UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

# ÉTUDE DU COMPORTEMENT HYDROGÉOCHIMIQUE À LONG TERME D'UN DÉPÔT DE REJETS MINIERS SULFUREUX ET DES EFFETS D'AMENDEMENTS CIMENTAIRES : SIMULATIONS EXPÉRIMENTALES AU LABORATOIRE

#### ICHRAK HADIMI

### DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

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

#### JANVIER 2014

© Ichrak Hadimi, 2014.



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

#### Mise en garde

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

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

#### **Warning**

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for 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. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

#### ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

# ÉTUDE DU COMPORTEMENT HYDROGÉOCHIMIQUE À LONG TERME D'UN DÉPÔT DE REJETS MINIERS SULFUREUX ET DES EFFETS D'AMENDEMENTS CIMENTAIRES : SIMULATIONS EXPÉRIMENTALES AU LABORATOIRE

présenté par : <u>HADIMI Ichrak</u>

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

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

M. ZAGURY Gérald, Ph.D., président

- M. BENZAAZOUA Mostafa, Ph.D., membre et directeur de recherche
- M. BUSSIÈRE Bruno, Ph.D., membre et codirecteur de recherche
- M. MAQSOUD Abdelekabir, Ph.D., membre

## DÉDICACE

À ma mère & mon père

À mon mari

À ma famille

#### REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord mon Directeur de recherche, Monsieur Mostafa Benzaazoua pour son encadrement, son précieux soutien et sa patience pour mettre à terme mon projet de maîtrise. Merci à mon codirecteur de recherche, monsieur Bruno Bussière et aux professeurs, Tikou Belem et Mamert Mbonimpa pour leurs interventions bénéfiques au cours de ce projet et leur grande rigueur scientifique.

Je tiens à remercier aussi la chaire de recherche du Canada « CRC » en gestion intégrée des rejets miniers sulfureux par remblayage pour son support financier et les laboratoires de l'URSTM de l'UQAT pour la mise à disposition de l'équipement nécessaire à la réalisation du projet. Merci à madame Louise Labbé pour ton aide pour la mise en page de la thèse.

Je remercie monsieur Hassan Bouzahzah pour son aide et ses conseils clairs et pertinents. Merci aux techniciens de l'URSTM et à tous les collègues étudiants des cycles supérieurs en mines.

Enfin, je tiens à remercier monsieur Abdelekabir Maqsoud, pour son évaluation de mon mémoire, et monsieur Gerald Zagury pour présider le jury.

#### RÉSUMÉ

La gestion des rejets miniers constitue un des plus grands défis environnementaux liés à l'exploitation minière. L'activité minière génère des quantités considérables de rejets miniers dont les plus importants sont les stériles (fragments de roche de granulométrie variable) et les rejets de concentrateur (minerai très finement broyé duquel toute valeur économique a été extraite). La façon la plus conventionnelle de gérer les rejets de concentrateur consiste à les stocker en surface dans des parcs à résidus. Ces derniers nécessitent la construction d'importantes digues de rétention d'eau souvent coûteuses et générant des risques d'instabilité. Les parcs à rejet deviennent donc difficiles à gérer sur le long terme et à entretenir. Par ailleurs, le drainage minier acide (DMA) est l'un des problèmes environnementaux le plus importants auquel doit faire face l'industrie minière. Il se produit lorsque des minéraux sulfureux s'oxydent en présence de l'eau et de l'air. Ce qui conduit par la suite à la génération d'une acidité et des concentrations en métaux plus ou moins élevées.

Une nouvelle technique de gestion de résidus de concentrateur a été proposée durant les dernières années par certaines compagnies minières pour remplacer celle conventionnelle des parcs à résidus. Le principe de cette technique consiste à retirer de l'eau (par épaississement et/ou filtration) des résidus miniers et les déposer en surface sous forme de pâte (p. ex. avec un pourcentage solide autour de 70-75 % par masse de solide) à l'aide de tours de décantation. La technique de dépôt de pâte en surface (DPS) pourrait donc être une alternative avantageuse à la méthode de dépôt dans les parcs à résidus traditionnels en particulier dans le but de la réduction probable du potentiel de génération de DMA. Elle ne nécessite pas de construction de digue de rétention d'eau, parce que l'eau libre est trop limitée, voire inexistante. Cela permet par la suite d'éviter le risque de rupture catastrophique de digues (défaut de construction, séismes, etc.). Elle permet la réutilisation de l'eau par la densification des rejets (facteur intéressant dans les régions à climat aride) et de débuter la restauration de la mine avant la fin de la vie de celle-ci.

L'objectif du présent mémoire est d'étudier le comportement hydrogéologique et géochimique dans le temps d'un dépôt de résidus sulfureux simulant la méthode des DPS. Le résidu utilisé durant ce travail est un mélange homogène, pour cibler une composition chimique incertaine du point de vue du potentiel de génération d'acide. Les rejets sont issus de deux mines polymétalliques en roches dures utilisant des remblais en pâte cimentés pour le remblayage de leurs chantiers souterrains respectifs (Copper-Rand : 7/8 de résidus totaux utilisés et LaRonde : 1/8 de résidus totaux utilisés). Afin d'améliorer les propriétés de la pâte, on a ajouté de faibles quantités de ciment (2 % (p/p) de ciment type CP10), basées sur des résultats antérieurs obtenus à partir de diverses configurations de tests en colonnes (Deschamps et al., 2007). Pour cela, des essais en modèles physiques (boîte de taille intermédiaire et en colonnes) ont été réalisés. Le modèle physique en boîte est composé d'une boîte en Lexan de 200 cm (longueur) x 50 cm (largeur) x 100 cm (hauteur) équipée d'une plaque drainante, recouverte d'un géotextile à la base. Le modèle est aussi équipé de sondes RDT (réflectométrie dans le domaine du temps) pour suivre la teneur en eau dans le temps à différentes hauteurs. Les résidus en pâte ont été déposés à l'intérieur du modèle physique en neuf couches. Seulement les deux premières couches de la base ont été cimentées avec 2 % du ciment type CP10. Le résidu a été arrosé toutes les quatre semaines avec 40 L d'eau, suivi d'une période de drainage/séchage. L'eau récoltée, dont le volume est mesuré et analysé chimiquement. Les cycles de mouillage/séchage ont été poursuivis durant 27 mois. À la fin du 27<sup>e</sup> cvcle, une 10<sup>e</sup> couche de résidus cimentés a été déposée à l'intérieur du modèle physique. Au milieu du 34<sup>e</sup> cycle de séchage, le démantèlement du modèle a été réalisé suivi d'un examen des échantillons au travers une caractérisation multidisciplinaire approfondie.

Les essais en colonnes ont eu pour objectif principal d'étudier l'effet d'échelle, en plus de l'effet d'ajout du ciment et ce, en comparant les résultats des tests de lixiviation obtenus à partir du modèle physique en boîte et ceux issus de deux colonnes. Les deux colonnes avaient la même configuration que le modèle physique et ont été remplies avec les mêmes résidus, sauf que dans l'une des deux colonnes (C0), les couches de base ne contenaient pas de ciment. L'autre colonne (C1) contenait 2 % du ciment type CP10 ajouté aux mêmes endroits (couches de la base) que le modèle physique en boîte, étant ainsi une réplique fidèle à la configuration de ce dernier. Les colonnes ont été arrosées avec 2,6 L d'eau du robinet en même temps que l'arrosage du modèle physique est effectué. Les tests de lixiviation en colonnes ont été poursuivis jusqu'au 34<sup>e</sup> cycle.

Les résultats de cette étude ont montré que le volume d'eau récupéré en bas du modèle physique a eu des variations durant toute la période du test, des augmentations et des baisses progressives qui pourraient être attribuables plus aux changements des conditions de température et de l'humidité dans le laboratoire dictées par les cycles saisonniers, relevant ainsi la sensibilité vis-àvis des effets climatiques sur des infrastructures DPS sur le terrain. La couche cimentée déposée en haut du modèle physique semble jouer un rôle de couche protectrice contre l'évaporation à partir des couches sous-jacentes. L'évolution des teneurs en eau volumique montre que les résidus ont subi une désaturation plus lente du tas de résidus. En outre, plus les cycles avancent, plus la teneur en eau volumique résiduelle pour toutes les couches de résidus évolue vers une teneur en eau volumique légèrement supérieure à celle mesurée à la fin du cycle du séchage précédent. En effet, durant toute la période du test, les couches 3, 4 et 5 (non cimentée) ont montré la teneur en eau volumique la plus élevée. Ceci est donc expliqué par une percolation lente de l'eau suite à l'arrosage et son accumulation attribuables aux deux couches cimentées du bas dotées d'une plus faible perméabilité.

Par ailleurs, les fissures de dessiccation développées en surface de la dernière couche cimentée déposée en haut du modèle physique en boîte (couche 10), semblent provoquer la désaturation rapide de celle-ci, ainsi que l'oxydation des résidus sulfureux suite à la diffusion de l'oxygène, qui est assurée par ces fractures de dessiccation exprimées. Ce qui pourrait être une source de génération du DMA (à long terme) si la neutralisation est épuisée. Cependant, la couche couverture cimentée du DPS semble jouer un rôle de couche protectrice contre l'évaporation permettant de garder plus de saturation en eau dans les couches sous-jacentes en rendant la désaturation des résidus (par évaporation) durant les cycles de séchage plus lents en comparaison des cycles antérieurs.

Suite aux analyses des eaux de lixiviations recueillies en bas du modèle physique en boîte, à la suite des cycles des mouillages/séchage durant toute la période du test, on a pu constater que le pH des eaux est resté autour de la neutralité. Même s'il a été noté de l'oxydation diffusée qui progresse selon les chemins préférentiels. L'évolution de la composition chimique de l'eau de lixiviation a démontré que les résidus avec le temps confirment l'oxydation des sulfures (relargages de sulfate et de métaux), avec une contre-réaction de neutralisation par les carbonates contenus dans les résidus (taux de relargage du Ca et Mg linéaire par rapport aux sulfates). L'interprétation par extrapolation du test placerait les résidus cimentés et les non cimentés étudiés dans la zone d'incertitude par rapport au potentiel de génération d'acidité. Par ailleurs, l'étude de l'effet d'échelle entre le modèle physique en boîte et la colonne C1 a révélé une évolution du comportement géochimique très similaire entre les deux types de tests.

Le démantèlement du modèle physique a révélé une altération diffusée dans les couches non cimentées supérieures (9, 8 et 7) avec un aspect plus altéré et friable de leur matrice, et une oxydation le long de fissures verticales suivant des chemins préférentiels de fracturation pour les couches centrales et basales.

La teneur en soufre-sulfate a été observée comme étant plus élevée au niveau des couches de résidu non cimentées supérieures 9, 8 et 7 qu'au niveau des couches cimentées. Cette oxydation a été confirmée par le potentiel de neutralisation (PN) mesuré au niveau de ces couches. En effet, le PN mesuré à la fin du test a été plus bas au niveau des couches supérieures de résidus non cimentés en comparaison avec les résidus de référence non altérés. Par contre, la valeur du PN des couches cimentées a été quasi-similaire à celle de l'échantillon initial.

Des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) et par porosimétrie à intrusion de mercure (PIM) sur des échantillons solides prélevés à partir des résidus dans le modèle physique en boîte, ont démontré que la matrice cimentée a subi une dissolution partielle, ce qui a permis une expression de la porosité qui a été par la suite -en grande partie- un lieu de précipitation du sulfate secondaire en particulier du gypse.

#### ABSTRACT

Tailing management is one of the greatest environmental challenges related to mining. Mining generates considerable quantities of wastes, notably waste rock (variable size rock fragments) and tailings (very finely milled ore from which economic metals had been extracted). The most conventional way to manage tailings is to store them on earth surface in tailings ponds. These require the construction of important dikes often expensive with instability risks. Tailings ponds are difficult to manage and to maintain in the long term. Furthermore, acid mine drainage (AMD) is one of the most important environmental problems for the mining industry. It occurs when sulphide minerals oxidize with water and air. This leads to acidity generation and more or less high metal concentrations.

A new technique of concentrator tailings management has been proposed in recent years by some mining companies to replace the conventional tailings. The principle of this technique is to remove water (thickening or filtration) of tailings and drop them surface in the form of paste (i.e. with a solid percentage around 70-75% by mass of solid) using towers of settling. The Paste on the surface deposition technique (PSD) could therefore be an advantageous alternative to deposit in tailings traditional method in particular with the aim of the likely reduction of the potential for generation of AMD. It requires no water retention dyke construction, because the water is too limited, or even non-existent. This subsequently allows avoiding the risk of catastrophic failure of dikes (construction defect, earthquakes, etc.). It allows the reuse of water by the densification of releases (factor interesting in arid regions) and begins the restoration of the mine before the end of the life of it.

The objective of this thesis is to study the hydrogeological and geochemical behavior of sulphur tailings deposit simulating the method of the SPD. Tailings used in this work are a homogeneous mixture, targeting a chemical composition so the potential of acid generating is uncertain. Tailings are from two hard rock polymetallic mines that use cemented paste backfills for their underground stopes (Copper-Rand: 7/8. of total tailings and LaRonde: 1/8. of total tailings). To improve the properties of the paste, we added a small amounts of cement (2wt.% of cement, CP10 type), based on previous results obtained from various configurations column tests (Deschamps et al., 2007). To do so, physical model tests (a midsize box and columns) were performed. The physical model in a box made up of Lexan of 200 cm (length) x 50 cm (width) x

100 cm (height). The bottom plate is equipped of a draining system and covered with a geotextile. The model is also equipped with TDR probes (time domain reflectometry) to monitor the water content over time at different heights. Paste tailings were deposited inside the physical model in nine layers. Only the first two bottom layers were cemented with 2wt.% CP10 type cement. The waste was wetted every four weeks with 40 L of water, followed by a period of drainage/drying. The collected water is analysed for chemistry and its volume is measured. Wetting/drying cycles were performed for 27 months. At the end of the 27th cycle, a 10th layer of cemented tailings was set up on top of the physical model. At half of the 34th drying cycle, dismantling of the model was done, followed by an examination of the samples through a comprehensive multidisciplinary characterisation.

Columns tests had for objective to study the scale and the of cement addition effects by comparing the leaching tests results obtained from the box physical model and the columns. The two columns and the physical model have the same configuration were set up with the same wastes, except that in column (C0), the base layers did not contain cement. The other column (C1) contained 2wt.% of CP10 type cement added at the same places (base layers) than the box physical model, thus having the same configuration of the latter. Wetting of the columns have been wetted with 2.6 L of tap water at the same frequency than wetting of the physical model. Column leaching tests were continued until the 34th cycle.

The results of this study showed that the amount of collected water at the bottom of the physical model had varied during all the test length. Progressive increases and decreases of collected water would be due more to seasonal cycles of temperature and moisture conditions changes in the laboratory, showing the eventual sensitivity of field SPD to climatic effects.

The cemented layer deposited on top of the physical model seems to play a role of protective layer against evaporation from the underlying layers. The evolution of the volumetric water contents shows that tailings stack had a slower desaturation. In addition, for each cycle, the residual volumetric water content for all layers increase to a volumetric water content slightly higher than that measured at the end of the previous drying cycle. Indeed, throughout the length of the test, layers 3, 4 and 5 (non-cemented) showed the highest volumetric water content. This is explained by a slow percolation of water that follows the wetting and the accumulation of the water due to the two bottom cemented layers with a lower permeability.

Furthermore, desiccation cracks developed at the surface of the last cemented layer on top of the box physical model (layer 10), seems to cause fast desaturation thereof, as well as sulphur tailings oxidation following the diffusion of oxygen, which is carried out by these expressed desiccation cracks. This could be a source of (long term) AMD generation when neutralization is depleted. However, the cemented cover layer of SPD seems to play the role of protective layer against evaporation, keeping a higher saturation in the underlying layers lowering the desaturation (by evaporation) of wastes during the drying cycles compared to previous cycles.

After the analyses of the leachates collected at the bottom of the physical model, following wetting/drying cycles throughout the period of the test, it was observed that the pH of the water remained around the neutrality. However, diffuse oxidation that progressed along the preferential pathway was observed. The evolution of the chemical composition of the leachates over time showed that the tailings confirm the oxidation of sulphides (release of sulphate and metals) with a neutralization response by carbonates contained in waste (linear leaching rate of Ca and Mg to sulphates). Interpretation by extrapolation of the test would categorize the studied cemented and non-cemented tailings in the uncertainty zone relative to the acid-generation potential. Furthermore, the scale effect study between the box physical model and column C1 revealed a very similar evolution of the geochemical behaviour between the two types of tests.

The dismantling of the physical model revealed a diffuse alteration in the upper uncemented layers (9, 8 and 7) with a matrix aspect more weathered and friable, and oxidation along vertical cracks following preferential pathway for central and base layers.

The sulphur-sulphate content was higher in upper uncemented layers 9, 8 and 7 than in cemented layers. This oxidation was confirmed by the neutralization potential (NP) measured in these layers. Indeed, the final NP measured at the end of the test was lower in the upper uncemented layers compared with initial tailings. On the other hand, the NP values in cemented layers were similar to that of the initial sample.

Analyses by scanning electron microscopy (SEM) and mercury intrusion porosimetry (MIP) on box physical model solid samples showed that the cemented matrix was partially dissolved. This allowed to characterise porosity where subsequently, secondary sulphate precipitation (especially gypsum) happened in largest part.

## TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ	V
ABSTRACT	IX
TABLE DES MATIÈRES	XII
LISTE DES TABLEAUX	XVII
LISTE DES FIGURES	XIX
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XXXII
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 Problématique	1
1.2 Les différentes techniques de gestion des résidus miniers	5
1.3 Déposition des résidus à l'état épaissis en surface	8
1.4 Objectifs du projet	10
1.5 Contenu du mémoire	11
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE AU SUJET DES DÉPÔTS DE	RÉSIDUS
ÉPAISSIS ET EN PÂTE DE SURFACE	
2.1 Généralités sur les dépôts de résidus épaissis en surface : cas des dépôts de	e résidus en
pâte	13
2.2 Principales propriétés géotechniques et hydriques des résidus en pâte	16
2.3 Comportement hydrogéologique des résidus en pâte de surface	25
2.3.1 L'évaporation dans les résidus en pâte déposés en surface	25
2.3.2 L'évolution de la succion du matériel	28
2.3.3 La fissuration dans les résidus en pâte déposés en surface	

2.3.4 Influence des conditions climatiques sur le comportement hydrogéologique des	résidus 31
2 4 Comportement géochimique des résidus en pâte de surface	
2.5 Litilization dos lients hydrouliquos avos los résidus miniers : aos dos remblais en pât	
2.5 Othisation des nants hydraunques avec les residus inniers : cas des rembiais en par	÷
2.5.1 Fabrication et principales caractéristiques des remblais miniers en pâte c (RMPC)	imentés 36
2.5.2 Hydratation des ciments au sein des remblais miniers en pâte cimentés	37
2.5.3 Comportement environnemental des remblais miniers souterrains	
2.5.4 Similarité et différences entre les DPS et les RMPC	41
2.6 Leçons tirées des applications actuelles de dépôts de résidus épaissis en surface	42
2.7. Besoins en recherche	45
CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES	47
3.1 Description des méthodes de caractérisation des résidus étudiés	47
3.1.1 Méthodes de caractérisation des échantillons de résidus miniers	48
3.1.1.1 Mesure de propriétés physiques des résidus	49
3.1.1.1.1 Distribution granulométrique	49
3.1.1.1.2 Surface spécifique	49
3.1.1.1.3 Densité relative des grains	50
3.1.1.1.4 État de saturation du matériel utilisé	50
3.1.1.1.5 Porosimétrie à intrusion de Mercure (PIM)	55
3.1.1.2 Analyses chimiques multiéléments par ICP-AES	57
3.1.1.3 Analyses minéralogiques	58
3.1.1.3.1 Diffraction des rayons X	58
3.1.1.3.2 MEB-EDS	59
3.1.1.4 Potentiel de génération d'acide	

3.1.2 Mét	hodes d'analyses de la qualité des eaux de lixiviation	62
3.1.2.1	Analyses du pH, du Eh et de la conductivité	62
3.1.2.2	Analyses multiéléments par ICP-AES	63
3.2 Matéri	els utilisés dans l'étude	64
3.2.1 Rés	idus miniers étudiés	64
3.2.2 Cim	ent Portland ordinaire	69
3.3 Modèl	es physiques utilisés dans l'étude	70
3.3.1 Essa	ais en colonnes	70
3.3.2 Essa	ais en boîte de taille intermédiaire	71
3.3.2.1	Mise en place du tas multicouche de résidus épaissis	72
3.3.2.2	Mise en place d'un dépôt-couverture de résidus en pâte cimenté	74
3.3.2.3	Suivi de l'essai en modèle physique : tests de mouillage/séchage	76
CHAPITRE 4	COMPORTEMENT HYDROGÉOLOGIQUE ET GÉOCHIMIQUE À	LONG
TERME D'UN I	DÉPÔT DE RÉSIDUS EN PÂTE	80
4.1 Introdu	iction	80
4.2 Résult	ats du suivi du test cinétique en modèle physique	84
4.2.1 Évo	lution des propriétés hydrogéotechniques du dépôt	84
4.2.1.1	Volumes d'eau récupérés en bas du modèle physique	84
4.2.1.2	Évolution de la teneur en eau lors des cycles de mouillage/séchage	85
4.2.1.3	Fissures de dessiccation en surface de la couche 9	95
4.2.2 Évo	lution de la qualité des eaux drainées	98
4.2.2.1	pH, conductivité et Eh	98
4.2.2.2	Évolution des concentrations des éléments chimiques	100
4.3 Discus	sion	105
4.3.1 Évo	lution du degré de saturation des différentes couches de résidus	105

4.3.2 Réactivité chimique des rejets dans le modèle physique	109
4.4 Conclusions	111
CHAPITRE 5 AUTRES CONSIDÉRATIONS D'IMPORTANCE	114
5.1 Introduction	114
5.2 Effet de l'ajout d'une couche couverture de DPS cimentée	115
5.2.1 Évolution des propriétés du dépôt	115
5.2.1.1 Fissures de dessiccation en surface de la couche 10	115
5.2.1.2 Volumes d'eau récupérés en bas du modèle physique	117
5.2.1.3 Évolution de la teneur en eau lors des cycles de mouillage/drainag	ge119
5.2.2 Qualité des eaux drainées	124
5.2.2.1 pH, conductivité et Eh	124
5.2.2.2 Évolution des concentrations des éléments chimiques	
5.2.3 Évolution du degré de saturation des différentes couches de résidus	131
5.2.4 Réactivité des rejets compacts dans le modèle physique	134
5.3 Effet d'échelle	138
5.3.1 Évolution des volumes d'eau récupérés en bas des modèles physiques	138
5.3.2 Qualité des eaux drainées	139
5.3.2.1 pH, conductivité et Eh	139
5.3.2.2 Évolution des concentrations des éléments chimiques	143
5.3.3 Réactivité des rejets compacts dans les deux colonnes Co et C1	
5.4 Conclusion	154
CHAPITRE 6 CARACTÉRISATION POST TEST DU DÉPÔT DE RÉSIDUS	EN PÂTE 158
6.1 Introduction et résultats mi-période	158
6.2 Procédures de démantèlement final du test et principales observations	162

6.3	Caractéristiques microstructurales	172
6.4	Caractéristiques chimiques et minéralogiques, profils en profondeur	186
6.5	Discussions des résultats en lien avec le comportement du DPS pendant le test	194
СНАРІТ	TRE 7 CONCLUSIONS	. 198
BIBLIO	GRAPHIE	. 205

### LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Caractéristiques granulométriques des échantillons de résidus (Bussière 2007)18
Tableau 2.2 : Caractéristiques granulométriques des échantillons de résidus prélevés <i>in situ</i> d'un parc à résidus québécois (Bussière 2007).         20
Tableau 2.3 : Pourcentage par masse (%) du ciment ajouté dans les 9 couches des différentes configurations du dépôt (Deschamps et al., 2007).
Tableau 3.1 : Différence entre les valeurs mesurées avec les sondes RTD juste avant le démantèlement du modèle physique et celles calculées suite au prélèvement volumique et pesées après le démantèlement du modèle physique.         55
Tableau 3.2 : Critères d'interprétation du PNN (Miller et al., 1991).
Tableau 3.3 : Critères d'interprétation du rapport PN/PA (Adam et al.,, 1997)61
Tableau 3.4 : Principales propriétés chimiques et microstructurales des échantillons issus des cylindres de la pâte de résidus (tirées de Deschamps 2009).       67
Tableau 3.5 : Principales propriétés physiques des résidus (tirées de Deschamps 2009)67
Tableau 3.6 : Qualité de l'eau interstitielle (tirées de Deschamps 2009)
Tableau 3.7 : Composition minéralogique des résidus (tirées de Deschamps 2009)69
Tableau 3.8 : Composition chimique du ciment Portland ordinaire (Yilmaz 2010).
Tableau 3.9 : Séquence des dépôts des couches à l'intérieur du modèle physique (Deschamps, 2009)
Tableau 4.1 : Calcul du volume d'eau contenu dans le résidu à l'intérieur du modèle physique juste avant le 15 <sup>e</sup> mouillage
Tableau 4.2 : Calcul du volume d'eau contenu dans le résidu à l'intérieur du modèle physique juste avant le 18 <sup>ème</sup> mouillage.
Tableau 4.3 : Précipitation des oxydes, hydroxydes et oxyhdroxydes de fer dans la modélisation
géochimique par le biais du logiciel Vminteq pour les cycles #1 et #27101

- Tableau 5.1 : Précipitation des oxydes, hydroxydes et oxyhdroxydes de fer prédite par la modélisation géochimique par le bai du logiciel Vminteq pour les cycles #28 et #34......131

- Tableau 6.3 : Principales caractéristiques microstructurales pour la pâte cimentée et la pâte non cimentée des résidus de référence après 28 jours de cure en cylindres, des échantillons prélevés après carottage (Deschamps, 2009) et de ceux collectés après démantèlement .... 173
- Tableau6.4 : Compositions chimiques élémentaires obtenues par MEB-EDS des phasesminérales dans l'échantillon prélevé de la couche 5 (figure 6.13-d).177

### LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Photographie d'une halde à stériles, Mine LaRonde, Québec, Canada2
Figure 1-2 : Photographie du parc à rejets de concentrateur, Mine LaRonde, Québec, Canada2
Figure 1-3 : Photographies illustrant quelques impacts du drainage minier acide : a) à proximité du site Aldermac (Abitibi-Temiscamingue, Québec)
Figure 1-4 : Principales phases de la formation du DMA (Aubertin et al., 2002 ; inspirées de Kleinman et al., 1981)
Figure 1-5 : Principales méthodes pour contrôler la formation du drainage minier acide6
Figure 1-6 : Exemple de schéma de procédé de fabrication de la pâte pour une mine utilisant le dépôt de résidus en pâte en surface et le remblai minier en pâte cimenté (tiré de Deschamps 2009)
Figure 2-1 : Dépôt de résidus miniers en pâte de surface, à la mine de Bulyanhulu, Tanzanie (Photo Vincent Martin)
Figure 2-2: Processus hydrologiques influençant la performance géotechnique et géo- environnementale de pile de résidus épaissis (Simms et Grabinsky 2007)16
Figure 2-3: Photographie du dispositif de mesure de consommation d'oxygène <i>in situ</i> (Ouellet et al., 2006)
Figure 2-4: Distribution granulométrique de neuf rejets échantillonnés au concentrateur provenant de mines de roche dure canadienne avant la déposition dans un parc (tiré de Bussière 2007)
Figure 2-5 : Distribution granulométrique hétérogènes de rejets échantillonnés <i>in situ</i> dans un parc à rejets d'une mine de roche dure du Québec (tirée de Bussière 2007)
Figure 2-6 : (a) Courbe PIM des résidus seuls et en pâte cimentés (avec 5 % de ciment et après 28 jours de curage). (b) Graphique montrant l'évolution du coefficient de perméabilité pendant le curage de la pâte (Belem et al., 2001)
Figure 2-7 : Évolution de la conductivité hydraulique saturée pendant le curage de résidus minier en pâte cimentés et non cimentés (Godbout 2005)

- Figure 2-12 : Courbe de rétention d'eau des résidus Golden Giant sans ciment et à 5 % de ciment après 2 à 3 semaines d'hydratation. La pente horizontale de la courbe de rétention d'eau « WRC », avant la pression d'entrée de l'air « AEV » des résidus miniers cimentés indique que les succions significatives peuvent être générées pour seulement une petite quantité de séchage ou d'auto-dessiccation (Simms et Grabinsky, 2009).

Figure 2-17 : Stabilité des différentes phases cimentaires selon le pH (adapté de Benzaazoua, 1996)
Figure 2-18 : Effet de la concentration en sulfates sur la résistance en compression uniaxiale de remblais en pâte faits de ciment Portland et des résidus sulfurés après 28 jours de cure (d'après Benzaazoua et al., 2004a)
Figure 2-19 : Schéma illustrant le phénomène d'expansion dû à l'attaque sulfatique au sein du remblai minier en pâte (Benzaazoua et al., 2010)41
Figure 2-20 : Variation de la teneur en eau volumique en fonction du temps des résidus en pâte dans la cellule cimentée (a) et la cellule non cimentée (b) (Yilmaz 2010)44
Figure 2-21 : diagramme Eh-pH des lixiviats collectés, y compris l'échantillon témoin (Yilmaz 2010)
Figure 3-1 : Représentation schématique des différentes analyses utilisées durant le travail (Échelles non respectées)
Figure 3-2 : Photographies (a) des sondes RTD « <i>enduit e</i> » et (b) du boîtier « <i>Trase</i> » d'acquisition de données pour la RTD
Figure 3-3 : Photographies (a) de la sonde ECH2O EC-5, (b) et (c) Le Décagone ECH2O EC-5.
Figure 3-4 : Représentation graphique de la teneur en eau mesurée par les sondes ECH20 EC-5 et RTD en fonction de la teneur en eau mesurée par prélèvements volumiques et pesées avant l'ajout de la 10 <sup>e</sup> couche cimentée
Figure 3-5 : Représentation graphique de la teneur en eau mesurée par les sondes ECH20 EC-5 et RTD en fonction de la teneur en eau mesurée par prélèvements volumiques et pesées après le démantèlement du modèle physique
<ul> <li>Figure 3-6 : Schéma montrant : (a) le diamètre critique d<sub>cr</sub> (le diamètre de pore le plus fréquent) ;</li> <li>et (b) le diamètre seuil d<sub>th</sub> (le diamètre de pores connectés le plus petit) (Aligizaki, 2006). (c)</li> <li>exemple de courbe PIM d'intrusion incrémentale pour un échantillon de pâte</li></ul>
Figure 3-7: Localisation des deux mines polymétalliques LaRonde et Copper-Rand (Google earth)

Figure 3-8 : Distribution granulométrique du mélange de de résidus utilisés pour les essais en modèles physiques
Figure 3-9 : Photographie illustrant les deux configurations de dépôts en colonnes71
Figure 3-10 : (a) Photographie du modèle physique et b) schéma montrant l'épaisseur des couches, la disposition des sondes RTD et la sonde ECH <sub>2</sub> O EC-5
Figure 3-11 : Photographie de : (a) préparation de la pâte dans le mélangeur, (b) le test de l'affaissement et (c) le dépôt de la pâte dans le modèle physique
Figure 3-12 : Photographie montrant la surface de la couche 10 cimentée juste après son dépôt
Figure 3-13 : Schéma illustrant le déroulement d'un cycle de mouillage/séchage pour le cas : (a) des colonnes et (b) du modèle physique
<ul> <li>Figure 4-1 : Évolution de la teneur en volumique (et le degré de saturation estimé) au niveau de la couche 2 cimentée durant la période du séchage suivant le dépôt de la couche 9 (D9) et durant les périodes du séchage des cycles 1 (W1), 3 (W3), 5 (W5), 7 (W7), 9 (W9) et 14 (W14) (Deschamps et al., 2011)</li></ul>
Figure 4-2 : Facteur d'intensité des fissurations, déterminé à la fin de la période du séchage suivant le dépôt de la neuvième couche (D9) et à la fin de 14 premiers cycles de mouillage/séchage (Deschamps 2011)
Figure 4-3 : Volumes d'eau recueillis à partir du modèle physique à la suite des lixiviations, après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1 <sup>er</sup> au 27 <sup>e</sup> cycle)
Figure 4-4 : Profils des teneurs en eau volumique pendant le premier cycle de mouillage/séchage : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique. 87
Figure 4-5 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #3, #5 et #10 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges indiquent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique
Figure 4-6 : Volume d'eau contenu dans les résidus en pâte placés dans le modèle physique juste avant le 15 <sup>e</sup> mouillage et juste avant le 18 <sup>e</sup> mouillage90

- Figure 4-11 : Photographie de la surface de la couche 9 (couche supérieure dans le modèle), à la fin de la période du séchage du 23<sup>e</sup>, 25<sup>e</sup> et 27<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage (C23, C25 et C27 respectivement).

- Figure 4-15 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup>). La ligne rouge représente la concentration maximale acceptable par la directive 019.
  102

- Figure 4-17 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Mg et (c) Mn, et de la concentration cumulée de : (b) Mg et (d) Mn dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup>)......104
- Figure 4-18 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca+Mg+Mn, et (c) SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, et de la concentration cumulée de : (b) Ca+Mg+Mn et (d) SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup>)......105

- Figure 5-6 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #32 et #34 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

- Figure 5-11 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique suite à chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge horizontale représente la concentration maximale acceptable par la directive 019, et la ligne rouge verticale indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée. ..... 128

- Figure 5-13 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca+Mg+Mn et (c) Sulfates et de la concentration cumulée de : (b) Ca+Mg+Mn et (d) Sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique suite à chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

- Figure 5-16 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) de la couche 1 (couche cimentée à la base du modèle physique) durant les cycles 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 29 et 33 (C3, C5, C7, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24, C26, C29 et C33 (respectivement).
- Figure 5-17 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans le modèle physique avant et après le dépôt de la couche 10 cimentée. ...... 136

- Figure 5-22 : Valeurs mesurées de pH de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée. ..141
- Figure 5-23 : Valeurs mesurées de la conductivité électrique de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.
- Figure 5-24 : Valeurs mesurées de Eh de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée. ...143
- Figure 5-25 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir des deux colonnes C0 et C1, suite à chaque mouillage (du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge horizontale représente la concentration maximale acceptable par la directive 019, et la ligne rouge verticale indique le moment du dépôt de la couche 10. .....145
- Figure 5-26 : Évolution de la concentration en : (a) Ca, (b) Mg, (c) Mn, (d) Ca+Mg+Mn et (e) sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir des deux colonnes C0 et C1 suite à chaque mouillage (du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.
- Figure 5-28 : Évolution de la concentration en : (a) Ca, (b) Mg, (c) Mn, (d) Ca+Mg+Mn et (e) sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique et de la colonne C1, suite à chaque mouillage (du1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.
- Figure 5-29 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la colonne C0 durant la période du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle......151

Figure 5-30 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la colonne C1 durant la période du 16 <sup>e</sup> au 34 <sup>e</sup> cycle151
Figure 5-31 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la boite de taille intermédiaire durant la période du 16 <sup>e</sup> au 34 <sup>e</sup> cycle152
Figure 5-32 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la colonne C0
Figure 5-33 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la colonne C1
Figure 5-34 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la boite de taille intermédiaire durant la période du 16 <sup>e</sup> au 34 <sup>e</sup> cycle
Figure 6-1 : Courbe incrémentale par PIM du résidu en pâte non cimenté non altéré et du résidu en pâte cimenté (avec 2 % du ciment) non altéré, après 28 jours de cure en cylindres (Deschamps, 2009)
Figure 6-2 : Photographies des échantillons prélevés du modèle physique suite au carottage de 5 cm du diamètre : (a) exemple d'un échantillon du carottage, (b) exemple d'un échantillon du carottage montrant des chemins préférentiels d'oxydation, et (c) exemple d'un échantillon friable du carottage provenant de la partie supérieure du modèle (la partie oxydée) (Deschamps, 2009)
Figure 6-3 : Photographies : (a) du modèle physique, (b) d'une vue frontale du tas juste avant le démantèlement avec des interfaces invisibles sauf avec les couches cimentées (1 et 10) 164
Figure 6-4 : Photographies : (a) du modèle physique après avoir enlevé une partie des résidus en profondeur, (b) d'une vue latérale du modèle physique, avec des interfaces invisibles sauf entre la couche 9 et 10, (c) de l'aspect oxydé surtout pour les couches non cimentées de la partie supérieure du modèle, et (d) de l'oxydation diffusée des couches non cimentées de la partie supérieure, et l'oxydation suivant des chemins préférentiels pour les couches centrales

Figure 6-5 : Photographies de la 9<sup>e</sup> et la 10<sup>e</sup> couche : (a) aspect rigide de la couche 10 en comparaison avec celui cassant et très oxydé de la couche 9, (b) vue rapprochée montrant

Figure 6-7 : Photographies de la 7<sup>e</sup> et la 6<sup>e</sup> couche : (a) aspect oxydé de la surface de la couche 7 et moins oxydé de la surface de la couche 6, (b) échantillon prélevé à partir de la couche 6, (c) et (d) échantillon provenant de la couche 7.

Figure 6-9 : Photographies de la 3<sup>e</sup> et la 2<sup>e</sup> couche : (a) vue de surface des couches 3 et 2 avec une interface oxydée, (b) les chemins d'oxydation préférentiels au niveau de la couche 2, (c) échantillon prélevé à partir de la couche 2, et (d) échantillon provenant de la couche 3.....171

- Figure 6-12 : Courbe incrémentale obtenue par le PIM après le démantèlement pour la pâte non cimentée de : (a) la couche 3 et (b) la couche 5, ainsi que pour la pâte cimentée de : (c) la couche 1, (d) la couche 2 et (e) la couche 10.
- Figure 6-14 : Images MEB d'un échantillon prélevé de la couche 1 : (a) minéraux de gypse grossier, (b) des cristaux de pyrite et de quartz avec des précipitations de gypse au-dessus,

(c) grossissement d'un minéral du gypse (S3) et (d) précipitation de la natroalunite (S4) sur Figure 6-15 : Images MEB d'une fracture au niveau de la couche 1 : (a et b) montrent des Figure 6-16 : Images MEB prises d'une fracture au niveau de la couche 4 : (a) gypse cristallisé et Figure 6-17 : Image prise au MEB d'une fracture située au niveau de la couche 4 : (a) montre des cristaux de gypse cristallisé au niveau de la partie non oxydée de la fracture......182 Figure 6-18 : Images prises au MEB d'un échantillon de fracture au niveau de la couche 4 : (a) montre des cristaux de gypse sous forme de croûte au niveau de la partie oxydée de la Figure 6-19 : Images prises au MEB le long d'une fracture au niveau de la couche 4 : (a et b) montrent des cristaux de gypse sous forme de croûte au niveau de la partie oxydée de la Figure 6-20 : (a) Images MEB montrant l'aspect filamenteux du gypse cristallisé au niveau de la couche 10, et (b) est un grossissement de l'image (a)......185 Figure 6-21 : Concentration en cuivre, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en cuivre dans les échantillons de référence après 28 jours de cure Figure 6-22 : Concentration en zinc, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en zinc dans les échantillons de référence après 28 jours de cure Figure 6-23 : Concentration en calcium, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en calcium dans les échantillons de référence après 28 jours de 

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AEV	Air entry value (pression d'entrée d'air)
ASTM	American Society for Testing and Materials
C0	Essai en colonne non cimentée
C1	Essai en colonne cimentée
СР	Ciments Portland type CP10
Cu	Coefficient d'uniformité
D	Diamètres
D <sub>10</sub>	Diamètre correspondant à 10 % volumique cumulé sur la distribution granulométrique
D <sub>50</sub>	Diamètre correspondant à 50 % volumique cumulé sur la distribution granulométrique
D <sub>60</sub>	Diamètre correspondant à 60 % volumique cumulé sur la distribution granulométrique
D <sub>90</sub>	Diamètre correspondant à 90 % volumique cumulé sur la distribution granulométrique
DMA	Drainage minier acide
DNC	Drainage neutre contaminé
DPS	Dépôt de pâte en surface
DRX	Diffraction des rayons X
e	Indice des vides
e*	Constante diélectrique du sol.
EDS	Energy dispersive spectroscopy
Eh	Potentiel d'oxydoréduction par rapport à ENH
ENH	Électrode normale à l'hydrogène

### xxxiii

FIF	Facteur d'intensité des fissurations
Gs	Densité relative est
Н	Hauteur
ICP-AES	Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy
k <sub>sat</sub>	Coefficient de perméabilité à l'eau (ou conductivité hydraulique saturée) (L/T-1)
k	Perméabilité intrinsèque du milieu poreux [L2]
MEB	Microscope électronique à balayage.
n	Porosité.
p.ex.	par exemple
PA	Potentiel de génération d'acidité
PIM	Porosimétrie à intrusion de mercure
PN	Potentiel de neutralisation d'acidité
PNN	Potentiel net de neutralisation
RTD	Réflectométrie dans le domaine du temps
RMP	Remblais miniers en pâte
RMPC	Remblais miniers en pâte cimentés
S <sub>sulfate</sub>	Soufre sous forme de sulfate
$\mathbf{S}_{sulfure}$	Soufre sous forme de sulfures
$\mathbf{S}_{\text{total}}$	Soufre total
Sr	Degré de saturation
TDR	Time domain reflectometry
Va	Volume d'air.
$V_t$	Volume total.
$V_{\mathbf{v}}$	Volume de vide

#### V<sub>w</sub> Volume d'eau

- UCS Uniaxial Compressive Strength (résistance à la compression uniaxiale)
- UQAT Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue
- URSTM Unité de Recherche et de Services en Technologie Minérale
- % (p/p) Pourcentage massique

#### Liste des lettres et symboles grecs

- θa Teneur en air volumique
- $\theta v$  ou  $\theta w$  Teneur en eau volumique

#### CHAPITRE 1 INTRODUCTION

#### 1.1 Problématique

Les besoins des différentes économies de pays à travers le monde ont toujours imposé une exploitation intense des gisements métallifères les plus riches. L'exploitation d'un gisement se fait généralement de deux manières : soit à travers une exploitation à ciel ouvert ou encore une exploitation en mines souterraines. Durant les différentes opérations minières, il y a génération d'une grande quantité de rejets solides et liquides. Parmi les rejets solides produits, on note les stériles miniers et les rejets de concentration.

Les stériles miniers sont constitués de roches produites du sautage pour accéder au minerai. Ces roches ne présentent pas de valeur économique (ou des valeurs négligeables non rentables). Ces stériles sont entreposés en surface sous forme d'empilements volumineux appelés haldes à stériles (figure 1.1), et sont composés de matériaux de taille variable : du mètre aux micromètres (p. ex. : Aubertin et al., 2002 ; Martin, 2003 ; Gamache-Rochette, 2004). Quant aux rejets de concentrateur, ils sont généralement sous forme de matériaux finement broyés représentant le minerai dont on a extrait les substances ayant un intérêt économique (métaux en l'occurrence). Ils sont acheminés sous forme de pulpes du concentrateur jusqu'à un grand bassin appelé parc à résidus où ils sont entreposés. Ce dernier est toujours ceinturé de digues de rétention dont l'ampleur dépend de la topographie du site d'entreposage (voir figure 1.2).

