

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
École Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Laboratoire Génie Minier

Département de Génie Minier
Laboratoire de Génie Minier

**THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES
EN GENIE MINIER**

Présentée par

Amira MERCHICHI

**Décontamination des sites de rejets miniers contenant des
métaux lourds par la méthode combinée de valorisation et
d'usage des phosphates naturels de Djebel Onk**

Soutenue publiquement, devant le jury composé de

M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur à l'ENP	Président
M. Malek OULD HAMOU	Professeur à l'ENP	Directeur de thèse
Mme. Ema BOBOCIOIU	Maître de Recherche à l'ENS Lyon	Co-directrice de thèse
M. Toudert AHMED ZAID	Professeur à l'ENP	Examineur
M. Abdelaziz IDRES	Professeur à UBMA	Examineur
M. Djelloul BELHAI	Professeur à l'USTHB	Examineur
M. Abdelkrim KHELOUFI	Directeur de Recherche à CRTSE	Invité

ENP 2022

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
École Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Laboratoire Génie Minier

Département de Génie Minier
Laboratoire de Génie Minier

**THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES
EN GENIE MINIER**

Présentée par

Amira MERCHICHI

**Décontamination des sites de rejets miniers contenant des
métaux lourds par la méthode combinée de valorisation et
d'usage des phosphates naturels de Djebel Onk**

Soutenue publiquement, devant le jury composé de

M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur à l'ENP	Président
M. Malek OULD HAMOU	Professeur à l'ENP	Directeur de thèse
Mme. Ema BOBOCIOIU	Maître de Recherche à l'ENS Lyon	Co-directrice de thèse
M. Toudert AHMED ZAID	Professeur à l'ENP	Examineur
M. Abdelaziz IDRES	Professeur à UBMA	Examineur
M. Djelloul BELHAI	Professeur à l'USTHB	Examineur
M. Abdelkrim KHELOUFI	Directeur de Recherche à CRTSE	Invité

ENP 2022

ركزت هذه الدراسة على تقييم فعالية المعالجة والتحكم في النفايات الحمضية الناتجة عن تعرض نفايات المعالجة لمنجم خرزت يوسف وسيدي كامبر لتأثير الماء والأكسجين. تم توظيف المواد الفوسفاتية لمنجم الفوسفات جبل عنق (ولاية تبسة، الجزائر) واستخدامها كمعادلة في إزالة التلوث من النفايات الحمضية وذلك بزيادة الأس الهيدروجيني بسرعة من 3.08 إلى 8 أثناء تفاعلات الماء الحمضي ومواد الفوسفات. أظهرت اختبارات التعديل الدفعي والعمودي والقلوي نتائج ايجابية وكانت فعالة جدا. إذ تمت إزالة المعادن بكفاءة (95.5% إلى 99.9%) بواسطة جميع مواد الفوسفات المستعملة. ظهرت نتائج إزالة الكبريت باستخدام طريقتين (التعويم والفصل الجاذبية) زيادة في قلوية المخلفات المنزوعة الكبريت مقارنة بالمخلفات غير المعالجة. اظهرت طريقة الجاذبية فعالية كبيرة لمعالجة نفايات سيدي كامبر.

كلمات دالة : نفايات المناجم، تصريف حمضي للمناجم، فوسفات جبل عنق، تصريف هوائي، معالجة المعادن بمواد طبيعية

Abstract

Passive abiotic treatment of acid mine drainage (AMD) was investigated using phosphate mining materials (raw low-grade phosphate ore, phosphatic limestone wastes, and phosphate mine tailings) from the Djebel Onk mine, Algeria. Laboratory batch and column tests were performed using the main expected lithologies of phosphate materials in contact with synthetic AMD, which had a low pH (3.08) and contained high concentrations of Fe, Mn, Mg, Zn, Cu, As and sulfate. Phosphate materials were used as an oxic limestone drain to evaluate the increase in the pH of the AMD and metal removal by sorption and precipitation mechanisms. In addition, to control the AMD, the use of alkaline phosphate as amendments were carried out in wheathring cells. The results showed that all phosphatic lithologies were efficient in the passive treatment of AMD. The pH rapidly increased from 3.08 to 8 during water-rock interactions and metals were efficiently removed (95.5% to 99.9%) by all materials. The use of these mine wastes for passive treatment of AMD would allow the development of integrated management strategies for these residual materials in the context of sustainable development of phosphate mining. The results of the desulfurization using two techniques (flotation/gravimetric separation by shaking table) showed an increase in the alkalinity of the desulfurization tailings compared to the non-desulfurized tailings. Gravimetric desulfurization was more efficient for SKG tailings.

