recovery | UNITS | QC Limits |
|-------------|------|--------------|-----------------------|---------------|-------|----------|-------|-----------|
| A747316     | AA1  | Spiked Blank | Total Bismuth (Bi)    | 2022/10/11    |       | 95       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Boron (B)       | 2022/10/11    |       | 109      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Cadmium (Cd)    | 2022/10/11    |       | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Chromium (Cr)   | 2022/10/11    |       | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Cobalt (Co)     | 2022/10/11    |       | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Copper (Cu)     | 2022/10/11    |       | 96       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Iron (Fe)       | 2022/10/11    |       | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Lead (Pb)       | 2022/10/11    |       | 100      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Lithium (Li)    | 2022/10/11    |       | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Manganese (Mn)  | 2022/10/11    |       | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Molybdenum (Mo) | 2022/10/11    |       | 112      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Nickel (Ni)     | 2022/10/11    |       | 96       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Selenium (Se)   | 2022/10/11    |       | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Silicon (Si)    | 2022/10/11    |       | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Silver (Ag)     | 2022/10/11    |       | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Strontium (Sr)  | 2022/10/11    |       | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Thallium (Tl)   | 2022/10/11    |       | 99       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Tin (Sn)        | 2022/10/11    |       | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Titanium (Ti)   | 2022/10/11    |       | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Uranium (U)     | 2022/10/11    |       | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Vanadium (V)    | 2022/10/11    |       | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Zinc (Zn)       | 2022/10/11    |       | 96       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Zirconium (Zr)  | 2022/10/11    |       | 111      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Aluminum (Al)   | 2022/10/11    |       | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Antimony (Sb)   | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Arsenic (As)    | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Barium (Ba)     | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Beryllium (Be)  | 2022/10/11    |       | 94       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Bismuth (Bi)    | 2022/10/11    |       | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Boron (B)       | 2022/10/11    |       | 108      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Cadmium (Cd)    | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Chromium (Cr)   | 2022/10/11    |       | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Cobalt (Co)     | 2022/10/11    |       | 106      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Copper (Cu)     | 2022/10/11    |       | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Iron (Fe)       | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Lead (Pb)       | 2022/10/11    |       | 100      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Lithium (Li)    | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Manganese (Mn)  | 2022/10/11    |       | 99       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Molybdenum (Mo) | 2022/10/11    |       | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Nickel (Ni)     | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Selenium (Se)   | 2022/10/11    |       | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Silicon (Si)    | 2022/10/11    |       | 103      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Silver (Ag)     | 2022/10/11    |       | 101      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Strontium (Sr)  | 2022/10/11    |       | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Thallium (Tl)   | 2022/10/11    |       | 97       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Tin (Sn)        | 2022/10/11    |       | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Titanium (Ti)   | 2022/10/11    |       | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Uranium (U)     | 2022/10/11    |       | 102      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Vanadium (V)    | 2022/10/11    |       | 98       | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Zinc (Zn)       | 2022/10/11    |       | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |              | Total Zirconium (Zr)  | 2022/10/11    |       | 102      | %     | 80 - 120  |
| A747316     | AA1  | Method Blank | Total Aluminum (Al)   | 2022/10/11    | <3.0  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Antimony (Sb)   | 2022/10/11    | <0.50 |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Arsenic (As)    | 2022/10/11    | <0.10 |          | ug/L  |           |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter              | Date Analyzed | Value  | Recovery | UNITS | QC Limits |
|-------------|------|--------------|------------------------|---------------|--------|----------|-------|-----------|
| A747316     | AA1  | RPD          | Total Barium (Ba)      | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Beryllium (Be)   | 2022/10/11    | <0.10  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Bismuth (Bi)     | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Boron (B)        | 2022/10/11    | <5.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Cadmium (Cd)     | 2022/10/11    | <0.010 |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Chromium (Cr)    | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Cobalt (Co)      | 2022/10/11    | <0.20  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Copper (Cu)      | 2022/10/11    | <0.50  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Iron (Fe)        | 2022/10/11    | <10    |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Lead (Pb)        | 2022/10/11    | <0.20  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Lithium (Li)     | 2022/10/11    | <2.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Manganese (Mn)   | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Molybdenum (Mo)  | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Nickel (Ni)      | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Selenium (Se)    | 2022/10/11    | <0.10  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Silicon (Si)     | 2022/10/11    | <100   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Silver (Ag)      | 2022/10/11    | <0.020 |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Strontium (Sr)   | 2022/10/11    | <1.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Thallium (Tl)    | 2022/10/11    | <0.010 |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Tin (Sn)         | 2022/10/11    | <5.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Titanium (Ti)    | 2022/10/11    | <5.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Uranium (U)      | 2022/10/11    | <0.10  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Vanadium (V)     | 2022/10/11    | <5.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Zinc (Zn)        | 2022/10/11    | <5.0   |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Zirconium (Zr)   | 2022/10/11    | <0.10  |          | ug/L  |           |
|             |      |              | Total Aluminum (Al)    | 2022/10/11    | 0.93   |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Antimony (Sb)    | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Arsenic (As)     | 2022/10/11    | 4.0    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Barium (Ba)      | 2022/10/11    | 1.1    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Beryllium (Be)   | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Bismuth (Bi)     | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Boron (B)        | 2022/10/11    | 4.4    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Cadmium (Cd)     | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Chromium (Cr)    | 2022/10/11    | 3.6    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Cobalt (Co)      | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Copper (Cu)      | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Iron (Fe)        | 2022/10/11    | 1.1    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Lead (Pb)        | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Lithium (Li)     | 2022/10/11    | 0.73   |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Manganese (Mn)   | 2022/10/11    | 0.18   |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Molybdenum (Mo)  | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Nickel (Ni)      | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Selenium (Se)    | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Silicon (Si)     | 2022/10/11    | 1.5    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Silver (Ag)      | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Strontium (Sr)   | 2022/10/11    | 1.2    |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Thallium (Tl)    | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Tin (Sn)         | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Titanium (Ti)    | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Uranium (U)      | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Vanadium (V)     | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Zinc (Zn)        | 2022/10/11    | NC     |          | %     | 20        |
|             |      |              | Total Zirconium (Zr)   | 2022/10/11    | 0.44   |          | %     | 20        |
| A747436     | MWU  | Matrix Spike | Chemical Oxygen Demand | 2022/10/07    |        | NC       | %     | 80 - 120  |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type                  | Parameter                        | Date Analyzed | Value    | Recovery | UNITS | QC Limits |
|-------------|------|--------------------------|----------------------------------|---------------|----------|----------|-------|-----------|
| A747436     | MWU  | Spiked Blank             | Chemical Oxygen Demand           | 2022/10/07    |          | 99       | %     | 80 - 120  |
| A747436     | MWU  | Method Blank             | Chemical Oxygen Demand           | 2022/10/07    | <10      |          | mg/L  |           |
| A747436     | MWU  | RPD                      | Chemical Oxygen Demand           | 2022/10/07    | 0.47     |          | %     | 20        |
| A747639     | SES  | Matrix Spike             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    |          | 107      | %     | 80 - 120  |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    |          | 102      | %     | 80 - 120  |
| A747639     | SES  | Spiked Blank             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    |          | 105      | %     | 80 - 120  |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    |          | 97       | %     | 80 - 120  |
| A747639     | SES  | Method Blank             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    | <1.0     |          | mg/L  |           |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    | <1.0     |          | mg/L  |           |
| A747639     | SES  | RPD                      | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    | 6.1      |          | %     | 20        |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    | NC       |          | %     | 20        |
| A747686     | SES  | Matrix Spike             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    |          | NC       | %     | 80 - 120  |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    |          | NC       | %     | 80 - 120  |
| A747686     | SES  | Spiked Blank             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    |          | 104      | %     | 80 - 120  |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    |          | 97       | %     | 80 - 120  |
| A747686     | SES  | Method Blank             | Chloride (Cl)                    | 2022/10/07    | <1.0     |          | mg/L  |           |
|             |      |                          | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    | <1.0     |          | mg/L  |           |
| A747686     | SES  | RPD                      | Sulphate (SO4)                   | 2022/10/07    | 1.9      |          | %     | 20        |
| A747977     | WZ1  | Matrix Spike             | Total Dissolved Solids           | 2022/10/11    |          | 97       | %     | 80 - 120  |
| A747977     | WZ1  | Spiked Blank             | Total Dissolved Solids           | 2022/10/11    |          | 99       | %     | 80 - 120  |
| A747977     | WZ1  | Method Blank             | Total Dissolved Solids           | 2022/10/11    | <10      |          | mg/L  |           |
| A747977     | WZ1  | RPD                      | Total Dissolved Solids           | 2022/10/11    | 0        |          | %     | 20        |
| A748021     | TMU  | Matrix Spike             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/10    |          | 92       | %     | 80 - 120  |
| A748021     | TMU  | Spiked Blank             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/10    |          | 101      | %     | 80 - 120  |
| A748021     | TMU  | Method Blank             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/10    | <0.00050 |          | mg/L  |           |
| A748021     | TMU  | RPD                      | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/10    | 5.4      |          | %     | 20        |
| A748051     | JLD  | Matrix Spike             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/11    |          | 81       | %     | 80 - 120  |
| A748051     | JLD  | Spiked Blank             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/11    |          | 100      | %     | 80 - 120  |
| A748051     | JLD  | Method Blank             | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/11    | <0.00050 |          | mg/L  |           |
| A748051     | JLD  | RPD                      | Strong Acid Dissoc. Cyanide (CN) | 2022/10/11    | NC       |          | %     | 20        |
| A748157     | JAV  | Matrix Spike             | Total Phosphorus (P)             | 2022/10/07    |          | 29       | %     | N/A       |
| A748157     | JAV  | Spiked Blank             | Total Phosphorus (P)             | 2022/10/07    |          | 89       | %     | 80 - 120  |
| A748157     | JAV  | Method Blank             | Total Phosphorus (P)             | 2022/10/07    | <0.0030  |          | mg/L  |           |
| A748157     | JAV  | RPD                      | Total Phosphorus (P)             | 2022/10/07    | 0.57     |          | %     | 20        |
| A748322     | ZWU  | Matrix Spike             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/08    |          | 100      | %     | 80 - 120  |
| A748322     | ZWU  | Spiked Blank             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/08    |          | 104      | %     | 80 - 120  |
| A748322     | ZWU  | Method Blank             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/08    | <0.50    |          | mg/L  |           |
| A748322     | ZWU  | RPD                      | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/08    | NC       |          | %     | 20        |
| A749676     | ZWU  | Matrix Spike [BDP771-04] | Total Organic Carbon (C)         | 2022/10/09    |          | 87       | %     | 80 - 120  |
| A749676     | ZWU  | Spiked Blank             | Total Organic Carbon (C)         | 2022/10/09    |          | 101      | %     | 80 - 120  |
| A749676     | ZWU  | Method Blank             | Total Organic Carbon (C)         | 2022/10/09    | <0.50    |          | mg/L  |           |
| A749676     | ZWU  | RPD [BDP771-04]          | Total Organic Carbon (C)         | 2022/10/09    | 4.0      |          | %     | 20        |
| A749679     | ZWU  | Matrix Spike             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/09    |          | NC       | %     | 80 - 120  |
| A749679     | ZWU  | Spiked Blank             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/09    |          | 102      | %     | 80 - 120  |
| A749679     | ZWU  | Method Blank             | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/09    | <0.50    |          | mg/L  |           |
| A749679     | ZWU  | RPD                      | Dissolved Organic Carbon (C)     | 2022/10/09    | 0.014    |          | %     | 20        |
| A751033     | VBA  | Matrix Spike             | Bromide (Br)                     | 2022/10/11    |          | 104      | %     | 78 - 120  |
| A751033     | VBA  | Spiked Blank             | Bromide (Br)                     | 2022/10/11    |          | 99       | %     | 80 - 120  |
| A751033     | VBA  | Method Blank             | Bromide (Br)                     | 2022/10/11    | <0.010   |          | mg/L  |           |
| A751033     | VBA  | RPD                      | Bromide (Br)                     | 2022/10/11    | NC       |          | %     | 20        |
| A751104     | AP1  | Matrix Spike             | Free Cyanide (CN)                | 2022/10/11    |          | 92       | %     | 80 - 120  |
| A751104     | AP1  | Spiked Blank             | Free Cyanide (CN)                | 2022/10/11    |          | 89       | %     | 80 - 120  |
| A751104     | AP1  | Method Blank             | Free Cyanide (CN)                | 2022/10/11    | <2.0     |          | ug/L  |           |
| A751104     | AP1  | RPD                      | Free Cyanide (CN)                | 2022/10/11    | 11       |          | %     | 20        |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch                                                                                                                                                                                                                                                                                            | Init | QC Type                  | Parameter                                | Date Analyzed | Value   | Recovery | UNITS | QC Limits |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|--------------------------|------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|-----------|
| A751799                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | Spiked Blank             | pH                                       | 2022/10/07    |         | 101      | %     | 97 - 103  |
| A751799                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | RPD                      | pH                                       | 2022/10/07    | 0.88    |          | %     | N/A       |
| A751805                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | Spiked Blank             | Alkalinity (Total as CaCO <sub>3</sub> ) | 2022/10/07    |         | 94       | %     | 80 - 120  |
| A751805                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | Method Blank             | Alkalinity (PP as CaCO <sub>3</sub> )    | 2022/10/07    | <1.0    |          | mg/L  |           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |      |                          | Alkalinity (Total as CaCO <sub>3</sub> ) | 2022/10/07    | <1.0    |          | mg/L  |           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |      |                          | Bicarbonate (HCO <sub>3</sub> )          | 2022/10/07    | <1.0    |          | mg/L  |           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |      |                          | Carbonate (CO <sub>3</sub> )             | 2022/10/07    | <1.0    |          | mg/L  |           |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |      |                          | Hydroxide (OH)                           | 2022/10/07    | <1.0    |          | mg/L  |           |
| A751806                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | Spiked Blank             | Conductivity                             | 2022/10/07    |         | 103      | %     | 80 - 120  |
| A751806                                                                                                                                                                                                                                                                                                | BB3  | Method Blank             | Conductivity                             | 2022/10/07    | <2.0    |          | uS/cm |           |
| A751883                                                                                                                                                                                                                                                                                                | CBK  | Matrix Spike [BDP771-05] | Total Ammonia (N)                        | 2022/10/11    |         | NC       | %     | 80 - 120  |
| A751883                                                                                                                                                                                                                                                                                                | CBK  | Spiked Blank             | Total Ammonia (N)                        | 2022/10/11    |         | 106      | %     | 80 - 120  |
| A751883                                                                                                                                                                                                                                                                                                | CBK  | Method Blank             | Total Ammonia (N)                        | 2022/10/11    | <0.015  |          | mg/L  |           |
| A751883                                                                                                                                                                                                                                                                                                | CBK  | RPD [BDP771-05]          | Total Ammonia (N)                        | 2022/10/11    | 0.19    |          | %     | 20        |
| A753227                                                                                                                                                                                                                                                                                                | éEY  | Matrix Spike             | Thiocyanate                              | 2022/10/12    |         | 95       | %     | 80 - 120  |
| A753227                                                                                                                                                                                                                                                                                                | éEY  | Spiked Blank             | Thiocyanate                              | 2022/10/12    |         | 103      | %     | 80 - 120  |
| A753227                                                                                                                                                                                                                                                                                                | éEY  | Method Blank             | Thiocyanate                              | 2022/10/12    | <0.05   |          | mg/L  |           |
| A753227                                                                                                                                                                                                                                                                                                | éEY  | RPD [BDP773-06]          | Thiocyanate                              | 2022/10/12    | 2.8     |          | %     | 20        |
| A753440                                                                                                                                                                                                                                                                                                | JAV  | Matrix Spike             | Orthophosphate (P)                       | 2022/10/12    |         | NC       | %     | 80 - 120  |
| A753440                                                                                                                                                                                                                                                                                                | JAV  | Spiked Blank             | Orthophosphate (P)                       | 2022/10/12    |         | 102      | %     | 80 - 120  |
| A753440                                                                                                                                                                                                                                                                                                | JAV  | Method Blank             | Orthophosphate (P)                       | 2022/10/12    | <0.0030 |          | mg/L  |           |
| A753440                                                                                                                                                                                                                                                                                                | JAV  | RPD                      | Orthophosphate (P)                       | 2022/10/12    | 0.90    |          | %     | 20        |
| A763522                                                                                                                                                                                                                                                                                                | FS   | Spiked Blank             | Thiosulphate                             | 2022/10/17    |         | 98       | %     | 81 - 119  |
| A763522                                                                                                                                                                                                                                                                                                | FS   | Method Blank             | Thiosulphate                             | 2022/10/17    | <0.13   |          | mg/L  |           |
| N/A = Not Applicable                                                                                                                                                                                                                                                                                   |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| Duplicate: Paired analysis of a separate portion of the same sample. Used to evaluate the variance in the measurement.                                                                                                                                                                                 |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| Matrix Spike: A sample to which a known amount of the analyte of interest has been added. Used to evaluate sample matrix interference.                                                                                                                                                                 |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.                                                                                                                                            |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.                                                                                                                                                                      |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| NC (Matrix Spike): The recovery in the matrix spike was not calculated. The relative difference between the concentration in the parent sample and the spike amount was too small to permit a reliable recovery calculation (matrix spike concentration was less than the native sample concentration) |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |
| NC (Duplicate RPD): The duplicate RPD was not calculated. The concentration in the sample and/or duplicate was too low to permit a reliable RPD calculation (absolute difference <= 2x RDL).                                                                                                           |      |                          |                                          |               |         |          |       |           |



Bureau Veritas Job #: C277535  
Report Date: 2022/10/21

Agnico Eagle Mines Ltd.  
Site Location: Meadowbank Division  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

David Huang, M.Sc., P.Chem., QP, Scientific Services Manager

Cristina Carriere-Inactive, Scientific Services



Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Melissa Thompson, Scientist

Suwan (Sze Yeung) Fock, B.Sc., Scientific Specialist



Bureau Veritas Proprietary Software  
Logiciel Propriétaire de Bureau Veritas

Automated Statchk

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation please refer to the Validation Signature Page.





Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: n-a

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 Meadowbank  
 Meadowbank  
 Keewatin, NU  
 CANADA POX 0A1

Report Date: 2022/12/07  
 Report #: R2810991  
 Version: 3 - Final

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C259780**

**Received: 2022/10/25, 08:00**

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 3

| <b>Analyses</b>                                                | <b>Quantity</b> | <b>Date<br/>Extracted</b> | <b>Date<br/>Analyzed</b> | <b>Laboratory Method</b> | <b>Analytical Method</b> |
|----------------------------------------------------------------|-----------------|---------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Total Alkalinity (pH end point 4.5)                            | 3               | N/A                       | 2022/10/25               | STL SOP-00038            | SM 23 2320-B m           |
| Anions in water                                                | 3               | N/A                       | 2022/11/20               | STL SOP-00014            | MA.300-Ions 1.3 R6 m     |
| Biochemical Oxygen Demand (5 days) (2)                         | 1               | 2022/11/01                | 2022/11/06               | STL SOP-00008            | MA315-DBO 1.1 R3 m       |
| Biochemical Oxygen Demand (5 days) (2)                         | 2               | 2022/11/03                | 2022/11/08               | STL SOP-00008            | MA315-DBO 1.1 R3 m       |
| Weak Acid Dissociable Cyanides                                 | 3               | 2022/11/03                | 2022/11/10               | STL SOP-00035            | MA300-CN 1.2 R4 m        |
| Total Cyanide                                                  | 3               | 2022/10/27                | 2022/10/28               | STL SOP-00035            | MA300-CN 1.2 R4 m        |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 3               | 2022/10/29                | 2022/10/29               | STL SOP-00009            | MA315-DCO 1.1 R4 m       |
| Conductivity                                                   | 3               | N/A                       | 2022/10/25               | STL SOP-00038            | SM 23 2510-B m           |
| Cyanates                                                       | 3               | N/A                       | 2022/10/30               | STL SOP-00010            | MA.315-CNO 1.1 R3 m      |
| Dissolved Organic Carbon (3)                                   | 1               | 2022/11/01                | 2022/11/09               | STL SOP-00243            | SM 23 5310-B m           |
| Dissolved Organic Carbon (3)                                   | 2               | 2022/11/09                | 2022/11/09               | STL SOP-00243            | SM 23 5310-B m           |
| Fluoride                                                       | 3               | N/A                       | 2022/10/31               | STL SOP-00038            | SM 23 4500-F m           |
| Total Suspended Solids                                         | 3               | 2022/10/31                | 2022/11/01               | STL SOP-00015            | MA.104-S.S. 2.0 m        |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered                        | 3               | N/A                       | 2022/11/05               | STL SOP-00062            | MA.200-Mét. 1.2 R7 m     |
| Total Extractable Metals by ICP                                | 2               | 2022/10/28                | 2022/11/01               | STL SOP-00062            | MA.200-Mét. 1.2 R7 m     |
| Total Extractable Metals by ICP                                | 1               | 2022/10/28                | 2022/11/04               | STL SOP-00062            | MA.200-Mét. 1.2 R7 m     |
| Ammonia Nitrogen                                               | 3               | N/A                       | 2022/10/27               | STL SOP-00040            | MA.300-N 2.0 R2 m        |
| Nitrates(NO <sub>3</sub> -), Nitrites(NO <sub>2</sub> -)-water | 3               | N/A                       | 2022/10/27               | STL SOP-00014            | MA.300-Ions 1.3 R3 m     |
| pH in water                                                    | 3               | N/A                       | 2022/10/25               | STL SOP-00038            | MA.100-pH 1.1 R3 m       |
| Ortho Phosphate                                                | 3               | N/A                       | 2022/10/26               | STL SOP-00003            | MA.303-P 1.1 R2 m        |
| Total Dissolved Solids                                         | 2               | 2022/10/31                | 2022/11/01               | STL SOP-00050            | MA.115-S.D. 1.0 R4 m     |
| Total Dissolved Solids                                         | 1               | 2022/10/31                | 2022/11/03               | STL SOP-00050            | MA.115-S.D. 1.0 R4 m     |
| Thiocyanates                                                   | 3               | N/A                       | 2022/11/02               | STL SOP-00010            | MA.304-Ions 1.1 R1 m     |
| Total Thiosalts + Thiosalt Species (1)                         | 3               | N/A                       | N/A                      |                          |                          |
| Thiosulfates                                                   | 3               | N/A                       | 2022/11/07               | STL SOP-00010            | MA.304-Ions 1.1 R1 m     |
| Total Organic Carbon (4)                                       | 3               | N/A                       | 2022/10/28               | STL SOP-00243            | SM 23 5310-B m           |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as CCME, MELCC, EPA, APHA.



Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: n-a

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 Meadowbank  
 Meadowbank  
 Keewatin, NU  
 CANADA POX 0A1

**Report Date: 2022/12/07**  
 Report #: R2810991  
 Version: 3 - Final

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C259780**  
**Received: 2022/10/25, 08:00**

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

Note: RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by SGS Canada Inc - Lakefield, 185 Concession St., Lakefield, ON, K0L2H0

(2) Please note that in the event a biochemical oxygen demand analysis cannot begin within the 48-hours holding time required (for a sample preserved at 4°C), sample will be frozen, unless otherwise specified by a regulation, to maintain its integrity.

(3) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC

(4) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.

**Encryption Key**

Touriya Naji  
 Project Manager  
 08 Dec 2022 13:21:04

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Touriya Naji, Project Manager  
 Email: touriya.naji@bureauveritas.com  
 Phone# (514) 448-9001

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.





Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       |      |        | LC4620                   | LC4650     | LC4651        |      |          |
|----------------------------------|-------|------|--------|--------------------------|------------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       |      |        | 2022/10/24               | 2022/10/24 | 2022/10/24    |      |          |
| COC Number                       |       |      |        | n-a                      | n-a        | n-a           |      |          |
|                                  | Units | A    | B      | RAW WATER ST19<br>(JUIN) | FEED MBBR  | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS ICP-MS</b>             |       |      |        |                          |            |               |      |          |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | 100  | -      | <10                      | <10        | <10           | 10   | 2347659  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 6    | 1100   | 21                       | 16         | 12            | 1.0  | 2347659  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | 100  | 0.62   | <0.10                    | <0.10      | <0.10         | 0.10 | 2347659  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 0.3  | 340    | 89                       | 4.7        | 2.2           | 0.30 | 2347659  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 1000 | 600    | 110                      | 79         | 45            | 2.0  | 2347659  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | -    | -      | <0.40                    | <0.40      | <0.40         | 0.40 | 2347659  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 5000 | 28000  | 360                      | 350        | 270           | 20   | 2347659  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | 5    | 1.1    | 0.27                     | <0.20      | <0.20         | 0.20 | 2347659  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 50   | -      | <0.50                    | <0.50      | <0.50         | 0.50 | 2347659  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 1000 | 7.3    | 240                      | <0.50      | 2.7           | 0.50 | 2347659  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | -    | -      | <1.0                     | <1.0       | 3.3           | 1.0  | 2347659  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | -    | -      | <60                      | <60        | 540           | 60   | 2347659  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10        | <10           | 10   | 2347659  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 50   | 2300   | 3.8                      | 21         | 31            | 0.40 | 2347659  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 40   | 29000  | 130                      | 110        | 85            | 0.50 | 2347659  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 1    | 0.0013 | <0.10 (1)                | <0.10 (1)  | <0.10 (1)     | 0.10 | 2347659  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 70   | 260    | 1500                     | 35         | 30            | 1.0  | 2347659  |
| Phosphorus                       | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10        | 400           | 10   | 2347659  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 5    | 34     | <0.10                    | <0.10      | 0.18          | 0.10 | 2347659  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 10   | 62     | 150                      | 170        | 84            | 1.0  | 2347659  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | -    | -      | 2500                     | 2300       | 1700          | 2.0  | 2347659  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | <2.0       | <2.0          | 2.0  | 2347659  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 20   | 320    | 17                       | 12         | 6.8           | 1.0  | 2347659  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10        | <10           | 10   | 2347659  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | <2.0       | <2.0          | 2.0  | 2347659  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5000 | 67     | <5.0                     | <5.0       | 160           | 5.0  | 2347659  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |      |        |                          |            |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |      |        |                          |            |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |      |        |                          |            |               |      |          |
| (1) RDL exceeds criteria         |       |      |        |                          |            |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                          |       |      |        | LC4620               |      |          | LC4650     | LC4651        |      |          |
|------------------------------------------------------------|-------|------|--------|----------------------|------|----------|------------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                                              |       |      |        | 2022/10/24           |      |          | 2022/10/24 | 2022/10/24    |      |          |
| COC Number                                                 |       |      |        | n-a                  |      |          | n-a        | n-a           |      |          |
|                                                            | Units | A    | B      | RAW WATER ST19 (JUN) | RDL  | QC Batch | FEED MBBR  | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS</b>                                              |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| Aluminum (Al)                                              | ug/L  | 100  | -      | <10                  | 10   | 2347351  | <30 (1)    | <30 (1)       | 30   | 2347412  |
| Antimony (Sb)                                              | ug/L  | 6    | 1100   | 23                   | 1.0  | 2347351  | 16         | 12            | 1.0  | 2347412  |
| Silver (Ag)                                                | ug/L  | 100  | 0.62   | <1.0 (2)             | 1.0  | 2347351  | <1.0 (2)   | <1.0 (2)      | 1.0  | 2347412  |
| Arsenic (As)                                               | ug/L  | 0.3  | 340    | 93                   | 1.0  | 2347351  | 5.1        | 2.8           | 1.0  | 2347412  |
| Barium (Ba)                                                | ug/L  | 1000 | 600    | 100                  | 2.0  | 2347351  | 73         | 41            | 2.0  | 2347412  |
| Beryllium (Be)                                             | ug/L  | -    | -      | <2.0                 | 2.0  | 2347351  | <2.0       | <2.0          | 2.0  | 2347412  |
| Boron (B) †                                                | ug/L  | 5000 | 28000  | 360                  | 50   | 2347351  | 340        | 260           | 50   | 2347412  |
| Cadmium (Cd)                                               | ug/L  | 5    | 1.1    | <0.20                | 0.20 | 2347351  | <0.20      | <0.20         | 0.20 | 2347412  |
| Chromium (Cr)                                              | ug/L  | 50   | -      | <5.0                 | 5.0  | 2347351  | <5.0       | <5.0          | 5.0  | 2347412  |
| Copper (Cu)                                                | ug/L  | 1000 | 7.3    | 250                  | 1.0  | 2347351  | 3.2        | 6.2           | 1.0  | 2347412  |
| Tin (Sn)                                                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                 | 2.0  | 2347351  | <2.0       | 3.6           | 2.0  | 2347412  |
| Iron (Fe)                                                  | ug/L  | -    | -      | <60                  | 60   | 2347351  | <60        | 620           | 60   | 2347412  |
| Lithium (Li) ††                                            | ug/L  | -    | -      | <10                  | 10   | 2347351  | <10        | <10           | 10   | 2347412  |
| Manganese (Mn)                                             | ug/L  | 50   | 2300   | 3.9                  | 1.0  | 2347351  | 21         | 31            | 1.0  | 2347412  |
| Mercury (Hg)                                               | ug/L  | 1    | 0.0013 | <0.10 (2)            | 0.10 | 2347351  | <0.10 (2)  | <0.10 (2)     | 0.10 | 2347412  |
| Molybdenum (Mo)                                            | ug/L  | 40   | 29000  | 130                  | 1.0  | 2347351  | 110        | 81            | 1.0  | 2347412  |
| Nickel (Ni)                                                | ug/L  | 70   | 260    | 1500                 | 2.0  | 2347351  | 42         | 24            | 2.0  | 2347412  |
| Total phosphorous                                          | ug/L  | -    | 1000   | <10                  | 10   | 2347351  | <10        | 490           | 10   | 2347412  |
| Lead (Pb)                                                  | ug/L  | 5    | 34     | 0.58                 | 0.50 | 2347351  | <0.50      | <0.50         | 0.50 | 2347412  |
| Selenium (Se)                                              | ug/L  | 10   | 62     | 170                  | 3.0  | 2357562  | 200        | 84            | 3.0  | 2347412  |
| Strontium (Sr) †                                           | ug/L  | -    | -      | 2400                 | 2.0  | 2347351  | 2400       | 1700          | 2.0  | 2347412  |
| Thallium (Tl)                                              | ug/L  | -    | -      | <2.0                 | 2.0  | 2347351  | <2.0       | <2.0          | 2.0  | 2347412  |
| Titanium (Ti) ††                                           | ug/L  | -    | -      | <10                  | 10   | 2347351  | <10        | <10           | 10   | 2347412  |
| Uranium (U) ††                                             | ug/L  | 20   | 320    | 16                   | 1.0  | 2347351  | 12         | 6.7           | 1.0  | 2347412  |
| Vanadium (V)                                               | ug/L  | -    | -      | <2.0                 | 2.0  | 2347351  | <2.0       | <2.0          | 2.0  | 2347412  |
| Zinc (Zn)                                                  | ug/L  | 5000 | 67     | <7.0                 | 7.0  | 2347351  | <7.0       | 220           | 7.0  | 2347412  |
| RDL = Reportable Detection Limit                           |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                           |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| † Parameter is not accredited                              |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| †† Parameter is not accreditable                           |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| (1) The detection limit was raised due to instrumentation. |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |
| (2) RDL exceeds criteria                                   |       |      |        |                      |      |          |            |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                |       |      |       | LC4620                   | LC4620                              |        |          |
|--------------------------------------------------|-------|------|-------|--------------------------|-------------------------------------|--------|----------|
| Sampling Date                                    |       |      |       | 2022/10/24               | 2022/10/24                          |        |          |
| COC Number                                       |       |      |       | n-a                      | n-a                                 |        |          |
|                                                  | Units | A    | B     | RAW WATER ST19<br>(JWIN) | RAW WATER ST19<br>(JWIN)<br>Lab-Dup | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                             |       |      |       |                          |                                     |        |          |
| BOD5                                             | mg/L  | -    | -     | 26                       | N/A                                 | 16     | 2349577  |
| COD                                              | mg/L  | -    | -     | 280                      | N/A                                 | 5.0    | 2347735  |
| Conductivity                                     | mS/cm | -    | -     | 4.7                      | N/A                                 | 0.0010 | 2346083  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                      | mg/L  | -    | -     | <0.25                    | N/A                                 | 0.25   | 2347867  |
| Dissolved organic carbon †                       | mg/L  | -    | -     | 55                       | 56                                  | 2.0    | 2351992  |
| Fluoride (F)                                     | mg/L  | 1.5  | 4     | 0.13                     | N/A                                 | 0.10   | 2348310  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                       | mg/L  | 10   | -     | 12                       | N/A                                 | 0.20   | 2346597  |
| Nitrates (N-NO3 <sup>-</sup> )                   | mg/L  | -    | 300   | 11                       | N/A                                 | 0.020  | 2346597  |
| Nitrites (N-NO2 <sup>-</sup> )                   | mg/L  | 1    | -     | 0.39                     | N/A                                 | 0.20   | 2346597  |
| Nitrogen ammonia (N-NH4 <sup>+</sup> and N-NH3)  | mg/L  | 0.05 | -     | 53                       | N/A                                 | 0.10   | 2346432  |
| Orthophosphate (P)                               | mg/L  | -    | -     | <0.050                   | N/A                                 | 0.050  | 2346420  |
| pH                                               | pH    | -    | -     | 7.79                     | 7.82                                | N/A    | 2346062  |
| Thiocyanate                                      | mg/L  | -    | -     | 210                      | N/A                                 | 17     | 2348890  |
| Thiosulfate                                      | mg/L  | -    | -     | 0.37                     | N/A                                 | 0.13   | 2351120  |
| Total Cyanide (CN)                               | mg/L  | -    | -     | 0.082                    | N/A                                 | 0.0030 | 2346835  |
| Total Organic Carbon                             | mg/L  | -    | -     | 51                       | N/A                                 | 2.0    | 2347306  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.027                    | N/A                                 | 0.0030 | 2346844  |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 †             | mg/L  | -    | -     | 140                      | N/A                                 | 1.0    | 2346084  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                       | mg/L  | -    | -     | 3.0                      | 3.1                                 | 1.0    | 2355749  |
| Chloride (Cl)                                    | mg/L  | 250  | 860   | 250                      | 250                                 | 0.50   | 2355749  |
| Sulfates (SO4)                                   | mg/L  | -    | -     | 2000                     | 1900                                | 5.0    | 2355749  |
| Total Dissolved Solids                           | mg/L  | -    | -     | 3800                     | N/A                                 | 10     | 2348231  |
| Total suspended solids (TSS)                     | mg/L  | -    | -     | 2.0                      | N/A                                 | 2.0    | 2348080  |
| RDL = Reportable Detection Limit                 |       |      |       |                          |                                     |        |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                 |       |      |       |                          |                                     |        |          |
| N/A = Not Applicable                             |       |      |       |                          |                                     |        |          |
| † Parameter is not accreditable                  |       |      |       |                          |                                     |        |          |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                |       |      |       | LC4650     |        |          | LC4651        | LC4651                |        |          |
|--------------------------------------------------|-------|------|-------|------------|--------|----------|---------------|-----------------------|--------|----------|
| Sampling Date                                    |       |      |       | 2022/10/24 |        |          | 2022/10/24    | 2022/10/24            |        |          |
| COC Number                                       |       |      |       | n-a        |        |          | n-a           | n-a                   |        |          |
|                                                  | Units | A    | B     | FEED MBBR  | RDL    | QC Batch | TREATED WATER | TREATED WATER Lab-Dup | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                             |       |      |       |            |        |          |               |                       |        |          |
| BOD5                                             | mg/L  | -    | -     | <4.0       | 4.0    | 2348463  | 6.5           | N/A                   | 5.3    | 2349500  |
| COD                                              | mg/L  | -    | -     | 280        | 5.0    | 2347735  | 39            | N/A                   | 5.0    | 2347674  |
| Conductivity                                     | mS/cm | -    | -     | 4.8        | 0.0010 | 2346083  | 4.3           | N/A                   | 0.0010 | 2346083  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                      | mg/L  | -    | -     | <0.25      | 0.25   | 2347867  | <0.050        | N/A                   | 0.050  | 2347867  |
| Dissolved organic carbon †                       | mg/L  | -    | -     | 58         | 2.0    | 2348498  | 8.9           | N/A                   | 0.20   | 2351992  |
| Fluoride (F)                                     | mg/L  | 1.5  | 4     | <0.10      | 0.10   | 2348305  | <0.10         | N/A                   | 0.10   | 2348310  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                       | mg/L  | 10   | -     | 11         | 0.20   | 2346597  | 29            | N/A                   | 0.20   | 2346597  |
| Nitrates (N-NO3 <sup>-</sup> )                   | mg/L  | -    | 300   | 11         | 0.020  | 2346597  | 29            | N/A                   | 0.20   | 2346597  |
| Nitrites (N-NO2 <sup>-</sup> )                   | mg/L  | 1    | -     | 0.59       | 0.20   | 2346597  | 0.21          | N/A                   | 0.20   | 2346597  |
| Nitrogen ammonia (N-NH4 <sup>+</sup> and N-NH3)  | mg/L  | 0.05 | -     | 52         | 0.10   | 2346432  | 1.2           | N/A                   | 0.040  | 2346432  |
| Orthophosphate (P)                               | mg/L  | -    | -     | <0.050     | 0.050  | 2346420  | 0.30          | N/A                   | 0.050  | 2346614  |
| pH                                               | pH    | -    | -     | 7.73       | N/A    | 2346062  | 7.79          | N/A                   | N/A    | 2346062  |
| Thiocyanate                                      | mg/L  | -    | -     | 210        | 17     | 2348890  | <0.17         | N/A                   | 0.17   | 2348890  |
| Thiosulfate                                      | mg/L  | -    | -     | <0.13      | 0.13   | 2351120  | <0.13         | N/A                   | 0.13   | 2351120  |
| Total Cyanide (CN)                               | mg/L  | -    | -     | 0.086      | 0.0030 | 2346835  | 0.049         | 0.049                 | 0.0030 | 2346835  |
| Total Organic Carbon                             | mg/L  | -    | -     | 51         | 2.0    | 2347306  | 8.0           | N/A                   | 0.20   | 2347306  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.0056     | 0.0030 | 2346844  | 0.020         | 0.019                 | 0.0030 | 2346844  |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 †             | mg/L  | -    | -     | 93         | 1.0    | 2346084  | 220           | N/A                   | 1.0    | 2346084  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                       | mg/L  | -    | -     | 3.0        | 1.0    | 2355749  | 2.3           | N/A                   | 1.0    | 2355749  |
| Chloride (Cl)                                    | mg/L  | 250  | 850   | 250        | 0.50   | 2355749  | 190           | N/A                   | 0.50   | 2355749  |
| Sulfates (SO4)                                   | mg/L  | -    | -     | 2100       | 5.0    | 2355749  | 1800          | N/A                   | 5.0    | 2355749  |
| Total Dissolved Solids                           | mg/L  | -    | -     | 3800       | 10     | 2348274  | 3500          | N/A                   | 10     | 2348231  |
| Total suspended solids (TSS)                     | mg/L  | -    | -     | <2.0       | 2.0    | 2348080  | 5.0           | N/A                   | 2.0    | 2348080  |
| RDL = Reportable Detection Limit                 |       |      |       |            |        |          |               |                       |        |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                 |       |      |       |            |        |          |               |                       |        |          |
| N/A = Not Applicable                             |       |      |       |            |        |          |               |                       |        |          |
| † Parameter is not accreditable                  |       |      |       |            |        |          |               |                       |        |          |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

A,B: Soil Criteria following appendix 2 of the " Guide d'intervention-Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés. MELCC, May 2021." entitled " Grille des critères génériques pour les sols". The soil criteria refer to the St. Lawrence Lowlands Geological Province.

Groundwater criteria A and B follow the appendix 7 entitled "Grille des critères de qualité des eaux souterraines" of the document mentioned above. The criterion A refers to " Drinking Water " and the criterion B refers to "Seepage into Surface Water".

These criteria references are shown for visual aid only, and should not be interpreted otherwise.

- = This parameter is not part of the regulation.

#### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.

Cyanates: Detection limit raised due to matrix interference. LC4620, LC4650

Nitrate and Nitrite: Detection limit raised due to matrix interference.

TOC < DOC: Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent.

Sample LC4620, Total Extractable Metals by ICP: Test repeated.