Toutefois, ces rejets miniers peuvent aussi servir de support de terrain en remblayant les cavités souterraines : remblais rocheux avec les stériles et remblais en pâte ou hydraulique avec les rejets de concentrateurs. Une autre partie de ces rejets peut être aussi utilisée comme matériaux de construction (digues, chemins, couverture pour la restauration). Cependant, il reste une quantité importante de rejets qui doit être stockée en surface. Les rejets de concentrateur sont stockés dans les parcs à résidus communément à l'état de pulpe à des pourcentages solide de moins de 50 %.


Figure 1-1 : Photographie d'une halde à stériles, Mine LaRonde, Québec, Canada.



Figure 1-2 : Photographie du parc à rejets de concentrateur, Mine LaRonde, Québec, Canada.

L'entreposage des rejets résultants de l'extraction de métaux précieux et des métaux de base en surface peut entraîner la contamination des eaux exfiltrant du site, si aucune précaution n'est prise lors de la durée de vie de la mine et surtout après son arrêt. Cette pollution environnementale peut s'exprimer soit : (1) sous forme d'un drainage neutre contaminé (DNC), dans ce cas la contamination est causée par la réactivité de minéraux contenant des métaux solubles à pH neutres et qui peuvent être entraînés dans le lixiviat (Bussière, 2005). (2) sous forme de drainage minier acide (DMA), qui résulte d'une acidification importante des eaux de drainage suite à des réactions chimiques entre les rejets, l'eau et l'oxygène, comme l'exemple illustré par la figure 1.3 montrant des sites miniers abandonnés générateurs d'acide.

Le DMA est un processus spontané qui se déclenche naturellement suite à l'oxydation des sulfures métalliques à la suite d'un contact avec l'air et l'eau présents dans les rejets miniers (parc à résidus, haldes de stériles), mais aussi des minerais, dans les galeries de mine, etc. Ces réactions engendrent des pH neutres (si l'acidité produite est neutralisée -par les carbonates présents-) ou carrément acides (en l'absence ou à l'épuisement du pouvoir neutralisant des rejets). L'acide sulfurique produit s'accompagne par une solubilisation accrue de métaux, dont certains peuvent être toxiques (Aubertin et al., 2002). Les équations suivantes illustrent les réactions en chaîne à l'origine du phénomène de DMA (MS étant un sulfure métallique) :

$$MS + O_2 + H_2O \rightarrow SO_4^{2-} + H^+ + M^+ aq$$

Cette réaction reste globalement lente tant et aussi longtemps que le pH demeure proche de la neutralité (présence d'un effet tampon neutralisant) :

 $CaCO_3 + 2H^+ \rightarrow Ca^{2+} + H_2O + CO_2$ 



Figure 1-3 : Photographies illustrant quelques impacts du drainage minier acide : a) à proximité du site Aldermac (Abitibi-Temiscamingue, Québec).

Ensuite, quand les minéraux neutralisants s'épuisent, le pH chute et la réaction d'oxydation du fer ferreux ( $Fe^{2+}$ ) en fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ) devient rapide et catalysée par les bactéries ferro et thiooxydantes.

$$Fe^{2+} + \frac{1}{4}O_2 + H^+ \rightarrow Fe^{3+} + \frac{1}{2}H_2O$$

Le fer ferrique produit peut alors oxyder indirectement les sulfures produisant davantage d'acidité :

$$MS + Fe^{3+} + H_2O \rightarrow SO_4^{2-} + 2H^+ + Fe \ précipité$$

La figure 1.4 présente un résumé des différentes étapes de formation du DMA en présence de la pyrite qui est l'un des sulfures le plus commun présent dans les résidus miniers (Aubertin *et al.*, 2002). La phase I correspond à l'oxydation de la pyrite en présence d'eau et d'oxygène

matérialisée par une baisse progressive du pH due à la libération en solution d'ions H<sup>+</sup>. Le Fe<sup>2+</sup> produit peut ensuite s'oxyder en Fe<sup>3+</sup> à des pH proches de la neutralité. En phase II, le pH baisse jusqu'à des valeurs comprises entre 3 et 4,5. À la phase III, l'acidité augmente encore (pH < 3), le Fe<sup>3+</sup> qui demeure en solution, peut oxyder la pyrite sans dioxygène.



Figure 1-4: Principales phases de la formation du DMA (Aubertin et al., 2002; inspirées de Kleinman et al., 1981).

Pour contrôler donc le DMA, il s'avère nécessaire de limiter la présence de l'oxygène et/ou de l'eau.

#### 1.2 Les différentes techniques de gestion des résidus miniers

Dans une mine, les rejets miniers peuvent servir en premier lieu de support de terrain en remblayant les chantiers souterrains, sous forme de remblais cimentés rocheux, hydrauliques ou en pâte. Aussi, ces rejets peuvent être utilisés dans des digues et des couvertures. Toutefois, une grande partie des rejets miniers est stockée en surface sous forme de haldes à stériles ou dans des parcs à résidus. Une fois exposés aux conditions atmosphériques, ces résidus peuvent entraîner la contamination des eaux de drainage si aucune mesure de contrôle de la génération du drainage minier n'est entreprise. Il est donc judicieux de contrôler ou éviter la formation de drainage minier acide, quand celui-ci est potentiel, et donc le relargage de métaux lourds dans

l'environnement. Pour ce faire, il s'avère nécessaire d'empêcher l'oxydation des sulfures contenus dans les résidus miniers. La cinétique de cette oxydation est contrôlée par plusieurs facteurs (température, granulométrie, degré de libération des sulfures, accès à l'oxygène, pH de la solution interstitielle, activité bactérienne, minéralogie ainsi que l'apport en précipitation).

Quelques stratégies de lutte contre le DMA ont été citées dans la littérature afin de prévenir ou de contrôler sa production. Ces approches interviennent sur les principaux éléments essentiels à sa formation: l'eau, l'oxygène et les sulfures (figure 1.5):



Figure 1-5 : Principales méthodes pour contrôler la formation du drainage minier acide.

 Exclusion de l'eau : se fait à l'aide de barrière étanche (géomembrane, géocomposite bentonitique, couche sable ou argile compactée, etc.) à la fermeture du parc à résidus afin d'empêcher les infiltrations d'eau et donc, la formation de DMA ainsi que le transport d'éventuels contaminants (p. ex. : Gulec et al., 2005 ; Lupo et Morrison, 2007). Une autre technique a été prouvée comme ayant donné de bons résultats surtout sous des climats arides où l'utilisation des barrières évapotranspirantes avec même la possibilité d'utiliser les effets de barrière capillaire. Ces dispositifs peuvent permettre d'empêcher l'infiltration d'eau vers les résidus à court et long terme (Zhan et al., 2001 ; Aubertin et al., 2006) ;

- L'exclusion de l'oxygène est communément obtenue à l'aide de l'entreposage subaquatique des rejets miniers. Les rejets sont stockés dans des parcs à résidus tout en maintenant une couche d'eau (issue du procédé et des précipitations) afin d'éviter l'accès d'oxygène ; l'oxygène diffusant très peu dans l'eau ( $D_{0w} = 2.2 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ , Fredlund et Rahardjo, 1993). Beaucoup de travaux de recherche ont été réalisés pour comprendre l'efficacité à long terme de cette méthode de contrôle du DMA (p. ex. : Romano et al., 2003 ; Vigneault et al., 2001 ; Peacey et al., 2002 ; SRK, 1989 ; Li et al., 1997 ; Gallinger et Nicholson, 1999; MEND, 2001). Cependant l'inondation ne peut être considérée comme une méthode de restauration (Awoh, 2012). Par ailleurs, une autre méthode d'exclusion de l'oxygène a été développée (p. ex. : Aubertin et al., 1995; Bussière et al., 2003), son principe repose sur la construction de barrières à l'oxygène suite à la fermeture du parc à résidus. On y distingue, les recouvrements multicouches faits avec de matériaux naturels. Ces recouvrements permettent d'exclure l'oxygène en maintenant une couche de matériau près de la saturation en eau (grâce aux effets de barrière capillaire). Cette saturation diminue grandement la diffusion de l'oxygène à travers le recouvrement, donc diminue les possibilités que l'oxygène atteigne les rejets ;
- Quant à une action sur les sulfures des rejets miniers, elle peut s'effectuer par le biais d'une séparation des sulfures qui peuvent être concentrés par des procédés gravimétriques ou de flottation (Bussière et al., 1995 ; Benzaazoua et al., 2000 ; Benzaazoua et al., 2008). La technique est appelée désulfurisation environnementale, elle produit alors un rejet de flottation non générateur d'acide et un concentré de sulfure. Cette technique engendre d'autres avantages significatifs, elle permet en effet de réduire le volume de rejets problématiques à gérer, en retournant le concentré de sulfure sous terre sous forme de remblais et en utilisant les résidus désulfurés comme matériaux de construction pour les digues de parc à résidus (p. ex. : la mine Kemess en Colombie-Britannique, Stogran et al., 2004). D'autres travaux se sont attardés sur un deuxième type d'action sur les sulfures. Ils ont permis d'empêcher l'oxydation des sulfures en conditionnant ces derniers dans les résidus miniers. Ceci a pu être réalisé en passivant la surface des grains de sulfures, par incorporation d'une substance, qui forme une couche protectrice autour de la surface des sulfures (complexe métallique stable) qui empêche l'oxydation (p. ex. : Evangelou, 2001 ; Sorrenti, 2007) ;

- Élimination de l'action des bactéries : la génération du drainage minier acide est favorisée en présence de certaines bactéries entre autres les Thiobacilles (p. ex. : Nordstrom, 2000). Dans ce cas, l'utilisation de bactéricides semble utile pour retarder la production de DMA;
- Neutralisation : l'ajout des matériaux acidivores (ex. : la chaux, calcaire) peut aider à neutraliser temporairement l'eau interstitielle des résidus, en maintenant le pH au-dessus (ou près) de la neutralité (p. ex. : Lapakko et al., 1997 ; Mehling et al., 1997 ; Lapakko et al., 2000 ; Mylona et al., 2000).

#### 1.3 Déposition des résidus à l'état épaissis en surface

Les techniques de gestion des rejets miniers, en l'occurrence ceux issus des concentrateurs, ont connu une progression au cours des dernières années. Une approche développée récemment vise à la préparation de pâte à partir des résidus (épaississement suivi de filtration). Suivant son utilisation on peut distinguer différents matériaux :

- « Remblais miniers en pâte cimentés (RMPC) » pour l'utilisation souterraine ;
- « Dépôt de résidus en pâte en surface (DPS) » pour l'entreposage des résidus miniers en surface, cimentés ou non.

C'est cette dernière désignation qui va nous intéresser dans ce mémoire. Cependant, on s'inspirera beaucoup de développements et de connaissances issues d'études sur les RMPC. Ces derniers sont devenus une pratique couramment utilisée dans la plupart des mines modernes souterraines exploitant des minerais en roches dures. Elle a fait son apparition il y a plus d'une vingtaine d'années comme une alternative aux remblais hydrauliques ou rocheux pour le remplissage des chantiers miniers souterrains (p. ex. : Hassani et Archibald, 1998 ; Benzaazoua et al., 1999 ; Benzaazoua et al., 2000). Le principe consiste à épaissir, puis à filtrer les rejets de concentrateur dont le pourcentage massique d'eau varie typiquement entre 15 et 25 %, avec un pourcentage bien défini de ciment (variant de 3 à 7 % en poids total sec des résidus) avec une densité de pulpe d'environ 75 % (proportion de solide sur la masse totale). La pâte obtenue est acheminée par pompage à l'aide d'un réseau de pipelines et sert pour le remblayage des cavités souterraines, et ce, afin d'augmenter les propriétés mécaniques et assurer un meilleur support du

terrain. Les chantiers remblayés peuvent alors servir comme support de terrain et permettre d'optimiser l'extraction du minerai.

La figure 1.6 est une illustration de ces procédés dans une mine qui utilise la technique des RMPC pour le remblayage souterrain et des DPS pour l'entreposage en surface comme c'est le cas à la mine Buhynalulu en Tanzanie (Deschamps 2009). Dans un premier lieu, les résidus sont épaissis et filtrés. La suite de la préparation de la pâte se déroule de deux manières différentes suivant son utilisation désirée : pour le remblayage souterrain, les résidus épaissis et filtrés sont envoyés dans un mélangeur ou l'on ajoute de l'eau et du liant; si la pâte est destinée pour l'entreposage en surface, les résidus épaissis et filtrés sont alors envoyés dans un autre mélangeur ou l'on ajoute juste de l'eau.

Dans le cas des DPS, le critère mécanique est secondaire ce qui peut affranchir la technique de l'utilisation du ciment, source de coûts élevés.

La technique de DPS a plusieurs avantages dont on peut citer les suivants (p. ex. : Newman et al., 2001 ; Cadden et al., 2003 ; Benzaazoua et al., 2004b ; Landriault et al., 2005 ; Martin et al., 2006 ; Bussière, 2007 ; Deschamps, 2009):

- La non-nécessité de construction de digue de rétention d'eau, du fait que l'eau libre, est trop limitée, voire inexistante;
- La réutilisation de l'eau par la filtration ;
- La réduction probable du potentiel de génération de drainage minier acide (DMA) en favorisant la restauration du site ;

Toutefois l'ajout de liant peut rendre la technique DPS plus attractive par :

- L'amélioration des propriétés de rétention d'eau ainsi que les propriétés mécaniques ;
- La stabilisation des contaminants dans la matrice ;
- La réduction de la conductivité hydraulique saturée.



Figure 1-6 : Exemple de schéma de procédé de fabrication de la pâte pour une mine utilisant le dépôt de résidus en pâte en surface et le remblai minier en pâte cimenté (tiré de Deschamps 2009).

## 1.4 Objectifs du projet

Le principal objectif de l'étude consiste à mieux comprendre le comportement environnemental de la technique des DPS et d'étudier l'effet de l'ajout de faibles quantités de liant afin de réduire l'oxydation des sulfures et d'éviter ou retarder la formation du DMA. Les objectifs spécifiques visés par ce projet de recherche, ils sont résumés ci-dessous:

- Étude des modes de dépôts les plus prometteurs à long terme pour le modèle physique déjà instrumenté (boite de taille intermédiaire). Ceci, pour mieux caractériser l'évolution des propriétés de rétention d'eau des différentes couches de pâte du dépôt (cimenté ou non);
- Étudier l'effet d'échelles entre tests en colonnes et tests en boîte de taille intermédiaire ;
- Ajout d'une couche cimentée et étude de son effet sur le comportement environnemental de la pâte, que ce soit pour le modèle physique ou sa configuration en colonne cimentée et non cimentée (dans ce cas la couche ajoutée est non cimentée);
- Démantèlement du modèle physique ainsi que ses configurations et analyse complète des résidus dans le modèle à la fin du test pour mieux comprendre l'évolution du comportement géochimique et hydrogéologique du tas de résidus durant toute la période du test.

#### 1.5 Contenu du mémoire

Une étude du comportement géochimique et hydrogéologique des DPS a été réalisée au laboratoire par le biais d'un modèle physique. Ce dernier a été rempli dans un premier lieu avec 9 couches de résidus en pâte. Juste les deux premières couches inférieures ont été cimentées avec 2 % (par masse solide sèche des résidus totaux) du ciment type CP10. Les résidus ont été rincés toutes les 4 semaines avec 40 L d'eau du robinet. L'étude était divisée en cinq étapes :

- (i) Dépôt de la pâte ;
- (ii) Cycles de mouillage et de séchage de la pâte. Durant lesquels, l'évolution de la teneur en eau volumique dans le tas a été suivie. À la fin de chaque cycle de mouillage le volume d'eau drainé à partir du modèle physique a été mesuré et les eaux de lixiviations ont été analysées en terne de pH, Eh, conductivité électrique et analyse chimique multiélément par ICP-AES. À la fin de la période du séchage, la fissuration développée au niveau de la dernière couche déposée (couche 9) a été suivie ;
- (iii) Carottage et analyse des échantillons après le 10<sup>e</sup> cycle de mouillage et de séchage;
- (iv) Dépôt de la 10<sup>e</sup> couche (cimentée) à la fin du 27<sup>e</sup> cycle du séchage ;

(v) Démantèlement du modèle physique au milieu du 34<sup>e</sup> cycle de séchage et analyses des échantillons.

Les trois premières parties de ce travail ont été réalisées par Deschamps (2009).

Après avoir complété dix cycles de mouillage/séchage, les résultats des suivis précités restaient incomplets. L'étude du comportement de ces résidus en pâte, simulant un dépôt en surface à l'échelle du modèle physique, doit donc être poursuivie et confirmée sur une plus longue durée. D'où l'apport du présent travail qui consiste à étudier le comportement hydrogéologique et géochimique à long terme de résidus en pâte en DPS. L'étude a permis aussi de tester l'ajout localisé de ciment dans deux couches sur le comportement du modèle physique.

# CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE AU SUJET DES DÉPÔTS DE RÉSIDUS ÉPAISSIS ET EN PÂTE DE SURFACE

Il y a plus d'une dizaine d'années, le dépôt de résidus en pâte de surface (DPS) a été proposé comme une alternative aux parcs à résidus classiques. Cette technique a été le sujet de plusieurs études (Robinsky 1999; Newman et al., 2001; Sofra et Boger 2002; Cadden et al., 2003; Thériault et al., 2003; Benzaazoua et al., 2004b; Shuttleworth et al., 2005; Landriault et al., 2005; Simms et al., 2006; Martin et al., 2006) qui ont permis d'évoquer leurs avantages économiques et environnementaux et qui sont :

- La non-nécessité de construction de digue de rétention d'eau, parce que l'eau libre est trop limitée, voire inexistante, ce qui permet par la suite d'éviter le risque de rupture catastrophique de ces digues ;
- La réutilisation de l'eau par la filtration ;
- La réduction probable du potentiel de génération de drainage minier acide (DMA), et ce en rendant plus facile la restauration du site ;
- Possibilité de débuter la restauration de la mine avant la fin de la vie de celle-ci.

Bien que la technique des DPS soit une technique prometteuse, il n'y a encore que très peu d'études sur les DPS.

# 2.1 Généralités sur les dépôts de résidus épaissis en surface : cas des dépôts de résidus en pâte

Les remblais en pâte cimentés sont des matériaux déjà bien utilisés pour le remblayage de mine souterraine. Dans ce cas, du ciment est ajouté à la pâte pour améliorer ses propriétés mécaniques (Hassani et Archibald, 1998; Belem et al., 2000, 2001, 2002; Benzaazoua et al., 2002; Fall et al., 2005; Ouellet et al., 2003 et 2004). Dans le cas des dépôts de résidus en pâte de surface, le critère mécanique est secondaire ce qui peut affranchir la technique de l'utilisation de ciments, source de coûts élevés.

Le dépôt en surface des résidus épaissis sous forme de pâte a été récemment proposé et adopté par certaines entreprises minières afin de répondre à des exigences d'ordre technique et environnemental (Thériault et al., 2003; Benzaazoua et al., 2004b; Martin et al., 2006;

Deschamps et al., 2011). Cette technique permet un dépôt homogène des résidus en pâtes, un contrôle du tassement et limite les risques d'instabilités de sorte qu'il n'est pas nécessaire de construire les digues de rétention parce que l'eau libre est trop limitée, voire inexistante. Le recyclage d'une grande partie de l'eau en amont de la déposition permet sa meilleure réutilisation dans le procédé de traitement (enjeu important dans les régions à climat aride). La faible perméabilité du dépôt et sa topographie imposée permettent de réduire le taux d'infiltration et la génération des lixiviats. Par ailleurs, le maintien d'un degré de saturation élevé conduit à l'inhibition de l'entrée de l'oxygène, ce qui limite l'oxydation des sulfures et la génération du drainage minier acide (Verburg, 2002).

Toutefois, l'ajout d'un liant peut rendre la technique de dépôt de pâte en surface (DPS) plus attractive, et ce par l'amélioration des propriétés hydrogéologiques (perméabilité et rétention d'eau) ainsi que les propriétés mécaniques sans négliger la genèse d'une stabilisation des contaminants dans la matrice et l'augmentation du potentiel de neutralisation des matériaux.

La technique des dépôts de résidus en pâte en surface (DPS) a été appliquée pour la première fois à la mine de Bulyanhulu (Thériault, 2003). Cette expérience a été riche en enseignements par rapport à l'applicabilité et au devenir de la technique des DPS. Les résidus en pâte y ont été utilisés sans aucun ajout de ciment et ils ont été déposés à partir de tours de déposition tel qu'illustré à la figure 2.1. Le contrôle de la géométrie de la surface du dépôt est un paramètre important pour la gestion des eaux de ruissellement. La géométrie de la surface peut être contrôlée en orientant les dépôts de pâte vers les zones voulues, par le biais des séquençages des fonctionnements des différentes tours de dépositions dans le site (Shuttleworth et al., 2005).

La pâte est déposée à un pourcentage solide de 73 %, ce qui correspond à un affaissement de 250 mm mesuré au cône d'Abraham (norme ASTM C 143-00). Le dépôt se fait sur une surface de pente moyenne de l'ordre de 5 degrés. Le taux de déposition qui a été adopté était d'une couche tous les 5 jours, chaque couche ayant une épaisseur maximale de 30 cm (Thériault et al., 2003). Cette méthodologie a permis de favoriser la manifestation de figures de dessiccations qui ont été signalées à la surface après le dépôt des couches. Les couches suivantes permettent de reboucher ces fissures (voir figure 2.1) et l'ensemble de ces phénomènes conduisent à l'amélioration de la résistance mécanique globale du dépôt. La pâte ainsi asséchée et consolidée resterait près de la saturation et offrirait une bonne résistance à l'oxydation et à l'érosion éolienne

(The nault et al., 2003). Les observations visuelles sur le site montrent que quand la pâte est mise localement dans un état plus meuble, elle tend à se désaturer et le taux d'oxydation augmente significativement, créant du DMA. D'après (The ron et al., 2005), la teneur en eau de la pâte ne dépend pas de la distance à partir du point de décharge, mais peut varier avec la profondeur : la perte d'eau dans le milieu d'une couche est moins importante qu'à la surface.



Figure 2-1 : Dépôt de résidus miniers en pâte de surface, à la mine de Bulyanhulu, Tanzanie (Photo Vincent Martin).

Certains processus hydrogéologiques influencent la performance de l'empilement de couches de DPS, en l'occurrence, sa stabilité et sa résistance mécanique, ainsi que l'impact des rejets effluents de l'empilement de couches sur les sols environnants et les eaux de surface (Simms et Grabinsky 2007) (figure 2.2).





# 2.2 Principales propriétés géotechniques et hydriques des résidus en pâte

Les principales propriétés jouant un rôle important sur le comportement hydrogéologique et géochimique des résidus en pâte sont les suivantes :

### Réactivité des sulfures :

La consommation d'oxygène est une technique qui peut rendre compte d'un paramètre important qu'est la réactivité des sulfures, minéraux fréquents dans les résidus miniers. Cette technique peut informer sur le taux de production de drainage minier acide (DMA), vu qu'elle est directement reliée à l'oxydation des sulfures que contiennent les résidus miniers par l'oxygène.

La réactivité des résidus en pâte cimentés réside essentiellement en une interférence des réactions à l'origine de la cimentation avec les réactions d'oxydation des sulfures. Cette réactivité devient de ce fait une fonction de la teneur en pyrite et du degré de saturation (Ouellet et al., 2003). Elle pourra également être influencée par le type de liant dans les cas de remblais en pâte cimentés (Ouellet et al., 2003). Les tests de consommation d'oxygène effectués au laboratoire sur des rejets avec des teneurs définies en pyrite, et des remblais en pâte des mêmes rejets, montrent que les échantillons de remblais en pâte sont moins réactifs que les rejets de concentrateurs qui ont un degré de saturation inférieur à 70 % (pour un même pourcentage de sulfure). Mais, pour des saturations en eau supérieures, les rejets de concentrateurs ont des réactivités similaires, voire même inférieures au remblai en pâte.

Suite aux tests de consommation d'oxygène effectués *in situ* par (Ouellet et al., 2006), pendant 80 jours, sur la face exposée d'un remblai minier en pâte cimenté contenant 53 % de pyrite (voir figure 2.3). Il a été observé que la consommation d'oxygène augmente fortement au début du test, lorsque le remblai minier en pâte cimenté est fraîchement exposé, puis baisse progressivement pour atteindre 0,2 mol  $O_2/m^2/j$ our après 80 jours.



Figure 2-3: Photographie du dispositif de mesure de consommation d'oxygène in situ (Ouellet et al., 2006).

## Granulométrie typique des résidus en pâte déposés en surface :

Les rejets de concentrateur provenant des mines de roche dure sont généralement composés de particules de la taille des sables fins et des silts. Suite aux travaux de Bussière (2007), l'étude de la distribution de taille de grains de neuf échantillons des résidus provenant de différentes mines canadiennes (tableau 2.1) a montré que ceux-ci sont plutôt homogènes (figure 2.4). Ces

échantillons ont été prélevés à l'usine de concentration avant d'être envoyés au parc à résidus. L'analyse granulométrique a donné des résultats similaires de ce qu'on trouve dans la littérature pour les mines de roche dure avant la déposition dans le parc à rejets de concentrateur (Vick, 1990 ; Wills, 1997 ; Aubertin et al., 2002 ; Benzaazoua et al., 2003).



Figure 2-4: Distribution granulométrique de neuf rejets échantillonnés au concentrateur provenant de mines de roche dure canadienne avant la déposition dans un parc (tiré de Bussière 2007).

Tableau 2.1 : Caractéristiques granulométriques des échantillons de résidus (Bussière 2007).

Caractéristiques granulométriques des échantillons					
	0,001mm < D10 < 0,004 mm				
	0,01mm < D60 < 0,05 mm				
	8 < CU (D60/D10) < 18				
5% <1	ourcentages passant par la maille de 0,002mm < 14 %				
70% <	Pourcentages passant par la maille de 0,08 mm < 97 %				

Dans la réalité, les parcs à résidus ne sont pas si homogènes. Ceci a été constaté lors d'un échantillonnage dans un parc à rejets de concentrateur miniers ; la distribution granulométrique peut être considérablement différente selon l'endroit de prélèvement de l'échantillon (figure 2.5). En effet, le déversement des résidus dans les parcs à résidus peut entraîner des variabilités au niveau des propriétés de ces résidus. Ceci se traduit par une ségrégation matérialisée par la sédimentation des grains grossiers et/ou denses près du point de déchargement, alors que les particules plus fines et/ou plus légères sont transportées par le biais de l'eau vers l'aval du parc. La distribution granulométrique hétérogène a un impact sur le comportement hydrogéotechnique *in situ* des résidus qui est contrôlé par la distribution de la taille des particules (tableau 2.2) (Bussière 2007).



Figure 2-5 : Distribution granulométrique hétérogène de rejets échantillonnés *in situ* dans un parc à rejets d'une mine de roche dure du Québec (tirée de Bussière 2007).

Caractéristiques granulométriques des échantillons						
0,0009mm < D10 < 0,006 mm						
0,001mm < D60 < 0,08 mm						
10 < CU (D60/D10) < 30						
4 % < Pourcentages passant par 0,002 mm < 20 %						
60~% < Pourcentages passant par 0,08 mm $< 100~%$						

Tableau 2.2 : Caractéristiques granulométriques des échantillons de résidus prélevés *in situ* d'un parc à résidus québécois (Bussière 2007).

Ces valeurs sont typiques des rejets de concentrateur des mines de roches dures (Bussière 2007).

#### Ajout du liant

Les remblais miniers en pâte est une technique couramment utilisée dans la plupart des mines modernes souterraines. Le principe consiste à épaissir, puis à filtrer les rejets de concentrateur, auxquels on y rajoute un pourcentage bien défini de ciment et d'eau pour assurer le transport de la pâte obtenue jusqu'aux cavités souterraines. Le remblai une fois curé accroît ses propriétés mécaniques ce qui permet d'assurer un meilleur support du terrain. En plus de l'amélioration des capacités mécaniques des remblais miniers en pâte, l'ajout du ciment est aussi responsable de la diminution de leur porosité effective et de leur conductivité hydraulique.

Dans la littérature, il a été prouvé que ce phénomène de cimentation semble être influencé par plusieurs paramètres :

Teneur en sulfures des rejets : les travaux de Benzaazoua et al. (2002) ont permis de mettre l'accent sur l'effet de la teneur en sulfure de rejet sur la performance mécanique des remblais miniers en pâte cimentés (RMPC). En effet, il a été démontré que le remblai à base de rejets très sulfureux (32 % de soufre) présentait de très mauvaises performances mécaniques avec les ciments à base de laitier de haut-fourneau pour une période de curage de 180 jours au moins. Un mélange de ciment Portland CP10 (ordinaire) et CP50 (résistant aux sulfates) permet d'atteindre de bonnes performances mécaniques avec ce même rejet. Dans le cas de RMPC à base de rejets sulfureux, la présence des sulfures peut provoquer la dissolution des phases calciques des hydrates de ciment et la formation de

phases gonflantes qui à son tour induit une détérioration du remblai cimenté. (Benzaazoua et al., 1999);

- L'eau de gâchage : quand elle se trouve avec de fortes teneurs en sulfates (souvent directement liées à la présence de sulfures réactifs), peut entraîner un retard de la prise (Benzaazoua et al., 2002 ; Ouellet et al., 2004), mais elle peut à d'autres teneurs plus importantes conduire à améliorer la résistance mécanique par la précipitation de sulfates calciques ;
- La diminution de la taille de la porosité : des mesures de porosité réalisées par le biais de l'intrusion du mercure (PIM) sur des échantillons de remblai minier en pâte préparés en laboratoire (résidu non cimenté et résidu en pâte cimenté à 5 %), ont démontré que l'ajout du ciment (5 %) permet une baisse de la porosité en comparaison au rejet non cimenté (figure 2.6-a) ;
- La diminution de la perméabilité : suite aux travaux de Belem et al., (2001), il a été démontré que lors du curage d'un remblai en pâte cimenté, la diminution de la perméabilité se fait très rapidement et se stabilise après 7 jours de curage d'un remblai en pâte cimenté (avec 5 % de ciment) tel que montre la figure 2.6-b. La pression d'entrée d'air augmente graduellement sur une période plus longue et se stabilise après environ 14 jours. Cependant, l'ajout d'une faible quantité de liant (moins de 2 %) à un DPS peut aussi, paradoxalement, faire augmenter la porosité finale totale du matériau (Deschamps et al., 2008). Il semblerait en effet qu'une petite quantité de liant réduise très fortement le tassement durant le curage, sans pour autant remplir la porosité de manière significative ;
- La granulométrie et la densité des grains : les particules fines (< 20 μm) influencent positivement la porosité et la distribution de la taille des pores et donc la capacité de drainage de la pâte et par conséquent la résistance mécanique (Fall et al., 2005) ;



Figure 2-6 : (a) Courbe PIM des résidus seuls et en pâte cimentés (avec 5 % de ciment et après 28 jours de curage). (b) Graphique montrant l'évolution du coefficient de perméabilité pendant le curage de la pâte (Belem et al., 2001).

 La réactivité des sulfures : des tests de consommations d'oxygène (Ouellet et al., 2003) ont montré que la réactivité est une fonction de la teneur en pyrite et du degré de saturation. Elle pourra également être influencée par le type de liant quand il s'agit de remblais en pâte cimentés (Ouellet et al, 2003).

Récemment, les travaux de (Deschamps et al., 2006, 2007, 2008, 2011 et Deschamps, 2009) ont montré que la méthode des dépôts de pâte en surface combinée à des ajouts localisés de faibles quantités de ciment (0,5 %, 1 % et 2 %) peut aider à limiter la formation de DMA. Cependant une mauvaise utilisation du ciment peut engendrer plus de réactivité des sulfures en comparaison des résidus non cimentés. Par ailleurs, il a été démontré que l'ajout d'un pourcentage de 2 % de ciment en couches intercalées représente la meilleure configuration pour avoir un minimum de réactivité.

#### Conductivité hydraulique :

Une des propriétés importantes permettant de comprendre le comportement des DPS est la perméabilité (ou la conductivité hydraulique).

La perméabilité (k) d'un matériau, parfois appelé perméabilité intrinsèque, est la propriété qui exprime sa facilité à laisser circuler un fluide à travers un milieu poreux (Holtz et Kovacs, 1981 ;

Bowles, 1984). Elle est indépendante du type de fluide, de la température et du gradient hydraulique appliqué au milieu. Dans les mines, la contamination est transportée principalement par l'eau, il est donc plus pratique d'évaluer le coefficient de perméabilité saturé à l'eau, k<sub>sat</sub> (ou conductivité hydraulique saturée), que la perméabilité intrinsèque du matériel (k) (Holtz et Kovacs, 1981).

Suite aux travaux de Hassani et Archibald (1998), la conductivité hydraulique des RMCP est influencée par la forme et la taille des particules ainsi que la proportion des particules fines, sans oublier le type de liant utilisé. La forme et la taille des particules affectent la taille des pores et leur connexion dans lesquelles s'écoule le fluide (Herget et De Korompay, 1978). Tout comme pour les sols d'origine naturelle, la présence de particules fines diminue la conductivité hydraulique en remplissant les vides entre les particules plus grossières.

Les travaux de (Belem et al., 2001 ; Mohamed et al., 2002), ont indiqué que la conductivité hydraulique saturée ( $k_{sat}$ ) des remblais miniers en pâte cimentés RMPC est une fonction de la microstructure au cours du curage du matériel. L'hydratation des liants favorise une réduction de la taille des pores ce qui implique par la suite une diminution de la conductivité hydraulique saturée du matériel. D'autres études (Benzaazoua et al., 2000 ; Ramlochan et al., 2004), ont montré que l'évolution de la porosité totale des RMPC durant le curage est faible et qu'elle diffère selon le type de liant. La porosité totale diminue d'une manière plus importante en utilisant le liant de type CPSG (20 % de CP10 et de 80 % de laitier) que le liant de type CPFA (70 % de CP10 et de 30 % de cendres volantes).

Suivant les travaux de Belem et al., (2001), la conductivité hydraulique saturée des RMPC décroît rapidement avec le temps de cure, tel que c'est montré sur la figure (2.6-b). La  $k_{sat}$  diminue rapidement dans les 7 premiers jours de cure. Après 7 jours, peu de changement est observé dans l'évolution de la  $k_{sat}$  qui atteint 10<sup>-8</sup> cm/s (Belem et al., 2001).

Les travaux de Godbout (2005) sur l'évolution de la conductivité hydraulique saturée ( $k_{sat}$ ) en fonction de la quantité de liant, ont révélé une diminution de  $k_{sat}$  et une amélioration de la capacité de rétention d'eau au cours du curage (voir figure 2.7). Cette évolution de  $k_{sat}$  dépend alors de la quantité et du type de ciment ajouté au résidu.



Figure 2-7 : Évolution de la conductivité hydraulique saturée pendant le curage de résidus miniers en pâte cimentés et non cimentés (Godbout 2005).

Avec une proportion de liant de type CPSG de 4,5 %, on a noté la plus forte diminution de  $k_{sat}$ , cette réduction correspondait à 1,5 ordre de grandeur (par rapport aux rejets témoin) après 28 jours de curage. La même tendance a été remarquée en ajoutant 4,5 % de liant de type CPFA, avec cette proportion du liant la  $k_{sat}$  diminuait avec un ordre de grandeur (par rapport aux rejets non cimentés). L'ajout de liant permet aussi d'améliorer les propriétés de rétention d'eau de la pâte, principalement en augmentant sa pression d'entrée d'air. Cette évolution peut être très différente selon le type du liant utilisé.

Il est important de mentionner que lors des mesures du k<sub>xet</sub>, le matériau est à saturation, ce qui est peu représentatif du cas des DPS, les conditions de curages sont donc différentes. De plus, le fluide ne devrait pas affecter les propriétés du solide pendant le test. Dans un milieu très réactif, comme peuvent l'être les résidus miniers en pâte cimentés, il est tout à fait envisageable que l'eau modifie (chimiquement et physiquement) les propriétés du matériau testé.

### 2.3 Comportement hydrogéologique des résidus en pâte de surface

La dessiccation des DPS est un phénomène qui influence directement son comportement hydrogéologique et indirectement son comportement géochimique (tel que sera développé dans les chapitres 4 et 5). Dans cette section du chapitre, on discutera ce phénomène, ainsi que les principaux paramètres qui le contrôlent.

### 2.3.1 L'évaporation dans les résidus en pâte déposés en surface

L'évaporation des DPS est un paramètre clé pour optimiser le dépôt en surface. L'évaporation permet une densification et un gain de résistance mécanique pour les DPS, ainsi elle est souhaitable pour les couches fraîchement déposées. Toutefois, un excès d'évaporation a un impact environnemental sur les DPS, il entraîne une désaturation des résidus en pâte et donc une éventuelle génération du DMA (Simms et al., 2007).

Une bonne résistance mécanique et une bonne densité favorisent le contrôle d'oxydation et donc du DMA (figure 2.8). L'oxydation augmente une fois la valeur d'entrée d'air (AEV) des résidus est atteinte et que les résidus commencent nettement à désaturer (Yanful 1993 ; Aachib et al., 2004). Ainsi, une compréhension du comportement de l'évaporation est toujours nécessaire pour une bonne gestion des dépôts de couches de DPS d'une manière à éviter la dés-saturation et l'oxydation des matériaux et donc la génération du DMA par la suite.

Les résultats des travaux effectués par Hatano et al., (1988) ont révélé l'influence des fissures sur la perte d'eau par le sol ou les résidus. Cette influence est plus accentuée quand la surface supérieure du sol devient sèche, l'évaporation par les fissures peut constituer une contribution significative à la perte d'eau par le sol.

Les travaux de Fujiyasu et al., (2000) ; Fujiyasu et Fahey, (2000), montrent que la formation des fissures ainsi que le dépôt de la croûte de sel en surface du sol influencent directement l'évaporation. Comme mentionnée précédemment, la fissuration tend à augmenter temporairement l'évaporation tandis que l'accumulation des sels à la surface bloque le processus d'évaporation.



Figure 2-8 : Un exemple d'une courbe de retrait, montrant les indices typiques relatifs à la résistance résiduelle et coefficient de diffusion de l'oxygène (ce dernier est estimé, par Aachib et al., 2004) (D'après Simms et al., 2007).

Les travaux de Daud et al., (1999), sur l'étude des conditions de l'état d'évaporation ont montré que le taux d'évaporation critique (au-delà duquel les flux de surface susceptible à l'évaporation à l'état d'équilibre) ne sont plus dictés par les conditions climatiques. D'autre part, Il a été démontré que le temps nécessaire pour établir un état stable par évaporation atteint une valeur maximale à la vitesse d'évaporation critique.

Une étude détaillée du mouvement du front d'assèchement dans un sol fissuré a confirmé une diminution de l'humidité relative du sol quand la succion du matériel atteint 3000 kPa environ (figure 2.10).

La contribution des flux de vapeur baisse de plus en plus que la profondeur est importante, ce qui implique que le profil de succion change lentement avec la profondeur sauf au niveau de la croûte superficielle du sol où le flux de vapeur est considérable (figure 2.9).



Figure 2-9 : Effet de succion matricielle à la surface de l'humidité relative et de taux de variation de l'humidité; profondeur de la nappe d'eau = 5 m, Ep (le taux potentiel) = 15 mm / jour (Daud et al., 1999).



Figure 2-10 : (a) Variation de la succion du matériel et les flux à travers le premier élément du sol pendant une simulation de l'évaporation. (b) Variation de la succion du matériel et les flux à travers le second élément du sol pendant une simulation de l'évaporation (Daud et al., 1999).

Les travaux de Simms et al, (2007), effectués dans le cadre d'une étude de l'évaporation des DPS de la mine Bulyanhulu au laboratoire et *in situ*, ont montré que ces DPS ont développé des fissurations ainsi que des précipitations de sel à la surface (figure 2.11). À grande échelle, les

fissures semblaient avoir une influence sur le développement de la succion. Celle-ci a montré une certaine uniformité avec la profondeur. Le sel s'est précipité autant que l'évaporation augmente. De plus, ces précipitations peuvent jouer un rôle important au niveau des fractures. Ouellet et al., (2006) a observé une importante baisse de la porosité qui pourrait ralentir la diffusion de l'oxygène et il l'a corrélée à une réduction de la consommation d'oxygène par les résidus réactifs au sein des résidus en pâte. La diminution de la porosité totale observée dans la zone des fissurations altérées indique que le coefficient de la diffusion effective de l'oxygène devrait également diminuer, et par conséquent ceci peut limiter l'effet du réseau de fissures sur l'oxydation de la pâte derrière cette zone de faible porosité dans le long terme.

Toutefois, les sels de surface sont eux-mêmes une source d'eau de mauvaise qualité sur le site, en raison de leur dissolution et le transport des ions de sulfate par les eaux de ruissellement de surface (Simms et al., 2007).



Figure 2-11 : Essai à grande échelle de séchage, a montré la formation de projection d'un précipité blanc, surtout dans les coins des fissures (Simms et al., 2007).

#### 2.3.2 L'évolution de la succion du matériel

La contribution de la succion matricielle à la résistance au cisaillement des sols a été reconnue par de nombreux chercheurs (Rahardjo et al., 1995; Gan et Fredlund 1996). Une fois la dessiccation est développée sous des conditions climatiques, la succion devient plus importante autant que la résistance au cisaillement augmente (Daud et al., 1999). En plus des conditions climatiques, la succion du matériel est également contrôlée par la profondeur de la nappe phréatique, la courbe caractéristique de rétentions sol-eau et la fonction de la conductivité hydraulique.

Afin d'étudier le comportement des résidus miniers en pâte cimentés, il est important de suivre l'évolution de la mesure directe de la pression d'eau interstitielle (et à la succion du matériel). Simms et Grabinsky (2009), ont suivi l'évolution de la succion sur des échantillons de résidus miniers en pâte cimentés et ils ont constaté qu'après un délai de 2 à 3 semaines d'hydrations, la teneur en eau a été baissée ce qui a engendré par la suite une diminution de la teneur en eau gravimétrique de 2 %. Cette faible réduction de la proportion de l'eau gravimétrique a été suffisante pour générer des succions de l'ordre de 80 kPa (figure 2.12). La succion du matériel mesurée était significativement plus élevée que la succion prévue (Simms et Grabinsky, 2009).

Simms et Grabinsky (2009), ont constaté que le comportement des résidus miniers en pâte cimentés montre de nombreuses similitudes avec d'autres sols faiblement cimentés, notamment par une nette tendance à se dilater lors du cisaillement, et la suppression correspondante des pressions interstitielles ou la génération de succion du matériel.



Figure 2-12 : Courbe de rétention d'eau des résidus Golden Giant sans ciment et à 5 % de ciment après 2 à 3 semaines d'hydratation. La pente horizontale de la courbe de rétention d'eau « WRC », avant la pression d'entrée de l'air « AEV » des résidus miniers cimentés indique que les succions

significatives peuvent être générées pour seulement une petite quantité de séchage ou d'autodessiccation (Simms et Grabinsky, 2009).