Keywords : Mine tailings, Acid mine drainage, Phosphate materials of Djebel Onk, Oxic drain, Passive treatment.

Résumé

La présente étude a porté sur l'évaluation de l'efficacité de traitement passif/contrôle du drainage minier acide (DMA) généré par les rejets miniers lorsqu'ils sont soumis à l'action de l'eau et de l'oxygène atmosphérique. Elle vise à étudier comment les méthodes de traitement passif et de restauration pourraient être intégrées à la décontamination du site des rejets de Kherzet Youcef et de Sidi Kamber. Les matériaux de la mine de phosphate de Djebel Onk (W. Tébessa, Algérie), ont été caractérisés et utilisés comme neutralisants pour le DMA dans des essais en batch, en colonne et comme amendements alcalins. Les résultats ont montré que toutes les lithologies phosphatiques étaient efficaces pour le traitement passif du DMA. Le pH a rapidement augmenté de 3.08 à 8 pendant les interactions eau-roche et les métaux ont été éliminés efficacement (95.5% à 99.9%) par tous les matériaux. Les résultats de la désulfuration utilisant deux techniques (flottation/séparation gravimétrique par table à secousses) ont montré une augmentation de l'alcalinité des résidus de désulfuration par rapport aux résidus non désulfurés. La désulfuration menée avec la méthode gravimétrique s'est avérée plus efficace pour les résidus SKG.

Mots clés : Rejets miniers, Drainage minier acide, Matériaux phosphatés de Djebel Onk, Drain oxic, Traitement passif

Dédicace

*A la mémoire de ma **maman** chérie d'amour BAYA. Ça fait maintenant dix-sept ans que tu as fait le grand saut..Ton absence est très douloureuse. Repose en paix et sois fière de ta fille!*

*A l'homme le plus important de ma vie mon très cher **papa**. Tu n'as jamais cessé de prier pour moi durant mon cursus et m'encouragé régulièrement. Merci pour tout l'amour que tu m'as donné depuis mon enfance.*

*A la mémoire de ma sœur aînée **Nadia**. T'avoir perdu lors de la réalisation de cette thèse fût la terrible épreuve à surmonter. Tu m'as quitté, par amour pour toi je dois l'accepter. Tu étais le pilier familial, celle qui veillait sur nous depuis notre enfance, celle qui travaillait sans compter, afin de nous offrir le meilleur, malgré les aléas de la vie..Tu es dans mon cœur, plus profondément qu'avant, je partagerai avec toi tous mes bonheurs et mes pensées. Je me dis que tu es partie en voyage et qu'un jour je te rejoindrai...Je t'aime tu le sais, tu m'aimes je le sais aussi...*

*A la mémoire de ma sœur **Wahiba**, que Dieu le tout-puissant t'accorde son infinie miséricorde et t'accueille dans son éternel paradis..Tu resteras dans mes pensées...*

A mes chers frères et sœurs, je vous aime très fort !

A mes adorables neveux et nièces

« Emporte dans ta mémoire, pour le reste de ton existence, les choses positives qui ont surgi au milieu des difficultés. Elles seront une preuve de tes capacités et te redonneront confiance devant tous les obstacles ».

(Paulo Coelho)

Remerciements

L'accomplissement de cette thèse n'aurait été possible sans les efforts et l'encouragement soutenus des personnes dont les noms apparaissent ci-après.

Je tiens d'abord à remercier mon directeur de thèse, collègue et ami professeur **Malek OULD HAMOU** de l'Ecole Nationale Polytechnique, pour sa confiance en moi, son support, sa disponibilité et ses précieux conseils tout au long de la réalisation de cette thèse. Il m'a apporté son soutien et m'a fait bénéficier de sa grande expérience, grâce à lui j'ai pu rejoindre le domaine de la minéralogie. Heureuse que vous ayez été mon professeur.