**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                                                | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|--------------------------------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2346062     | ZLI  | Spiked Blank | pH                                                                       | 2022/10/25    |         | 101      | %     |
| 2346083     | ZLI  | Spiked Blank | Conductivity                                                             | 2022/10/25    |         | 106      | %     |
| 2346083     | ZLI  | Method Blank | Conductivity                                                             | 2022/10/25    | <0.0010 |          | mS/cm |
| 2346084     | ZLI  | Spiked Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5                          | 2022/10/25    |         | 104      | %     |
| 2346084     | ZLI  | Method Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5                          | 2022/10/25    | <1.0    |          | mg/L  |
| 2346420     | CLO  | QC Standard  | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    |         | 97       | %     |
| 2346420     | CLO  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    |         | 100      | %     |
| 2346420     | CLO  | Method Blank | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2346432     | CLO  | QC Standard  | Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> ) | 2022/10/27    |         | 116      | %     |
| 2346432     | CLO  | Spiked Blank | Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> ) | 2022/10/27    |         | 102      | %     |
| 2346432     | CLO  | Method Blank | Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> ) | 2022/10/27    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2346597     | GXL  | Spiked Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                                               | 2022/10/27    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                                           | 2022/10/27    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                                           | 2022/10/27    |         | 104      | %     |
| 2346597     | GXL  | Method Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                                               | 2022/10/27    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                                           | 2022/10/27    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                                           | 2022/10/27    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2346614     | LI   | QC Standard  | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    |         | 97       | %     |
| 2346614     | LI   | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    |         | 103      | %     |
| 2346614     | LI   | Method Blank | Orthophosphate (P)                                                       | 2022/10/26    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2346835     | DMI  | Spiked Blank | Total Cyanide (CN)                                                       | 2022/10/28    |         | 104      | %     |
| 2346835     | DMI  | Method Blank | Total Cyanide (CN)                                                       | 2022/10/28    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2346844     | ANB  | Spiked Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-)                                      | 2022/11/10    |         | 108      | %     |
| 2346844     | ANB  | Method Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-)                                      | 2022/11/10    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2347306     | HPA  | Spiked Blank | Total Organic Carbon                                                     | 2022/10/28    |         | 105      | %     |
| 2347306     | HPA  | Method Blank | Total Organic Carbon                                                     | 2022/10/28    | <0.20   |          | mg/L  |
| 2347351     | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                                            | 2022/11/04    |         | 110      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                                            | 2022/11/04    |         | 116      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                                              | 2022/11/04    |         | 113      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                                             | 2022/11/04    |         | 115      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                                              | 2022/11/04    |         | 115      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                                           | 2022/11/04    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                                                | 2022/11/04    |         | 124 (1)  | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                                             | 2022/11/04    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                                            | 2022/11/04    |         | 112      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                                              | 2022/11/04    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                                                 | 2022/11/04    |         | 114      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                                                | 2022/11/04    |         | 109      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                                             | 2022/11/04    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                                           | 2022/11/04    |         | 108      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                                             | 2022/11/04    |         | 128 (1)  | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                                          | 2022/11/04    |         | 113      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                                                              | 2022/11/04    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Total phosphorous                                                        | 2022/11/04    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                                                                | 2022/11/04    |         | 110      | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                                                           | 2022/11/04    |         | 114      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                                                            | 2022/11/04    |         | 109      | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)                                                            | 2022/11/04    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                                                              | 2022/11/04    |         | 110      | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                                                             | 2022/11/04    |         | 114      | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                                                                | 2022/11/04    |         | 107      | %     |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter        | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|------------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2347351        | AT7  | Method Blank | Aluminum (Al)    | 2022/11/04    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)    | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)      | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)     | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)      | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)   | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)        | 2022/11/04    | <50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)     | 2022/11/04    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)    | 2022/11/04    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)      | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)         | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)        | 2022/11/04    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)     | 2022/11/04    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)   | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)     | 2022/11/04    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)  | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)      | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorus | 2022/11/04    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)        | 2022/11/04    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)   | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)    | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)    | 2022/11/04    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)      | 2022/11/04    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)     | 2022/11/04    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)        | 2022/11/04    | <7.0  |          | ug/L  |
| 2347412        | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)    | 2022/10/31    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)    | 2022/10/31    |       | 116      | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)      | 2022/10/31    |       | 106      | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)     | 2022/10/31    |       | 117      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)      | 2022/10/31    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)   | 2022/10/31    |       | 119      | %     |
|                |      |              | Boron (B)        | 2022/10/31    |       | 121 (1)  | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)     | 2022/10/31    |       | 108      | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)    | 2022/10/31    |       | 111      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)      | 2022/10/31    |       | 107      | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)         | 2022/10/31    |       | 116      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)        | 2022/10/31    |       | 110      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)     | 2022/10/31    |       | 115      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)   | 2022/10/31    |       | 113      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)     | 2022/10/31    |       | 121 (1)  | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)  | 2022/10/31    |       | 108      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)      | 2022/10/31    |       | 119      | %     |
|                |      |              | Total phosphorus | 2022/10/31    |       | 106      | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)        | 2022/10/31    |       | 111      | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)    | 2022/10/31    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)   | 2022/10/31    |       | 111      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)    | 2022/10/31    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)    | 2022/10/31    |       | 116      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)      | 2022/10/31    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)     | 2022/10/31    |       | 113      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)        | 2022/10/31    |       | 106      | %     |





Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2347412     | AT7  | Method Blank | Aluminum (Al)     | 2022/10/31    | <30     |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)     | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)       | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)      | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)       | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)    | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Boron (B)         | 2022/10/31    | <50     |          | ug/L  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)      | 2022/10/31    | <0.20   |          | ug/L  |
|             |      |              | Chromium (Cr)     | 2022/10/31    | <5.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Copper (Cu)       | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Tin (Sn)          | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Iron (Fe)         | 2022/10/31    | <60     |          | ug/L  |
|             |      |              | Lithium (Li)      | 2022/10/31    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Manganese (Mn)    | 2022/10/31    | 1.2     |          | ug/L  |
|             |      |              |                   |               | RDL=1.0 |          |       |
|             |      |              | Mercury (Hg)      | 2022/10/31    | <0.10   |          | ug/L  |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Nickel (Ni)       | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Total phosphorous | 2022/10/31    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Lead (Pb)         | 2022/10/31    | <0.50   |          | ug/L  |
|             |      |              | Selenium (Se)     | 2022/10/31    | <3.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Strontium (Sr)    | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Thallium (Tl)     | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/10/31    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Uranium (U)       | 2022/10/31    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Vanadium (V)      | 2022/10/31    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Zinc (Zn)         | 2022/10/31    | <7.0    |          | ug/L  |
| 2347659     | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2022/11/05    |         | 115      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)     | 2022/11/05    |         | 119      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)       | 2022/11/05    |         | 113      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)      | 2022/11/05    |         | 119      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)       | 2022/11/05    |         | 119      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)    | 2022/11/05    |         | 111      | %     |
|             |      |              | Boron (B)         | 2022/11/05    |         | 120      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)      | 2022/11/05    |         | 111      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)     | 2022/11/05    |         | 112      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)       | 2022/11/05    |         | 108      | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)          | 2022/11/05    |         | 117      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)         | 2022/11/05    |         | 117      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)      | 2022/11/05    |         | 111      | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)    | 2022/11/05    |         | 115      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2022/11/05    |         | 118      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)      | 2022/11/05    |         | 136 (1)  | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)       | 2022/11/05    |         | 120      | %     |
|             |      |              | Phosphorus        | 2022/11/05    |         | 119      | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)         | 2022/11/05    |         | 112      | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)     | 2022/11/05    |         | 110      | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)    | 2022/11/05    |         | 116      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)     | 2022/11/05    |         | 108      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)       | 2022/11/05    |         | 113      | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/11/05    |         | 112      | %     |





Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                    | Date Analyzed | Value  | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|------------------------------|---------------|--------|----------|-------|
| 2347659     | AT7  | Method Blank     | Vanadium (V)                 | 2022/11/05    |        | 112      | %     |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                    | 2022/11/05    |        | 106      | %     |
|             |      |                  | Aluminum (Al)                | 2022/11/05    | <10    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Antimony (Sb)                | 2022/11/05    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Silver (Ag)                  | 2022/11/05    | <0.10  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Arsenic (As)                 | 2022/11/05    | <0.30  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Barium (Ba)                  | 2022/11/05    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Beryllium (Be)               | 2022/11/05    | <0.40  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Boron (B)                    | 2022/11/05    | <20    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Cadmium (Cd)                 | 2022/11/05    | <0.20  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Chromium (Cr)                | 2022/11/05    | <0.50  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Copper (Cu)                  | 2022/11/05    | <0.50  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Tin (Sn)                     | 2022/11/05    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Iron (Fe)                    | 2022/11/05    | <60    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lithium (Li)                 | 2022/11/05    | <10    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Manganese (Mn)               | 2022/11/05    | <0.40  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Molybdenum (Mo)              | 2022/11/05    | <0.50  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Mercury (Hg)                 | 2022/11/05    | <0.10  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Nickel (Ni)                  | 2022/11/05    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Phosphorus                   | 2022/11/05    | <10    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lead (Pb)                    | 2022/11/05    | <0.10  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Selenium (Se)                | 2022/11/05    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Strontium (Sr)               | 2022/11/05    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Thallium (Tl)                | 2022/11/05    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Uranium (U)                  | 2022/11/05    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Titanium (Ti)                | 2022/11/05    | <10    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Vanadium (V)                 | 2022/11/05    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                    | 2022/11/05    | <5.0   |          | ug/L  |
| 2347674     | TOO  | Spiked Blank     | COD                          | 2022/10/29    |        | 96       | %     |
| 2347674     | TOO  | Spiked Blank DUP | COD                          | 2022/10/29    |        | 102      | %     |
| 2347674     | TOO  | Method Blank     | COD                          | 2022/10/29    | <5.0   |          | mg/L  |
| 2347735     | TOO  | QC Standard      | COD                          | 2022/10/29    |        | 103      | %     |
| 2347735     | TOO  | Spiked Blank     | COD                          | 2022/10/29    |        | 104      | %     |
| 2347735     | TOO  | Spiked Blank DUP | COD                          | 2022/10/29    |        | 102      | %     |
| 2347735     | TOO  | Method Blank     | COD                          | 2022/10/29    | <5.0   |          | mg/L  |
| 2347867     | SF5  | Spiked Blank     | Cyanate (CNO-)               | 2022/10/30    |        | 111      | %     |
| 2347867     | SF5  | Method Blank     | Cyanate (CNO-)               | 2022/10/30    | <0.050 |          | mg/L  |
| 2348080     | VKH  | Spiked Blank     | Total suspended solids (TSS) | 2022/11/01    |        | 96       | %     |
| 2348080     | VKH  | Method Blank     | Total suspended solids (TSS) | 2022/11/01    | <2.0   |          | mg/L  |
| 2348231     | VKH  | Spiked Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/01    |        | 97       | %     |
| 2348231     | VKH  | Method Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/01    | <10    |          | mg/L  |
| 2348274     | HGU  | Spiked Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/03    |        | 101      | %     |
| 2348274     | HGU  | Method Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/03    | <10    |          | mg/L  |
| 2348305     | ZLI  | Spiked Blank     | Fluoride (F)                 | 2022/10/31    |        | 98       | %     |
| 2348305     | ZLI  | Method Blank     | Fluoride (F)                 | 2022/10/31    | <0.10  |          | mg/L  |
| 2348310     | ZLI  | Spiked Blank     | Fluoride (F)                 | 2022/10/31    |        | 99       | %     |
| 2348310     | ZLI  | Method Blank     | Fluoride (F)                 | 2022/10/31    | <0.10  |          | mg/L  |
| 2348463     | SSF  | QC Standard      | BOD5                         | 2022/11/06    |        | 117      | %     |
| 2348463     | SSF  | Spiked Blank     | BOD5                         | 2022/11/06    |        | 108      | %     |
| 2348463     | SSF  | Spiked Blank DUP | BOD5                         | 2022/11/06    |        | 108      | %     |
| 2348463     | SSF  | Method Blank     | BOD5                         | 2022/11/06    | <2.0   |          | mg/L  |



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|--------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2348463     | SSF  | Method Blank DUP | BOD5                     | 2022/11/06    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2348498     | HPA  | Spiked Blank     | Dissolved organic carbon | 2022/11/01    |                   | 105      | %     |
| 2348498     | HPA  | Method Blank     | Dissolved organic carbon | 2022/11/01    | <0.20             |          | mg/L  |
| 2348890     | GXL  | Spiked Blank     | Thiocyanate              | 2022/11/02    |                   | 98       | %     |
| 2348890     | GXL  | Method Blank     | Thiocyanate              | 2022/11/02    | <0.17             |          | mg/L  |
| 2349500     | MPZ  | QC Standard      | BOD5                     | 2022/11/08    |                   | 123      | %     |
| 2349500     | MPZ  | Spiked Blank     | BOD5                     | 2022/11/08    |                   | 112      | %     |
| 2349500     | MPZ  | Spiked Blank DUP | BOD5                     | 2022/11/08    |                   | 115      | %     |
| 2349500     | MPZ  | Method Blank     | BOD5                     | 2022/11/08    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2349500     | MPZ  | Method Blank DUP | BOD5                     | 2022/11/08    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2349577     | MPZ  | QC Standard      | BOD5                     | 2022/11/08    |                   | 127      | %     |
| 2349577     | MPZ  | Spiked Blank     | BOD5                     | 2022/11/08    |                   | 115      | %     |
| 2349577     | MPZ  | Method Blank     | BOD5                     | 2022/11/08    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2349577     | MPZ  | Method Blank DUP | BOD5                     | 2022/11/08    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2351120     | GXL  | Spiked Blank     | Thiosulfate              | 2022/11/07    |                   | 98       | %     |
| 2351120     | GXL  | Method Blank     | Thiosulfate              | 2022/11/07    | <0.13             |          | mg/L  |
| 2351992     | HPA  | Spiked Blank     | Dissolved organic carbon | 2022/11/09    |                   | 116      | %     |
| 2351992     | HPA  | Method Blank     | Dissolved organic carbon | 2022/11/09    | 0.23,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |
| 2355749     | SFS  | Spiked Blank     | Bromide (Br-)            | 2022/11/20    |                   | 102      | %     |
|             |      |                  | Chloride (Cl)            | 2022/11/20    |                   | 100      | %     |
|             |      |                  | Sulfates (SO4)           | 2022/11/20    |                   | 101      | %     |
| 2355749     | SFS  | Method Blank     | Bromide (Br-)            | 2022/11/20    | <0.10             |          | mg/L  |
|             |      |                  | Chloride (Cl)            | 2022/11/20    | <0.050            |          | mg/L  |
|             |      |                  | Sulfates (SO4)           | 2022/11/20    | <0.50             |          | mg/L  |
| 2357562     | CBO  | Spiked Blank     | Selenium (Se)            | 2022/11/25    |                   | 98       | %     |
| 2357562     | CBO  | Method Blank     | Selenium (Se)            | 2022/11/25    | <3.0              |          | ug/L  |

RDL = Reportable Detection Limit

QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.

Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.

Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.

(1) Recovery or relative percent difference (RPD) for this parameter is outside control limits. The overall quality control for this analysis meets acceptability criteria



Bureau Veritas Job #: C259780  
Report Date: 2022/12/07

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:



*Christina Ruffini*

Christina Ruffini, B.Sc., Chemist, Superviseur – traitement d'échantillons

*Faouzi Sarsi*



Faouzi Sarsi, B.Sc. Chemist, Montréal, SR Analyst



*Mira El Masri*

Mira El Masri, M.Sc. Chemist, Montréal, Analyst II



*Shu Yang*

Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by (0), (1) responsible for (2) (3) laboratory operations.

### F.2. R1/P2

[illegible]



Your P.O. #: Q1-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N-A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 Meadowbank  
 Meadowbank  
 Keewatin, NU  
 CANADA POX 0A1

Report Date: 2022/12/21  
 Report #: R2814981  
 Version: 2 - Final

**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C263575**

Received: 2022/11/09, 09:00

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 3

| Analyses                                                       | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|----------------------------------------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Total Alkalinity (pH end point 4.5)                            | 3        | N/A               | 2022/11/09       | STL SOP-00038     | SM 23 2320-8 m       |
| Anions in water                                                | 3        | N/A               | 2022/11/24       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| Biochemical Oxygen Demand (5 days) (2)                         | 3        | 2022/11/16        | 2022/11/21       | STL SOP-00008     | MA315-DBO 1.1 R3 m   |
| Weak Acid Dissociable Cyanides                                 | 3        | 2022/11/10        | 2022/11/24       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Total Cyanide                                                  | 3        | 2022/11/10        | 2022/11/11       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 1        | 2022/11/15        | 2022/11/15       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 2        | 2022/11/16        | 2022/11/16       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Conductivity                                                   | 3        | N/A               | 2022/11/09       | STL SOP-00038     | SM 23 2510-8 m       |
| Cyanates                                                       | 3        | N/A               | 2022/11/16       | STL SOP-00010     | MA.315-CNO 1.1 R3 m  |
| Dissolved Organic Carbon (3)                                   | 3        | 2022/11/25        | 2022/11/25       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-8 m       |
| Fluoride                                                       | 3        | N/A               | 2022/11/09       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Total Suspended Solids                                         | 3        | 2022/11/12        | 2022/11/14       | STL SOP-00015     | MA.104-S.S. 2.0 m    |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered                        | 3        | N/A               | 2022/11/25       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals by ICP                                | 1        | 2022/11/10        | 2022/11/15       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals by ICP                                | 2        | 2022/11/11        | 2022/11/15       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Ammonia Nitrogen                                               | 3        | N/A               | 2022/11/19       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Nitrates(NO <sub>3</sub> -), Nitrites(NO <sub>2</sub> -)-water | 3        | N/A               | 2022/11/10       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| pH in water                                                    | 3        | N/A               | 2022/11/09       | STL SOP-00038     | MA.100-pH 1.1 R3 m   |
| Ortho Phosphate                                                | 3        | N/A               | 2022/11/09       | STL SOP-00003     | MA.303-P 1.1 R2 m    |
| Total Dissolved Solids                                         | 1        | 2022/11/10        | 2022/11/11       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Total Dissolved Solids                                         | 2        | 2022/11/13        | 2022/11/14       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Thiocyanates                                                   | 3        | N/A               | 2022/11/16       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Thiosalts + Thiosalt Species (1)                         | 3        | N/A               | N/A              |                   |                      |
| Thiosulfates                                                   | 3        | N/A               | 2022/11/17       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Organic Carbon (4)                                       | 3        | N/A               | 2022/11/21       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-8 m       |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as COME, MELCC, EPA, APHA.





Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N-A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 Meadowbank  
 Meadowbank  
 Keewatin, NU  
 CANADA POX 0A1

**Report Date: 2022/12/21**  
**Report #: R2814981**  
**Version: 2 - Final**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C263575**

**Received: 2022/11/09, 09:00**

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

Note: RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by SGS Canada Inc - Lakefield, 185 Concession St., Lakefield, ON, K0L2H0

(2) Please note that in the event a biochemical oxygen demand analysis cannot begin within the 48-hours holding time required (for a sample preserved at 4°C), sample will be frozen, unless otherwise specified by a regulation, to maintain its integrity.

(3) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC

(4) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.

**Encryption Key**

Joana Moran  
 Project Manager  
 21 Dec 2022 17:05:56

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Touriya Naji, Project Manager

Email: touriya.naji@bureauveritas.com

Phone# (514) 448-9001

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       |      |        | LE4026                   | LE4027              | LE4028              |      |          |
|----------------------------------|-------|------|--------|--------------------------|---------------------|---------------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       |      |        | 2022/11/07<br>11:00      | 2022/11/07<br>11:00 | 2022/11/07<br>18:00 |      |          |
| COC Number                       |       |      |        | N-A                      | N-A                 | N-A                 |      |          |
|                                  | Units | A    | B      | RAW WATER ST19<br>(JULY) | FEED MBBR           | TREATED WATER       | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS ICP-MS</b>             |       |      |        |                          |                     |                     |      |          |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | 100  | -      | <10                      | <10                 | 39                  | 10   | 2354380  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 6    | 1100   | 15                       | 8.7                 | 7.7                 | 1.0  | 2354380  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | 100  | 0.62   | <0.10                    | <0.10               | <0.10               | 0.10 | 2354380  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 0.3  | 340    | 76                       | 2.8                 | 3.5                 | 0.30 | 2354380  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 1000 | 600    | 66                       | 56                  | 36                  | 2.0  | 2354380  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | -    | -      | <0.40                    | <0.40               | <0.40               | 0.40 | 2354380  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 5000 | 28000  | 270                      | 270                 | 170                 | 20   | 2354380  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | 5    | 1.1    | 4.3                      | <0.20               | 1.0                 | 0.20 | 2354380  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 50   | -      | 0.55                     | <0.50               | 1.5                 | 0.50 | 2354380  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 1000 | 7.3    | 440                      | 1.3                 | 8.2                 | 0.50 | 2354380  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | -    | -      | <1.0                     | <1.0                | 1.3                 | 1.0  | 2354380  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | -    | -      | <60                      | <60                 | 680                 | 60   | 2354380  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10                 | <10                 | 10   | 2354380  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 50   | 2300   | 32                       | 42                  | 28                  | 0.40 | 2354380  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 40   | 29000  | 100                      | 91                  | 57                  | 0.50 | 2354380  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 1    | 0.0013 | <0.10 (1)                | <0.10 (1)           | <0.10 (1)           | 0.10 | 2354380  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 70   | 260    | 720                      | 100                 | 61                  | 1.0  | 2354380  |
| Phosphorus                       | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10                 | 640                 | 10   | 2354380  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 5    | 34     | <0.10                    | <0.10               | 0.77                | 0.10 | 2354380  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 10   | 62     | 170                      | 160                 | 31                  | 1.0  | 2354380  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | -    | -      | 1600                     | 1500                | 1100                | 2.0  | 2354380  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | <2.0                | <2.0                | 2.0  | 2354380  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 20   | 320    | 7.6                      | 5.8                 | 4.3                 | 1.0  | 2354380  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | -    | -      | <10                      | <10                 | <10                 | 10   | 2354380  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | <2.0                | <2.0                | 2.0  | 2354380  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5000 | 67     | <5.0                     | <5.0                | 120                 | 5.0  | 2354380  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |      |        |                          |                     |                     |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |      |        |                          |                     |                     |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |      |        |                          |                     |                     |      |          |
| (1) RDL exceeds criteria         |       |      |        |                          |                     |                     |      |          |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       |      |        | LE4026                   |          | LE4027              |          | LE4028              |      |          |
|----------------------------------|-------|------|--------|--------------------------|----------|---------------------|----------|---------------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       |      |        | 2022/11/07<br>11:00      |          | 2022/11/07<br>11:00 |          | 2022/11/07<br>18:00 |      |          |
| COC Number                       |       |      |        | N-A                      |          | N-A                 |          | N-A                 |      |          |
|                                  | Units | A    | B      | RAW WATER ST19<br>(JULY) | QC Batch | FEED MBBR           | QC Batch | TREATED WATER       | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS</b>                    |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |
| Aluminum (Al)                    | ug/L  | 100  | -      | <10                      | 2352563  | 21                  | 2352563  | 18                  | 10   | 2352152  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 6    | 1100   | 21                       | 2352563  | 16                  | 2352563  | 9.4                 | 1.0  | 2352152  |
| Silver (Ag)                      | ug/L  | 100  | 0.62   | <1.0 (1)                 | 2352563  | <1.0 (1)            | 2352563  | <1.0 (1)            | 1.0  | 2352152  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 0.3  | 340    | 94                       | 2352563  | 4.1                 | 2352563  | 5.4                 | 1.0  | 2352152  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 1000 | 600    | 78                       | 2352563  | 70                  | 2352563  | 45                  | 2.0  | 2352152  |
| Beryllium (Be)                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | 2352563  | <2.0                | 2352563  | <2.0                | 2.0  | 2352152  |
| Boron (B) †                      | ug/L  | 5000 | 28000  | 310                      | 2352563  | 310                 | 2352563  | 220                 | 50   | 2352152  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | 5    | 1.1    | 0.36                     | 2352563  | <0.20               | 2352563  | 0.69                | 0.20 | 2352152  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 50   | -      | <5.0                     | 2352563  | <5.0                | 2352563  | <5.0                | 5.0  | 2352152  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 1000 | 7.3    | 520                      | 2352563  | 11                  | 2352563  | 4.2                 | 1.0  | 2352152  |
| Tin (Sn)                         | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | 2352563  | <2.0                | 2352563  | 2.4                 | 2.0  | 2352152  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | -    | -      | <60                      | 2352563  | 110                 | 2357843  | 1000                | 60   | 2352152  |
| Lithium (Li) ††                  | ug/L  | -    | -      | <10                      | 2352563  | <10                 | 2352563  | <10                 | 10   | 2352152  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 50   | 2300   | 34                       | 2352563  | 59                  | 2352563  | 37                  | 1.0  | 2352152  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 1    | 0.0013 | 0.10                     | 2352563  | <0.10 (1)           | 2352563  | <0.10 (1)           | 0.10 | 2352152  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 40   | 29000  | 120                      | 2352563  | 110                 | 2352563  | 72                  | 1.0  | 2352152  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 70   | 260    | 810                      | 2352563  | 130                 | 2352563  | 70                  | 2.0  | 2352152  |
| Total phosphorous                | ug/L  | -    | 1000   | <10                      | 2352563  | <10                 | 2352563  | 1300                | 10   | 2352152  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 5    | 34     | <0.50                    | 2352563  | <0.50               | 2352563  | <0.50               | 0.50 | 2352152  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 10   | 62     | 190                      | 2352563  | 190                 | 2352563  | 87                  | 3.0  | 2352152  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | -    | -      | 1800                     | 2352563  | 1800                | 2352563  | 1300                | 2.0  | 2352152  |
| Thallium (Tl)                    | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | 2352563  | <2.0                | 2352563  | <2.0                | 2.0  | 2352152  |
| Titanium (Ti) ††                 | ug/L  | -    | -      | <10                      | 2352563  | <10                 | 2352563  | <10                 | 10   | 2352152  |
| Uranium (U) ††                   | ug/L  | 20   | 320    | 8.8                      | 2352563  | 7.2                 | 2352563  | 6.9                 | 1.0  | 2352152  |
| Vanadium (V)                     | ug/L  | -    | -      | <2.0                     | 2352563  | <2.0                | 2352563  | <2.0                | 2.0  | 2352152  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5000 | 67     | <7.0                     | 2352563  | <7.0                | 2352563  | 55                  | 7.0  | 2352152  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |
| † Parameter is not accredited    |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |
| †† Parameter is not accreditable |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |
| (1) RDL exceeds criteria         |       |      |        |                          |          |                     |          |                     |      |          |





Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

|                                                                                                                                 |       |      |       |                          |        |          |                     |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|--------------------------|--------|----------|---------------------|--------|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       |      |       | LE4026                   |        |          | LE4027              |        |          |
| Sampling Date                                                                                                                   |       |      |       | 2022/11/07<br>11:00      |        |          | 2022/11/07<br>11:00 |        |          |
| COC Number                                                                                                                      |       |      |       | N-A                      |        |          | N-A                 |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | A    | B     | RAW WATER ST19<br>(JULY) | RDL    | QC Batch | FEED MBBR           | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |      |       |                          |        |          |                     |        |          |
| BOD5                                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 47                       | 13     | 2354186  | 21                  | 4.0    | 2354186  |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | -    | -     | 310                      | 5.0    | 2354155  | 300                 | 5.0    | 2354155  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | -    | -     | 4.7                      | 0.0010 | 2352014  | 4.7                 | 0.0010 | 2352014  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 1.6                      | 0.050  | 2354099  | 1.5                 | 0.050  | 2354099  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 56                       | 1.0    | 2358067  | 55                  | 1.0    | 2358067  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | 1.5  | 4     | 0.16                     | 0.10   | 2351884  | <0.10               | 0.10   | 2351884  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 10   | -     | 13                       | 0.20   | 2352029  | 13                  | 0.20   | 2352029  |
| Nitrates (N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | -    | 300   | 12                       | 0.20   | 2352029  | 12                  | 0.20   | 2352029  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 1    | -     | 0.39                     | 0.20   | 2352029  | 0.36                | 0.20   | 2352029  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 0.05 | -     | 50                       | 0.10   | 2355682  | 51                  | 0.10   | 2355682  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | <0.050                   | 0.050  | 2352030  | <0.050              | 0.050  | 2352030  |
| pH                                                                                                                              | pH    | -    | -     | 7.86                     | N/A    | 2351876  | 8.03                | N/A    | 2351876  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 210                      | 17     | 2354148  | 200                 | 17     | 2354148  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <1.3                     | 1.3    | 2354279  | 1.7                 | 1.3    | 2354279  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | 0.022                    | 0.0030 | 2352406  | 0.021               | 0.0030 | 2352406  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 56                       | 1.0    | 2356249  | 55                  | 1.0    | 2356249  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.016                    | 0.015  | 2352405  | 0.015               | 0.015  | 2352405  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | -    | -     | 140                      | 1.0    | 2352016  | 98                  | 1.0    | 2352016  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 3.1                      | 0.10   | 2357357  | 3.0                 | 0.10   | 2357357  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 250  | 860   | 240                      | 0.050  | 2357357  | 240                 | 0.050  | 2357357  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 2400                     | 5.0    | 2357357  | 2000                | 5.0    | 2357357  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | -    | -     | 3700                     | 10     | 2352337  | 3700                | 10     | 2353274  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | -    | -     | 4.0                      | 2.0    | 2353068  | 11                  | 2.0    | 2353068  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable<br>N/A = Not Applicable |       |      |       |                          |        |          |                     |        |          |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       |      |       | LE4028              | LE4028                   |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|---------------------|--------------------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       |      |       | 2022/11/07<br>18:00 | 2022/11/07<br>18:00      |        |          |
| COC Number                                                                                                                      |       |      |       | N-A                 | N-A                      |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | A    | B     | TREATED WATER       | TREATED WATER<br>Lab-Dup | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |      |       |                     |                          |        |          |
| BOD5                                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 35                  | N/A                      | 13     | 2354185  |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | -    | -     | 220                 | N/A                      | 5.0    | 2353745  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | -    | -     | 3.7                 | N/A                      | 0.0010 | 2352014  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <0.050              | N/A                      | 0.050  | 2354099  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 75                  | N/A                      | 1.0    | 2358067  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | 1.5  | 4     | <0.10               | N/A                      | 0.10   | 2351884  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 10   | -     | <0.20               | N/A                      | 0.20   | 2352029  |
| Nitrates (N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | -    | 300   | 0.022               | N/A                      | 0.020  | 2352029  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 1    | -     | <0.20               | N/A                      | 0.20   | 2352029  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 0.05 | -     | 2.4                 | 2.3                      | 0.020  | 2355682  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | <0.050              | N/A                      | 0.050  | 2352030  |
| pH                                                                                                                              | pH    | -    | -     | 7.64                | N/A                      | N/A    | 2351876  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <0.17               | N/A                      | 0.17   | 2354033  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 0.25                | N/A                      | 0.13   | 2354279  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | 0.021               | N/A                      | 0.0030 | 2352406  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 70                  | N/A                      | 1.0    | 2356249  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.0097              | N/A                      | 0.0030 | 2352405  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | -    | -     | 330                 | N/A                      | 1.0    | 2352016  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 2.2                 | N/A                      | 1.0    | 2357357  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 250  | 860   | 160                 | N/A                      | 0.50   | 2357357  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 1600                | N/A                      | 5.0    | 2357357  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | -    | -     | 2900                | N/A                      | 10     | 2353274  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | -    | -     | 24                  | N/A                      | 2.0    | 2353068  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |      |       |                     |                          |        |          |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

pH in water: Holding time already past upon reception.: LE4026, LE4027, LE4028

A,B: Soil Criteria following appendix 2 of the "Guide d'intervention-Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés. MELCC, May 2021." entitled "Grille des critères génériques pour les sols". The soil criteria refer to the St. Lawrence Lowlands Geological Province.

Groundwater criteria A and B follow the appendix 7 entitled "Grille des critères de qualité des eaux souterraines" of the document mentioned above. The criterion A refers to "Drinking Water" and the criterion B refers to "Seepage into Surface Water".

These criteria references are shown for visual aid only, and should not be interpreted otherwise.

- = This parameter is not part of the regulation.

#### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.

Thiosulfate: Detection limit raised due to matrix interference. LE4026, LE4027

TOC< DOC: Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent.

Nitrate and Nitrite: Detection limit raised due to matrix interference.

Sample LE4027, Total Extractable Metals by ICP: Test repeated.

**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                       | Date Analyzed | Value                 | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------------------|---------------|-----------------------|----------|-------|
| 2351876     | ZLI  | Spiked Blank | pH                                              | 2022/11/09    |                       | 102      | %     |
| 2351884     | ZLI  | Spiked Blank | Fluoride (F)                                    | 2022/11/09    |                       | 98       | %     |
| 2351884     | ZLI  | Method Blank | Fluoride (F)                                    | 2022/11/09    | <0.10                 |          | mg/L  |
| 2352014     | ZLI  | Spiked Blank | Conductivity                                    | 2022/11/09    |                       | 102      | %     |
| 2352014     | ZLI  | Method Blank | Conductivity                                    | 2022/11/09    | 0.0012,<br>RDL=0.0010 |          | mS/cm |
| 2352016     | ZLI  | Spiked Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2022/11/09    |                       | 99       | %     |
| 2352016     | ZLI  | Method Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2022/11/09    | <1.0                  |          | mg/L  |
| 2352029     | CLO  | Spiked Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2022/11/10    |                       | 100      | %     |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                  | 2022/11/10    |                       | 101      | %     |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2022/11/10    |                       | 100      | %     |
| 2352029     | CLO  | Method Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2022/11/10    | <0.020                |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                  | 2022/11/10    | <0.020                |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2022/11/10    | <0.020                |          | mg/L  |
| 2352030     | CLO  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                              | 2022/11/09    |                       | 99       | %     |
| 2352030     | CLO  | Method Blank | Orthophosphate (P)                              | 2022/11/09    | <0.050                |          | mg/L  |
| 2352152     | MEM  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                   | 2022/11/14    |                       | 100      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                   | 2022/11/14    |                       | 123 (1)  | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                     | 2022/11/14    |                       | 116      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                    | 2022/11/14    |                       | 124 (1)  | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                     | 2022/11/14    |                       | 120      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                  | 2022/11/14    |                       | 107      | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                       | 2022/11/14    |                       | 111      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                    | 2022/11/14    |                       | 116      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                   | 2022/11/14    |                       | 117      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                     | 2022/11/14    |                       | 112      | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                        | 2022/11/14    |                       | 122 (1)  | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                       | 2022/11/14    |                       | 118      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                    | 2022/11/14    |                       | 96       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                  | 2022/11/14    |                       | 116      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                    | 2022/11/14    |                       | 136 (1)  | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                 | 2022/11/14    |                       | 120      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                                     | 2022/11/14    |                       | 114      | %     |
|             |      |              | Total phosphorous                               | 2022/11/14    |                       | 112      | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                                       | 2022/11/14    |                       | 115      | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)                                   | 2022/11/14    |                       | 117      | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                                  | 2022/11/14    |                       | 120      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                                   | 2022/11/14    |                       | 114      | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)                                   | 2022/11/14    |                       | 114      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                                     | 2022/11/14    |                       | 111      | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                                    | 2022/11/14    |                       | 117      | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                                       | 2022/11/14    |                       | 113      | %     |
| 2352152     | MEM  | Method Blank | Aluminum (Al)                                   | 2022/11/14    | <10                   |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                   | 2022/11/14    | <1.0                  |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)                                     | 2022/11/14    | <1.0                  |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)                                    | 2022/11/14    | <1.0                  |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)                                     | 2022/11/14    | <2.0                  |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                  | 2022/11/14    | <2.0                  |          | ug/L  |
|             |      |              | Boron (B)                                       | 2022/11/14    | <50                   |          | ug/L  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                    | 2022/11/14    | <0.20                 |          | ug/L  |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                   | 2022/11/14    | <5.0                  |          | ug/L  |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter                                        | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|--------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
|                |      |              | Copper (Cu)                                      | 2022/11/14    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)                                         | 2022/11/14    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)                                        | 2022/11/14    | <60     |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)                                     | 2022/11/14    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)                                   | 2022/11/14    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)                                     | 2022/11/14    | <0.10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)                                  | 2022/11/14    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)                                      | 2022/11/14    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous                                | 2022/11/14    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)                                        | 2022/11/14    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)                                    | 2022/11/14    | <3.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)                                   | 2022/11/14    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)                                    | 2022/11/14    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)                                    | 2022/11/14    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)                                      | 2022/11/14    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)                                     | 2022/11/14    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)                                        | 2022/11/14    | <7.0    |          | ug/L  |
| 2352337        | ZZH  | Spiked Blank | Total Dissolved Solids                           | 2022/11/11    |         | 91       | %     |
| 2352337        | ZZH  | Method Blank | Total Dissolved Solids                           | 2022/11/11    | <10     |          | mg/L  |
| 2352405        | DMI  | Spiked Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2022/11/11    |         | 99       | %     |
| 2352405        | DMI  | Method Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2022/11/11    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2352406        | DMI  | Spiked Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2022/11/11    |         | 99       | %     |
| 2352406        | DMI  | Method Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2022/11/11    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2352563        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                    | 2022/11/15    |         | 106      | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2022/11/15    |         | 121 (1)  | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)                                      | 2022/11/15    |         | 114      | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)                                     | 2022/11/15    |         | 116      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)                                      | 2022/11/15    |         | 115      | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)                                   | 2022/11/15    |         | 110      | %     |
|                |      |              | Boron (B)                                        | 2022/11/15    |         | 113      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)                                     | 2022/11/15    |         | 109      | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)                                    | 2022/11/15    |         | 115      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)                                      | 2022/11/15    |         | 107      | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)                                         | 2022/11/15    |         | 121 (1)  | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)                                        | 2022/11/15    |         | 114      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)                                     | 2022/11/15    |         | 112      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)                                   | 2022/11/15    |         | 112      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)                                     | 2022/11/15    |         | 129 (1)  | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)                                  | 2022/11/15    |         | 114      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)                                      | 2022/11/15    |         | 111      | %     |
|                |      |              | Total phosphorous                                | 2022/11/15    |         | 106      | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)                                        | 2022/11/15    |         | 112      | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)                                    | 2022/11/15    |         | 117      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)                                   | 2022/11/15    |         | 118      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)                                    | 2022/11/15    |         | 113      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)                                    | 2022/11/15    |         | 114      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)                                      | 2022/11/15    |         | 111      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)                                     | 2022/11/15    |         | 113      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)                                        | 2022/11/15    |         | 104      | %     |
| 2352563        | ZEO  | Method Blank | Aluminum (Al)                                    | 2022/11/15    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2022/11/15    | <1.0    |          | ug/L  |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                    | Date Analyzed | Value           | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|------------------------------|---------------|-----------------|----------|-------|
|             |      |                  | Silver (Ag)                  | 2022/11/15    | <1.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Arsenic (As)                 | 2022/11/15    | <1.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Barium (Ba)                  | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Beryllium (Be)               | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Boron (B)                    | 2022/11/15    | <50             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Cadmium (Cd)                 | 2022/11/15    | <0.20           |          | ug/L  |
|             |      |                  | Chromium (Cr)                | 2022/11/15    | <5.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Copper (Cu)                  | 2022/11/15    | <1.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Tin (Sn)                     | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Iron (Fe)                    | 2022/11/15    | 150,<br>RDL=60  |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lithium (Li)                 | 2022/11/15    | <10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Manganese (Mn)               | 2022/11/15    | 1.0,<br>RDL=1.0 |          | ug/L  |
|             |      |                  | Mercury (Hg)                 | 2022/11/15    | <0.10           |          | ug/L  |
|             |      |                  | Molybdenum (Mo)              | 2022/11/15    | <1.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Nickel (Ni)                  | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Total phosphorus             | 2022/11/15    | <10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lead (Pb)                    | 2022/11/15    | <0.50           |          | ug/L  |
|             |      |                  | Selenium (Se)                | 2022/11/15    | <3.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Strontium (Sr)               | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Thallium (Tl)                | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Titanium (Ti)                | 2022/11/15    | <10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Uranium (U)                  | 2022/11/15    | <1.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Vanadium (V)                 | 2022/11/15    | <2.0            |          | ug/L  |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                    | 2022/11/15    | 35,<br>RDL=7.0  |          | ug/L  |
| 2353068     | VKH  | Spiked Blank     | Total suspended solids (TSS) | 2022/11/14    |                 | 92       | %     |
| 2353068     | VKH  | Method Blank     | Total suspended solids (TSS) | 2022/11/14    | <2.0            |          | mg/L  |
| 2353274     | KME  | Spiked Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/14    |                 | 100      | %     |
| 2353274     | KME  | Method Blank     | Total Dissolved Solids       | 2022/11/14    | <10             |          | mg/L  |
| 2353745     | DY3  | QC Standard      | COD                          | 2022/11/15    |                 | 97       | %     |
| 2353745     | DY3  | Spiked Blank     | COD                          | 2022/11/15    |                 | 98       | %     |
| 2353745     | DY3  | Spiked Blank DUP | COD                          | 2022/11/15    |                 | 106      | %     |
| 2353745     | DY3  | Method Blank     | COD                          | 2022/11/15    | <5.0            |          | mg/L  |
| 2354033     | GXL  | Spiked Blank     | Thiocyanate                  | 2022/11/15    |                 | 92       | %     |
| 2354033     | GXL  | Method Blank     | Thiocyanate                  | 2022/11/15    | <0.17           |          | mg/L  |
| 2354099     | CLO  | Spiked Blank     | Cyanate (CNO-)               | 2022/11/16    |                 | 108      | %     |
| 2354099     | CLO  | Method Blank     | Cyanate (CNO-)               | 2022/11/16    | <0.050          |          | mg/L  |
| 2354148     | GXL  | Spiked Blank     | Thiocyanate                  | 2022/11/16    |                 | 93       | %     |
| 2354148     | GXL  | Method Blank     | Thiocyanate                  | 2022/11/16    | <0.17           |          | mg/L  |
| 2354155     | DY3  | QC Standard      | COD                          | 2022/11/16    |                 | 104      | %     |
| 2354155     | DY3  | Spiked Blank     | COD                          | 2022/11/16    |                 | 105      | %     |
| 2354155     | DY3  | Spiked Blank DUP | COD                          | 2022/11/16    |                 | 102      | %     |
| 2354155     | DY3  | Method Blank     | COD                          | 2022/11/16    | <5.0            |          | mg/L  |
| 2354186     | SSF  | Spiked Blank     | BOD5                         | 2022/11/21    |                 | 110      | %     |
| 2354186     | SSF  | Spiked Blank DUP | BOD5                         | 2022/11/21    |                 | 108      | %     |
| 2354186     | SSF  | Method Blank     | BOD5                         | 2022/11/21    | <2.0            |          | mg/L  |
| 2354186     | SSF  | Method Blank DUP | BOD5                         | 2022/11/21    | <2.0            |          | mg/L  |
| 2354279     | GXL  | Spiked Blank     | Thiosulfate                  | 2022/11/17    |                 | 91       | %     |
| 2354279     | GXL  | Method Blank     | Thiosulfate                  | 2022/11/17    | <0.13           |          | mg/L  |



Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter       | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2354380        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)   | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2022/11/25    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2022/11/25    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2022/11/25    |       | 92       | %     |
|                |      |              | Boron (B)       | 2022/11/25    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2022/11/25    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2022/11/25    |       | 88       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2022/11/25    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2022/11/25    |       | 90       | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2022/11/25    |       | 90       | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2022/11/25    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2022/11/25    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2022/11/25    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2022/11/25    |       | 90       | %     |
|                |      |              | Phosphorus      | 2022/11/25    |       | 88       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2022/11/25    |       | 89       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2022/11/25    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2022/11/25    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2022/11/25    |       | 88       | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2022/11/25    |       | 92       | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2022/11/25    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2022/11/25    |       | 90       | %     |
| 2354380        | ZEO  | Method Blank | Aluminum (Al)   | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2022/11/25    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2022/11/25    | <0.30 |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2022/11/25    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2022/11/25    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)       | 2022/11/25    | <20   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2022/11/25    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2022/11/25    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2022/11/25    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2022/11/25    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2022/11/25    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2022/11/25    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2022/11/25    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2022/11/25    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Phosphorus      | 2022/11/25    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2022/11/25    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2022/11/25    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2022/11/25    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2022/11/25    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2022/11/25    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2022/11/25    | <2.0  |          | ug/L  |





Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                           | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2355682     | ESW  | Spiked Blank | Zinc (Zn)                           | 2022/11/25    | <5.0              |          | ug/L  |
| 2355682     | ESW  | Method Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2022/11/19    |                   | 104      | %     |
| 2356249     | HPA  | Spiked Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2022/11/19    | <0.020            |          | mg/l  |
| 2356249     | HPA  | Method Blank | Total Organic Carbon                | 2022/11/21    |                   | 103      | %     |
| 2356249     | HPA  | Method Blank | Total Organic Carbon                | 2022/11/21    | <0.20             |          | mg/L  |
| 2357357     | GXL  | Spiked Blank | Bromide (Br-)                       | 2022/11/24    |                   | 100      | %     |
|             |      |              | Chloride (Cl)                       | 2022/11/24    |                   | 99       | %     |
|             |      |              | Sulfates (SO4)                      | 2022/11/24    |                   | 110      | %     |
| 2357357     | GXL  | Method Blank | Bromide (Br-)                       | 2022/11/24    | <0.10             |          | mg/L  |
|             |      |              | Chloride (Cl)                       | 2022/11/24    | <0.050            |          | mg/L  |
|             |      |              | Sulfates (SO4)                      | 2022/11/24    | <0.50             |          | mg/L  |
| 2357843     | MEM  | Spiked Blank | Iron (Fe)                           | 2022/11/26    |                   | 105      | %     |
| 2357843     | MEM  | Method Blank | Iron (Fe)                           | 2022/11/26    | <60               |          | ug/L  |
| 2358067     | HPA  | Spiked Blank | Dissolved organic carbon            | 2022/11/25    |                   | 102      | %     |
| 2358067     | HPA  | Method Blank | Dissolved organic carbon            | 2022/11/25    | 0.26,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |

RDL = Reportable Detection Limit

QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.

Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.

Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.

(1) Recovery or relative percent difference (RPD) for this parameter is outside control limits. The overall quality control for this analysis meets acceptability criteria





Bureau Veritas Job #: C263575  
Report Date: 2022/12/21

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:



Christina Ruffini, B.Sc., Chemist, Superviseur – traitement d'échantillons

*Faouzi Sarsi*



Faouzi Sarsi, B.Sc. Chemist, Montréal, SR Analyst

*Lorena Di Benedetto*



Lorena Di Benedetto, B.Sc., Chemist, Customer Service Specialist



Michelina Cinquino, Analyst II



Mira El Masri, M.Sc. Chemist, Montréal, Analyst II



Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by (0), (1) responsible for (2) (3) laboratory operations.





Your P.O. #: OL-1183515  
 Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N-A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada J0Y 1C0

Report Date: 2023/01/18  
 Report #: R2820116  
 Version: 1 - Final

**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C272617**

Received: 2022/12/28, 10:00

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 4

| Analyses                                                       | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|----------------------------------------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Total Alkalinity (pH end point 4.5)                            | 3        | N/A               | 2022/12/28       | STL SOP-00038     | SM 23 2320-B m       |
| Anions in water                                                | 3        | N/A               | 2022/12/29       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| Biochemical Oxygen Demand (5 days) (2)                         | 4        | 2022/12/29        | 2023/01/03       | STL SOP-00008     | MA315-DBO 1.1 R3 m   |
| Weak Acid Dissociable Cyanides                                 | 3        | 2022/12/28        | 2022/12/29       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Total Cyanide                                                  | 3        | 2022/12/28        | 2022/12/28       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 2        | 2023/01/11        | 2023/01/11       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 1        | 2023/01/12        | 2023/01/12       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Conductivity                                                   | 3        | N/A               | 2022/12/28       | STL SOP-00038     | SM 23 2510-B m       |
| Cyanates                                                       | 3        | N/A               | 2022/12/30       | STL SOP-00010     | MA.315-CNO 1.1 R3 m  |
| Dissolved Organic Carbon (3)                                   | 3        | 2022/12/29        | 2022/12/29       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Fluoride                                                       | 3        | N/A               | 2023/01/06       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Total Suspended Solids                                         | 3        | 2022/12/28        | 2022/12/29       | STL SOP-00015     | MA.104-S.S. 2.0 m    |
| Dissolved Metals (Low DL)- lab filtered                        | 1        | N/A               | 2023/01/13       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered                        | 2        | N/A               | 2023/01/03       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals by ICP                                | 3        | 2022/12/29        | 2022/12/31       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Ammonia Nitrogen                                               | 3        | N/A               | 2023/01/05       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Nitrates(NO <sub>3</sub> -), Nitrites(NO <sub>2</sub> -)-water | 3        | N/A               | 2022/12/29       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| pH in water                                                    | 3        | N/A               | 2022/12/28       | STL SOP-00038     | MA.100-pH 1.1 R3 m   |
| Ortho Phosphate                                                | 3        | N/A               | 2022/12/28       | STL SOP-00003     | MA.303-P 1.1 R2 m    |
| Total Dissolved Solids                                         | 3        | 2022/12/28        | 2022/12/29       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Thiocyanates                                                   | 3        | N/A               | 2023/01/03       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Thiosalts + Thiosalt Species (1)                         | 3        | N/A               | N/A              |                   |                      |
| Thiosulfates                                                   | 3        | N/A               | 2023/01/04       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Organic Carbon (4)                                       | 1        | N/A               | 2023/01/03       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Total Organic Carbon (4)                                       | 2        | N/A               | 2023/01/04       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as COME, MELCC, EPA, APHA.



Your P.O. #: OL-1183515  
 Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N-A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada J0Y 1C0

**Report Date: 2023/01/18**  
 Report #: R2820116  
 Version: 1 - Final

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C272617**

**Received: 2022/12/28, 10:00**

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

Note: RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by SGS Canada Inc - Lakefield, 185 Concession St., Lakefield, ON, K0L2H0

(2) Please note that in the event a biochemical oxygen demand analysis cannot begin within the 48-hours holding time required (for a sample preserved at 4°C), sample will be frozen, unless otherwise specified by a regulation, to maintain its integrity.

(3) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC.

(4) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC.

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.

**Encryption Key**

Josue Moran  
 Project Manager  
 18 Jan 2023 10:07:46

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Josue Moran, Project Manager

Email: josue.moran@bureauveritas.com

Phone# (514) 448-9001

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       |      |        | LJ0949                     | LJ0956     |          | LJ0957        |      |          |
|----------------------------------|-------|------|--------|----------------------------|------------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       |      |        | 2022/12/21                 | 2022/12/21 |          | 2022/12/21    |      |          |
| COC Number                       |       |      |        | N-A                        | N-A        |          | N-A           |      |          |
|                                  | Units | A    | B      | RAW WATER ST19<br>(AUGUST) | FEED MBBR  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS ICP-MS</b>             |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | 100  | -      | 13                         | <10        | 2367513  | <10           | 10   | 2367581  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 6    | 1100   | 14                         | 14         | 2367513  | 11            | 1.0  | 2367581  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | 100  | 0.62   | <0.10                      | <0.10      | 2367513  | <0.10         | 0.10 | 2367581  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 0.3  | 340    | 84                         | 3.5        | 2367513  | 2.7           | 0.30 | 2367581  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 1000 | 600    | 74                         | 62         | 2367513  | 38            | 2.0  | 2367581  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | -    | -      | <0.40                      | <0.40      | 2367513  | <0.40         | 0.40 | 2367581  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 5000 | 28000  | 320                        | 310        | 2367513  | 240           | 20   | 2367581  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | 5    | 1.1    | 6.7                        | 1.6        | 2367513  | 1.0           | 0.20 | 2367581  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 50   | -      | <0.50                      | <0.50      | 2367513  | 1.3           | 0.50 | 2367581  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 1000 | 7.3    | 44                         | <0.50      | 2367513  | 4.7           | 0.50 | 2367581  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | -    | -      | <1.0                       | <1.0       | 2367513  | 3.3           | 1.0  | 2367581  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | -    | -      | <60                        | <60        | 2367513  | 68            | 60   | 2367581  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | -    | -      | <10                        | <10        | 2367513  | <10           | 10   | 2367581  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 50   | 2300   | 18                         | 28         | 2367513  | 6.2           | 0.40 | 2367581  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 40   | 29000  | 120                        | 110        | 2367513  | 82            | 0.50 | 2367581  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 1    | 0.0013 | 0.17                       | <0.10 (1)  | 2367513  | <0.10 (1)     | 0.10 | 2367581  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 70   | 260    | 350                        | 12         | 2367513  | 21            | 1.0  | 2367581  |
| Phosphorus                       | ug/L  | -    | -      | 40                         | <10        | 2367513  | 1300          | 10   | 2367581  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 5    | 34     | <0.10                      | <0.10      | 2367513  | <0.10         | 0.10 | 2367581  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 10   | 62     | 200                        | 190        | 2367513  | 60            | 1.0  | 2367581  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | -    | -      | 2000                       | 1900       | 2367513  | 1500          | 2.0  | 2367581  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367513  | <2.0          | 2.0  | 2367581  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 20   | 320    | 11                         | 7.9        | 2367513  | 6.4           | 1.0  | 2367581  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | -    | -      | <10                        | <10        | 2367513  | <10           | 10   | 2367581  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367513  | <2.0          | 2.0  | 2367581  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5000 | 67     | <5.0                       | <5.0       | 2367513  | 15            | 5.0  | 2367581  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| (1) RDL exceeds criteria         |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |





Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       |      |        | LJ0949                     | LJ0956     |          | LJ0957        |      |          |
|----------------------------------|-------|------|--------|----------------------------|------------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       |      |        | 2022/12/21                 | 2022/12/21 |          | 2022/12/21    |      |          |
| COC Number                       |       |      |        | N-A                        | N-A        |          | N-A           |      |          |
|                                  | Units | A    | B      | RAW WATER ST19<br>(AUGUST) | FEED MBBR  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS</b>                    |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| Aluminum (Al)                    | ug/L  | 100  | -      | 21                         | <10        | 2367557  | 29            | 10   | 2367555  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 6    | 1100   | 19                         | 14         | 2367557  | 11            | 1.0  | 2367555  |
| Silver (Ag)                      | ug/L  | 100  | 0.62   | <1.0 (1)                   | <1.0 (1)   | 2367557  | <1.0 (1)      | 1.0  | 2367555  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 0.3  | 340    | 90                         | 3.4        | 2367557  | 2.8           | 1.0  | 2367555  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 1000 | 600    | 71                         | 57         | 2367557  | 38            | 2.0  | 2367555  |
| Beryllium (Be)                   | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367557  | <2.0          | 2.0  | 2367555  |
| Boron (B) †                      | ug/L  | 5000 | 28000  | 300                        | 290        | 2367557  | 330           | 50   | 2367555  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | 5    | 1.1    | 5.6                        | 2.9        | 2367557  | 0.67          | 0.20 | 2367555  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 50   | -      | <5.0                       | <5.0       | 2367557  | <5.0          | 5.0  | 2367555  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 1000 | 7.3    | 45                         | 2.3        | 2367557  | 3.4           | 1.0  | 2367555  |
| Tin (Sn)                         | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367557  | 3.1           | 2.0  | 2367555  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | -    | -      | <60                        | <60        | 2367557  | 91            | 60   | 2367555  |
| Lithium (Li) ††                  | ug/L  | -    | -      | <10                        | <10        | 2367557  | <10           | 10   | 2367555  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 50   | 2300   | 17                         | 28         | 2367557  | 7.6           | 1.0  | 2367555  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 1    | 0.0013 | <0.10 (1)                  | <0.10 (1)  | 2367557  | <0.10 (1)     | 0.10 | 2367555  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 40   | 29000  | 120                        | 98         | 2367557  | 83            | 1.0  | 2367555  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 70   | 260    | 340                        | 17         | 2367557  | 21            | 2.0  | 2367555  |
| Total phosphorous                | ug/L  | -    | 1000   | 11                         | <10        | 2367557  | 1200          | 10   | 2367555  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 5    | 34     | <0.50                      | <0.50      | 2367557  | <0.50         | 0.50 | 2367555  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 10   | 62     | 190                        | 170        | 2367557  | 62            | 3.0  | 2367555  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | -    | -      | 2000                       | 1800       | 2367557  | 1500          | 2.0  | 2367555  |
| Thallium (Tl)                    | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367557  | <2.0          | 2.0  | 2367555  |
| Titanium (Ti) ††                 | ug/L  | -    | -      | <10                        | <10        | 2367557  | <10           | 10   | 2367555  |
| Uranium (U) ††                   | ug/L  | 20   | 320    | 12                         | 9.0        | 2367557  | 8.5           | 1.0  | 2367555  |
| Vanadium (V)                     | ug/L  | -    | -      | <2.0                       | <2.0       | 2367557  | <2.0          | 2.0  | 2367555  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5000 | 67     | <7.0                       | <7.0       | 2367557  | 13            | 7.0  | 2367555  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| † Parameter is not accredited    |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| †† Parameter is not accreditable |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |
| (1) RDL exceeds criteria         |       |      |        |                            |            |          |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                        |       |      |       | LJ0949                     |        | LJ0956     |        |          |
|--------------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|----------------------------|--------|------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                            |       |      |       | 2022/12/21                 |        | 2022/12/21 |        |          |
| COC Number                                                               |       |      |       | N-A                        |        | N-A        |        |          |
|                                                                          | Units | A    | B     | RAW WATER ST19<br>(AUGUST) | RDL    | FEED MBBR  | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                     |       |      |       |                            |        |            |        |          |
| BOD5                                                                     | mg/L  | -    | -     | <5.3                       | 5.3    | 6.9        | 5.3    | 2367526  |
| COD                                                                      | mg/L  | -    | -     | 340                        | 5.0    | 300        | 5.0    | 2369786  |
| Conductivity                                                             | mS/cm | -    | -     | 4.6                        | 0.0010 | 4.6        | 0.0010 | 2367437  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                              | mg/L  | -    | -     | 37                         | 0.50   | 12         | 0.050  | 2367824  |
| Dissolved organic carbon †                                               | mg/L  | -    | -     | 61                         | 1.0    | 67         | 1.0    | 2367625  |
| Fluoride (F)                                                             | mg/L  | 1.5  | 4     | 0.13                       | 0.10   | <0.10      | 0.10   | 2369016  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                               | mg/L  | 10   | -     | 15                         | 0.20   | 11         | 0.20   | 2367478  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                               | mg/L  | 1    | -     | 0.36                       | 0.20   | 2.7        | 0.20   | 2367478  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> ) | mg/L  | 0.05 | -     | 54                         | 0.10   | 57         | 0.10   | 2368837  |
| Orthophosphate (P)                                                       | mg/L  | -    | -     | <0.050                     | 0.050  | <0.050     | 0.050  | 2367459  |
| pH                                                                       | pH    | -    | -     | 7.84                       | N/A    | 7.83       | N/A    | 2367436  |
| Thiocyanate                                                              | mg/L  | -    | -     | 250                        | 17     | 240        | 17     | 2367945  |
| Thiosulfate                                                              | mg/L  | -    | -     | <1.3                       | 1.3    | <1.3       | 1.3    | 2367981  |
| Total Cyanide (CN)                                                       | mg/L  | -    | -     | 0.034                      | 0.0030 | 0.030      | 0.0030 | 2367439  |
| Total Organic Carbon                                                     | mg/L  | -    | -     | 65                         | 1.0    | 60         | 1.0    | 2368042  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                         | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.031                      | 0.0030 | 0.035      | 0.0030 | 2367441  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                        | mg/L  | -    | -     | 140                        | 1.0    | 120        | 1.0    | 2367438  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                               | mg/L  | -    | -     | 3.0                        | 1.0    | 3.0        | 1.0    | 2367492  |
| Chloride (Cl)                                                            | mg/L  | 250  | 860   | 240                        | 0.50   | 240        | 0.50   | 2367492  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                              | mg/L  | -    | -     | 2200                       | 5.0    | 2200       | 5.0    | 2367492  |
| Total Dissolved Solids                                                   | mg/L  | -    | -     | 4000                       | 10     | 4000       | 10     | 2367418  |
| Total suspended solids (TSS)                                             | mg/L  | -    | -     | <2.0                       | 2.0    | 15         | 2.0    | 2367416  |
| RDL = Reportable Detection Limit                                         |       |      |       |                            |        |            |        |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                                         |       |      |       |                            |        |            |        |          |
| † Parameter is not accreditable                                          |       |      |       |                            |        |            |        |          |
| N/A = Not Applicable                                                     |       |      |       |                            |        |            |        |          |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       |      |       | LJ0957        |        | LJ0962                   |     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|---------------|--------|--------------------------|-----|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       |      |       | 2022/12/21    |        | 2022/12/21               |     |          |
| COC Number                                                                                                                      |       |      |       | N-A           |        | N-A                      |     |          |
|                                                                                                                                 | Units | A    | B     | TREATED WATER | RDL    | DENITRIFICATION EFFLUENT | RDL | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |      |       |               |        |                          |     |          |
| BOD5                                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 10            | 5.3    | 170                      | 40  | 2367526  |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | -    | -     | 75            | 5.0    | N/A                      | N/A | 2370063  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | -    | -     | 4.5           | 0.0010 | N/A                      | N/A | 2367437  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <0.050        | 0.050  | N/A                      | N/A | 2367824  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 11            | 0.20   | N/A                      | N/A | 2367625  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | 1.5  | 4     | <0.10         | 0.10   | N/A                      | N/A | 2369016  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 10   | -     | 0.91          | 0.20   | N/A                      | N/A | 2367478  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 1    | -     | 0.91          | 0.20   | N/A                      | N/A | 2367478  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 0.05 | -     | 7.3           | 0.020  | N/A                      | N/A | 2368837  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | 0.75          | 0.25   | N/A                      | N/A | 2367459  |
| pH                                                                                                                              | pH    | -    | -     | 7.71          | N/A    | N/A                      | N/A | 2367436  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <0.17         | 0.17   | N/A                      | N/A | 2367945  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | <0.13         | 0.13   | N/A                      | N/A | 2367981  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | -    | -     | 0.020         | 0.0030 | N/A                      | N/A | 2367439  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | -    | -     | 20            | 0.20   | N/A                      | N/A | 2368042  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.2  | 0.022 | 0.013         | 0.0030 | N/A                      | N/A | 2367441  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | -    | -     | 420           | 1.0    | N/A                      | N/A | 2367438  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | -    | -     | 2.4           | 1.0    | N/A                      | N/A | 2367492  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 250  | 860   | 190           | 0.50   | N/A                      | N/A | 2367492  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | -    | -     | 2100          | 5.0    | N/A                      | N/A | 2367492  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | -    | -     | 3900          | 10     | N/A                      | N/A | 2367418  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | -    | -     | 17            | 2.0    | N/A                      | N/A | 2367416  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |      |       |               |        |                          |     |          |





Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

## GENERAL COMMENTS

Biochemical Oxygen Demand (5 days): Holding time already past upon reception.: LJ0949  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LJ0949  
Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LJ0949  
Ortho Phosphate: Holding time already past upon reception.: LJ0949  
Biochemical Oxygen Demand (5 days): Holding time already past upon reception.: LJ0956  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LJ0956  
Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LJ0956  
Ortho Phosphate: Holding time already past upon reception.: LJ0956  
Biochemical Oxygen Demand (5 days): Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Dissolved Organic Carbon: Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Thiocyanates: Insufficient preservative, pH adjusted upon receipt at the laboratory.: LJ0957  
Total Extractable Metals by ICP: Insufficient preservative, pH adjusted upon receipt at the laboratory.: LJ0957  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Dissolved Metals (Low DL- lab filtered): Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Ortho Phosphate: Holding time already past upon reception.: LJ0957  
Biochemical Oxygen Demand (5 days): Holding time already past upon reception.: LJ0962  
A,B: Soil Criteria following appendix 2 of the " Guide d'intervention-Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés. MELCC, May 2021." entitled " Grille des critères génériques pour les sols". The soil criteria refer to the St. Lawrence Lowlands Geological Province.  
  
Groundwater criteria A and B follow the appendix 7 entitled "Grille des critères de qualité des eaux souterraines" of the document mentioned above. The criterion A refers to " Drinking Water " and the criterion B refers to "Seepage into Surface Water".  
  
These criteria references are shown for visual aid only, and should not be interpreted otherwise.  
- = This parameter is not part of the regulation.  
  
**DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)**  
Sample LJ0957 was filtered in the laboratory prior to analyzing for metals.  
  
**CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)**  
Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.  
  
Thiocyanate: Insufficient preservative, pH adjusted upon receipt at the laboratory. LJ0957  
  
Thiosulfate: Detection limit: raised due to matrix interference. LJ0949, LJ0956  
  
TOC < DOC, Total Cyanide < Dissociable Cyanide: Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent. LJ0956  
  
**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                                        | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|--------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2367416     | HGU  | Spiked Blank     | Total suspended solids (TSS)                     | 2022/12/29    |         | 93       | %     |
| 2367416     | HGU  | Method Blank     | Total suspended solids (TSS)                     | 2022/12/29    | <2.0    |          | mg/L  |
| 2367418     | HGU  | Spiked Blank     | Total Dissolved Solids                           | 2022/12/29    |         | 94       | %     |
| 2367418     | HGU  | Method Blank     | Total Dissolved Solids                           | 2022/12/29    | <10     |          | mg/L  |
| 2367436     | SFS  | Spiked Blank     | pH                                               | 2022/12/28    |         | 100      | %     |
| 2367437     | SFS  | Spiked Blank     | Conductivity                                     | 2022/12/28    |         | 95       | %     |
| 2367437     | SFS  | Method Blank     | Conductivity                                     | 2022/12/28    | <0.0010 |          | mS/cm |
| 2367438     | SFS  | Spiked Blank     | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5  | 2022/12/28    |         | 101      | %     |
| 2367438     | SFS  | Method Blank     | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5  | 2022/12/28    | <1.0    |          | mg/L  |
| 2367439     | DMI  | Spiked Blank     | Total Cyanide (CN)                               | 2022/12/28    |         | 101      | %     |
| 2367439     | DMI  | Method Blank     | Total Cyanide (CN)                               | 2022/12/28    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2367441     | DMI  | Spiked Blank     | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2022/12/29    |         | 110      | %     |
| 2367441     | DMI  | Method Blank     | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2022/12/29    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2367459     | SFS  | QC Standard      | Orthophosphate (P)                               | 2022/12/28    |         | 99       | %     |
| 2367459     | SFS  | Spiked Blank     | Orthophosphate (P)                               | 2022/12/28    |         | 95       | %     |
| 2367459     | SFS  | Method Blank     | Orthophosphate (P)                               | 2022/12/28    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2367478     | SFS  | Spiked Blank     | Nitrate (N) and Nitrite(N)                       | 2022/12/29    |         | 103      | %     |
|             |      |                  | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                   | 2022/12/29    |         | 102      | %     |
| 2367478     | SFS  | Method Blank     | Nitrate (N) and Nitrite(N)                       | 2022/12/29    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |                  | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                   | 2022/12/29    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2367492     | SFS  | Spiked Blank     | Bromide (Br <sup>-</sup> )                       | 2022/12/29    |         | 103      | %     |
|             |      |                  | Chloride (Cl)                                    | 2022/12/29    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                      | 2022/12/29    |         | 102      | %     |
| 2367492     | SFS  | Method Blank     | Bromide (Br <sup>-</sup> )                       | 2022/12/29    | <0.10   |          | mg/L  |
|             |      |                  | Chloride (Cl)                                    | 2022/12/29    | <0.050  |          | mg/L  |
|             |      |                  | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                      | 2022/12/29    | <0.50   |          | mg/L  |
| 2367526     | SSF  | QC Standard      | BOD <sub>5</sub>                                 | 2023/01/03    |         | 112      | %     |
| 2367526     | SSF  | Spiked Blank     | BOD <sub>5</sub>                                 | 2023/01/03    |         | 99       | %     |
| 2367526     | SSF  | Spiked Blank DUP | BOD <sub>5</sub>                                 | 2023/01/03    |         | 96       | %     |
| 2367526     | SSF  | Method Blank     | BOD <sub>5</sub>                                 | 2023/01/03    | <2.0    |          | mg/L  |
| 2367526     | SSF  | Method Blank DUP | BOD <sub>5</sub>                                 | 2023/01/03    | <2.0    |          | mg/L  |
| 2367555     | ZEO  | Spiked Blank     | Aluminum (Al)                                    | 2022/12/31    |         | 98       | %     |
|             |      |                  | Antimony (Sb)                                    | 2022/12/31    |         | 104      | %     |
|             |      |                  | Silver (Ag)                                      | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Arsenic (As)                                     | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Barium (Ba)                                      | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Beryllium (Be)                                   | 2022/12/31    |         | 97       | %     |
|             |      |                  | Boron (B)                                        | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Cadmium (Cd)                                     | 2022/12/31    |         | 99       | %     |
|             |      |                  | Chromium (Cr)                                    | 2022/12/31    |         | 97       | %     |
|             |      |                  | Copper (Cu)                                      | 2022/12/31    |         | 92       | %     |
|             |      |                  | Tin (Sn)                                         | 2022/12/31    |         | 104      | %     |
|             |      |                  | Iron (Fe)                                        | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Lithium (Li)                                     | 2022/12/31    |         | 87       | %     |
|             |      |                  | Manganese (Mn)                                   | 2022/12/31    |         | 99       | %     |
|             |      |                  | Mercury (Hg)                                     | 2022/12/31    |         | 94       | %     |
|             |      |                  | Molybdenum (Mo)                                  | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Nickel (Ni)                                      | 2022/12/31    |         | 100      | %     |
|             |      |                  | Total phosphorous                                | 2022/12/31    |         | 97       | %     |
|             |      |                  | Lead (Pb)                                        | 2022/12/31    |         | 98       | %     |
|             |      |                  | Selenium (Se)                                    | 2022/12/31    |         | 99       | %     |
|             |      |                  | Strontium (Sr)                                   | 2022/12/31    |         | 101      | %     |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2367555     | ZEO  | Method Blank | Thallium (Tl)     | 2022/12/31    |       | 98       | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/12/31    |       | 100      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)       | 2022/12/31    |       | 97       | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)      | 2022/12/31    |       | 97       | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)         | 2022/12/31    |       | 93       | %     |
|             |      |              | Aluminum (Al)     | 2022/12/31    | <10   |          | ug/l  |
|             |      |              | Antimony (Sb)     | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Silver (Ag)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Arsenic (As)      | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Barium (Ba)       | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Beryllium (Be)    | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Boron (B)         | 2022/12/31    | <50   |          | ug/l  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)      | 2022/12/31    | <0.20 |          | ug/l  |
|             |      |              | Chromium (Cr)     | 2022/12/31    | <5.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Copper (Cu)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Tin (Sn)          | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Iron (Fe)         | 2022/12/31    | <60   |          | ug/l  |
|             |      |              | Lithium (Li)      | 2022/12/31    | <10   |          | ug/l  |
|             |      |              | Manganese (Mn)    | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Mercury (Hg)      | 2022/12/31    | <0.10 |          | ug/l  |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Nickel (Ni)       | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Total phosphorous | 2022/12/31    | <10   |          | ug/l  |
|             |      |              | Lead (Pb)         | 2022/12/31    | <0.50 |          | ug/l  |
|             |      |              | Selenium (Se)     | 2022/12/31    | <3.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Strontium (Sr)    | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Thallium (Tl)     | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/12/31    | <10   |          | ug/l  |
|             |      |              | Uranium (U)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Vanadium (V)      | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/l  |
|             |      |              | Zinc (Zn)         | 2022/12/31    | <7.0  |          | ug/l  |
| 2367557     | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2022/12/31    |       | 100      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)     | 2022/12/31    |       | 108      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)       | 2022/12/31    |       | 104      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)      | 2022/12/31    |       | 102      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)       | 2022/12/31    |       | 100      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)    | 2022/12/31    |       | 102      | %     |
|             |      |              | Boron (B)         | 2022/12/31    |       | 106      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)      | 2022/12/31    |       | 103      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)     | 2022/12/31    |       | 98       | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)       | 2022/12/31    |       | 97       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)          | 2022/12/31    |       | 107      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)         | 2022/12/31    |       | 105      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)      | 2022/12/31    |       | 92       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)    | 2022/12/31    |       | 103      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)      | 2022/12/31    |       | 102      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2022/12/31    |       | 103      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)       | 2022/12/31    |       | 103      | %     |
|             |      |              | Total phosphorous | 2022/12/31    |       | 97       | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)         | 2022/12/31    |       | 105      | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)     | 2022/12/31    |       | 104      | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)    | 2022/12/31    |       | 104      | %     |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2367557        | ZEO  | Method Blank | Thallium (Tl)     | 2022/12/31    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/12/31    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2022/12/31    |       | 107      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2022/12/31    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2022/12/31    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)     | 2022/12/31    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)         | 2022/12/31    | <50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2022/12/31    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2022/12/31    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2022/12/31    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2022/12/31    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2022/12/31    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous | 2022/12/31    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2022/12/31    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2022/12/31    | <3.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2022/12/31    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2022/12/31    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2022/12/31    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2022/12/31    | <7.0  |          | ug/L  |
| 2367581        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2023/01/04    |       | 88       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/01/04    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/01/04    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/01/04    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/01/04    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/01/04    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/01/04    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/01/04    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/01/04    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/01/04    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/01/04    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/01/04    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/01/04    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/01/04    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/01/04    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/01/04    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/01/04    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Phosphorus        | 2023/01/04    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/01/04    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/01/04    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/01/04    |       | 101      | %     |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter       | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2367581        | ZEO  | Method Blank | Thallium (Tl)   | 2023/01/04    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/01/04    |       | 86       | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/01/04    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/01/04    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/01/04    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)   | 2023/01/16    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/01/16    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/01/16    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/01/16    | <0.30 |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/01/16    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/01/16    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/01/16    | <20   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/01/16    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/01/16    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/01/16    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/01/16    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/01/16    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/01/16    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/01/16    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2023/01/16    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/01/16    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/01/16    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/01/16    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/01/16    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/01/16    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/01/16    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/01/16    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/01/16    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/01/16    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/01/16    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/01/16    | <5.0  |          | ug/L  |
| 2367613        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)   | 2023/01/03    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/01/03    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/01/03    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/01/03    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/01/03    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/01/03    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/01/03    |       | 106      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/01/03    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/01/03    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/01/03    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/01/03    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/01/03    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/01/03    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/01/03    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2023/01/03    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/01/03    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/01/03    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/01/03    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/01/03    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/01/03    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/01/03    |       | 100      | %     |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                           | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|-------------------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2367613     | ZEO  | Method Blank     | Thallium (Tl)                       | 2023/01/03    |                   | 98       | %     |
|             |      |                  | Uranium (U)                         | 2023/01/03    |                   | 90       | %     |
|             |      |                  | Titanium (Ti)                       | 2023/01/03    |                   | 103      | %     |
|             |      |                  | Vanadium (V)                        | 2023/01/03    |                   | 103      | %     |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                           | 2023/01/03    |                   | 96       | %     |
|             |      |                  | Aluminum (Al)                       | 2023/01/03    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Antimony (Sb)                       | 2023/01/03    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Silver (Ag)                         | 2023/01/03    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Arsenic (As)                        | 2023/01/03    | <0.30             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Barium (Ba)                         | 2023/01/03    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Beryllium (Be)                      | 2023/01/03    | <0.40             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Boron (B)                           | 2023/01/03    | <20               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Cadmium (Cd)                        | 2023/01/03    | <0.20             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Chromium (Cr)                       | 2023/01/03    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Copper (Cu)                         | 2023/01/03    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Tin (Sn)                            | 2023/01/03    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Iron (Fe)                           | 2023/01/03    | <60               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lithium (Li)                        | 2023/01/03    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Manganese (Mn)                      | 2023/01/03    | <0.40             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Molybdenum (Mo)                     | 2023/01/03    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Mercury (Hg)                        | 2023/01/03    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Nickel (Ni)                         | 2023/01/03    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Phosphorus                          | 2023/01/03    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lead (Pb)                           | 2023/01/03    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |                  | Selenium (Se)                       | 2023/01/03    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Strontium (Sr)                      | 2023/01/03    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Thallium (Tl)                       | 2023/01/03    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Uranium (U)                         | 2023/01/03    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Titanium (Ti)                       | 2023/01/03    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |                  | Vanadium (V)                        | 2023/01/03    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                           | 2023/01/03    | <5.0              |          | ug/L  |
| 2367625     | BAG  | Spiked Blank     | Dissolved organic carbon            | 2022/12/29    |                   | 101      | %     |
| 2367625     | BAG  | Method Blank     | Dissolved organic carbon            | 2022/12/29    | <0.20             |          | mg/L  |
| 2367824     | SFS  | Spiked Blank     | Cyanate (CNO-)                      | 2022/12/30    |                   | 105      | %     |
| 2367824     | SFS  | Method Blank     | Cyanate (CNO-)                      | 2022/12/30    | <0.050            |          | mg/L  |
| 2367945     | GXL  | Spiked Blank     | Thiocyanate                         | 2023/01/03    |                   | 92       | %     |
| 2367945     | GXL  | Method Blank     | Thiocyanate                         | 2023/01/03    | <0.17             |          | mg/L  |
| 2367981     | GXL  | Spiked Blank     | Thiosulfate                         | 2023/01/04    |                   | 96       | %     |
| 2367981     | GXL  | Method Blank     | Thiosulfate                         | 2023/01/04    | <0.13             |          | mg/L  |
| 2368042     | HPA  | Spiked Blank     | Total Organic Carbon                | 2023/01/03    |                   | 105      | %     |
| 2368042     | HPA  | Method Blank     | Total Organic Carbon                | 2023/01/03    | 0.20,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |
| 2368837     | ESW  | Spiked Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/01/05    |                   | 113      | %     |
| 2368837     | ESW  | Method Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/01/05    | <0.020            |          | mg/L  |
| 2369016     | SFS  | Spiked Blank     | Fluoride (F)                        | 2023/01/06    |                   | 102      | %     |
| 2369016     | SFS  | Method Blank     | Fluoride (F)                        | 2023/01/06    | <0.10             |          | mg/L  |
| 2369786     | DY3  | Spiked Blank     | COD                                 | 2023/01/11    |                   | 100      | %     |
| 2369786     | DY3  | Spiked Blank DUP | COD                                 | 2023/01/11    |                   | 103      | %     |
| 2369786     | DY3  | Method Blank     | COD                                 | 2023/01/11    | <5.0              |          | mg/L  |
| 2370063     | SSF  | Spiked Blank     | COD                                 | 2023/01/12    |                   | 94       | %     |
| 2370063     | SSF  | Spiked Blank DUP | COD                                 | 2023/01/12    |                   | 90       | %     |



Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------|---------------|-------|----------|-------|
| 2370063        | SSF  | Method Blank | COD       | 2023/01/12    | <5.0  |          | mg/L  |

RDL = Reportable Detection Limit

QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.

Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.

Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.





Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

Afifah Naila Bestari, B. Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Alex Thibert

Alex Thibert, B.Sc., Chemist, Montréal, Analyst II, Chemist in Training

Frédéric Arnau, B.Sc., Chemist, Montreal, Scientific Service Specialist

Jonathan Fauvel, B.Sc., Chemist, Montreal, Manager of Inorganics

Miryam Assayag, B.Sc. Chemist, Montréal, Team Leader

Mira El Masri, M.Sc. Chemist, Montréal, Analyst II

Veronic Beausejour, B.Sc., Chemist, Supervisor





Bureau Veritas Job #: C272617  
Report Date: 2023/01/18

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515

### VALIDATION SIGNATURE PAGE(CONT'D)

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:



*Shu Yang*

Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by {0}, {1} responsible for {2} {3} laboratory operations.



Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N/A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn -Noranda, QC  
 Canada J0Y 1C0

Report Date: 2023/06/16  
 Report #: R2852975  
 Version: 2 - Final

**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C324033**

Received: 2023/05/26, 08:00

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 7

| Analyses                                 | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|------------------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Total Alkalinity (end point 4.5)-waters  | 3        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00038     | SM 23 2320-B m       |
| Anions in water                          | 7        | N/A               | 2023/05/28       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| Weak Acid Dissociable Cyanides-waters    | 3        | 2023/06/02        | 2023/06/05       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Total Cyanide in waters                  | 3        | 2023/06/02        | 2023/06/03       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Chemical Oxygen Demand                   | 5        | 2023/06/01        | 2023/06/01       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Conductivity in waters                   | 3        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00038     | SM 23 2510-B m       |
| Cyanates in waters                       | 5        | N/A               | 2023/05/30       | STL SOP-00010     | MA.315-CNO 1.1 R3 m  |
| Dissolved Organic Carbon (3)             | 2        | 2023/05/29        | 2023/05/30       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Dissolved Organic Carbon (3)             | 1        | 2023/06/02        | 2023/06/05       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Fluoride in waters                       | 4        | N/A               | 2023/05/30       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Fluoride in waters                       | 3        | N/A               | 2023/06/07       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Total Suspended Solids                   | 3        | 2023/05/29        | 2023/05/30       | STL SOP-00015     | MA.104-S.S. 2.0 m    |
| Dissolved Metals (Low LD)-Filtered at BV | 1        | N/A               | 2023/05/30       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered  | 2        | N/A               | 2023/06/01       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals                 | 1        | 2023/05/31        | 2023/06/02       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals                 | 2        | 2023/05/31        | 2023/06/03       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Ammonia Nitrogen in water                | 2        | N/A               | 2023/05/29       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Ammonia Nitrogen in water                | 3        | N/A               | 2023/06/01       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Ammonia Nitrogen in water                | 2        | N/A               | 2023/06/02       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Nitrates(NO3-), Nitrites(NO2-)-water     | 7        | N/A               | 2023/05/28       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| pH in water                              | 3        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00038     | MA.100-pH 1.1 R3 m   |
| Ortho Phosphate-water                    | 3        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00003     | MA.303-P 1.1 R2 m    |
| Total Dissolved Solids                   | 3        | 2023/05/29        | 2023/05/30       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Thiocyanates-water                       | 2        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Thiocyanates-water                       | 2        | N/A               | 2023/05/28       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Thiocyanates-water                       | 1        | N/A               | 2023/06/06       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Thiosalts + Thiosalt Species (1)   | 3        | N/A               | N/A              |                   |                      |
| Thiosulfates-water                       | 2        | N/A               | 2023/05/27       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Thiosulfates-water                       | 1        | N/A               | 2023/06/05       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Tot. Kjeldah Nitrogen(calculation)-water | 3        | 2023/05/30        | 2023/05/30       | STL SOP-00077     | MOE:TOTNUT-E3516v1.3 |



Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N/A

**Attention: Thomas Genty**  
 Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada J0Y 1C0

**Report Date: 2023/06/16**  
**Report #: R2852975**  
**Version: 2 - Final**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C324033**

**Received: 2023/05/26, 08:00**

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 7

| Analyses                                 | Quantity | Date       | Date       | Laboratory Method | Analytical Method    |
|------------------------------------------|----------|------------|------------|-------------------|----------------------|
|                                          |          | Extracted  | Analyzed   |                   |                      |
| Tot. Kjeldah Nitrogen(calculation)-water | 3        | 2023/05/30 | 2023/05/31 | STL SOP-00077     | MCE:TOTNUT-E3516v1.3 |
| Total Organic Carbon-water (4)           | 2        | N/A        | 2023/05/30 | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Total Organic Carbon-water (4)           | 1        | N/A        | 2023/06/02 | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Nitrogen (total available) (2)           | 3        | 2023/06/01 | 2023/06/02 | AB SOP-00093      | SM 24 4500-N C m     |
| Nitrogen (total available) (2)           | 3        | 2023/06/02 | 2023/06/02 | AB SOP-00093      | SM 24 4500-N C m     |

#### **Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as CCME, MELCC, EPA, APHA.

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

Note: RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by SGS Canada Inc - Lakefield, 185 Concession St., Lakefield, ON, K0L2H0

(2) This test was performed by Bureau Veritas Calgary, 4000 19 St NE, Calgary, AB, T2E 6P8

(3) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC

(4) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.



Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N/A

**Attention: Thomas Genty**  
 Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada JOY 1C0

**Report Date: 2023/06/16**  
**Report #: R2852975**  
**Version: 2 - Final**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C324033**

**Received: 2023/05/26, 08:00**

Encryption Key

Josue Moran  
 Project Manager  
 16 JUN 2023 15:41:22

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Josue Moran, Project Manager

Email: josue.moran@bureauveritas.com

Phone# (514) 448-9001

=====

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       | LS9077                   | LS9078     |      |          | LS9079        |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|------------|------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2023/05/23               | 2023/05/23 |      |          | 2023/05/25    |      |          |
|                                  | Units | RAW WATER<br>ST19(SEPT.) | FEED MBBR  | RDL  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS ICP-MS</b>             |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2404862  | <10           | 10   | 2403829  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 17                       | 11         | 1.0  | 2404862  | 6.4           | 1.0  | 2403829  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 0.10 | 2404862  | <0.10         | 0.10 | 2403829  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 37                       | 8.1        | 0.30 | 2404862  | 3.9           | 0.30 | 2403829  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 40                       | 31         | 2.0  | 2404862  | 24            | 2.0  | 2403829  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | <0.40                    | <0.40      | 0.40 | 2404862  | <0.40         | 0.40 | 2403829  |
| Bismuth (Bi) †                   | ug/L  | <0.25                    | <0.25      | 0.25 | 2404862  | <0.25         | 0.25 | 2403829  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 260                      | 250        | 20   | 2404862  | 220           | 20   | 2403829  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | <0.20                    | <0.20      | 0.20 | 2404862  | <0.20         | 0.20 | 2403829  |
| Calcium (Ca)                     | ug/L  | 440000                   | 390000     | 300  | 2404862  | 280000        | 300  | 2403829  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | <0.50                    | <0.50      | 0.50 | 2404862  | <0.50         | 0.50 | 2403829  |
| Cobalt (Co)                      | ug/L  | 540                      | 470        | 0.50 | 2404862  | 400           | 0.50 | 2403829  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 7.0                      | <0.50      | 0.50 | 2404862  | 6.7           | 0.50 | 2403829  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | <1.0                     | <1.0       | 1.0  | 2404862  | 5.5           | 1.0  | 2403829  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | <60                      | <60        | 60   | 2404862  | <60           | 60   | 2403829  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2404862  | <10           | 10   | 2403829  |
| Magnesium (Mg)                   | ug/L  | 24000                    | 24000      | 100  | 2404862  | 20000         | 100  | 2403829  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 15                       | 7.9        | 0.40 | 2404862  | 5.9           | 0.40 | 2403829  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 110                      | 84         | 0.50 | 2404862  | 69            | 0.50 | 2403829  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 0.10 | 2404862  | 0.12          | 0.10 | 2403829  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 280                      | <1.0       | 1.0  | 2404862  | 4.8           | 1.0  | 2403829  |
| Phosphorus                       | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2404862  | 660           | 10   | 2403829  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | 0.17                     | <0.10      | 0.10 | 2404862  | <0.10         | 0.10 | 2403829  |
| Potassium (K) †                  | ug/L  | 180000                   | 190000     | 100  | 2404862  | 160000        | 100  | 2403829  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 180                      | 220        | 10   | 2404862  | 24            | 1.0  | 2403829  |
| Silicon (Si) †                   | ug/L  | 3600                     | 2500       | 100  | 2404862  | 2100          | 100  | 2403829  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | 1600                     | 1500       | 2.0  | 2404862  | 1200          | 2.0  | 2403829  |
| Sodium (Na)                      | ug/L  | 480000                   | 550000     | 100  | 2404862  | 720000        | 100  | 2403829  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2404862  | <2.0          | 2.0  | 2403829  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 9.1                      | 6.0        | 1.0  | 2404862  | 2.3           | 1.0  | 2403829  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2404862  | <10           | 10   | 2403829  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2404862  | <2.0          | 2.0  | 2403829  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 15                       | <5.0       | 5.0  | 2404862  | 15            | 5.0  | 2403829  |
| Zirconium (Zr) †                 | ug/L  | <0.50                    | <0.50      | 0.50 | 2404862  | <0.50         | 0.50 | 2403829  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |                          |            |      |          |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

|                                                                                                         |       |                          |            |     |          |               |     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|--------------------------|------------|-----|----------|---------------|-----|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LS9077                   | LS9078     |     |          | LS9079        |     |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/05/23               | 2023/05/23 |     |          | 2023/05/25    |     |          |
|                                                                                                         | Units | RAW WATER<br>ST19(SEPT.) | FEED MBBR  | RDL | QC Batch | TREATED WATER | RDL | QC Batch |
| Sulfur (S) †                                                                                            | ug/L  | 860000                   | 890000     | 500 | 2404862  | 620000        | 500 | 2403829  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |                          |            |     |          |               |     |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       | LS9077                   | LS9078     |          | LS9079        |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|------------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2023/05/23               | 2023/05/23 |          | 2023/05/25    |      |          |
|                                  | Units | RAW WATER<br>ST19(SEPT.) | FEED MBBR  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS</b>                    |       |                          |            |          |               |      |          |
| Aluminum (Al)                    | ug/L  | 15                       | <10        | 2404827  | <10           | 10   | 2405001  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 18                       | 12         | 2404827  | 7.1           | 1.0  | 2405001  |
| Silver (Ag)                      | ug/L  | <1.0                     | <1.0       | 2404827  | <1.0          | 1.0  | 2405001  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 40                       | 9.2        | 2404827  | 4.8           | 1.0  | 2405001  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 38                       | 29         | 2404827  | 24            | 2.0  | 2405001  |
| Beryllium (Be)                   | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2404827  | <2.0          | 2.0  | 2405001  |
| Bismuth (Bi) ††                  | ug/L  | <1.0                     | <1.0       | 2404827  | <1.0          | 1.0  | 2405001  |
| Boron (B) †                      | ug/L  | 260                      | 250        | 2404827  | 300           | 50   | 2405001  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | <0.20                    | <0.20      | 2404827  | <0.20         | 0.20 | 2405001  |
| Calcium (Ca) †                   | ug/L  | 430000                   | 350000     | 2404827  | 300000        | 500  | 2405001  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | <5.0                     | <5.0       | 2404827  | <5.0          | 5.0  | 2405001  |
| Cobalt (Co)                      | ug/L  | 540                      | 450        | 2404827  | 410           | 1.0  | 2405001  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 12                       | 2.4        | 2404827  | 9.0           | 1.0  | 2405001  |
| Tin (Sn)                         | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2404827  | 6.4           | 2.0  | 2405001  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | <60                      | 130        | 2404827  | <60           | 60   | 2405001  |
| Lithium (Li) ††                  | ug/L  | <10                      | <10        | 2404827  | <10           | 10   | 2405001  |
| Magnesium (Mg) †                 | ug/L  | 20000                    | 19000      | 2404827  | 22000         | 100  | 2405001  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 15                       | 12         | 2404827  | 6.3           | 1.0  | 2405001  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 2404827  | 0.31          | 0.10 | 2405001  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 110                      | 85         | 2404827  | 70            | 1.0  | 2405001  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 280                      | 6.5        | 2404827  | 9.4           | 2.0  | 2405001  |
| Total phosphorous                | ug/L  | 22                       | 20         | 2404827  | 1100          | 10   | 2405001  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | <0.50                    | <0.50      | 2404827  | <0.50         | 0.50 | 2405001  |
| Potassium (K) †                  | ug/L  | 180000                   | 170000     | 2404827  | 150000        | 500  | 2405001  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 180                      | 170        | 2404827  | 58            | 3.0  | 2405001  |
| Sodium (Na)                      | ug/L  | 470000                   | 500000     | 2404827  | 750000        | 500  | 2405001  |
| Sulphur (S) ††                   | ug/L  | 770000                   | 720000     | 2404827  | 710000        | 1000 | 2405001  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | 1900                     | 1700       | 2404827  | 1200          | 2.0  | 2405001  |
| Thallium (Tl)                    | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2404827  | <2.0          | 2.0  | 2405001  |
| Titanium (Ti) ††                 | ug/L  | <10                      | <10        | 2404827  | <10           | 10   | 2405001  |
| Uranium (U) ††                   | ug/L  | 9.0                      | 6.0        | 2404827  | 3.6           | 1.0  | 2405001  |
| Vanadium (V)                     | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2404827  | <2.0          | 2.0  | 2405001  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 12                       | <7.0       | 2404827  | 18            | 7.0  | 2405001  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |            |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |                          |            |          |               |      |          |
| †† Parameter is not accreditable |       |                          |            |          |               |      |          |
| † Parameter is not accredited    |       |                          |            |          |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                        |       | LS9077                   | LS9078     |          | LS9079        |     |          |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|--------------------------|------------|----------|---------------|-----|----------|
| Sampling Date                                                                                            |       | 2023/05/23               | 2023/05/23 |          | 2023/05/25    |     |          |
|                                                                                                          | Units | RAW WATER<br>ST19(SEPT.) | FEED MBBR  | QC Batch | TREATED WATER | RDL | QC Batch |
| Zirconium (Zr) ††                                                                                        | ug/L  | <5.0                     | <5.0       | 2404827  | <5.0          | 5.0 | 2405001  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>†† Parameter is not accreditable |       |                          |            |          |               |     |          |





Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/05/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       | LS9077                   |          | LS9078     | LS9078                  |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|--------------------------|----------|------------|-------------------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       | 2023/05/23               |          | 2023/05/23 | 2023/05/23              |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | RAW WATER<br>ST19(SEPT.) | QC Batch | FEED MBBR  | FEED<br>MBBR<br>Lab-Dup | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |                          |          |            |                         |        |          |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | 270                      | 2405627  | 310        | N/A                     | 5.0    | 2405627  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | 4.8                      | 2403498  | 4.8        | 4.8                     | 0.0010 | 2403498  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | 4.8                      | 2404201  | 4.4        | N/A                     | 0.050  | 2404201  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | 56                       | 2403702  | 61         | N/A                     | 2.0    | 2403702  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | 0.10                     | 2407250  | <0.10      | N/A                     | 0.10   | 2407250  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 12                       | 2403573  | 13         | N/A                     | 0.20   | 2403573  |
| Nitrates (N-NO3 <sup>-</sup> )                                                                                                  | mg/L  | 8.8                      | 2403573  | 11         | N/A                     | 0.020  | 2403573  |
| Nitrites (N-NO2 <sup>-</sup> )                                                                                                  | mg/L  | 3.0                      | 2403573  | 1.5        | N/A                     | 0.20   | 2403573  |
| Nitrogen ammonia (N-NH4 <sup>+</sup> and N-NH3)                                                                                 | mg/L  | 56                       | 2405656  | 50         | N/A                     | 0.10   | 2404022  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | <0.050                   | 2403561  | <0.050     | N/A                     | 0.050  | 2403561  |
| pH                                                                                                                              | pH    | 7.36                     | 2403472  | 7.75       | 7.79                    | N/A    | 2403472  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | 220                      | 2403324  | 230        | N/A                     | 8.5    | 2403324  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | <1.3                     | 2403323  | <1.3       | N/A                     | 1.3    | 2403323  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                                                                                     | mg/L  | N/A                      | N/A      | 130        | N/A                     | 2.0    | 2404298  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | 0.059                    | 2405921  | 0.077      | N/A                     | 0.0030 | 2405921  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | 56                       | 2404244  | 59         | N/A                     | 1.0    | 2404244  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.044                    | 2405925  | 0.062      | N/A                     | 0.0030 | 2405925  |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 †                                                                                            | mg/L  | 100                      | 2403499  | 66         | 67                      | 1.0    | 2403499  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | 2.8                      | 2403604  | 2.8        | N/A                     | 0.10   | 2403604  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 230                      | 2403604  | 230        | N/A                     | 0.050  | 2403604  |
| Sulfates (SO4)                                                                                                                  | mg/L  | 2000                     | 2403604  | 2000       | N/A                     | 5.0    | 2403604  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | 3700                     | 2403759  | 3700       | N/A                     | 10     | 2403759  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | 2.0                      | 2403763  | 8.0        | N/A                     | 2.0    | 2403763  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |                          |          |            |                         |        |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       | LS9079        |        |          | LS9080         |        | LS9081         |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|---------------|--------|----------|----------------|--------|----------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       | 2023/05/25    |        |          | 2023/05/23     |        | 2023/05/23     |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | TREATED WATER | RDL    | QC Batch | R1-SCN REACTOR | RDL    | R2-NIT REACTOR | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |               |        |          |                |        |                |        |          |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | 470           | 5.0    | 2405627  | N/A            | 5.0    | N/A            | 5.0    | 2405627  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | 4.7           | 0.0010 | 2403498  | N/A            | 0.0010 | N/A            | 0.0010 | 2403498  |
| Cyanate (CNO-)                                                                                                                  | mg/L  | <0.050        | 0.050  | 2404201  | 1.0            | 0.050  | 1.2            | 0.050  | 2404201  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | 45            | 2.0    | 2405733  | N/A            | 2.0    | N/A            | 2.0    | 2405733  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | <0.10         | 0.10   | 2407250  | <0.10          | 0.10   | <0.10          | 0.10   | 2404089  |
| Nitrate (N) and Nitrite (N)                                                                                                     | mg/L  | <0.20         | 0.20   | 2403573  | <0.20          | 0.20   | 100            | 0.20   | 2403573  |
| Nitrates (N-NO3-)                                                                                                               | mg/L  | <0.020        | 0.020  | 2403573  | 0.13           | 0.020  | 100            | 0.20   | 2403573  |
| Nitrites (N-NO2-)                                                                                                               | mg/L  | <0.20         | 0.20   | 2403573  | <0.20          | 0.20   | <0.20          | 0.20   | 2403573  |
| Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3)                                                                                             | mg/L  | <0.020        | 0.020  | 2404022  | 100            | 0.10   | 0.079          | 0.020  | 2406112  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | 0.25          | 0.050  | 2403561  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| pH                                                                                                                              | pH    | 7.19          | N/A    | 2403472  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | <0.17         | 0.17   | 2405872  | 8.0            | 0.17   | <0.17          | 0.17   | 2403562  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | <0.13         | 0.13   | 2406337  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                                                                                     | mg/L  | 4.2           | 0.40   | 2404298  | 110            | 2.0    | <2.0           | 2.0    | 2404298  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | 0.064         | 0.0030 | 2405921  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | 180           | 20     | 2405762  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-)                                                                                             | mg/L  | 0.051         | 0.0030 | 2405925  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 †                                                                                            | mg/L  | 290           | 1.0    | 2403499  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Bromide (Br-)                                                                                                                   | mg/L  | 3.8           | 0.10   | 2403604  | 3.6            | 0.10   | 1.7            | 0.10   | 2403604  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 200           | 0.050  | 2403604  | 220            | 0.050  | 200            | 0.050  | 2403604  |
| Sulfates (SO4)                                                                                                                  | mg/L  | 2000          | 5.0    | 2403604  | 2200           | 5.0    | 2100           | 5.0    | 2403604  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | 3900          | 10     | 2403759  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | 30            | 2.0    | 2403763  | N/A            | N/A    | N/A            | N/A    | N/A      |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |               |        |          |                |        |                |        |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                   |       | LS9082           | LS9083          |       |          |
|-------------------------------------|-------|------------------|-----------------|-------|----------|
| Sampling Date                       |       | 2023/05/23       | 2023/05/23      |       |          |
|                                     | Units | R3-DENIT REACTOR | R4-REOX REACTOR | RDL   | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                |       |                  |                 |       |          |
| COD                                 | mg/L  | 450              | 240             | 5.0   | 2405627  |
| Fluoride (F)                        | mg/L  | <0.10            | <0.10           | 0.10  | 2404089  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)          | mg/L  | <0.20            | <0.20           | 0.20  | 2403573  |
| Nitrates (N-NO3-)                   | mg/L  | <0.020           | <0.020          | 0.020 | 2403573  |
| Nitrites (N-NO2-)                   | mg/L  | <0.20            | <0.20           | 0.20  | 2403573  |
| Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | mg/L  | 0.036            | 5.4             | 0.020 | 2405656  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen         | mg/L  | 21               | 14              | 0.40  | 2404298  |
| Bromide (Br-)                       | mg/L  | 2.2              | 2.2             | 0.10  | 2403604  |
| Chloride (Cl)                       | mg/L  | 180              | 190             | 0.050 | 2403604  |
| Sulfates (SO4)                      | mg/L  | 1900             | 1900            | 5.0   | 2403604  |
| RDL = Reportable Detection Limit    |       |                  |                 |       |          |
| QC Batch = Quality Control Batch    |       |                  |                 |       |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/05/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### SUBCONTRACTED ANALYSIS (SURFACE WATER)

|                                                                                                         |       |                |     |          |                  |      |          |                 |         |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|----------------|-----|----------|------------------|------|----------|-----------------|---------|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LS9078         |     |          | LS9079           |      |          | LS9080          |         |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/05/23     |     |          | 2023/05/25       |      |          | 2023/05/23      |         |          |
|                                                                                                         | Units | FEED MBBR      | RDL | QC Batch | TREATED WATER    | RDL  | QC Batch | R1-SCN REACTOR  | RDL     | QC Batch |
| CONVENTIONALS                                                                                           |       |                |     |          |                  |      |          |                 |         |          |
| Nitrogen (N) †                                                                                          | mg/L  | 130            | 2.0 | 2406993  | 4.6              | 0.20 | 2406994  | 110             | 2.0     | 2406993  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |                |     |          |                  |      |          |                 |         |          |
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LS9081         |     |          | LS9082           |      |          | LS9083          |         |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/05/23     |     |          | 2023/05/23       |      |          | 2023/05/23      |         |          |
|                                                                                                         | Units | R2-NIT REACTOR | RDL | QC Batch | R3-DENIT REACTOR | RDL  | QC Batch | R4-REOX REACTOR | RDL     | QC Batch |
| CONVENTIONALS                                                                                           |       |                |     |          |                  |      |          |                 |         |          |
| Nitrogen (N) †                                                                                          | mg/L  | 110            | 2.0 | 2406993  | 25               | 1.0  | 15       | 0.20            | 2406994 |          |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |                |     |          |                  |      |          |                 |         |          |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: QL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LS9077  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LS9077  
Ortho Phosphate-water: Holding time already past upon reception.: LS9077  
Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LS9078  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LS9078  
Ortho Phosphate-water: Holding time already past upon reception.: LS9078  
pH in water: Holding time already past upon reception.: LS9079  
Nitrates(NO<sub>3</sub>-), Nitrites(NO<sub>2</sub>-)-water: Holding time already past upon reception.: LS9080, LS9081, LS9082, LS9083

#### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.  
Sample LS9079 was filtered in the laboratory prior to analyzing for metals.

#### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.

pH: Délai d'analyse non respecté; LS9079.

Thiosulfate: Detection limit raised due to matrix interference. LS9077, LS9078

Thiocyanate: Insufficient preservative, pH adjusted upon receipt at the laboratory. LS9080, LS9081

Nitrites, Nitrate and nitrite: Detection limit raised due to matrix interference. (LS9079, LS9080, LS9081, LS9082, LS9083)

TOC < DOC: Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent.

**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: QL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                       | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2403323     | GXL  | Spiked Blank | Thiosulfate                                     | 2023/05/27    |         | 92       | %     |
| 2403323     | GXL  | Method Blank | Thiosulfate                                     | 2023/05/27    | <0.13   |          | mg/L  |
| 2403324     | GXL  | Spiked Blank | Thiocyanate                                     | 2023/05/27    |         | 99       | %     |
| 2403324     | GXL  | Method Blank | Thiocyanate                                     | 2023/05/27    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2403472     | ZLI  | Spiked Blank | pH                                              | 2023/05/27    |         | 101      | %     |
| 2403498     | ZLI  | Spiked Blank | Conductivity                                    | 2023/05/27    |         | 97       | %     |
| 2403498     | ZLI  | Method Blank | Conductivity                                    | 2023/05/27    | <0.0010 |          | mS/cm |
| 2403499     | ZLI  | Spiked Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2023/05/27    |         | 95       | %     |
| 2403499     | ZLI  | Method Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2023/05/27    | <1.0    |          | mg/L  |
| 2403561     | CLO  | QC Standard  | Orthophosphate (P)                              | 2023/05/27    |         | 99       | %     |
| 2403561     | CLO  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                              | 2023/05/27    |         | 94       | %     |
| 2403561     | CLO  | Method Blank | Orthophosphate (P)                              | 2023/05/27    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2403562     | CLO  | Spiked Blank | Thiocyanate                                     | 2023/05/28    |         | 101      | %     |
| 2403562     | CLO  | Method Blank | Thiocyanate                                     | 2023/05/28    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2403573     | KJS  | Spiked Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2023/05/27    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                  | 2023/05/27    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2023/05/27    |         | 102      | %     |
| 2403573     | KJS  | Method Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2023/05/27    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrates (N-NO <sub>3</sub> -)                  | 2023/05/27    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2023/05/27    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2403604     | KJS  | Spiked Blank | Bromide (Br-)                                   | 2023/05/27    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Chloride (Cl)                                   | 2023/05/27    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                     | 2023/05/27    |         | 101      | %     |
| 2403604     | KJS  | Method Blank | Bromide (Br-)                                   | 2023/05/27    | <0.10   |          | mg/L  |
|             |      |              | Chloride (Cl)                                   | 2023/05/27    | <0.050  |          | mg/L  |
|             |      |              | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                     | 2023/05/27    | <0.50   |          | mg/L  |
| 2403702     | BAG  | Spiked Blank | Dissolved organic carbon                        | 2023/05/29    |         | 101      | %     |
| 2403702     | BAG  | Method Blank | Dissolved organic carbon                        | 2023/05/29    | <0.20   |          | mg/L  |
| 2403759     | VTs  | Spiked Blank | Total Dissolved Solids                          | 2023/05/30    |         | 109      | %     |
| 2403759     | VTs  | Method Blank | Total Dissolved Solids                          | 2023/05/30    | <10     |          | mg/L  |
| 2403763     | VTs  | Spiked Blank | Total suspended solids (TSS)                    | 2023/05/30    |         | 96       | %     |
| 2403763     | VTs  | Method Blank | Total suspended solids (TSS)                    | 2023/05/30    | <2.0    |          | mg/L  |
| 2403829     | STS  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                   | 2023/05/30    |         | 83       | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                   | 2023/05/30    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                     | 2023/05/30    |         | 92       | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                    | 2023/05/30    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                     | 2023/05/30    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                  | 2023/05/30    |         | 94       | %     |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                                    | 2023/05/30    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                       | 2023/05/30    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                    | 2023/05/30    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Calcium (Ca)                                    | 2023/05/30    |         | 91       | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                   | 2023/05/30    |         | 97       | %     |
|             |      |              | Cobalt (Co)                                     | 2023/05/30    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                     | 2023/05/30    |         | 95       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                        | 2023/05/30    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                       | 2023/05/30    |         | 96       | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                    | 2023/05/30    |         | 96       | %     |
|             |      |              | Magnesium (Mg)                                  | 2023/05/30    |         | 97       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                  | 2023/05/30    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                 | 2023/05/30    |         | 103      | %     |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter       | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------------|---------------|-------|----------|-------|
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/05/30    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/05/30    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/05/30    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/05/30    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Potassium (K)   | 2023/05/30    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/05/30    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Silicon (Si)    | 2023/05/30    |       | 86       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/05/30    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)     | 2023/05/30    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/05/30    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/05/30    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/05/30    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/05/30    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/05/30    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)  | 2023/05/30    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Sulfur (S)      | 2023/05/30    |       | 86       | %     |
| 2403829        | STS  | Method Blank | Aluminum (Al)   | 2023/05/30    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/05/30    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/05/30    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/05/30    | <0.30 |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/05/30    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/05/30    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)    | 2023/05/30    | <0.25 |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/05/30    | <20   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/05/30    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)    | 2023/05/30    | <300  |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/05/30    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)     | 2023/05/30    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/05/30    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/05/30    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/05/30    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/05/30    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)  | 2023/05/30    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/05/30    | <0.40 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2023/05/30    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/05/30    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/05/30    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/05/30    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/05/30    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Potassium (K)   | 2023/05/30    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/05/30    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silicon (Si)    | 2023/05/30    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/05/30    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Sodium (Na)     | 2023/05/30    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/05/30    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/05/30    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/05/30    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/05/30    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/05/30    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zirconium (Zr)  | 2023/05/30    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Sulfur (S)      | 2023/05/30    | <500  |          | ug/L  |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: QL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                           | Date Analyzed | Value  | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------|---------------|--------|----------|-------|
| 2404022     | HGU  | Spiked Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/05/29    |        | 99       | %     |
| 2404022     | HGU  | Method Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/05/29    | <0.020 |          | mg/L  |
| 2404089     | ZLI  | Spiked Blank | Fluoride (F)                        | 2023/05/30    |        | 94       | %     |
| 2404089     | ZLI  | Method Blank | Fluoride (F)                        | 2023/05/30    | <0.10  |          | mg/L  |
| 2404201     | ZZH  | Spiked Blank | Cyanate (CNO-)                      | 2023/05/30    |        | 113      | %     |
| 2404201     | ZZH  | Method Blank | Cyanate (CNO-)                      | 2023/05/30    | <0.050 |          | mg/L  |
| 2404244     | BAG  | Spiked Blank | Total Organic Carbon                | 2023/05/30    |        | 101      | %     |
| 2404244     | BAG  | Method Blank | Total Organic Carbon                | 2023/05/30    | <0.20  |          | mg/L  |
| 2404298     | SKL  | Spiked Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen         | 2023/05/31    |        | 104      | %     |
| 2404298     | SKL  | Method Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen         | 2023/05/30    | <0.40  |          | mg/L  |
| 2404827     | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                       | 2023/06/03    |        | 87       | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                       | 2023/06/03    |        | 110      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                         | 2023/06/03    |        | 110      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                        | 2023/06/03    |        | 100      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                         | 2023/06/03    |        | 98       | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                      | 2023/06/03    |        | 101      | %     |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                        | 2023/06/03    |        | 97       | %     |
|             |      |              | Boron (B)                           | 2023/06/03    |        | 111      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                        | 2023/06/03    |        | 101      | %     |
|             |      |              | Calcium (Ca)                        | 2023/06/03    |        | 92       | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                       | 2023/06/03    |        | 97       | %     |
|             |      |              | Cobalt (Co)                         | 2023/06/03    |        | 96       | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                         | 2023/06/03    |        | 91       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                            | 2023/06/03    |        | 109      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                           | 2023/06/03    |        | 98       | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                        | 2023/06/03    |        | 103      | %     |
|             |      |              | Magnesium (Mg)                      | 2023/06/03    |        | 92       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                      | 2023/06/03    |        | 100      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                        | 2023/06/03    |        | 96       | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                     | 2023/06/03    |        | 104      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                         | 2023/06/03    |        | 94       | %     |
|             |      |              | Total phosphorous                   | 2023/06/03    |        | 86       | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                           | 2023/06/03    |        | 95       | %     |
|             |      |              | Potassium (K)                       | 2023/06/03    |        | 94       | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)                       | 2023/06/03    |        | 94       | %     |
|             |      |              | Sodium (Na)                         | 2023/06/03    |        | 90       | %     |
|             |      |              | Sulphur (S)                         | 2023/06/03    |        | 80       | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                      | 2023/06/03    |        | 108      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                       | 2023/06/03    |        | 97       | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)                       | 2023/06/03    |        | 104      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                         | 2023/06/03    |        | 97       | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                        | 2023/06/03    |        | 100      | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                           | 2023/06/03    |        | 95       | %     |
|             |      |              | Zirconium (Zr)                      | 2023/06/03    |        | 106      | %     |
| 2404827     | AT7  | Method Blank | Aluminum (Al)                       | 2023/06/03    | <10    |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)                       | 2023/06/03    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)                         | 2023/06/03    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)                        | 2023/06/03    | <1.0   |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)                         | 2023/06/03    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)                      | 2023/06/03    | <2.0   |          | ug/L  |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                        | 2023/06/03    | <1.0   |          | ug/L  |





Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------|---------------|-------|----------|-------|
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/06/03    | <50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/06/03    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)      | 2023/06/03    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/06/03    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)       | 2023/06/03    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/06/03    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/06/03    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/06/03    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/06/03    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)    | 2023/06/03    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/06/03    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/06/03    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/06/03    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/06/03    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/06/03    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/06/03    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Potassium (K)     | 2023/06/03    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/06/03    | <3.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Sodium (Na)       | 2023/06/03    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |              | Sulphur (S)       | 2023/06/03    | <1000 |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/06/03    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/06/03    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/06/03    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/06/03    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/06/03    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/06/03    | <7.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zirconium (Zr)    | 2023/06/03    | <5.0  |          | ug/L  |
| 2404862        | WWO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2023/06/01    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/06/01    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/06/01    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/06/01    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/06/01    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/06/01    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Bismuth (Bi)      | 2023/06/01    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/06/01    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/06/01    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Calcium (Ca)      | 2023/06/01    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/06/01    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Cobalt (Co)       | 2023/06/01    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/06/01    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/06/01    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/06/01    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/06/01    |       | 107      | %     |
|                |      |              | Magnesium (Mg)    | 2023/06/01    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/06/01    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/06/01    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/06/01    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/06/01    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Phosphorus        | 2023/06/01    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/06/01    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Potassium (K)     | 2023/06/01    |       | 98       | %     |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter       | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2404862        | WVO  | Method Blank | Selenium (Se)   | 2023/05/01    |         | 107      | %     |
|                |      |              | Silicon (Si)    | 2023/05/01    |         | 90       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/05/01    |         | 100      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)     | 2023/05/01    |         | 96       | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/05/01    |         | 95       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/05/01    |         | 95       | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/05/01    |         | 99       | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/05/01    |         | 99       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/05/01    |         | 94       | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)  | 2023/05/01    |         | 99       | %     |
|                |      |              | Sulfur (S)      | 2023/05/01    |         | 94       | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)   | 2023/05/01    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/05/01    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/05/01    | <0.10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/05/01    | <0.30   |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/05/01    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/05/01    | <0.40   |          | ug/L  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)    | 2023/05/01    | <0.25   |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/05/01    | <20     |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/05/01    | <0.20   |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)    | 2023/05/01    | <300    |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/05/01    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)     | 2023/05/01    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/05/01    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/05/01    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/05/01    | <60     |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/05/01    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)  | 2023/05/01    | <100    |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/05/01    | <0.40   |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2023/05/01    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/05/01    | <0.10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/05/01    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/05/01    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/05/01    | <0.10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Potassium (K)   | 2023/05/01    | <100    |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/05/01    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Silicon (Si)    | 2023/05/01    | <100    |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/05/01    | 6.2     |          | ug/L  |
|                |      |              |                 |               | RDL=2.0 |          |       |
|                |      |              | Sodium (Na)     | 2023/05/01    | <100    |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/05/01    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/05/01    | <1.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/05/01    | <10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/05/01    | <2.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/05/01    | <5.0    |          | ug/L  |
|                |      |              | Zirconium (Zr)  | 2023/05/01    | <0.50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Sulfur (S)      | 2023/05/01    | <500    |          | ug/L  |
| 2405001        | STS  | Spiked Blank | Aluminum (Al)   | 2023/05/02    |         | 93       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/05/02    |         | 109      | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/05/02    |         | 103      | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/05/02    |         | 102      | %     |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------|---------------|-------|----------|-------|
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/06/02    |       | 108      | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/06/02    |       | 89       | %     |
|                |      |              | Bismuth (Bi)      | 2023/06/02    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/06/02    |       | 118      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/06/02    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Calcium (Ca)      | 2023/06/02    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/06/02    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Cobalt (Co)       | 2023/06/02    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/06/02    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/06/02    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/06/02    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/06/02    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Magnesium (Mg)    | 2023/06/02    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/06/02    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/06/02    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/06/02    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/06/02    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/06/02    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/06/02    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Potassium (K)     | 2023/06/02    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/06/02    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)       | 2023/06/02    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Sulphur (S)       | 2023/06/02    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/06/02    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/06/02    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/06/02    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/06/02    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/06/02    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/06/02    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)    | 2023/06/02    |       | 105      | %     |
| 2405001        | STS  | Method Blank | Aluminum (Al)     | 2023/06/02    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/06/02    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/06/02    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)      | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/06/02    | <50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/06/02    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)      | 2023/06/02    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/06/02    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)       | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/06/02    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/06/02    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/06/02    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)    | 2023/06/02    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/06/02    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/06/02    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/06/02    | <2.0  |          | ug/L  |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: QL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type          | Parameter                           | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|------------------|-------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
|             |      |                  | Total phosphorous                   | 2023/06/02    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |                  | Lead (Pb)                           | 2023/06/02    | <0.50   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Potassium (K)                       | 2023/06/02    | <500    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Selenium (Se)                       | 2023/06/02    | 4.0,    |          | ug/L  |
|             |      |                  |                                     |               | RDL=3.0 |          |       |
|             |      |                  | Sodium (Na)                         | 2023/06/02    | <500    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Sulphur (S)                         | 2023/06/02    | <1000   |          | ug/L  |
|             |      |                  | Strontium (Sr)                      | 2023/06/02    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Thallium (Tl)                       | 2023/06/02    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Titanium (Ti)                       | 2023/06/02    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |                  | Uranium (U)                         | 2023/06/02    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Vanadium (V)                        | 2023/06/02    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Zinc (Zn)                           | 2023/06/02    | <7.0    |          | ug/L  |
|             |      |                  | Zirconium (Zr)                      | 2023/06/02    | <5.0    |          | ug/L  |
| 2405627     | DY3  | Spiked Blank     | COD                                 | 2023/06/01    |         | 98       | %     |
| 2405627     | DY3  | Spiked Blank DUP | COD                                 | 2023/06/01    |         | 98       | %     |
| 2405627     | DY3  | Method Blank     | COD                                 | 2023/06/01    | <5.0    |          | mg/L  |
| 2405656     | HGU  | Spiked Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/06/01    |         | 98       | %     |
| 2405656     | HGU  | Method Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/06/01    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2405733     | BAG  | Spiked Blank     | Dissolved organic carbon            | 2023/06/05    |         | 100      | %     |
| 2405733     | BAG  | Method Blank     | Dissolved organic carbon            | 2023/06/05    | <0.20   |          | mg/L  |
| 2405762     | BAG  | Spiked Blank     | Total Organic Carbon                | 2023/06/02    |         | 100      | %     |
| 2405762     | BAG  | Method Blank     | Total Organic Carbon                | 2023/06/02    | <0.20   |          | mg/L  |
| 2405872     | ESW  | Spiked Blank     | Thiocyanate                         | 2023/06/05    |         | 103      | %     |
| 2405872     | ESW  | Method Blank     | Thiocyanate                         | 2023/06/05    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2405921     | CYU  | Spiked Blank     | Total Cyanide (CN)                  | 2023/06/03    |         | 90       | %     |
| 2405921     | CYU  | Method Blank     | Total Cyanide (CN)                  | 2023/06/03    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2405925     | CYU  | Spiked Blank     | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-) | 2023/06/05    |         | 88       | %     |
| 2405925     | CYU  | Method Blank     | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-) | 2023/06/05    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2406112     | HGU  | Spiked Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/06/02    |         | 93       | %     |
| 2406112     | HGU  | Method Blank     | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/06/02    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2406337     | ESW  | Spiked Blank     | Thiosulfate                         | 2023/06/05    |         | 96       | %     |
| 2406337     | ESW  | Method Blank     | Thiosulfate                         | 2023/06/05    | <0.13   |          | mg/L  |
| 2406993     | CTU  | Matrix Spike     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | NC       | %     |
| 2406993     | CTU  | QC Standard      | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | 96       | %     |
| 2406993     | CTU  | Spiked Blank     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | 97       | %     |
| 2406993     | CTU  | Method Blank     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2406994     | CTU  | Matrix Spike     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | NC       | %     |
| 2406994     | CTU  | QC Standard      | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | 98       | %     |
| 2406994     | CTU  | Spiked Blank     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    |         | 113      | %     |
| 2406994     | CTU  | Method Blank     | Nitrogen (N)                        | 2023/06/02    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2407250     | ZLI  | Spiked Blank     | Fluoride (F)                        | 2023/06/07    |         | 104      | %     |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Init | QC Type      | Parameter    | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|--------------|--------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2407250                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | ZLI  | Method Blank | Fluoride (F) | 2023/06/07    | <0.10 |          | mg/L  |
| <p>RDL = Reportable Detection Limit</p> <p>Matrix Spike: A sample to which a known amount of the analyte of interest has been added. Used to evaluate sample matrix interference.</p> <p>QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.</p> <p>Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.</p> <p>Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.</p> <p>NC (Matrix Spike): The recovery in the matrix spike was not calculated. The relative difference between the concentration in the parent sample and the spike amount was too small to permit a reliable recovery calculation (matrix spike concentration was less than the native sample concentration)</p> |      |              |              |               |       |          |       |



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/06/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

Ghayasuddin Khan, M.Sc., P.Chem., QP, Scientific Specialist, Inorganics

Frédéric Arnau, B.Sc., Chemist, Montreal, Scientific Service Specialist

Faouzi Sarsi, B.Sc. Chemist, Montréal, SR Analyst

Jonathan Fauvel, B.Sc., Chemist, Montreal, Scientific Specialist

Michelina Cinquino, Analyst II

Mira El Masri, M.Sc. Chemist, Montréal, Analyst II

Veronic Beausejour, B.Sc., Chemist, Supervisor



Bureau Veritas Job #: C324033  
Report Date: 2023/05/16

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### VALIDATION SIGNATURE PAGE(CONT'D)

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:



*Shu Yang*

Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by [0], [1] responsible for [2] [3] laboratory operations.