Dans des conditions d'évaporation à l'état d'équilibre, plus le processus d'évaporation progresse, plus les succions matricielles augmentent, et ce, jusqu'à une limite maximale. Ainsi, la contribution de la succion matricielle au profil de résistance au cisaillement d'un sol fissuré atteint une valeur maximale dans des conditions d'évaporation de l'état d'équilibre (Rassam et Williams, 1998).

Par ailleurs, et suite aux travaux de Benzaazoua et al., (2004b) sur la relation entre le facteur d'intensité des fissurations (FIF) et la succion d'un dépôt de résidus en pâte, il a été démontré que l'augmentation de l'épaisseur de la pâte conduit à une augmentation de la succion critique (la valeur de succion à partir de laquelle le matériau perd sa cohésion) qui affecte la couche de la pâte fraîchement déposée.

#### 2.3.3 La fissuration dans les résidus en pâte déposés en surface

Les fissures de dessiccation affectant les rejets miniers risquent d'apporter des changements au niveau de la perméabilité de ces résidus, ce qui pourrait avoir un impact environnemental dû à la génération du potentiel polluant par infiltrations (Rodriguez et al., 2007). Les fissures permettent également l'augmentation du flux d'oxygène ce qui conduira à une oxydation des résidus et une génération du DMA par la suite (Rodriguez et al., 2007).

La mise en place des fissures a lieu suite à des processus hydromécaniques, et leur formation entraîne des changements au niveau de certaines propriétés du sol (Rodriguez et al., 2007):

- La porosité, qui peut avoir à son tour des effets sur la conductivité hydraulique, la courbe de rétention d'eau et le mouvement de la vapeur d'eau due à la diffusion et la distribution de pression de l'eau interstitielle en raison des variations associées en termes de stockage ;
- La compressibilité du sol ;
- L'augmentation de l'état de surconsolidation surtout sous l'effet des cycles de mouillageséchage.

# 2.3.4 Influence des conditions climatiques sur le comportement hydrogéologique des résidus en pâte déposés en surface

Les résidus miniers soumis aux conditions climatiques sont susceptibles de développer des fissurations qui deviennent par la suite des chemins privilégiés pour l'infiltration des eaux de pluie. Il est donc nécessaire d'analyser le processus de dessiccation. Les travaux de Rodriguez et al., (2007) à ce sujet ont permis de tirer les informations suivantes :

- La conductivité hydraulique en milieu saturé et la courbe de rétention d'eau montrent une forte dépendance envers la porosité des résidus;
- La conductivité hydraulique de l'eau et la résistance à la traction des résidus ont une forte dépendance sur le degré de saturation;
- La teneur en eau gravimétrique et la déformation verticale au point d'initiation de la fissure ne sont pas affectées par l'épaisseur de l'échantillon (de l'ordre de 4-16 mm);
- Le temps requis pour la formation de fissures dépend linéairement du volume de l'échantillon;
- Le taux d'évaporation est plus faible dans les tests de succion contrôlée dans des conteneurs fermés que dans des essais sur des plaques ouvertes sous des conditions atmosphériques du laboratoire;
- La distance entre les fissures augmente avec l'épaisseur des échantillons (figure 2.13).



Figure 2-13 : Photographies de dessiccations développées suivant les différents volumes de pâte : (a) sous des conditions de laboratoire et (b) dans des boîtes fermées hermétiquement (Rodriguez et al., 2007).

#### 2.4 Comportement géochimique des résidus en pâte de surface

Une étude au laboratoire du comportement géochimique des DPS à court et à long terme (7 jours contre 20 mois de curage) a été réalisée, par le biais d'un modèle physique (Deschamps et al., 2006); où sept couches de résidus sulfureux ont été déposées sous forme de pâte (2 % de ciments ont été ajoutés); Les résultats des tests de mouillage/séchage ont montré qu'il y a une certaine perte de liant après 20 mois de temps de séchage. La distribution des sulfates dans la pâte a indiqué une oxydation des sulfures. Il s'est précipité une croûte mince au sommet de chaque couche de pâte. Les quantités de calcium et de soufre ont été élevées dans ces croûtes, ce qui pourrait indiquer une présence accrue de minéraux secondaires tels que le gypse.

Dans le but d'améliorer le comportement environnemental des DPS, une étude au laboratoire a été effectuée pour étudier l'effet de l'ajout du ciment sur les propriétés géochimiques des résidus en pâte cimentés de surface (Deschamps et al., 2007). Neuf colounes ont été préparées, selon différentes configurations lors du dépôt : non cimentées, non cimentées avec des couches

cimentées et cimentées. Les proportions de ciment ajouté variaient entre 0 et 1 % (par masse) pour une colonne entière, la quantité maximale de ciment dans une couche de résidus en pâte était de 2 %, tel que c'est montré sur tableau 2.3 (pourcentage et localisation du ciment ajouté dans les 9 couches des différentes configurations du dépôt). Les résultats des analyses géochimiques sur les eaux de lixiviations récupérées à partir des colonnes suite aux cycles de mouillage ont montré que la génération du drainage minier acide s'est produite après environ quinze semaines (figure 2.14). Les meilleurs résultats en termes de qualité de l'eau et du taux de drainage ont été obtenus pour les configurations contenant des couches cimentées à 2 %. Les configurations avec des couches cimentées à 1 % ont montré un comportement environnemental qui était pire que celle de la configuration de référence (non cimentée).

L'ajout du ciment améliore les performances environnementales des DPS. Cependant une mauvaise utilisation du ciment peut engendrer plus de drainage minier acide que le fait de ne pas en ajouter.

Type de configuration	Non cimentée	Cimentée (C)		Non cimentée avec Couches cimentée (L)			Autres configurations		
Nom de la configuration	Ref	C0,5	C1	L0,5	L1	L2	B2	T2	TB2
Couche 1	0	0,5	1	0	0	0	0	2	2
(sommet)									
Couche 2	0	0,5	1	0	0	0	0	2	0
Couche 3	0	0,5	1	0,5	1	2	0	0	0
Couche 4	0	0,5	1	0	0	0	0	0	0
Couche 5	0	0,5	1	0	0	0	0	0	0
Couche 6	0	0,5	1	0,5	1	2	0	0	0
Couche 7	0	0,5	1	0	0	0	0	0	0
Couche 8	0	0,5	1	0	0	0	2	0	0
Couche 9	0	0,5	1	0,5	1	2	2	0	2
(base)									
Moyenne	0	0,5	1	0,16	0,33	0,66	0,44	0,44	0,44

Tableau 2.3 : Pourcentage par masse (%) du ciment ajouté dans les 9 couches des différentes configurations du dépôt (Deschamps et al., 2007).



Figure 2-14 : Courbe d'oxydation-neutralisation pour les différentes configurations de dépôt (a, b, et c). Gros plan sur les premières parties pour des configurations C1, L1, et la référence (d, e) (Deschamps et al., 2007).

# 2.5 Utilisation des liants hydrauliques avec les résidus miniers : cas des remblais en pâte

# 2.5.1 Fabrication et principales caractéristiques des remblais miniers en pâte cimentés (RMPC)

L'ajout du ciment aux résidus miniers améliore leurs propriétés de résistance ce qui peut offrir par la suite une amélioration des conditions de terrain, de l'économie de l'exploitation minière et une réduction de l'impact environnemental.

Actuellement, le remblai en pâte est le plus utilisé au Canada, il est constitué de rejets de concentrateur non ségrégés, mélangés avec des proportions bien définies du liant et de l'eau de mélange, suivant les objectifs rhéologiques et des caractéristiques de résistance désirée. En général, le pourcentage solide du remblai en pâte destiné au remblayage souterrain varie entre 78 % et 85 % selon la granulométrie et la densité spécifique.

Les proportions de ces trois composantes ne sont pas la seule clé pour obtenir un remblai en pâte qui répond parfaitement aux exigences du transport et de l'exploitation minière pour le support des ouvrages souterrains. D'autres facteurs sont impliqués (figure 2.15) et qui sont: la composition chimique du liant et des résidus utilisés, la distribution granulométrique, la densité et le pourcentage des résidus solides, la chimie de l'eau de mélange, et les additifs qui s'y rajoutent afin de mieux contrôler le processus d'hydratation.



Figure 2-15 : Diagramme schématique illustrant les principales composantes du remblai en pâte (Benzaazoua et al., 2002).

#### 2.5.2 Hydratation des ciments au sein des remblais miniers en pâte cimentés

Le ciment est souvent un produit manufacturé (ciments portland) ou un sous-produit doté de potentiel cimentaire. Le ciment Portland est le type de ciment le plus commun d'usage dans plusieurs domaines. C'est une poudre minérale (97 % de clinker et de gypse pour retarder la prise du ciment), dont la propriété est de durcir sous l'eau, d'où son appellation de liant hydraulique.

Le clinker est un produit obtenu par cuisson sous une température d'environ 1450 C°, d'un mélange de calcaire broyé (CaCO<sub>3</sub> = 80 %) et de roche argileuse (silicates d'alumine = 20 %)

Le ciment a la composition chimique suivante : C = CaO (la chaux),  $S = SiO_2$  (la silice),  $A = Al_2O_3$  (l'alumine),  $F = Fe_2O_3$  (la ferrite),  $\underline{S} = SO_3$  (le trioxyde de soufre) et  $H = H_2O$  (L'eau).

Le ciment Portland ordinaire est composé de quatre phases majeures : 40 à 60 % d'alite (silicate tricalcique - C3S), 15 à 30 % de bélite (silicate bicalcique - C2S), 5 à 15 % de célite (aluminate tricalcique - C3A) et 5 à 15 % de ferrite (ferroaluminate tétracalcique - C4AF). Il existe cinq
types de ciment Portland qui se distinguent par des proportions différentes de chacune de ces composantes selon la norme ASTM C150 (type I, type II, type III, type IV et type V).

Une fois le remblai en pâte cimenté est préparé, l'hydratation des phases anhydres du ciment se déclenche : la dissolution de silicate tricalcique C3S (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub> La principale phase anhydre du ciment) conduit à la libération de Ca<sup>2+</sup>, H<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub><sup>2</sup> et des ions OH<sup>-</sup>. C'est la première étape du durcissement nommée (dissolution-hydrataion). Cette étape est dominée par le processus de dissolution. La deuxième étape est (hydratation-précipitation), qui se caractérise par le processus de précipitation et de l'hydratation directe des agents de liaison, ce phénomène peut se produire plus tard, au cours d'une période importante de curage (figure 2.16) (Benzaazoua et al., 2004a).



Figure 2-16 : Illustration schématique de l'importance du temps des réactions de dissolution et de précipitation du liant dans le processus de durcissement du remblai en pâte (Bezaazoua et al., 2004a).

La stabilité des phases cimentaire est contrôlée par le pH (figure 2.17). Dans des conditions alcalines, les principales compositions du ciment sont parfaitement stables. Lorsque le pH baisse, il se produit une dissolution de l'élément qui assure l'effet tampon (la portlandite), conduisant ainsi à un enrichissement en calcium dans le milieu et une augmentation de la microporosité. Une fois la portlandite s'épuise, l'effet tampon est assuré par les autres constituants du ciment, et la libération du calcium continue.



Figure 2-17 : Stabilité des différentes phases cimentaires selon le pH (adapté de Benzaazoua, 1996).

## 2.5.3 Comportement environnemental des remblais miniers souterrains

Les remblais miniers en pâte cimentés à base de rejets sulfureux subissent souvent une altération du remblai. Ce phénomène est matérialisé par une dissolution des phases calciques des hydrates de ciment et l'expression de l'attaque sulfatique (Benzaazoua et al., 1999).

La présence des sulfates dans les remblais miniers en pâte cimentés a un impact négatif sur l'hydratation (attaque sulfatique). Les remblais miniers en pâte cimentés peuvent contenir des sulfates soit par (Benzaazoua et al., 2010) :

• L'oxydation des sulfures suivant l'équation générale :

Sulfures  $+ O^2 + H_2O \rightarrow$  Sulfates + ions métalliques  $+ H^+$ 

- Les sulfates dans l'eau interstitielle (si les résidus sont sulfureux) ;
- La destruction du cyanure en utilisant la méthode SO<sup>2-</sup> air ;
- La teneur initiale en sulfates du liant qui peut se dissoudre pendant les premières étapes de l'hydratation.

Une étude au laboratoire (Benzaazoua et al., 2004a) sur plusieurs mélanges de remblai minier en pâte avec des eaux de mélanges à différentes concentrations en sulfates a mis l'accent sur l'effet de la présence des sulfates sur l'hydratation du ciment et la résistance mécanique des remblais miniers en pâte. Ainsi, les résultats de cette étude, comme le montre la figure (2.18), peuvent être décrit comme suit :



Figure 2-18 : Effet de la concentration en sulfates sur la résistance en compression uniaxiale de remblais en pâte faits de ciment Portland et des résidus sulfurés après 28 jours de cure (d'après Benzaazoua et al., 2004a).

- Jusqu'à des concentrations en sulfates de 8000 ppm, la présence croissante des sulfates solubles conduit à un ralentissement accru de processus de durcissement dû à l'inhibition de l'hydratation du ciment en présence de sulfates.
- Pour des concentrations en sulfates plus élevées que 8000 ppm, les sulfates précipitent et contribuent ainsi à une amélioration de l'UCS à 28 jours de cure. Tandis qu'après 28 jours de curage, l'attaque sulfatique se manifeste par la précipitation des sulfates qui endommagent la microstructure. Les microfracturations ainsi formées deviennent des endroits privilégiés pour la pénétration d'oxygène. Ceci signifie une éventuelle oxydation des sulfures, et donc une surprécipitation des sulfates libérés (figure 2.19).



Figure 2-19 : Schéma illustrant le phénomène d'expansion dû à l'attaque sulfatique au sein du remblai minier en pâte (Benzaazoua et al., 2010).

# 2.5.4 Similarité et différences entre les DPS et les RMPC

Les remblais miniers en pâte cimentés (RMPC) et les dépôts de pâte de surface (DPS) sont deux approches qui ont été proposées pour gérer les rejets miniers, en l'occurrence ceux du concentrateur. Ces deux techniques présentent des similarités et différences qui consistent principalement en leurs critères, leur préparation, leur mode de transport et leur coût en capital et d'opération.

La technique de (RMPC) est une nouvelle méthode de remblai minier souterrain, elle a fait son apparition il y a une vingtaine d'années comme une alternative aux remblais hydrauliques ou rocheux pour le remplissage des chantiers miniers souterrains (ex. : Hassani et Archibald, 1998 ; Benzaazoua et al., 1999 ; Benzaazoua et al., 2000). La préparation de ces remblais consiste tout d'abord à épaissir, puis à filtrer les rejets de concentrateur dont le pourcentage massique d'eau varie typiquement entre 15 et 25 %, à un pourcentage solide d'environ 80-85 %. Le produit de cette opération est un gâteau de filtration auquel on rajoute un pourcentage bien défini de ciment

(variant de 3 à 7 % en poids total sec des résidus) avec une densité de pulpe d'environ 75 % (proportion de solide sur la masse totale). Une fois la pâte de remblai cimenté est préparée, elle est acheminée par gravité ou par pompage à l'aide d'un réseau de pipelines jusqu'aux chantiers souterrains pour remblayer les cavités souterraines, et ce, afin d'augmenter les propriétés mécaniques et assurer un meilleur support du terrain. Les chantiers remblayés peuvent alors servir comme support de terrain et permettre d'optimiser l'extraction du minerai. Ceux-ci représentent les principaux rôles que jouent les RMPC d'où l'apport de plusieurs travaux qui s'intéressaient plus à l'étude des problèmes liés à la résistance mécanique (e.g. Benzaazoua et al., 2004a ; Revell, 2004 ; Fall et al., 2005 ; Belem et al., 2007) et les pressions exercées par le remblai sur les parois des chantiers et sur les barricades (Aubertin et al., 2005 ; Li et al., 2005).

Malgré le retour des rejets miniers sous terre, il y a toujours une grande quantité de ces rejets qui reste en surface. Ce qui mener certaines entreprises minières utiliser le processus d'épaississement et de filtration des résidus pour entreposer les résidus en surface sous forme de pâte dans des aires d'entreposage par le biais de tours de déversement. Cette technique consiste à créer un dépôt homogène et autoportant de résidus en pâte permettant le recyclage d'une grande partie de l'eau contenue dans le résidu en eau de procédé.

Dans le cas des DPS, le critère mécanique a moins d'importance par rapport au RMPC, ce qui rend l'utilisation du ciment facultative, et par la suite minimiser les coûts d'opération.

La figure 1.6 montre un exemple de schéma de procédé d'épaississement et de filtration d'une mine qui utilise la technique des RMPC pour le remblayage souterrain, et des DPS pour l'entreposage en surface (Deschamps 2009). Les résidus sont épaissis et filtrés. Ils sont envoyés par la suite à deux mélangeurs différents: un mélangeur où l'on ajoute de l'eau et du liant pour finaliser la préparation des RMPC, ou un autre mélangeur ou l'on ajoute juste de l'eau pour former les DPS.

# 2.6 Leçons tirées des applications actuelles de dépôts de résidus épaissis en surface

La technique de DPS a été déjà utilisée avec succès ou en projet dans plusieurs exploitations minières, mais on ne connaît pas encore son impact environnemental réel à long terme.

L'étude du comportement environnemental des DPS et la possibilité d'améliorer leurs propriétés environnementales avec ajout de faibles quantités de ciment ont été l'objectif des travaux au laboratoire de Deschamps et al., (2006, 2007, 2008 2011) et Deschamps, (2009) et le présent travail s'inscrit dans cette continuité. Les travaux cités en haut, ont montré des résultats favorisant la technique des DPS, et particulièrement en ajoutant de faibles quantités de ciment aux rejets, ce qui peut aider à limiter la formation de DMA. Cependant une mauvaise utilisation du ciment peut engendrer plus de drainage minier acide que le fait de ne pas en ajouter. Durant cette étude, il a été observé que le pH du lixiviat reste stable pendant la durée de l'étude, malgré l'expression de l'oxydation en surface. La teneur en eau résiduelle dans les couches cimentées à la fin de chaque période de séchage est de plus en plus faible au cours des cycles de mouillage. Tandis que pour les couches non cimentées elle ne change pas de manière significative durant les rinçages. En effet, les fractures se cicatrisent après chaque rinçage et se rouvrent au même emplacement, mais le facteur d'intensité des fissurations « FIF » diminue fortement au cours des six premiers rinçages.

À l'échelle du terrain, une étude du comportement géochimique des DPS, cimentés ou non cimentés, sous des conditions atmosphériques réelles (Abitibiennes), a donné des résultats prometteurs concernant l'utilisation des DPS comme technique de gestion de résidus miniers de surface, surtout en ajoutant de faibles quantités de liant (Yilmaz 2010). Ce travail a été réalisé en construisant deux cellules expérimentales qui ont été conçues sur le site de manière à ce que les remblais miniers soient exposés aux conditions naturelles de terrain. La première cellule est à pâte non cimentée (cellule témoin), et la seconde est à pâte localement cimentée (2 % du ciment Portland ordinaire a été ajouté à la première couche seulement). Il a été observé une diminution de la teneur en eau volumique, au niveau de la cellule où du ciment a été ajouté aux deux premières couches de résidus (figure 2.20). Cette diminution a été le résultat de la consolidation gravitaire et l'enlèvement de l'excès d'eau à partir des résidus. La consommation d'oxygène a été notée faible pour les deux cellules, cimentée et non cimentée, ceci est dû à l'épaisseur des couches (épaisseur de 10 cm pour chaque couche) et au degré de saturation relativement élevé (supérieur à 85 %) des résidus en pâte ce qui empêche la diffusion d'oxygène. En ce qui concerne la dessiccation, elle s'est exprimée plus au niveau de la cellule cimentée que la cellule non cimentée. Ces fissures apparaissent autant que le dépôt des couches soit effectué. Ceci pourrait être expliqué par la réouverture des fractures déjà existantes en plus de l'effet d'évaporation et du tassement. Toutefois, le temps entre le dépôt de deux couches peut être derrière ce phénomène de dessiccation, dans cette étude, les 5 premières couches ont été placées dans un intervalle de temps de 13 % tandis que les 5 dernières couches ont été placées dans un intervalle de temps de 87 %. Ce qui confirme que les chances d'avoir plus de fissures sont importantes si le temps entre le dépôt de deux couches est considérable. Du point de vue géochimie, l'observation du diagramme de pH-Eh suggère une oxydation et un milieu alcalin favorisant la précipitation des hydroxydes de fer Fe(OH)<sub>3</sub> (figure 2.21). Au cours d'une période d'observation de 6 mois, aucun changement de couleur n'a été constaté au niveau des eaux recueillies, ce qui reflète un décalage important qui se produit avant la génération de l'eau acide.



Figure 2-20 : Variation de la teneur en eau volumique en fonction du temps des résidus en pâte dans la cellule cimentée (a) et la cellule non cimentée (b) (Yilmaz 2010).



Figure 2-21 : diagramme Eh-pH des lixiviats collectés, y compris l'échantillon témoin (Yilmaz 2010).

# 2.7. Besoins en recherche

La technique du dépôt de pâte en surface a apparu durant les dernières années, pourtant elle est souvent décrite dans la littérature comme une méthode prometteuse (Landriault et al., 2005 ; Verburg, 2002 ; Cadden et al., 2003). Cependant, son comportement hydrogéologique et géochimique reste non clair, surtout à long terme, pour une bonne utilisation de la technique des DPS. D'où la nécessité d'étudier en détail les points suivants :

- Ajout de ciment : étudier l'effet d'ajouter de faibles quantités de ciments sur le comportement hydrogéologique et géochimique des DPS ;
- Présence des sulfates : étudier l'effet de la présence des sulfates dans les DPS sur le développement du phénomène d'attaque sulfatique responsable de détruire les propriétés

mécaniques des RMPC, et voir s'il peut avoir un impact sur les propriétés hydrogéologique et géochimique des DPS ;

- Développement de la fracturation et des différentes discontinuités (à l'instar des interfaces entre les couches) et leur rôle sur l'infiltration d'eau et la diffusion d'oxygène ;
- Précipitation de croûte de sel sur la surface du dépôt, et son lien avec l'évaporation et la dessiccation des DPS ;
- L'évolution de la microstructure de la pâte.

Les travaux de doctorat de Deschamps (2009) par le biais d'un modèle physique et des colonnes au laboratoire, ont été effectués pour répondre à ces points. Mais, il est toujours important pour une bonne compréhension du comportement environnemental des DPS de suivre ce comportement à long terme, à fin de confirmer les résultats déjà obtenus et mettre l'accent sur de nouveaux phénomènes qui pourront apparaître par la suite.

# CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Les sections qui suivent décrivent les principales caractéristiques des résidus miniers et du ciment utilisés dans ce travail. On trouve également la présentation des essais en modèles physiques (en colonnes et en boîte de taille intermédiaire). Par la suite une description des méthodes qui ont été utilisées pour caractériser les matériaux solides (avant les essais en modèles physiques et après le démantèlement de la boîte de taille intermédiaire) et les eaux de lixiviation (réalisées suite à chaque cycle de mouillage).

#### 3.1 Description des méthodes de caractérisation des résidus étudiés

Dans la présente section, on décrit brièvement les différentes méthodes utilisées dans le cadre de cette étude, afin de caractériser les matériaux solides et les eaux de lixiviation. La figure 3.1 résume les essais réalisés après la mise en place des résidus en pâte à l'intérieur des modèles physiques (durant les cycles de mouillage/séchage). On présente aussi les méthodes utilisées durant et après le démantèlement des modèles physiques.

Durant les cycles de mouillage/séchage, le volume d'eau drainée à partir des modèles physiques a été évalué aussi bien dans les deux colonnes que dans la boîte de taille intermédiaire. Sur les volumes d'eau récupérés les mesures de pH, du Eh, de la conductivité ont été analysées de même que les concentrations des éléments chimiques en solution, par analyse chimique au plasma couplé inductif (ICP-AES). La teneur en eau au niveau de chaque couche est également mesurée par le biais des sondes RTD (réflectométrie dans le domaine du temps) installées au milieu de ces couches et préalablement calibrées (Deschamps, 2009). À la fin de chaque cycle du séchage, et juste avant le cycle suivant de mouillage, des photos de la surface de la pâte ont été prises, et ce, pour suivre l'évolution des fissures de dessiccation au sommet de la dernière couche déposée dans le modèle.

À la fin des tests de mouillage/séchage, le démantèlement du modèle physique est réalisé. Des photos illustrant les principales observations macroscopiques seront prises durant l'opération du démantèlement et des analyses ont été effectuées par la suite sur des échantillons solides prélevés à des endroits présélectionnés du tas dans le modèle physique. Il s'agit d'analyses chimiques multiéléments par ICP-AES pour réaliser des profils chimiques en profondeurs, des analyses minéralogiques par combinaison de la diffraction des rayons X (DRX) et le microscope

électronique à balayage (MEB) couplé à une microanalyse en spectroscopie de dispersion des énergies (EDS), des analyses microstructurales par porosimétrie à intrusion de mercure (PIM) et analyses du potentiel de neutralisation (PN).



Figure 3-1 : Représentation schématique des différentes analyses utilisées durant le travail (Échelles non respectées).

# 3.1.1 Méthodes de caractérisation des échantillons de résidus miniers

Dans cette partie, on présente les principales techniques utilisées pour l'analyse des échantillons solides.

## 3.1.1.1 Mesure de propriétés physiques des résidus

Cette section comprend la description de l'analyse granulométrique, des techniques de mesure de la surface spécifique, de la densité relative et de la teneur en eau ainsi que l'analyse microstructurale.

# 3.1.1.1.1 Distribution granulométrique

La distribution granulométrique a une influence directe sur les propriétés hydriques des résidus. Une distribution granulométrique révélant beaucoup de particules fines implique un pouvoir de rétention d'eau plus élevé du matériel qui les renferme et donc une réactivité moins importante des sulfures que contient le résidu.

Durant la présente étude, l'analyse granulométrique de résidus miniers a été déterminée à l'aide du granulomètre au laser Mastersizer S de Malvern Instruments. Cet appareil mesure la déviation d'un faisceau laser lorsqu'il passe au travers d'une suspension aqueuse du matériau à analyser. La déviation du laser dépend de la géométrie du grain avec lequel il a incidence. Une courbe de la distribution granulométrique des diamètres de 0,01 à 1000 µm est alors obtenue en peu de temps et en se servant d'une très faible quantité d'échantillons. Pour les rejets de concentrateur, les différents travaux des laboratoires de l'École Polytechnique et de l'UQAT ont démontré une bonne concordance entre les résultats obtenus par granulométrie au laser et par tamisage/sédimentométrie.

## 3.1.1.1.2 Surface spécifique

La surface spécifique d'un résidu est fortement liée à sa distribution granulométrique. Plus la surface spécifique du matériel étudié est élevée plus il contient de particules fines.

La surface spécifique d'un échantillon désigne la dimension totale de sa surface rapportée à sa masse, elle informe sur les taux de réaction des minéraux qu'il contient. L'échantillon à analyser est pesé puis séché sous vide à 50°C pendant 24 heures (avec un appareil de type Micromeritics VacPrep 061). L'analyse de la surface spécifique de l'échantillon est ensuite réalisée à l'aide d'un analyseur Micromeritics Gimini III 2375. Un tube contenant une masse connue d'échantillon sec et un tube de référence vide sont refroidis dans l'azote liquide. Une pression de gaz (azote) est appliquée sur les deux tubes, la surface des grains de l'échantillon absorbe une certaine quantité du gaz envoyé dans le tube ce qui provoque une chute de pression dans le tube. Cette chute sera

proportionnelle à la surface spécifique de l'échantillon. La chute de pression est compensée par un ajout de gaz mesuré. Il est alors possible de calculer la surface spécifique en utilisant la méthode B.E.T. (Brunauer, Emett et Teller) qui prend en compte les adsorptions multicouches (Aligizaki, 2006).

# 3.1.1.1.3 Densité relative des grains

La valeur de la densité relative des grains est conditionnée par celle de la teneur en sulfure d'un résidu donné. Plus la densité relative des grains de résidu est élevée plus sa teneur en sulfure est élevée. Ce qui signifie que le résidu est plus apte à se compacter et donc le pourcentage du ciment qu'on a à rajouter au résidu est plus faible.

La mesure de la densité relative des grains des échantillons dans la présente étude est réalisée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Micromeritics Accupyc 1330. Ainsi, une masse connue d'un échantillon séché et broyé est introduite dans une chambre d'analyse de volume connu. La chambre est ensuite pressurisée par ajout d'hélium. L'appareil permet ensuite à l'hélium de traverser dans une chambre d'expansion et mesure la pression d'équilibre. Il est possible de déduire le volume de l'échantillon analysé et, en connaissant sa masse, sa densité relative des grains. Pour les résidus miniers, il est indispensable de connaître la densité relative de leurs grains pour calculer les recettes des remblais.

# 3.1.1.1.4 État de saturation du matériel utilisé

Comme déjà mentionnées, dix sondes RTD ont été installées à différentes hauteurs (voir la figure 3.10-b) pour mesurer la teneur en eau volumétrique pendant les tests de mouillage et séchage. Dans la couche 10, en plus une sonde ECH<sub>2</sub>O EC-5 a été installée dans le but de comparer les mesures obtenues par les deux types de sonde (RTD et ECH<sub>2</sub>O EC-5).

La réflectométrie dans le domaine du temps (RTD), ou Time Domain Reflectometry (TDR) -voir figure 3.2-b, a été utilisée pour la mesure de la teneur en eau volumique dans les matériaux poreux (des dépôts de résidus en surface dans cette étude). Les sondes RTD utilisées dans le cadre ce travail sont désignées pour obtenir des mesures précises même si le matériel où elles sont introduites est agressif. La technique se base sur l'envoi d'une impulsion électromagnétique dans un guide d'onde (sonde RTD insérée dans le sol) constitué d'aux moins de deux électrodes d'une longueur connue (les sondes utilisées dans cette étude sont composées de trois électrodes

de 20 cm -voir figure 3.2-a et elles sont fabriquées par « *soil moisture* »). L'analyse du temps de parcours de cette impulsion permet d'estimer la constante diélectrique du sol (e\*). Cette dernière dépend principalement de la quantité d'eau présente dans le sol. Toutefois, il se peut que le sol contienne des matériaux possédant une forte constante diélectrique ou une eau de porosité fortement chargée en ions (comme la présence de sulfates), d'où le risque d'avoir des mesures biaisées. Une calibration de l'appareil est donc nécessaire. La courbe de calibration pour les sols à minéraux a été développée par Topp et al. (1980) :

$$\theta_{y} = -5.30 x 10^{-2} + 2.92 x 10^{-2} e^{*} - 5.5 x 10^{-4} e^{*2} + 4.3 x 10^{-6} e^{*3}$$

Les sondes ont été ainsi calibrées avec le résidu utilisé dans cette étude, et ce, préalablement au démarrage de l'essai en modèle physique (boîte intermédiaire). La teneur en eau mesurée a été effectuée au niveau de la couche supérieure (couche 9) durant l'expérience pour évaluer la précision durant la période du test. Les résultats ainsi obtenus confirment la précision des mesures des sondes RTD (Deschamps 2009). Ceci s'explique par la relative stabilité de la composition élémentaire de l'eau de lixiviats durant toute l'expérience. Aussi, la saturation en eau des couches cimentées et non cimentées correspond bien à la porosité mesurée par la porosimétrie à intrusion de mercure (Deschamps 2009).

Le Décagone ECH<sub>2</sub>O EC-5 (figure 3.3-b et c) et la sonde ECH<sub>2</sub>O EC-5 (figure 3.3-a) permettent de suivre la teneur en eau volumique dans le matériel étudié. La sonde ECH<sub>2</sub>O EC-5 est constituée de deux électrodes de 5 cm de longueur et mesure ainsi la constante diélectrique du milieu à l'aide de capacité/technologie dans le domaine fréquentiel. Elle a été placée horizontalement à mi-hauteur de la couche 10 uniquement. Et ce, afin d'obtenir les teneurs en eau volumique au niveau de cette couche, en plus et comme il a été déjà mentionné, de comparer les mesures prises avec la sonde RTD placée au niveau de la même couche et la sonde ECH2O EC-5.



Figure 3-2: Photographies (a) des sondes RTD « *enduit e*» et (b) du boîtier « *Trase* » d'acquisition de données pour la RTD.



Figure 3-3 : Photographies (a) de la sonde ECH2O EC-5, (b) et (c) Le Décagone ECH2O EC-5.

Juste avant le dépôt de la 10<sup>e</sup> couche (cimentée), nne calibration a été faite pour la 10<sup>e</sup> sonde RTD et la sonde ECH2O EC-5. Des mesures ont été effectuées dans le résidu utilisé pour cette étude pour divers teneurs en eau. Après chaque mesure, des prélèvements de volume connus ont été effectués (en triplicatas). L'échantillon ainsi récolté est pesé, mis à l'étuve puis repesé 48h plus tard. À l'aide des relations poids-volumes, on peut alors calculer la teneur en eau volumique de l'échantillon. La figure 3.4 montre la courbe de calibration des 2 sondes au niveau de la couche 10 cimentée juste avant son dépôt à l'intérieur du modèle physique. Les résultats de la sonde RTD concordent bien avec ceux mesurés par prélèvements volumiques et pesées. Alors que les résultats de la sonde ECH20 EC-5 sont légèrement surévalués. Cependant, les résultats de la sonde RTD montrent une évolution parfaitement linéaire.



Figure 3-4 : Représentation graphique de la teneur en eau mesurée par les sondes ECH20 EC-5 et RTD en fonction de la teneur en eau mesurée par prélèvements volumiques et pesées avant l'ajout de la 10<sup>e</sup> couche cimentée.

Toutefois, à la fin de l'essai en modèle physique, et après le démantèlement du modèle physique, il est important d'apporter une calibration postessai afin de s'assurer de la fiabilité des mesures obtenues par les sondes RTD jusqu'à la fin de l'essai.

La figure 3.5 présente la courbe de calibration des 2 sondes au niveau de la couche 10 cimentée après le démantèlement du modèle physique (après avoir complété 7 cycles et demi pour la couche 10). Les résultats de la sonde RTD sont sous-évalués que ceux mesurés par prélèvements volumiques et pesées. Alors que les résultats de la sonde ECH20 EC-5 sont légèrement surévalués.



Figure 3-5 : Représentation graphique de la teneur en eau mesurée par les sondes ECH20 EC-5 et RTD en fonction de la teneur en eau mesurée par prélèvements volumiques et pesées après le démantèlement du modèle physique.

L'évolution du matériel étudié influence la précision des mesures obtenues par les 2 sondes. Il est donc important d'effectuer une correction des valeurs obtenues par les sondes à la fin de l'essai.

Dans le tableau 3.1 on présente les mesures obtenues par les sondes RTD installées au niveau des 10 couches de résidus juste avant le démantèlement du modèle physique, les résultats de calibration des sondes RTD après le démantèlement du modèle physique suite aux prélèvements volumiques et pesées. Ainsi que les différences entre les deux types de mesures relatives à chaque couche de résidus, c'est-à-dire les valeurs de corrections à apporter pour les mesures obtenues par chaque sonde RTD.

Les valeurs obtenues par les sondes RTD sont légèrement sous-évaluées que celles obtenues suite aux prélèvements volumiques et pesées, ceci pourrait être référé à l'évolution du matériel durant la période de l'essai en modèle physique.

(n°) couche	Teneur en eau volumique	Teneur en eau	Différence entre la
	mesurée avec sonde RTD	volumique calculée	valeur mesurée et
	(%)	(%)	celle calculée (%)
10 (sommet)	36,70	39,29	2,59
9	39,00	40,43	2,50
8	39,30	40,71	1,41
7	37,80	38,61	0,81
6	39,30	41,85	2,55
5	35,60	37,96	2,36
4	34,00	35,08	1,08
3	32,70	33,37	0,67
2	31,70	33,19	1,49
1 (base)	30,30	31,30	1,00

Tableau 3.1 : Différence entre les valeurs mesurées avec les sondes RTD juste avant le démantèlement du modèle physique et celles calculées suite au prélèvement volumique et pesées après le démantèlement du modèle physique.

## 3.1.1.1.5 Porosimétrie à intrusion de Mercure (PIM)

La porosimétrie à intrusion de mercure (PIM) est une technique permettant de déterminer de manière quantitative la structure poreuse des solides. Cette méthode délivre des informations fiables en ce qui concerne la distribution relative de la taille des pores, du volume et la distribution de la taille des particules. Cette technique a une bonne répétabilité et donne des résultats utiles lorsqu'elles sont utilisées à des fins de comparaison (Diamond, 2000 ; Chatterji, 2001 ; Diamond, 2001a ; Diamond, 2001b).

Le PIM est considéré comme un outil efficace pour détecter le remplissage des pores causés par cémentation en remblai en pâte cimenté (RPC) (Benzaazoua, 1996 ; Belem et al., 2001 ; Ouellet et al., 2004).

Le principe de cette technique est basé sur la mesure de la quantité de mercure qui peut être insérée dans les pores d'un solide à différentes pressions (intrusion de mercure). L'accumulation

de pression est essentielle à l'analyse, elle est fonction du temps nécessaire pour atteindre un équilibre lors du remplissage des pores. Ce dernier varie en fonction du diamètre des pores, de la forme et de la complexité du réseau de pores.

Dans la présente étude, nous avons utilisé le porosimètre à intrusion de mercure (PIM) de type (Autopore III 9420 de chez Micromeritics). La pression ainsi appliquée augmente graduellement de 0 à 414 MPa (60.000 psi) permettant au mercure de s'introduire dans le réseau de pores de l'échantillon et de mesurer le diamètre des pores de l'ordre de 0,003  $\mu$ m. Pour réussir la mesure, l'échantillon est séché à l'étuve et sa masse sèche est comprise entre 3,1 à 4,3g et (D x H = 12 x 24 mm). L'échantillon est ainsi placé dans un pénétromètre, ce dernier est scellé et introduit dans le porosimètre.

La mesure effectuée par le PIM est fondée sur la loi capillaire régissant sur la pénétration de liquide dans les petits pores (Washburn, 1921). Dans le cas du mercure, plus la pression augmente, plus le mercure s'introduit dans les pores de l'échantillon. La taille des pores est calculée comme suit :

$$D = -(1/P) 4\gamma \cos \varphi$$

Avec D est le diamètre des pores où le mercure s'introduit ( $\mu$ m),  $\gamma$  est la tension de surface du mercure (N/m), *P* est la pression d'injection du mercure (N/m<sup>2</sup>) et  $\varphi$  est l'angle de contact entre le mercure et la surface de l'échantillon (°).

La représentation de la distribution de la taille des pores est donnée ainsi par la courbe du volume des pores en fonction de la taille des pores. Cette présentation est influencée par la microstructure de l'échantillon, la taille de l'échantillon, le taux d'augmentation de la pression, l'altération de la structure des pores, la tension superficielle du mercure, et l'angle de contact de mercure (Galle, 2001 ; Kumar et Bhattacharjee, 2003a).

L'Union internationale de la classification chimique pure et appliquée de (IUPAC, 1972), a défini trois catégories de taille des pores des matériaux à base de ciment :

- (i) Micropores  $< 0,002 \ \mu m$ ;
- (ii)  $0,002 \ \mu m < M \acute{e}sopores < 0,05 \ \mu m$ ;
- (iii) Macropores  $> 0.05 \mu m$ .

D'autres paramètres peuvent être utilisés pour caractériser la courbe obtenue par PIM. Il s'agit du « *diamètre seuil* » (threshold diameter) (voir figure 3.6-b). Ce diamètre représente le plus grand diamètre des pores auquel on constate une intrusion de mercure significative (Aligizaki, 2006). Et du « *diamètre de pore critique* » (critical pore diameter) (voir figure 3.6**Erreur ! Source du envoi introuvable.**-a et c) qui correspond au point de plus grande pente sur la courbe de porosité cumulative et au pic sur la courbe de porosité différentielle (Aligizaki, 2006).

Dans cette étude, seul le diamètre de seuil sera utilisé pour caractériser la distribution de taille des pores MIP.



Figure 3-6 : Schéma montrant : (a) le diamètre critique  $d_{cr}$  (le diamètre de pore le plus fréquent) ; et (b) le diamètre seuil  $d_{th}$  (le diamètre de pores connectés le plus petit) (Aligizaki, 2006). (c) exemple de courbe PIM d'intrusion incrémentale pour un échantillon de pâte.

# **3.1.1.2** Analyses chimiques multiéléments par ICP-AES

Avant de procéder à une analyse de la composition élémentaire d'un échantillon solide, il est important d'effectuer une mise en solution du solide, cette opération consiste à faire une digestion suite à l'ajout d'acide nitrique concentré (HNO3), de brome liquide (Br2), d'acide fluorhydrique concentré (HF) et finalement d'acide chlorhydrique (HCl). La digestion est réalisée en chauffant la solution sur une plaque (Potts, 1987). Ensuite, les réactifs sont évaporés et les sels résultants sont remis en solution à l'aide de 10 % HCl. La solution est ensuite analysée avec l'ICP-AES.

La solution résultante est analysée par ICP-AES pour 22 éléments chimiques, soient : aluminium (Al), arsenic (As), baryum (Ba), béryllium (Be), bismuth (Bi), calcium (Ca), cadmium (Cd), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), magnésium (Mg), manganèse (Mn), sodium (Na), nickel (Ni), plomb (Pb), soufre (S), antimoine (Sb), sélénium (Se), étain (Sn), titane (Ti) et zinc (Zn). Durant l'analyse par ICP-AES, l'arsenic (As), le béryllium (Be) et le sélénium (Se) se volatilisent en partie.

La teneur en soufre sulfate et en soufre sulfure est calculée suite à une dissolution à l'acide chlorhydrique du solide (méthode adaptée de Sobek et al., 1978). L'acide chlorhydrique augmente la solubilité des sulfates sans s'attaquer aux sulfures. On procède après à une analyse du lixiviat à l'ICP-AES pour la teneur en soufre, celle-ci correspond à la teneur en soufre sulfates dans le solide. La teneur en soufre sulfure est déduite par la suite en soustrayant la portion soufre sulfate de l'analyse élémentaire de soufre total. L'expérience du laboratoire montre que l'erreur relative des teneurs en soufre sulfates est de l'ordre d'environ 6 %.

## 3.1.1.3 Analyses minéralogiques

#### 3.1.1.3.1 Diffraction des rayons X

La méthode d'analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) est basée sur le principe que chaque minéral possède un ou plusieurs plans cristallographiques caractéristiques qui provoquent une diffraction des rayons X. Le diffractomètre est un appareil qui permet de varier l'angle d'incidence d'un bombardement de rayons X et d'enregistrer l'intensité du rayonnement qui a été diffracté dans un spectre appelé diffractogramme. Pour un minéral, on observe un ou plusieurs pics de diffraction caractéristique(s) sur le diffractogramme. L'emplacement des pics informe l'identité du minéral, et l'intensité du pic (la hauteur) est proportionnelle à sa concentration dans le matériau (Klein et Hurlburt, 1985 ; Guinebretière, 2002). Il est donc possible d'identifier les différentes phases minérales présentes dans l'échantillon et de les quantifier en utilisant la méthode de Rietveld (Rietveld, 1993) (qui permet d'atteindre une précision de l'ordre 0,5 % p/p). Pour cette étude, nous avons utilisé un appareil de type Bruker A.X.S. Advance D8 équipé d'une anticathode de cuivre, balayant sur un angle de diffraction (20) de la plage de 5 ° à 60 °. Les paramètres de numérisation étaient de 0,005 ° 20 pour la taille d'étape et le temps de comptage était de 1 seconde par étape. Le logiciel EVA DiffracPlus (v.9.0 rel. 2003) a été utilisé pour identifier les espèces minérales et le logiciel TOPAS (v 2.1) qui utilise l'approche Rietveld, a permis la quantification de ces mêmes minéraux. La précision absolue de l'analyse est de 0,5 à 1% massique. Une incertitude existe aussi par rapport à l'identification des minéraux. (Bouzahzah et al., 2008 ; Raudsepp et Pani, 2003).