Je remercie également ma co-directrice de thèse Docteur **Ema BOBOCIOIU** de l'Ecole Normale Supérieure de Lyon (France) pour son implication, qui malgré la distance, a toujours été disponible et a su contribuer à l'amélioration de mes travaux, spécialement dans la partie minéralogie.

Ma gratitude s'adresse spécialement à Professeur **Mostafa BENZAAZOUA** de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT- Canada) pour m'avoir accueillie en m'acceptant comme stagiaire au sein de l'Institut de Recherche en Mines et Environnement (IRME). Ses suggestions pertinentes ont contribué à mieux orienter mon travail de recherche. Je le remercie aussi pour le financement d'une grande partie de mes essais et analyses.

Je veux aussi souligner le précieux soutien de Professeure **Carmen Mihaela NECULITA** de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT- Canada), notamment pour la correction de l'article et pour avoir bonifié le travail avec sa supervision et son expérience dans le domaine de traitement passif du DMA.

Un grand merci au docteur **Mohamed EDAHBI**, chercheur à l'UQAT pour ses conseils et son aide précieuse au cours des travaux de laboratoire.

Je voudrais remercier de tout cœur tous les professeurs qui ont accepté de faire partie du jury pour l'examen de cette thèse : Professeurs **Mohamed Lamine DJEGHLAL** et **Toudert AHMED ZAID** de l'Ecole Nationale Polytechnique, Professeur **Abdelaziz IDRES** de l'Université Badji Mokhtar de Annaba, Professeur **Djelloul BELHAI** de l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene et Professeur **Abdelkrim KHELOUFI** du Centre de Recherche en Technologie des Semi-Conducteurs pour l'Energétique.

Je remercie chaleureusement l'équipe de l'**URSTM** de l'UQAT pour leur précieuse aide lors des essais de laboratoire et pour leur bonne humeur particulièrement, Ibrahima, Mélanie, Mélinda, Patrick et Marc. Aussi, je remercie mes amis de l'UQAT qui m'ont offert un support exceptionnel et surtout pour tous les très bons moments partagés ensemble qui ont rendu mon stage particulièrement agréable : Takoua, Nour Eddine, Christelle, Merouane, Thana, Rachid et Youcef.

Mes remerciements vont également à l'équipe du **LGL-TPE** (*Laboratoire de géologie de Lyon Terre, planètes, environnement* (CNRS UMR 5276, France)) pour m'avoir accueillie durant

trois mois. Une spéciale dédicace à Professeur **Francis ALBAREDE** pour ses conseils avisés et pour sa supervision lors des essais d'extraction.

Je suis aussi reconnaissante à Professeure **Maria AUGUSTYNIAK** de l'Université de Silésie pour les conseils et la réalisation de quelques analyses au laboratoire de biologie, biotechnologie et protection de l'environnement mais aussi pour sa sympathie. La famille Augustyniak, je ne vous remercierai jamais assez pour votre accueil très chaleureux.

Aussi, une partie de ce travail a été rendue possible grâce à une collaboration avec l'Université de Silésie et au gouvernement de la Pologne qui a financé une partie de ce projet, à travers les deux programmes de Bourses **PROM** (programme d'échange de bourses destinées aux doctorants et au personnel académique) et de la commission nationale polonaise pour l'**UNESCO**. Tout le personnel de l'Institut de biologie, biotechnologie et protection de l'environnement est chaleureusement remercié pour son implication et plus particulièrement mes chères professeures **Monika TARNAWSKA** et **Agnieszka BABCZYNSKA** pour leur apport constructif et leur supervision durant la période du stage.

Mes vifs remerciements vont à tout le personnel des entreprises **SOMIPHOS** et **ENOF** pour les efforts considérables qu'ils ont déployés lors de l'échantillonnage.

Un merci particulier à toutes les équipes techniques des laboratoires de **CRAPC**, de **Universal Lab**, de **HTDS** et de l'entreprise ASG Amel Scientific group pour leurs précieuses collaborations, de m'avoir permis d'effectuer des analyses chimiques et minéralogiques au sein de leurs laboratoires.