#### F.4. R1/P4

[illegible]





Your P.O. #: OL-1183515  
 Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N/A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn - Noranda, QC  
 Canada JOY 1C0

Report Date: 2023/02/15  
 Report #: R2825650  
 Version: 1 - Final

**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C304330**

Received: 2023/02/02, 08:45

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 6

| Analyses                                | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|-----------------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Total Alkalinity (pH end point 4.5)     | 3        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00038     | SM 23 2320-B m       |
| Anions in water                         | 3        | N/A               | 2023/02/02       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| Weak Acid Dissociable Cyanides          | 3        | 2023/02/03        | 2023/02/09       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Total Cyanide                           | 3        | 2023/02/03        | 2023/02/03       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Chemical Oxygen Demand                  | 1        | 2023/02/15        | 2023/02/15       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Chemical Oxygen Demand                  | 3        | 2023/02/08        | 2023/02/08       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Conductivity                            | 3        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00038     | SM 23 2510-B m       |
| Cyanates                                | 5        | N/A               | 2023/02/07       | STL SOP-00010     | MA.315-CNO 1.1 R3 m  |
| Dissolved Organic Carbon (2)            | 3        | 2023/02/03        | 2023/02/07       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Fluoride                                | 3        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Total Suspended Solids                  | 3        | 2023/02/06        | 2023/02/06       | STL SOP-00015     | MA.104-S.S. 2.0 m    |
| Dissolved Metals (Low DL)- lab filtered | 1        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered | 2        | N/A               | 2023/02/06       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals by ICP         | 1        | 2023/02/03        | 2023/02/07       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals by ICP         | 2        | 2023/02/06        | 2023/02/06       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Ammonia Nitrogen                        | 3        | N/A               | 2023/02/07       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Nitrates(NO3-), Nitrites(NO2-)-water    | 3        | N/A               | 2023/02/02       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| pH in water                             | 3        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00038     | MA.100-pH 1.1 R3 m   |
| Ortho Phosphate                         | 3        | N/A               | 2023/02/02       | STL SOP-00008     | MA.303-P 1.1 R2 m    |
| Total Dissolved Solids                  | 3        | 2023/02/07        | 2023/02/07       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Thiocyanates                            | 2        | N/A               | 2023/02/02       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Thiocyanates                            | 1        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Thiosalts + Thiosalt Species (1)  | 3        | N/A               | N/A              |                   |                      |
| Thiosulfates                            | 3        | N/A               | 2023/02/03       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Total Nitrogen                          | 4        | 2023/02/07        | 2023/02/07       | STL SOP-00077     | MOE:TOTNUT-E3516v1.3 |
| Total Nitrogen                          | 1        | 2023/02/07        | 2023/02/08       | STL SOP-00077     | MOE:TOTNUT-E3516v1.3 |
| Total Organic Carbon (3)                | 3        | N/A               | 2023/02/08       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau



Your P.O. #: OL-1183515  
 Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: N/A

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada JOY 1C0

**Report Date: 2023/02/15**  
**Report #: R2825650**  
**Version: 1 - Final**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C304330**

**Received: 2023/02/02, 08:45**

Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as CCME, MELCC, EPA, APHA.

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

Note: RPDs calculated using raw data. The rounding of final results may result in the apparent difference.

(1) This test was performed by SGS Canada Inc - Lakefield, 185 Concession St., Lakefield, ON, K0L2H0

(2) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC

(3) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.

**Encryption Key**

Josue Moran  
 Project Manager  
 14 Feb 2023 12:48:07

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Josue Moran, Project Manager

Email: josue.moran@bureauveritas.com

Phone# (514) 448-9001

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       | LK7024                   | LK7025     |          | LK7026        |      |          |
|----------------------------------|-------|--------------------------|------------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2023/02/01               | 2023/02/01 |          | 2023/02/01    |      |          |
|                                  | Units | RAW WATER ST19<br>(SEPT) | FEED MBBR  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS ICP-MS</b>             |       |                          |            |          |               |      |          |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | <10                      | 12         | 2375142  | 150           | 10   | 2374889  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 18                       | 12         | 2375142  | 8.8           | 1.0  | 2374889  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 2375142  | <0.10         | 0.10 | 2374889  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 320                      | 7.0        | 2375142  | 5.9           | 0.30 | 2374889  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 53                       | 42         | 2375142  | 46            | 2.0  | 2374889  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | <0.40                    | <0.40      | 2375142  | <0.40         | 0.40 | 2374889  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 290                      | 280        | 2375142  | 250           | 20   | 2374889  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | <0.20                    | <0.20      | 2375142  | <0.20         | 0.20 | 2374889  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | 0.65                     | 0.67       | 2375142  | <0.50         | 0.50 | 2374889  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 15                       | 6.3        | 2375142  | 1.3           | 0.50 | 2374889  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | <1.0                     | <1.0       | 2375142  | 7.8           | 1.0  | 2374889  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | <60                      | <60        | 2375142  | 170           | 60   | 2374889  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | <10                      | <10        | 2375142  | <10           | 10   | 2374889  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 6.4                      | 20         | 2375142  | 51            | 0.40 | 2374889  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 100                      | 88         | 2375142  | 76            | 0.50 | 2374889  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | 0.13                     | <0.10      | 2375142  | <0.10         | 0.10 | 2374889  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 230                      | 1.6        | 2375142  | 2.3           | 1.0  | 2374889  |
| Phosphorus                       | ug/L  | <10                      | <10        | 2375142  | 63            | 10   | 2374889  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 2375142  | <0.10         | 0.10 | 2374889  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 180                      | 180        | 2375142  | 31            | 1.0  | 2374889  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | 1800                     | 1700       | 2375142  | 1800          | 2.0  | 2374889  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2375142  | <2.0          | 2.0  | 2374889  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 10                       | 7.5        | 2375142  | 2.8           | 1.0  | 2374889  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | <10                      | <10        | 2375142  | <10           | 10   | 2374889  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2375142  | <2.0          | 2.0  | 2374889  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 5.8                      | 6.7        | 2375142  | 6.0           | 5.0  | 2374889  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                          |            |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |                          |            |          |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |                          |            |          |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                          |       | LK7024                   | LK7025     |      |          | LK7026        |      |          |
|------------------------------------------------------------|-------|--------------------------|------------|------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                                              |       | 2023/02/01               | 2023/02/01 |      |          | 2023/02/01    |      |          |
|                                                            | Units | RAW WATER ST19<br>(SEPT) | FEED MBBR  | RDL  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| <b>METALS</b>                                              |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| Aluminum (Al)                                              | ug/L  | 15                       | 11         | 10   | 2375110  | 18            | 10   | 2375043  |
| Antimony (Sb)                                              | ug/L  | 18                       | 13         | 1.0  | 2375110  | 9.1           | 1.0  | 2375043  |
| Silver (Ag)                                                | ug/L  | <1.0                     | <1.0       | 1.0  | 2375110  | <1.0          | 1.0  | 2375043  |
| Arsenic (As)                                               | ug/L  | 320                      | 8.3        | 1.0  | 2375110  | 6.8           | 1.0  | 2375043  |
| Barium (Ba)                                                | ug/L  | 55                       | 44         | 2.0  | 2375110  | 40            | 2.0  | 2375043  |
| Beryllium (Be)                                             | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2375110  | <2.0          | 2.0  | 2375043  |
| Boron (B) †                                                | ug/L  | 300                      | 300        | 50   | 2375110  | 250           | 50   | 2375043  |
| Cadmium (Cd)                                               | ug/L  | 0.51                     | <0.20      | 0.20 | 2375110  | <0.20         | 0.20 | 2375043  |
| Chromium (Cr)                                              | ug/L  | <5.0                     | <5.0       | 5.0  | 2375110  | <5.0          | 5.0  | 2375043  |
| Copper (Cu)                                                | ug/L  | 21 (1)                   | 2.2 (1)    | 2.1  | 2375110  | 2.7           | 1.0  | 2375043  |
| Tin (Sn)                                                   | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2375110  | <2.0          | 2.0  | 2375043  |
| Iron (Fe)                                                  | ug/L  | <60                      | <60        | 60   | 2375110  | 340           | 60   | 2375043  |
| Lithium (Li) ††                                            | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2375110  | <10           | 10   | 2375043  |
| Manganese (Mn)                                             | ug/L  | 7.1                      | 24         | 1.0  | 2375110  | 51            | 1.0  | 2375043  |
| Mercury (Hg)                                               | ug/L  | <0.10                    | <0.10      | 0.10 | 2375110  | <0.10         | 0.10 | 2375043  |
| Molybdenum (Mo)                                            | ug/L  | 110                      | 94         | 1.0  | 2375110  | 73            | 1.0  | 2375043  |
| Nickel (Ni)                                                | ug/L  | 230                      | 9.9        | 2.0  | 2375110  | 3.3           | 2.0  | 2375043  |
| Total phosphorous                                          | ug/L  | <10                      | 19         | 10   | 2375110  | 520           | 10   | 2375043  |
| Lead (Pb)                                                  | ug/L  | <0.50                    | <0.50      | 0.50 | 2375110  | <0.50         | 0.50 | 2375043  |
| Selenium (Se)                                              | ug/L  | 190                      | 190        | 3.0  | 2375110  | 40            | 3.0  | 2375043  |
| Strontium (Sr) †                                           | ug/L  | 1900                     | 1800       | 2.0  | 2375110  | 1500          | 2.0  | 2375043  |
| Thallium (Tl)                                              | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2375110  | <2.0          | 2.0  | 2375043  |
| Titanium (Ti) ††                                           | ug/L  | <10                      | <10        | 10   | 2375110  | <10           | 10   | 2375043  |
| Uranium (U) ††                                             | ug/L  | 11                       | 7.8        | 1.0  | 2375110  | 2.6           | 1.0  | 2375043  |
| Vanadium (V)                                               | ug/L  | <2.0                     | <2.0       | 2.0  | 2375110  | <2.0          | 2.0  | 2375043  |
| Zinc (Zn)                                                  | ug/L  | 7.3                      | <7.0       | 7.0  | 2375110  | 52            | 7.0  | 2375043  |
| RDL = Reportable Detection Limit                           |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                           |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| † Parameter is not accredited                              |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| †† Parameter is not accreditable                           |       |                          |            |      |          |               |      |          |
| (1) The detection limit was raised due to instrumentation. |       |                          |            |      |          |               |      |          |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                        |       | LK7024                | LK7024                        | LK7025     |        |          |
|--------------------------------------------------------------------------|-------|-----------------------|-------------------------------|------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                            |       | 2023/02/01            | 2023/02/01                    | 2023/02/01 |        |          |
|                                                                          | Units | RAW WATER ST19 (SEPT) | RAW WATER ST19 (SEPT) Lab-Dup | FEED M8BR  | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                     |       |                       |                               |            |        |          |
| COD                                                                      | mg/L  | 360                   | N/A                           | 340        | 5.0    | 2375603  |
| Conductivity                                                             | mS/cm | 5.0                   | N/A                           | 5.1        | 0.0010 | 2374743  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                              | mg/L  | 17                    | N/A                           | 13         | 0.050  | 2374830  |
| Dissolved organic carbon †                                               | mg/L  | 68                    | N/A                           | 67         | 1.0    | 2374880  |
| Fluoride (F)                                                             | mg/L  | 0.13                  | N/A                           | <0.10      | 0.10   | 2374956  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                               | mg/L  | 14                    | N/A                           | 14         | 0.20   | 2374698  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                               | mg/L  | 0.29                  | N/A                           | 0.36       | 0.20   | 2374698  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> ) | mg/L  | 52                    | N/A                           | 53         | 0.10   | 2375516  |
| Orthophosphate (P)                                                       | mg/L  | 0.054                 | N/A                           | <0.050     | 0.050  | 2374702  |
| pH                                                                       | pH    | 7.89                  | 7.86                          | 7.76       | N/A    | 2374733  |
| Thiocyanate                                                              | mg/L  | 280                   | N/A                           | 270        | 8.5    | 2374706  |
| Thiosulfate                                                              | mg/L  | <1.3                  | N/A                           | <1.3       | 1.3    | 2374832  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                              | mg/L  | N/A                   | N/A                           | 140        | 4.0    | 2375424  |
| Total Cyanide (CN)                                                       | mg/L  | 0.063                 | N/A                           | 0.057      | 0.0030 | 2374925  |
| Total Organic Carbon                                                     | mg/L  | 67                    | 66                            | 66         | 1.0    | 2375320  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                         | mg/L  | 0.040                 | N/A                           | 0.038      | 0.0030 | 2374968  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                        | mg/L  | 110                   | N/A                           | 78         | 1.0    | 2374742  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                               | mg/L  | 2.5                   | N/A                           | 2.6        | 1.0    | 2374699  |
| Chloride (Cl)                                                            | mg/L  | 220                   | N/A                           | 220        | 0.50   | 2374699  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                              | mg/L  | 2000                  | N/A                           | 2100       | 5.0    | 2374699  |
| Total Dissolved Solids                                                   | mg/L  | 4000                  | N/A                           | 4000       | 10     | 2375488  |
| Total suspended solids (TSS)                                             | mg/L  | 2.0                   | N/A                           | 8.0        | 2.0    | 2375176  |
| RDL = Reportable Detection Limit                                         |       |                       |                               |            |        |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                                         |       |                       |                               |            |        |          |
| N/A = Not Applicable                                                     |       |                       |                               |            |        |          |
| † Parameter is not accreditable                                          |       |                       |                               |            |        |          |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       | LK7026        | LK7027      | LK7068      |          | LK7069        |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|---------------|-------------|-------------|----------|---------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       | 2023/02/01    | 2023/02/01  | 2023/02/01  |          | 2023/02/01    |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | TREATED WATER | SCN REACTOR | NIT REACTOR | QC Batch | DENIT REACTOR | RDL    | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                                                                            |       |               |             |             |          |               |        |          |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | 200           | N/A         | N/A         | 2375603  | 480           | 5.0    | 2377179  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | 4.9           | N/A         | N/A         | 2374743  | N/A           | 0.0010 | N/A      |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | <0.050        | <0.050      | <0.050      | 2374830  | N/A           | 0.050  | N/A      |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | 27            | N/A         | N/A         | 2374880  | N/A           | 0.40   | N/A      |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | <0.10         | N/A         | N/A         | 2374956  | N/A           | 0.10   | N/A      |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | <0.20         | N/A         | N/A         | 2374698  | N/A           | 0.20   | N/A      |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | <0.20         | N/A         | N/A         | 2374698  | N/A           | 0.20   | N/A      |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 12            | N/A         | N/A         | 2375516  | N/A           | 0.020  | N/A      |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | <0.050        | N/A         | N/A         | 2374702  | N/A           | 0.050  | N/A      |
| pH                                                                                                                              | pH    | 7.97          | N/A         | N/A         | 2374733  | N/A           | N/A    | N/A      |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | <0.17         | N/A         | N/A         | 2374831  | N/A           | 0.17   | N/A      |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | <0.13         | N/A         | N/A         | 2374832  | N/A           | 0.13   | N/A      |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                                                                                     | mg/L  | 16            | 88          | 7.5         | 2375424  | 23            | 0.40   | 2375424  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | 0.038         | N/A         | N/A         | 2374925  | N/A           | 0.0030 | N/A      |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | 50            | N/A         | N/A         | 2375320  | N/A           | 1.0    | N/A      |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.029         | N/A         | N/A         | 2374968  | N/A           | 0.0030 | N/A      |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | 310           | N/A         | N/A         | 2374742  | N/A           | 1.0    | N/A      |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | 2.2           | N/A         | N/A         | 2374699  | N/A           | 1.0    | N/A      |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 180           | N/A         | N/A         | 2374699  | N/A           | 0.50   | N/A      |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | 2100          | N/A         | N/A         | 2374699  | N/A           | 5.0    | N/A      |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | 3900          | N/A         | N/A         | 2375488  | N/A           | 10     | N/A      |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | 42            | N/A         | N/A         | 2375176  | N/A           | 2.0    | N/A      |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |               |             |             |          |               |        |          |





Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

Cyanates: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7027  
Total Nitrogen: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7027  
Cyanates: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7068  
Total Nitrogen: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7068  
Chemical Oxygen Demand: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7069  
Total Nitrogen: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LK7069  
**DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)**  
Sample LK7026 was filtered in the laboratory prior to analyzing for metals.  
**CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)**  
Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.  
Thiosulfate: Detection limit raised due to matrix interference. LK7024, LK7025  
Nitrate and Nitrite: Due to the sample matrix, a better detection limit cannot be reported. LK7026  
TOC<DOC: Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent. LK7024, LK7025  
**Results relate only to the items tested.**



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                       | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2374698     | GXL  | Spiked Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2023/02/02    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2023/02/02    |         | 91       | %     |
| 2374698     | GXL  | Method Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | 2023/02/02    | <0.020  |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrites (N-NO <sub>2</sub> -)                  | 2023/02/02    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2374699     | GXL  | Spiked Blank | Bromide (Br-)                                   | 2023/02/02    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Chloride (Cl)                                   | 2023/02/02    |         | 95       | %     |
|             |      |              | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                     | 2023/02/02    |         | 97       | %     |
| 2374699     | GXL  | Method Blank | Bromide (Br-)                                   | 2023/02/02    | <0.10   |          | mg/L  |
|             |      |              | Chloride (Cl)                                   | 2023/02/02    | <0.050  |          | mg/L  |
|             |      |              | Sulfates (SO <sub>4</sub> )                     | 2023/02/02    | <0.50   |          | mg/L  |
| 2374702     | CLO  | QC Standard  | Orthophosphate (P)                              | 2023/02/02    |         | 98       | %     |
| 2374702     | CLO  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                              | 2023/02/02    |         | 96       | %     |
| 2374702     | CLO  | Method Blank | Orthophosphate (P)                              | 2023/02/02    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2374706     | GXL  | Spiked Blank | Thiocyanate                                     | 2023/02/02    |         | 101      | %     |
| 2374706     | GXL  | Method Blank | Thiocyanate                                     | 2023/02/02    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2374733     | ZLI  | Spiked Blank | pH                                              | 2023/02/03    |         | 101      | %     |
| 2374742     | ZLI  | Spiked Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
| 2374742     | ZLI  | Method Blank | Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 | 2023/02/03    | <1.0    |          | mg/L  |
| 2374743     | ZLI  | Spiked Blank | Conductivity                                    | 2023/02/03    |         | 95       | %     |
| 2374743     | ZLI  | Method Blank | Conductivity                                    | 2023/02/03    | <0.0010 |          | mS/cm |
| 2374830     | GXL  | Spiked Blank | Cyanate (CNO-)                                  | 2023/02/07    |         | 109      | %     |
| 2374830     | GXL  | Method Blank | Cyanate (CNO-)                                  | 2023/02/07    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2374831     | GXL  | Spiked Blank | Thiocyanate                                     | 2023/02/03    |         | 99       | %     |
| 2374831     | GXL  | Method Blank | Thiocyanate                                     | 2023/02/03    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2374832     | GXL  | Spiked Blank | Thiosulfate                                     | 2023/02/03    |         | 99       | %     |
| 2374832     | GXL  | Method Blank | Thiosulfate                                     | 2023/02/03    | <0.13   |          | mg/L  |
| 2374880     | BAG  | Spiked Blank | Dissolved organic carbon                        | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
| 2374880     | BAG  | Method Blank | Dissolved organic carbon                        | 2023/02/03    | <0.20   |          | mg/L  |
| 2374889     | CBO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                   | 2023/02/03    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                   | 2023/02/03    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                     | 2023/02/03    |         | 93       | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                    | 2023/02/03    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                     | 2023/02/03    |         | 110      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                  | 2023/02/03    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                       | 2023/02/03    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                    | 2023/02/03    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                   | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                     | 2023/02/03    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                        | 2023/02/03    |         | 107      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                       | 2023/02/03    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                    | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                  | 2023/02/03    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                 | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                    | 2023/02/03    |         | 107      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                                     | 2023/02/03    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Phosphorus                                      | 2023/02/03    |         | 94       | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                                       | 2023/02/03    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)                                   | 2023/02/03    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                                  | 2023/02/03    |         | 107      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                                   | 2023/02/03    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                                     | 2023/02/03    |         | 104      | %     |





Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT (CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                        | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|--------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2374889     | CBO  | Method Blank | Titanium (Ti)                                    | 2023/02/03    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                                     | 2023/02/03    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                                        | 2023/02/03    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Aluminum (Al)                                    | 2023/02/03    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2023/02/03    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)                                      | 2023/02/03    | <0.10   |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)                                     | 2023/02/03    | <0.30   |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)                                      | 2023/02/03    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                   | 2023/02/03    | <0.40   |          | ug/L  |
|             |      |              | Boron (B)                                        | 2023/02/03    | <20     |          | ug/L  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                     | 2023/02/03    | <0.20   |          | ug/L  |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                    | 2023/02/03    | <0.50   |          | ug/L  |
|             |      |              | Copper (Cu)                                      | 2023/02/03    | <0.50   |          | ug/L  |
|             |      |              | Tin (Sn)                                         | 2023/02/03    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Iron (Fe)                                        | 2023/02/03    | <60     |          | ug/L  |
|             |      |              | Lithium (Li)                                     | 2023/02/03    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                   | 2023/02/03    | <0.40   |          | ug/L  |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                  | 2023/02/03    | <0.50   |          | ug/L  |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                     | 2023/02/03    | <0.10   |          | ug/L  |
|             |      |              | Nickel (Ni)                                      | 2023/02/03    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Phosphorus                                       | 2023/02/03    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Lead (Pb)                                        | 2023/02/03    | <0.10   |          | ug/L  |
|             |      |              | Selenium (Se)                                    | 2023/02/03    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Strontium (Sr)                                   | 2023/02/03    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Thallium (Tl)                                    | 2023/02/03    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Uranium (U)                                      | 2023/02/03    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Titanium (Ti)                                    | 2023/02/03    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Vanadium (V)                                     | 2023/02/03    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Zinc (Zn)                                        | 2023/02/03    | <5.0    |          | ug/L  |
| 2374925     | DMI  | Spiked Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2023/02/03    |         | 103      | %     |
| 2374925     | DMI  | Method Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2023/02/03    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2374956     | ZLI  | Spiked Blank | Fluoride (F)                                     | 2023/02/03    |         | 94       | %     |
| 2374956     | ZLI  | Method Blank | Fluoride (F)                                     | 2023/02/03    | <0.10   |          | mg/L  |
| 2374968     | DMI  | Spiked Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2023/02/09    |         | 99       | %     |
| 2374968     | DMI  | Method Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2023/02/09    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2375043     | STS  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                    | 2023/02/07    |         | 91       | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2023/02/07    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                      | 2023/02/07    |         | 79 (1)   | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                     | 2023/02/07    |         | 94       | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                      | 2023/02/07    |         | 92       | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                   | 2023/02/07    |         | 95       | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                        | 2023/02/07    |         | 97       | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                     | 2023/02/07    |         | 97       | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                    | 2023/02/07    |         | 94       | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                      | 2023/02/07    |         | 88       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                         | 2023/02/07    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                        | 2023/02/07    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                     | 2023/02/07    |         | 89       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                   | 2023/02/07    |         | 92       | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                     | 2023/02/07    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                  | 2023/02/07    |         | 94       | %     |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: CL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value           | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------|---------------|-----------------|----------|-------|
| 2375043        | STS  | Method Blank | Nickel (Ni)       | 2023/02/07    |                 | 92       | %     |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/02/07    |                 | 93       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/02/07    |                 | 93       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/02/07    |                 | 97       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/02/07    |                 | 95       | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/02/07    |                 | 89       | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/02/07    |                 | 89       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/02/07    |                 | 90       | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/02/07    |                 | 90       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/02/07    |                 | 92       | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)     | 2023/02/07    | <10             |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/02/07    | <50             |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/02/07    | <0.20           |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/02/07    | <5.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/02/07    | <60             |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/02/07    | <10             |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/02/07    | <0.10           |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/02/07    | <10             |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/02/07    | 18,<br>RDL=0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/02/07    | <3.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/02/07    | <10             |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/02/07    | <1.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/02/07    | <2.0            |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/02/07    | 10,<br>RDL=7.0  |          | ug/L  |
| 2375110        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2023/02/06    |                 | 99       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/02/06    |                 | 99       | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/02/06    |                 | 95       | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/02/06    |                 | 96       | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/02/06    |                 | 95       | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/02/06    |                 | 98       | %     |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/02/06    |                 | 102      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/02/06    |                 | 96       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/02/06    |                 | 96       | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/02/06    |                 | 94       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/02/06    |                 | 98       | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/02/06    |                 | 103      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/02/06    |                 | 93       | %     |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter         | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------|---------------|-------|----------|-------|
| 2375110        | ZEO  | Method Blank | Manganese (Mn)    | 2023/02/06    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/02/06    |       | 108      | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/02/06    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/02/06    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/02/06    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/02/06    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/02/06    |       | 99       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/02/06    |       | 98       | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/02/06    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/02/06    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/02/06    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/02/06    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/02/06    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)     | 2023/02/06    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/02/06    | <50   |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/02/06    | <0.20 |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/02/06    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/02/06    | <2.1  |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/02/06    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)      | 2023/02/06    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)    | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)      | 2023/02/06    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)   | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)       | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous | 2023/02/06    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)         | 2023/02/06    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)     | 2023/02/06    | <3.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)    | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)     | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)     | 2023/02/06    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)       | 2023/02/06    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)      | 2023/02/06    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)         | 2023/02/06    | <7.0  |          | ug/L  |
| 2375142        | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)     | 2023/02/06    |       | 96       | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)     | 2023/02/06    |       | 95       | %     |
|                |      |              | Silver (Ag)       | 2023/02/06    |       | 90       | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)      | 2023/02/06    |       | 92       | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)       | 2023/02/06    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)    | 2023/02/06    |       | 93       | %     |
|                |      |              | Boron (B)         | 2023/02/06    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)      | 2023/02/06    |       | 92       | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)     | 2023/02/06    |       | 91       | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)       | 2023/02/06    |       | 87       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)          | 2023/02/06    |       | 94       | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)         | 2023/02/06    |       | 97       | %     |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                           | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|-------------------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2375142     | ZEO  | Method Blank | Lithium (Li)                        | 2023/02/06    |                   | 89       | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                      | 2023/02/06    |                   | 89       | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                     | 2023/02/06    |                   | 92       | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                        | 2023/02/06    |                   | 100      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                         | 2023/02/06    |                   | 89       | %     |
|             |      |              | Phosphorus                          | 2023/02/06    |                   | 95       | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                           | 2023/02/06    |                   | 90       | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)                       | 2023/02/06    |                   | 95       | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                      | 2023/02/06    |                   | 93       | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                       | 2023/02/06    |                   | 89       | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                         | 2023/02/06    |                   | 90       | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)                       | 2023/02/06    |                   | 88       | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                        | 2023/02/06    |                   | 89       | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                           | 2023/02/06    |                   | 91       | %     |
|             |      |              | Aluminum (Al)                       | 2023/02/06    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)                       | 2023/02/06    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)                         | 2023/02/06    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)                        | 2023/02/06    | <0.30             |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)                         | 2023/02/06    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)                      | 2023/02/06    | <0.40             |          | ug/L  |
|             |      |              | Boron (B)                           | 2023/02/06    | <20               |          | ug/L  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                        | 2023/02/06    | <0.20             |          | ug/L  |
|             |      |              | Chromium (Cr)                       | 2023/02/06    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |              | Copper (Cu)                         | 2023/02/06    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |              | Tin (Sn)                            | 2023/02/06    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Iron (Fe)                           | 2023/02/06    | <60               |          | ug/L  |
|             |      |              | Lithium (Li)                        | 2023/02/06    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |              | Manganese (Mn)                      | 2023/02/06    | <0.40             |          | ug/L  |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                     | 2023/02/06    | <0.50             |          | ug/L  |
|             |      |              | Mercury (Hg)                        | 2023/02/06    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |              | Nickel (Ni)                         | 2023/02/06    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Phosphorus                          | 2023/02/06    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |              | Lead (Pb)                           | 2023/02/06    | <0.10             |          | ug/L  |
|             |      |              | Selenium (Se)                       | 2023/02/06    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Strontium (Sr)                      | 2023/02/06    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Thallium (Tl)                       | 2023/02/06    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Uranium (U)                         | 2023/02/06    | <1.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Titanium (Ti)                       | 2023/02/06    | <10               |          | ug/L  |
|             |      |              | Vanadium (V)                        | 2023/02/06    | <2.0              |          | ug/L  |
|             |      |              | Zinc (Zn)                           | 2023/02/06    | <5.0              |          | ug/L  |
| 2375176     | HGU  | Spiked Blank | Total suspended solids (TSS)        | 2023/02/06    |                   | 98       | %     |
| 2375176     | HGU  | Method Blank | Total suspended solids (TSS)        | 2023/02/06    | <2.0              |          | mg/L  |
| 2375320     | BAG  | Spiked Blank | Total Organic Carbon                | 2023/02/07    |                   | 108      | %     |
| 2375320     | BAG  | Method Blank | Total Organic Carbon                | 2023/02/07    | 0.22,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |
| 2375424     | SKL  | Spiked Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen         | 2023/02/08    |                   | 104      | %     |
| 2375424     | SKL  | Method Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen         | 2023/02/07    | <0.40             |          | mg/L  |
| 2375488     | HGU  | Spiked Blank | Total Dissolved Solids              | 2023/02/07    |                   | 100      | %     |
| 2375488     | HGU  | Method Blank | Total Dissolved Solids              | 2023/02/07    | <10               |          | mg/L  |
| 2375516     | CLO  | Spiked Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/02/07    |                   | 94       | %     |
| 2375516     | CLO  | Method Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/02/07    | <0.020            |          | mg/L  |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | Init | QC Type          | Parameter | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|------------------|-----------|---------------|-------|----------|-------|
| 2375603                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | QC Standard      | COD       | 2023/02/08    |       | 100      | %     |
| 2375603                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Spiked Blank     | COD       | 2023/02/08    |       | 103      | %     |
| 2375603                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Spiked Blank DUP | COD       | 2023/02/08    |       | 104      | %     |
| 2375603                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Method Blank     | COD       | 2023/02/08    | <5.0  |          | mg/L  |
| 2377179                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | QC Standard      | COD       | 2023/02/15    |       | 100      | %     |
| 2377179                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Spiked Blank     | COD       | 2023/02/15    |       | 98       | %     |
| 2377179                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Spiked Blank DUP | COD       | 2023/02/15    |       | 100      | %     |
| 2377179                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | DY3  | Method Blank     | COD       | 2023/02/15    | <5.0  |          | mg/L  |
| <p>RDL = Reportable Detection Limit</p> <p>QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.</p> <p>Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.</p> <p>Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.</p> <p>(1) Recovery or relative percent difference (RPD) for this parameter is outside control limits. The overall quality control for this analysis meets acceptability criteria</p> |      |                  |           |               |       |          |       |



Bureau Veritas Job #: C304330  
Report Date: 2023/02/15

Agnico Eagle Mines Limited  
Site Location: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

Jonathan Fauvel, B.Sc., Chemist, Montreal, Manager of Inorganics



Michelina Cinquino, Analyst II



Mira El Masri, M.Sc. Chemist, Montréal, Analyst II



Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by (0), (1) responsible for (2) (3) laboratory operations.







Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: n/a

**Attention: Thomas Genty**

Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada J0Y 1C0

Report Date: 2023/05/26  
 Report #: R2847093  
 Version: 2 - Partial

**CERTIFICATE OF ANALYSIS – PARTIAL RESULTS**

BUREAU VERITAS JOB #: C315520

Received: 2023/04/14, 08:10

Sample Matrix: Surface Water  
 # Samples Received: 6

| Analyses                                                       | Quantity | Date<br>Extracted | Date<br>Analyzed | Laboratory Method | Analytical Method    |
|----------------------------------------------------------------|----------|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|
| Total Alkalinity (end point 4.5)-waters                        | 3        | N/A               | 2023/04/14       | STL SOP-00038     | SM 23 2320-B m       |
| Anions in water                                                | 3        | N/A               | 2023/04/15       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| Weak Acid Dissociable Cyanides-waters                          | 3        | 2023/04/19        | 2023/04/19       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Total Cyanide in waters                                        | 3        | 2023/04/19        | 2023/04/20       | STL SOP-00035     | MA300-CN 1.2 R4 m    |
| Chemical Oxygen Demand                                         | 4        | 2023/04/20        | 2023/04/20       | STL SOP-00009     | MA315-DCO 1.1 R4 m   |
| Conductivity in waters                                         | 3        | N/A               | 2023/04/14       | STL SOP-00038     | SM 23 2510-B m       |
| Cyanates in waters                                             | 5        | N/A               | 2023/04/25       | STL SOP-00010     | MA.315-CNO 1.1 R3 m  |
| Dissolved Organic Carbon (2)                                   | 3        | 2023/04/15        | 2023/04/16       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Fluoride in waters                                             | 2        | N/A               | 2023/04/14       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Fluoride in waters                                             | 1        | N/A               | 2023/04/17       | STL SOP-00038     | SM 23 4500-F m       |
| Total Suspended Solids                                         | 3        | 2023/04/17        | 2023/04/19       | STL SOP-00015     | MA.104-S.S. 2.0 m    |
| Dissolved Metals (Low LD)-Filtered at BV                       | 1        | N/A               | 2023/04/20       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Dissolved Metals (Low DL) site filtered                        | 2        | N/A               | 2023/04/21       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals                                       | 1        | 2023/04/20        | 2023/04/21       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Total Extractable Metals                                       | 2        | 2023/04/20        | 2023/04/24       | STL SOP-00062     | MA.200-Mét. 1.2 R7 m |
| Ammonia Nitrogen in water                                      | 3        | N/A               | 2023/04/20       | STL SOP-00040     | MA.300-N 2.0 R2 m    |
| Nitrates(NO <sub>3</sub> -), Nitrites(NO <sub>2</sub> -)-water | 3        | N/A               | 2023/04/15       | STL SOP-00014     | MA.300-Ions 1.3 R6 m |
| pH in water                                                    | 3        | N/A               | 2023/04/14       | STL SOP-00038     | MA.100-pH 1.1 R3 m   |
| Ortho Phosphate-water                                          | 3        | N/A               | 2023/04/14       | STL SOP-00003     | MA.303-P 1.1 R2 m    |
| Total Dissolved Solids                                         | 3        | 2023/04/17        | 2023/04/18       | STL SOP-00050     | MA.115-S.D. 1.0 R4 m |
| Thiocyanates-water                                             | 3        | N/A               | 2023/04/25       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Thiosulfates-water                                             | 3        | N/A               | 2023/04/26       | STL SOP-00010     | MA.304-Ions 1.1 R1 m |
| Tot. Kjeldahl Nitrogen(calculation)-water                      | 5        | 2023/04/19        | 2023/04/19       | STL SOP-00077     | MOE:TOTNUT-E3516v1.3 |
| Total Organic Carbon-water (3)                                 | 3        | N/A               | 2023/04/16       | STL SOP-00243     | SM 23 5310-B m       |
| Nitrogen (total available) (1)                                 | 1        | 2023/04/19        | 2023/04/19       | AB SOP-00093      | SM 24 4500-N C m     |
| Nitrogen (total available) (1)                                 | 4        | 2023/04/19        | 2023/04/20       | AB SOP-00093      | SM 24 4500-N C m     |

**Remarks:**

Bureau Veritas is accredited to ISO/IEC 17025 for specific parameters on scopes of accreditation. Unless otherwise noted, procedures used by Bureau Veritas are based upon recognized Provincial, Federal or US method compendia such as CCME, MELCC, EPA, APHA.





Your P.O. #: OL-1183515  
 Your Project #: MEADOWBANK DIVISION  
 Your C.O.C. #: n/a

**Attention: Thomas Genty**  
 Agnico Eagle Mines Limited  
 CSD  
 10200 route de Preissac  
 Rouyn-Noranda, QC  
 Canada JOY 1C0

**Report Date: 2023/05/26**  
**Report #: R2847093**  
**Version: 2 - Partial**

### **CERTIFICATE OF ANALYSIS – PARTIAL RESULTS**

**BUREAU VERITAS JOB #: C315520**

**Received: 2023/04/14, 08:10**

All work recorded herein has been done in accordance with procedures and practices ordinarily exercised by professionals in Bureau Veritas' profession using accepted testing methodologies, quality assurance and quality control procedures (except where otherwise agreed by the client and Bureau Veritas in writing). All data is in statistical control and has met quality control and method performance criteria unless otherwise noted. All method blanks are reported; unless indicated otherwise, associated sample data are not blank corrected. Where applicable, unless otherwise noted, Measurement Uncertainty has not been accounted for when stating conformity to the referenced standard.

Bureau Veritas liability is limited to the actual cost of the requested analyses, unless otherwise agreed in writing. There is no other warranty expressed or implied. Bureau Veritas has been retained to provide analysis of samples provided by the Client using the testing methodology referenced in this report. Interpretation and use of test results are the sole responsibility of the Client and are not within the scope of services provided by Bureau Veritas, unless otherwise agreed in writing. Bureau Veritas is not responsible for the accuracy or any data impacts, that result from the information provided by the customer or their agent.

Solid sample results, except biota, are based on dry weight unless otherwise indicated. Organic analyses are not recovery corrected except for isotope dilution methods.

Results relate to samples tested. When sampling is not conducted by Bureau Veritas, results relate to the supplied samples tested.

This Certificate shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

Reference Method suffix "m" indicates test methods incorporate validated modifications from specific reference methods to improve performance.

(1) This test was performed by Bureau Veritas Calgary, 4000 19 St NE, Calgary, AB, T2E 6P8

(2) DOC present in the sample should be considered as non-purgeable DOC

(3) TOC present in the sample should be considered as non-purgeable TOC

Note: All parameters included in the present certificate are accredited by the MELCC unless stated otherwise.

Encryption Key

Josue Moran  
 Project Manager  
 26 May 2023 09:48:30

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to:

Josue Moran, Project Manager

Email: josue.moran@bureauveritas.com

Phone# (514) 448-9001

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by Aglaia Yannakis, General Manager responsible for Quebec Environmental laboratory operations.