#### 3.1.1.3.2 MEB-EDS

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle est fondée principalement sur la détection des rayonnements (des électrons rétrodiffusés, des électrons secondaires, des électrons Auger et des rayons X. Ammou, 1989; Skoog et Leary, 1992). Ces rayonnements émergent de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée et permet d'obtenir des images en haute résolution avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ.

Les signaux les plus utiles pour les analyses au MEB sont les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires qui permettent d'obtenir une image de la surface à analyser. Avec les premiers, l'image obtenue à partir des électrons rétrodiffusés est principalement sensible à la composition chimique de la cible, Plus l'échantillon est riche en éléments à nombre atomique élevé, plus le pourcentage d'électrons rétrodiffusés est élevé. Ainsi, les zones constituées d'atomes de faibles numéros atomiques apparaîtrons en sombre, et les zones constituées d'atomes de forts numéros atomiques en claires. Alors que les électrons secondaires permettent d'obtenir des informations sur la topographie de l'échantillon (Skoog et Leary, 1992).

Le microscope électronique à balayage utilisé au cours des présents travaux est le modèle MEB Hitachi S-3500N équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (Silicon Drift Detector X-Max 20 mm<sup>2</sup>, Oxford) fonctionnant sous le logiciel INCA (450 Energy). Les conditions opératoires étaient 20 keV, ~ 100  $\mu$ A et 15 mm de distance de travail.

# 3.1.1.4 Potentiel de génération d'acide

Le potentiel de génération d'acide d'un matériau peut être déterminé à l'aide d'essais statiques par le biais d'un bilan acide-base (ex. Sobek et al., 1978), pour les essais de pH de pâte et le bilan

acide-base standard ; Lawrence (1990), pour le bilan acide-base modifié). On mesure ainsi, son potentiel d'acidification (PA) et son potentiel de neutralisation (PN).

Le potentiel d'acidification (PA) est la capacité d'un résidu minier à générer de l'acide, il est calculé à partir des données de teneur en soufre sulfure et suppose que la pyrite est majoritaire comme sulfure (Lawrence 1990):

$$PA = 31,25 \times S_{sulfure}$$

Où :

PA : potentiel d'acidification (kg CaCO3/t)

31,25 : facteur de conversion stœchiométrique et d'unités

 $\frac{1000 \; (\text{kg}) \; . \; M_{CaCO3} \; \; (\text{g/mol})}{t \; . \; 100\% \; . \; M_{S} \; \; (\text{g/mol})}$ 

 $S_{total}$ : teneur totale en soufre (% p/p)

 $S_{sulfate}$ : teneur en soufre sulfate ( % p/p)

 $S_{sulfure}$ : teneur en soufre sulfure ( $S_{sulfure} = S_{total} - S_{sulfate}$  en % p/p)

La teneur en soufre est obtenue par ICP-AES après une dissolution totale du solide et la teneur en soufre sulfate, après dissolution partielle (solution à 40 % d'HCl). La teneur en soufre sous forme sulfure est obtenue à partir de ces deux mesures.

Le potentiel de neutralisation (PN) est la capacité d'un matériau à neutraliser l'acide. Il est évalué à l'aide de la méthode ABA de Sobek et al. (1978) modifié par Lawrence et Wang, (1997). Un test de réactivité de l'échantillon avec de l'acide chloridrique (HCl) 25 % v/v est d'abord effectué. Ensuite, un volume d'acide chloridrique (HCl) déterminé avec le test précédent est mis en contact avec l'échantillon pour une durée de 24h. De l'acide est ajouté aux temps 0h, 2h et 22h au besoin. Un pH entre 2 et 2,5 est maintenu afin de consommer tous les minéraux neutralisants du matériau étudié. Une titration est par la suite effectuée avec de l'hydroxyde de sodium jusqu'à un pH de 8.3 pour déterminer la quantité d'acidité excédentaire. Avec les résultats de cet essai, le potentiel de neutralisation est calculé à l'aide de la formule suivante :

 $PN = [(NHCl-VHCl) - (NNaOH-VNaOH)] \cdot 50/M$ 

où NHCl et NNaOH sont les normalités des solutions de HCl et de NaOH ; VHCl et VNaOH sont les volumes de solutions de HCl et de NaOH utilisés et M est la masse de l'échantillon soumise au test.

Une fois le PA et le PN sont déterminés, la valeur du potentiel net de neutralisation (PNN) est simplement évaluée à partir de la relation suivante (Miller et al., 1991) :

$$PNN = PN - PA$$

Le PNN permet de qualifier la capacité d'un échantillon à générer de l'acidité. Miller et al. (1991) ont proposé des intervalles de PNN permettent de classifier la nature d'un matériau donné (tableau 3.2.).

Nature de l'échantillon	Valeurs limites du PNN (kg
	CaCO <sub>3</sub> /t)
Générateur d'acide	$PNN \le -20$
Incertain	-20 < PNN < 20
Non générateur d'acide	PNN > 20

Tableau 3.2 : Critères d'interprétation du PNN (Miller et al., 1991).

L'autre méthode servant à évaluer le potentiel de génération d'acidité est le rapport PN/PA (Adam et al., 1997) (tableau 3.3) :

Tableau 3.3 : Critères d'interprétation du rapport PN/PA (Adam et al.,, 1997).

Nature de l'échantillon	Valeurs limites du PN/PA
Générateur d'acide	$PN/PA \le 1$
Incertain	$1 \leq PN/PA \leq 3$
Non générateur d'acide	PN/PA > 3

Les matériaux dont le PA est inférieur à 3,1 kg CaCO3/t peuvent aussi être considérés comme non générateurs d'acidité, car ceux-ci ont statistiquement un risque très faible de générer de l'acidité (Li, 2000).

## 3.1.2 Méthodes d'analyses de la qualité des eaux de lixiviation

Après chaque cycle de mouillage, des analyses électrochimiques et des analyses élémentaires par ICP sur les eaux de lixiviation récupérées à partir du modèle physique et des colonnes sont effectuées. Si ces analyses ne sont pas possibles dans un délai de 24h, les échantillons sont conservés au réfrigérateur jusqu'à leur analyse dans les deux semaines qui suivent.

# 3.1.2.1 Analyses du pH, du Eh et de la conductivité

Une fois les eaux de lixiviation recueillies en bas du modèle physique, on y prend des aliquotes; ceux-ci sont analysés dans les plus brefs délais possibles après la collecte, ensuite on procède aux analyses suivantes :

#### pH :

L'analyse du pH des différents lixiviats a été réalisée en premier lieu à l'aide d'une électrode à pH combinée Orion Triode<sup>TM</sup> avec compensation automatique de la température couplée à un Orion model  $230A^+$ . Au bout du 20e cycle la mesure du pH a été effectuée en utilisant une électrode à pH symphony SB90M5. L'électrode à pH a été calibrée avant chaque mesure par rapport à des solutions tampons commerciales (pH 4, 7 et 10).

#### Potentiel d'oxydoréduction (Eh) :

Le potentiel d'oxydoréduction d'une solution dépend des différents couples redox (majoritairement  $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ ) présents et de leur concentration. Généralement, plus cette valeur est grande, plus le milieu étudié est oxydant et plus la valence des métaux sera grande positivement. Dans la présente étude, la mesure du potentiel d'oxydoréduction de l'échantillon est effectuée à l'aide d'une électrode combinée Pt/Ag/AgCl couplée au Benchtop pH/ISE Meter Orion model 920A. Les analyses du Eh sont précises à  $\pm$  0,2 mV. La valeur lue sur l'appareil est ensuite corrigée par rapport à l'électrode normale à l'hydrogène (ENH), qui est la référence universelle, par l'addition de 204 mV à la valeur obtenue (Skoog et al., 1997). L'électrode servie pour prendre les mesures de Eh est vérifiée par une solution «ORP Standard print 420 Mv» avant chaque mesure.

#### Conductivité électrique de l'eau :

La capacité d'une solution aqueuse à conduire le courant est directement reliée à la concentration des différentes espèces ioniques en solution. La mesure de la conductivité donne donc une estimation de la charge en ions des eaux de lixiviations (méthode APHA 2510, 1995). Le conductimètre utilisé dans le cadre de cette étude est de type OAKION ACORN series con 6. Une différence de potentiel est appliquée entre deux électrodes espacées de 1 cm et l'appareil mesure la conductivité électrique du milieu. Le résultat est donné en µMhos/cm et l'effet de la température est automatiquement compensé par l'appareil.

## 3.1.2.2 Analyses multiéléments par ICP-AES

Les échantillons destinés à l'analyse par spectrométrie d'émission atomique au plasma couplé inductif (ICP-AES) sont filtrés par des filtres à seringue de maille 0,47 µm. Ensuite, ils sont acidifiés à l'aide d'une solution de 2 % d'acide nitrique dans les plus brefs délais possibles après l'échantillonnage, et analysés pour les 22 éléments chimiques suivants : aluminium (Al), arsenic (As), baryum (Ba), béryllium (Be), bismuth (Bi), calcium (Ca), cadmium (Cd), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), magnésium (Mg), manganèse (Mn), sodium (Na), nickel (Ni), plomb (Pb), soufre (S), antimoine (Sb), sélénium (Se), silice (Si), titane (Ti) et zinc (Zn). Durant l'analyse par ICP-AES, l'arsenic (As), le béryllium (Be) et le sélénium (Se) se volatilisent en partie.

Les résultats obtenus sont en mg/L et sont compensés pour la dilution survenue lors de l'acidification à 2 % HNO<sub>3</sub>. On calcule la concentration en sulfates  $(SO_4^{2-})$  à partir de la concentration en soufre total à l'aide du rapport des masses molaires. Ce calcul s'inspire des hypothèses suivantes : la forme sulfate est la forme la plus stable du soufre en solution (dans les conditions oxydantes typiquement retrouvées dans le DMA); les concentrations sous forme d'espèces du soufre (S<sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, etc.) sont négligeables. L'expérience du laboratoire montre que les analyses d'eaux à l'ICP-AES présentent une erreur relative de l'ordre de 6 % sur les concentrations rapportées par cette méthode.

#### 3.2 Matériels utilisés dans l'étude

Dans cette section, on présente les résultats des principales caractéristiques chimiques et physiques de résidus miniers étudiés, celles de l'eau interstitielle, ainsi que celles du ciment utilisé pour la préparation du remblai.

## 3.2.1 Résidus miniers étudiés

Le résidu qui a servi pour cette étude a été échantillonné à partir de deux mines polymétalliques en roches dures (figure 3.7). Ces dernières utilisent le remblayage cimenté en pâte des chantiers souterrains (Copper-Rand : 7/8 des résidus totaux utilisés et LaRonde : 1/8 des résidus totaux utilisés). Ce mélange vise un résidu doté d'un pouvoir de génération d'acide faible pour mieux visualiser l'efficacité de ce mode de dépôt sur la géochimie des eaux qui pourraient s'en exfiltrer. Pour ce faire, on a utilisé le résidu Copper-Rand à potentiel neutralisant élevé, et on l'a transformé en résidus plus acidogène en lui ajoutant celui de LaRonde, qui a un pouvoir de génération d'acide très élevé.

Avant de commencer l'essai en modèle physique, des analyses ont été effectuées sur les résidus utilisés dans cette étude comme dépôt. Ainsi, des échantillons de pâte (pâte non cimentée, et pâte cimentée avec 2 % (p/p) de ciment CP 10) ont été préparés. Ces échantillons ont été mis dans des moules cylindriques et caractérisés par la suite; de point de vue chimie (analyses chimiques élémentaires) et du point de vue porosité (porosimétrie à intrusion de mercure PIM) après 28 jours de conditionnement en chambre humide (permettant le curage du ciment dans le cas de la pâte cimentée). Ces résultats ont été par la suite comparés d'une part avec ceux obtenus suite à un carottage réalisé après le dixième cycle de mouillage/séchage (Deschamps 2009), et d'autre part avec ceux obtenus après le démantèlement effectué à la fin du test (après 34 cycles).

Les principales propriétés chimiques et microstructurales des résidus sont résumées au tableau 3.4. Les échantillons issus des cylindres de la pâte non cimentée ont eu une concentration en sulfure d'une valeur de 6,1 % (p/p) et un potentiel de neutralisation indiquant que les résidus sont générateurs d'acide (PNN =PN-PA de -127 kg CaCO<sub>3</sub>/t). Par contre, les échantillons relatifs aux cylindres de la pâte cimentée ont montré des concentrations élevées en soufre-sulfate et en calcium et des valeurs plus élevées du potentiel de neutralisation PN (PN de pâte cimentée a été de 80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t et de 64,4 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour la pâte non cimentée). L'explication de ces

différences en termes de teneur en sulfate et de PN vient de l'ajout de 2 % de ciment aux résidus; permettant ainsi d'augmenter la valeur du PN de la pâte de 16,3 kg CaCO<sub>3</sub>/t environ. L'analyse microstructurale par PIM des échantillons des cylindres de pâte cimentée a révélé une porosité totale de 46,6%, alors que ceux de la pâte non cimentée ont eu une porosité totale mesurée par PIM de 40,3%. Cette différence est due principalement à l'effet de l'ajout du ciment qui réduit le tassement de la pâte et qui induit une nanoporosité due à la présence d'hydrates et de précipitée cimentaires. Cependant, le diamètre seuil a été plus bas dans les échantillons de la pâte cimentée (3,3 µm) que ceux de la pâte non cimentée (4,1 µm) ce qui signifie que l'ajout du ciment réduit la taille des pores de la pâte (observé aussi par Ouellet et al., 2006).

La courbe de la distribution granulométrique (figure 3.8) et les paramètres granulométriques du mélange de résidus utilisé dans l'étude sont résumés au tableau 3.5: le D<sub>10</sub> est 2,9 µm, le D<sub>50</sub> est 27 µm et le D<sub>90</sub> est 105 µm. Ce qui représente une granulométrie typique de celle qu'on retrouve dans la littérature pour des résidus issus du traitement des minerais en roches dures avant la déposition dans les parces à rejets (Aubertin et al., 2002; Benzaazoua et al., 2003; Bussière, 2007). La densité relative est (Gs = 3,12) influencée surtout par la teneur en sulfures. Les principales propriétés chimiques de l'eau interstitielle issue de ces résidus (extraite par dilution dans l'eau) sont présentées dans le tableau 3.6. L'analyse de cette eau montre une conductivité élevée (4150 µmhos), un pH de 8,17 et une concentration de 2586 mg/L de sulfates.



Figure 3-7 : Localisation des deux mines polymétalliques LaRonde et Copper-Rand (Google earth).

Paramètre	Valeur pour les	Valeur pour les
	résidus non	résidus cimentés
	cimentés	
Paramètres chimiques		
Sulfure % (p/p)	6,14	6,06
Soufre-sulfate % (p/p)	0,375	0,469
Zn % (p/p)	0,051	0,047
Cu % (p/p)	0,044	0,041
Ni % (p/p)	0,016	0,016
Ca % (p/p)	3,34	4,02
Mg % (p/p)	1,5	1,49
PA (kg CaCO <sub>3</sub> /t)	191,9	189,4
PN (kg CaCO <sub>3</sub> /t)	64,4	80,7
PNN (kg CaCO <sub>3</sub> /t)	-127,5	-108,7
PN/PA	0,34	0,42
Paramètres microstructurales		
Porosité totale par PIM (%)	40,3	46,6
Diamètre seuil (µm)	4,1	3,3

Tableau 3.4 : Principales propriétés chimiques et microstructurales des échantillons issus des cylindres de la pâte de résidus (tirées de Deschamps 2009).

Tableau 3.5 : Principales propriétés physiques des résidus (tirées de Deschamps 2009).

Paramètres physiques	Valeur
Densité relative : Gs	3,12
D10 (µm)	2,9
D <sub>50</sub> (µm)	27
D <sub>90</sub> (μm)	105



Figure 3-8 : Distribution granulométrique du mélange de de résidus utilisés pour les essais en modèles physiques

Tableau 3.6 : Qualité de l'eau interstitielle (tirées de Deschamps 2009).

Paramètres	Valeur
pH	8,17
Eh (mV)	397
Conductivité (µmho)	4150
Sulfate (SO <sub>4</sub> )(mg/L)	2586
Teneur en Ca (mg/L)	596

La composition minéralogique des résidus étudiés a été déterminée par DRX et les principaux résultats sont présentés dans le tableau 3.7. Cette composition minéralogique révèle une dominance de la pyrite comme principale forme de sulfure présente dans le résidu (avec une teneur de l'ordre de 9,5 %). La présence des minéraux acidivores (dolomite avec une teneur de 5,8 % et de la calcite avec une teneur de 5,01 %) assure la neutralisation du matériau étudié.

Minérale	Teneur (%)
Quartz	35,59
Muscovite	18,52
Chlorite	9,62
Pyrite	9,55
Paragomite	7,82
Albite	6,60
Dolomite	5,79
Calcite	5,01
Gypse	1,51

Tableau 3.7 : Composition minéralogique des résidus (tirées de Deschamps 2009).

# 3.2.2 Ciment Portland ordinaire

Le ciment ayant servi pour la préparation des résidus en pâte constituant les couches cimentées (couche 1 et 2 à la base du tas du modèle physique et la couche 10 déposée comme couverture au top du tas après 27 cycles de mouillage/séchage) est un ciment Portland ordinaire (CP10) commercial. Le tableau 3.8 montre la composition chimique du ciment Portland ordinaire. La composition en oxydes du ciment Portland ordinaire suite au calcul de « Bogue » donne de 64,4 % pour C3S, 6,6 % pour C2S, 8,7 % pour C3A et 7,4 % pour C4AF (Yilmaz 2010).

Propriétés	Ciment Portland	
	ordinaire (CP10)	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	4,82	
CaO (%)	60,59	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	2,42	
MgO (%)	2,19	
Na <sub>2</sub> O (%)	2,10	
SO <sub>3</sub> (%)	3,92	
SiO <sub>2</sub> (%)	19,25	
TiO <sub>2</sub> (%)	0,26	

Tableau 3.8 : Composition chimique du ciment Portland ordinaire (Yilmaz 2010).

# 3.3 Modèles physiques utilisés dans l'étude

Dans le but d'étudier le comportement géochimique des résidus en pâte en scénario de déposition en surface, des essais à deux échelles différentes (en colonnes et en boîte de taille intermédiaire modèle physique-) ont été réalisés. Dans la présente section, on présente une description de ces deux types d'essai, soient une description de leur géométrie et des détails sur leur conception, les procédures de mise en place des résidus en pâte ainsi les tests cycliques de mouillage/séchage.

#### 3.3.1 Essais en colonnes

Les colonnes servies pour cette étude sont inspirées de celles conçues par Deschamps et al. (2007). Les colonnes sont cylindriques de 30 cm de diamètre et de 44 cm de hauteur (figure 3.9). Les mises en place de celles-ci ont été faites en parallèle avec l'essai en modèle physique (de taille intermédiaire). Le résidu a été déposé à l'intérieur des colonnes en couches successives de 4 cm environ espacées chacune de 2 à 3 jours. Les colonnes contiennent le même mélange de résidus (Copper-Rand : 7/8 des résidus totaux utilisés et LaRonde : 1/8 des résidus totaux utilisés). Cependant, deux configurations différentes ont été testées : configuration C0, configuration similaire à celle visée dans le modèle physique, mais sans aucun ajout de ciment, et une configuration C1 identique à la configuration utilisée dans le modèle physique, c'est-à-dire

avec le même pourcentage (2 %) du ciment ajouté à la base du tas. Ces deux tests ont été conçus pour étudier un éventuel effet de l'échelle entre le modèle physique et la coloune C1, ainsi que l'étude de l'effet de l'ajout du ciment (étude du comportement géochimique des deux colounes C0 sans ciment et C1 avec ciment). L'eau de lixiviation récupérée au bas des colonnes après chaque cycle de mouillage a été utilisée pour l'évaluation de la qualité chimique de l'eau.



Figure 3-9 : Photographie illustrant les deux configurations de dépôts en colonnes.

# 3.3.2 Essais en boîte de taille intermédiaire

Le modèle physique a été conçu par Benzaazoua et al. (2004b) afin d'étudier le comportement géochimique et hydrogéologique des résidus en pâte déposés en surface. Ultérieurement, ce modèle a été utilisé par Deschamps (2009) dans la première partie de cette étude. La boîte du modèle en plastique Lexan transparent, renforcé par un cadre métallique, est de 200 cm de longueur, 50 cm de largeur et de 100 cm de hauteur (figure 3.10-a). La boîte est montée sur une plaque à la base munie d'un système de drainage et couverte par un géotextile afin d'éviter l'échappement des particules solides. La percolation de l'eau est permise au bas du modèle et permet de récupérer les solutions destinées pour les analyses géochimiques.

À la fin de tous les tests de mouillage/séchage, il est possible de démonter les parois latérales du modèle dans le but de prendre des échantillons de résidus en pâte pour effectuer les différentes analyses (voir chapitre 6).

Dans cette étude, les résidus sulfureux en pâte ont été déposés en neuf couches minces (environ 4 cm chacune). Comme il est montré sur la figure 3.10-b, la couche 10 est la couche supérieure et la couche 1 est la couche inférieure.

# 3.3.2.1 Mise en place du tas multicouche de résidus épaissis

La mise en place des résidus à l'intérieur du modèle physique a été bien documentée dans les travaux de Deschamps (2009). Dans ce qui suit, un rappel de la procédure de mise en place du tas multicouche de résidus en pâte est présenté. La pâte de résidus ayant servi pour le test en modèle physique a été préparée à partir des résidus filtrés mélangés avec de l'eau du robinet afin d'obtenir la consistance désirée pour la pâte, ce qui a permis du coup une dilution des sulfates de l'eau interstitielle. Basé sur les travaux de Thériault et al. (2003), un affaissement (ou « *slump test* ») de 250 mm a été ciblé. Cette valeur de l'affaissement correspond à un pourcentage solide de 74 %.

Dans un premier stade, neuf couches ont été déposées à l'intérieur de la boîte du modèle physique. Juste les deux premières couches contiennent 2 % de ciment Portland (CP10). Dans un deuxième stade, et juste avant le  $28^{e}$  cycle, une dixième couche cimentée (2 % de ciment CP10) a été ajoutée comme couverture au sommet de l'empilement de couches. Chaque couche est de 4 cm d'épaisseur environ, et contient une sonde RTD (placée horizontalement à mi-hauteur de la couche) sauf la dixième qui contient en plus une sonde ECH<sub>2</sub>O EC-5. La séquence des dépôts des couches est présentée sur le tableau 3.9. Ainsi, la deuxième couche a été déposée à l'intérieur des modèles après 7 jours du dépôt de la première couche. Par la suite, la fréquence du dépôt des autres couches de résidus a été de 2 à 3 jours. Finalement, et après avoir complété 27 cycles de mouillage/séchage une dernière couche (10<sup>e</sup> couche) a été ajoutée à l'empilement de couches déjà déposées à l'intérieur des modèles.



Figure 3-10 : (a) Photographie du modèle physique et b) schéma montrant l'épaisseur des couches, la disposition des sondes RTD et la sonde  $ECH_2O$  EC-5.
(n°) couche	Teneur du ciment (%) du CP10)	Temps de dépôt
10 (sommet)	2	$t_0 + 27$ cycles*
9	0	$t_0 + 24$ jours
8	0	$t_0 + 21$ jours
7	0	$t_0 + 18 \text{ jours}$
6	0	$t_0 + 16$ jours
5	0	$t_0 + 14$ jours
4	0	$t_0 + 11$ jours
3	0	$t_0 + 9$ jours
2	2	$t_0 + 7 \text{ jours}$
1 (base)	2	$t_0$

Tableau 3.9 : Séquence des dépôts des couches à l'intérieur du modèle physique (Deschamps, 2009).

\*: 1 cvcle = 4 semaines

## 3.3.2.2 Mise en place d'un dépôt-couverture de résidus en pâte cimenté

Les résidus ayant servi pour la préparation de la pâte cimentée étaient les mêmes qui ont été utilisés pour les neuf premières couches (section 3.2.1 et 3.2.2). Pour les modèles contenant des couches cimentées, les résidus filtrés et le ciment (CP10) ont été mélangés avec de l'eau du robinet pour diluer les sulfates de l'eau interstitielle (figure 3.11-a). Alors pour la colonne C0, le mélange de résidus a été préparé sans aucun ciment ajouté. Le mélange des résidus a été fait par le biais d'un malaxeur à mortier d'équipements Mathieu modèle 600E de Capacité (6 pi<sup>3</sup>). Le temps de malaxage a été de 7 min.

Afin d'obtenir la consistance désirée pour la pâte, un affaissement de 250 mm a été ciblé (Thériault et al. 2003). Cette valeur de l'affaissement correspond à un pourcentage solide de 74 % et elle est obtenue à l'aide de l'essai d'affaissement en cône d'Abrams (figure 3.11-b).

Le cône d'Abrams présente une hauteur de 30,5 cm, un diamètre de base de 20,4 cm et un diamètre supérieur de 10 cm. La mesure de l'affaissement (ou « *slump test* ») est effectuée selon la procédure ASTM 143 qui consiste à son remplissage en trois couches, chacune des couches ayant subi un pilonnage de 25 coups d'une barre métallique de 1 cm de diamètre. Le petit cône est ensuite soulevé pour laisser le matériau s'affaisser sous son propre poids puis on mesure la hauteur de l'affaissement.

La couche cimentée a été déposée avec une épaisseur de 4 cm (figure 3.11-c et 3.12). Une sonde RTD et une Sonde ECH<sub>2</sub>O EC-5 ont été placées horizontalement à mi-hauteur de la couche.



Figure 3-11 : Photographie de : (a) préparation de la pâte dans le mélangeur, (b) le test de l'affaissement et (c) le dépôt de la pâte dans le modèle physique.



Figure 3-12 : Photographie montrant la surface de la couche 10 cimentée juste après son dépôt.

# 3.3.2.3 Suivi de l'essai en modèle physique : tests de mouillage/séchage

Les cycles de mouillage/séchage durent 4 semaines chacun et comportent deux périodes principales : une période de mouillage étalée sur 2 jours et une période de séchage qui dure plus longtemps afin de rechercher les équilibres hydriques et le maximum de réactivité. Les durées et les manières du déroulement de ces cycles sont illustrées à la figure 3.13. Le premier mouillage des modèles physiques a été effectué 4 semaines après le dépôt de la 9<sup>e</sup> couche (Deschamps 2009).

## La période de mouillage

Les colonnes ont été arrosées avec un volume total de 2,6 L d'eau du robinet étalé sur 2 jours : lors du premier jour de mouillage, les colonnes sont arrosées avec un total de 1,3 L d'eau durant 3 heures telles que montrées à la figure 3.13-a. On commence le mouillage avec 0,4 L d'eau. Une heure après, on arrose une deuxième fois avec 0,4 L d'eau. Une heure plus tard, on arrose une dernière fois avec 0,5 L d'eau. Le but recherché est un mouillage progressif tout en évitant les chemins préférentiels. Le deuxième jour de mouillage commence 24h suite au début du premier mouillage et se déroule de la même manière que le premier jour de mouillage.

Les résidus en pâte dans le modèle physique ont été mouillés à chaque cycle avec un total de 40 L d'eau du robinet en deux jours : au premier jour de mouillage, le modèle est arrosé avec un total de 20 L d'eau durant 3 heures (voir figure 3.13-b). Le mouillage est commencé avec 7 L d'eau. Une heure après, on rajoute 7 L d'eau pour une deuxième fois. Une heure plus tard, on arrose avec 6 L d'eau. Le deuxième jour de mouillage commence 24h suite au début du premier mouillage et se déroule de la même manière que le premier jour de mouillage.



Figure 3-13 : Schéma illustrant le déroulement d'un cycle de mouillage/séchage pour le cas : (a) des colonnes et (b) du modèle physique.

Suite au premier cycle de mouillage/séchage des deux modèles physiques, il a été observé une percolation lente de l'eau de mouillage au niveau des colonnes et du modèle physique, sans noter aucun chemin préférentiel de la percolation d'eau. Ainsi, il a été observé une accumulation d'une couche d'eau de mouillage en surface des colonnes (surtout celle cimentée -C1) et du modèle physique durant toutes les périodes de mouillage, et cette couche d'eau accumulée en surface des modèles persiste jusqu'au 3<sup>e</sup> jour après le premier jour de mouillage, et elle semble augmenter en volume au fur et à mesure qu'on avance dans les cycles (voir plus de détail dans le chapitre 4, 5 et 6).

Juste après le dépôt de la 10<sup>e</sup> couche (cimentée au niveau du modèle physique et de la colonne C1 et non cimentée au niveau de la colonne C0) à l'intérieur des modèles physiques, le mouillage s'est déroulé en 3 jours au lieu des deux jours utilisés pour le dépôt des couches sous-jacentes. Durant le premier jour de mouillage, le modèle physique a été arrosé avec un total de 14 L en deux heures (d'abord avec 7 L et une heure plus tard, on a arrosé avec 7 L). Le deuxième jour de mouillage, on a arrosé avec juste 6 L. Au troisième jour de mouillage, on a procédé le mouillage de la même manière que se déroule les deuxièmes jours de mouillage ordinaires. Ceci a été visé dans le but d'avoir de meilleurs résultats vis-à-vis la liaison entre la couche 10 fraîchement déposée et les anciennes couches sous-jacentes (notamment couche 9) ce qui va influencer sur la bonne percolation de l'eau de mouillage.

#### La période de séchage

La deuxième période des cycles de mouillage/séchage des modèles physiques correspond à la phase du séchage qui dure 26 jours. Elle correspond à une période durant laquelle l'eau s'infiltre et draine à travers le tas. Bien sûr, cela met le dépôt à rude épreuve en sachant qu'en réalité, le ruissellement prend de l'ampleur aidée par la perméabilité faible des DPS et une topographie adaptée.

Au milieu de la période des essais en modèle physiques, et précisément au 14<sup>e</sup> cycle, la période du séchage a été prolongée (6 semaines) dans le but de simuler une période de séchage plus longue et d'étudier son effet sur le comportement géochimique et hydrogéologique des résidus en pâte déposés en couches dans les modèles physiques. Au 15<sup>e</sup> cycle, et à la fin de la période de mouillage, aucune goutte d'eau n'a été collectée en bas du modèle physique, le tas ayant subi une désaturation avancée et donc prenant plus d'eau pour se resaturer et drainer de l'eau à sa base.

Pour mieux comprendre l'effet de cette prolongation de la période de séchage sur le comportement hydrogéologique et géochimique de la pâte, l'étude des propriétés du dépôt sera mieux détaillée dans les chapitres qui suivent.

# CHAPITRE 4 COMPORTEMENT HYDROGÉOLOGIQUE ET GÉOCHIMIQUE À LONG TERME D'UN DÉPÔT DE RÉSIDUS EN PÂTE

#### 4.1 Introduction

Dans ce chapitre, on mettra l'accent sur le comportement hydrogéologique et géochimique à long terme de résidus miniers sulfureux en pâte, placés dans un modèle physique (200 cm de longueur par 50 cm de largeur par 100 cm de hauteur), en vue de simuler leur comportement hydrogéologique et géochimique dans le temps. Les paramètres granulométriques des résidus, une fois mélangés, sont montrés sur le tableau 3.5 (chapitre 3) : le  $D_{10}$  est de 2,9 µm, le  $D_{50}$  est de 27 µm et le D<sub>90</sub> est de 105 µm, ce qui reflètent une granulométrie typique à celles rapportées dans la littérature pour les résidus issus des mines traitant des minerais en roches dures avant leur déposition dans le parc à rejets de concentrateur (Aubertin et al., 2002; Benzaazoua et al., 2003; Bussière, 2007). La densité relative movenne est  $G_{s} = 3.12$ , reflétant la teneur en sulfure qui est de 6,1 %. Le potentiel net de neutralisation analysé (PNN = PN-PA de -126 CaCO<sub>3</sub> kg/t) démontre que le résidu est générateur d'acide. L'eau interstitielle (tableau 3.6) a une conductivité élevée (4150 µmhos), un pH de 8,17 et une concentration en sulfates de 2586 mg/L. La composition minéralogique du mélange de résidus déterminée par DRX est la suivante : quartz (35,59 %), muscovite (18,52 %), chlorite (9,62 %), pyrite (9,55 %), paragonite (7,82 %), albite (6,60 %), dolomite (5,79 %), calcite (5,01 %) et gypse (1,51 %). Pour plus de détails sur les caractéristiques de ces résidus, le lecteur pourra consulter le chapitre 3.

Les résidus en pâte (73 % solide) ont été déposés à l'intérieur du modèle physique en neuf couches. Seulement les deux premières couches de la base ont été cimentées (2 % de ciment type CP10 ont été ajoutés), basées sur des résultats de diverses configurations de tests en colonnes (Deschamps et al, 2007). Le résidu a été arrosé toutes les quatre semaines avec 40 L d'eau, suivi d'une période de drainage/séchage. Durant les cycles de mouillage/séchage, l'évolution de la teneur en eau a été suivie à différentes profondeurs, ainsi que l'évolution de la dessiccation au niveau de la surface de la couche 9 (dernière couche déposée dans le modèle) et la qualité des eaux de lixiviation recueillies en bas du modèle physique. Ces dernières ont été analysées en termes de pH, Eh, conductivité et les concentrations d'éléments chimiques en solution par ICP-AES. Entre le 14<sup>e</sup> et le 15<sup>e</sup> cycle, une période de séchage prolongée a été testée pour son

influence sur le comportement du tas de résidus. Enfin, au bout du  $27^{e}$  cycle de mouillage/séchage, une  $10^{e}$  couche cimentée (2 % de ciment) a été ajoutée comme couverture au tas testé dans le modèle physique (chapitre 5). Par la suite, un démantèlement a été effectué une fois que les valeurs des paramètres suivis durant les cycles de mouillage/séchage se sont stabilisées. Une caractérisation chimique, minéralogique et microstructurale des matériaux à diverses localisations et différentes profondeurs a été réalisée après le démantèlement (chapitre 6).

La première partie de cette étude cinétique a été réalisée par Deschamps (2009). Il a présenté, dans sa thèse de doctorat, les résultats partiels relatifs aux dix premiers cycles de mouillage/séchage. Ses principales conclusions sont :

- Le volume d'eau récupéré à la suite du mouillage du tas dans le modèle physique durant les sept premiers cycles était très variable (2000 et 6000 mL). Juste après le 7<sup>e</sup> cycle, le volume d'eau drainé en bas du modèle a eu tendance à augmenter et à atteindre 7600 mL au 10<sup>e</sup> cycle. Ceci pourrait s'expliquer par la formation des fissurations secondaires invisibles en surface (comme observées par Deschamps et al., 2008), caractérisées par des petites ouvertures (non prises en compte dans la détermination du facteur d'intensité des fissurations « FIF »).
- 2. L'évolution de la teneur en eau volumique mesurée au niveau des couches de résidus dans le modèle physique, durant les cycles de mouillage/séchage, a démontré que les propriétés de rétention d'eau des deux couches inférieures ont changé, ceci a été observé durant les six premiers cycles (figure 4.1) où on a constaté une diminution de la teneur en eau volumique de ces couches à la fin de la période du séchage, pour atteindre une teneur en eau de 32 %, ce qui correspond à un degré de saturation de 70 % environ. Ceci pourrait être attribuable à un changement au niveau de la microstructure de la pâte cimentée (plus de détails sont présentés dans le chapitre 6).



Figure 4-1 : Évolution de la teneur en volumique (et le degré de saturation estimé) au niveau de la couche 2 cimentée durant la période du séchage suivant le dépôt de la couche 9 (D9) et durant les périodes du séchage des cycles 1 (W1), 3 (W3), 5 (W5), 7 (W7), 9 (W9) et 14 (W14) (Deschamps et al., 2011).

- 3. L'évolution de la valeur du (FIF) a changé depuis le dépôt de la neuvième couche (FIF a été de 1,48 %) (figure 4.2), de 0,6 % après le premier cycle de mouillage/séchage et il a décru à 0,20 % environ après le sixième cycle. Par la suite, et jusqu'au 10<sup>e</sup> cycle, la valeur de (FIF) a varié entre 0,20 % et 0,30 %. Il faudra mentionner qu'à partir du 15<sup>e</sup> cycle, on n'a plus observé les fractures en surface de la couche 9 (aucun effet n'a été noté sur le FIF).
- Durant les dix premiers cycles, le pH a été constant (environ 8), la conductivité a augmenté après les deux premiers cycles (entre 2000 et 4000 μmho). Le Eh a varié du 200 à 400 mV.



Figure 4-2 : Facteur d'intensité des fissurations, déterminé à la fin de la période du séchage suivant le dépôt de la neuvième couche (D9) et à la fin de 14 premiers cycles de mouillage/séchage (Deschamps 2011).

5. Les concentrations en éléments chimiques dans les eaux recueillies à la suite des lixiviations, à partir du modèle physique, durant les dix premiers mouillages ont été généralement faibles : la quantité du fer a été inférieure à 0,073 mg/L, ceci pourrait s'expliquer par une précipitation des hydroxydes de fer sachant la neutralité du pH. Après les trois premiers cycles, la teneur en sulfates a varié entre 2400 et 3000 mg/L et celle de la silice soluble était aux alentours de 16 mg/L. la concentration en calcium a connu une augmentation continue durant les trois premiers cycles (de 331 à 667 mg/L), par la suite, sa valeur a variée de 500 à 650. Par contre, le magnésium a démontré une tendance à l'accroissement durant le test (sa concentration a augmenté continuellement de 12 à 549 mg/L); comme c'est le cas d'autres éléments chimiques (manganèse, nickel).

Après avoir complété dix cycles de mouillage/séchage, les résultats des suivis précités restaient incomplets. Dans le présent chapitre on poursuivie l'étude du comportement hydrogéologique et géochimique de ces résidus en pâte à long terme. L'étude a permis aussi de tester l'ajout localisé de ciment dans deux couches sur le comportement du modèle physique.

#### 4.2 Résultats du suivi du test cinétique en modèle physique

Cette section du chapitre présente l'évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique après chaque cycle de mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup> cycle). On montre également l'évolution des teneurs en eau au niveau des différentes couches de résidus dans le modèle et des fissures de dessiccation en surface de la dernière couche déposée à l'intérieur du modèle (couche 9). Enfin, on présentera les résultats des analyses des eaux drainées en bas du modèle à chaque cycle de mouillage/drainage, en termes de pH, de Eh, de conductivité, et les concentrations des éléments en solution par ICP-AES.

## 4.2.1 Évolution des propriétés hydrogéotechniques du dépôt

#### 4.2.1.1 Volumes d'eau récupérés en bas du modèle physique

À la suite de chaque cycle de mouillage, on mesure le volume d'eau drainée en bas du modèle physique. À la figure 4.3, on présente ainsi, l'évolution de la quantité des eaux de lixiviation à partir du modèle jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle de mouillage (juste avant l'ajout de la 10<sup>e</sup> couche cimentée).

Durant les premiers cycles de mouillage/séchage, le volume d'eau récupéré à partir du modèle physique, à la suite de chaque mouillage, était très variable (figure 4.3). Une augmentation progressive du volume d'eau drainé a été observée du 7<sup>e</sup> cycle jusqu'au 14e cycle (de 1 L à 12 L). À la suite de cette phase, une chute drastique en termes de volumes d'eau récupérée a été observée au 15<sup>e</sup> cycle. En effet, il a été décidé, juste après le 14<sup>e</sup> mouillage, de prolonger la période de séchage de deux semaines supplémentaires, dans le but de simuler une période de séchage plus longue et d'étudier son effet sur le comportement du tas de résidus dans le modèle physique. À la suite du 15<sup>e</sup> rinçage, et à la fin de la période de mouillage, aucune goutte d'eau n'a été collectée en bas du modèle physique, donc aucune analyse de ph, de Eh, de conductivité et d'analyse chimique ICP-AES n'a été effectuée durant ce cycle. Pour mieux comprendre l'effet de cette prolongation de la période de séchage sur le comportement hydrogéologique et géochimique de la pâte, l'étude des autres propriétés du dépôt, entre autres, de la teneur en eau et du degré de saturation, sera mieux détaillée plus bas.

Une deuxième phase d'augmentation du volume d'eau drainée à partir du modèle physique a eu lieu et cette fois-ci, plus drastique entre le 16<sup>e</sup> cycle, et ce, jusqu'au 22<sup>e</sup> cycle (de 0,5 L à 25,5 L). Par la suite, elle a été suivie d'une baisse progressive. Ceci pourrait être attribuable à l'expansion

des fissurations affectant le résidu en pâte, et/ou par l'effet de la progression saisonnière : le laboratoire durant une saison hivernale est soumis à des conditions plus chaudes et plus sèches, induisant un séchage plus prononcé du tas de résidus entre les cycles. On récupère alors moins d'eau drainée en bas du modèle physique à la suite des cycles de mouillage durant une saison d'hiver, en comparaison à une saison d'été.



Figure 4-3 : Volumes d'eau recueillis à partir du modèle physique à la suite des lixiviations, après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup> cycle).

## 4.2.1.2 Évolution de la teneur en eau lors des cycles de mouillage/séchage

L'évolution dans le temps de la distribution de la teneur en eau volumique obtenue lors des cycles de mouillage/séchage est représentée sur les figures 4.4, 4.5, 4.7, 4.8 et 4.9. Elles devraient confirmer l'évolution observée ci-dessus en termes des volumes d'eau drainée récupérée et rendre compte de l'ampleur de l'évaporation ayant affecté le modèle physique. Les figures correspondent aux profils de la teneur en eau volumique relatifs aux cycles :

1, 3, 5 et 10 (afin de démontrer l'évolution générale de la teneur en eau au niveau des différentes couches de résidus dans le modèle durant la première partie de cette étude);

- 14, 15 et 16 (pour mettre l'accent sur l'effet de la prolongation de la période du séchage sur l'évolution de la teneur en eau volumique de résidus);
- 18, 20, 22, 24 et 26 (pour présenter l'évolution à long terme de la teneur en eau au niveau des différentes couches de résidus dans le modèle).

Chaque figure est constituée de deux graphiques :

Le graphique (a) présente les profils de la teneur en eau juste avant et au cours de la période de mouillage : (1) avant le mouillage (ligne en gras), (2) à la fin du premier mouillage (ligne fine), (3) à la fin du deuxième mouillage (ligne en pointillés).