Un petit coucou à mes amis pour leur support : Safia ZOUBIRI, Nabila Guerfi, Halima BENAGROUBA, Hichem MEFTAH, Hakim RABIA, Nesma BOUZAZA et Sihem REBHI

Je termine par destiner une pensée à tous les collègues pour qui je compte.

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale	17
Chapitre 01 : Revue de littérature	
1. L'activité minière et ses rejets	22
2. L'impact des parcs à résidus miniers sur l'environnement	23
2.1 Drainage minier acide (DMA)	24
2.2 Drainage neutre contaminé	29
2.3 Neutralisation du DMA	29
2.4 Formation de minéraux secondaires	31
3. Gestion des résidus miniers	32
3.1 Désulfuration	32
3.1.1 Flottation	33
3.1.2 Séparation gravimétrique	35
3.1.3 Biolixiviation	36
3.2 Imperméabilisation des résidus	37
3.3 Utilisation des procédés physico-chimiques	38
3.4 Inhibition de l'activité bactérienne	38
4. Méthodes de traitement du DMA	38
4.1 Traitement actif	40
4.2 Traitement passif	40
5. Drains calcaires ou dolomitiques	48
5.1 Description	48
5.2 Dimensionnement	51
6. Méthodes de contrôle du drainage minier acide et techniques de prédiction	54
6.1 Tests statiques	54
6.1.1 Tests statiques chimiques	54
6.1.2 Tests statiques minéralogiques	57
6.1.3 Interprétation des essais statiques	58
6.1.4 Tests NAG (net acid generation)	58
6.2 Tests cinétiques	59
6.3 Essais de lixiviation	64

Chapitre 02 : Présentation des sites, matériel et méthodes

1. Description des sites d'étude	66
1.1 Présentation du district minier de Sidi Kamber	66
1.1.1 Localisation et contexte général	66
1.1.2 Aspect géologique et minéralisation	67
1.2 Présentation du district minier de Kherzet Youcef	68
1.2.1 Localisation et contexte général	68
1.2.2 Aspect géologique et minéralisation	69
1.2.3 Traitement du minerai	71
1.3 Présentation du district minier de phosphate de Djebel Onk	71
1.3.1 Localisation et contexte général	71
1.3.2 Aspect géologique et minéralisation	72
2. Prélèvement et Préparation des échantillons	74
3. Méthodes de caractérisation des matériaux	76
3.1 Caractérisation physique	76
3.1.1 Analyse granulométrique	76
3.1.2 Capacité d'échange cationique	78
3.1.3 Conductivité hydraulique saturée	78
3.2 Caractérisation minéralogique	79
3.2.1 Préparation des sections polies	79
3.2.2 Confection de lames minces	80
3.2.3 Analyse par DRX (Diffraction aux rayons X)	81
3.2.4 Microscope électronique à balayage	81
3.2.5 Analyses par spectroscopie Raman	82
3.3 Caractérisation chimique	83
3.3.1 Analyse du soufre et du carbone total	83
3.3.2 Spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES)	84
3.3.3 La fluorescence des rayons X (FRX)	84
3.3.4 Spectroscopie d'Absorption Atomique « SAA »	85
4. Description des essais réalisés	85
4.1 Evaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols, plantes et résidus miniers dans les sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef	85
4.1.1 Prétraitement	87
4.1.2 Digestion et analyse	87
4.1.3 Indice de pollution et de Nemerow	88
4.2 Evaluation du comportement géochimique des rejets miniers	92
4.2.1 Essais statiques	92
4.2.1.1 Potentiel de génération d'acidité (PA)	92
4.2.1.2 Potentiel de neutralisation (PN)	92
4.2.2 Essais cinétiques en mini cellules d'altération (méthode développée par Cruz et al., 2001, modifiée par Villeneuve, 2004)	93
4.2.2.1 Description	93