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                |       | LP1613            | LP1614     |      |          | LP1615        |      |          |
|----------------------------------|-------|-------------------|------------|------|----------|---------------|------|----------|
| Sampling Date                    |       | 2023/04/13        | 2023/04/13 |      |          | 2023/04/13    |      |          |
| COC Number                       |       | n/a               | n/a        |      |          | n/a           |      |          |
|                                  | Units | RAW WATER<br>ST19 | FEED MBBR  | RDL  | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch |
| Aluminum (Al) †                  | ug/L  | <10               | <10        | 10   | 2392196  | <10           | 10   | 2390974  |
| Antimony (Sb)                    | ug/L  | 18                | 13         | 1.0  | 2392196  | 6.1           | 1.0  | 2390974  |
| Silver (Ag) †                    | ug/L  | <0.10             | <0.10      | 0.10 | 2392196  | <0.10         | 0.10 | 2390974  |
| Arsenic (As)                     | ug/L  | 210               | 6.1        | 0.30 | 2392196  | 5.4           | 0.30 | 2390974  |
| Barium (Ba)                      | ug/L  | 66                | 61         | 2.0  | 2392196  | 32            | 2.0  | 2390974  |
| Beryllium (Be) †                 | ug/L  | <0.40             | <0.40      | 0.40 | 2392196  | <0.40         | 0.40 | 2390974  |
| Bismuth (Bi) †                   | ug/L  | <0.25             | <0.25      | 0.25 | 2392196  | <0.25         | 0.25 | 2390974  |
| Boron (B)                        | ug/L  | 390               | 430        | 20   | 2392196  | 260           | 20   | 2390974  |
| Cadmium (Cd)                     | ug/L  | <0.20             | <0.20      | 0.20 | 2392196  | <0.20         | 0.20 | 2390974  |
| Calcium (Ca)                     | ug/L  | 520000            | 510000     | 300  | 2392196  | 350000        | 300  | 2390974  |
| Chromium (Cr)                    | ug/L  | <0.50             | 0.53       | 0.50 | 2392196  | <0.50         | 0.50 | 2390974  |
| Cobalt (Co)                      | ug/L  | 760               | 760        | 0.50 | 2392196  | 560           | 0.50 | 2390974  |
| Copper (Cu)                      | ug/L  | 16                | 1.8        | 0.50 | 2392196  | 1.8           | 0.50 | 2390974  |
| Tin (Sn) †                       | ug/L  | <1.0              | <1.0       | 1.0  | 2392196  | 2.1           | 1.0  | 2390974  |
| Iron (Fe)                        | ug/L  | <60               | <60        | 60   | 2392196  | <60           | 60   | 2390974  |
| Lithium (Li) †                   | ug/L  | <10               | <10        | 10   | 2392196  | <10           | 10   | 2390974  |
| Magnesium (Mg)                   | ug/L  | 27000             | 28000      | 100  | 2392196  | 21000         | 100  | 2390974  |
| Manganese (Mn)                   | ug/L  | 3.2               | 12         | 0.40 | 2392196  | 2.7           | 0.40 | 2390974  |
| Molybdenum (Mo)                  | ug/L  | 130               | 110        | 0.50 | 2392196  | 80            | 0.50 | 2390974  |
| Mercury (Hg)                     | ug/L  | <0.10             | <0.10      | 0.10 | 2392196  | <0.10         | 0.10 | 2390974  |
| Nickel (Ni)                      | ug/L  | 220               | 1.3        | 1.0  | 2392196  | 1.1           | 1.0  | 2390974  |
| Phosphorus                       | ug/L  | <10               | <10        | 10   | 2392196  | 1100          | 10   | 2390974  |
| Lead (Pb)                        | ug/L  | <0.10             | <0.10      | 0.10 | 2392196  | <0.10         | 0.10 | 2390974  |
| Potassium (K) †                  | ug/L  | 240000            | 250000     | 100  | 2392196  | 190000        | 100  | 2390974  |
| Selenium (Se)                    | ug/L  | 210               | 210        | 1.0  | 2392196  | 44            | 1.0  | 2390974  |
| Silicon (Si) †                   | ug/L  | 3400              | 2600       | 100  | 2392196  | 2200          | 100  | 2390974  |
| Strontium (Sr) †                 | ug/L  | 2100              | 2100       | 2.0  | 2392196  | 1600          | 2.0  | 2390974  |
| Sodium (Na)                      | ug/L  | 600000            | 680000     | 100  | 2392196  | 860000        | 100  | 2390974  |
| Thallium (Tl) †                  | ug/L  | <2.0              | <2.0       | 2.0  | 2392196  | <2.0          | 2.0  | 2390974  |
| Uranium (U)                      | ug/L  | 14                | 9.6        | 1.0  | 2392196  | 1.8           | 1.0  | 2390974  |
| Titanium (Ti) †                  | ug/L  | <10               | <10        | 10   | 2392196  | <10           | 10   | 2390974  |
| Vanadium (V) †                   | ug/L  | <2.0              | <2.0       | 2.0  | 2392196  | <2.0          | 2.0  | 2390974  |
| Zinc (Zn)                        | ug/L  | 8.7               | 8.9        | 5.0  | 2392196  | 5.0           | 5.0  | 2390974  |
| Zirconium (Zr) †                 | ug/L  | <0.50             | <0.50      | 0.50 | 2392196  | <0.50         | 0.50 | 2390974  |
| RDL = Reportable Detection Limit |       |                   |            |      |          |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch |       |                   |            |      |          |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable  |       |                   |            |      |          |               |      |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

|                                                                                                         |       |                   |            |      |          |               |     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------|------------|------|----------|---------------|-----|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LP1613            | LP1614     |      |          | LP1615        |     |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/04/13        | 2023/04/13 |      |          | 2023/04/13    |     |          |
| COC Number                                                                                              |       | n/a               | n/a        |      |          | n/a           |     |          |
|                                                                                                         | Units | RAW WATER<br>ST19 | FEED MBBR  | RDL  | QC Batch | TREATED WATER | RDL | QC Batch |
| Sulfur (S) †                                                                                            | ug/L  | 930000            | 950000     | 5000 | 2392196  | 770000        | 500 | 2390974  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |                   |            |      |          |               |     |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                                         |       | LP1613            |      |          | LP1614     |       | LP1615        |       |          |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------|------|----------|------------|-------|---------------|-------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                             |       | 2023/04/13        |      |          | 2023/04/13 |       | 2023/04/13    |       |          |
| COC Number                                                                                                                                |       | n/a               |      |          | n/a        |       | n/a           |       |          |
|                                                                                                                                           | Units | RAW WATER<br>ST19 | RDL  | QC Batch | FEED MBBR  | RDL   | TREATED WATER | RDL   | QC Batch |
| Aluminum (Al)                                                                                                                             | ug/L  | 14                | 10   | 2392042  | <10        | 10    | <10           | 10    | 2392053  |
| Antimony (Sb)                                                                                                                             | ug/L  | 18                | 1.0  | 2392042  | 14         | 1.0   | 6.9           | 1.0   | 2392053  |
| Silver (Ag)                                                                                                                               | ug/L  | <1.0              | 1.0  | 2392042  | <1.0       | 1.0   | <1.0          | 1.0   | 2392053  |
| Arsenic (As)                                                                                                                              | ug/L  | 190               | 1.0  | 2392042  | 6.4        | 1.0   | 5.9           | 1.0   | 2392053  |
| Barium (Ba)                                                                                                                               | ug/L  | 59                | 2.0  | 2392042  | 65         | 2.0   | 45            | 2.0   | 2392053  |
| Beryllium (Be)                                                                                                                            | ug/L  | <2.0              | 2.0  | 2392042  | <2.0       | 2.0   | <2.0          | 2.0   | 2392053  |
| Bismuth (Bi) ††                                                                                                                           | ug/L  | <1.0              | 1.0  | 2392042  | <1.0       | 1.0   | <1.0          | 1.0   | 2392053  |
| Boron (B) †                                                                                                                               | ug/L  | 370               | 50   | 2392042  | 320        | 50    | 240           | 50    | 2392053  |
| Cadmium (Cd)                                                                                                                              | ug/L  | <0.20             | 0.20 | 2392042  | <0.20      | 0.20  | <0.20         | 0.20  | 2392053  |
| Calcium (Ca) †                                                                                                                            | ug/L  | 460000            | 500  | 2392042  | 430000     | 500   | 330000        | 500   | 2392053  |
| Chromium (Cr)                                                                                                                             | ug/L  | <5.0              | 5.0  | 2392042  | <5.0       | 5.0   | <5.0          | 5.0   | 2392053  |
| Cobalt (Co)                                                                                                                               | ug/L  | 720               | 1.0  | 2392042  | 760        | 1.0   | 620           | 1.0   | 2392053  |
| Copper (Cu)                                                                                                                               | ug/L  | 16                | 1.0  | 2392042  | 5.5        | 1.0   | 4.1           | 1.0   | 2392053  |
| Tin (Sn)                                                                                                                                  | ug/L  | <2.0              | 2.0  | 2392042  | <2.0       | 2.0   | 3.0           | 2.0   | 2392053  |
| Iron (Fe)                                                                                                                                 | ug/L  | <60               | 60   | 2392042  | <60        | 60    | <60           | 60    | 2392053  |
| Lithium (Li) ††                                                                                                                           | ug/L  | <10               | 10   | 2392042  | <10        | 10    | <10           | 10    | 2392053  |
| Magnesium (Mg) †                                                                                                                          | ug/L  | 24000             | 100  | 2392042  | 26000      | 100   | 21000         | 100   | 2392053  |
| Manganese (Mn)                                                                                                                            | ug/L  | 3.3               | 1.0  | 2392042  | 13         | 1.0   | 4.2           | 1.0   | 2392053  |
| Mercury (Hg)                                                                                                                              | ug/L  | <0.10             | 0.10 | 2392042  | <0.10      | 0.10  | <0.10         | 0.10  | 2392053  |
| Molybdenum (Mo)                                                                                                                           | ug/L  | 120               | 1.0  | 2392042  | 110        | 1.0   | 86            | 1.0   | 2392053  |
| Nickel (Ni)                                                                                                                               | ug/L  | 200               | 2.0  | 2392042  | 2.7        | 2.0   | <2.0          | 2.0   | 2392053  |
| Total phosphorous                                                                                                                         | ug/L  | 11                | 10   | 2392042  | <10        | 10    | 1900          | 10    | 2392053  |
| Lead (Pb)                                                                                                                                 | ug/L  | <0.50             | 0.50 | 2392042  | <0.50      | 0.50  | <0.50         | 0.50  | 2392053  |
| Potassium (K) †                                                                                                                           | ug/L  | 220000            | 500  | 2392042  | 220000     | 500   | 180000        | 500   | 2392053  |
| Selenium (Se)                                                                                                                             | ug/L  | 200               | 3.0  | 2392042  | 220        | 30    | 110           | 3.0   | 2392053  |
| Sodium (Na)                                                                                                                               | ug/L  | 600000            | 500  | 2392042  | 650000     | 500   | 850000        | 500   | 2392053  |
| Sulphur (S) ††                                                                                                                            | ug/L  | 890000            | 1000 | 2392042  | 830000     | 10000 | 700000        | 10000 | 2392053  |
| Strontium (Sr) †                                                                                                                          | ug/L  | 2100              | 2.0  | 2392042  | 2200       | 2.0   | 1700          | 2.0   | 2392053  |
| Thallium (Tl)                                                                                                                             | ug/L  | <2.0              | 2.0  | 2392042  | <2.0       | 2.0   | <2.0          | 2.0   | 2392053  |
| Titanium (Ti) ††                                                                                                                          | ug/L  | <10               | 10   | 2392042  | <10        | 10    | <10           | 10    | 2392053  |
| Uranium (U) ††                                                                                                                            | ug/L  | 12                | 1.0  | 2392042  | 9.2        | 1.0   | 2.0           | 1.0   | 2392053  |
| Vanadium (V)                                                                                                                              | ug/L  | <2.0              | 2.0  | 2392042  | <2.0       | 2.0   | <2.0          | 2.0   | 2392053  |
| Zinc (Zn)                                                                                                                                 | ug/L  | <7.0              | 7.0  | 2392042  | 7.3        | 7.0   | 11            | 7.0   | 2392053  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>†† Parameter is not accreditable<br>† Parameter is not accredited |       |                   |      |          |            |       |               |       |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

|                                                                                                          |       |                   |     |          |            |     |               |     |          |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------|-----|----------|------------|-----|---------------|-----|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                        |       | LP1613            |     |          | LP1614     |     | LP1615        |     |          |
| Sampling Date                                                                                            |       | 2023/04/13        |     |          | 2023/04/13 |     | 2023/04/13    |     |          |
| COC Number                                                                                               |       | n/a               |     |          | n/a        |     | n/a           |     |          |
|                                                                                                          | Units | RAW WATER<br>ST19 | RDL | QC Batch | FEED MBBR  | RDL | TREATED WATER | RDL | QC Batch |
| Zirconium (Zr) ††                                                                                        | ug/L  | <5.0              | 5.0 | 2392042  | <5.0       | 5.0 | <5.0          | 5.0 | 2392053  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>†† Parameter is not accreditable |       |                   |     |          |            |     |               |     |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       | LP1613            | LP1614     | LP1614                  |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------------------|------------|-------------------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       | 2023/04/13        | 2023/04/13 | 2023/04/13              |        |          |
| COC Number                                                                                                                      |       | n/a               | n/a        | n/a                     |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | RAW WATER<br>ST19 | FEED MBBR  | FEED<br>MBBR<br>Lab-Dup | RDL    | QC Batch |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | 370               | 340        | N/A                     | 5.0    | 2392047  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | 5.1               | 5.4        | N/A                     | 0.0010 | 2390854  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | 0.75              | 4.2        | N/A                     | 0.050  | 2393049  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | 72                | 72         | N/A                     | 1.0    | 2390881  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | 0.12              | <0.10      | N/A                     | 0.10   | 2390864  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 15                | 15         | N/A                     | 0.20   | 2390823  |
| Nitrates (N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 15                | 15         | N/A                     | 0.20   | 2390823  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 0.25              | 0.70       | N/A                     | 0.20   | 2390823  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 57                | 60         | N/A                     | 0.10   | 2392139  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | <0.050            | <0.050     | N/A                     | 0.050  | 2390849  |
| pH                                                                                                                              | pH    | 7.78              | 7.56       | N/A                     | N/A    | 2390831  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | 280               | 290        | N/A                     | 8.5    | 2393051  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | <1.3              | <1.3       | N/A                     | 1.3    | 2393416  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                                                                                     | mg/L  | N/A               | 150        | 150                     | 4.0    | 2391922  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | 0.12              | 0.12       | N/A                     | 0.0030 | 2391820  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | 68                | 68         | N/A                     | 1.0    | 2390868  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.084             | 0.070      | N/A                     | 0.0030 | 2391819  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | 110               | 65         | N/A                     | 1.0    | 2390855  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | 2.8               | 2.8        | N/A                     | 1.0    | 2390824  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 240               | 240        | N/A                     | 0.50   | 2390824  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | 2100              | 2300       | N/A                     | 5.0    | 2390824  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | 3900              | 4100       | N/A                     | 10     | 2390982  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | <2.0              | 3.0        | N/A                     | 2.0    | 2391178  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |                   |            |                         |        |          |

Bureau Veritas - Partial/Full Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

| Bureau Veritas ID                                                                                                               |       | LP1615        | LP1615                |        | LP1616         | LP1617         |        |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|---------------|-----------------------|--------|----------------|----------------|--------|----------|
| Sampling Date                                                                                                                   |       | 2023/04/13    | 2023/04/13            |        | 2023/04/13     | 2023/04/13     |        |          |
| COC Number                                                                                                                      |       | n/a           | n/a                   |        | n/a            | n/a            |        |          |
|                                                                                                                                 | Units | TREATED WATER | TREATED WATER Lab-Dup | RDL    | R1 SCN REACTOR | R2 NIT REACTOR | RDL    | QC Batch |
| COD                                                                                                                             | mg/L  | 170           | N/A                   | 5.0    | N/A            | N/A            | 5.0    | 2392047  |
| Conductivity                                                                                                                    | mS/cm | 5.0           | N/A                   | 0.0010 | N/A            | N/A            | 0.0010 | 2390854  |
| Cyanate (CNO <sup>-</sup> )                                                                                                     | mg/L  | <0.050        | N/A                   | 0.050  | 3.7            | <0.050         | 0.050  | 2393049  |
| Dissolved organic carbon †                                                                                                      | mg/L  | 23            | N/A                   | 0.40   | N/A            | N/A            | 0.40   | 2390881  |
| Fluoride (F)                                                                                                                    | mg/L  | <0.10         | N/A                   | 0.10   | N/A            | N/A            | 0.10   | 2390864  |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                                                                                                      | mg/L  | 0.22          | N/A                   | 0.20   | N/A            | N/A            | 0.20   | 2390823  |
| Nitrates (N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | <0.20         | N/A                   | 0.20   | N/A            | N/A            | 0.20   | 2390823  |
| Nitrites (N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )                                                                                      | mg/L  | 0.22          | N/A                   | 0.20   | N/A            | N/A            | 0.20   | 2390823  |
| Nitrogen ammonia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> and N-NH <sub>3</sub> )                                                        | mg/L  | 2.2           | N/A                   | 0.020  | N/A            | N/A            | 0.020  | 2392139  |
| Orthophosphate (P)                                                                                                              | mg/L  | 0.74          | N/A                   | 0.25   | N/A            | N/A            | 0.25   | 2390849  |
| pH                                                                                                                              | pH    | 7.56          | 7.62                  | N/A    | N/A            | N/A            | N/A    | 2390831  |
| Thiocyanate                                                                                                                     | mg/L  | <0.17         | N/A                   | 0.17   | N/A            | N/A            | 0.17   | 2393479  |
| Thiosulfate                                                                                                                     | mg/L  | <0.13         | N/A                   | 0.13   | N/A            | N/A            | 0.13   | 2393416  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                                                                                     | mg/L  | 11            | N/A                   | 0.40   | 150            | 19             | 4.0    | 2391922  |
| Total Cyanide (CN)                                                                                                              | mg/L  | 0.086         | N/A                   | 0.0030 | N/A            | N/A            | N/A    | 2391820  |
| Total Organic Carbon                                                                                                            | mg/L  | 35            | N/A                   | 1.0    | N/A            | N/A            | N/A    | 2390868  |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> )                                                                                | mg/L  | 0.056         | N/A                   | 0.0030 | N/A            | N/A            | N/A    | 2391819  |
| Alkalinity Total (as CaCO <sub>3</sub> ) pH 4.5 †                                                                               | mg/L  | 380           | 380                   | 1.0    | N/A            | N/A            | N/A    | 2390855  |
| Bromide (Br <sup>-</sup> )                                                                                                      | mg/L  | 2.3           | N/A                   | 1.0    | N/A            | N/A            | N/A    | 2390824  |
| Chloride (Cl)                                                                                                                   | mg/L  | 200           | N/A                   | 0.50   | N/A            | N/A            | N/A    | 2390824  |
| Sulfates (SO <sub>4</sub> )                                                                                                     | mg/L  | 2200          | N/A                   | 5.0    | N/A            | N/A            | N/A    | 2390824  |
| Total Dissolved Solids                                                                                                          | mg/L  | 4000          | N/A                   | 10     | N/A            | N/A            | N/A    | 2390982  |
| Total suspended solids (TSS)                                                                                                    | mg/L  | 22            | N/A                   | 2.0    | N/A            | N/A            | N/A    | 2391178  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>N/A = Not Applicable<br>† Parameter is not accreditable |       |               |                       |        |                |                |        |          |





Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

|                                                                      |       |                     |      |          |
|----------------------------------------------------------------------|-------|---------------------|------|----------|
| Bureau Veritas ID                                                    |       | LP1618              |      |          |
| Sampling Date                                                        |       | 2023/04/13          |      |          |
| COC Number                                                           |       | n/a                 |      |          |
|                                                                      | Units | R3 DENIT<br>REACTOR | RDL  | QC Batch |
| COD                                                                  | mg/L  | 530                 | 5.0  | 2392047  |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                                          | mg/L  | 25                  | 0.40 | 2391922  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch |       |                     |      |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results





Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### SUBCONTRACTED ANALYSIS (SURFACE WATER)

|                                                                                                         |       |            |     |          |               |      |          |                |     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------------|-----|----------|---------------|------|----------|----------------|-----|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LP1614     |     |          | LP1615        |      |          | LP1616         |     |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/04/13 |     |          | 2023/04/13    |      |          | 2023/04/13     |     |          |
| COC Number                                                                                              |       | n/a        |     |          | n/a           |      |          | n/a            |     |          |
|                                                                                                         | Units | FEED MBBR  | RDL | QC Batch | TREATED WATER | RDL  | QC Batch | R1 SCN REACTOR | RDL | QC Batch |
| Nitrogen (N) †                                                                                          | mg/L  | 130        | 2.0 | 2392833  | 11            | 0.20 | 2392834  | 130            | 2.0 | 2392833  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |            |     |          |               |      |          |                |     |          |

|                                                                                                         |       |                |     |          |                  |  |  |                          |     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|----------------|-----|----------|------------------|--|--|--------------------------|-----|----------|
| Bureau Veritas ID                                                                                       |       | LP1617         |     |          | LP1618           |  |  | LP1618                   |     |          |
| Sampling Date                                                                                           |       | 2023/04/13     |     |          | 2023/04/13       |  |  | 2023/04/13               |     |          |
| COC Number                                                                                              |       | n/a            |     |          | n/a              |  |  | n/a                      |     |          |
|                                                                                                         | Units | R2 NIT REACTOR | RDL | QC Batch | R3 DENIT REACTOR |  |  | R3 DENIT REACTOR Lab-Dup | RDL | QC Batch |
| Nitrogen (N) †                                                                                          | mg/L  | 120            | 2.0 | 2392833  | 25               |  |  | 25                       | 1.0 | 2392834  |
| RDL = Reportable Detection Limit<br>QC Batch = Quality Control Batch<br>† Parameter is not accreditable |       |                |     |          |                  |  |  |                          |     |          |

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

#### GENERAL COMMENTS

Thiocyanates-water: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1615  
Cyanates in waters: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1616  
Tot. Kjeldah Nitrogen(calculation)-water: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1616  
Nitrogen (total available): Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1616  
Cyanates in waters: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1617  
Tot. Kjeldah Nitrogen(calculation)-water: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1617  
Nitrogen (total available): Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1617  
Chemical Oxygen Demand: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1618  
Tot. Kjeldah Nitrogen(calculation)-water: Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1618  
Nitrogen (total available): Arrived unpreserved, preserved upon reception at the laboratory.: LP1618

#### DISSOLVED METALS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.  
Sample LP1615 was filtered in the laboratory prior to analyzing for metals.

#### TOTAL EXTRACTABLE METALS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.

#### CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)

Reported detection limits are multiplied by dilution factors used for sample analysis.

Nitrates: Due to the sample matrix, a better detection limit cannot be reported. LP1615

TOC < DOC : Both values fall within acceptable RPD limits for duplicates and are likely equivalent. LP1613, LP1614

Thiosulfate: Detection limit raised due to matrix interference. LP1613, LP1614

**Results relate only to the items tested.**

Bureau Veritas - Partial/Fuser Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                          | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|------------------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2390823     | KJS  | Spiked Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)         | 2023/04/15    |                   | 101      | %     |
|             |      |              | Nitrates (N-NO3-)                  | 2023/04/15    |                   | 100      | %     |
|             |      |              | Nitrites (N-NO2-)                  | 2023/04/15    |                   | 102      | %     |
| 2390823     | KJS  | Method Blank | Nitrate (N) and Nitrite(N)         | 2023/04/15    | <0.020            |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrates (N-NO3-)                  | 2023/04/15    | <0.020            |          | mg/L  |
|             |      |              | Nitrites (N-NO2-)                  | 2023/04/15    | <0.020            |          | mg/L  |
| 2390824     | KJS  | Spiked Blank | Bromide (Br-)                      | 2023/04/15    |                   | 102      | %     |
|             |      |              | Chloride (Cl)                      | 2023/04/15    |                   | 100      | %     |
|             |      |              | Sulfates (SO4)                     | 2023/04/15    |                   | 99       | %     |
| 2390824     | KJS  | Method Blank | Bromide (Br-)                      | 2023/04/15    | <0.10             |          | mg/L  |
|             |      |              | Chloride (Cl)                      | 2023/04/15    | <0.050            |          | mg/L  |
|             |      |              | Sulfates (SO4)                     | 2023/04/15    | <0.50             |          | mg/L  |
| 2390831     | ZLI  | Spiked Blank | pH                                 | 2023/04/14    |                   | 102      | %     |
| 2390849     | CLO  | QC Standard  | Orthophosphate (P)                 | 2023/04/14    |                   | 97       | %     |
| 2390849     | CLO  | Spiked Blank | Orthophosphate (P)                 | 2023/04/14    |                   | 98       | %     |
| 2390849     | CLO  | Method Blank | Orthophosphate (P)                 | 2023/04/14    | <0.050            |          | mg/L  |
| 2390854     | ZLI  | Spiked Blank | Conductivity                       | 2023/04/14    |                   | 102      | %     |
| 2390854     | ZLI  | Method Blank | Conductivity                       | 2023/04/14    | <0.0010           |          | mS/cm |
| 2390855     | ZLI  | Spiked Blank | Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 | 2023/04/14    |                   | 97       | %     |
| 2390855     | ZLI  | Method Blank | Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 | 2023/04/14    | <1.0              |          | mg/L  |
| 2390864     | ZLI  | Spiked Blank | Fluoride (F)                       | 2023/04/14    |                   | 99       | %     |
| 2390864     | ZLI  | Method Blank | Fluoride (F)                       | 2023/04/14    | <0.10             |          | mg/L  |
| 2390868     | BAG  | Spiked Blank | Total Organic Carbon               | 2023/04/15    |                   | 105      | %     |
| 2390868     | BAG  | Method Blank | Total Organic Carbon               | 2023/04/15    | 0.44,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |
| 2390881     | BAG  | Spiked Blank | Dissolved organic carbon           | 2023/04/16    |                   | 106      | %     |
| 2390881     | BAG  | Method Blank | Dissolved organic carbon           | 2023/04/16    | 0.45,<br>RDL=0.20 |          | mg/L  |
| 2390974     | ZEO  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                      | 2023/04/20    |                   | 114      | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                      | 2023/04/20    |                   | 113      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                        | 2023/04/20    |                   | 103      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                       | 2023/04/20    |                   | 106      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                        | 2023/04/20    |                   | 113      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                     | 2023/04/20    |                   | 108      | %     |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                       | 2023/04/20    |                   | 103      | %     |
|             |      |              | Boron (B)                          | 2023/04/20    |                   | 110      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                       | 2023/04/20    |                   | 106      | %     |
|             |      |              | Calcium (Ca)                       | 2023/04/20    |                   | 108      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                      | 2023/04/20    |                   | 101      | %     |
|             |      |              | Cobalt (Co)                        | 2023/04/20    |                   | 101      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                        | 2023/04/20    |                   | 96       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                           | 2023/04/20    |                   | 111      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                          | 2023/04/20    |                   | 108      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                       | 2023/04/20    |                   | 103      | %     |
|             |      |              | Magnesium (Mg)                     | 2023/04/20    |                   | 110      | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                     | 2023/04/20    |                   | 104      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                    | 2023/04/20    |                   | 110      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                       | 2023/04/20    |                   | 99       | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                        | 2023/04/20    |                   | 99       | %     |
|             |      |              | Phosphorus                         | 2023/04/20    |                   | 110      | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                          | 2023/04/20    |                   | 104      | %     |



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter                    | Date Analyzed | Value            | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|------------------------------|---------------|------------------|----------|-------|
| 2390974        | ZEO  | Method Blank | Potassium (K)                | 2023/04/20    |                  | 110      | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)                | 2023/04/20    |                  | 110      | %     |
|                |      |              | Silicon (Si)                 | 2023/04/20    |                  | 105      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)               | 2023/04/20    |                  | 109      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)                  | 2023/04/20    |                  | 110      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)                | 2023/04/20    |                  | 106      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)                  | 2023/04/20    |                  | 108      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)                | 2023/04/20    |                  | 105      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)                 | 2023/04/20    |                  | 105      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)                    | 2023/04/20    |                  | 102      | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)               | 2023/04/20    |                  | 111      | %     |
|                |      |              | Sulfur (S)                   | 2023/04/20    |                  | 111      | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)                | 2023/04/20    | <10              |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)                | 2023/04/20    | <1.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)                  | 2023/04/20    | <0.10            |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)                 | 2023/04/20    | <0.30            |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)                  | 2023/04/20    | <2.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)               | 2023/04/20    | <0.40            |          | ug/L  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)                 | 2023/04/20    | <0.25            |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)                    | 2023/04/20    | <20              |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)                 | 2023/04/20    | <0.20            |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)                 | 2023/04/20    | <300             |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)                | 2023/04/20    | <0.50            |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)                  | 2023/04/20    | <0.50            |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)                  | 2023/04/20    | <0.50            |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)                     | 2023/04/20    | <1.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)                    | 2023/04/20    | <60              |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)                 | 2023/04/20    | <10              |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)               | 2023/04/20    | <100             |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)               | 2023/04/20    | <0.40            |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)              | 2023/04/20    | <0.50            |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)                 | 2023/04/20    | <0.10            |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)                  | 2023/04/20    | <1.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Phosphorus                   | 2023/04/20    | <10              |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)                    | 2023/04/20    | <0.10            |          | ug/L  |
|                |      |              | Potassium (K)                | 2023/04/20    | <100             |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)                | 2023/04/20    | <1.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Silicon (Si)                 | 2023/04/20    | <100             |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)               | 2023/04/20    | <2.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Sodium (Na)                  | 2023/04/20    | <100             |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)                | 2023/04/20    | <2.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)                  | 2023/04/20    | <1.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)                | 2023/04/20    | <10              |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)                 | 2023/04/20    | <2.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)                    | 2023/04/20    | <5.0             |          | ug/L  |
|                |      |              | Zirconium (Zr)               | 2023/04/20    | <0.50            |          | ug/L  |
|                |      |              | Sulfur (S)                   | 2023/04/20    | 5600,<br>RDL=500 |          | ug/L  |
| 2390982        | KME  | Spiked Blank | Total Dissolved Solids       | 2023/04/18    |                  | 103      | %     |
| 2390982        | KME  | Method Blank | Total Dissolved Solids       | 2023/04/18    | <10              |          | mg/L  |
| 2391178        | VKH  | Spiked Blank | Total suspended solids (TSS) | 2023/04/19    |                  | 100      | %     |



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type      | Parameter                                        | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------|--------------------------------------------------|---------------|---------|----------|-------|
| 2391178     | VKH  | Method Blank | Total suspended solids (TSS)                     | 2023/04/19    | <2.0    |          | mg/L  |
| 2391819     | ANB  | Spiked Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2023/04/19    |         | 95       | %     |
| 2391819     | ANB  | Method Blank | Weak Acid Dissociable Cyanide (CN <sup>-</sup> ) | 2023/04/19    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2391820     | CYU  | Spiked Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2023/04/20    |         | 103      | %     |
| 2391820     | CYU  | Method Blank | Total Cyanide (CN)                               | 2023/04/20    | <0.0030 |          | mg/L  |
| 2391922     | SKL  | Spiked Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen                      | 2023/04/19    |         | 102      | %     |
| 2391922     | SKL  | Method Blank | TKN Total Kjeldahl Nitrogen                      | 2023/04/19    | <0.40   |          | mg/L  |
| 2392042     | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                                    | 2023/04/21    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2023/04/21    |         | 108      | %     |
|             |      |              | Silver (Ag)                                      | 2023/04/21    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Arsenic (As)                                     | 2023/04/21    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Barium (Ba)                                      | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                   | 2023/04/21    |         | 105      | %     |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                                     | 2023/04/21    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Boron (B)                                        | 2023/04/21    |         | 112      | %     |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                     | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Calcium (Ca)                                     | 2023/04/21    |         | 102      | %     |
|             |      |              | Chromium (Cr)                                    | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Cobalt (Co)                                      | 2023/04/21    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Copper (Cu)                                      | 2023/04/21    |         | 94       | %     |
|             |      |              | Tin (Sn)                                         | 2023/04/21    |         | 107      | %     |
|             |      |              | Iron (Fe)                                        | 2023/04/21    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Lithium (Li)                                     | 2023/04/21    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Magnesium (Mg)                                   | 2023/04/21    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Manganese (Mn)                                   | 2023/04/21    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Mercury (Hg)                                     | 2023/04/21    |         | 107      | %     |
|             |      |              | Molybdenum (Mo)                                  | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Nickel (Ni)                                      | 2023/04/21    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Total phosphorous                                | 2023/04/21    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Lead (Pb)                                        | 2023/04/21    |         | 100      | %     |
|             |      |              | Potassium (K)                                    | 2023/04/21    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Selenium (Se)                                    | 2023/04/21    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Sodium (Na)                                      | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Sulphur (S)                                      | 2023/04/21    |         | 90       | %     |
|             |      |              | Strontium (Sr)                                   | 2023/04/21    |         | 106      | %     |
|             |      |              | Thallium (Tl)                                    | 2023/04/21    |         | 101      | %     |
|             |      |              | Titanium (Ti)                                    | 2023/04/21    |         | 103      | %     |
|             |      |              | Uranium (U)                                      | 2023/04/21    |         | 99       | %     |
|             |      |              | Vanadium (V)                                     | 2023/04/21    |         | 104      | %     |
|             |      |              | Zinc (Zn)                                        | 2023/04/21    |         | 98       | %     |
|             |      |              | Zirconium (Zr)                                   | 2023/04/21    |         | 107      | %     |
| 2392042     | AT7  | Method Blank | Aluminum (Al)                                    | 2023/04/21    | <10     |          | ug/L  |
|             |      |              | Antimony (Sb)                                    | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Silver (Ag)                                      | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Arsenic (As)                                     | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Barium (Ba)                                      | 2023/04/21    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Beryllium (Be)                                   | 2023/04/21    | <2.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Bismuth (Bi)                                     | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/L  |
|             |      |              | Boron (B)                                        | 2023/04/21    | <50     |          | ug/L  |
|             |      |              | Cadmium (Cd)                                     | 2023/04/21    | <0.20   |          | ug/L  |
|             |      |              | Calcium (Ca)                                     | 2023/04/21    | <500    |          | ug/L  |



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type          | Parameter        | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|------------------|------------------|---------------|-------|----------|-------|
|                |      |                  | Chromium (Cr)    | 2023/04/21    | <5.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Cobalt (Co)      | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Copper (Cu)      | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Tin (Sn)         | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Iron (Fe)        | 2023/04/21    | <60   |          | ug/L  |
|                |      |                  | Lithium (Li)     | 2023/04/21    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |                  | Magnesium (Mg)   | 2023/04/21    | <100  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Manganese (Mn)   | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Mercury (Hg)     | 2023/04/21    | <0.10 |          | ug/L  |
|                |      |                  | Molybdenum (Mo)  | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Nickel (Ni)      | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Total phosphorus | 2023/04/21    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |                  | Lead (Pb)        | 2023/04/21    | <0.50 |          | ug/L  |
|                |      |                  | Potassium (K)    | 2023/04/21    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Selenium (Se)    | 2023/04/21    | <3.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Sodium (Na)      | 2023/04/21    | <500  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Sulphur (S)      | 2023/04/21    | <1000 |          | ug/L  |
|                |      |                  | Strontium (Sr)   | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Thallium (Tl)    | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Titanium (Ti)    | 2023/04/21    | <10   |          | ug/L  |
|                |      |                  | Uranium (U)      | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Vanadium (V)     | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Zinc (Zn)        | 2023/04/21    | <7.0  |          | ug/L  |
|                |      |                  | Zirconium (Zr)   | 2023/04/21    | <5.0  |          | ug/L  |
| 2392047        | DY3  | QC Standard      | COD              | 2023/04/20    |       | 100      | %     |
| 2392047        | DY3  | Spiked Blank     | COD              | 2023/04/20    |       | 98       | %     |
| 2392047        | DY3  | Spiked Blank DUP | COD              | 2023/04/20    |       | 103      | %     |
| 2392047        | DY3  | Method Blank     | COD              | 2023/04/20    | <5.0  |          | mg/L  |
| 2392053        | AT7  | Spiked Blank     | Aluminum (Al)    | 2023/04/24    |       | 93       | %     |
|                |      |                  | Antimony (Sb)    | 2023/04/24    |       | 110      | %     |
|                |      |                  | Silver (Ag)      | 2023/04/24    |       | 100      | %     |
|                |      |                  | Arsenic (As)     | 2023/04/24    |       | 101      | %     |
|                |      |                  | Barium (Ba)      | 2023/04/24    |       | 113      | %     |
|                |      |                  | Beryllium (Be)   | 2023/04/24    |       | 81       | %     |
|                |      |                  | Bismuth (Bi)     | 2023/04/24    |       | 104      | %     |
|                |      |                  | Boron (B)        | 2023/04/24    |       | 94       | %     |
|                |      |                  | Cadmium (Cd)     | 2023/04/24    |       | 98       | %     |
|                |      |                  | Calcium (Ca)     | 2023/04/24    |       | 96       | %     |
|                |      |                  | Chromium (Cr)    | 2023/04/24    |       | 98       | %     |
|                |      |                  | Cobalt (Co)      | 2023/04/24    |       | 98       | %     |
|                |      |                  | Copper (Cu)      | 2023/04/24    |       | 97       | %     |
|                |      |                  | Tin (Sn)         | 2023/04/24    |       | 110      | %     |
|                |      |                  | Iron (Fe)        | 2023/04/24    |       | 102      | %     |
|                |      |                  | Lithium (Li)     | 2023/04/24    |       | 93       | %     |
|                |      |                  | Magnesium (Mg)   | 2023/04/24    |       | 95       | %     |
|                |      |                  | Manganese (Mn)   | 2023/04/24    |       | 99       | %     |
|                |      |                  | Mercury (Hg)     | 2023/04/24    |       | 104      | %     |
|                |      |                  | Molybdenum (Mo)  | 2023/04/24    |       | 103      | %     |
|                |      |                  | Nickel (Ni)      | 2023/04/24    |       | 100      | %     |
|                |      |                  | Total phosphorus | 2023/04/24    |       | 91       | %     |
|                |      |                  | Lead (Pb)        | 2023/04/24    |       | 105      | %     |



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter                           | Date Analyzed | Value             | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-------------------------------------|---------------|-------------------|----------|-------|
| 2392053        | AT7  | Method Blank | Potassium (K)                       | 2023/04/24    |                   | 96       | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)                       | 2023/04/24    |                   | 107      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)                         | 2023/04/24    |                   | 97       | %     |
|                |      |              | Sulphur (S)                         | 2023/04/24    |                   | 97       | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)                      | 2023/04/24    |                   | 108      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)                       | 2023/04/24    |                   | 106      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)                       | 2023/04/24    |                   | 95       | %     |
|                |      |              | Uranium (U)                         | 2023/04/24    |                   | 107      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)                        | 2023/04/24    |                   | 99       | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)                           | 2023/04/24    |                   | 96       | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)                      | 2023/04/24    |                   | 102      | %     |
|                |      |              | Aluminum (Al)                       | 2023/04/24    | <10               |          | ug/L  |
|                |      |              | Antimony (Sb)                       | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Silver (Ag)                         | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Arsenic (As)                        | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Barium (Ba)                         | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Beryllium (Be)                      | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)                        | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Boron (B)                           | 2023/04/24    | <50               |          | ug/L  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)                        | 2023/04/24    | <0.20             |          | ug/L  |
|                |      |              | Calcium (Ca)                        | 2023/04/24    | <500              |          | ug/L  |
|                |      |              | Chromium (Cr)                       | 2023/04/24    | <5.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Cobalt (Co)                         | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Copper (Cu)                         | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Tin (Sn)                            | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Iron (Fe)                           | 2023/04/24    | <60               |          | ug/L  |
|                |      |              | Lithium (Li)                        | 2023/04/24    | 48,<br>RDL=10     |          | ug/L  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)                      | 2023/04/24    | <100              |          | ug/L  |
|                |      |              | Manganese (Mn)                      | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Mercury (Hg)                        | 2023/04/24    | <0.10             |          | ug/L  |
|                |      |              | Molybdenum (Mo)                     | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Nickel (Ni)                         | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Total phosphorous                   | 2023/04/24    | <10               |          | ug/L  |
|                |      |              | Lead (Pb)                           | 2023/04/24    | <0.50             |          | ug/L  |
|                |      |              | Potassium (K)                       | 2023/04/24    | <500              |          | ug/L  |
|                |      |              | Selenium (Se)                       | 2023/04/24    | <3.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Sodium (Na)                         | 2023/04/24    | <500              |          | ug/L  |
|                |      |              | Sulphur (S)                         | 2023/04/24    | 5200,<br>RDL=1000 |          | ug/L  |
|                |      |              | Strontium (Sr)                      | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Thallium (Tl)                       | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Titanium (Ti)                       | 2023/04/24    | <10               |          | ug/L  |
|                |      |              | Uranium (U)                         | 2023/04/24    | <1.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Vanadium (V)                        | 2023/04/24    | <2.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Zinc (Zn)                           | 2023/04/24    | <7.0              |          | ug/L  |
|                |      |              | Zirconium (Zr)                      | 2023/04/24    | <5.0              |          | ug/L  |
| 2392139        | HGU  | Spiked Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/04/20    |                   | 109      | %     |
| 2392139        | HGU  | Method Blank | Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3) | 2023/04/20    | <0.020            |          | mg/L  |
| 2392196        | AT7  | Spiked Blank | Aluminum (Al)                       | 2023/04/21    |                   | 107      | %     |
|                |      |              | Antimony (Sb)                       | 2023/04/21    |                   | 110      | %     |





Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC<br>Batch | Init | QC Type      | Parameter       | Date Analyzed | Value | Recovery | Units |
|----------------|------|--------------|-----------------|---------------|-------|----------|-------|
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/04/21    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/04/21    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/04/21    |       | 110      | %     |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/04/21    |       | 106      | %     |
|                |      |              | Bismuth (Bi)    | 2023/04/21    |       | 107      | %     |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/04/21    |       | 116      | %     |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/04/21    |       | 109      | %     |
|                |      |              | Calcium (Ca)    | 2023/04/21    |       | 111      | %     |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/04/21    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Cobalt (Co)     | 2023/04/21    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/04/21    |       | 97       | %     |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/04/21    |       | 109      | %     |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/04/21    |       | 110      | %     |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/04/21    |       | 102      | %     |
|                |      |              | Magnesium (Mg)  | 2023/04/21    |       | 107      | %     |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/04/21    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Molybdenum (Mo) | 2023/04/21    |       | 109      | %     |
|                |      |              | Mercury (Hg)    | 2023/04/21    |       | 115      | %     |
|                |      |              | Nickel (Ni)     | 2023/04/21    |       | 101      | %     |
|                |      |              | Phosphorus      | 2023/04/21    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Lead (Pb)       | 2023/04/21    |       | 108      | %     |
|                |      |              | Potassium (K)   | 2023/04/21    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Selenium (Se)   | 2023/04/21    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Silicon (Si)    | 2023/04/21    |       | 110      | %     |
|                |      |              | Strontium (Sr)  | 2023/04/21    |       | 106      | %     |
|                |      |              | Sodium (Na)     | 2023/04/21    |       | 105      | %     |
|                |      |              | Thallium (Tl)   | 2023/04/21    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Uranium (U)     | 2023/04/21    |       | 111      | %     |
|                |      |              | Titanium (Ti)   | 2023/04/21    |       | 104      | %     |
|                |      |              | Vanadium (V)    | 2023/04/21    |       | 103      | %     |
|                |      |              | Zinc (Zn)       | 2023/04/21    |       | 100      | %     |
|                |      |              | Zirconium (Zr)  | 2023/04/21    |       | 112      | %     |
|                |      |              | Sulfur (S)      | 2023/04/21    |       | 116      | %     |
| 2392196        | AT7  | Method Blank | Aluminum (Al)   | 2023/04/21    | <10   |          | ug/l  |
|                |      |              | Antimony (Sb)   | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/l  |
|                |      |              | Silver (Ag)     | 2023/04/21    | <0.10 |          | ug/l  |
|                |      |              | Arsenic (As)    | 2023/04/21    | <0.30 |          | ug/l  |
|                |      |              | Barium (Ba)     | 2023/04/21    | <2.0  |          | ug/l  |
|                |      |              | Beryllium (Be)  | 2023/04/21    | <0.40 |          | ug/l  |
|                |      |              | Bismuth (Bi)    | 2023/04/21    | <0.25 |          | ug/l  |
|                |      |              | Boron (B)       | 2023/04/21    | <20   |          | ug/l  |
|                |      |              | Cadmium (Cd)    | 2023/04/21    | <0.20 |          | ug/l  |
|                |      |              | Calcium (Ca)    | 2023/04/21    | <300  |          | ug/l  |
|                |      |              | Chromium (Cr)   | 2023/04/21    | <0.50 |          | ug/l  |
|                |      |              | Cobalt (Co)     | 2023/04/21    | <0.50 |          | ug/l  |
|                |      |              | Copper (Cu)     | 2023/04/21    | <0.50 |          | ug/l  |
|                |      |              | Tin (Sn)        | 2023/04/21    | <1.0  |          | ug/l  |
|                |      |              | Iron (Fe)       | 2023/04/21    | <60   |          | ug/l  |
|                |      |              | Lithium (Li)    | 2023/04/21    | <10   |          | ug/l  |
|                |      |              | Magnesium (Mg)  | 2023/04/21    | <100  |          | ug/l  |
|                |      |              | Manganese (Mn)  | 2023/04/21    | <0.40 |          | ug/l  |





Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### QUALITY ASSURANCE REPORT(CONT'D)

| QA/QC Batch | Init | QC Type                  | Parameter       | Date Analyzed | Value   | Recovery | Units |
|-------------|------|--------------------------|-----------------|---------------|---------|----------|-------|
|             |      |                          | Molybdenum (Mo) | 2023/04/21    | <0.50   |          | ug/l  |
|             |      |                          | Mercury (Hg)    | 2023/04/21    | <0.10   |          | ug/l  |
|             |      |                          | Nickel (Ni)     | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Phosphorus      | 2023/04/21    | <10     |          | ug/l  |
|             |      |                          | Lead (Pb)       | 2023/04/21    | <0.10   |          | ug/l  |
|             |      |                          | Potassium (K)   | 2023/04/21    | 140,    |          | ug/l  |
|             |      |                          |                 |               | RDL=100 |          |       |
|             |      |                          | Selenium (Se)   | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Silicon (Si)    | 2023/04/21    | <100    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Strontium (Sr)  | 2023/04/21    | <2.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Sodium (Na)     | 2023/04/21    | <100    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Thallium (Tl)   | 2023/04/21    | <2.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Uranium (U)     | 2023/04/21    | <1.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Titanium (Ti)   | 2023/04/21    | <10     |          | ug/l  |
|             |      |                          | Vanadium (V)    | 2023/04/21    | <2.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Zinc (Zn)       | 2023/04/21    | <5.0    |          | ug/l  |
|             |      |                          | Zirconium (Zr)  | 2023/04/21    | <0.50   |          | ug/l  |
|             |      |                          | Sulfur (S)      | 2023/04/21    | 4200,   |          | ug/l  |
|             |      |                          |                 |               | RDL=500 |          |       |
| 2392833     | YL7  | Matrix Spike             | Nitrogen (N)    | 2023/04/20    |         | NC       | %     |
| 2392833     | YL7  | QC Standard              | Nitrogen (N)    | 2023/04/20    |         | 106      | %     |
| 2392833     | YL7  | Spiked Blank             | Nitrogen (N)    | 2023/04/20    |         | 106      | %     |
| 2392833     | YL7  | Method Blank             | Nitrogen (N)    | 2023/04/20    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2392834     | CTU  | Matrix Spike [LP1618-01] | Nitrogen (N)    | 2023/04/20    |         | NC       | %     |
| 2392834     | CTU  | QC Standard              | Nitrogen (N)    | 2023/04/19    |         | 106      | %     |
| 2392834     | CTU  | Spiked Blank             | Nitrogen (N)    | 2023/04/19    |         | 103      | %     |
| 2392834     | CTU  | Method Blank             | Nitrogen (N)    | 2023/04/19    | <0.020  |          | mg/L  |
| 2393049     | GXL  | Spiked Blank             | Cyanate (CNO-)  | 2023/04/25    |         | 112      | %     |
| 2393049     | GXL  | Method Blank             | Cyanate (CNO-)  | 2023/04/25    | <0.050  |          | mg/L  |
| 2393051     | KJS  | Spiked Blank             | Thiocyanate     | 2023/04/25    |         | 95       | %     |
| 2393051     | KJS  | Method Blank             | Thiocyanate     | 2023/04/25    | <0.17   |          | mg/L  |
| 2393416     | GXL  | Spiked Blank             | Thiosulfate     | 2023/04/26    |         | 83       | %     |
| 2393416     | GXL  | Method Blank             | Thiosulfate     | 2023/04/26    | <0.13   |          | mg/L  |
| 2393479     | GXL  | Spiked Blank             | Thiocyanate     | 2023/04/25    |         | 93       | %     |
| 2393479     | GXL  | Method Blank             | Thiocyanate     | 2023/04/25    | <0.17   |          | mg/L  |

RDL = Reportable Detection Limit

Matrix Spike: A sample to which a known amount of the analyte of interest has been added. Used to evaluate sample matrix interference.

QC Standard: A sample of known concentration prepared by an external agency under stringent conditions. Used as an independent check of method accuracy.

Spiked Blank: A blank matrix sample to which a known amount of the analyte, usually from a second source, has been added. Used to evaluate method accuracy.

Method Blank: A blank matrix containing all reagents used in the analytical procedure. Used to identify laboratory contamination.

NC (Matrix Spike): The recovery in the matrix spike was not calculated. The relative difference between the concentration in the parent sample and the spike amount was too small to permit a reliable recovery calculation (matrix spike concentration was less than the native sample concentration)



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

*Alex Thibert*

Alex Thibert

Member 000 42620-01

Alex Thibert, B.Sc., Chemist, Montréal, Analyst II, Chemist in Training

*Frédéric Arnau*



Frédéric Arnau, B.Sc., Chemist, Montreal, Scientific Service Specialist

*Jonathan Fauvel*



Jonathan Fauvel, B.Sc., Chemist, Montreal, Scientific Specialist

*Miryam Assayag*



Miryam Assayag, B.Sc. Chemist, Montréal, Team Leader



*Micheline Cinquino*

Micheline Cinquino, Analyst II

*Suwan*

Suwan (Sze Young) Fock, B.Sc., Scientific Specialist



*Shu Yang*

Shu Yang, B.Sc. Chemist, Montreal, Analyst II

Bureau Veritas - Partial/Rush Results



Bureau Veritas Job #: C315520  
Report Date: 2023/05/26

Agnico Eagle Mines Limited  
Client Project #: MEADOWBANK DIVISION  
Your P.O. #: OL-1183515  
Sampler Initials: AG

### VALIDATION SIGNATURE PAGE(CONT'D)

The analytical data and all QC contained in this report were reviewed and validated by:

Bureau Veritas has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per ISO/IEC 17025, signing the reports. For Service Group specific validation, please refer to the Validation Signatures page if included, otherwise available by request. For Department specific Analyst/Supervisor validation names, please refer to the Test Summary section if included, otherwise available by request. This report is authorized by {0}, {1} responsible for {2} {3} laboratory operations.

Bureau Veritas - Partial/Rush Results

## ANNEXE G Données des suivis des essais de promotion de l'atténuation naturelle





|                                                 |              |              |              |              |
|-------------------------------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Bureau Veritas Job Number: C334828              |              |              |              |              |
| Report Date: 2023/08/02                         |              |              |              |              |
|                                                 |              |              |              |              |
|                                                 |              |              |              |              |
|                                                 |              |              |              |              |
| <b>CONVENTIONAL PARAMETERS (SURFACE WATER)</b>  |              |              |              |              |
| Bureau Veritas ID                               |              | LY0785       | LY0786       | LY0787       |
| Sampling Date                                   |              | 2023-07-09   | 2023-07-09   | 2023-07-09   |
| COC Number                                      |              | n/a          | n/a          | n/a          |
|                                                 | <b>Units</b> | <b>ST 17</b> | <b>ST 19</b> | <b>ST 20</b> |
| <b>CONVENTIONALS</b>                            |              |              |              |              |
| COD                                             | mg/L         | 130          | 440          | 21           |
| Conductivity                                    | mS/cm        | 2.7          | 5.7          | 1.4          |
| Cyanate (CNO-)                                  | mg/L         | 18           | 160          | 0,66         |
| Dissolved organic carbon †                      | mg/L         | 24           | 82           | 6.7          |
| Fluoride (F)                                    | mg/L         | 0.24         | 0.18         | 0.26         |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)                      | mg/L         | 4.0          | 21           | 0.60         |
| Nitrates (N-NO3-)                               | mg/L         | 4.0          | 21           | 0.23         |
| Nitrites (N-NO2-)                               | mg/L         | <0.20        | 0.28         | 0.37         |
| Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3)             | mg/L         | 29           | 64           | 18           |
| Orthophosphate (P)                              | mg/L         | <0.050       | 0.051        | <0.050       |
| pH                                              | pH           | 7.99         | 7.60         | 7.90         |
| Thiocyanate                                     | mg/L         | 93           | 330          | 14           |
| Thiosulfate                                     | mg/L         | 0.50         | 24           | <0.13        |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen                     | mg/L         | 51           | 160          | 21           |
| Total Cyanide (CN)                              | mg/L         | 0.045        | 0.15         | 0.033        |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-)             | mg/L         | 0.036        | 0.075        | 0.030        |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4.5 †            | mg/L         | 110          | 86           | 71           |
| Bromide (Br-)                                   | mg/L         | 1.7          | 5.0          | 0.51         |
| Chloride (Cl)                                   | mg/L         | 130          | 390          | 41           |
| Sulfates (SO4)                                  | mg/L         | 1000         | 2000         | 510          |
| Total Dissolved Solids                          | mg/L         | 2100         | 4900         | 900          |
| Total suspended solids (TSS)                    | mg/L         | 8.0          | 13           | 16           |
|                                                 |              |              |              |              |
| RDL = Reportable Detection Limit                |              |              |              |              |
| QC Batch = Quality Control Batch                |              |              |              |              |
| † Parameter is not accreditable                 |              |              |              |              |
| N/A = Not Applicable                            |              |              |              |              |
|                                                 |              |              |              |              |
| <b>Results relate only to the items tested.</b> |              |              |              |              |

|                                                                       |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
|-----------------------------------------------------------------------|-------|------------|---------------|-----|------------|-----|----------|------------|---------------|------|----------|
| Agnico Eagle Mines Limited                                            |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Bureau Veritas Job Number: C334 Client Project #: MEADOWBANK DIVISION |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Report Date: 2023/08/02                                               |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Your P.O. #: OL-1248940                                               |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Sampler Initials: AG                                                  |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| <b>SUBCONTRACTED ANALYSIS (SURFACE WATER)</b>                         |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Bureau Veritas ID                                                     |       | LY0785     | LY0785        |     | LY0786     |     |          | LY0787     | LY0787        |      |          |
| Sampling Date                                                         |       | 2023-07-09 | 2023-07-09    |     | 2023-07-09 |     |          | 2023-07-09 | 2023-07-09    |      |          |
| COC Number                                                            |       | n/a        | n/a           |     | n/a        |     |          | n/a        | n/a           |      |          |
|                                                                       | Units | ST 17      | ST 17 Lab-Dup | RDL | ST 19      | RDL | QC Batch | ST 20      | ST 20 Lab-Dup | RDL  | QC Batch |
| <b>CONVENTIONALS</b>                                                  |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| Nitrogen (N) †                                                        | mg/L  | 60         | 59            | 2.0 | 260        | 4.0 | 2424873  | 17         | 17            | 0.20 | 2424874  |
| RDL = Reportable Detection Limit                                      |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| QC Batch = Quality Control Batch                                      |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| † Parameter is not accreditable                                       |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| N/A = Not Applicable                                                  |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |
| <b>Results relate only to the items tested.</b>                       |       |            |               |     |            |     |          |            |               |      |          |

## G.2. Essai A1

|         | Parameter                              | unit                | Initial effluent<br>(2023-07-05) |       | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16 | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21 | 2023-07-25 | 2023-07-28 | 2023-08-04 | 2023-08-05 | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10 |     |
|---------|----------------------------------------|---------------------|----------------------------------|-------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-----|
|         |                                        |                     | 0                                | 1     | 2          | 3          | 4          | 5          | 6          | 7          | 8          | 9          | 10         | 11         | 12         | 16         | 19         | 26         | 27         | 28         | 29         | 30         | 31         | 32         | 33         |     |
| On-site | pH                                     |                     | 8.27                             | 8.22  | 8.21       | 8.22       | 8.14       | 8.16       | 8.07       | 8.09       | 7.98       | 8.07       | 8.14       | 8.11       | 8.12       | 7.93       | 7.86       | 7.84       | 7.86       | 7.89       | 7.77       | 7.72       | 7.73       | 7.78       |            |     |
|         | OP                                     | mg/l                | 222                              | 178   | 255        | 268        | 142        | 187        | 190        | 210        |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | DO                                     | mg/cm3              | 26.76                            | 26.75 | 27.50      | 26.97      | 27.07      | 27.40      | 27.79      | 27.59      | 27.84      | 27.74      | 28.12      | 28.64      | 28.66      | 29.45      | 34.22      | 33.68      | 33.96      | 36.05      | 38.31      | 36.61      | 36.94      | 36.89      |            |     |
|         | T                                      | °C                  | 33.1                             | 33.2  | 32.4       | 35.1       | 32.2       | 33.0       | 32.4       | 32.4       | 32.6       | 32.4       | 32.7       | 32.4       | 32.4       | 32.2       | 32.29      | 31.66      | 31.52      | 31.47      | 31.27      | 31.23      | 31.24      | 31.28      |            |     |
|         | EC                                     | mg/L                | 9.21                             | 8.81  | 8.08       | 9.01       | 8.86       | 9.76       | 8.35       | 7.64       | 7.75       | 7.31       | 7.38       | 8.02       | 7.76       | 6.76       | 6.02       | 5.12       | 4.72       | 4.56       | 4.45       | 4.40       | 4.33       |            |            |     |
|         | SCN <sub>-</sub>                       | mg N/L              | 21.78                            |       |            |            |            |            |            | 22.3       |            |            |            |            | 23.8       |            | 17.4       | 12.1       |            |            |            |            |            |            | 4.5        |     |
|         | SCN <sub>-</sub>                       | mg N                | 2243.68                          |       |            |            |            |            |            | 2248.9     |            |            |            |            | 2326.0     |            | 1818.0     | 1054.3     |            |            |            |            |            |            | 389.2      |     |
|         | SCN <sub>-</sub> removal               | mg N/m <sup>3</sup> | 0.00                             |       |            |            |            |            |            | 55.6       |            |            |            |            | 772.3      |            | 1250.7     | 1174.2     |            |            |            |            |            |            | 1855.00    |     |
|         | N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>         | mg N/L              | 20                               |       | 19         |            | 20         |            | 20         | 20         |            |            |            |            | 20.8       |            | 27         | 37         |            |            |            |            | 37         | 36.2       |            |     |
|         | N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>         | mg N                | 20000                            |       | 19190      |            | 20400      |            | 20200      | 20200      |            |            |            |            | 19600      |            | 20280      | 25110      | 32560      |            |            |            | 32190      | 31132      |            |     |
|         | N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> removal | mg N/m <sup>3</sup> | 0                                |       | 1410       |            | 400        |            | 400        | 400        |            |            |            |            | 420        |            | 430        | 11960      |            |            |            | 11590      |            | 106.32     |            |     |
|         | NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>           | mg N/L              | 0.11                             |       | 0.12       |            | 0.13       |            | 0.13       |            |            |            |            |            | 0.14       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>           | mg N                | 110.21                           |       | 120.19     |            | 132.60     |            | 134.93     |            |            |            |            |            | 137.30     |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> removal   | mg N/m <sup>3</sup> | 0.00                             |       | 0.96       |            | 22.29      |            | 24.12      |            |            |            |            |            | 26.59      |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>           | mg N/L              | 4.4                              |       | 13.0       |            | 7.8        |            | 14.0       |            |            |            |            |            | 12.4       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>           | mg N                | 4312.0                           |       | 15110.0    |            | 7956.0     |            | 14160.0    |            |            |            |            |            | 123152.0   |            | 13.9       | 3.2        |            |            |            |            | 3.9        |            |            |     |
|         | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>           | mg N/m <sup>3</sup> | 0.0                              |       | 50618.0    |            | 3424.0     |            | 9608.0     |            |            |            |            |            | 76200.0    |            | 8395       | -1716      |            |            |            |            | 1389       |            |            |     |
|         | TN                                     | mg N/L              | 46.3                             | 0.0   | 34.3       |            | 21.6       | 0.0        | 16.3       | 0.0        | 0.0        | 0.0        | 0.0        | 21.5       | 0.0        | 44.6       | 0.0        | 40.3       |            |            |            | 40.3       | 0.0        | 40.7       |            |     |
|         | PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>          | mg/L                | 0.6                              | 1.5   | 1.5        |            | 1.5        |            | 1.4        |            |            |            |            |            | 1.2        |            |            |            |            |            |            |            | 1.25       |            |            |     |
|         | PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>          | mg                  | 638.6                            |       | 1466.5     |            | 1479.0     |            | 1416.0     |            |            |            |            |            | 1666.0     |            | 1119.25    |            |            |            |            |            | 1087.5     |            |            |     |
|         | Turbidity                              | FAU                 | 24                               |       | 27         |            | 21         |            | 23         |            | 16         | 15         | 17         | 20         | 20         |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | Effluent volume (per 3000)             | l                   | 1010                             | 1030  | 1030       | 1010       | 1010       | 1020       | 1020       | 1020       | 1010       | 1000       | 990        | 980        | 980        | 975        | 980        | 980        | 980        | 880        | 870        | 870        | 870        | 870        | 860        | 860 |
|         |                                        | Alkalinity          | mg/L                             | 110   |            |            |            |            |            |            |            | 118        |            |            |            |            | 126        |            |            | 153        |            |            |            |            |            |     |
| UQAT    | PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>          | mg/L                | -                                |       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | SCN <sub>-</sub>                       | mg N/L              |                                  |       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | CHO                                    | mg N/L              |                                  |       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>           | mg N/L              |                                  |       |            |            |            |            |            |            | 20.6       |            |            |            |            |            | 20.8       | 36.8       | 36.2       |            |            |            |            | 36.2       |            |     |
|         | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>           | mg N/L              |                                  |       |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |
|         | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>           | mg N/L              | 0                                | 0     | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 20.6       | 0          | 0          | 0          | 0          |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |     |



G.3. Essai A2

| Conventionnels | Parameter                  | unit              | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16   | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21  | 2023-07-25 | 2023-07-28   | 2023-08-04   | 2023-08-05 | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10 |            |       |
|----------------|----------------------------|-------------------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|--------------|--------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------|
| On-site        | pH                         | -                 | 8.16                             | 8.17       | 8.15       | 8.15       | 8.12       | 8.13       | 8.07       | 8.09         | 8.01       | 8.07       | 8.13       | 8.12       | 8.14        | 7.95       | 7.86         | 7.93         | 7.85       | 7.87       | 7.8        | 7.88       | 8.4        | 8.44       |            |       |
|                | ORP                        | mV/EH             | 221.90                           | 222        | 224.6      | 247        | 151        | 191        | 183        | 205          |            |            |            |            |             |            |              | 108          | 66         | 84         | 49         | 29         |            |            |            |       |
|                | EC                         | mS/cm             | 2676.00                          | 2674       | 2747       | 2662       | 2706       | 2744       | 2735       | 2776         | 2776       | 2767       | 2806       | 2833       | 2850        | 2932       | 3402         | 3556         | 3554       | 3578       | 3099       | 3679       | 3634       | 3632       |            |       |
|                | T                          | °C                | 11.59                            | 12.59      | 17.12      | 14.99      | 12.11      | 11.91      | 10.66      | 15.55        | 20.88      | 19.19      | 14.64      | 15.1       | 15.3        | 18.19      | 19.4         | 23.61        | 18.35      | 14.58      | 15.07      | 21.19      | 20.34      | 17.85      |            |       |
|                | DO                         | mg/L              | 5.68                             | 5.55       | 8.57       | 9.32       | 9.01       | 8.94       | 8.9        | 8.05         | 8.09       | 7.67       | 7.73       | 8.2        | 8.56        | 8.44       | 6.83         | 4.76         | 6.83       | 4.76       | 0.56       | 0.65       | 1.4        | 4.62       | 12.14      | 10.01 |
|                | SCN                        | mg N/L            | 22.06                            |            |            |            |            |            |            | 17,805,2215  |            |            |            |            | 22,211,198  |            | 21,799,7766  | 12,456,6024  |            |            |            |            |            |            | 2.67       |       |
|                | SCN <sub>3</sub> removal   | mg N/m2           | 21624.87                         |            |            |            |            |            |            | 17,093,0127  |            |            |            |            | 20,656,4141 |            | 19,131,2034  | 10,463,3781  |            |            |            |            |            |            | 1,332.28   |       |
|                | N-NH3                      | mg N/L            | 20.00                            |            |            |            |            | 20         |            |              |            |            |            | 21         |             |            | 2,150,7761   | 131,153,494  |            |            |            |            |            |            | 25,842.60  |       |
|                | N-NH3 removal              | mg N/m2           | 15,600.00                        |            |            |            |            | 15,400     |            |              |            |            |            | 20,160     |             |            | 21,120       | 10,240       |            |            | 29,520     |            |            |            | 36.2       |       |
|                | NO2 <sub>3</sub>           | mg N/L            | 0.11                             |            |            |            |            | 0.132      |            |              |            |            |            | 0.14       |             |            | 1,520        | 1,0640       |            |            | 9,920      |            |            |            | 10,960     |       |
|                | NO2 <sub>3</sub> removal   | mg N/m2           | 0.00                             |            |            |            |            | 138.04     |            |              |            |            |            | 131.52     |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
|                | NO3 <sub>3</sub>           | mg N/L            | 4.40                             |            |            |            |            | 8.7        |            |              |            |            |            | 12.2       |             |            | 16.3         | 5.5          |            |            | 4.3        |            |            |            |            |       |
|                | NO3 <sub>3</sub> removal   | mg N/m2           | 4,312.00                         |            |            |            |            | 8,439      |            |              |            |            |            | 11,712     |             |            | 14,344       | 4,620        |            |            | 3,526      |            |            |            |            |       |
|                | TN                         | mg N/L            | 46,562,991.54                    | 0          | 33,023     | 0          | 0          | 28,832     | 0          | 48,742,221.5 | 0          | 0          | 33,34      | 0          | 22,211,198  | 0          | 62,039,776.6 | 13,956,602.4 | 0          | 0          | 40.3       | 0          | 0          | 0          | 40,863,348 |       |
|                | PO4 <sup>3-</sup>          | mg/L              | 0.62                             |            |            |            |            | 3.35       |            | 2.85         |            |            |            | 3.5        |             |            | 3.6          |              |            |            | 3.25       |            |            |            |            |       |
|                | PO4 <sup>3-</sup>          | mg                | 607.60                           |            |            |            |            | 3,249.5    |            | 27.96        |            |            |            | 3,360      |             |            | 3,168        |              |            |            | 2,665      |            |            |            |            |       |
|                | Turbidity                  | FAU               | 24.00                            | 26         |            |            | 21         | 23         |            | 19           | 15         | 17         | 18         | 19         |             |            | 5            | 5            | 5          | 5          | 11         |            |            |            |            |       |
|                | Effluent volume (unit 980) | L                 | 980.00                           | 980        | 960        | 960        | 975        | 970        | 960        | 960          | 965        | 970        | 960        | 935        | 930         | 905        | 880          | 840          | 830        | 830        | 820        | 820        | 810        | 800        |            |       |
|                | Alkalinity                 | mg/L              | 110                              |            |            |            |            |            |            | 116          |            |            |            |            | 131         |            | 156          |              |            |            |            |            |            |            | 110        |       |
|                | UQAT                       | PO4 <sup>3-</sup> | mg/L                             |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
| SCN            |                            | mg N/L            |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
| CNO            |                            | mg N/L            |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
| N-NH3          |                            | mg N/L            |                                  |            |            |            |            |            |            |              | 20.3       |            |            |            |             |            | 21.3         | 26.3         | 36.4       |            |            |            |            |            | 38.2       |       |
| NO2            |                            | mg N/L            |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
| NO3            |                            | mg N/L            |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |
| TN             |                            | mg N/L            | 0                                | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0            | 20.3       | 0          | 0          | 0          | 0           | 0          |              |              |            |            |            |            |            |            |            |       |

G.4. Essai A3

|                               | Parameter                     | unit       | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16  | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21  | 2023-07-25 | 2023-07-28  | 2023-08-04  | 2023-08-05 | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10  |       |
|-------------------------------|-------------------------------|------------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|-------------|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------|
| On-site                       | pH                            | -          | 8.25                             | 8.11       | 8.11       | 8.12       | 8.1        | 8.11       | 8.05       | 8.08        | 8          | 8.07       | 8.13       | 8.12       | 8.14        | 7.96       | 7.92        | 7.95        | 7.87       | 7.85       | 7.93       | 8.41       | 8.96       | 9.02        |       |
|                               | ORP                           | mV/EH      | 219.90                           | 229.8      | 213.1      | 187        | 179        | 191        | 179        | 203         |            |            |            |            |             |            |             | 127         | 98         | 46         | -5         | 18         |            |             |       |
|                               | EC                            | mS/cm      | 2673.00                          | 2682       | 2752       | 2678       | 2710       | 2747       | 2744       | 2766        | 2785       | 2774       | 2834       | 2842       | 2859        | 2950       | 3421        | 3581        | 3579       | 3603       | 3637       | 3644       | 3606       | 3602        |       |
|                               | T                             | °C         | 12.28                            | 12.34      | 17.46      | 15.01      | 12.21      | 12.06      | 19.21      | 15.6        | 21.2       | 19.25      | 14.88      | 15.43      | 15.31       | 18.44      | 19.85       | 24.19       | 18.46      | 14.55      | 19.45      | 21.41      | 20.83      | 18.04       |       |
|                               | DO                            | mg/L       | 5.69                             | 5.69       | 8.53       | 9.22       | 8.93       | 8.85       | 8.39       | 8.19        | 8.2        | 7.77       | 8.03       | 8.72       |             |            | 6.36        | 6.73        | 6.72       | 6.52       | 6.78       | 1.05       | 2.58       | 11.69       | 15    |
|                               | SCN                           | mg N/L     | 2152                             |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            | 20,905,7235 | 13,146,0986 | 11,150,928 |            |            |            |            | 1,767,6425  |       |
|                               | SCN <sub>3</sub> removal      | mg N/m2    | 22356.00                         |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            | 20776,5518  | 9812,4166   |            |            |            |            |            | 2,084,463   |       |
|                               | N-NH3                         | mg N/L     | 20.00                            |            | 21         |            |            | 23         |            |             |            |            |            | 21         |             |            | 24          | 36          |            |            | 42         |            |            |             | 3074  |
|                               | N-NH3 removal                 | mg N/m2    | 20400.00                         |            | 21000      |            |            | 23230      |            | 15095       |            |            |            | 20475      |             |            | 22080       | 31080       |            |            | 36540      |            |            |             |       |
|                               | NO2 <sub>3</sub>              | mg N/L     | 0.00                             |            | 600        |            |            | 2830       |            | -1305       |            |            |            | 75         |             |            | 1680        | 11280       |            |            | 16140      |            |            |             | 10474 |
|                               | NO2 <sub>3</sub>              | mg N       | 109.14                           |            | 0.13       |            |            | 0.13       |            | 0.13        |            |            |            | 0.137      |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
|                               | NO2 <sub>3</sub> removal      | mg N/m2    | 0.00                             |            | 20.86      |            |            | 22.16      |            | 24.525      |            |            |            | 24,435     |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
|                               | NO3 <sub>3</sub>              | mg N/L     | 4.40                             |            | 39.4       |            |            | 13.7       |            | 39.4        |            |            |            | 9.2        |             |            | 19.3        | 4.8         |            |            | 1.7        |            |            |             |       |
|                               | NO3 <sub>3</sub> removal      | mg N/m2    | 0.00                             |            | 11.70      |            |            | 10.504     |            | 21.6085     |            |            |            | 8.970      |             |            | 17.756      | 4.224       |            |            | 14.79      |            |            |             |       |
|                               | TN                            | mg N/L     | 46,424,64751                     | 0          | 32.83      | 0          | 0          | 31.53      | 0          | 63,189,2507 | 0          | 0          | 30,317     | 0          | 20,905,7235 | 0          | 66,544,0986 | 51,950,928  | 0          | 0          | 43.7       | 0          | 0          | 37,638,7642 |       |
|                               | PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | mg/L       | 0.62                             |            | 5.7        |            |            | 4.8        |            | 4.3         |            |            |            | 5.45       |             |            | 5.25        |             |            |            | 4.55       |            |            |             |       |
|                               | PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | mg         | 632.40                           |            | 5700       |            |            | 4648       |            | 4321.5      |            |            |            | 5313.75    |             |            | 4922        |             |            |            | 3958.5     |            |            |             |       |
|                               | Turbidity                     | FAU        | 24.00                            | 28         |            |            | 22         | 24         |            | 24          | 17         | 18         | 18         | 18         |             |            | 9           | 3           |            | 10         | 11         | 35         |            |             |       |
|                               | Effluent volume (unit 1020)   | L          | 1020,00                          | 1020       | 1000       | 1000       | 1010       | 1010       | 1005       | 1005        | 990        | 985        | 975        | 970        | 970         | 945        | 920         | 880         | 880        | 870        | 870        | 865        | 860        | 860         |       |
|                               | UQAT                          | Alkalinity | mg/L                             | 110        |            |            |            |            |            |             | 118        |            |            |            |             |            |             | 126         |            |            |            |            |            |             |       |
| PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> |                               | mg/L       |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
| SCN                           |                               | mg N/L     |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
| CNO                           |                               | mg N/L     |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
| N-NH <sub>3</sub>             |                               | mg N/L     |                                  |            |            |            |            |            |            | 20.9        |            |            |            |            |             |            |             | 26.1        | 37.1       |            |            |            |            |             | 35.9  |
| NO <sub>2</sub>               |                               | mg N/L     |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |
| NO <sub>3</sub>               |                               | mg N/L     |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |             |            |             |             |            |            |            |            |            |             |       |

G.5. Essai A4

|                  | Parameter                  | unit    | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16 | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21 | 2023-07-25 | 2023-07-28  | 2023-08-04  | 2023-08-05  | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10 |             |           |
|------------------|----------------------------|---------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-----------|
| On-site          | pH                         |         | 8.13                             | 8.02       | 7.99       | 8          | 7.9        | 7.81       | 7.85       | 7.92       | 8.02       | 8.14       | 8.17       | 8.3        | 8.15       | 8.19       | 8.25        | 8.37        | 8.46        | 8.37       | 8.39       | 8.43       | 8.49       |            |             |           |
|                  | ORP                        | mV/EH   | 221.50                           | 220.4      | 205.6      | 182        | 195        | 190        | 189        | 207        |            |            |            |            |            |            |             | 198         | 223         | 216        | 208        | 174        |            |            |             |           |
|                  | EC                         | mS/cm   | 1620.00                          | 1621       | 1562       | 1558       | 1609       | 1746       | 1722       | 1760       | 1796       | 1785       | 1869       | 1923       | 1961       | 2126       | 2099        | 2281        | 2277        | 2302       | 2360       | 2284       | 2460       | 2446       |             |           |
|                  | T                          | °C      | 11.58                            | 11.78      | 16.89      | 14.79      | 12.01      | 11.58      | 10.67      | 15.37      | 21.37      | 19.17      | 14.3       | 14.76      | 14.01      | 18.09      | 19.63       | 23.63       | 18.16       | 14.54      | 15.7       | 21.61      | 21.03      | 18.21      |             |           |
|                  | DO                         | mg/L    | 8.67                             | 8.67       | 8.73       | 7.88       | 8.67       | 8.56       | 8.27       | 7.56       | 7.55       | 7.79       | 8.02       | 8.35       | 9.17       | 8.42       | 9.21        | 9.05        | 7.39        | 8.53       | 8.63       | 8.06       | 8.26       | 8.64       | 8.18        |           |
|                  | SCN <sub>3</sub>           | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | 75,427,4151 | 78,500,6691 | 62,136,0104 |            |            |            |            |            | 86,089,7901 |           |
|                  | SCN <sub>3</sub> removal   | mg N/m2 |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | 70901,7702  |             | 72779,7571  |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | N-NH3                      | mg N/L  | 15.00                            |            | 13         |            | 13         |            | 13         |            | 13         |            | 14         |            |            |            |             |             | 22          |            | 25         |            | 30         |            | 34.2        |           |
|                  | N-NH3                      | mg N/L  | 1550.00                          |            | 1274.0     |            | 1287.0     |            | 1340.0     |            | 1340.0     |            | 1340.0     |            |            |            |             | 1860.0      | 2200.0      | 2680.0     |            | 2878.0     |            |            |             |           |
|                  | N-NH3 removal              | mg N/m2 |                                  |            | 2260       |            | 2130       |            | 2180       |            | 1560       |            | 1560       |            |            |            |             | 4800        | 7000        | 7000       |            | 10800      |            |            | 13728       |           |
|                  | NO2 <sub>3</sub>           | mg N/L  | 0.13                             |            | 0.184      |            | 0.148      |            | 0.153      |            | 0.146      |            | 0.146      |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | NO2 <sub>3</sub>           | mg N/L  | 130.00                           |            | 100.32     |            | 146.32     |            | 150.700    |            | 150.700    |            | 150.700    |            |            |            |             | 160.32      | 160.32      | 160.32     |            | 160.32     |            |            |             |           |
|                  | NO2 <sub>3</sub> removal   | mg N/m2 |                                  |            | 50.32      |            | 16.52      |            | 20.705     |            | 20.705     |            | 20.705     |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | NO3 <sub>3</sub>           | mg N/L  | 22.50                            |            | 18.5       |            | 28.5       |            | 29         |            | 29         |            | 29         |            |            |            |             | 57.5        | 35          |            |            | 65         |            |            |             |           |
|                  | NO3 <sub>3</sub>           | mg N/L  | 22500.00                         |            | 1778.0     |            | 2786.5     |            | 2786.5     |            | 2786.5     |            | 2786.5     |            |            |            |             | 44663       | 30880       | 50000      |            | 50000      |            |            |             |           |
|                  | NO3 <sub>3</sub> removal   | mg N/m2 |                                  |            | 15230      |            | 3715       |            | 46078      |            | 46078      |            | 46078      |            |            |            |             | 22240       | 8300        |            |            | 33400      |            |            |             |           |
|                  | TN                         | mg N/L  | 117.8959393                      |            | 31.684     |            | 41.648     |            | 115.627678 |            | 0          |            | 0          |            | 0          | 64046      |             | 75,427,4151 | 136,400,000 | 142,13603  |            | 0          | 95         | 0          | 0           | 120,28879 |
|                  | PO4 <sup>3-</sup>          | mg P/L  | 0.26                             |            | 1.55       |            | 1.8        |            | 1.8        |            | 1.8        |            | 1.8        |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | PO4 <sup>3-</sup>          | mg      | 760.00                           |            | 1519       |            | 1762       |            | 1762.75    |            | 1762.75    |            | 1824       |            |            |            |             | 1500        |             |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | Turbidity                  | FAU     | 3                                |            |            |            | 8          |            | 4          |            | 5          |            | 7          |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
|                  | Effluent volume (inh 1000) | L       | 1000.00                          | 1000       | 980        | 980        | 995        | 990        | 985        | 985        | 975        | 975        | 975        | 960        | 950        | 940        | 925         | 900         | 860         | 851        | 860        | 850        | 840        | 840        | 840         |           |
|                  | Alkalinity                 | mg/L    | 90                               |            |            |            |            |            | 101        |            |            |            |            |            |            |            |             | 106         |             |            | 171        |            |            |            | 220         |           |
|                  | PO4 <sup>3-</sup>          | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
| SCN              | mg N/L                     |         |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
| CNO              | mg N/L                     |         |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
| N-NH3            | mg N/L                     |         |                                  |            |            |            |            | 12.8       |            |            |            |            |            |            |            |            | 15.3        |             | 20.7        | 25.5       |            |            |            |            | 34.2        |           |
| NO2 <sub>3</sub> | mg N/L                     |         |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |
| TN               | mg N/L                     |         |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |             |            |            |            |            |            |             |           |