Le graphique (b) montre les profils de la teneur en eau au cours de la période du séchage : (4) à la fin du deuxième mouillage (ligne en gras), (5) un jour après le second mouillage (ligne fine), (6) trois jours après le deuxième mouillage (ligne en tiret), (7) dix jours après le deuxième mouillage (ligne en pointillés), et (8) à la fin de la période du séchage, après une trentaine de jours (ligne en point tiret).

Durant le premier cycle de mouillage, la teneur en eau volumique au niveau des couches inférieures a augmenté rapidement, et à la fin de la période de mouillage, elle est restée élevée (avec des valeurs de teneur en eau volumique variant de 39 % à 42 %, en comparaison avec ceux des couches non cimentées qui ont varié de 28 % à 33 %).

Au cours des quatre premiers cycles, la teneur en eau volumique dans les trois premières couches (en bas du modèle physique) est restée élevée (> 43 %) à la fin de la période de mouillage. Ceci pourrait être attribuable à : (i) l'action du ciment (2 % du ciment de type CP10) ajouté au niveau des deux premières couches à la base du modèle physique, qui peut avoir changé la microstructure de la pâte attribuable à la cimentation des interstices et sa conséquence sur la conductivité hydraulique. (ii) l'effet du tassement de ces couches, ce qui entraîne une diminution de la porosité à leur niveau et cicatriser des chemins préférentiels qui faciliteraient le drainage de l'eau. La couche 3 (non cimentée) a démontré un comportement proche de celui des couches 1 et 2 (cimentées) en termes d'évolution de la teneur en eau.



Figure 4-4 : Profils des teneurs en eau volumique pendant le premier cycle de mouillage/séchage : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

Durant toute la durée du test, la teneur en eau volumique des trois couches à la base du modèle physique n'augmente pas directement après le mouillage. Cependant, celle des couches supérieures augmente immédiatement, juste après la première phase de mouillage, vu leur contact direct avec l'eau de rinçage. Au contraire, des couches inférieures dont la teneur en eau volumique ne change pas beaucoup au début du mouillage (l'eau percolant très lentement). Cette augmentation tend à disparaître durant la nuit qui sépare les deux phases de mouillage, pour que la teneur en eau au niveau des couches supérieures devienne inférieure à celle prise à la fin du premier jour de mouillage. La teneur en eau maximale a changé beaucoup durant toute la période de l'essai, indiquant un comportement évolutif du tas de résidus, mais dans la plupart des cas, elle correspond à celle obtenue à la fin du deuxième jour de mouillage pour les couches supérieures, et à un jour après le deuxième mouillage pour les couches inférieures (effet de la percolation lente de l'eau de mouillage).



Figure 4-5 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #3, #5 et #10 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges indiquent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

À la suite de la période de séchage prolongée, et juste avant le 15<sup>e</sup> mouillage (figure 4.6), le résidu a subi une forte désaturation en eau par rapport à la moyenne des cycles. En guise de

comparaison, et pour illustrer le phénomène, le 18<sup>e</sup> cycle où le volume d'eau drainé en bas du modèle représente la moyenne des volumes d'eau récupérés durant tous les cycles (figure 4.3) a été pris comme référence. La figure 4.6 et les tableaux 4.1 et 4.2 montrent les calculs des volumes d'eau retenus dans les différentes couches de résidus durant les deux périodes : juste avant le 15<sup>e</sup> mouillage et juste avant le 18<sup>e</sup> mouillage. Ainsi, juste avant le 15<sup>e</sup> mouillage, le tas a été désaturé; le volume d'eau dans le modèle physique ayant été inférieur d'environ 24 L à la moyenne, représentée par celui obtenu juste avant le 18<sup>e</sup> cycle.

Du 15<sup>e</sup> au 26<sup>e</sup> cycle, la teneur en eau volumique, à la fin de la période de mouillage, est de plus en plus élevée, indiquant une tendance à l'emmagasinage d'eau. Autrement dit, la teneur en eau volumique à la fin d'un cycle de mouillage est plus élevée par rapport à celle du cycle qui la précède : La teneur en eau volumique de la couche 9 a augmenté de 34 % à la fin du 15<sup>e</sup> mouillage à 37,5 % à la fin du 26<sup>e</sup> mouillage, et la teneur en eau volumique de la couche 5 a augmenté de 36 % à la fin du 15<sup>e</sup> mouillage à 42 % à la fin du 26<sup>e</sup> mouillage. La teneur en eau des trois premières couches (couches à la base) ne semble pas trop changer après la fin du premier jour de mouillage. Ceci pourrait s'expliquer par une percolation lente de l'eau durant le mouillage, ce qui est concordant avec les observations visuelles, où on a noté une accumulation de l'eau de mouillage en surface du modèle physique durant la période de mouillage. Cette couche d'eau accumulée en surface du modèle persistait jusqu'au troisième jour après le premier mouillage, et elle semblait augmenter considérablement avec les cycles.



Figure 4-6 : Volume d'eau contenu dans les résidus en pâte placés dans le modèle physique juste avant le 15<sup>e</sup> mouillage et juste avant le 18<sup>e</sup> mouillage.

Couche	Ow	Oa=n-	Va=Oa*Vt/	e=	Vv=n*Vt/	Vs=Vv/e	Vw=Vt-
		Ow	100	(n/100)/(1-	100		Vs-Va
				(n/100))			
1	26,30	18,9	7,56	0,82	18,08	21,92	10,52
2	29,10	16,1	6,44	0,82	18,08	21,92	11,64
3	31,10	4,6	1,84	0,56	14,28	25,72	12,44
4	29,10	6,6	2,64	0,56	14,28	25,72	11,64
5	29,10	6,6	2,64	0,56	14,28	25,72	11,64
6	28,00	7,7	3,08	0,56	14,28	25,72	11,20
7	25,95	11,8	4,72	0,56	14,28	25,72	9,56
8	23,90	12,7	5,08	0,56	14,28	25,72	9,20
9	23,00	35,7	14,28	0,56	14,28	25,72	0
Total			48,28		136,12	223,88	<b>87,84</b> L

Tableau 4.1 : Calcul du volume d'eau contenu dans le résidu à l'intérieur du modèle physique juste avant le 15<sup>e</sup> mouillage.

Avec:

Ow = teneur en eau volumique (%); Oa = teneur en eau volumique (%); n = porosité totale (%); Vt = Volume total (L); Vs = Volume du solide (L); Vv = Volume des vides (L); Va = Volume de l'air (L); Vw = Volume de l'eau (L) et e = indice des vides.

Couche	Ow	Oa=n-	Va=Oa*Vt/	e=	Vv=n*Vt/	Vs=Vv/e	Vw=Vt-
		Ow	100	(n/100)/(1-	100		Vs-Va
				(n/100))			
1	30,30	14,90	5,96	0,82	18,08	21,92	12,12
2	32,10	13,10	5,24	0,82	18,08	21,92	12,84
3	33,80	3,60	1,44	0,56	14,28	25,72	12,84
4	33,10	1,90	0,76	0,56	14,28	25,72	13,52
5	32,20	2,60	1,04	0,56	14,28	25,72	13,24
6	30,10	3,50	1,40	0,56	14,28	25,72	12,88
7	28,20	7,50	3,00	0,56	14,28	25,72	11,28
8	26,70	5,60	2,24	0,56	14,28	25,72	12,04
9	26,40	9,00	3,60	0,56	14,28	25,72	10,68
Total			24,68		136,12	223,88	<b>111,44</b> L

Tableau 4.2 : Calcul du volume d'eau contenu dans le résidu à l'intérieur du modèle physique juste avant le 18e mouillage.

Avec :

Ow = teneur en eau volumique (%); Oa = teneur en eau volumique (%); n = porosité totale (%); Vt = Volume total (L); Vs = Volume du solide (L); Vv = Volume des vides (L); Va = Volume de l'air (L); Vw = Volume de l'eau (L) et e = indice des vides.



Figure 4-7 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #14, #15 et #16 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

Durant la période du séchage, la teneur en eau volumique a évolué progressivement au fur et à mesure que les cycles avançaient, avec des teneurs en eau volumique inférieures à la fin de la

période du séchage. Cette diminution est exprimée notamment au niveau des couches supérieures; en l'occurrence la couche 9 (la teneur en eau volumique à la fin de la période du séchage baisse d'environ 11 % par rapport au début de la période du mouillage), vue son contact direct avec l'atmosphère ainsi sa teneur en eau est plus affectée par l'évaporation, le séchage et les fissures de dessiccation. Durant les 15 premiers cycles, la teneur en eau volumique des deux premières couches, au fond du modèle physique, a diminué progressivement vers une teneur de l'ordre de 32 %. Par la suite, elle a augmenté à environ 37 % au 22<sup>e</sup> cycle du séchage. Jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage, la couche 3 a montré la teneur en eau volumique la plus élevée à la fin de la période du séchage (environ 38 %) par rapport aux autres couches de pâte. Ceci pourrait s'expliquer par une accumulation d'eau sur les deux couches cimentées.



Figure 4-8 : Profils des teneurs en eau volumique pendant des cycles de mouillage/séchage #18 et #20 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges représentent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.



Figure 4-9 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #22, #24 et #26 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges représentent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

#### 4.2.1.3 Fissures de dessiccation en surface de la couche 9

L'augmentation du volume d'eau drainé en bas du modèle physique peut être contrôlée (en plus des fissurations de surfaces qui disparaissent durant quelques cycles, et des effets de la progression saisonnière) par le développement des fissurations secondaires résultant de l'attaque sulfatique (Deschamps et al., 2008). Les figures 4.10 et 4.11, montrent des photographies prises à la surface de la couche 9 (couche supérieure). Au cours des premiers cycles de mouillage/séchage (figure 4.10), les principales fissurations manifestées en surface s'ouvraient aux mêmes endroits durant la période du séchage et se refermaient en période de mouillage. L'évolution de la valeur du facteur d'intensité des fissurations (FIF) a changé depuis le dépôt de la neuvième couche; le FIF a baissé de 1.48 %; (figure 4.2) à 0,86 % après le premier cycle du séchage et il a décru encore à 0,20 % environ après le sixième cycle. Par la suite, et jusqu'au 14<sup>e</sup> cycle, la valeur de FIF a peu varié, fluctuant entre 0,20 % et 0,30 %. Reflétant ainsi une diminution de l'expression des fissures en surface de la couche 9. À partir du 15<sup>e</sup> cycle, on n'a pu observer des fissurations en surface de la couche 9. Au 19<sup>e</sup> cycle, on a constaté, vers la fin de la période du séchage, l'apparition de quelques fissures vers la partie droite de la surface de la couche 9. Juste après le mouillage, ces fissures se refermaient et elles réapparaissent aux mêmes endroits durant les périodes du séchage.

La précipitation des minéraux secondaires blanchâtres a été notée parfois durant les six premiers cycles en surface de la couche 9, vers la fin de la période du séchage. Ces précipités tendaient à disparaître après chaque mouillage à la suite du processus de dissolution impliquant ces précipités. Ces précipitations n'ont pas été observées après, sauf au 15<sup>e</sup> cycle (figure 4.11) sous forme de précipitations blanchâtres au niveau d'une zone en légère dépression (atour du carottage réalisé en milieu de la durée du test). Ces précipitations ont disparu durant les cycles qui ont suivi. Ceci pourrait s'expliquer par des remontées par évaporation de ces sulfates qui précipitent à la surface.

La couleur de la surface de résidus (surface de couche 9) est devenue rouille, avec le temps, après le dépôt de la couche 9. Cet aspect rouillé a été de plus en plus marqué avec la progression des cycles. Ceci peut indiquer une oxydation des sulfures de fer dans les résidus en pâte, accompagnée d'une précipitation des hydroxydes du fer sachant que les pH sont restés près de la neutralité. Ceci sera mieux étudié après le démantèlement du modèle physique (chapitre 6).



Figure 4-10 : Photographie montrant l'évolution de la surface de la couche 9 (couche supérieure dans le modèle physique), à la fin de la période de séchage, suivant le dépôt de la neuvième couche (D9), et à la fin du 1er, 5e et 9e cycle de mouillage/séchage (C1, C2 et C9 respectivement) (Deschamps 2009).



Figure 4-11 : Photographie de la surface de la couche 9 (couche supérieure dans le modèle), à la fin de la période du séchage du 23<sup>e</sup>, 25<sup>e</sup> et 27<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage (C23, C25 et C27 respectivement).

## 4.2.2 Évolution de la qualité des eaux drainées

### 4.2.2.1 pH, conductivité et Eh

À la suite de chaque cycle de mouillage, les eaux de lixiviation drainées en bas du modèle physique ont fait l'objet d'analyses de pH, de conductivité, de Eh et une analyse chimique multiéléments à ICP-AES. On présente les résultats des analyses précitées depuis le début du test jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle de mouillage (juste avant l'ajout de la 10<sup>e</sup> couche) :

Le pH des eaux recueillies à la suite des lixiviations successives des résidus en pâte, déposés dans le modèle physique après chaque cycle de mouillage à long terme, est resté neutre en fluctuant entre des valeurs comprises entre 6,6 et 8 (figure 4.12). Toutefois, on note une légère baisse des valeurs du pH à partir du 8<sup>e</sup> cycle tout en demeurant neutre, et ce, jusqu'à la fin de l'essai avant le dépôt de la couche cimentée supérieure (le pH au  $27^{e}$  cycle était de 7,02). La conductivité des eaux de lixiviation au début du test a varié de 2000 µmho/cm à 4000 µmho/cm (du 1<sup>er</sup> au 14<sup>e</sup> cycle). À partir du 16<sup>e</sup> cycle, sa valeur a augmenté faiblement (elle a variée de 6000 µmho/cm à 7000 µmho/cm) (figure 4.13). En ce qui concerne les valeurs mesurées du potentiel d'oxydoréduction (Eh), elles sont situées entre 250 et 400 mV (figure 4.14). Une légère augmentation de la valeur de Eh a été notée à partir du 17<sup>e</sup> cycle, juste après elle a rebaissé progressivement pour se stabiliser vers le 21<sup>e</sup> cycle à des valeurs de l'ordre de 400 mV. L'augmentation des valeurs de conductivité et du Eh pourrait être attribuable à l'assèchement de résidu durant le 14<sup>e</sup> cycle (pas d'eau drainée en bas du modèle physique après le 15<sup>e</sup> mouillage), et la restauration progressive de la pâte avec la progression des cycles, ce qui a conduit à une oxydation accompagnée d'une libération plus abondante des éléments chimiques.



Figure 4-12 : Valeurs des pH mesurées dans l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup> cycle).



Figure 4-13 : Valeurs de la conductivité électrique mesurées dans l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup> cycle).



Figure 4-14 : Valeurs de Eh mesurées dans l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup> cycle).

## 4.2.2.2 Évolution des concentrations des éléments chimiques

Les figures 4.15 à 4.18 montrent l'évolution de la concentration chimique des principaux éléments présents dans les eaux de lixiviation recueillies à partir du modèle physique à la suite des rinçages. La concentration en certains éléments chimiques a été faible durant toute la période du test (Al, As, Ba, Bi, Cd, Pb, Sb, Se et Ti) et donc, ne sont pas présentés ici. La concentration en fer a été toujours faible (< 0,728 mg/L), ceci pourrait être attribuable à la précipitation du fer sous forme des hydroxydes à pH neutre. Cette précipitation a été évaluée avec le logiciel MINTEQA2. La base de données MINTEQ a été utilisée, car elle contient un grand nombre de composés contenant des oxydes, hydroxydes et oxyhydroxydes de fer. Le tableau 4.3 représente la susceptibilité de la précipitation de ces composés durant l'essai en modèle physique. On obtient, comme suspecté, des indices de saturation positifs pour des oxydes, hydroxydes et oxyhydroxydes de fer (hématite, magnétite, goethite, ferrhydrite, lépidocrocite).

Les analyses MEB-EDS postdémantèlement qui ont été effectuées sur les échantillons prélevés depuis le modèle physique confirment aussi qu'il y a eu une précipitation des hydroxydes de fer (voir section 6.3).

	Oxydes, hydroxydes		Oxydes, hydroxydes
Échantillon	et oxyhdroxydes de	Échantillon	et oxyhdroxydes de
	fer		fer
Cycle #1		Cycle #15	
Cycle #2		Cycle #16	X
Cycle #3	X	Cycle #17	X
Cycle #4	X	Cycle #18	X
Cycle #5	X	Cycle #19	X
Cycle #6	X	Cycle #20	X
Cycle #7	X	Cycle #21	X
Cycle #8	X	Cycle #22	X
Cycle # 9	X	Cycle # 23	X
Cycle #10	X	Cycle #24	X
Cycle #11		Cycle #25	X
Cycle #12	X	Cycle #26	X
Cycle #13	X	Cycle #27	X
Cycle #14	X		

Tableau 4.3 : Précipitation des oxydes, hydroxydes et oxyhdroxydes de fer dans la modélisation géochimique par le biais du logiciel Vminteq pour les cycles #1 et #27.

La concentration du cuivre a été également faible (< 0,15 mg/l). La proportion du nickel et du zinc dans les eaux de lixiviation a été très faible aussi (< 0,5 mg/L), mais à partir du 16<sup>e</sup> cycle, on a noté une légère augmentation de la concentration du nickel et du zinc qui coïncide par ailleurs avec la montée des valeurs de conductivité électrique, ce qui pourrait être attribuable à la prolongation de la période du séchage. La concentration en zinc s'est rapprochée de la limite de la directive 019 (avec une concentration en zinc de 0,49 mg/L au 26<sup>e</sup> cycle). La concentration en silice est restée faible et constante autour de 16,5 mg/L.



Figure 4-15 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup>). La ligne rouge représente la concentration maximale acceptable par la directive 019.

La concentration en soufre total (vraisemblablement sous forme de sulfates) a augmenté d'une manière progressive de 800 mg/L à 1600 mg/L au 23<sup>e</sup> cycle avant de rebaisser légèrement (figure 4.18-c et d). Cette diminution de la concentration en soufre pourrait être expliquée par le ralentissement de l'oxydation des sulfures dans le tas de résidus. La concentration du calcium dans les eaux de lixiviation a été généralement constante pendant l'étude avec des valeurs qui se situent aux alentours de 500 mg/L (figure 4.16-a et b). La concentration du manganèse a fluctué beaucoup durant le test, elle a eu des valeurs généralement faibles variant du 0,02 mg/L à 1,5 mg/L (figure 4.17-c et d), mais la proportion du magnésium a augmenté continuellement jusqu'au 23<sup>e</sup> cycle (avec des concentrations allant jusqu'à 970 mg/L), ce qui pourrait être attribuable à la dissolution des carbonates et/ou des phases cimentaires (figure 4.17-a et b). À partir du 23<sup>e</sup> cycle,

la quantité du magnésium dans les eaux de lixiviations a légèrement baissé. Cette évolution de concentration est parfaitement proportionnelle à celle du soufre (l'allure de la courbe de l'évolution des concentrations du magnésium a été similaire à celle des sulfates), la diminution de la libération du magnésium à partir du 23<sup>e</sup> cycle pourrait être attribuable à la diminution de l'oxydation du matériel, et donc une diminution du relargage des minéraux neutralisants (précisément le magnésium).



Figure 4-16 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca et de la concentration cumulée de : (b) Ca dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au  $27^{e}$ ).



Figure 4-17 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Mg et (c) Mn, et de la concentration cumulée de : (b) Mg et (d) Mn dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du  $1^{er}$  au  $27^{e}$ ).



Figure 4-18 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca+Mg+Mn, et (c)  $SO_4^{2^-}$ , et de la concentration cumulée de : (b) Ca+Mg+Mn et (d)  $SO_4^{2^-}$  dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 27<sup>e</sup>).

# 4.3 Discussion

## 4.3.1 Évolution du degré de saturation des différentes couches de résidus

Sur les figures 4.19 et 4.20, on présente l'évolution dans le temps de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) de la dernière couche déposée dans le modèle physique (couche 9 non cimentée), de la couche du milieu (couche 5 non cimentée) et de la couche basale cimentée (couche 1 avec 2 % du ciment), et ce, durant les cycles de mouillage/séchage (1, 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24 et 26).

La couche 9 a démontré une augmentation rapide de la teneur en eau volumique durant le mouillage (figure 4.19). Ceci est principalement attribuable à sa position en surface qui l'a permis

un contact direct avec l'eau de mouillage. L'augmentation rapide de la teneur en eau volumique, durant la même période pour les couches 1 et 5, a été moins importante. Cette différence pourrait s'expliquer par une percolation lente attribuable à l'effet du tassement qui permet une réduction de l'expression des fissurations représentant les principaux chemins privilégiés du séchage de l'eau au niveau des couches de résidus en profondeur du modèle.

Suite à la période du mouillage, la teneur en eau maximale a changé beaucoup au progrès des cycles matérialisée sur les graphes (figures 4.19 et 4.20).par un décalage des pics des profils de la teneur en eau. Généralement cette teneur en eau maximale correspond à celle obtenue à la fin du deuxième jour de mouillage pour les couches supérieures, et à un jour après le deuxième mouillage pour les couches inférieures (effet de la percolation lente de l'eau de mouillage). Le décalage des pics pourrait être attribuable à l'évolution des volumes d'eau drainés suite à chaque rinçage. Durant les cycles où on récupère plus d'eau drainée en bas du modèle, la teneur en eau maximale est obtenue alors dans ce cas un jour plus tard.

Durant la période du séchage, l'évolution de la teneur en eau volumique a varié d'une couche à l'autre. Au niveau de la couche 9, la teneur en eau volumique a diminué grandement durant les 7 à 8 premiers jours d'un cycle de mouillage/séchage. Tandis qu'au niveau de la couche du milieu (couche 5), la diminution importante de sa teneur en eau volumique est plus marquée durant les quatre à cinq premiers jours du même cycle. Ceci pourrait être attribuable à l'effet du tassement des couches de résidus durant les périodes de séchage. Les profils de la teneur en eau pour la couche 5 (figure 4.19) montrent une diminution linéaire durant tous les cycles. Contrairement à ceux de la couche 9 qui ne révèlent pas d'évolution linéaire. Toutefois, l'évolution de la teneur en eau volumique de la couche 9 est quasi-similaire durant tous les cycles.

À la fin de la période du séchage, la teneur en eau volumique de la couche 9 a été la plus faible (avec des valeurs variant de 28 % à 30 %, ce qui correspond à un degré de saturation variant de 69 % à 74 % environ). Cette évolution est principalement attribuable à la position de la couche 9 (elle est directement exposée à l'atmosphère, ce qui la rend facilement soumise à des conditions intenses d'évaporation, du séchage et de dessiccation et du drainage du haut vers le bas du tas).



Figure 4-19 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) au niveau de la couche 9 (couche non cimentée en surface du modèle physique), et de la couche 5 (couche non cimentée au milieu du modèle physique) durant les cycles 1, 3, 5, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24 et 26 (C1, C3, C5, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24 et C26 respectivement).

L'évolution de la teneur en eau volumique de la couche 1 a été caractérisée généralement par une augmentation rapide, suivie d'une baisse accélérée avant qu'elle commence une diminution progressive.



Figure 4-20 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) de la couche 1 (couche cimentée à la base du modèle physique) durant les cycles 1, 3, 5, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24 et 26 (C1, C3, C5, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24 et C26 respectivement).

La teneur en eau volumique au niveau de la couche 1 (figure 4.20) a changé au cours de la période du séchage des sept premiers cycles (elle a baissé de 38 % à la fin du premier cycle, ce qui correspond à un degré de saturation de 81 % environ, à 32 % à la fin du 7<sup>e</sup> cycle et donc, à un degré de saturation de 1'ordre de 68 %). Par la suite, la valeur de la teneur en eau volumique a baissé lentement jusqu'au 15<sup>e</sup> cycle pour atteindre 29 % (ce qui équivaut à un degré de saturation d'environ de 62 % environ), ensuite elle a augmenté pour atteindre 35 % (un degré de saturation d'environ 75 %) au bout du 22<sup>e</sup> cycle, et elle a diminué par la suite jusqu'à une valeur de 32 % (ce qui correspond à un degré de saturation d'environ 68 %). Ces variations peuvent s'expliquer, d'une part, par des changements au niveau de la microstructure de la pâte de la couche 1, attribuables principalement à la dissolution du ciment et la formation de fissurations, d'autre part, par la

réactivité des sulfures que contient le résidu : la variation du degré de saturation de la couche 1 a été entre 62 % et 81 % tout au long de cette période de l'essai, ce qui représente un intervalle favorable à une réactivité optimale des sulfures, selon les travaux de Gosselin et al., (2007), Hamdi (2011) et Bouzahzah (2013).

#### 4.3.2 Réactivité chimique des rejets dans le modèle physique

La figure 4.21 montre la courbe d'oxydation-neutralisation de résidus dans le modèle physique. Cette dernière est conçue pour évaluer le potentiel du génération du DMA à long terme, basé sur les résultats d'un test cinétique (Benzaazoua et al., 2004c). La méthode vise à établir le lien entre la libération du soufre (sous forme de sulfates) produit de l'oxydation des sulfures, et le relargage des éléments chimiques issus des réactions de neutralisation (dissolution des minéraux acidivores. La courbe d'oxydation-neutralisation correspondante est une droite avec une pente de 0,3232 (et un  $R^2 = 0,9943$ ) similaire à celles qu'on retrouve dans des résidus miniers (Benzaazoua et al., 2004c ; Villeneuve 2004 ; Bouzahzah 2013). Cette représentation linéaire souligne une liaison des processus de neutralisation à l'aide des carbonates et/ou des phases cimentaires (qui se manifeste par le relargage des éléments chimiques suivants : Ca, Mg et Mn), comme réponse à l'acidité générée par les résidus en oxydant les sulfures en sulfates.

La figure 4.22 montre la projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et les autres éléments représentés sous forme de points isolés (le résidu en pâte non cimentée et la pâte cimentée avec 2 % du ciment) afin de statuer sur le potentiel de génération d'acide à long terme lors de l'essai en modèle physique. Premièrement, la régression linéaire de la courbe Ca+Mg+Mn en fonction de  $SO_4^{2-}$  de l'essai en modèle physique est extrapolée. Deuxièmement, la teneur initiale en soufre total est convertie en ( $SO_4^{2-}$  g) et les teneurs initiales en Ca, Mg et Mn additionnées (aussi converties en g) sont représentées dans le graphique. Le point relatif à la pâte non cimentée se situe clairement au-dessous du prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation et indique un matériau comportant moins de matériaux neutralisants pour neutraliser toute l'acidité produite par l'oxydation des sulfures. Dans ce cas, le matériau sera alors classé comme générateur d'acidité à long terme. Le point représentant la pâte cimentée s'est projeté juste au-dessous de la courbe d'oxydation-neutralisation. Le résidu cimenté se dispose plus d'éléments neutralisants que celui non cimenté, pourtant son potentiel de génération d'acidité est incertain.


Figure 4-21 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans le modèle physique.



Figure 4-22 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai en modèle physique.

#### 4.4 Conclusions

Ce chapitre présente les résultats d'une étude géochimique à l'échelle du laboratoire, évaluant la technique DPS en utilisant un modèle physique de laboratoire. Neuf couches de résidus miniers en pâte potentiellement générateurs d'acidité ont été déposées successivement à l'intérieur du modèle. Les deux premières couches (couches à la base du modèle physique) ont été amendées avec un ciment (2 % de ciment type CP10). Le modèle a été arrosé toutes les quatre semaines avec 40 L d'eau, la durée d'arrosage étant étalée sur deux jours. Dans ce chapitre, on met l'accent sur le comportement géochimique du tas de résidus pendant les cycles de mouillage (du 1<sup>er</sup> jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle) avec notamment le suivi de l'évolution du volume d'eau récupéré à partir du modèle physique à la suite de chaque mouillage, le suivi de la teneur en eau volumique et des fissures de dessiccation durant les cycles de mouillage/séchage ainsi que les résultats des analyses géochimiques effectuées sur les eaux de lixiviation recueillies à partir du modèle physique à la fin des phases de mouillage/drainage relatives à chaque cycle (pH, Eh, conductivité et ICP). À la suite de cette étude, on a pu tirer les conclusions suivantes :

- Le volume d'eau récupéré en bas du modèle physique a connu des variations durant toute la période du test. Du 7<sup>e</sup> au 14<sup>e</sup> cycle, le volume a montré une tendance à s'accroître d'une manière progressive. Une deuxième augmentation progressive a eu lieu du 16<sup>e</sup> au 22<sup>e</sup> cycle et elle a été suivie par une baisse progressive. Ceci pourrait être attribuable à l'expansion des fissurations affectant le résidu en pâte, et/ou par les conditions de température et de l'humidité dans le laboratoire : durant une saison hivernale, le laboratoire est soumis à des conditions plus chaudes et plus sèches induisant un séchage plus prononcé du tas de résidus entre les cycles. On récupère alors moins d'eau drainée en bas du modèle physique à la suite des cycles de mouillages durant une saison d'hiver, en comparaison à une saison d'été. À la suite du 15<sup>e</sup> mouillage, le matériel a été plus sec en raison de la prolongation de la période du séchage qui a précédé ce cycle. Ainsi, aucune eau n'a été drainée en bas du modèle physique ;
- Le volume d'eau drainé en bas du modèle après le premier mouillage semble être contrôlé par les fissures de dessiccation qui s'ouvrent toujours aux mêmes endroits durant la période du séchage et se referment durant la phase de mouillage. Cependant, l'évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique, ainsi que l'évolution des teneurs en

eau volumique durant les cycles qui suivent, démontrent que les fissures de dessiccation contrôlent moins l'infiltration de l'eau. Ceci est expliqué aussi par la diminution du facteur d'intensité des fissurations (FIF) au cours des cycles. Il a baissé de 1,48 % à 0,20 % après le 6<sup>e</sup> cycle. Toutefois, le volume d'eau drainé en bas du modèle physique a démontré des tendances importantes à s'accroître (du 7<sup>e</sup> au 14<sup>e</sup> cycle et du 16<sup>e</sup> au 22<sup>e</sup> cycle) sans que des fissures soient constatées en surface du modèle. Ceci pourrait s'expliquer par la formation des fissurations secondaires invisibles en surface (comme observées par Deschamps et al., 2008), tellement petites qu'elles n'ont pas eu aucun effet notable sur le (FIF), d'où l'importance du démantèlement du modèle physique à la fin de la période du test de mouillage/séchage afin d'apporter plus d'informations dans le but de mieux expliquer le comportement hydrogéologique du résidu dans le modèle (voir chapitre 6) ;

- Au cours de la période de mouillage, la couche 3 (non cimentée) a démontré un comportement proche de celui des couches 1 et 2 (cimentées). Durant la période du séchage, la couche 3 a démontré la teneur en eau volumique la plus élevée, et ce, jusqu'à la fin de la période du séchage. Ceci pourrait s'expliquer par une accumulation d'eau sur les deux couches cimentées ;
- La teneur en eau volumique des couches cimentées a changé vers la fin de la période du séchage. Elle a augmenté pour atteindre 35 % au bout du 22<sup>e</sup> cycle, et elle a décru par la suite jusqu'à une valeur de 32 %. Ceci pourrait être attribuable à un changement au niveau de la microstructure de la pâte cimentée à la suite de l'hydratation du ciment (cette hypothèse sera discutée dans le chapitre 6);
- Durant la période du test, le pH des eaux recueillies en bas du modèle physique, à la suite des cycles des mouillages à long terme, est resté neutre en gardant des valeurs comprises entre 6,6 et 8. Toutefois, on note une tendance progressive à la baisse à partir du 8<sup>e</sup> cycle, tout en restant neutre (la valeur du pH au 27<sup>e</sup> cycle a été de 7,02);
- L'interprétation par extrapolation du test placerait les résidus cimentés étudiés dans la zone d'incertitude par rapport au potentiel de génération d'acidité et les résidus non cimentés dans la zone de génération d'acidité.

Les résultats des paramètres suivis (volume d'eau drainé en bas du modèle physique à la suite de chaque cycle de mouillage, teneur en eau volumique mesurée au niveau de chaque couche de

résidus durant toute la période du test et le suivi de l'évolution de la dessiccation au niveau de la surface de la couche 9) et des analyses effectuées (pH, conductivité, Eh et concentrations des éléments chimiques en solution par ICP-AES), ont permis de suivre le comportement hydrogéologique et géochimique jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage de cette configuration du dépôt de résidus en pâte (dépôt de deux premières couches cimentées avec 2 % de ciment type CP10 à l'intérieur du modèle physique, suivi de sept couches du même résidu non cimenté). Il est donc possible maintenant d'ajouter une dernière couche cimentée à l'empilement de résidus déjà existants, en continuant de suivre les paramètres précités, afin d'étudier l'effet de l'ajout d'une couche couverture cimentée sur le comportement hydrogéologique et géochimique du résidu en pâte (chapitre 5). Toutefois, et comme il a été mentionné précédemment, un démantèlement du modèle physique (chapitre 6) semble nécessaire pour mieux comprendre certains aspects et valeurs obtenus durant le suivi des paramètres et des analyses effectuées (évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique après chaque mouillage, de la teneur en eau volumique et des concentrations des éléments chimiques en solution par ICP-AES).

## CHAPITRE 5 AUTRES CONSIDÉRATIONS D'IMPORTANCE

#### 5.1 Introduction

Au bout du 27<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage, les résultats des paramètres suivis (volume d'eau drainé à partir du modèle physique suite à chaque cycle de mouillage, teneur en eau volumique mesurée au niveau de chaque couche de résidu et le suivi de l'évolution de la dessiccation au niveau de la surface de la couche 9) et des analyses effectuées (pH, conductivité, Eh et concentrations des éléments chimiques en solution par ICP-AES), ont permis de mieux comprendre le comportement hydrogéologique et géochimique avec la configuration adaptée pour le modèle physique (dépôt de deux premières couches résidus épaissis avec de 2 % du ciment type CP10, suivies de 7 couches du même résidu sans aucun ciment ajouté).

Afin de mieux optimiser les avantages environnementaux de la technique des résidus en pâte cimentés (DPS), le dépôt d'une couche couverture de DPS cimentée (2 % du ciment CP10) en haut du modèle physique a été effectué juste avant le début du 28<sup>e</sup> cycle de mouillage. Les résidus ayant servi pour la préparation de la pâte cimentée, étaient les mêmes qui ont été utilisés pour les deux premières couches (section 3.2.1 et 3.2.2). L'ajout d'une couche cimentée en haut du modèle physique jouera un rôle de barrière contre la diffusion de l'oxygène à l'intérieur des résidus, en raison de la réduction de sa perméabilité due au ciment. Par conséquent, l'oxydation du matériel sera limitée, et donc son potentiel de neutralisation demeurera élevé.

Une fois la dernière couche a été déposée, sept cycles de mouillage et de séchage ont été réalisés. Le modèle a été arrosé avec le même volume d'eau que la première partie de cette étude (40 L d'eau). On étudie alors en deuxième partie de ce chapitre l'effet du dépôt de cette couche cimentée sur le comportement géochimique des DPS. En troisième section de ce chapitre, on discute l'effet d'échelle, et ce en comparant les résultats des tests de lixiviation obtenus pour le modèle physique et celle des deux colonnes montées durant les travaux de Deschamps (2009). Les deux colonnes ont la même configuration que le modèle physique, sauf que la première colonne (C0) est sans aucun ciment ajouté, et la deuxième colonne (C1) est avec 2 % du ciment type CP10 ajouté aux mêmes endroits que dans le modèle physique. Les colonnes ont été arrosées avec 2,6 L d'eau du robinet en même temps que le modèle physique a été arrosé. Les tests de lixiviation en colonnes ont été ensuite continués tout comme pour le modèle physique.

#### 5.2 Effet de l'ajout d'une couche couverture de DPS cimentée

Suite au dépôt de la dernière couche (couche 10 cimentée) à l'ensemble du tas dans le modèle physique, le test s'est poursuivi de la même manière que la première partie de cette étude. Dans la présente section, on présente l'effet de l'ajout d'une couche couverture de résidus cimentés au modèle physique en suivant l'évolution des fissures de dessiccation en surface de la dernière couche déposée à l'intérieur du modèle (couche 10) à la fin des cycles de séchage. On montre également l'évolution des teneurs en eau au niveau des différentes couches de résidus dans le modèle, et du volume d'eau récupéré à partir du modèle physique suite à chaque cycle de mouillage (du 28<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle). Enfin, on présentera les résultats des analyses des eaux drainées à partir du modèle, en termes de pH, conductivité, Eh et les concentrations des éléments en solution par ICP-AES.

## 5.2.1 Évolution des propriétés du dépôt

#### 5.2.1.1 Fissures de dessiccation en surface de la couche 10

La figure 5.1 présente une photographie de la surface de la couche 10 en haut du modèle physique après 6h de son dépôt, et la figure 5.2 montre des photographies de la surface de la même couche à la fin des cycles de séchage 28, 29, 31, et 33. D'après ces figures, les principales fissurations qui se manifestent en surface sont les mêmes qui se sont développées juste après 6h du dépôt de la couche 10, et elles ont pris une plus grande ampleur au progrès des cycles. La manière avec laquelle ces fracturations ont été développées en surface de la couche 10, semblent être due à son épaisseur faible (environ 4 cm), ce qui aura par la suite un impact sur le taux d'infiltration de l'eau de rinçage au niveau de la couche 10, la teneur en eau volumique au niveau des couches de résidus, la diffusion de l'oxygène et le potentiel de génération d'acide du matériel par la suite.



Figure 5-1 : Photographie de premières fissurations apparues en surface de la couche 10 après 6h de son dépôt.

Les fissurations affectant la couche 10 se referment en partie en période de mouillage et se rouvrent avec une plus grande ampleur aux mêmes endroits durant la période du séchage et se referment en partie en période de mouillage. Elles semblent contrôler la teneur en eau au niveau de la couche 10, et la percolation de l'eau à son niveau. L'eau de rinçage s'accumulait en surface de la dernière couche déposée et percolait complètement le jour qui suivait, et la surface de la couche 10 apparaissait plus sèche sauf aux alentours des fissures majeures. Ce qui influence par la suite la teneur en eau volumique de la couche 10 qui chute drastiquement le jour qui suit le mouillage.

La précipitation du gypse et des oxydes de fer n'a pas été observée en surface de la couche 10 cimentée sauf, localement aux alentours de certaines fractures.

La couleur de la surface de la couche 10 n'a pas connu un changement notable, elle a gardé sa couleur grisâtre durant toute la période du test. Contrairement à la couche non cimentée (couche 9) durant la première partie de cette étude (la couche 9 a été la dernière couche déposée à l'intérieur du modèle) qui est devenue avec le temps rouillée. Cette différence de couleur pourrait être due à l'effet de l'ajout du ciment à la couche 10.



Figure 5-2 : Photographies montrant l'évolution de la surface de la couche 10 (couche supérieure dans le modèle physique), à la fin de la période du séchage des cycles de mouillage/séchage 28, 29, 31, et 33 (C28, C29, C31 et C33 respectivement).

# 5.2.1.2 Volumes d'eau récupérés en bas du modèle physique

Après le dépôt de la couche 10 cimentée, le volume d'eau récupéré suite à chaque rinçage semble augmenter d'une manière significative (figure 5.3). Cette augmentation de volume d'eau

collectée en bas du modèle physique a été la plus marquée durant toute la période du test (volume d'eau récupéré a atteint 34,578 L après le 33<sup>e</sup> rinçage). Ceci pourrait être dû à l'expansion des fissurations au niveau de la couche 10 qui deviennent avec la progression des cycles, de plus en plus larges, d'une manière à laisser à une plus grande quantité d'eau de s'infiltrer au lieu d'être retenue par la pâte.

Le volume d'eau drainé à partir du modèle physique, semble plus contrôlé par les conditions de température et d'humidité dans le laboratoire et par « *la progression saisonnière* », chose qui se confirme plus au progrès des cycles (voir figure 5.3). Autrement dit, en hiver l'eau se draine moins qu'en été : le laboratoire durant une saison hivernale est soumis à des conditions plus chaudes et plus sèches induisant un séchage plus prononcé du tas de résidus entre les cycles. Ce qui signifie une récupération moins abondante d'eau drainée en bas du modèle physique suite aux cycles de mouillages durant une saison d'hiver que durant une saison d'été.

Au progrès des saisons d'été, on récupère plus d'eau drainée à partir du modèle physique que la saison d'été qui la précède. Le matériel semble retenir moins d'eau avec le temps. Ceci sera mieux expliqué en étudiant l'évolution de la teneur en eau volumique et le degré de saturation dans les couches de résidus.



Figure 5-3 : Volumes d'eau recueillis à partir du modèle physique suite aux lixiviations après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup> cycle). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

# 5.2.1.3 Évolution de la teneur en eau lors des cycles de mouillage/drainage

Dans cette section on présente l'évolution de la distribution de la teneur en eau volumique obtenue lors des cycles de mouillage/séchage postdépôt de la couche cimentée. Ces profils de la teneur en eau volumique sont relatifs aux cycles 28, 30, 32 et 34 respectivement, et ils sont présentés sur les figures (5.4 à 5.6) chaque figure est constituée de deux graphes (a et b) :

Le graphique (a) présente les profils de la teneur en eau juste avant et au cours de la période de mouillage: (1) avant le mouillage (ligne en gras), (2) à la fin du premier mouillage (ligne fine), (3) à la fin du deuxième mouillage (ligne en pointillés).

Le graphique (b) montre les profils de la teneur en eau au cours de la période du séchage: (4) à la fin du deuxième mouillage (ligne en gras), (5) un jour après le second mouillage (ligne fine), (6) 3 jours après le deuxième mouillage (ligne en tiret), (7) 10 jours après le deuxième mouillage (ligne en tiret), (7) 10 jours après le deuxième mouillage (ligne en pointillés), et (8) à la fin de la période du séchage après une trentaine de jours (ligne en point tiret).

Le 28<sup>e</sup> mouillage (figure 5.4), qui correspond au premier rinçage juste après l'ajout de la dernière couche, s'est déroulé en 3 jours au lieu de 2 comme pour les autres cycles de mouillages, afin d'obtenir de meilleurs résultats vis-à-vis la liaison entre la couche 10 fraîchement déposée et les anciennes couches sous-jacentes (notamment la couche 9) ce qui impliquera par la suite une bonne percolation de l'eau de mouillage. Les graphiques (a) et (b) des teneurs en eau présentés pour ce cycle de mouillage/séchage sont un peu différents de ceux des autres cycles :

Le graphique (a) présente les profils de la teneur en eau juste avant et au cours de la période de mouillage: (1) avant le rinçage (trait fin), (2) à la fin du premier rinçage (ligne fine pointillée), (3) avant le début du deuxième rinçage (ligne en tirets et points), (4) à la fin du deuxième rinçage (ligne en gras pointillée), (5) avant le début du troisième rinçage (trait gras) et (6) à la fin du troisième rinçage (ligne en tirets gras et large).

Le graphique (b) montre les profils de la teneur en eau au cours de la période du séchage: (7) à la fin du troisième rinçage (ligne en pointillée), (8) un jour après le troisième rinçage (ligne en tirets et points), (9) 5 jours après le troisième rinçage (trait gras) et (10) à la fin de la période du séchage (ligne fine continue).