4.2.2.2	Caractérisation des échantillons liquides	94
4.3	Essais de décontamination des rejets miniers par désulfuration environnementale	94
4.3.1	Flottation	94
4.3.2	Séparation gravimétrique	96
4.4	Traitement passif du DMA par des matériaux phosphatés de Djebel Onk (essais en batch).	97
4.4.1	Échantillonnage et préparation des échantillons	97
4.4.2	Analyses physiques, chimiques et minéralogiques	98
4.4.3	Description des essais	99
4.4.4	Analyse des lixiviats	101
4.5	Traitement passif des rejets miniers par des matériaux phosphatés de Djebel Onk à moyenne échelle.	101
4.5.1	Caractérisation des échantillons liquides	102
4.6	Amendement alcalin à base de matériaux phosphatés de Djebel Onk: application sur les résidus de la mine abandonnée de Sidi Kamber.	102

Chapitre 03 : Résultats et discussion

1.	Résultats de la caractérisation des résidus miniers de Sidi Kamber	105
1.1	Caractérisation physique	105
1.1.1	Analyse granulométrique	105
1.1.2	Détermination de l'humidité résiduelle, norme AFNOR NF X 31- 102 (1992)	105
1.1.3	Détermination du potentiel d'hydrogène	106
1.2	Caractérisation minéralogique par diffraction aux rayons x	106
1.3	Caractérisation chimique	107
2.	Résultats de la caractérisation des résidus miniers de Kherzet Youcef	109
2.1	Caractérisation physique	109
2.1.1	Analyse granulométrique	109
2.1.2	Détermination de l'humidité résiduelle, norme AFNOR NF X 31- 102 (1992)	109
2.1.3	Détermination du potentiel d'hydrogène	110
2.2	Caractérisation minéralogique	110
2.3	Caractérisation chimique des rejets	112
3.	Résultats de la caractérisation des matériaux phosphatés	114
3.1	Caractérisation physique	114
3.1.1	Analyse granulométrique	114
3.1.2	Conductivité hydraulique	115
3.1.3	Capacité d'échange cationique CEC	115
3.2	Caractérisation minéralogique	115
3.3	Caractérisation chimique	119
4.	Résultats de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols et résidus miniers	121
4.1	Cas de Sidi Kamber	121

4.2 Cas de Kherzet Youcef	124
5. Résultats de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des plantes	126
5.1 Cas du site de Sidi Kamber	126
5.1.1 SKF	127
5.1.2 SKG	131
5.2 Cas de la mine de Kherzet Youcef	131
6. Comportement géochimique des rejets miniers (Sidi Kamber et Kherzet Youcef)	132
6.1 Résultats des essais statiques	132
6.2 Résultats des essais cinétiques en mini cellules d'altération	133
7. Résultats de la désulfuration	137
7.1 Flottation	137
7.1.1 Cas des rejets de Sidi Kamber	138
7.1.2 Cas des rejets de Kherzet Youcef	139
7.2 Désulfuration par séparation gravimétrique	141
8. Comportement géochimique après désulfuration	142
8.1 Évolution des paramètres électrochimiques des lixiviats	142
8.2 Analyses chimiques des lixiviats	143
9. Résultats du traitement passif du DMA par des matériaux phosphatés de Djebel Onk (essais en batch).	146
9.1 Qualité des lixiviats	146
10. Résultats du traitement passif à moyenne échelle (colonnes)	150
10.1 Paramètres électrochimiques (pH, Eh et conductivité)	150
10.2 Concentrations en métaux	152
11. Résultats du traitement passif par amendements alcalins	154
12. Discussion générale	158
Conclusion générale	171
Références bibliographiques	174
Annexe A	194
Annexe B	200
Annexe C	207
Annexe D	210
Annexe E	213
Annexe F	218
Annexe G	221
Annexe H	225