G.6. Essai A5

|         | Parameter                  | unit    | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16   | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21  | 2023-07-22 | 2023-07-23   | 2023-08-04  | 2023-08-05 | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10   |
|---------|----------------------------|---------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|--------------|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|
| On-site | pH                         | -       | 8.13                             | 7.94       | 7.96       | 7.96       | 7.89       | 7.91       | 7.85       | 7.91         | 7.87       | 7.94       | 8.04       | 8.03       | 8.1         | 7.87       | 8.06         | 8.07        | 8.21       | 8.34       | 8.29       | 8.33       | 8.42       | 8.51         |
|         | ORP                        | mV/ENH  | 213.80                           | 213.9      | 208.1      | 188        | 213        | 180        | 201        | 208          |            |            |            |            |             |            |              | 184         | 216        | 212        | 199        | 167        |            |              |
|         | EC                         | mS/cm   | 5629.00                          | 5638       | 5770       | 5604       | 5678       | 5746       | 5718       | 5765         | 5793       | 5773       | 5858       | 5910       | 5940        | 6109       | 7060         | 7235        | 7227       | 7263       | 7295       | 7349       | 7380       | 7383         |
|         | T                          | °C      | 11.46                            | 11.09      | 10.43      | 14.58      | 11.85      | 11.44      | 10.28      | 15.26        | 20.85      | 19.06      | 13.96      | 14.65      | 14.14       | 17.74      | 18.99        | 23.15       | 17.85      | 14.37      | 19.03      | 21.19      | 21.03      | 17.88        |
|         | DO                         | mg/L    | 8.65                             | 8.54       | 7.86       | 8.75       | 8.55       | 8.38       | 7.85       | 7.87         | 8.01       | 7.73       | 8.53       | 8.37       | 9.21        | 9.3        | 9.23         | 8.05        | 9.55       | 9.23       | 8.89       | 8.67       | 8.89       | 8.6          |
|         | SCN                        | mg N/L  | 81.39                            |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            | 76,66(3632)  |             |            |            |            |            |            | 84,74(924)   |
|         | SCN- removal               | mg N/m2 | 0.00                             |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            | 70144.2323   |             | 70115.5759 | 68644.2059 |            |            |            | 69492.383    |
|         | N-NH3                      | mg N/L  | 15.00                            |            |            |            |            | 11         | 12         |              |            |            | 14         |            |             |            | 4393.0823    |             |            |            |            |            |            | 9044.7316    |
|         | N-NH3 removal              | mg N/m2 | 0.00                             |            |            |            |            | 3915       | -3075      |              |            |            | 1455       |            |             |            | 570          | 3895        |            |            | 8625       |            |            | 77716        |
|         | NO2-                       | mg N/L  | 0.13                             |            |            |            | 0.161      | 0.189      | 0.168      |              |            |            | 0.172      |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            | 13241        |
|         | NO2-                       | mg N    | 125.45                           |            |            |            |            | 181.44     | 159.6      |              |            |            | 159.96     |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | NO2- removal               | mg N/m2 | 0.00                             |            |            |            |            | 15.99      |            |              |            |            | 34.53      |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | NO3-                       | mg N/L  | 22.50                            |            |            |            |            | 26         | 51.5       |              |            |            | 51.5       |            |             |            | 58.5         | 42          |            |            | 51.5       |            |            |              |
|         | NO3-                       | mg N    | 21712.50                         |            |            |            |            | 26860.00   | 48925.00   |              |            |            | 47895      |            |             |            | 51772.5      | 15070       |            |            | 42487.5    |            |            |              |
|         | TN                         | mg N/L  | 119.01(6182)                     | 0          | 63.161     | 0          | 0          | 37.189     | 0          | 138.2613(62) | 0          | 0          | 55.672     | 0          | 76,66(3632) | 0          | 154,95(2638) | 144,20(863) | 0          | 0          | 79.5       | 0          | 0          | 118,54(7052) |
|         | PO4 <sup>3-</sup>          | mg/L    | 0.76                             |            |            |            |            | 3.45       | 3.25       |              |            |            | 4.25       |            |             |            | 3.45         |             |            |            |            |            |            |              |
|         | PO4 <sup>3-</sup> removal  | mg N    | 733.40                           |            |            |            |            | 3420       | 3087.5     |              |            |            | 3952.5     |            |             |            | 3053.25      |             |            |            | 3052.5     |            |            |              |
|         | Turbidity                  | FAU     | 3.00                             | 12         | 4          |            |            | 19         | 18         | 9            | 10         | 4          |            |            |             |            | 3053.25      | 11          | 15         | 2          | 12         |            |            |              |
|         | Effluent volume (init 965) | L       | 965.00                           | 965        | 950        | 950        | 960        | 960        | 950        | 950          | 940        | 940        | 930        | 925        | 915         | 905        | 885          | 835         | 845        | 830        | 825        | 825        | 825        | 820          |
| UQAT    | Alkalinity                 | mg/L    | 86                               |            |            |            |            |            | 99         |              |            |            |            |            |             |            | 106          |             |            |            |            |            |            | 230          |
|         | PO4 <sup>3-</sup>          | mg/L    |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | SCN                        | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | CNO                        | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | N-NH3                      | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | NO2-                       | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
|         | NO3-                       | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |              |            |            |            |            |             |            |              |             |            |            |            |            |            |              |
| TN      | mg N/L                     | 0       | 0                                | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 12.8       | 0            | 0          | 0          | 0          | 0          |             |            |              |             |            |            |            |            | 33.8       |              |

G.7. Essai A6

|                            | Parameter                 | unit    | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16  | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21 | 2023-07-22   | 2023-07-23 | 2023-07-24   | 2023-08-04 | 2023-08-05   | 2023-08-06  | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10 |
|----------------------------|---------------------------|---------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|------------|--------------|------------|--------------|-------------|------------|------------|------------|------------|
| On-site                    | pH                        | -       | 8.06                             | 7.81       | 7.89       | 7.93       | 7.87       | 7.89       | 7.84       | 7.9         | 7.84       | 7.92       | 8.05       | 7.97       | 8.01       | 7.79         | 7.94       | 8.13         | 8.27       | 8.35         | 8.26        | 8.25       | 8.28       | 8.34       |            |
|                            | ORP                       | mV/ENH  | 213.20                           | 224.6      | 211.7      | 182        | 199        | 192        | 204        | 193         |            |            |            |            |            |              |            | 210          | 236        | 230          | 213         | 221        |            |            |            |
|                            | EC                        | mS/cm   | 5632.00                          | 5636       | 5773       | 5606       | 5670       | 5748       | 5717       | 5766        | 5801       | 5781       | 5889       | 5933       | 5954       | 6134         | 7080       | 7264         | 7259       | 7271         | 7312        | 7354       | 7432       | 7419       |            |
|                            | T                         | °C      | 11.46                            | 11.63      | 16.31      | 14.26      | 13.86      | 13.47      | 10.44      | 15.15       | 20.85      | 18.93      | 13.84      | 14.55      | 14         | 17.65        | 18.75      | 23.17        | 17.68      | 14.33        | 18.9        | 20.76      | 19.86      | 17.79      |            |
|                            | DO                        | mg/L    | 8.53                             | 9.03       | 8.08       | 9.03       | 8.69       | 8.52       | 7.99       | 8.06        | 8.1        | 7.76       | 8.71       | 8.92       | 9.26       | 9.36         | 9.23       | 8.8          | 8.85       | 9.54         | 9.14        | 8.78       | 9.6        | 8.68       |            |
|                            | SCN                       | mg N/L  | 80.52                            |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            | 76,73(28896) |            | 79,56(42176) | 83,00(4198) |            |            |            |            |
|                            | SCN- removal              | mg N/m2 | 79731.06                         |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            | 72126.8163   |            | 70808.6623   | 70555.4568  |            |            |            |            |
|                            | N-NH3                     | mg N/L  | 15.00                            |            |            |            |            | 11         | 12         |             |            |            | 13         |            |            |              |            | 7582.1487    |            |              |             |            |            | 9445.3509  |            |
|                            | N-NH3 removal             | mg N    | 14485.00                         |            |            |            |            | 10970      | 10833      | 11760       |            |            | 12480      |            |            |              |            | 13160        | 15300      |              |             | 17460      |            |            |            |
|                            | NO2-                      | mg N/L  | 0.00                             |            |            |            |            | 4190       | -4015      | -3090       |            |            | -2370      |            |            |              |            | -1500        | 450        |              |             | 2790       |            |            |            |
|                            | NO2- removal              | mg N/L  | 0.13                             |            |            |            |            | 0.181      | 0.153      |             |            |            | 0.164      |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO3-                      | mg N/L  | 128.70                           |            |            |            |            | 165.87     | 180.25     | 149.94      |            |            | 157.44     |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO3- removal              | mg N/m2 | 0.00                             |            |            |            |            | 37.17      | 31.55      | 21.24       |            |            | 26.94      |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO3-                      | mg N/L  | 22.50                            |            |            |            |            | 25.8       | 26.25      | 31          |            |            | 29.3       |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO3- removal              | mg N    | 22275.00                         |            |            |            |            | 24735      | 27626.25   | 32340       |            |            | 29120      |            |            |              |            | 33.25        | 29.75      |              |             | 40.75      |            |            |            |
|                            | TN                        | mg N/L  | 118.146(272)                     | 0          | 36.671     | 0          | 0          | 0          | 0          | 119.347(67) | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 76,73(28896) | 0          | 73,71(74)    | 80,71(5)   | 82,75        | 81,25       | 11955      |            |            |            |
|                            | PO4 <sup>3-</sup>         | mg/L    | 0.76                             |            |            |            |            | 5.35       |            | 6.85        |            |            | 4.75       |            |            |              |            | 5.7          |            |              |             | 4.6        |            |            |            |
|                            | PO4 <sup>3-</sup> removal | mg N    | 752.40                           |            |            |            |            | 5185.5     |            | 6747.25     |            |            | 4998       |            |            |              |            | 5073         |            |              |             | 3664       |            |            |            |
|                            | Turbidity                 | FAU     | 3.00                             | 31         |            |            |            | 6747.25    | 3          | 12          | 7          | 30         | 2          | 1          |            |              |            | 5073         | 30         | 15           | 4           | 32         |            |            |            |
| Effluent volume (init 990) | L                         | 990.00  | 990                              | 970        | 970        | 980        | 985        | 980        | 980        | 980         | 970        | 960        | 950        | 940        | 930        | 890          | 850        | 850          | 840        | 840          | 835         | 830        | 820        |            |            |
| UQAT                       | Alkalinity                | mg/L    | 86                               |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              | 106        |              | 131        |              |             |            |            |            |            |
|                            | PO4 <sup>3-</sup>         | mg/L    |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | SCN                       | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | CNO                       | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | N-NH3                     | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO2-                      | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |
|                            | NO3-                      | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |             |            |            |            |            |            |              |            |              |            |              |             |            |            |            |            |

G.8. Essai A7

|                             | Parameter         | unit    | Initial effluent<br>(2023-07-09) | 2023-07-10 | 2023-07-11 | 2023-07-12 | 2023-07-13 | 2023-07-14 | 2023-07-15 | 2023-07-16 | 2023-07-17 | 2023-07-18 | 2023-07-19 | 2023-07-20 | 2023-07-21 | 2023-07-22 | 2023-07-23 | 2023-07-24 | 2023-08-04 | 2023-08-05 | 2023-08-06 | 2023-08-07 | 2023-08-08 | 2023-08-09 | 2023-08-10 |
|-----------------------------|-------------------|---------|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| On-site                     | pH                | -       | 0.00                             | 1.00       | 2.00       | 3.00       | 4.00       | 5.00       | 6.00       | 7.00       | 8.00       | 9.00       | 10.00      | 11.00      | 12.00      | 16.00      | 19.00      | 26.00      | 27.00      | 28.00      | 29.00      | 30.00      | 31.00      | 32.00      |            |
|                             | ORP               | mV/ENH  | 215.30                           | 164.2      | 146.9      | 100        | 68         | 84         | 72         | 10.24      | 10.14      | 10.1       | 10.31      | 10.14      | 10.31      | 9.99       | 10.08      | 10.24      | 12.5       | 37         | -28        | -30        | 23         | 102        |            |
|                             | EC                | mS/cm   | 1331.00                          | 1334       | 1358       | 1312       | 1291       | 1295       | 1279       | 1283       | 1297       | 1287       | 1305       | 1316       | 1320       | 1366       | 1585       | 1637       | 1630       | 1638       | 1649       | 1661       | 1676       | 1667       |            |
|                             | T                 | °C      | 11.19                            | 11.54      | 16.04      | 14.82      | 12.36      | 12.34      | 18.58      | 15.77      | 21.82      | 19.29      | 15.25      | 15.65      | 14.96      | 19.06      | 20.32      | 24.57      | 18.5       | 14.59      | 19.66      | 21.79      | 19.86      | 17.87      |            |
|                             | DO                | mg/L    | 10.20                            | 10.11      | 10.41      | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 15         | 14.57      | 13.19      | 13.31      | 12.63      | 13.39      | 12.89      | 13.37      |            |
|                             | SCN               | mg N/L  | 3.38                             |            |            |            |            |            |            |            | 0          |            |            |            |            |            |            |            | 0          | 0          |            |            |            | 0          |            |
|                             | SCN               | mg N    | 3376.20                          |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | 0          | 0          |            |            |            | 0          |            |
|                             | SCN- removal      | mg N/m2 | 0.00                             |            |            |            |            |            |            |            | -3376.203  |            |            |            |            |            | -3376.203  |            | -3376.203  |            |            |            |            |            |            |
|                             | N-NH3             | mg N/L  | 18.00                            |            | 14         |            |            |            | 11         |            |            |            |            |            |            |            | -3376.203  |            | -3376.203  |            |            |            |            |            |            |
|                             | N-NH3             | mg N    | 18000.00                         |            | 13720      |            |            |            | 10780      |            |            |            |            | 6          |            |            |            |            | 2          |            |            | 1          |            |            |            |
|                             | N-NH3 removal     | mg N/m2 | 0.00                             | -4280      |            |            |            | -7220      | -9180      |            | -9180      |            | -12180     |            |            |            |            |            | -15160     | -16120     |            |            | -17180     |            |            |
|                             | NO2-              | mg N/L  | 0.35                             | 0.378      |            |            |            | 0.346      | 0.344      |            | 0.344      |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | -17064     |            |
|                             | NO2-              | mg N    | 350.00                           | 370.44     |            |            |            | 339.08     | 339.08     |            | 339.8      |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                             | NO2- removal      | mg N/m2 | 0.00                             | 20.44      |            |            |            | -10.92     | -12.88     |            | -20.2      |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                             | NO3-              | mg N/L  | 2.80                             | 3.7        |            |            |            | 4.6        | 2.9        |            | 3.7        |            |            |            |            |            |            |            | 4.5        | 5.2        |            |            | 3.2        |            |            |
|                             | NO3-              | mg N    | 2800.00                          | 3626       |            |            |            | 4508       | 2842       |            | 3584       |            |            |            |            |            |            |            | 3960       | 4368       |            |            | 2624       |            |            |
|                             | NO3- removal      | mg N    | 0.00                             | 826        |            |            |            | 1708       | 788        |            | 1160       |            |            |            |            |            |            |            | 1160       | 1568       |            |            | 176        |            |            |
|                             | TN                | mg N/L  | 24.52620346                      | 0          | 18.078     | 0          | 0          | 15.946     | 0          | 12.244     | 0          | 0          | 10.8       | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 7.5        | 7.2        | 0          | 0          | 4          | 0          | 1.17       |
|                             | PO4 <sup>3-</sup> | mg/L    | 0.71                             | 1.55       |            |            |            | 0.65       | 1.15       |            | 0.6        |            |            |            |            |            |            |            | 0.8        |            |            |            | 0.9        |            |            |
|                             | PO4 <sup>3-</sup> | mg      | 710.00                           | 1519       |            |            |            | 637        | 1127       |            | 582        |            |            |            |            |            |            |            | 704        |            |            |            | 738        |            |            |
| Turbidity                   | FAU               | 24.00   | 21                               |            |            | 49         | 63         | 67         | 65         | 63         | 63         | 55         | 62         | 55         | 62         | 65         | 65         | 62         | 63         | 60         | 66         | 66         |            |            |            |
| Effluent volume (unit 1000) |                   |         | 1000                             | 1000       | 980        | 980        | 970        | 980        | 980        | 980        | 975        | 970        | 970        | 940        | 935        | 915        | 880        | 840        | 825        | 820        | 820        | 820        | 805        | 800        |            |
| UQAT                        | Alkalinity        | mg/L    | 71                               |            |            |            |            |            | 50.4       |            |            |            |            |            | 35.2       |            |            |            |            |            |            |            |            | 22         |            |
|                             | PO4 <sup>3-</sup> | mg/L    |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                             | SCN               | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                             | CNO               | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                             | N-NH3             | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            | 9.24       |            |            |            |            |            | 6.36       |            | 5.17       | 2.83       |            |            |            |            |            |            |
|                             | NO2-              | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            | 1.17       |            |            |
|                             | NO3-              | mg N/L  |                                  |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
| TN                          | mg N/L            | 0       | 0                                | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 9.24       | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |



## G.11. Caractérisations finales

|                                      | A1        | A2        | A3        | A4        | A5        | A6        | A7        | A8        | A9        |
|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| COD                                  | 21        | 63        | 73        | 500       | 480       | 480       | 130       | 120       | 110       |
| Conductivity                         | 3,23      | 3,13      | 3,13      | 6,45      | 6,23      | 6,25      | 1,45      | 1,46      | 1,47      |
| Cyanate (CNO-)                       | <0,25     | <0,50     | <0,50     | 3,3       | 6,1       | <1,0      | 0,39      | <0,25     | 0,46      |
| Dissolved organic carbon †           | 6,4       | 6,7       | 10        | 140       | 160       | 88        | 21        | 20        | 20        |
| Fluoride (F)                         | 0,30      | 0,28      | 0,29      | 0,19      | 0,18      | 0,18      | 0,34      | 0,34      | 0,33      |
| Nitrate (N) and Nitrite(N)           | <0,10     | <0,10     | <0,10     | 22,9      | 21,7      | 21,8      | 0,42      | 0,50      | 0,51      |
| Nitrates (N-NO3-)                    | <0,10     | <0,10     | <0,10     | 22,7      | 21,5      | 21,6      | 0,37      | 0,32      | 0,31      |
| Nitrites (N-NO2-)                    | <0,010    | <0,010    | <0,010    | 0,166     | 0,204     | 0,229     | 0,052     | 0,180     | 0,198     |
| Nitrogen ammonia (N-NH4+ and N-NH3)  | 42        | 43        | 41        | 68        | 71        | 72        | 0,78      | 0,80      | 1,0       |
| Orthophosphate (P)                   | 0,021     | 0,073     | 0,70      | 0,30      | 0,74      | 0,80      | 0,16      | 0,32      | 0,73      |
| pH                                   | 7,73      | 8,57      | 8,67      | 8,37      | 8,68      | 8,52      | 7,05      | 7,07      | 7,06      |
| Thiocyanate                          | 12        | 10        | <0,20     | 360       | 370       | 390       | 16        | 17        | 17        |
| Total N (calculated)                 | 44,9      | 45,4      | 41        | 178,8     | 184,0     | 187,9     | 5,2       | 5,4       | 5,8       |
| Thiosulfate                          | <1,0      | <0,40     | <0,20     | <20       | <20       | <20       | <1,0      | <1,0      | <1,0      |
| TKN Total Kjeldahl Nitrogen          | 45        | 43        | 47        | 260       | 330       | 160       | 8,4       | 7,5       | 7,4       |
| Total Cyanide (CN)                   | 0,0269    | 0,00422   | 0,0159    | 0,0336    | 0,0369    | 0,0337    | 0,113     | 0,0997    | 0,113     |
| Weak Acid Dissociable Cyanide (CN-)  | 0,0071    | 0,0014    | 0,0031    | 0,0096    | 0,012     | 0,0054    | 0,094     | 0,078     | 0,090     |
| Nitrogen (N) †                       | 45        | 43        | 47        | 280       | 350       | 180       | 8,8       | 8,0       | 7,9       |
| Alkalinity Total (as CaCO3) pH 4,5 † | 140       | 110       | 120       | 220       | 230       | 200       | 22        | 15        | 13        |
| Bromide (Br-)                        | 1,8       | 2,0       | 2,2       | 5,0       | 4,9       | 4,8       | <1,0      | <1,0      | <1,0      |
| Chloride (Cl)                        | 160       | 160       | 160       | 720       | 690       | 710       | 56        | 57        | 57        |
| Sulfates (SO4)                       | 1400      | 1400      | 1400      | 2400      | 2400      | 2400      | 620       | 620       | 620       |
| Total Dissolved Solids               | 2260      | 2260      | 2220      | 5440      | 5380      | 5460      | 1040      | 1010      | 1060      |
| Total suspended solids (TSS)         | 7         | 33        | 32        | 5         | 7         | 26        | 57        | 42        | 37        |
| Aluminum (Al) †                      | 6,5       | 6,9       | 7,5       | <15       | <15       | <15       | 8,8       | 7,7       | 7,6       |
| Antimony (Sb)                        | 5,6       | 5,8       | 5,8       | 20,9      | 20,4      | 20,1      | 9,04      | 8,97      | 9,20      |
| Silver (Ag) †                        | <0,040    | <0,040    | <0,040    | <0,10     | <0,10     | 0,34      | <0,020    | <0,020    | <0,020    |
| Arsenic (As)                         | 71,5      | 71,6      | 67,9      | 194       | 192       | 185       | 302       | 311       | 307       |
| Barium (Ba)                          | 49,2      | 49,8      | 48,8      | 169       | 165       | 163       | 34,7      | 31,8      | 27,3      |
| Beryllium (Be) †                     | <0,20     | <0,20     | <0,20     | <0,50     | <0,50     | <0,50     | <0,10     | <0,10     | <0,10     |
| Bismuth (Bi) †                       | <2,0      | <2,0      | <2,0      | <5,0      | <5,0      | <5,0      | <1,0      | <1,0      | <1,0      |
| Boron (B)                            | 166       | 163       | 165       | 408       | 401       | 442       | 121       | 123       | 125       |
| Cadmium (Cd)                         | <0,020    | <0,020    | <0,020    | 0,473     | 0,341     | 0,214     | <0,010    | <0,010    | <0,010    |
| Calcium (Ca)                         | 305       | 309       | 312       | 739       | 732       | 748       | 155       | 155       | 156       |
| Chromium (Cr)                        | <2,0      | <2,0      | <2,0      | <5,0      | <5,0      | <5,0      | <1,0      | <1,0      | <1,0      |
| Cobalt (Co)                          | 146       | 169       | 166       | 733       | 690       | 692       | 157       | 156       | 163       |
| Copper (Cu)                          | 29,4      | 36,4      | 27,5      | 1200      | 645       | 703       | 5,41      | 5,74      | 6,88      |
| Tin (Sn) †                           | <10       | <10       | <10       | <25       | <25       | <25       | <5,0      | <5,0      | <5,0      |
| Iron (Fe)                            | 30        | 30        | 20        | <25       | <25       | <25       | <5,0      | <5,0      | <5,0      |
| Lithium (Li) †                       | 4,3       | 4,1       | 4,2       | <10       | <10       | <10       | 4,0       | 4,0       | 4,0       |
| Magnesium (Mg)                       | 27,0      | 27,0      | 27,4      | 24,2      | 23,7      | 23,6      | 9,24      | 9,07      | 9,49      |
| Manganese (Mn)                       | 339       | 429       | 386       | 54,2      | 51,0      | 50,1      | 20,4      | 28,2      | 24,4      |
| Molybdenum (Mo)                      | 85,1      | 85,1      | 87,7      | 144       | 140       | 142       | 53,1      | 51,8      | 57,8      |
| Mercury (Hg)                         | <0,00010  | <0,00001  | <0,00001  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  |
| Nickel (Ni)                          | 341       | 353       | 336       | 982       | 970       | 968       | 38,7      | 38,8      | 40,4      |
| Phosphorus                           |           |           |           |           |           |           |           |           |           |
| Lead (Pb)                            | <0,40     | <0,40     | <0,40     | <1,0      | <1,0      | <1,0      | <0,20     | <0,20     | <0,20     |
| Potassium (K) †                      | 97,2      | 97,9      | 97,8      | 263       | 254       | 258       | 61,3      | 61,8      | 62,9      |
| Selenium (Se)                        | 72,4      | 72,3      | 71,6      | 302       | 315       | 322       | 19,2      | 19,5      | 19,8      |
| Silicon (Si) †                       | 2670      | 2650      | 2690      | 3070      | 2980      | 3010      | 2800      | 1560      | 874       |
| Strontium (Sr) †                     | 1470      | 1430      | 1480      | 3920      | 3800      | 3870      | 472       | 461       | 465       |
| Sodium (Na)                          | 308       | 311       | 313       | 757       | 728       | 744       | 118       | 120       | 123       |
| Thallium (Tl) †                      | <0,020    | <0,020    | <0,020    | <0,050    | <0,050    | <0,050    | 0,014     | 0,013     | 0,013     |
| Uranium (U)                          | <10       | <10       | <10       | <25       | <25       | <25       | <5,0      | <5,0      | <5,0      |
| Titanium (Ti) †                      | 16,0      | 16,0      | 15,9      | 10,6      | 12,8      | 12,7      | 0,52      | 0,66      | 0,68      |
| Vanadium (V) †                       | <10       | <10       | <10       | <25       | <25       | <25       | <5,0      | <5,0      | <5,0      |
| Zinc (Zn)                            | <10       | <10       | <10       | <25       | <25       | <25       | <5,0      | <5,0      | 7,4       |
| Zirconium (Zr) †                     | <0,20     | <0,20     | <0,20     | <0,50     | <0,50     | <0,50     | <0,10     | <0,10     | <0,10     |
| Sulfur (S) †                         | 502       | 483       | 488       | 1090      | 1040      | 1060      | 227       | 230       | 236       |
| Aluminum (Al)                        | 0,0341    | 0,0123    | 0,0144    | 0,040     | 0,097     | 0,094     | 0,111     | 0,0300    | 0,0556    |
| Antimony (Sb)                        | 0,0048    | 0,0049    | 0,0049    | 0,0166    | 0,0166    | 0,0171    | 0,00781   | 0,00794   | 0,00797   |
| Silver (Ag)                          | <0,000040 | <0,000040 | <0,000040 | 0,00052   | 0,00055   | 0,00070   | <0,000020 | <0,000020 | <0,000020 |
| Arsenic (As)                         | 0,0729    | 0,0638    | 0,0587    | 0,159     | 0,169     | 0,169     | 0,268     | 0,277     | 0,271     |
| Barium (Ba)                          | 0,0434    | 0,0427    | 0,0424    | 0,136     | 0,143     | 0,146     | 0,0291    | 0,0294    | 0,0252    |
| Beryllium (Be)                       | <0,00020  | <0,00020  | <0,00020  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  |
| Bismuth (Bi) ††                      | <0,00020  | <0,00020  | <0,00020  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  |
| Boron (B) †                          | 0,13      | 0,13      | 0,13      | 0,28      | 0,30      | 0,30      | 0,095     | 0,099     | 0,101     |
| Cadmium (Cd)                         | <0,000020 | <0,000020 | <0,000020 | 0,000359  | 0,000328  | 0,000328  | <0,000010 | <0,000010 | <0,000010 |
| Calcium (Ca) †                       | 254       | 249       | 261       | 556       | 611       | 615       | 127       | 128       | 129       |
| Chromium (Cr)                        | <0,0020   | <0,0020   | <0,0020   | <0,0050   | <0,0050   | <0,0050   | 0,0014    | <0,0010   | <0,0010   |
| Cobalt (Co)                          | 0,138     | 0,147     | 0,146     | 0,578     | 0,589     | 0,613     | 0,151     | 0,150     | 0,152     |
| Copper (Cu)                          | 0,100     | 0,0588    | 0,0595    | 1,92      | 1,57      | 2,14      | 0,00787   | 0,00870   | 0,00972   |
| Tin (Sn)                             | <0,010    | <0,010    | <0,010    | <0,025    | <0,025    | <0,025    | <0,0050   | <0,0050   | <0,0050   |
| Iron (Fe)                            | 0,181     | 0,068     | 0,048     | 0,076     | 0,204     | 0,191     | 0,212     | 0,044     | 0,099     |
| Lithium (Li) ††                      | <0,0040   | <0,0040   | <0,0040   | <0,010    | <0,010    | <0,010    | 0,0029    | 0,0028    | 0,0030    |
| Magnesium (Mg) †                     | 22,5      | 22,5      | 22,2      | 18,5      | 18,8      | 19,4      | 7,86      | 7,62      | 7,58      |
| Manganese (Mn)                       | 0,374     | 0,374     | 0,375     | 0,0445    | 0,0489    | 0,0496    | 0,0296    | 0,0312    | 0,0278    |
| Mercury (Hg)                         |           |           |           |           |           |           |           |           |           |
| Molybdenum (Mo)                      | 0,0745    | 0,0741    | 0,0728    | 0,114     | 0,116     | 0,118     | 0,0468    | 0,0481    | 0,0477    |
| Nickel (Ni)                          | 0,294     | 0,302     | 0,312     | 0,755     | 0,803     | 0,813     | 0,0374    | 0,0374    | 0,0372    |
| Total phosphorous                    | 0,19      | 0,72      | 1,4       | 0,29      | 0,80      | 1,4       | 0,43      | 1,1       | 1,5       |
| Lead (Pb)                            | <0,00040  | <0,00040  | <0,00040  | 0,0015    | <0,0010   | <0,0010   | <0,00020  | 0,00025   | <0,00020  |
| Potassium (K) †                      | 83,7      | 83,9      | 83,7      | 216       | 219       | 223       | 52,2      | 51,5      | 51,7      |
| Selenium (Se)                        | 0,0558    | 0,0584    | 0,0573    | 0,231     | 0,244     | 0,243     | 0,0167    | 0,0168    | 0,0174    |
| Sodium (Na)                          | 248       | 248       | 248       | 567       | 584       | 601       | 97,3      | 96,5      | 95,5      |
| Sulphur (S) ††                       | 409       | 419       | 411       | 884       | 904       | 925       | 198       | 195       | 190       |
| Strontium (Sr) †                     | 1,30      | 1,29      | 1,29      | 3,25      | 3,40      | 3,42      | 0,407     | 0,413     | 0,412     |
| Thallium (Tl)                        | <0,000020 | <0,000020 | <0,000020 | <0,000050 | <0,000050 | <0,000050 | 0,000011  | 0,000012  | 0,000013  |
| Titanium (Ti) ††                     | <0,010    | <0,010    | <0,010    | <0,025    | <0,025    | <0,025    | <0,0050   | <0,0050   | <0,0050   |
| Uranium (U) ††                       | 0,0129    | 0,0127    | 0,0125    | 0,00962   | 0,00989   | 0,00980   | 0,00518   | 0,00479   | 0,00372   |
| Vanadium (V)                         | <0,010    | <0,010    | <0,010    | <0,025    | <0,025    | <0,025    | <0,0050   | <0,0050   | <0,0050   |
| Zinc (Zn)                            | <0,010    | <0,010    | <0,010    | <0,025    | <0,025    | <0,025    | <0,0050   | <0,0050   | 0,0094    |
| Zirconium (Zr) ††                    | <0,00020  | <0,00020  | <0,00020  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00050  | <0,00010  | <0,00010  | <0,00010  |
| Silicon (Si) †                       | 2,31      | 2,19      | 2,28      | 2,43      | 2,81      | 2,70      | 2,48      | 1,33      | 0,83      |



## Agnico Eagle Meadowbank Phytoplankton Grab Sample

Aug 10 2023

Prepared for Agnico Eagle August 26, 2023

### Distribution list:

Arnaud Grimaud [arnaud.grimaud@agat.ca](mailto:arnaud.grimaud@agat.ca)

Agnico Eagle Mines Limited Meadowbank site (OR#63972) Kivalliq District of Nunavut  
[agnicoeagle.com](http://agnicoeagle.com)

## Agnico Eagle Phytoplankton Sample

**August 10 2023**

Nine 1L samples were collected from the Agnico Eagle Meadowbank site by AE staff for phytoplankton assessment. Samples were collected on 2023-08-10 and arrived at Larratt Aquatic Consulting on 2023-08-22 in acceptable condition at 23°C.

Samples were refrigerated until analysis where the samples were settled for 12-24 hours in Utermohl counting chambers at 55 mL volume for the low density samples and 10 mL for the algae bloom samples. Those results are reported here. Please refer to the table below for the cell count (cells/mL) data and algae cell dimensions measured from this sample set. Selected photographs are provided below the data table. Archived photography is available upon request.

---

### GENERAL OBSERVATIONS:

- Samples A2 A3 A7 A8 A9 showed varying densities of a green algae bloom prominent enough to color the samples bright green.
- Samples A4 A5 A6 were almost empty and algae numbers were essentially nil. Crystals were observed in A5 and A6.
- Sample A1 showed a non-bloom abundance of taxa similar to A2 A3 A7 A8 A9, along with abundant aquatic bacteria
- Silt was rarely encountered in these samples, while organic detritus concentrations were evaluated as very low to common/dominant.

### CYANOBACTERIA OBSERVATIONS

Cyanobacteria were observed in A1 (low), A2 (low), A3 (common), and A7 (common) samples. Cyanotoxicity risk posed by A1 and A2 is negligible, while samples A3 and A7 represent very low risk. Cyanobacteria occur in virtually every aquatic environment.

## OTHER POTENTIALLY HARMFUL ALGAE

Only traces of *Chrysochromulina* were detected in the A1, A2, and A3 samples at very low concentrations (7 – 154 cells/mL) density. *Chrysochromulina* toxicity risk in these samples is therefore negligible. Issues with toxicity only occur when this alga blooms (e.g. ~600,000 cells/mL).

Yours Sincerely,

R.P. Bio., Aquatic Biologist

BIT., H. BSc, Taxonomist

Handwritten signature of Heather Larratt in black ink.Handwritten signature of Stephen Butt in black ink.

Table 1: Algae densities and cell dimensions

| Agnico Eagle                          | cell size          |          |          |          |         |         | Meadow   |          |          |          |
|---------------------------------------|--------------------|----------|----------|----------|---------|---------|----------|----------|----------|----------|
| Aug 10 2023 Meadowbank                | dimensions         |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| 1L grab samples                       | in um              |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Taxa                                  |                    | A1 55 ml | A2 10 ml | A3 10 ml | A4 55mL | A5 55mL | A6 55 mL | A7 10 mL | A8 10 mL | A9 10 mL |
| <b>DIATOMS</b>                        |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Navicula sp.                          | 17 x 5             |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Nitzschia sp. B cf. fonticola         | 25-44 x 2.5-4.5    | 56       | 616      |          | 7       |         |          |          |          |          |
| Nitzschia sp. A cf. frustulum         | 8-12.8 x 2.7-3.1   |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| <b>CHRYSTOPHYTES</b>                  |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Chromulina nebulosa                   | 4-5.0 X 4.0-7.4    | 14       |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Chrysococcus sp.                      | 7-12 dia           |          | 616      | 1232     |         |         |          |          |          |          |
| Chrysochromulina cf. parva            | 3-5 dia            | 7        | 154      | 77       |         |         |          |          |          |          |
| Ochromonas sp.                        | 8 x 4.5            |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Stichogloeia cf. doederleinii         | 5 x 10             |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Chrysamoeba sp.                       | 8-10               |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| <b>GREEN ALGAE</b>                    |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Chlamydomonas sp. A lrg               | 8.5-15 X 14-21     | 49       | 4928     | 1848     |         |         |          | 1232     | 616      | 4928     |
| Chlamydomonas sp. B sm                | 5.4-9.5 X 6.4-10.6 |          | 616      |          |         |         |          |          |          |          |
| Chlamydomonas palmelloid stage        | 4-7 dia            |          |          |          |         |         |          |          |          | 6776     |
| Chlamydocapsa cf. planctonica         | 3.5-5 dia          | 224      | 45276    | 15400    |         |         |          | 7392     | 4928     | 7392     |
| Chlorella cf. ellipsoidea             | 5 x 2              | 630      |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Chlorella/Myconastes cf. homosphaera  | 5-8 dia            | 84       | 224840   | 64064    |         |         |          | 181720   | 109648   | 24024    |
| Dunaliella spp. (+zygospores)         | 6 x 9              | 112      | 24640    | 6776     | 7       |         |          | 3080     | 3080     | 4312     |
| Halomicronema excentricum             | 1 um dia           | 112      |          |          |         |         |          | 616      | 616      | 224      |
| Picocystis salinarum                  | 2-3 dia            | 168      | 215600   | 166320   |         |         |          | 23408    | 7392     | 12628    |
| Nannochloropsis cf. oceanica          | 2 dia              | 3640     | 15400    | 11319    |         |         |          | 12320    | 1540     | 10395    |
| Trachelomonas sp.                     | 20.5 x 21          | 14       | 616      |          |         |         |          |          |          |          |
| <b>BLUE-GREEN ALGAE cyanobacteria</b> |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Aphanothece sp.                       | 1.5 x 3            |          | 70       |          |         |         |          |          |          |          |
| Anacystis sp.                         | 1 dia              | 980      | 1848     | 18480    |         |         |          | 12320    |          |          |
| Planktolyngbya sp.                    | 1.2 dia            | 168      |          | 770      |         |         |          |          |          |          |
| <b>PROTOZOA</b>                       |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Amoeba                                | 10-25 dia          |          | 1848     | 1232     |         |         |          | 616      | 616      |          |
| Bodo saltans                          | 4-6 L x 2-2.5      | 14       | 1155     | 616      |         |         |          | 616      |          | 1848     |
| pico/nano-flagellates                 | 3-4 dia            | 84       | 2464     | 5544     |         |         |          |          | 616      | 616      |
| Large colorless flagellates           | 13-21 dia          | 63       |          |          |         |         |          |          |          |          |
| Ciliates several taxa                 | 28 x 30            |          |          |          |         |         |          | 9240     | 616      | 616      |
| <b>OTHER</b>                          |                    |          |          |          |         |         |          |          |          |          |
| bacteria - all types                  | 1 - 3              | D        | C        | C        | VL      | C       | L-C      | VL       | L        | L        |
| detritus, organic                     | --                 | C-D      | L        | L        | --      | --      | --       | VL       | VL       | VL       |
| filamentous bacteria 0.6-0.7 dia      | <1 um              |          |          |          |         |         |          | C        | C        | C        |
| silt                                  | 20-200             |          |          |          | P       | P       |          |          |          |          |
| crystals                              | 30-200 x 1-5       |          |          |          | L       | D       | D        |          |          |          |
| SUM                                   |                    | 6419     | 540687   | 293678   | 14      | 0       | 0        | 252560   | 129668   | 73759    |

## OTHER

None = Not seen in any fields

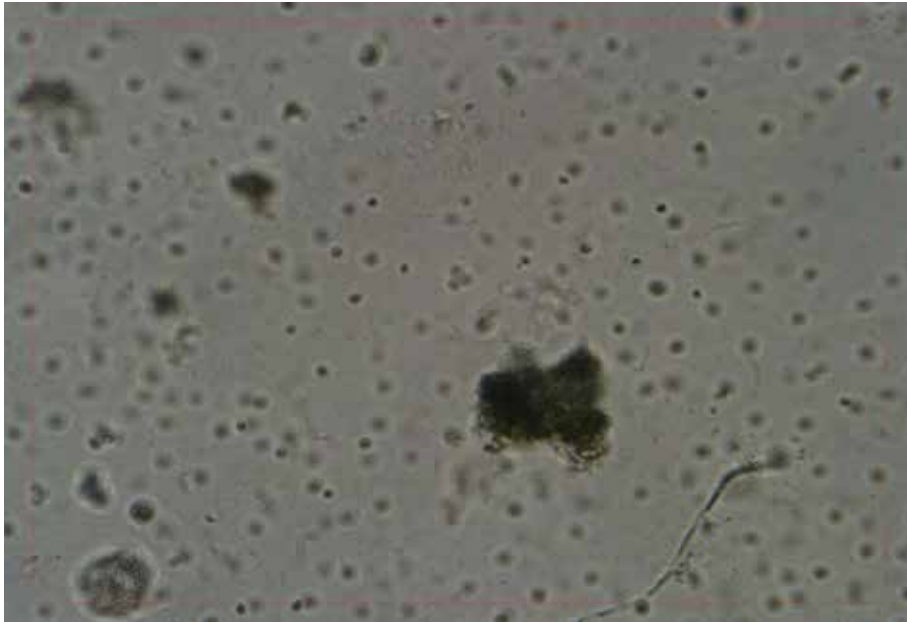
V low = encountered occasionally

Low = encountered regularly but accounts for less than 5% of sample material

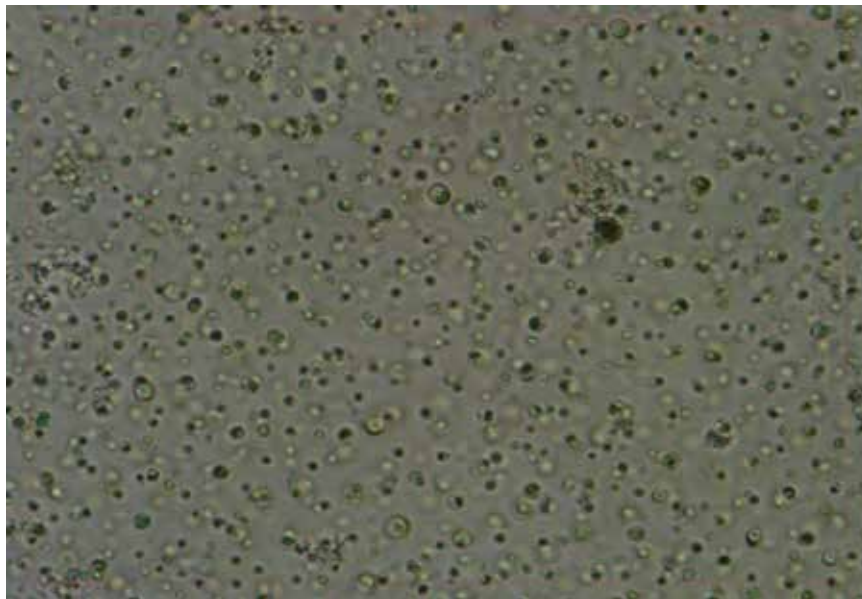
Common = encountered in most fields and accounts for 6 – 49% of sample material Dominant = encountered in all fields and accounts for &gt;50% of sample material



**Figure 1: A1 (400x).** Photo showing a modest green algae bloom with many cells above the plane of focus – this is a 10 mL settled sample



**Figure 2: A3 (400x).** Photo showing an intense green algae bloom with many cells above the plane of focus – this is a 10 mL settled sample



**Figure 3: A7 (400x).** Photo showing an intense green algae bloom with many cells above the plane of focus – this is a 10 mL settled sample