Le 34<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage est le dernier cycle effectué durant cet essai. Le démantèlement du modèle physique a eu lieu au milieu du 34<sup>e</sup> séchage. Ainsi, la présentation graphique de l'évolution de la teneur en eau volumique durant la période de séchage de ce cycle est un peu différente par rapport aux autres cycles qui le précèdent : sur le graphique (b) du 34<sup>e</sup> cycle, le numéro (8) correspond aux 14 jours après le deuxième mouillage (ligne en point tiret).

Sur les figures 5.4 à 5.6, l'allure des profils des teneurs en eau volumique a été changée par rapport à celle obtenue sur la section (4.2.1.2). Les profils sont devenus de plus en plus proches, ce qui révèle une saturation et une désaturation lentes de la pâte. La couche cimentée déposée en haut du modèle physique semble jouer un rôle de couche protectrice contre l'évaporation pour les couches sous-jacentes.



Figure 5-4 : Profils des teneurs en eau volumique pendant le 28<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

Durant la période de mouillage, parfois un jour après le deuxième rinçage, la teneur en eau de la couche 10 cimentée est la plus élevée. La teneur en eau volumique de la couche 10 augmente rapidement juste après le premier mouillage et atteint jusqu'à 69 %. Cette teneur en eau ne persiste pas jusqu'au lendemain du premier rinçage et baisse jusqu'à une teneur de 30 % environ. Ceci pourrait être dû au réseau de fissuration développé en surface de la couche 10, ce qui augmente le taux du drainage à son niveau. Suite au deuxième mouillage, la teneur en eau volumique de la couche 10 augmente rapidement pour atteindre des valeurs comprises entre (53

et 66 %), cette valeur persiste parfois jusqu'au deuxième jour qui suit le premier mouillage (39 à 59 %). Ceci concorde parfaitement avec les observations visuelles, durant le rinçage où on a noté une accumulation de l'eau de mouillage en surface du modèle physique durant la période de mouillage. Cette couche d'eau accumulée en surface du modèle disparaît au premier jour après chaque rinçage. La couche 10 devient alors plus sèche sauf au niveau des fractures majeures qui l'affectent (chemins de percolation de l'eau de mouillage). Durant toute la période du séchage la teneur en eau de la couche 10 devient quasi-constante (environ 30 %).

La teneur en eau volumique à la fin de la période de mouillage et de séchage des trois couches déposées juste au-dessus des deux premières couches cimentées du fond (3, 4 et 5) est demeuré plus élevée. Ceci pourrait être expliqué par : (i) l'action du ciment (2 %) dans les deux couches basales, qui peut avoir changé la microstructure de la pâte, avec la possibilité de dissoudre les composés du ciment. (ii) l'effet du tassement de ces couches, ce qui peut diminuer la porosité à leurs niveaux et cicatriser des chemins préférentiels pour le drainage de l'eau. (iii) le dépôt de la couche cimentée en haut du modèle physique, qui protège la pâte des couches sous-jacentes contre l'évaporation et qui influence leur microstructure et leurs propriétés de rétention d'eau. Les couches 3, 4 et 5 (non cimentées) ont montré la teneur en eau volumique la plus élevée durant toutes les périodes du séchage (38 à 42 %). Ceci pourrait être expliqué par une accumulation d'eau sur les deux couches cimentées. Ce qui pourrait être expliqué par une volumique a évolué progressivement durant tous les cycles vers une teneur en eau volumique inférieure à la fin du cycle du séchage. Cette diminution est exprimée notamment au niveau des couches supérieures non cimentées.

La teneur en eau volumique des couches supérieures non cimentées augmente immédiatement et grandement juste après le premier rinçage (leur teneur en eau volumique augment d'une valeur de 4 à 7 %). En comparaison avec celle des premières couches qui accroît, mais d'une manière moins marquée que celle des couches supérieures.

La teneur en eau maximale correspond à la fin du premier rinçage, et dure jusqu'à 2 jours après le premier rinçage. Ces résultats conviennent entièrement avec les observations visuelles durant les cycles de mouillage/séchage: on a observé que la quantité d'eau libre restant après chaque rinçage sur le haut du modèle semble augmenter au cours du rinçage.

La teneur en eau des neuf premières couches ne semble pas trop changer après la fin du premier et du deuxième jour de mouillage. Ceci pourrait être expliqué par une percolation lente de l'eau durant le mouillage.

Durant la période du séchage, la teneur en eau volumique a évolué progressivement au fur et à mesure que les cycles de séchage avancent avec des teneurs en eau volumiques inférieures à la fin de la période du séchage. Cette diminution est exprimée notamment au niveau des couches supérieures non cimentées.



Figure 5-5 : Profils des teneurs en eau volumique pendant le 30<sup>e</sup> cycle de mouillage/séchage : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

Depuis le dépôt de la couche cimentée, plus les cycles avancent, plus la teneur en eau volumique pour toutes les couches de résidus à la fin de la période du séchage, évolue vers une teneur en eau volumique légèrement supérieure à celle mesurée à la fin du cycle du séchage qui la précède. Ceci est noté surtout au niveau des couches supérieures non cimentées. Ce qui pourrait être expliqué par une saturation progressive du tas depuis l'ajout de la couche 10. Cette dernière a joué alors un rôle de couverture protectrice de l'ensemble des couches de résidus dans le modèle physique contre l'évaporation et la désaturation rapides.



Figure 5-6 : Profils des teneurs en eau volumique pendant les cycles de mouillage/séchage #32 et #34 : (a) pendant la période de mouillage et (b) pendant la période de séchage. Les flèches rouges montrent le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

La figure 5.7 illustre la saturation progressive du tas de résidus dans le modèle physique depuis l'ajout de la couche 10, elle présente ainsi l'évolution de la teneur en eau volumique au niveau de toutes les couches de résidus dans le modèle physique juste avant les cycles 28, 30, 32 et 34. Du 28<sup>e</sup> au 32<sup>e</sup> cycle le tas a subi une saturation progressive, mais du 32<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle la teneur en eau volumique n'a pas connu de changement considérable.



Figure 5-7 : Évolution de la teneur en eau volumique au niveau de toutes les couches de résidus dans le modèle physique juste avant les cycles 28, 30, 32 et 34. La flèche rouge montre le sens de l'évolution des teneurs en eau volumique.

### 5.2.2 Qualité des eaux drainées

#### 5.2.2.1 pH, conductivité et Eh

L'eau drainée à partir du modèle physique suite à chaque cycle de mouillage est analysée en termes de pH, conductivité, Eh et analyse chimique multiéléments à ICP-AES. Dans ce qui suit, on présente les résultats des analyses précitées depuis le dépôt de la couche 10 cimentée jusqu'à la fin de l'essai en modèle physique.

L'ajout de la couche cimentée en haut du modèle physique a permis de maintenir le pH neutre tel que montre la figure 5.8 (pH compris entre 6,82 et 7,32). D'une manière générale, depuis le début du test, le pH a été toujours neutre (pH compris entre 6,63 et 8,17)

La conductivité électrique des eaux de lixiviation a montré une tendance générale à s'accroître jusqu'au  $23^{e}$  cycle (7110 µmho/cm) pour décroître graduellement après (figure 5.9). Suite au dépôt de la couche 10, la valeur de la conductivité s'est stabilisée durant les deux premiers cycles de mouillage séchage (environ 5800 µmho/cm), par la suite elle a baissé continuellement pour atteindre 4750 µmho/cm à la fin du test. Cette baisse pourrait être expliquée par une diminution



de la charge minérale dans les eaux de lixiviations. La couche 10 semble jouer alors un rôle

Figure 5-8 : Valeurs mesurées de pH de l'eau collectée à partir du modèle physique après chaque cycle de mouillage/séchage. La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-9 : Valeurs mesurées de la conductivité électrique de l'eau collectée à partir du modèle physique après chaque cycle de mouillage/séchage. La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

Les valeurs mesurées du potentiel d'oxydoréduction Eh (figure 5.10), ont changé beaucoup depuis le début du test jusqu'au démantèlement (229 mV à 480 mV). L'évolution de Eh a révélé une augmentation de ses valeurs au début et au milieu de l'essai en modèle physique. Après l'ajout de la couche 10, on a noté une augmentation des valeurs de Eh également.



Figure 5-10 : Valeurs mesurées de Eh de l'eau collectée à partir du modèle physique après chaque cycle de mouillage/séchage. La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

## 5.2.2.2 Évolution des concentrations des éléments chimiques

Dans cette section, on mettra l'accent plus sur l'évolution de la quantité des principaux éléments présents dans les eaux de lixiviation recueillis après chaque rinçage, suite au dépôt de la couche 10 cimentée en haut du tas de résidus dans le modèle physique (figure 5.11 à 5.13). La concentration en certains éléments chimiques a été faible durant toute la période du test (Al, As, Ba, Bi, Cd, Pb, Sb, Se et Ti) et donc n'est pas présentée ici.

La concentration en métaux a connu une baisse suite au dépôt de la couche 10 cimentée. Cette évolution pourrait être due à la dissolution du ciment et à l'augmentation de l'alcalinité dans les résidus. La concentration en fer jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle a été faible (de 0,62 mg/L à 0,728 mg/L). Après l'ajout de la couche cimentée en haut du modèle physique, la quantité du fer a décru encore pour atteindre 0,075 mg/L après le 34<sup>e</sup> rinçage. Cela pourrait être expliqué par la

précipitation du fer sous forme des hydroxydes de fer dans la pâte. Ceci a été également prouvé par la modélisation chimique réalisée par le biais du logiciel MINTEQA2 tel que montre le tableau 5.1. On obtient tel que suspecté des indices de saturation positifs pour des oxydes, hydroxydes et oxyhydroxydes de fer (hématite, magnétite, goethite, ferrhydrite, lépidocrocite).

La concentration en cuivre a été faible (< 0,025 mg/l). La proportion du nickel et du zinc dans les eaux de lixiviation a été très faible aussi (< 0,5 mg/L), ils ont montré ainsi une tendance à une baisse suite au dépôt de la couche 10 cimentée. La concentration en silice est restée faible et inférieure 16,5 mg/L.

L'ajout de la couche 10 a favorisé une légère augmentation de la proportion des sulfates durant les deux premiers cycles qui suivent le dépôt de la dernière couche pour atteindre 4200 mg/L. Ensuite, et jusqu'à la fin du test, la quantité des sulfates dans les eaux de lixiviation a baissé progressivement jusqu'à une concentration de 2950 mg/L au dernier cycle. Par contre, le dépôt de la couche cimentée a produit une légère augmentation de la concentration en calcium (maximum 592 mg/L au dernier cycle). Mais, la concentration en magnésium a baissé continuellement après l'ajout de la couche 10. La concentration en manganèse a diminué également après l'ajout de la dernière couche 10.



Figure 5-11 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique suite à chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge horizontale représente la concentration maximale acceptable par la directive 019, et la ligne rouge verticale indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-12 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca, (c) Mg, et (e) Mn, et de la concentration cumulée de : (b) Ca, (d) Mg et (f) Mn dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique suite à chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-13 : Évolution de la concentration instantanée en : (a) Ca+Mg+Mn et (c) Sulfates et de la concentration cumulée de : (b) Ca+Mg+Mn et (d) Sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique suite à chaque mouillage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

Échantillon	oxydes, hydroxydes et oxyhdroxydes de Fe
Lixiviation #28	X
Lixiviation #29	X
Lixiviation #30	X
Lixiviation #31	X
Lixiviation #32	X
Lixiviation #33	X
Lixiviation #34	X

Tableau 5.1 : Précipitation des oxydes, hydroxydes et oxyhdroxydes de fer prédite par la modélisation géochimique par le bai du logiciel Vminteq pour les cycles #28 et #34.

## 5.2.3 Évolution du degré de saturation des différentes couches de résidus

Sur les figures (5.14 à 5.16), on présente l'évolution dans le temps de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) de la couche 9 non cimentée, la couche du milieu (couche 5 non cimentée) et la couche basale cimentée (couche 1 avec 2 % du ciment). Et ce, durant les cycles de mouillage/séchage (1, 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24, 26,29, 31 et 33).

Suite au dépôt de la couche 10 cimentée en haut du modèle physique, l'évolution de la teneur en eau volumique au niveau du résidu, a montré une désaturation progressive de la pâte en comparaison des cycles antérieurs. La couche 9 a montré une augmentation rapide de la teneur en eau volumique durant le mouillage (figure 5.14). Cette augmentation de la teneur en eau volumique durant la même période a été moins marquée pour les couches 1 et 5. Cette différence pourrait être expliquée par une percolation lente vers les couches au milieu et à la base du modèle, due à l'effet du tassement qui permet une réduction de l'expression des fractures représentant les principaux chemins privilégiés du séchage de l'eau au niveau des couches de résidu en profondeur du modèle.

Durant la période du séchage, l'évolution de la teneur en eau volumique a varié d'une couche à l'autre. Au niveau de la couche 9, la teneur en eau volumique a diminué grandement durant les 7 à 8 premiers jours d'un cycle de mouillage/séchage, suivie d'une décroissance quasi-linaire. Tandis qu'au niveau de la couche du milieu (couche 5), la teneur en eau volumique diminue d'une manière linéaire durant tous les cycles qui suivent le dépôt de la couche 10 reflétant ainsi une saturation des couches non cimentées au milieu du modèle suite au dépôt de la couche couverture cimentée.



Figure 5-14 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) au niveau de la couche 9 (couche non cimentée vers la surface du modèle physique) durant les cycles 1, 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 29, 31 et 33 (C1, C3, C5, C7, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24, C26, C29, C31 et C33 (respectivement).

À la fin de la période du séchage, la teneur en eau volumique de la couche 5 a été la plus élevée (avec des valeurs variant de 38 % à 41,5 % ce qui correspond à un degré de saturation variant de 95 % à 102 % environ) ce qui ne représente pas un intervalle favorable à une réactivité optimale des sulfures selon les travaux de Gosselin et al., (2007), Hamdi (2011) et Bouzahzah (2013).



Figure 5-15 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) au niveau de la couche 5 (couche non cimentée au milieu du modèle physique) durant les cycles 1, 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 29, 31 et 33 (C1, C3, C5, C7, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24, C26, C29, C31 et C33 (respectivement).

L'évolution de la teneur en eau volumique de la couche 1 à la base du modèle physique, a été quasi-similaire à celle de la couche 9 (vers la surface du modèle). Ceci est dû principalement au drainage à la base du modèle. En réalité -sur le terrain-, l'évolution de la teneur en eau volumique au niveau de la couche 1 sera plus proche à celle de la couche 5 que la couche 9. Parce que sur le terrain il n'y aura pas du drainage en dessous de la couche 1, cette dernière gardera ainsi le maximum de saturation en comparaison des autres couches sus-jacentes.



Figure 5-16 : Évolution de la teneur en eau volumique (et du degré de saturation estimé) de la couche 1 (couche cimentée à la base du modèle physique) durant les cycles 3, 5, 7, 9, 11, 14, 15, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 29 et 33 (C3, C5, C7, C9, C11, C14, C15, C16, C18, C20, C22, C24, C26, C29 et C33 ( respectivement).

## 5.2.4 Réactivité des rejets compacts dans le modèle physique

La courbe d'oxydation-neutralisation des rejets dans le modèle physique pour la période suivant le dépôt de la couche 10 cimentée (figure 5. 17) est une droite avec une pente de 0,3162 (et un  $R^2 = 0,9398$ ). La pente est similaire à celles qu'on retrouve dans des résidus miniers (Benzaazoua et al., 2004c ; Villeneuve 2004 ; Bouzahzah 2013), et légèrement plus faible que celle obtenue pour les rejets du modèle depuis le début du test jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle (juste avant le dépôt de la couche 10) qui est de 0,3232. Le changement de la pente pourrait être dû à la diminution de l'oxydation des sulfures et à la dissolution du ciment, ce qui implique une augmentation du pouvoir neutralisant du rejet.

La figure 5.18 présente la courbe d'oxydation-neutralisation élaborée pour les rejets dans le modèle physique après le dépôt de la couche 10 cimentée. La courbe est une droite avec une

pente de 0.3285 (et un  $R^2 = 0.9879$ ). Cette représentation linéaire souligne une liaison des processus de neutralisation à l'aide des carbonates et/ou des phases cimentaires (qui se manifeste par le relargage des éléments chimiques suivants : Ca, Mg et Mn) comme réponse à l'acidité générée par les résidus en oxydant les sulfures en sulfates. La figure 5.19 montre la projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et les autres éléments représentés sous forme de points isolés (le résidu en pâte non cimenté et la pâte cimentée avec 2 % du ciment) afin de prédire le potentiel de génération d'acide des rejets dans le modèle physique durant la période qui suit l'ajout de la couche 10 cimentée. Premièrement, la régression linéaire de la courbe Ca+Mg+Mn en fonction des sulfates de l'essai en modèle physique est extrapolée. Deuxièmement, la concentration initiale en soufre total est convertie en (sulfates g) et les concentrations initiales en calcium, magnésium et manganèse additionnées (aussi converties en g) sont représentées dans le graphique. Le point relatif à la pâte non cimentée se situe clairement au-dessous du prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation indique un matériau comporte moins de matériaux neutralisants pour neutraliser toute l'acidité produite par l'oxydation des sulfures. Dans ce cas, le matériau sera alors générateur d'acidité à long terme. Le point représentant la pâte cimentée s'est projeté sur la courbe d'oxydation-neutralisation. Ceci signifie que le résidu à pouvoir de génération d'acide incertain.

La projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et les autres éléments représentés sous forme de points isolés (le résidu en pâte non cimenté et la pâte cimentée avec 2 % du ciment) sont présentés sur la figure 5.20, et ce, dans le but de statuer sur le potentiel de génération d'acide à durant toute la période de l'essai en modèle physique. Le point relatif à la pâte non cimentée se situe clairement au-dessous du prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation indique un matériau comporte moins de matériaux neutralisants pour neutraliser toute l'acidité produite par l'oxydation des sulfures. Dans ce cas, le matériau sera alors classé comme générateur d'acidité à long terme. Le point représentant la pâte cimentée s'est projeté juste au-dessous de la courbe d'oxydation-neutralisation. Ceci signifie qu'à long terme le potentiel de génération d'acide relatif au résidu cimenté est incertain.



Figure 5-17 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans le modèle physique avant et après le dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-18 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans le modèle physique durant toute la période de l'essai.



Figure 5-19 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai en modèle physique (pour la période qui suit le dépôt de la couche 10 cimentée).



Figure 5-20 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai en modèle physique.

#### 5.3 Effet d'échelle

Afin de mieux comprendre le comportement géochimique des DPS, il a été nécessaire d'étudier ce comportement à une échelle différente. Pour ce faire, deux colonnes ont été réalisées avec le même matériel et avec la configuration suivante (tel que cela a été décrit dans la section 3.3.1) : (i) la colonne C0 représente la même configuration que le modèle physique, mais sans aucun ciment ajouté, et (ii) la colonne C1 représente la même configuration que le modèle physique avec le même pourcentage du ciment ajouté aux mêmes endroits.

À partir du 16<sup>e</sup> cycle, l'eau récupérée à partir des colonnes suite aux cycles de mouillage, a été mesurée et analysée après chaque rinçage, en termes de pH, Eh, conductivité, et analyse de la composition élémentaire par ICP-AES.

Dans ce qui suit, une description des résultats des analyses précitées suivant deux présentations : (i) comparaison des résultats des paramètres mesurés et des analysés effectuées entre ceux obtenus à partir de la colonne C0 et ceux obtenus à partir de la colonne C1. Ceci est pour mieux comprendre l'effet de l'ajout du ciment au résidu étudié. (ii) comparaison des résultats des paramètres mesurés et des analysés effectuées entre ceux obtenus à partir de la colonne C1 et ceux obtenus à partir du modèle physique (boîte de taille intermédiaire) et ce, afin d'étudier l'effet d'échelle.

#### 5.3.1 Évolution des volumes d'eau récupérés en bas des modèles physiques

L'évolution du volume d'eau drainée à partir des deux colonnes C0 et C1 (figure 5.21) avant l'ajout de la couche 10 en haut du tas des résidus dans chaque colonne a été généralement similaire au niveau des deux colonnes C0 et C1, du point de vue volume et allure de la courbe de l'évolution du volume d'eau drainée.

Une fois la dernière couche a été déposée à l'intérieur des colonnes (couche de résidu sans aucun ciment ajouté dans la colonne C0 et couche de résidu avec 2 % de ciment CP10 dans la colonne C1), le volume d'eau récupéré après chaque rinçage semble augmenter d'une manière significative. Cette augmentation de volume d'eau a été nettement plus marquée au niveau de la colonne C1 que la colonne C0. L'évolution du volume d'eau drainée à partir du modèle physique et de la colonne C1 est grandement proportionnelle.

La croissance du volume d'eau drainée notée au niveau de la colonne C1 suite au dépôt de la couche 10 pourrait être due à une expansion plus importante de fissures au niveau de la colonne C1 que la colonne C0. Ces fissurations semblent prendre de l'ampleur avec la progression des cycles de mouillage/séchage. Toutefois, l'évolution du volume d'eau drainée à partir des deux colonnes C0 et C1 semble être principalement contrôlée par l'effet de la progression saisonnière (tel que c'est le cas du modèle physique à taille intermédiaire, voir figure 5.3).



Figure 5-21 : Volumes d'eau recueillis à partir des colonnes C0 et C1 suite aux lixiviations après chaque cycle de mouillage/séchage (du 1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup> cycle). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

## 5.3.2 Qualité des eaux drainées

### 5.3.2.1 pH, conductivité et Eh

La figure 5.22-a, montre l'évolution du pH des eaux de lixiviations récoltées à partir des deux colonnes C0 et C1 du 16<sup>e</sup> au dernier cycle de mouillage et séchage. Les résultats montrent que l'évolution du pH des deux colonnes a été quai similaire durant toute la période du test. Après le 17<sup>e</sup> cycle, le pH a été maintenu supérieur à 8. Cependant, l'évolution du pH des eaux de lixiviation récupérées à partir du modèle physique (figure 5.22-b) montre que les valeurs du pH sont légèrement inférieures (pH a varié du 6,6 à 7,6 pour la même période) que ceux obtenus pour les eaux drainées à partir de la colonne C1.

Les valeurs mesurées de la conductivité électrique (figure 5.23) pour les eaux collectées à partir de la colonne sans ciment ajouté ont été supérieures à celles de la colonne cimentée localement, en l'occurrence après l'ajout de la couche 10 (la conductivité électrique a varié entre 3000 et 13700 µmho/cm au niveau de la colonne C0 et entre 4000 et 12000 µmho/cm au niveau de la colonne C1 entre 4000 et 12000 µmho/cm au niveau de la colonne C1 entre 4000 et 12000 µmho/cm au niveau de la colonne C1). Et les valeurs mesurées de la conductivité pour la colonne C1 ont été généralement supérieures à celles obtenues pour les eaux drainées à partir du modèle physique. Ainsi, les résultats de la conductivité des deux colonnes ont été durant la plupart des cycles, supérieurs à celles du modèle physique (la conductivité a varié entre 4500 et 7000 µmho/cm durant la même pour le modèle physique). Cette différence pourrait être expliquée par une réactivité plus élevée au niveau des colonnes que dans le modèle physique.

Les valeurs mesurées du potentiel d'oxydoréduction (Eh) au niveau des colonnes C0 et C1 et au niveau du modèle physique (figure 5.24), ont été quasi-similaires. Elles ont varié entre 300 et 500 mV.



Figure 5-22 : Valeurs mesurées de pH de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-23 : Valeurs mesurées de la conductivité électrique de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.



Figure 5-24 : Valeurs mesurées de Eh de l'eau collectée après chaque cycle de mouillage/séchage : (a) à partir des colonnes C0 et C1 et (b) à partir du modèle physique et de la colonne C1 La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

## 5.3.2.2 Évolution des concentrations des éléments chimiques

Les figures 5.25, et 5.26 présentent l'évolution de la concentration des principaux éléments présents dans les eaux de lixiviation recueillis à partir des colonnes C0 et C1 après chaque cycle de mouillage. La concentration en certains éléments chimiques a été faible durant toute la période

du test (Al, As, Ba, Bi, Cd, Pb, Sb, Se et Ti) et donc n'est pas présentée ici. L'évolution de la concentration de certains métaux est quasi-similaire entre les deux colonnes, surtout pour le cas du cuivre et zinc.

La concentration en fer est généralement supérieure en C0 qu'en C1. La quantité du fer en C0 a même dépassé la directive 019 avec une concentration de 4,33 mg/L, alors que la proportion en nickel dans C1 a été plus élevée en C1 qu'en C0. Sa concentration a dépassé la directive 019 avec des valeurs croissantes continuellement de 0,56 à 0,89 mg/L environ, et ce, avant l'ajout de la couche 10 cimentée. Par contre, après le dépôt de la dernière couche, la quantité du nickel dans les eaux de lixiviations recueillies à partir de la colonne C1 a diminué progressivement depuis des valeurs proches de la directive 019 (0,56 à 0,49 mg/L) pour atteindre finalement 0,21 mg/L à la fin du test. Cette différence d'évolution de concentration en fer et en nickel entre les deux colonnes pourrait être expliquée par une réactivité plus élevée dans C1 que dans C0. L'oxydation du nickel dans C1 plus que dans C0. La concentration en silice au niveau de C0 a connu une augmentation continue de 13 à 24 mg/L avant le dépôt de la couche 10. Alors qu'après l'ajout de la couche 10, la concentration en silice a augmenté de 5 à 20 mg/L avant le dépôt de la couche 10 avant le dépôt de la couche 10 à 17 mg/L.

La concentration en sulfates a augmenté d'une manière progressive au niveau de la colonne C1 de 4600 mg/L à 10500 mg/L juste avant l'ajout de la couche 10. Et elle a augmenté de 6500 mg/L à 14200 mg/L juste avant le dépôt de la couche 10. Après l'ajout de la couche 10, cette évolution a été changée. La concentration en sulfates a diminuée continuellement au niveau des deux colonnes, mais elle a diminué plus au niveau de la colonne C1 (de 9300 à 3300 mg/L pour C1, et de 13000 à 8800 mg/L pour C0). L'évolution de la concentration en sulfate pour les deux colonnes C0 et C1 est similaire à celle du magnésium (l'allure des courbes des sulfates et magnésium sont similaire pour les deux colonnes C0 et C1 (sa valeur a été aux alentours de 500 mg/L durant toute la période du test). L'évolution du manganèse a varié entre 6 et 9,5 mg/L durant toute la période de l'essai. Alors qu'au niveau de la colonne C1, la concentration en



manganèse a augmenté continuellement de 3,3 à 7,7 mg/L, et puis elle a diminué progressivement juste avant l'ajout de la couche cimentée jusqu'à la fin du test.

Figure 5-25 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir des deux colonnes C0 et C1, suite à chaque mouillage (du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge horizontale représente la concentration maximale acceptable par la directive 019, et la ligne rouge verticale indique le moment du dépôt de la couche 10.


Figure 5-26 : Évolution de la concentration en : (a) Ca, (b) Mg, (c) Mn, (d) Ca+Mg+Mn et (e) sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir des deux colonnes C0 et C1 suite à chaque mouillage (du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

L'évolution de la concentration des éléments chimiques dans les eaux de lixiviations récoltées à partir du modèle physique (taille intermédiaire) et de la colonne C1 (même configuration que le modèle physique à une échelle plus petite) est représentée sur les figures 5.27 et 5.28. En ce qui concerne les métaux, l'évolution de la concentration en fer et en cuivre a été quasi-similaire dans les deux cas (modèle et colonne). Par contre, la concentration en zinc a été supérieure dans le cas du modèle physique surtout durant la période qui précède l'ajout de la couche cimentée. Une fois la couche 10 a été déposée, l'évolution de la proportion en zinc dans les eaux de lixiviations drainées à partir du modèle a été proche de celle drainée à partir et de la colonne. Pour ce qui est de la concentration en nickel dans les deux échelles, dans le cas de C1 la concentration en nickel a été physique. Ceci pourrait être expliqué par une réactivité plus prononcée dans la colonne C1 et une substitution du nickel dans les sulfures.

La concentration en sulfates a été différente dans les deux modèles. Dans le cas de la boîte à taille intermédiaire, la proportion des sulfates dans les eaux de lixiviations drainées a varié entre 4000 et 3000 mg/L, tout en montrant une tendance à se décroître après le dépôt de la couche cimentée. Par contre dans le cas de la colonne C1, la concentration en sulfates a augmenté d'une manière progressive de 4600 mg/L à 10500 mg/L juste avant l'ajout de la couche 10. Après le dépôt de la couche 10, cette évolution a été changée. La concentration en sulfates a diminué continuellement de 9300 à 3300 mg/L. L'évolution de la concentration en sulfates pour les deux modèles est similaire à celle du magnésium (l'allure des courbes des sulfates et magnésium sont similaire pour les deux modèles respectivement). L'évolution de la concentration en calcium est quasisimilaire pour les deux modèles (sa valeur a été aux alentours de 500 mg/L durant toute la période du test). L'évolution de la proportion du manganèse a été différente pour les deux modèles. Au niveau de la boîte à taille intermédiaire, la concentration en manganèse a varié entre 0,17 et 0,57 mg/L du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup>. Alors qu'au niveau de la colonne C1, la concentration en manganèse a augmenté continuellement de 3,3 à 7,7 mg/L par la suite, elle a diminué progressivement juste avant l'ajout de la couche cimentée jusqu'à la fin du test. Cette évolution des concentrations des sulfates et des minéraux (Ca, Mg et Mn) pourrait être expliquée par une réactivité plus élevée dans C1 que dans le modèle physique matérialisée par un relargage plus important des sulfates et des minéraux neutralisants.



Figure 5-27 : Évolution de la concentration en : (a) Fe, (b) Cu, (c) Zn et (d) Ni, dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique et de la colonne C1, suite à chaque mouillage (du1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge horizontale représente la concentration maximale acceptable par la directive 019, et la ligne rouge verticale indique le moment du dépôt de la couche 10.



Figure 5-28 : Évolution de la concentration en : (a) Ca, (b) Mg, (c) Mn, (d) Ca+Mg+Mn et (e) sulfates dans les eaux de lixiviations recueillies à partir du modèle physique et de la colonne C1, suite à chaque mouillage (du1<sup>er</sup> au 34<sup>e</sup>). La ligne rouge indique le moment du dépôt de la couche 10 cimentée.

## 5.3.3 Réactivité des rejets compacts dans les deux colonnes Co et C1

La courbe d'oxydation-neutralisation des rejets dans la colonne C0 (figure 5.29) est une droite avec une pente de 0,2786 (et un  $R^2 = 0,9932$ ), et celle de la colonne C1 (figure 5.30) est une droite avec une pente légèrement plus faible d'une valeur de 0,2629 (et un  $R^2 = 0,9739$ ). Cette différence pourrait être expliquée par la dissolution du ciment dans la colonne C1 et la libération des phases neutralisantes. Alors que dans le modèle physique (la boîte de taille intermédiaire) pour la même période (du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle) est une droite avec une pente de 0,3211 (et un  $R^2 = 0,9699$ ).

Les figures 5.31, 5.32 et 5.33, montrent la projection de la courbe d'oxydation-neutralisation des rejets dans la colonne C0, la colonne C1 et la boîte de taille intermédiaire respectivement; ainsi que les autres éléments représentés sous forme de points isolés (le résidu en pâte non cimenté et la pâte cimentée avec 2 % du ciment). Dans le cas de la colonne C0, le point relatif à la pâte non cimentée se situe légèrement au-dessous du prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation révélant ainsi un rejet ayant un potentiel de générateur d'acide incertain à long terme. Au niveau de la colonne C1, le point relatif à la pâte non cimentée se situe sur le prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation, son potentiel de génération d'acidité est alors incertain. Le point représentant la pâte cimentée s'est projeté audessus de la courbe d'oxydation-neutralisation. Ceci signifie qu'à long terme le résidu cimenté ne sera pas générateur d'acide. Dans le cas de la boîte de taille intermédiaire, le point relatif à la pâte non cimentée se situe clairement au-dessous du prolongement de la régression de la courbe d'oxydation-neutralisation indique un matériau générateur d'acidité. Le point représentant la pâte cimentée s'est projeté juste au-dessous de la courbe d'oxydation-neutralisation. Ceci signifie qu'à long terme le potentiel de génération d'acide relatif au résidu cimenté est incertain. La différence entre la projection des points relatifs au résidu en pâte non cimenté et au résidu en pâte cimentée dans la colonne C1 et la boîte de taille intermédiaire pourrait être expliquée par une réactivité plus élevée dans C1 que dans la boîte de taille intermédiaire matérialisée par un relargage plus important des sulfates et des minéraux neutralisants.



Figure 5-29 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la colonne C0 durant la période du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle.



Figure 5-30 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la colonne C1 durant la période du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle.



Figure 5-31 : Courbe d'oxydation-neutralisation élaborée à partir du comportement géochimique des rejets dans la boîte de taille intermédiaire durant la période du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle.



Figure 5-32 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la colonne C0.



Figure 5-33 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la colonne C1.



Figure 5-34 : Projection de la courbe d'oxydation-neutralisation et de la composition des rejets correspondants à l'essai de la boîte de taille intermédiaire durant la période du 16<sup>e</sup> au 34<sup>e</sup> cycle.

## 5.4 Conclusion

Une étude géochimique et hydrogéologique d'un dépôt de résidus en pâte a été réalisée à l'échelle du laboratoire. Neuf couches de résidus miniers en pâte potentiellement générateurs d'acidité ont été déposées successivement à l'intérieur du modèle. Les deux premières couches (couches à la base du modèle physique) ont été amendées avec un ciment (2 % de ciment type CP10). Dans ce chapitre, on étudie en premier lieu, l'effet de l'ajout d'une couche couverture du DPS cimentée à l'ensemble du tas de résidus dans le modèle physique. Le modèle a été arrosé toutes les 4 semaines avec 40 L d'eau, la durée d'arrosage étant étalée sur deux jours. Durant toute la période du test, le suivi de l'évolution des fissures de dessiccation, du volume d'eau récupéré à partir du modèle physique suite à chaque mouillage et le suivi de la teneur en eau volumique durant les cycles de mouillage/séchage a été effectuée, ainsi que des analyses géochimiques sur les eaux de lixiviation recueillies à partir du modèle physique à la fin des phases de mouillage/drainage relatives à chaque cycle (pH, Eh, conductivité et ICP-AES). Suite à cette étude, on a pu tirer les conclusions suivantes :

- Le volume d'eau drainé en bas du modèle après le premier mouillage semble être contrôlé par les fractures de dessiccation qui s'ouvrent toujours aux mêmes endroits durant la période du séchage. Les principales fissurations qui se manifestent en surface sont les mêmes qui se sont développées juste après 6h du dépôt de la couche 10, et elles ont pris une plus grande ampleur au progrès des cycles. Le taux et la grandeur des fissurations affectant la couche 10 semblent être dus à son épaisseur faible (environ 4 cm), ce qui aura par la suite un impact sur :
  - le taux d'infiltration de l'eau de rinçage au niveau de la couche 10. Ceci concorde avec les observations visuelles, où on a noté que la couche d'eau accumulée en surface de la couche 10 suite à chaque mouillage, tend à disparaître le jour qui suit le rinçage;
  - 2. la teneur en eau volumique au niveau de la couche 10 augmente rapidement juste après le premier mouillage et atteint jusqu'à 69 %. Cette teneur en eau ne persiste pas jusqu'au lendemain du premier rinçage et baisse jusqu'à une teneur de 30 % environ. Suite au deuxième mouillage, la teneur en eau volumique de la couche 10 augmente rapidement pour atteindre des valeurs comprises entre (53 et 66 %),

cette valeur persiste parfois jusqu'au deuxième jour qui suit le premier mouillage (39 à 59 %). Et durant toute la période du séchage la teneur en eau de la couche 10 devient quasi-constante (environ 30 %);

- 3. la réactivité du matériel due à la diffusion de l'oxygène, cette dernière assurée par les fractures de dessiccation développées au niveau de la couche 10, ce qui favorise la génération du drainage minier acide par la suite. D'où l'importance d'agrandir l'épaisseur de la couche couverture cimentée dans le but de minimiser les chemins préférentiels de percolation de l'eau du rinçage et de la diffusion de l'oxygène vers les couches sous-jacentes. Aussi, un dépôt de couche de résidus non cimenté sur la couche cimentée peut jouer le rôle de couverture pour la dernière couche cimentée contre l'évaporation et donc contre le développement de fissurations majeures ;
- La couleur de la surface de la couche 10 n'a pas connu un changement notable, elle a gardé sa couleur grisâtre durant toute la période du test. Contrairement à la couche non cimentée (couche 9) durant la première partie de cette étude (la couche 9 a été la dernière couche déposée à l'intérieur du modèle) qui est devenue avec le temps rouillée. Cette différence de couleur pourrait être due à l'effet de l'ajout du ciment à la couche 10;
- L'évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique semble plus contrôlée par les conditions de température et d'humidité dans le laboratoire et par la progression saisonnière. Ce phénomène se répète plus que les saisons avancent. Au progrès des saisons d'été on récupère plus d'eau drainée à partir du modèle physique. Le matériel semble retenir moins d'eau avec le temps, ceci pourrait être expliqué par l'expansion de réseau de fissurations dans le tas ;
- L'évolution des teneurs en eau volumiques montre que les résidus ont subi une désaturation lente. La couche cimentée déposée en haut du modèle physique semble jouer un rôle de couche protectrice contre l'évaporation pour les couches sous-jacentes ;
- La teneur en eau volumique à la fin de la période de mouillage et de séchage des trois couches déposées juste au-dessus des deux premières couches cimentées du fond (3, 4 et 5) est demeuré plus élevé. Les couches 3, 4 et 5 (non cimentées) ont montré la teneur en eau volumique la plus élevée durant toutes les périodes du séchage (38 à 42 %). Ceci

pourrait être expliqué par une percolation lente de l'eau durant le mouillage qui pourrait être attribuable à : (i) l'action du ciment (2 %) dans les deux couches basales, qui peut avoir changé la microstructure de la pâte, avec la possibilité de dissoudre les composés du ciment. (ii) l'effet du tassement de ces couches, ce qui peut diminuer la porosité à leurs niveaux et cicatriser des chemins préférentiels pour le drainage de l'eau. (iii) accumulation d'eau sur les deux couches cimentées. (iv) le dépôt de la couche cimentée en haut du modèle physique, qui protège la pâte des couches sous-jacentes contre l'évaporation et qui influence leur microstructure et leurs propriétés de rétention d'eau ;

- Durant la période du test, le pH des eaux recueillies en bas du modèle physique suite aux cycles des mouillages à long terme est resté neutre en gardant des valeurs comprises entre 6,6 et 8 ;
- La concentration en métaux n'a pas connu un grand changement suite au dépôt de la couche 10 cimentée. Cette stabilisation des métaux pourrait être due à la dissolution du ciment et à l'augmentation de l'alcalinité dans les résidus ;
- L'ajout de la couche 10 cimentée a favorisé une légère augmentation de la proportion des sulfates durant les deux premiers cycles qui suivent le dépôt de la dernière couche pour atteindre 4200 mg/L. Ensuite, et jusqu'à la fin du test, la quantité des sulfates dans les eaux de lixiviation a baissé progressivement jusqu'à une concentration de 2950 mg/L au dernier cycle. La concentration en calcium a connu une légère augmentation (maximum 592 mg/L au dernier cycle). Alors que celle du magnésium et du manganèse, elles ont baissé continuellement après l'ajout de la couche 10 ;
- La projection de la courbe d'oxydation-neutralisation des rejets du modèle physique a montré que le résidu non cimenté dans le temps deviendrait générateur d'acide. Et le potentiel de génération d'acide de la pâte cimentée est dans la zone d'incertitude.

En deuxième partie de cette étude, on met l'accent sur l'effet d'échelle entre le modèle physique (boite de taille intermédiaire) et la colonne C1 (même configuration que le modèle physique à une échelle plus petite). L'étude du comportement géochimique de ces deux échelles est généralement corrélable entre les deux, sauf que la colonne C1 a révélé une réactivité plus prononcée matérialisée par un relargage plus important des sulfates et des minéraux neutralisants et par un potentiel de génération d'acide plus faible que le modèle physique.

Cette étude à l'échelle de laboratoire, a été réalisée sous des conditions contrôlées (température, humidité et volume d'eau de rinçage). Une réalisation de l'essai à l'échelle du terrain est nécessaire afin de mieux comprendre le comportement hydrogéologique et géochimique de la technique de DPS dans un environnement non contrôlé.

# CHAPITRE 6 CARACTÉRISATION POST TEST DU DÉPÔT DE RÉSIDUS EN PÂTE

Après avoir complété 10 cycles de mouillage/séchage, deux carottes ont été prélevées dans le tas placé dans le modèle physique afin d'examiner les caractérisations chimiques, minéralogiques et microstructurales des résidus au mi-test (travaux de Deschamps, 2009). Cependant, le carottage risque de masquer certaines propriétés, comme celles liées à la microstructure des résidus. Cela étant dit, les résultats des analyses effectuées suite au carottage ont pu corroborer certaines analyses en lien avec le comportement géochimique et hydrogéologique au milieu de l'essai. Toutefois, une analyse complète des résidus à la fin du test (après 34 cycles) semble nécessaire pour mieux comprendre l'évolution du comportement géochimique et hydrogéologique du tas de résidus durant toute la période du test. Le présent chapitre présente ainsi des résultats des analyses chimiques, minéralogiques et microstructurales réalisées avant de commencer l'essai en modèle physique (des échantillons de référence), de ceux obtenus après carottage et de ceux obtenus à la fin du test (après le démantèlement de l'essai en modèle physique).

## 6.1 Introduction et résultats mi-période

Au début de l'essai en modèle physique des échantillons de pâte (pâte non cimentée, et pâte cimentée avec 2 % de ciment) ont été préparés en parallèle de la mise en place des rejets en pâte dans le modèle. Ces échantillons ont été mis dans des moules cylindriques et caractérisés par la suite (en termes d'analyse chimique élémentaire et de porosimétrie à intrusion de mercure (PIM) après 28 jours de cure en chambre humide. Les résultats ainsi obtenus ont été comparés par la suite d'une part avec ceux obtenus suite à un carottage réalisé après le dixième cycle de mouillage/séchage (Deschamps, 2009), et d'autre part avec ceux obtenus après le démantèlement effectué à la fin du test (après 34 cycles).

Les échantillons de la pâte cimentée moulés et curés en cylindres ont montré des concentrations élevées en sulfates et en calcium et des valeurs plus élevées du potentiel de neutralisation PN en comparaison avec la pâte non cimentée (voir le tableau 6.1). Cela s'expliquant principalement par l'apport du ciment riche en chaux et contenant de l'anhydrite.

L'analyse microstructurale par PIM des échantillons de pâte cimentée telle que montrée à la figure 6.1 et au tableau 6.1 a révélé une porosité totale (46,6 %) supérieure à celle de la pâte non

cimentée (40,3 %). Cette différence est due principalement à l'effet de l'ajout du ciment qui réduit le tassement de la pâte (consolidation) et qui crée une microporosité propre liée à la matrice cimentaire. Cependant, le diamètre seuil a été plus bas dans l'échantillon de la pâte cimentée (3,3  $\mu$ m) en comparaison avec ceux de la pâte non cimentée (4,1  $\mu$ m) (figure 6.1); ce qui signifie que l'ajout du ciment réduit la taille des pores de la pâte (observé aussi par d'autres auteurs, ex. Ouellet et al., 2006).