Liste des tableaux

Tableau. 1 Principaux minéraux neutralisants.....	30
Tableau. 2 Minéraux secondaires (Oxyhydroxydes et oxydes).....	31
Tableau. 3 Principaux collecteurs les plus utilisés dans le procédé de flottation.....	35
Tableau. 4 Exemples d'applications industrielles de la désulfuration environnementale.....	37
Tableau. 5 Différences entre les deux systèmes (passif et actif) (Pabst et al., 2017).....	41
Tableau. 6 Classement des effluents en fonction de leur acidité ou alcalinité nette.....	42
Tableau. 7 Techniques de traitement passif du DMA.....	47
Tableau. 8 Exemple d'efficacité de drains	53
Tableau. 9 Critères de design des systèmes de traitement passifs (Zipper et Skousen, 2010 ; Skousen et al., 2017).....	53
Tableau. 10 Variantes du test de Sobek et al (1978) ainsi que l'essai modifié par Lawrence et Wang (1997).....	57
Tableau. 11 Principaux essais cinétiques	60
Tableau. 12 : Réactifs utilisés pour la flottation	95
Tableau. 13 Composition du DMA synthétique.....	99
Tableau. 14 Différentes configurations choisies pour les essais d'amendement alcalins.....	103
Tableau. 15 Résultats du taux d'humidité des rejets de Kherzet Youcef.....	106
Tableau. 16 Résultats du potentiel d'hydrogène des résidus de Sidi Kamber (SKF et SKG).....	106
Tableau. 17 Résultats des caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques des rejets de Sidi Kamber.....	108
Tableau. 18 Résultats du taux d'humidité des rejets de Kherzet Youcef.....	109
Tableau. 19 Résultats du potentiel d'hydrogène des résidus de Kherzet Youcef.....	110
Tableau. 20 Résultats des caractéristiques physiques et chimiques des rejets de Kherzet Youcef.....	113
Tableau. 21 Concentrations minéralogiques de l'échantillon de phosphates bruts.....	118
Tableau. 22 Caractéristiques des matériaux phosphates	120
Tableau. 23 Concentrations de métaux lourds extraits par CaCl ₂ et HNO ₃ (Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber).....	122
Tableau. 24 Concentrations de métaux lourds extraits par CaCl ₂ et HNO ₃ (Cas de la mine de Kherzet Youcef).....	123
Tableau. 25 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes (SKF).....	128
Tableau. 26 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes (SKG et KH).....	129
Tableau. 27 Calcul du potentiel net de neutralisation pour les différents échantillons	132
Tableau. 28 Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Sidi Kamber	137
Tableau. 29 Dosage des réactifs utilisés.....	137
Tableau. 30 Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Kherzet Youcef.....	137
Tableau. 31 Dosage des réactifs utilisés	138
Tableau. 32 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de SKF).....	138
Tableau. 33 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de SKG).....	139
Tableau. 34 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de Kherzet Youcef).....	140
Tableau. 35 Résultats de la désulfuration par table à secousses	142
Tableau. 36 Indice de pollution (PI) et indice de pollution de Nemerow (PN) (pour les éléments extraits à l'acide - Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber).....	161
Tableau. 37 Indice de pollution (PI) et indice de pollution de Nemerow (PN) (pour les éléments extraits à l'acide - Cas de la mine de Kherzet Youcef).....	162

Liste des figures

Fig. 1 Différentes installations et fonctionnement d'un site minier.....	23
Fig. 2 Schéma montrant la génération du DMA (les rejets miniers contenant un taux élevé en sulfures produisent des effluents acides lorsqu'ils sont exposés à l'air et à l'eau).....	24
Fig. 3 Processus de l'oxydation de la pyrite (Aubertin et al., 2002).....	26
Fig. 4 Etapes de formation du drainage minier acide en fonction du temps et du pH de l'eau (Aubertin et al., 2002) (Phase I et II : Oxydation directe de la pyrite et du fer ferreux ainsi que l'hydrolyse et précipitation du fer ferrique ; phase III : Oxydation indirecte de la pyrite)...	26
Fig. 5 Schéma récapitulatif des réactions primaires et secondaires qui se déroulent lors de la formation d'un DMA (<i>Acidithiobacillus ferrooxidans</i> récupère son énergie par oxydation de nombreux minéraux sulfureux, ainsi que celle du fer ferreux, du soufre natif ou encore des thiosulfates ; <i>Acidithiobacillus thiooxidans</i> est pour sa part, incapable d'oxyder le fer ou les sulfures métalliques, mais peut oxyder le soufre natif, les thiosulfates, ainsi que les thiocyanates, en acide sulfurique) (Nordstrom, 1982 in Brunet, 2000).....	28
Fig. 6 Capacité neutralisante des minéraux (calcite (pH = 6.5 -7.5) > sidérite (pH = 4.8 -6.3) > gibbsite (pH = 4.0 -4.3) > ferrihydrite (pH < 3.5) (SRK, 1991 (rouge) et Blowes et Ptacek, 1994 (bleue)).....	31
Fig. 7 Principales méthodes de gestion des rejets miniers.....	32
Fig. 8 Désulfuration des résidus miniers (Avant désulfuration : PA>PN ; Après désulfuration : PN>PA (Bois et al., 2004).....	33
Fig. 9 Imperméabilisation des résidus miniers (barrière à l'eau et barrière à l'oxygène).....	38
Fig. 10 Méthodes de traitement du drainage minier acide (Ashane et al., 2018).....	39
Fig. 11 Lignes directrices de « charge d'acidité » pour la sélection de systèmes de traitement actifs et passifs, a) Les courbes indiquées correspondent aux charges d'acidité en tonne de CaCO ₃ /jour. La technique HALT (traitement hydro-actif du calcaire) est un système de traitement actif tandis que les méthodes LDW (Lit de calcaire fluidisé) et SLB (lits de lixiviation de scories) sont des systèmes de traitement passifs ; b) Les techniques passives comprennent les drains calcaires oxiques/anoxiques, marais aérobies/aérobies, Biofiltres sulfato-réducteurs et barrières réactives perméables (Taylor et al., 2005 ; Pabst et al., 2017)....	41
Fig. 12 Arbre décisionnel pour le choix d'un traitement passif (La méthode de traitement est choisie selon la chimie du DMA, le débit et la teneur en oxygène dissous, modifié d'après Hedin et al., 1994 ; 2013 ; Johnson et Hallberg, 2005).....	43
Fig. 13 Design typique d'un drain oxique a) vue en coupe d'un drain oxique ; b) série de drains calcaires ouverts installée dans le bassin Swatara Creek (Cravotta, 2010).....	49
Fig. 14 Drain calcaire anoxique (drain calcaire enterré, isolé de l'atmosphère et recouvert d'une couche d'argile imperméable) (Pabst et al., 2017).....	50
Fig. 15 Exemple de calcul (design pour un drain, durée de vie 20 ans, acidité 100mg/l) (Cravotta, 2005).....	52
Fig. 16 Critères de classification environnementale des rejets miniers	58
Fig. 17 Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber (a : Vue d'ensemble de la mine ; b : Rejets miniers).....	66
Fig. 18 Localisation de la mine de Sidi Kamber sur la carte géologique de la Kabylie de Collo (Bouillin et Korn Probst, 1974).....	67
Fig. 19 Localisation géographique de la mine de Kherzet Youcef.....	68