Tableau 6.1 : Principales caractéristiques des résidus en pâte non cimentés non altéré et des résidus en pâte cimentés (avec 2 % du ciment) non altéré, après 28 jours de cure en cylindres (Deschamps, 2009).

	Non-cimenté	cimenté avec 2 % du ciment
Ca % (p/p)	3,34	4,02
Soufre-sulfate % (p/p)	0,375	0,469
PN (kg CaCO <sub>3</sub> /t)	64,4	80,7
Porosité totale par PIM (%)	40,3	46,6
Diamètre seuil (µm)	4,1	3,3



Figure 6-1 : Courbe incrémentale par PIM du résidu en pâte non cimenté non altéré et du résidu en pâte cimenté (avec 2 % du ciment) non altéré, après 28 jours de cure en cylindres (Deschamps, 2009).

Après avoir complété 10 cycles de mouillage/séchage, deux carottes ont été prélevées au niveau du modèle physique (Deschamps, 2009). Le carottage réalisé a été à petite échelle afin de permettre une poursuite de l'essai en modèle physique à long terme (le diamètre des carottes a été de 5 cm). Les endroits où les carottages ont eu lieu ont été ensuite immédiatement remplis avec le même résidu. L'analyse des échantillons prélevés suite au carottage offre des informations importantes vis-à-vis de l'état des résidus à mi-chemin de l'essai en modèle physique. Par ailleurs, le carottage a pu entraîner une déstructuration des échantillons, d'où l'importance du démantèlement du modèle physique à la fin de l'essai.

Les observations visuelles du matériel échantillonné après carottage n'a pas permis de déceler facilement les interfaces entre les couches par contre, l'intégrité physique de ces échantillons a été bonne, sauf pour ceux provenant de la surface (6 à 8 cm supérieurs des résidus en pâte déposés dans le modèle) (figure 6.2). Ces derniers ont été dans un état friable, oxydé et altéré. L'altération a été également notée le long de certaines fractures et fissurations. Ce qui signifie que l'oxydation a pu être produite suivant des chemins préférentiels ainsi qu'au niveau de la masse des résidus, en commençant de la surface.



Figure 6-2 : Photographies des échantillons prélevés du modèle physique suite au carottage de 5 cm du diamètre : (a) exemple d'un échantillon du carottage, (b) exemple d'un échantillon du carottage montrant des chemins préférentiels d'oxydation, et (c) exemple d'un échantillon friable du carottage provenant de la partie supérieure du modèle (la partie oxydée) (Deschamps, 2009).

La caractérisation chimique des échantillons carottés a révélé des concentrations plus élevées en sulfates près de la surface du modèle (la zone où les résidus ont été observés comme étant plus oxydés). Alors que dans le reste du modèle, ces concentrations ont été inférieures à celles analysées au niveau des échantillons de références.

L'évolution du potentiel de neutralisation (PN) après 10 cycles de mouillage/séchage a montré une baisse de sa valeur de référence; au niveau des 7 cm supérieurs de pâte de résidus (baisse de 38 kg CaCO<sub>3</sub>/t au minimum). Tandis que, au niveau des couches cimentées (en bas du modèle physique), le PN a légèrement augmenté (de 8 kg CaCO<sub>3</sub>/t environ), par rapport à l'échantillon cimenté non altéré issu des cylindres (ayant eu un PN de 80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t).

L'analyse microstructurale par PIM après dix cycles de mouillage/séchage a montré que le diamètre seuil des échantillons des résidus non cimentés et non altérés est plus élevé (4,1  $\mu$ m) que ceux carottés (2,3  $\mu$ m). La porosité totale mesurée par PIM a été également plus élevée dans les échantillons non altérés (40,3 %) en comparaison avec les échantillons dans le modèle (35,7 %). Alors que les échantillons de la pâte cimentée non altérés ont un diamètre seuil plus faible (3,3  $\mu$ m) que ceux carottés (3,8  $\mu$ m). La porosité totale PIM de ces derniers (46,6 %) est presque similaire à celle des échantillons dans le modèle (45,2 %).

La composition minéralogique en DRX des résidus de référence non altérés et des trois échantillons prélevés du modèle physique par carottage (échantillon 1 a été prélevé de la couche 5, échantillon 2 a été prélevé de la couche 9, et échantillon 3 a été prélevé prêt d'une fracture au niveau de la couche 5), est présentée dans le tableau 6.2.

La teneur en calcite a été de 5,01 % initialement dans les résidus non altérés, alors que dans l'échantillon 2 (couche 9) elle a été de moins de 1 % (0,83 %). Ce qui peut être expliqué par une dissolution importante de la calcite en réaction à l'acidité générée par l'oxydation des sulfures dans la couche supérieure du tas. Par ailleurs, ce phénomène est confirmé par la baisse du PN de 60 kg CaCO<sub>3</sub>/t à 35 kg CaCO<sub>3</sub>/t en milieu du test (10<sup>e</sup> cycle). L'échantillon prélevé de la zone de fracture altérée (échantillon 3), présente une teneur en calcite de 3,11 % ce qui témoigne d'un lessivage des carbonates même au cœur du tas. Pour ce qui est de la variation de la teneur en gypse dans les différents échantillons (échantillon 1 = 3,18 %, échantillon 2 = 7,08 %, échantillon 3 = 0,68 %, et l'échantillon des résidus non altérés =1,51 %), elle indique que ce dernier a précipité principalement en surface, et moins au cœur du modèle.

	Échantillon 1	Échantillon 2	Échantillon 3	Échantillon des		
	Couche 5	Couche 9	Fracture	résidus non altérés		
Quartz	31,68	35,25	33,69	35,59		
Chlorite	11,78	13,20	8,90	9,62		
Albite	7,78	8,15	7,82	6,60		
Muscovite	16,70	14,81	13,47	18,52		
Pyrite	9,49	8,08	10,97	9,55		
Gypse	3,18	7,08	0,68	1,51		
Paragonite	10,78	8,20	15,26	7,82		
Calcite	4,70	0,83	3,11	5,01		
Dolomite	3,91	4,40	6,10	5.79		

Tableau 6.2 : Composition minéralogique déterminée par DRX (en % (p/p)) en des échantillons des résidus non altérés, et des échantillons prélevés du modèle après carottage (Deschamps, 2009).

Après avoir effectué 34 cycles de mouillage et de séchage, les résultats des analyses des eaux de lixiviation recueillies à partir du modèle physique, ont montré que le pH est demeuré neutre, et que la concentration élémentaire des eaux de lixiviation n'a pas beaucoup changé vers les derniers cycles (voir les chapitres 4 et 5). Le démantèlement de l'essai en modèle physique a été alors possible au milieu du 34<sup>e</sup> cycle du séchage.

Dans cette présente section, on décrit la procédure du démantèlement et les observations macroscopiques de la pâte à différentes localisations dans le tas de résidus. Ensuite, on présente les résultats de la caractérisation chimique, minéralogique, et microstructurale des échantillons solides prélevés à partir du modèle physique durant l'opération du démantèlement, avec tentative de les comparer aux résultats obtenus au 10<sup>e</sup> cycle et ceux de la caractérisation initiale.

## 6.2 Procédures de démantèlement final du test et principales observations

Le démantèlement final du modèle physique a été effectué au milieu du 34<sup>e</sup> cycle de séchage. La procédure du démantèlement a été réalisée d'une manière à obtenir quatre séries d'échantillons des résidus en pâte à diverses localisations en profondeur, et dont chacune servira par la suite à

une ou plusieurs analyses, il s'agit de : (i) une première série d'échantillons prélevée aux alentours des sondes RTD afin de s'assurer de leur fonctionnement jusqu'à la fin du test. (ii) La deuxième série d'échantillons prélevée a servi pour la caractérisation chimique, minéralogique et microstructurale de la pâte après le démantèlement. (iii) La troisième série correspond aux échantillons utilisés pour la calibration des sondes post-expérience. (iv) La quatrième et dernière série d'échantillons a été conservée comme échantillons témoins.

Au moment du prélèvement de ces séries d'échantillons, on a veillé à éliminer les contours de la pâte de résidus aux alentours des parois du modèle physique, et ce, afin d'éviter qu'ils soient plus oxydés et non représentatifs du reste des résidus.

Avant de commencer l'échantillonnage, il a été important de délimiter les couches, ce qui n'a pas été facile. Les interfaces entre les couches de pâte n'étaient pas nettement visibles (figure 6.3-b et figure 6.4), sauf pour les couches cimentées (interface nette entre la couche 10 cimentée avec la couche 9 non cimentée et interface moins nette entre les couches cimentées 1 et 2) ce qui pourrait être expliqué (en plus de l'effet du ciment ajouté aux résidus) par le fait que la dixième couche est plus jeune que la neuvième couche (la couche 10 a été déposée juste avant le 28<sup>e</sup> cycle de mouillage) du coup, elle a eu une bonne intégrité physique et elle a été facilement distinguable de la couche 9 de point de vue couleur et rigidité. La couche 10 a été caractérisée par sa couleur grisâtre et moins oxydée et son caractère dur et rigide très distincts en comparaison avec le reste des couches de résidus du modèle (figure 6.5). En plus elle a été facilement détachable de la couche au-dessous (couche 9).

Le long de l'épaisseur de la couche 10, il a été observé un aspect filamenteux de la pâte de résidu (figure 6.5-c et d), des passages blanchâtres et des endroits oxydés le long de certaines fractures et parfois au niveau de la masse de la pâte.



Figure 6-3 : Photographies : (a) du modèle physique, (b) d'une vue frontale du tas juste avant le démantèlement avec des interfaces invisibles sauf avec les couches cimentées (1 et 10).



Figure 6-4 : Photographies : (a) du modèle physique après avoir enlevé une partie des résidus en profondeur, (b) d'une vue latérale du modèle physique, avec des interfaces invisibles sauf entre la couche 9 et 10, (c) de l'aspect oxydé surtout pour les couches non cimentées de la partie supérieure du modèle, et (d) de l'oxydation diffusée des couches non cimentées de la partie supérieure, et l'oxydation suivant des chemins préférentiels pour les couches centrales et inférieures.



Figure 6-5 : Photographies de la  $9^{e}$  et la  $10^{e}$  couche : (a) aspect rigide de la couche 10 en comparaison avec celui cassant et très oxydé de la couche 9, (b) vue rapprochée montrant l'aspect moins oxydé de la couche 10 par rapport à la couche 9, (c) oxydation suivant une fracture au niveau de la couche 10 et sur une partie de la pâte de remblai, et (d) aspect filamenteux de la couche 10 avec des passages blanchâtres (tel que montrent les lignes en pointillé).

L'examen macroscopique des couches non cimentées supérieures (9, 8 et 7), a montré une oxydation diffusée et un aspect fragile et cassant de ces couches qui deviennent moins intenses et moins marqués en allant vers la base du modèle (figure 6.5, 6.6 et 6.7). Il a été même possible d'observer quelques endroits moins touchés par l'oxydation surtout au niveau de la 8<sup>e</sup> couche (figure 6.6-a), et de la 7<sup>e</sup> couche (figure 6.7-c).



Figure 6-6 : Photographies de la 8<sup>e</sup> couche : (a) aspect oxydé de la surface de la couche 8 avec quelques passages non altérés, (b) et (c) des échantillons prélevés à partir de la couche 8 montrant l'aspect oxydé et fragile des résidus.

Au niveau des couches du milieu 6, 5 et 4 (figure 6.7 et 6.8), l'oxydation est moins prononcée. On a pu apercevoir en plus de l'oxydation jaunâtre qui caractérise toutes les zones oxydées, des passages de couleur rougeâtre qui reflètent une précipitation des hydroxydes de fer (figure 6.7-b et 6.8-c et d). L'oxydation au niveau de ces couches est plutôt suivant des chemins préférentiels aussi bien verticaux qu'horizontaux en comparaison avec celle qui marque les couches 9, 8 et 7, qui est plutôt diffusée le long de ces couches.

De point de vue intégrité physique, on a pu constater durant le démantèlement un aspect dur et plus résistant des couches non cimentées 6, 5, 4 et 3. L'intégrité physique de ces couches et bonne par rapport à celle des résidus non cimentés constituant les couches 9, 8 et 7, qui sont plus oxydés et plus fragiles.

L'examen visuel de la couche 3 non cimentée a montré des similarités avec la couche 2 cimentée, en termes de rigidité, de l'aspect et du taux d'oxydation (figure 6.9).

Les observations macroscopiques des couches cimentées 2 (figure 6.9) et 1 (figure 6.10) situées à la base du modèle physique, ont révélé une oxydation assurée par des chemins préférentiels *«verticaux»* qui est plus prononcée au niveau de la couche 1 basale (figure 6.10-b) que la couche 2 (figure 6.9-b). L'intégrité physique de la deuxième couche a été bonne en comparaison avec celle de la première couche (basale).



Figure 6-7 : Photographies de la  $7^{e}$  et la  $6^{e}$  couche : (a) aspect oxydé de la surface de la couche 7 et moins oxydé de la surface de la couche 6, (b) échantillon prélevé à partir de la couche 6, (c) et (d) échantillon provenant de la couche 7.



Figure 6-8 : Photographies de la  $5^{e}$  et la  $4^{e}$  couche : (a) surface oxydée de la couche 5 et surface moins oxydée de la couche 4, (b) échantillon prélevé à partir de la couche 4, (c) échantillon provenant de la couche 5.



Figure 6-9 : Photographies de la 3<sup>e</sup> et la 2<sup>e</sup> couche : (a) vue de surface des couches 3 et 2 avec une interface oxydée, (b) les chemins d'oxydation préférentiels au niveau de la couche 2, (c) échantillon prélevé à partir de la couche 2, et (d) échantillon provenant de la couche 3.



Figure 6-10 : Photographies de la 1<sup>er</sup> couche : (a) vue de la couche 1, (b) échantillon prélevé à partir de la couche 1 montrant des chemins préférentiels d'oxydation.

## 6.3 Caractéristiques microstructurales

Les données du tableau 6.3 montrent les valeurs de la porosité totale et du diamètre seuil « Threshold » déterminé par PIM, des échantillons pris des couches cimentées et de certaines couches non cimentées après démantèlement, et de celles obtenues après carottage, en plus de celles de références (rejets non altérés cimentés et non cimentés). La figure 6.11 montre les courbes incrémentales obtenues par PIM du rejet initial et des résidus après carottage, et la figure 6.12 présente les courbes incrémentales obtenues par PIM des échantillons relatifs aux couches 1, 2, 3, et 5.

Suite au carottage, l'échantillon pris au niveau de la couche 5 (couche non cimentée) a eu un diamètre seuil plus faible (2,3  $\mu$ m, voir figure 6.11-a) que celui des échantillons non altérés (4,1  $\mu$ m). Après démantèlement, la valeur du diamètre seuil a été encore plus faible (2  $\mu$ m). La porosité totale mesurée par PIM après carottage a été également plus faible (35,7 %) que celle du rejet initial (40,3 %). En ce qui concerne les couches cimentées après le carottage (figure 6.11-b), elles ont eu un diamètre seuil légèrement plus élevé (3,8  $\mu$ m) que celui du rejet non altéré (3,3  $\mu$ m), et une porosité totale presque similaire (45,2 %) à celle des échantillons de références (46,6 %).

Tableau 6.3 : Principales caractéristiques microstructurales pour la pâte cimentée et la pâte non cimentée des résidus de référence après 28 jours de cure en cylindres, des échantillons prélevés après carottage (Deschamps, 2009) et de ceux collectés après démantèlement

	Cimentées					Non-cimentées			
	Couche 1	Couche 2	Couche 10	Après carottage	Après Remblai carottage non		Couche 5	Après carottage	Rejet non
					altéré			(couche 5)	altéré
Porosité totale PIM (%)	34,92	38,6	38,96	45,2	46,6	38,96	33,7	35,7	40,3
Diamètre seuil (µm)	3,5	2,8	1,35	3,8	3,3	1,7	2	2,3	4,1



Figure 6-11 : Courbe incrémentale obtenue par PIM des échantillons non altérés après 28 jours de cure en cylindres, et de ceux prélevés du modèle physique après carottage : (a) des résidus non cimentés et (b) des résidus cimentés avec 2 % du ciment (Deschamps, 2009).

Après le démantèlement du modèle physique (figure 6.12), les valeurs de ces paramètres (diamètre seuil et porosité totale mesurée par PIM) ont beaucoup changé. Les valeurs du diamètre seuil des échantillons de pâte cimentée ont été différentes suivant l'endroit où ils ont été collectés. L'échantillon qui correspond à la première couche déposée à l'intérieur du modèle (figure 6.12-c) a eu un diamètre seuil presque similaire à celui du remblai non altéré (3.5 um pour la couche 1 et 3,3 µm pour l'échantillon de référence). Alors que les diamètres seuil des échantillons des deux autres couches cimentées, ils ont été inférieurs à celui du matériau de référence (le diamètre seuil de la couche 2 (figure 6.12-d) a été de 2,8 µm, et celui de la couche 10 a été de 1,35 µm). La porosité totale a été de l'ordre de 38 % pour la couche 2 et 10 est environ 35 % pour la couche 1, ce qui est inférieur en comparaison avec le rejet cimenté non altéré (46,6 %). En ce qui concerne les couches non cimentées, la valeur du diamètre seuil a diminué au niveau des échantillons prélevés au niveau de la couche 5 (la valeur du diamètre seuil a été de 2  $\mu$ m, voir figure 6.12-b), et de la couche 3 (la valeur du diamètre seuil a été de 1,7  $\mu$ m, voir figure 6.12-a), en comparaison avec celui des échantillons non altérés. La porosité totale a été plus faible que celle des résidus de référence (porosité totale du rejet initial a été de 40,3%) au niveau de l'échantillon prélevé de la couche 5 (33,7 %) et légèrement moins élevé au niveau de celui collecté à partir de la couche 3 (38,96 %).



Figure 6-12 : Courbe incrémentale obtenue par le PIM après le démantèlement pour la pâte non cimentée de : (a) la couche 3 et (b) la couche 5, ainsi que pour la pâte cimentée de : (c) la couche 1, (d) la couche 2 et (e) la couche 10.

Suite aux résultats obtenus par PIM, le changement des propriétés microstructurales (la taille des pores indiquée par le diamètre seuil, et la porosité totale obtenue par PIM), à court terme (après

10 cycles) n'a pas été très important, pourtant il peut expliquer l'évolution des propriétés de rétention d'eau de la couche 2 (cimentée) durant les 10 premiers cycles (voir section 4.1). La désaturation de la couche 2 s'est effectuée suivant deux étapes, la première est caractérisée par une baisse rapide de sa teneur en eau, et la deuxième par une baisse quasi linéaire. À la fin de la période du séchage des cinq premiers cycles, la teneur en eau de la couche 2 a continué de baisser avec la progression des cycles.

L'évolution à long terme du diamètre seuil et de la porosité totale mesurée par PIM de la couche 1 (cimentée) implique un changement au niveau de la microstructure de la pâte, ce qui concorde avec les résultats de l'évolution de la teneur en eau (section 4.2.1.2). Juste après la période de mouillage, la teneur en eau de la couche 1 diminue d'une manière rapide avant qu'elle commence une diminution progressive. Durant cette dernière phase de la période du séchage, la forme de la pente de la décroissance a changé avec la progression des cycles.

L'évolution du diamètre seuil durant les différentes périodes du test au niveau des couches cimentées (3,3 µm pour le rejet initial, 3,8 µm après carottage ; et après démantèlement : 3,5 µm pour la couche 1, 2,8 µm pour la couche 2, et 1,35 µm pour la couche 10) révèle une destruction de la matrice cimentaire (surtout au niveau de la couche 10). Toutefois, en se référant aux résultats des analyses par ICP-AES effectuées sur les eaux de lixiviation récupérées à partir du modèle physique suite à chaque mouillage, on constate qu'il n'y a pas eu de perte de calcium, ce qui pourrait supposer une perte du ciment. Mais plutôt une dissolution des hydrates de ciment et une précipitation d'autres phases plus stables.

Des analyses par microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées sur des échantillons prélevés de différents endroits du modèle physique suite au démantèlement (couches cimentées, couches non cimentées et quelques discontinuités). Les figures (6.13 à 6.20) montrent des images électroniques obtenues à partir de ces échantillons.

## Couche 5 (couche non cimentée du milieu du modèle) :

Les images présentées à la figure 6.13 montrent une altération des résidus non cimentés prélevés de la couche 5 (du milieu du modèle). Cette altération est matérialisée principalement par la précipitation de la jarosite ( $KFe^{3+}(SO4)_2(OH)_6$ ) (tableau 6.4) sur les cristaux de pyrite et de quartz, en remplissant les vides entre les minéraux.



Figure 6-13 : (a) et (b) Images prises au MEB à deux endroits différents d'un échantillon prélevé de la couche 5, avec : (c) et (d) deux images à plus fort grossissement de (a) et (b) respectivement.

Tableau 6.4 : Compositions chimiques élémentaires obtenues par MEB-EDS des phases minérales dans l'échantillon prélevé de la couche 5 (figure 6.13-d).

Éléments (%massique)	0	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Total
S1: Quartz	55,28				43,96				0,76	100
S2: Jarosite	56,99	0,63	1,49	8,39	18,74	2,78	2,1	0,49	8,39	100

#### > Couche 1 (couche cimentée à la base du modèle) :

Les images de la figure 6.14 prises au MEB d'un échantillon collecté de la couche 1, révèle une dominance du gypse cristallisé et précipité sur des cristaux de pyrite et de quartz ainsi que la précipitation de la natroalunite ((Na,Ca,K)<sub>2</sub>Al<sub>6</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>4</sub>(OH)<sub>12</sub>) (tableau 6.5).

L'image MEB (figure 6.15) est prise au niveau d'une fracture de la couche 1. Elle montre des cristaux de gypse et des hydroxydes de fer, comme le confirme la cartographie des rayons X correspondante à cette image. Le fer présent sur l'image ne provient vraisemblablement pas seulement de la chlorite car elle n'en contient que 11 % (massique) et elle-même ne représente que 10 % (massique) de l'échantillon. Ainsi, le fer qui tapisse toute la surface de la cassure provient des hydroxydes de fer. Ceci est en accord avec les résultats des analyses élémentaires des eaux de lixiviation obtenus lors des cycles de mouillage/séchage, où il a été noté de faibles concentrations en fer, ce qui a été expliqué par une précipitation du fer sous forme d'hydroxydes suite à l'oxydation des résidus (voir section 4.2.2.2).



Figure 6-14 : Images MEB d'un échantillon prélevé de la couche 1 : (a) minéraux de gypse grossier, (b) des cristaux de pyrite et de quartz avec des précipitations de gypse au-dessus, (c) grossissement d'un minéral du gypse (S3) et (d) précipitation de la natroalunite (S4) sur des cristaux de quartz.

Tableau 6.5 : Compositions chimiques élémentaires obtenues par MEB-EDS des phases minérales dans l'échantillon prélevé de la couche 1 (figure 6.14-c et d).

Éléments (%massique)	0	Si	Fe	Cl	Mn	S	Ca	Total
S3: Gypse	67,1					22,81	10,09	100
S4: Natroalunite	38,32	17,11	37,34	6,59	0,64			100



Figure 6-15 : Images MEB d'une fracture au niveau de la couche 1 : (a et b) montrent des cristaux de gypse (en vert) et des hydroxydes de fer (en orange).

## Fracture au niveau de la couche 4 (non cimentée) :

La figure 6.16 montre des images prises au MEB le long d'une fracture au niveau de la couche 4 non cimentée. La fracture présente un côté oxydé et un autre non oxydé, sur lesquels le gypse se met en place sous deux différentes formes : en croûte (figure 6.16-b) et sous forme de grains bien cristallisés (figure 6.16-a et c).



Figure 6-16 : Images MEB prises d'une fracture au niveau de la couche 4 : (a) gypse cristallisé et (b) gypse en croûte.

# Côté non oxydé :

Sur cette partie de la fracture, et tel que montre la figure 6.17, le gypse se présente sous forme cristallisée uniquement.


Figure 6-17 : Image prise au MEB d'une fracture située au niveau de la couche 4 : (a) montre des cristaux de gypse cristallisé au niveau de la partie non oxydée de la fracture.

### Côté oxydé :

Sur les images des figures 6.18 et 6.19, le gypse précipite sur la zone oxydée de la fracture, sous forme cristallisée et sous forme de croûte qui tapisse les minéraux et colmate les vides également. La différence de la forme sous laquelle le gypse s'est précipité dans les deux côtés oxydé et non oxydé, pourrait être dû à l'espace disponible dans lequel le gypse s'est précipité. Dans le côté non oxydé, il y avait plus de place pour que le gypse se cristallise, alors que dans le côté oxydé, il y avait moins de place pour que le gypse se précipite sous forme bien cristallisée.

D'autres minéraux distinguent le côté oxydé de la fracture, il s'agit des hydroxydes de fer qu'on trouve sur la partie oxydée (proportion du fer est supérieure à celle du magnésium), alors que dans la partie non oxydée, le fer provient de la chlorite (la teneur en fer et comparable à celle du magnésium).



Figure 6-18 : Images prises au MEB d'un échantillon de fracture au niveau de la couche 4 : (a) montre des cristaux de gypse sous forme de croûte au niveau de la partie oxydée de la fracture.



Figure 6-19 : Images prises au MEB le long d'une fracture au niveau de la couche 4 : (a et b) montrent des cristaux de gypse sous forme de croûte au niveau de la partie oxydée de la fracture (en vert clair : pyrite, en bleu : gypse et en orange : hydroxydes de fer).

# Couche 10 (couche au sommet du modèle cimentée) :

Ce qui caractérise la couche 10, couche supérieure du modèle en comparaison avec les autres couches cimentées (1 et 2) à la base est la présence de cristaux de gypse sous forme de « *filaments* » qui colmatent les espaces entre les minéraux sur toute la couche (figure 6.20). Cet aspect filamenteux semble être l'origine de la résistance et le caractère rigide marqués surtout au moment du démantèlement. La précipitation du gypse sous cette forme (filamenteuse) est probablement le résultat de la remontée d'eau par capillarité.



Figure 6-20 : (a) Images MEB montrant l'aspect filamenteux du gypse cristallisé au niveau de la couche 10, et (b) est un grossissement de l'image (a).

#### Synthèse des résultats microstructurales

D'après les images obtenues par le MEB, il y a eu une précipitation de minéraux secondaires (hydroxydes de fer et gypse) sur les surfaces des grains de minéraux ou en remplissant les interstices. Ceci concorde parfaitement avec les résultats de la porosité totale mesurée par PIM. En effet, les valeurs de la porosité totale ont baissé durant la période du test. Ainsi, les valeurs de la porosité totale pour les couches cimentées sont passées de 46,6 % au début du test, à 45,2 % après carottage. Et après le démantèlement, ces valeurs ont été comprises entre 35 et 38 %. En ce qui concerne le rejet non cimenté, les valeurs de la porosité totale ont diminué également de 40,3 % pour les résidus non altérés à 35,7 % pour les échantillons prélevés après carottage et à la fin du test, la valeur de la porosité totale des résidus non cimentés a été de l'ordre de 34 %.

Les valeurs du diamètre seuil ont changé beaucoup durant la période de l'essai : pour le remblai cimenté, les valeurs du diamètre seuil ont augmenté de 3,3  $\mu$ m pour les échantillons de référence à 3,8  $\mu$ m pour les échantillons prélevés suite au carottage. Alors qu'à la fin du test, les valeurs du diamètre seuil ont été comprises entre 3,5 et 1,35  $\mu$ m. Quant aux résidus non cimentés, le diamètre seuil a baissé de 4,1  $\mu$ m pour le rejet non cimenté initial, à 2,3  $\mu$ m après carottage, et à la fin du test les valeurs du diamètre seuil ont été de l'ordre de 2  $\mu$ m

Les images obtenues par le MEB et le changement des valeurs du diamètre seuil durant toute la période du test, indiquent une destruction partielle de la matrice cimentaire. Ceci pourrait favoriser l'augmentation du taux du drainage observée (voir section 4.2.1.1).

## 6.4 Caractéristiques chimiques et minéralogiques, profils en profondeur

Des échantillons ont été pris de chaque couche de résidu en pâte suite au démantèlement du modèle physique dans le but de déterminer leurs compositions en éléments chimiques. Les figures 6.21 à 6.22 montrent la concentration en cuivre, zinc, calcium, et soufre-sulfate respectivement dans chacune de ces couches, suite au carottage réalisé après 10 cycles de mouillage/séchage et après le démantèlement du modèle physique effectué au milieu du 34<sup>e</sup> cycle du séchage.

La concentration en cuivre (figure 6.21) n'a pas beaucoup changé après 10 cycles de mouillage/séchage (figure 6.21-a), ainsi qu'à la fin du test dans toutes les couches du modèle (figure 6.21-b). Suite au carottage, la concentration en cuivre a eu des valeurs d'environ 0,04 % (p/p), mais vers la surface du modèle, elle a eu une valeur plus basse (0,032 % (p/p)). Tandis qu'après le démantèlement du modèle, la concentration en cuivre a varié du 0,038 à 0,042 % (p/p), en comparaison à 0,04 % (p/p) des échantillons non altérés. La proportion du zinc a été légèrement moins élevée après carottage (figure 6.22-a) que celle prise pour les échantillons non altérés. Par contre à la fin du test (figure 6.22-b), la concentration en zinc dans les résidus a été presque similaire à celle des échantillons du départ. Ces résultats concordent bien avec ceux obtenus pour les eaux de lixiviation durant les tests de mouillage/séchage. Ces derniers ont montré que la quantité du cuivre a été trop faible dans les lixiviats, parfois même inférieurs à la limite de détection. En comparaison avec le zinc (élément chimique plus mobile que le cuivre) sa concentration a connu une légère augmentation dans les eaux de lixiviation surtout à partir du 16<sup>e</sup> cycle (effet de la prolongation de la 14<sup>e</sup> période du séchage) elle a pu atteindre 0,491 mg/L au 26<sup>e</sup> cycle.

La concentration en calcium après 10 cycles de mouillage/séchage (figure 6.23-a) n'a pas beaucoup changé sauf vers la surface (concentration en calcium au niveau de la couche 9 a été de 2,8 % (p/p) environ). Par contre, après le démantèlement (figure 6.23-b), la concentration en calcium a augmenté au niveau des quatre premières couches et la couche 10 cimentée par rapport à celle des échantillons non altérés (3,49 à 4,38 % (p/p)). Alors que les autres couches (5, 6, 7, 8,

et 9) n'ont pas eu de grand changement par rapport à celle du résidu de référence. Ceci pourrait être dû à l'hydratation du ciment et à la libération de phases cimentaires.

La concentration en soufre-sulfate après carottage au niveau des couches de résidu a été plus élevée au niveau des couches supérieures (7, 8, et 9) (figure 6. 24-a). Tandis qu'à la fin du test (figure 6.24-b-), la concentration en soufre-sulfate a été légèrement plus élevée au niveau de la couche 1 (0,258 % (p/p)). Par contre la concentration en soufre-sulfate des couches cimentées 2 et 10 a été légèrement moins élevée (concentration en soufre-sulfate de la couche 2 a été de 0,408 % (p/p), et celle de la couche 10 a été de 0,148 % (p/p)) que les résidus de référence (0,469 % (p/p)). D'après la figure 6.24-b, la concentration en soufre-sulfate semble avoir une tendance à augmenter depuis la couche 3 vers la surface (couche 7, 8 et 9 qui ont eu les concentrations en soufre-sulfates les plus élevées variant de 0,43 % (p/p) et 0,57 % (p/p)). Ces résultats sont en parfait accord avec les observations macroscopiques notées durant le démantèlement du modèle physique, où il a été noté que l'oxydation est plus exprimée juste audessous de la couche 10 cimentée, et cette oxydation tend à diminuer en allant vers la profondeur.



Figure 6-21 : Concentration en cuivre, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en cuivre dans les échantillons de référence après 28 jours de cure en cylindres.



Figure 6-22 : Concentration en zinc, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en zinc dans les échantillons de référence après 28 jours de cure en cylindres.



Figure 6-23 : Concentration en calcium, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en calcium dans les échantillons de référence après 28 jours de cure en cylindres.



Figure 6-24 : Concentration en soufre-sulfate, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur de la concentration en soufre-sulfate dans les échantillons de référence après 28 jours de cure en cylindres.

La figure 6.25 présente les valeurs du potentiel de neutralisation (PN) dans les résidus en pâte. Après carottage (figure 6.25-a), le PN a diminué au niveau des couches supérieures (le PN des couches 7, 8, et 9 a été de l'ordre de 38 kg CaCO<sub>3</sub>/t en comparaison à 60 kg CaCO<sub>3</sub>/t au niveau des échantillons non altérés), alors qu'au niveau des couches cimentées (en bas du modèle physique), le PN a été légèrement élevé (88 kg CaCO<sub>3</sub>/t environ) par rapport à celui des échantillons du départ (80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t).

Après le démantèlement (figure 6.25-b), le PN a été plus faible (minimum 14,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t) au niveau des couches non cimentées situées vers la surface (juste au-dessous de la dernière couche cimentée). Par contre, au niveau des couches cimentées -en l'occurrence la  $2^{e}$  et la  $10^{e}$  couche-, le PN a été quasi-similaire à celui des échantillons des résidus non cimentés non altérés (la valeur du PN a été de 79 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour la couche 2 et de 81,8 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour la couche 10, alors que pour les échantillons de référence non cimentés, le PN a été d'une valeur de 80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t). Ceci pourrait être expliqué par la précipitation des minéraux neutralisants au niveau des endroits où le PN a été noté élevée. Autrement dit, au niveau des couches cimentées (libération de phases neutralisantes suite à l'hydratation du ciment).



Figure 6-25 : Évolution du potentiel de neutralisation, dans les résidus en pâte du modèle physique : (a) après carottage (Deschamps, 2009), et (b) après démantèlement. La ligne en gras représente la valeur du potentiel de neutralisation dans les échantillons de référence après 28 jours de cure en cylindres.

Le carottage réalisé après le  $10^{e}$  cycle de mouillage/séchage et comme le montre le tableau 6.6, a révélé une perte de la teneur en calcite dans la couche supérieure du modèle physique (teneur en calcite au niveau de la couche 9 a été de 0,83 % (p/p)), en comparaison à sa teneur dans le matériel non altéré du départ (teneur en calcite dans les échantillons non cimentés inaltérés a été de 5,01 % (p/p)). Ce qui pourrait être expliqué par une dissolution de la calcite durant le processus du DMA. Toutefois, la valeur élevée du PN mesurée au niveau du résidu non cimenté à ce stade (35 kg CaCO<sub>3</sub>/t) implique une intervention de d'autres phases minérales dans les processus de neutralisation. La teneur en gypse dans la couche 9 a été de 7,82 % (p/p), et dans la couche 5, elle a été de 3,18 % (p/p), alors que dans le matériel du départ cette teneur a été plus basse (teneur en gypse dans les échantillons non cimentés a été de 1,51 % (p/p)), ce qui peut signaler une précipitation du gypse dans les résidus du modèle.

Le tableau 6.6 montre la composition minéralogique des résidus avant le début du test (rejet initial), et celles des trois autres échantillons pris de différentes couches dans le modèle physique après son démantèlement : E1 a été prélevé de la couche 1, E2 a été pris de la couche 5 et E3 a été collecté de la couche 10. Le tableau 6.7 montre la composition minéralogique des résidus avant le début du test (rejet initial), et celles des trois autres échantillons pris de certaines

discontinuités au niveau des résidus dans le modèle physique après son démantèlement : E4 correspond au remblai altéré pris d'une fracture au niveau de la couche 1, E5 est un échantillon collecté de l'interface des deux couches 4 et 5, et E6 est un rejet altéré pris d'une fracture recoupant les couches 4, 5 et 6.

La teneur en calcite dans les résidus a changé beaucoup depuis le début du test (5,01 % (p/p))jusqu'au démantèlement. On trouve que dans E1 (la couche 1 en bas du modèle avec 2 % du ciment) la teneur en calcite est de 5,78 % (p/p). Dans E3 (la couche 10 cimentée en haut du modèle) la teneur en calcite est de 6,94 % (p/p). Au niveau des fractures affectant les couches cimentées (exemple de l'échantillon E4 prélevé au niveau d'une fracture dans la couche 1), la teneur en calcite est plus élevée (8 % (p/p)). Alors qu'au niveau des résidus non cimentés, comme le cas de E2 (la couche 5 en milieu du modèle) la teneur en calcite est de 0,68 % (p/p). En ce qui concerne les fractures observées au niveau des couches non cimentées, la teneur en calcite est restée proche de celle du rejet initial (échantillon E6 prélevé au niveau d'une fracture recoupant les couches 4, 5, et 6 a eu une teneur en calcite de 4,83 % (p/p)). Ceci indique que la quantité de la calcite dans les résidus cimentés est restée supérieure à celle des résidus non altérés. Ce qui pourrait être expliqué par une précipitation de la calcite par hydratation du ciment au niveau des couches cimentées et des fractures majeures affectant ces couches. Par contre au niveau de l'interface des deux couches non cimentées 4 et 5 (E5) et au niveau de la couche 5 (E2), la calcite est quasiment épuisée (teneur en calcite est de 0,84 et 0,68 respectivement). Ceci pourrait être expliqué par un lessivage de la calcite suite au processus du DMA. Pourtant le PN de la même couche (couche 5) a été d'une valeur de 37,4 kg CaCO<sub>3</sub>/t (figure 6.25-b). D'où l'hypothèse d'une intervention d'autres minéraux dans le processus de la neutralisation.

L'évolution de la teneur en gypse a montré une augmentation principalement au niveau des fractures. La teneur en gypse dans l'échantillon pris depuis une fracture affectant la couche 1 cimentée (E4) a été de 3,65 % (p/p) et dans l'échantillon collecté depuis une macrofracture affectant les couches 4, 5 et 6 (E6) a été de 5,55 % (p/p). Alors que dans les interfaces, comme c'est le cas de l'échantillon E5 (prélevé au niveau de l'interface entre les deux couches du milieu non cimentée 4 et 5), la une teneur en gypse a été de 3,36 % (p/p). Au niveau des couches, la teneur en gypse dans l'échantillon collecté depuis la couche 1 (E1) a été de 3,2 % (p/p), et dans l'échantillon pris de la couche 5 du milieu (E2) a été de 2,52 % (p/p). Ce qui indique une précipitation du gypse dans les différents endroits du modèle physique. Cependant, la teneur en

La dolomite a présenté des teneurs plus élevées dans des couches cimentées. Au niveau de la couche 1 à la base du modèle physique (E1), la teneur en dolomite a été de 8,51 % (p/p) et au niveau de la couche 10 au sommet du modèle (E3) elle a été de 8,12 % (p/p). Alors que dans le rejet initial, elle a été de 5,79 % (p/p). Au niveau des fractures affectant les couches cimentées (échantillon E4 pris depuis une fracture au niveau de la couche 1), la teneur en dolomite a été de 7,49 %. Par contre, au niveau des couches non cimentées et des fractures affectant les couches non cimentées, la teneur en dolomite a été moins élevée que celle du rejet de référence (5,79 % (p/p), elle a été de 4,88 % (p/p) dans la couche 5 (E2), de 5,53 % (p/p) dans l'interface entre les deux couches 4 et 5 (E5), et de 3,97 % (p/p) dans la macrofracture affectant les couches 4, 5 et 6 (E6). Ce qui révèle une précipitation de la dolomite au niveau des couches non cimentées suite à l'hydratation du ciment, et sa dissolution au niveau des couches non cimentées suite à la génération du DMA.

Tableau 6.6 : Composition minéralogique déterminée par DRX (en % (p/p)) pour le rejet initial après 28 jours de cure en cylindres, et de ceux prélevés depuis quelques couches du modèle physique après son démantèlement (E1 a été prélevé de la couche 1, E2 a été pris de la couche 5 et E3 a été collecté de la couche 10).

Minéral	<b>E1</b>	E2	E3	Rejet
				initial
Quartz	35,19	38,25	29,47	35,59
Chlorite	10,57	10,07	9,4	9,62
Albite	8,55	10,41	11,46	6,60
Muscovite	0,21	11,5	11,03	18,52
Pyrite	6,47	5,35	6,9	9,55
Gypse	3,2	2,52	1,07	1,51
Paragonite	3,94	5,32	0,87	7,82
Calcite	5,78	0,68	6,94	5,01
Dolomite	8,51	4,88	8,12	5,79
Pyrophyllite	11,25	2,13	8,87	ND
Kaolinite	0,99	2,58	0,1	ND
Actinote	4,28	5,45	5,09	ND
Chalcopyrite	1,06	0,87	0,67	ND

ND : non détecté par l'appareil

Tableau 6.7 : Composition minéralogique déterminée par DRX (en % (p/p)) pour le rejet initial après 28 jours de cure en cylindres, et de ceux prélevés depuis quelques discontinuités au niveau du modèle physique après son démantèlement (E4 correspond au remblai altéré pris d'une fracture au niveau de la couche 1, E5 est un échantillon prélevé de l'interface des deux couches 4 et 5, et E6 est un rejet altéré collecté d'une fracture recoupant les couches 4, 5 et 6).

Minéral	E4	E5	E6	Rejet
				initial
Quartz	35,93	29,76	32,98	35,59
Chlorite	8,81	10,08	9,51	9,62
Albite	8,88	11,19	8,48	6,60
Muscovite	3,42	11,62	10,44	18,52
Pyrite	7,72	8,38	6,34	9,55
Gypse	3,65	3,36	5,55	1,51
Paragonite	4,1	7,69	5,23	7,82
Calcite	8	0,84	4,83	5,01
Dolomite	7,49	5,53	3,97	5,79
Pyrophylhte	4,9	1,73	3,72	ND
Kaolinite	1,09	4,32	2,55	ND
Actinote	6,02	3,93	6,32	ND
Chalcopyrite	ND	1,57	ND	ND

ND : non détecté par l'appareil

# 6.5 Discussions des résultats en lien avec le comportement du DPS pendant le test

Ce travail a été pour objectif –principal- d'étudier le comportement géochimique et hydrogéologique des résidus en pâte, simulant un dépôt en surface à l'échelle du modèle physique au laboratoire. Le modèle a été rempli dans un premier lieu avec 9 couches de résidus en pâte. Juste les deux premières couches inférieures ont été cimentées avec 2 % du ciment type CP10. Les résidus ont été rincés toutes les 4 semaines avec 40 L d'eau du robinet. L'étude était

divisée en cinq étapes : (i) le dépôt de la pâte, (ii) les cycles de mouillage et de séchage de la pâte, (iii) carottage et analyse des échantillons après le 10<sup>e</sup> cycle de mouillage et de séchage, (iv) dépôt de la 10<sup>e</sup> couche (cimentée) à la fin du 27<sup>e</sup> cycle du séchage et, (v) démantèlement du modèle physique au milieu du 34<sup>e</sup> cycle de séchage et analyses des échantillons. Les trois premières parties de ce travail ont été réalisées par Deschamps (2009).

À la fin de cette étude, on peut tirer les principales conclusions énumérées ci-dessous :

- L'examen visuel du dépôt durant le démantèlement du modèle physique n'a pas permis de délimiter les interfaces entre les couches de résidus, sauf pour les couches cimentées (interface entre la couche 10 et 9, et interface entre la couche 1 et 2), ce qui pourrait être dû au tassement développé suite aux progrès des cycles de mouillage/séchage. Il a montré également une oxydation diffusée dans les couches non cimentées supérieures (9, 8 et 7) avec un aspect oxydé et friable de leur matrice, et une oxydation plutôt verticales suivant des chemins préférentiels pour les couches centrales et basales avec une bonne intégrité physique par rapport à celle des couches non cimentées supérieures ;
- Les propriétés de rétention d'eau des couches cimentées (2 %), ont changé beaucoup durant la période du test : au fur et à mesure que les cycles avancent la désaturation de la pâte évolue. La teneur en eau volumique durant le premier jour de la phase du séchage baisse rapidement, ensuite la diminution de la teneur en eau devient quasi linéaire. La teneur en eaux résiduelles de la couche basale cimentée à la fin de la période de séchage a connu des diminutions et des augmentations. Ceci pourrait être expliqué par l'évolution microstructurale de la pâte. En effet, les résultats du PIM, ont montré que le diamètre seuil de la pâte cimentée de la couche 1 après le démantèlement a été quasi similaire à celui de référence, alors que celui de la couche 2 (cimentée également), il a été moins élevé que celui de référence à la fin du test. Ces résultats peuvent indiquer une destruction de la matrice cimentaire. Cependant, les résultats de la caractérisation chimique n'ont pas montré une perte du calcium ou du magnésium (et donc une perte du ciment). Ceci pourrait être donc expliqué par une dissolution des hydrates du ciment et leur précipitation sous forme d'autres phases minérales plus stables ;
- Les résultats du MEB ont concordé avec ceux du PIM. La pâte cimentée a subi une dissolution, ce qui a permis une expression de la porosité qui a été par la suite -en grande

partie- un lieu de précipitation du gypse. Les grandes fissurations ont été des chemins préférentiels de la remontée capillaire de l'eau chargée depuis les couches basales cimentées et donc la précipitation de gypse et des hydroxydes de fer. Cette précipitation a induit une infiltration lente de l'eau au fil du temps ;

- La concentration en soufre-sulfate a été plus élevée au niveau des couches non cimentées supérieures 9, 8 et 7 (avec des valeurs comprises entre 0,43 et 0,57 % (p/p)), qu'au niveau des couches cimentées (la proportion en soufre-sulfate a été comprise entre 0,14 et 0,25 % (p/p)). Au niveau des couches de résidus non cimentés au milieu du modèle, la concentration en soufre-sulfates a varié de 0,18 et 0,31 % (p/p). Ceci pourrait expliquer l'aspect oxydé et fragile des couches non cimentées du haut du modèle ;
- Le potentiel de neutralisation (PN) a baissé jusqu'à 14,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour la couche 9, en comparaison à 64,4 kg CaCO<sub>3</sub>/t des résidus non cimentés inaltérés. Et il a diminué à des valeurs comprises entre 30 et 40 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour les couches non cimentées du modèle. Par contre, au niveau des couches cimentées, la valeur du PN a été quasi-similaire à celle de l'échantillon du départ (80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t), sauf pour la couche 1 qui a eu un PN légèrement plus faible de 72 kg CaCO<sub>3</sub>/t. ce qui concorde avec les observations visuelles durant le démantèlement, où il a été noté un aspect plus oxydé et une intégrité physique moins bonne au niveau de la couche cimentée 1 qu'au niveau de la couche cimentée 2. La génération de l'acide se produit alors plus au niveau de la couche 9 et un peu moins dans les couches non cimentées du milieu, mais la valeur élevée du PN au niveau des couches cimentées à la base et en surface du modèle physique peut assurer une neutralisation générale de l'ensemble du dépôt ;
- Les résultats des analyses minéralogiques ont montré des teneurs en dolomite plus élevées que celles de la calcite dans les échantillons prélevés dans les couches cimentées. Cette différence a été encore plus notable au niveau des couches non cimentées, où la teneur en calcite a été beaucoup plus faible que celle de la dolomite. Ceci confirme les résultats des analyses élémentaires des eaux de lixiviation lors des cycles de mouillage/séchage, qui ont révélé des teneurs élevées en magnésium (l'évolution de la teneur en magnésium a augmenté continuellement depuis le début du test jusqu'à l'ajout de la dernière couche cimentée), en comparaison à celle du calcium (qui a été presque constante durant toute la

période du test). Ceci pourrait indiquer une intervention de la dolomite dans le processus de neutralisation de l'acidité générée par les résidus. La calcite, minéral plus réactif (Blowes et Ptacek, 1994) disparaît plus rapidement durant les processus de neutralisations pour que la dolomite prenne place en suite. Ceci a été bien illustré au niveau des couches non cimentées ou la calcite a été quasiment épuisée durant l'opération de la neutralisation de l'acidité générée par le résidu.

### CHAPITRE 7 CONCLUSIONS

Une des techniques proposées durant les dernières années pour la gestion des rejets miniers est le dépôt de pâte en surface (DPS). Cette technique pourrait être une bonne alternative à la déposition conventionnelle des résidus de concentrateurs dans les parcs. Bien que la technique des DPS soit une technique prometteuse, il n'y a encore que très peu d'études portant sur les différents paramètres pouvant affecter leur comportement environnemental à long terme. Le principe de la technique des DPS consiste principalement à épaissir et à filtrer les résidus de concentrateur et à les transporter par la suite par pompage et finalement, les déposer sous forme de pâte plus ou moins dense en surface. Ainsi, il n'y a plus ou très peu d'eau libre, il n'est alors pas nécessaire de construire des digues de rétention d'eau. Cela permet donc de récupérer une partie importante de l'eau en amont de la déposition et qui peut être réutilisée dans les procédés de traitement.

Le présent mémoire a porté sur une étude au laboratoire du comportement environnemental à long terme de DPS de résidus sulfureux et de tentative d'améliorations en amendant les résidus avec de faibles quantités de liants cimentaires. Pour ce faire, des essais en modèle physique instrumenté et en colonnes ont été réalisés. Le modèle physique est composé d'une boîte en Lexan de 200 cm (longueur) x 50 cm (largeur) x 100 cm (hauteur) équipée d'une plaque drainante, recouverte d'un géotextile, à la base. Le modèle est aussi équipé de sondes RDT (réflectométrie dans le domaine du temps) pour suivre la teneur en eau dans le temps. Le modèle a été rempli dans un premier temps avec 9 couches de résidus en pâte. Juste les deux premières couches inférieures ont été cimentées avec 2 % du ciment type CP10. Les résidus ont été soumis à des cycles de mouillage-séchage toutes les 4 semaines avec 40 L d'eau du robinet. L'étude était divisée en cinq étapes : (i) le dépôt de la pâte, (ii) réalisation de cycles de mouillage et de séchage de la pâte, (iii) carottage et analyse des échantillons après le 10<sup>e</sup> cycle de mouillage et de séchage, (iv) suivi à long terme du DPS (du 10<sup>e</sup> cycle au 27<sup>e</sup> cycle), (v) à la fin du 27<sup>e</sup> cycle du séchage dépôt de la 10<sup>e</sup> couche de résidus qui étaient cimentés et, (vi) démantèlement du modèle physique au milieu du 34<sup>e</sup> cycle de séchage et examen des échantillons au travers une caractérisation multidisciplinaire. Les trois premières parties de ce travail ont été réalisées dans le cadre du doctorat de Deschamps (2009).

Les essais en colonnes ont eu pour objectif principal d'étudier l'effet d'échelle, en plus de l'effet d'ajout du ciment et ce, en comparant les résultats des tests de lixiviation obtenus à partir du modèle physique et ceux issus de deux colonnes. Les deux colonnes ont eu la même configuration que le modèle physique et ont été remplies avec les mêmes résidus, sauf une des deux colonnes (C0) en contenait pas de ciment. L'autre colonne (C1) contenait 2 % du ciment type CP10 ajouté aux couches de la base, étant ainsi une réplique fidèle à la configuration du modèle physique. Les colonnes ont été arrosées avec 2,6 L d'eau du robinet en même temps que l'arrosage du modèle physique. Les tests de lixiviation en colonnes ont été poursuivis jusqu'au 34<sup>e</sup> cycle.

Les résultats de ces travaux sont résumés ci-dessous :

Au chapitre 4, on présente les résultats du suivi du comportement géochimique du tas de résidus pendant les cycles de mouillage (du 1<sup>er</sup> jusqu'au 27<sup>e</sup> cycle). Ainsi, le volume d'eau récupéré en bas du modèle physique a démontré des variations durant toute la période du test, des augmentations et des baisses progressives qui pourraient être attribuables à l'expansion des fissurations affectant le résidu en pâte, et/ou par le changement des conditions de température et de l'humidité dans le laboratoire dicté par les cycles saisonniers. L'évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique, ainsi que l'évolution des teneurs en eau volumique aux différentes couches suite au premier cycle de mouillage/séchage démontrent que les fissures de dessiccation contrôlent moins l'infiltration de l'eau. Toutefois, le volume d'eau drainé en bas du modèle physique a démontré des tendances importantes à s'accroître (du 7<sup>e</sup> au 14<sup>e</sup> cycle et du 16<sup>e</sup> au 22<sup>e</sup> cycle) sans que des fissures soient constatées en surface du modèle. Ceci pourrait s'expliquer en plus de l'effet de la progression saisonnière, par la formation des fissurations secondaires invisibles en surface (comme observées par Deschamps et al., 2008). Des changements survenus sur la microstructure de la pâte suite l'hydratation du ciment expliquent le changement de la teneur en eau volumique des couches cimentées vers la fin de la période du séchage. Elle a augmenté pour atteindre 35 % au bout du 22<sup>e</sup> cycle, et elle a légèrement décru par la suite jusqu'à une valeur de 32 %.

Sur le plan géochimique, le pH des eaux recueillies en bas du modèle physique, à la suite des cycles des mouillages durant toute la période du test, est resté neutre autour de valeurs comprises entre 6,6 et 8. La concentration en métaux a été généralement faible. La proportion du fer a été

toujours notée inférieure à 0,728 mg/L, ce qui a été attribué à la précipitation du fer sous forme des hydroxydes à pH neutre, tel que cela a été prouvé suite à l'évaluation numérique par le logiciel MINTEQA2 et à l'évaluation visuelle et par microscope électronique à balayage (MEB) suite au démantèlement final du modèle physique. La concentration du cuivre a été également faible (< 0,15 mg/l). La proportion du nickel et du zinc dans les eaux de lixiviation a été très faible aussi (< 0,5 mg/L), et celle de la silice est restée faible et constante autour de 16,5 mg/L. L'évolution de la composition chimique de l'eau de lixiviation a démontré que le résidu non cimenté avec le temps montre des symptômes d'oxydation des sulfures (relargages de sulfate et de métaux), avec une contre-réaction de neutralisation par les carbonates contenus dans les résidus (taux de relargage du Ca et Mg linéaire par rapport aux sulfates). L'interprétation par extrapolation du test placerait le DPS cimenté le non cimenté étudié dans la zone d'incertitude par rapport au potentiel de génération d'acidité.

Au chapitre 5, on discute l'effet de l'ajout d'une couche couverture pour le DPS dans le modèle physique avec un amendement cimentaire de 2 % de ciment Portland. Cette dernière a été affectée par des fissurations « majeures » qui se sont manifestées en surface 6h après le dépôt de cette couverture (couche 10), et elles ont pris une plus grande ampleur au fur et à mesure que les cycles progressent. L'ampleur des fissurations affectant la couche 10 semble être due à son épaisseur faible (environ 4 cm) et des succions élevées au top du DPS, ce qui a eu par la suite un impact sur : (i) la réactivité du matériel due à la diffusion de l'oxygène, cette dernière assurée principalement par les fractures de dessiccation développées au niveau de la couche 10, ce qui favorise l'oxydation des sulfures, dont l'acidité générée est heureusement neutralisée par le potentiel de neutralisation intrinsèque des rejets étudiés. (ii) le taux d'infiltration de l'eau de rinçage au travers de la couche 10. (iii) la teneur en eau volumique de cette couche, qui augmente rapidement juste après chaque mouillage et atteint environ 70 %. Cette humidité ne persiste pas jusqu'au lendemain du premier rinçage et baisse jusqu'à une teneur de 30 % environ. Suite au deuxième mouillage, la teneur en eau volumique de la couche 10 augmente rapidement pour atteindre des valeurs comprises entre (53 et 66 %), cette valeur persiste parfois jusqu'au troisième jour qui suit le premier mouillage (39 à 59 %). Par la suite, durant toute la période du séchage la teneur en eau de la couche 10 se stabilise aux environs de 30 %).

L'évolution du volume d'eau récupéré en bas du modèle physique continue à être plus contrôlée par les conditions de température et d'humidité dans le laboratoire et par la progression saisonnière. Aux saisons d'été, on récupère plus d'eau drainée à partir du modèle physique par rapport aux saisons d'hiver ou l'atmosphère est plus sèche. Le matériel semble retenir moins d'eau durant la saison estivale; le matériel ayant été prouvé plus saturé en eau.

Par ailleurs, la couche couverture du DPS cimentée semble jouer un rôle de couche protectrice contre l'évaporation permettant de garder plus de saturation en eau dans les couches sousjacentes. Depuis son dépôt en surface du modèle physique, la désaturation des résidus durant les cycles de séchage se fait plus lentement en comparaison des cycles antérieurs. A la fin de la période de mouillage et de séchage, la teneur en eau volumique des trois couches non cimentées déposées juste au-dessus des deux premières couches cimentées du fond (3, 4 et 5) est demeurée plus élevée (38 à 42 % environ).

Durant la période du test suite au dépôt de la couche cimentée, le pH des eaux recueillies en bas du modèle physique suite aux cycles des mouillages, est resté neutre. L'évolution de la concentration des métaux dans les eaux de lixiviation n'a pas beaucoup varié suite au dépôt de la couche 10. Par contre, la proportion des sulfates relargagués suite aux deux premiers cycles de mouillage a baissé jusqu'à une concentration de 2952 mg/L au dernier cycle. Cette évolution a été proportionnelle à celle du magnésium. Alors que la concentration en calcium a connu une légère augmentation. Ceci pourrait être expliqué par la dissolution du ciment et à l'augmentation de l'alcalinité de façon plus générale dans les résidus. Ainsi, la projection de la courbe d'oxydation-neutralisation des rejets du modèle physique a montré que le résidu non cimenté dans le temps deviendrait générateur d'acide. Et le potentiel de génération d'acide de la pâte cimentée est incertain.

La deuxième partie du chapitre 5 a mis l'accent sur l'effet d'échelle entre le modèle physique (boîte de taille intermédiaire : de 200 cm (longueur) x 50 cm (largeur) et la colonne C1 qui représentait la même configuration que le modèle physique à une échelle plus petite (30 cm de diamètre et 44 cm de hauteur). Il a été démontré que l'évolution du comportement géochimique à ces deux échelles est généralement très similaire. Toutefois, la projection de la courbe d'oxydation-neutralisation des rejets de la colonne C1 a indiqué qu'à long terme le résidu cimenté ne sera pas générateur d'acide, on peut alors conclure que les résidus que contient la colonne C1 ont un potentiel de génération d'acide plus faible que le modèle physique.

Au chapitre 6, le démantèlement du modèle physique a révélé une altération diffusée (se manifestant par la présence de rouille) dans les couches non cimentées supérieures (9, 8 et 7) avec un aspect plus altéré et friable de leur matrice, et une oxydation le long de fissures verticales suivant des chemins préférentiels de fracturation pour les couches centrales et basales. Ces couches profondes montraient tout de même une bonne intégrité physique par rapport à celle des couches sus-jacentes. Les interfaces entre les couches de résidus n'ont pas été distinguables démontrant une bonne autocicatrisation, sauf concernant les couches cimentées (interface entre la couche 10 et 9, et interface entre la couche 1 et 2) qui apparaissaient plus franches.

L'évolution de la porosité déterminée par intrusion de mercure à diverses profondeurs dans les couches cimentées durant la période du test suggère une dissolution avancée de la matrice cimentaire si l'on compare avec les tests réalisés sur des pâtes curées et non soumises à la lixiviation. Cependant, les résultats de la caractérisation chimique n'ont pas montré de perte de calcium ou de magnésium (et donc une perte du ciment). Ceci pourrait être donc expliqué par une dissolution des hydrates du ciment et leur précipitation sous forme de d'autres phases minérales plus stables (exemple gypse).

Des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) sur des échantillons prélevés à partir des résidus dans le modèle physique ont corroboré avec ceux du PIM. La matrice cimentée a subi une dissolution partielle, ce qui a permis une expression de la porosité qui a été par la suite -en grande partie- un lieu de précipitation du gypse secondaire. Les fissurations ont été des chemins préférentiels pour la remontée capillaire, pendant les phases de séchage, de l'eau chargée depuis les couches basales cimentées et donc la précipitation de gypse et des hydroxydes de fer. Cette précipitation a provoqué une infiltration lente de l'eau au fil du temps matérialisée par une saturation et désaturation progressive.

La concentration en soufre-sulfate a été observée comme plus élevée au niveau des couches de résidu non cimentées supérieures 9, 8 et 7 qu'au niveau des couches cimentées. Ceci pourrait expliquer l'aspect oxydé et fragile (effets expansifs dû à la précipitation de sulfates hydratés comme le gypse) des couches non cimentées en haut du modèle. L'évolution des valeurs du potentiel de neutralisation (PN) a confirmé l'oxydation produite au niveau des couches non cimentées supérieures. Le PN a baissé jusqu'à 14,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour la couche 9, en comparaison à 64,4 kg CaCO<sub>3</sub>/t des résidus non cimentés inaltérés. Et il a diminué à des valeurs comprises

entre 30 et 40 kg CaCO<sub>3</sub>/t pour les autres couches non cimentées du modèle. Par contre, au niveau des couches cimentées, la valeur du PN a été quasi-similaire à celle de l'échantillon du départ non altéré (80,7 kg CaCO<sub>3</sub>/t), sauf pour la couche 1 où le PN a été légèrement plus faible (72 kg CaCO<sub>3</sub>/t) ; ce qui concorde avec les observations visuelles durant le démantèlement, où il a été noté un aspect plus oxydé et une intégrité physique moins bonne au niveau de la couche cimentée 1 qu'au niveau de la couche cimentée 2. L'évolution des valeurs du potentiel de neutralisation indique une oxydation développée plus au niveau des couches de résidu non cimenté vers la surface du modèle physique, mais le pouvoir neutralisant des couches cimentées (à la base et en surface du modèle physique) peut assurer une neutralisation générale de l'ensemble du dépôt.

L'analyse minéralogique a révélé l'intervention de la dolomite dans le processus de neutralisation. La calcite, minéral plus réactif (Blowes et Ptacek, 1994) disparaît plus rapidement durant les processus de neutralisations pour que la dolomite prenne place ensuite. Ceci a été bien illustré au niveau des couches non cimentées ou la calcite a été quasiment épuisée durant l'opération de la neutralisation de l'acidité générée par le résidu.

## Synthèse et recommandations

Les résultats acquis lors de cette étude ont été obtenus suite à des travaux au laboratoire où les conditions météorologiques n'ont pas été prises en compte. Une réalisation de l'essai à l'échelle du terrain est donc nécessaire afin de mieux comprendre le comportement hydrogéologique et géochimique de la technique de DPS dans un environnement naturel. L'étude est actuellement en cours.

Ce travail a montré que les fissures de dessiccation développées en surface de la dernière couche cimentée déposée en haut du modèle physique ont un impact direct sur le comportement hydrogéologique et géochimique des DPS. Elles favorisent la désaturation rapide de la couche couverture cimentée, ainsi que l'oxydation des résidus sulfureux. Cette réactivité est principalement due à la diffusion de l'oxygène, qui est assurée par ces fractures de dessiccation exprimées au niveau de la couche 10, ce qui engendre par la suite la formation d'un drainage minier acide si le pouvoir de la neutralisation est épuisé. Il est donc important de grossir l'épaisseur de la couche couverture cimentée dans le but de minimiser les chemins préférentiels de percolation de l'eau du rinçage et de la diffusion de l'oxygène vers les couches sous-jacentes.

Il est aussi recommandé d'augmenter la quantité de ciment pour cette couche couverture afin d'augmenter sa cohésion interne. Aussi, un dépôt de couche de sols sur la couche cimentée peut jouer le rôle de « *couverture* » pour la dernière couche cimentée, et la protéger contre l'évaporation et donc, contre le développement de fissurations majeures.

L'utilisation de la technique des DPS sur le terrain est fortement dépendante du climat. Sous des conditions climatiques très sèches, l'ajout de ciment peut être très efficace vu la difficulté de garder le résidu humide, ce qui pourrait conduire au lessivage des minéraux neutralisants que referme le matériel. Tandis que, sous des conditions climatiques humides, l'ajout de couches de pâte cimentées intercalées entre des couches non cimentées pourrait donner de bons résultats pour limiter la génération de DMA. Toutefois, et suite aux résultats obtenus lors de cette étude, on propose l'ajout d'une couche de sol au-dessus de la dernière couche cimentée, qui pourrait améliorer les propriétés environnementales de la technique de DPS et ce, en protégeant la dernière couche cimentée déposée contre l'évaporation et donc, contre le développement de fissurations majeures. Il serait donc intéressant d'étudier une telle configuration surtout qu'elle favorise la restauration du site. Cependant, chaque résidu étant différent il est important d'effectuer des études préliminaires pour déterminer la quantité optimale de ciment à ajouter. L'application de la technique de DPS sous des conditions climatiques froide (comme au Québec) nécessitera une bonne compréhension de l'impact potentiel des cycles de gel/dégel sur l'intégrité physique de la pâte.

Le dépôt de résidus en pâte de surface sans aucun ciment ajouté ne permet pas d'empêcher la formation du DMA, mais cette technique a un avantage indirect pour empêcher la génération du DMA en rendant plus facile la restauration du site.

### **BIBLIOGRAPHIE**

ASTM C 143-00 (2002). Standard test method for slump of hydraulic cement concrete.

ASTM C150 (2005) Standard specification for portland cement

- Aachib, M., Mbonimpa, M. et Aubertin, M. (2004). Measurement and prediction of the oxygen diffusion coefficient in unsaturated media, with applications to soil covers. Water, Air, and Soil Pollution, 156(1), 163-193. doi: 10.1023/B:WATE.0000036803.84061.e5
- Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B. et Kontopoulos, A. (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites. Trans. Inst. Min. Metall. sect. A : min. industry(106), A1-A8.
- Aligizaki, A, K. (2006). Pore structure of cement-based materials testing, interpretation and requirement. New York: Taylor et Francis.
- Ammou, M. (1989). Microcaractérisation des solides : Méthodes d'observations et d'analyse. Valbonne, France.
- Aubertin, M., Cifuentes, E., Martin, V., Apithy, S., Bussière, B., Molson, J., Maqsoud, A. (2006). An investigation of factors that influence the water diversion capacity of inclined covers with capillary barrier effects. Geotechnical Special Publication, 147(1), 613.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des rejets miniers -Manual on CD-ROM
- Aubertin, M., Chapuis, R. P., Aachib, M., Bussière, B., Ricard, J.-F. et Tremblay, L. (1995). Évaluation en laboratoire de barrières sèches construites à partir de résidus miniers. Rapport NEDEM/MEND Report 2.22.2a.
- Aubertin, M., Fala, O., Molson, J. W., Gamache-Rochette, A., Lahmira, B., Martin, V., Ward, W.G. (2005). Évaluation du comportement hydrogéologique et géochimique des haldes à stériles. Paper presented at the Symposium 2005 sur l'environnement et les mines, Rouyn-Noranda, Québec.
- Awoh, A. S (2012). Étude expérimentale du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux sous un recouvrement en eau. (Thèse du doctorat en sciences de l'environnement), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

- Belem, T., Benzaazoua M., Bussière, B. et Dagenais, A.-M. (2002). Effects of settlement and drainage on strength development within mine paste backfill. Proceedings of the Tailings and Mine Waste'02, Fort Collins, Colorado, Balkema, Rotterdam, pp. 139-148.
- Belem, T., Bussière, B., Benzaazoua, M. (2001). The effect of microstructural evolution on the physical properties of paste backfill. Proceedings of the Tailings and Mine Waste '01, Fort Collins, Colorado, Balkema, Rotterdam, pp. 365-374.
- Belem, T., Benzaazoua, M. et Bussière, B. (2000). Mechanical behavior of cemented paste backfill. Compte rendu de la 53e Conférence de la Société canadienne de géotechnique, Volume 1, pp. 373-380.
- Benzaazoua, M., Peyronnard, O., Belem, T., Fried, E., Stephant, A., Dublet, G. (2010). Key issues related to behaviour in cement paste backfilling. Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Seminar on Paste and Thickned Tailings, pp. 345-363, Toronto, Canada.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É. et Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulphurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. Minerals Engineering, 21(4), 330-340. doi:
- Benzaazoua, M., Fall, M. et Belem, T. (2004a). A contribution to understanding the hardening process of cemented pastefill. Minerals engineering, 17, 141-152.
- Benzaazoua, M., Perez, P., Belem, T. et fall, M. (2004b) A laboratory study of the behaviour of surface paste disposal. In: Proceedings of the 8th Minefill 2004 sympodium, pp. 180-192, Beijing, China.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A.M. et Archambault, M. (2004c) Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. Environmental geology, 46, 1086-1101.
- Benzaazoua, M. et Kongolo, M., (2003). Physico-chemical properties of tailing slurries during environmental desulphurization by froth flotation. International Journal of Mineral Processing. 66: 221 – 234.

- Benzaazoua, M., Belem, T., Bussière, B. et Ouellet, S. (2002). Évolution des propriétés des remblais en pâte : principaux paramètres d'influence. Paper presented at the 17e Colloque en Contrôle des Terrains, Val-d'Or, Canada.
- Benzaazoua, M., Belem, T. et Jollette, D. (2000). Investigation de la stabilité chimique et son impact sur la qualité des remblais miniers cimentés Études et recherches / Rapport R-260, (pp. 157). Montréal: IRSST.
- Benzaazoua, M., Ouellet, J., Servant, S., Newman, P. et Verburg, R.B.M. (1999). Cementitious backfill with hight sulfur content: physical, chemical and mineralogical characterization Cement and Concrete Research, 29, 719-725.
- Benzaazoua, M. (1996). Caractérisation physico-chimique et minéralogique de produits miniers sulfurés en vue de la réduction de leur toxicité et de leur valorisation. (Thèse de doctorat), Institut national polytechnique de Lorraine. France.
- Bowles, J.E. (1984) Physical and geotechnical properties of soils, McGraw-Hill.
- Blowes, D.W. et Ptacek, C.J. (1994). Acid-neutralization mechanisms in inactive mine tailings. In J. L. Jambor et D. W. Blowes (Eds.), Short Course Handbook on Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-Waste (Vol. 22, pp. 272-292): Mineralogical Association of Canada.
- Bouzahzah, H. (2013). Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable du drainage minier acide. (Thèse du doctorat en sciences de l'environnement), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Bouzahzah, H., Califice, A., Mermillod-blondin, R., Benzaazoua, M. et Pirard, E. (2008) Modal analysis of mineralogical blends using optical image analysis versus X-Ray diffraction and ICP. 9th ICAM (Int. Congress for Applied Mineralogy), Brisbane (Australia) Sep 8-10.
- Bussière, B. (2007). Colloquium 2004: Hydro-geotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geo-environmental disposal approaches. Canadian Geotechnical Journal, 44, 1019-1052.
- Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G.J., Potvin, R. et Benzaazoua, M. (2005). Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers

abandonnées. Symposium 2005 sur l'environnement et les mines, Rouyn-Noranda: Cédérom.

- Bussière, B., Aubertin, M. et Chapuis, R. P. (2003). The behavior of inclined covers used as oxygen barriers. Canadian Geotechnical Journal, 40(3), 512-535.
- Bussière, B., Lelièvre, J., Ouellet, J. et bois, D. (1995) Utilisation de résidus miniers désulfurés comme recouvrement pour prévenir le DMA: analyse technico-économique sur deux cas réels. In: Sudbury'95, Conference on mining and the environment, Sudbury, Ontario.
- Cadden, A., Newman, P. et Fordham, M. (2003) New development in surface paste disposal of mine wastes. In: Processing & Disposal of Mineral Industry Wastes '03, Falmouth, UK.
- Chatterji, S. (2001). A discussion of the paper "Mercury porosimetry--an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials" by S. Diamond. Cement and Concrete Research, 31, 1657-1658.
- Daud, W. R. et David, J. W. (1999): A numerical study of steady state evaporative conditions applied to mine tailings. Can. Geotech. J. 36: 640–650;
- Deschamps, T. (2009). Étude du comportement physique et géochimique d'un dépôt de résidus miniers en pâte dans des conditions de surface. (Ph.D.), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., Belem, T. et Aubertin, M. (2006). A laboratory study of the hydro-geochemical behaviour of paste tailings disposal. Paper presented at the Proceedings of the 9th international seminar on paste and thickened tailings Paste 2006, Limerick, Ireland.
- Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., Belem, T. et Aubertin, M. (2007) The effect of disposal configuration on the environmental behavior of paste tailings. In: Proceedings of the Minefill 2007, 29 avril-2 mai 2007, Montréal, Qc.
- Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., Aubertin, M. et Belem, T. (2008) Microstructural and geochemical evolution of paste tailings in surface disposal conditions. Minerals engineering, 21, 341-353.

- Deschamps, T., Benzaazoua, M,. Bussière, B. et Aubertin, M. (2011). Laboratory study of surface paste disposal for sulfidic tailings: Physical model testing. Minerals Engineering, 24(8), 794-806. doi:
- Diamond, S. (2000). Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials. Cement and Concrete Research, 30, 1517-1525
- Diamond, S. (2001a). Reply to the discussion by S. Chatterji of the paper "Mercury porosimetry-an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials". Cement and Concrete Research, 31, 1659.
- Diamond, S. (2001b). Reply to the discussion by S. Wild of the paper "Mercury porosimetry--an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials". Cement and Concrete Research, 31, 1655-1656.
- Evangelou, V. P. (2001). Pyrite microencapsulation technologies: Principles and potential field application. Ecological Engineering, 17(2–3), 165-178. doi:
- Fall, M., Benzaazoua, M. et Ouellet, S. (2005) Experimental characterization of the influence of tailings fineness and density on the quality of cemented paste backfill. Minerals engineering, 18(1), 41-44.
- Fredlund, D. G. et Rahardjo, H. (1993). Soil mechanics for unsaturated soils. New York: Wiley International Sciences.
- Fujiyasu, Y. et Fahey, M. (2000) Experimental study of evaporation from saline tailings. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 126: 18–27.
- Fujiyasu, Y., Fahey, M. et Newson, T. (2000) Field investigation of evaporation from freshwater tailings. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 126: 556–567.
- Gallinger, R. et Nicholson, R.V. (1999). Water Covers Workshop Wrap-Up. Dans : Summary notes from the MEND 2000 Workshop – Case Studies on Wet and Dry Covers for Tailings and Waste Rock. Sudbury, Ontario.

- Gamache-Rochette, A. (2004). Une étude de caractérisation en laboratoire et sur le terrain des écoulements de l'eau dans les roches stériles. (Mémoire de maîtrise), École polytechnique de Montréal.
- Gan, J.K.M. et Fredlund, D.G. (1996). Shear strength characteristics of two saprolitic soils. Canadian Geotechnical Journal, 33: 595–609.
- Godbout, J. (2005). Évolution des propriétés hydriques des remblais miniers cimentés en pâte durant le curage. (Mémoire de maîtrise), École Polytechnique de Montréal.
- Gosselin, M., Aubertin, M. et Mbonimpa, M. (2007). Évaluation de l'effet du degré de saturation sur la diffusion et la consommation d'oxygène dans des résidus miniers sulfureux. Paper presented at the 60th CGC and 8th Joint CGS, p. 1431-1438.
- Guinebretière, R. (2002). Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins. Paris: Hermes Sciences.
- Gulec, S., Benson, C. et Edil, T. (2005). Effect of Acidic Mine Drainage on the Mechanical and Hydraulic Properties of Three Geosynthetics. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 131(8), 937-950. doi: doi:10.1061/(ASCE)1090-0241(2005)131:8(937)
- Hamdi, J. (2011). Mesures expérimentales des concentrations en oxygène sur le terrain et modélisations numériques pour évaluer le flux de diffusion dans la couverture du site minier LTA. (M.Sc.A.), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Hassani, F. et Archibald, J. (1998) Mine backfill, CD-ROM. Canadian institute of mine, metallurgy and petroleum.
- Herget, G. et De Korompay, V. (1987). In situ drainage properties of hydraulics backfills. Proceedings of Mining with Backfill, Research and Innovations CIM special Volume 19, pp. 117-123.
- Holtz, R.D., Kovacs, W.D. (1981). An introduction to geotechnical engineering, Prentice-Hall, Englewood Cliffs.
- Hatano, R., Nakamoto, H., Sakuma, T. et Okajima, H. (1988): Evapotranspiration in cracked clay field soil. Soil Sci. Plant Nutrition, 34(4), 547–555.

Klein, C. et Hurlburt, C.S.Jr. (1985). Manual of Mineralogy.

- Kleinmann, R.L.P., Crerar, D.A. et Pacelli, R.R. (1981). Biogeochemistry of acid mine drainage and a method to control acid formation. Journal Name: Min. Eng. (N.Y.); (United States); Journal Volume: 33:3, Medium: X; Size: Pages: 300-305.
- Landriault, D.A., Johnson, J.M. et Palkovits, F. (2005) Thickened tailings and paste technology: the future of industrial waste disposal. In: Proceeding of the SME annual meeting, Salt Lake City, Utah.
- Lapakko, K.A., Antonson, D.A. et Wagner, J.R. (1997) Mixing of limestone with finely-crushed acid-producing rock. In: Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage, Vol II, pp. 953-970, Vancouver, BC.
- Lapakko, K.A., Antonson, D.A. et Wagner, J.R. (2000) Mixing of limestone with finely-crushed acid-producing rock. In: Proceedings of the Fifth International Conference on Acid Rock Drainage, Vol II, pp. 901-910, Denver, Colorado.
- Lawrence, R. W. (1990). Prediction of the behavior of mining and processing wastes in the environment. Paper presented at the Western Regional Symposium on Mining and Mineral Processing Wastes, Littleton, C.O.
- Li, M., Aubé, B. et St-Arnaud, L. (1997). Considerations in the use of shallow water covers for decommissioning reactive tailings. Paper presented at the 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver.
- Lupo, J. F. et Morrison, K. F. (2007). Geosynthetic design and construction approaches in the mining industry. Geotextiles and Geomembranes, 25(2), 96-108. doi:
- Martin, V. (2003). Étude des propriétés non saturées des stériles miniers. (Mémoire de maîtrise), École Polytechnique de Montréal.
- Mehling, P.E., Day, S.J. et Sexsmith, K.S. (1997) Blending and layering waste rock to delay, mitigate or prevent acid generation: a case review study. In: Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage, Vol II, pp. 951-969, Vancouver, BC.
- MEND. (2001). Prevention and Control. MEND Report 5.4.2d. Ottawa, ON, Canada.

- Miller, S.D., Jeffery, J.J. et Wong, J.W.C. (1991). Use and misuse of the acidbase account for "AMD" prediction. Paper presented at the Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montreal, Canada.
- Mohamed, A.M.O., Hossein, M. et Hassani, F.P. (2002). Hydro-mechanical evaluation of stabilized mine tailings. Environmental Geology 41, pp. 749-759.
- Mylona, E., Xenidis, A. et Paspaliaris, I. (2000) Inhibition of acid generation from sulphidic wastes by the addition of small amounts of limestone. Minerals engineerings, 13, 1161-1175.
- Newman, P., White, R. et Cadden, A. (2001) Paste the future of tailings disposal. In: International Conference on Mining and Environment, Skelleftea, Sweden.
- Nordstrom, D. K. (2000). Advances in the hydrogeochemistry and microbiology of acid mine waters. International Geology Review, 42(6), 499-515.
- Ouellet, S., Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M. et Belem, T. (2004). Effect of binder type and mixing water chemistry on microstructural evolution of cemented paste backfill. Paper presented at the Proceedings of the 57<sup>th</sup> canadian geotechnical conference and the 5<sup>th</sup> joint CGS-LAH conference, Quebec, Canada.
- Ouellet, S., Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., Fall, M. et Belem, T. (2003). Sulphide reactivity within cemented paste backfill : oxygen consumption test results. Paper presented at the 56th Canadian Geotechnical Conference, 4th Joint IAH-CNC/CGS Conference, 2003 NAGS Conference., Winnipeg, Canada.
- Ouellet, S., Bussière, B., Mbonimpa, M. et Aubertin, M. (2006). Reactivity and mineralogical evolution of an underground mine sulphidic cemented paste backfill. Minerals engineering, 19, 407-419.
- Peacey, V., Yanful, E. K., Li, M. et Patterson, M. (2002). Water cover over mine tailings and sludge: Field studies of water quality and resuspension. International Journal of Surface Mining, Reclamation and Environment, 16, 289-303.
- Potts, P.J. (1987). A handbook of silicate rock analysis. Chapman and Hall, New York.

- Rahardjo, H., Lim, T.T., Chang, M.F. et Fredlund, D.G. (1995). Shear-strength characteristics of a residual soil. Canadian Geotechnical Journal, 32: 60–77.
- Ramlochan, T., Prabinski, M.W. et Hooton, R.D. (2004). Microstrucral and chemical investigations of cemented paste backfills. Proceedings of the 57th Canadian Geotechnical Conference and the 5th joint CGS-IAH Conference, 24- 27 October 2004, Quebec city.
- Rassam, D.W. et Williams, D.J. (1998) Undrained bearing capacity of unsaturated soils. In Proceedings of the 8th Australia – New Zealand Conference on Geomechanics, Tasmania, Australia. Edited by N. Vitharana and R. Colman. Australian Geomechanics Society, Barton, ACT, Vol. 1, pp. 329–335.
- Raudsepp, M. et Pani, A. (2003). Application of Rietveld analysis to environmental mineralogy, in Environmental Aspects of Mine Wastes(eds: J L Jambor, D W Blowes and A I M Ritchie).
- Revell, M.B. (2004) Paste How strong is it? In: Proceeding of the 8th International Symposium on Mining with Backfill, pp. 286-294, Beijing, China.
- Rietveld, H. M. (1993). The Rietveld Method, R.A Young, Editor, Oxford University Press.
- Robinsky, E.I. (1999) Thickened tailings disposal in the mining industry. Quebecor Printpak, Toronto.
- Rodríguez. R., Sánchez, M., Ledesma, A. et Lloret, A. (2007) Experimental and numerical analysis of desiccation of a mining waste Can. Geotech. J. 644–658.
- Romano, Connie G., Ulrich Mayer, K., Jones, David R., Ellerbroek, David A. et Blowes, David
  W. (2003). Effectiveness of various cover scenarios on the rate of sulfide oxidation of mine tailings. Journal of Hydrology, 271(1–4), 171-187. doi:
- Shuttleworth, J.A., Thomson, B.J. et Wates, J.A. (2005). Surface paste disposal at Bulyanhulu -Practical lessons learned. Paper presented at the Proceedings of the 8th international seminar on paste and thickened tailings - Paste 2005, Santiago, Chili.
- Simms, P. et Grabinsky, M.W. (2009). Direct measurement of matric suction in triaxial tests on early-age cemented paste backfill. Canadian Geotechnical Journal, 46(1), 93-101.

- Simms, P., Grabinsky, M.W. et Zhan, J. (2005). Laboratory evaluation of evaporative drying from surface deposited tailings at the Bulyanhulu gold mine. Paper presented at the 58th Canadian Geotechnical Conference, Saskatoon, Canada.
- Simms, P., Grabinsky, M.W. et Zhan, J. (2007). Modelling evaporation of paste tailings from the Bulyanhulu mine. Canadian Geotechnical Journal, 44, 1417-1432.
- Skoog, D.A. et Leary, J.J. (1992). Principles of instrumental analysis, Fourth Edition: Saunders College Publishing.
- Skoog, D.A., West, D.M. et Holler, F.J. (1997). Chimie Analytique, 7e édition. De Boek Université.
- Sobek, A.A., Schuller, W.A., Freeman, J.R. et Smith, R.M. (1978). Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054. In E. P. Agency (Ed.). Washingtion, DC.
- Sofra, F. et Boger, D.V. (2002) Environmental rheology for waste minimisation in the minerals industry. Chemical Engineering Journal, 86: 319–330.
- Sorrenti, E. (2007) Étude de la passivation de la Pyrite: chimie de surface et réactivité, thèse de doctorat, pp. 245. Institut National Polytechnique de Lorraine.
- SRK, (1989) Draft acid rock drainage. Technical Guide Vol. 1, British Columbia Acid Mine Drainage Task Force Report, Prepared by Steffen, Robertson, Kirsten in Association with Norecol Environmental Consultants and Gormely Process Engineering.
- Stogran, S., Wade, B., Harold, D., Scott C. et Tucker, G. (2004). Waste material management at the Kemess South Mine to control environmental impacts.
- Theriault, J., Frostiak, J. et Welch, D. (2003). Surface disposal of paste tailings at the Bulyanhulu gold mine, Tanzania. Paper presented at the Proceedings (CD-ROM) of Sudbury mining environment conference, Sudbury, Ontario.
- Topp, G. C., Davis, J. L. et Annan, A. P. (1980). Electromagnetic determination of soil water content: Measurements in coaxial transmission lines. Water Resources Research, 16(3), 574-582. doi: 10.1029/WR016i003p00574

- Verburg, R.B.M. (2002) Paste technology for disposal of acid-generating tailings. Mining Environmental Management, Vol. 13, Iss. 7, pp. 14-18.
- Vick, S.G. (1990) Planning, Design and Analysis of Tailing Dams, BiTech Publishers Ltd. Vancouver, B.C.
- Vigneault, B., Campbell, P. G. C., Tessier, A. et De Vitre, R. (2001). Geochemical changes in sulfidic mine tailings stored under a shallow water cover. Water Research, 35(4), 1066-1076. doi:
- Villeneuve, M. . (2004). Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. (M.Sc.A.), École Polytechnique de Montréal, Montréal.
- Washburn, E. W. (1921). The Dynamics of Capillary Flow. Physical Review, 17, 273-283.
- Wills, B.A. (1997) Mineral Processing Technology An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery. 6th ed. Butterworth-Heinemann, Burlington, Mass.
- Yanful, E.K. (1993) Oxygen diffusion through soil covers on sulphidic mine tailings. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 119: 1207–1211.
- Yilmaz, E. (2010). A field investigation of the behaviour of fine-grained, sulphide-rich paste tailings under a surface disposal condition. (Post-doc Project Final Report), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, Canada.
- Zhan, G. S., Aubertin, M., Mayer, A., Burke, K. et McMullen, J. (2001). Capillary cover design for leach pad closure. Paper presented at the Transaction of the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc, Denver, CO, USA.

http://athena.unige.ch