Fig. 20 Situation de la zone d'étude dans le dispositif structural de la chaîne alpine d'Algérie nord-orientale. (Wildi, 1983).....	69
Fig. 21 Coupe géologique schématique de la région de Kherzet Youssef. (Glaçon, 1956).....	70
Fig. 22 Localisation géographique de la mine de Djebel Onk	72
Fig. 23 Carte géologique simplifiée de Djebel Onk (Tébessa sud) (modifiée par Kechiched et al., 2018 d'après Kassatkine et al., 1980).....	73
Fig. 24 Plan de travail suivi pour la partie expérimentale	74
Fig. 25 Préparation des échantillons	76
Fig. 26 Granulomètre laser Type Mastersizer de Malvern.....	77
Fig. 27 Schéma montrant le principe d'un perméamètre à charge constante.....	79
Fig. 28 Préparation des sections polies.....	80
Fig. 29 Préparation des lames minces.....	80
Fig. 30 Microscope électronique à balayage (Type Hitachi S-3500N).....	82
Fig. 31 LabRAM HR800 visible et LabRAM HR800 UV.....	82
Fig. 32 Analyseur du soufre et du carbone.....	83
Fig. 33 Spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES).....	84
Fig. 34 Appareil Niton XL3t 900SHE.....	85
Fig. 35 Points d'échantillonnage (Site de Sidi Kamber).....	86
Fig. 36 Points d'échantillonnage (Site de Kherzet Youcef).....	86
Fig. 37 Espèces végétales récoltés au niveau du site de Sidi Kamber et Kherzet Youcef.....	91
Fig. 38 Essais cinétiques en mini cellules d'altération.....	93
Fig. 39 Essais de flottation, a) Principe de fonctionnement de la flottation (adapté de Wills and Finch (2016)), b) Cellule DENVER (Laboratoire de recherche LGM) c), Flottation des rejets de Sidi Kamber (laboratoire de minéralurgie – Laboratoire de Recherche Génie Minier 'LG M'- Ecole Nationale polytechnique d'Alger).....	96
Fig. 40 Table à secousses KHD Humboldt Wedag (laboratoire de minéralurgie – Laboratoire de Recherche Génie Minier- Ecole Nationale polytechnique d'Alger) (Z1 : zone des concentrés où se trouvent les particules fines et denses; Z2 : zone qui appartient encore à la zone des concentrés ; on y trouve des particules denses et grossières avec quelques particules mixtes ; Z3 : zone des particules mixtes mélangées à quelques particules légères ; Z4 : zone de particules légères).....	97
Fig. 41 Echantillonnage des matériaux phosphatés (Mine de Djebel Onk).....	98
Fig. 42 Présentation schématique de la procédure des essais en batch.....	100
Fig. 43 Traitement passif du DMA issu des rejets de Sidi Kamber par des matériaux phosphatés.....	102
Fig. 44 Essais d'amendements phosphatés (tests cinétiques en cellules humides).....	103
Fig. 45 Distribution granulométrique des rejets de Sidi Kamber.....	105
Fig. 46 Composition minéralogique des rejets de Sidi Kamber obtenue par la DRX.....	107
Fig. 47 Distribution granulométrique des rejets de Kherzet Youcef.....	109
Fig. 48 Images obtenues par loupe binoculaire montrant des grains de dolomite et des sulfures (Dol : Dolomite ; Py : Pyrite ; MC : Marcassite).....	110
Fig. 49 Spectres obtenus par spectroscopie Raman à 514nm A) Spectre de dolomite avec trois principaux pics vers 1087 cm ⁻¹ , 714 cm ⁻¹ et 285 cm ⁻¹ . B) Spectre de pyrite.....	111
Fig. 50 Spectre DRX de l'échantillon analysé (Kherzet Youcef).....	111
Fig. 51 Image obtenue au MEB-EDS montrant des grains de calcite et dolomite.....	112
Fig. 52 Distribution granulométrique des matériaux phosphatés.....	114
Fig. 53 Microphotographies montrant les phosphates à grains fins à une abondance de débris osseux observés au loupe binoculaire et microscope optique en lumière naturelle (LN) et polarisée (LP). (A et B) : Vue générale des phosphates de différentes formes et tailles (loupe binoculaire) ; (C) Oolithes arrondies à subarrondies de couleur beige à marron ; (D) Débris	

osseux ; (E) Inclusion dolomitique ; (F) Coprolithes de formes irrégulières avec des grains de glauconite ; (G et H) Oolithes entourées d'une matrice carbonatée (ciment).	
O : Oolithe ; COP : Coprolithe ; G : Glauconite ; DO : Débris osseux ; I : Inclusion dolomitique ; CMT : Ciment.....	117
Fig. 54 Images obtenues au MEB-EDS des phosphates bruts	118
Fig. 55 Spectres DRX des matériaux phosphatés (SC, PB,RP).....	119
Fig. 56 Concentrations de métaux lourds extraits par HNO ₃ (Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber).....	124
Fig. 57 Concentrations de métaux lourds extraits par HNO ₃ (Cas de la mine de Kherzet Youcef).....	125
Fig. 58 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes (SKF).....	131
Fig. 59 Caractérisation environnementale des rejets de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef...	133
Fig. 60 Résultats des analyses électrochimiques des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération (pH, Eh, conductivité).....	134
Fig. 61 Résultats des analyses chimiques des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération (Pb, Zn, Cd, Fe).....	135
Fig. 62 Flow-sheet proposé de traitement des rejets de Sidi Kamber.....	140
Fig. 63 Flow-sheet proposé de traitement des rejets de Kherzet Youcef.....	141
Fig. 64 Évolution des paramètres électrochimiques (pH, Eh, conductivité) des lixiviats.....	143
Fig. 65 Analyses chimiques des lixiviats	144
Fig. 66 Évolution du pH, Eh et conductivité dans la solution des essais en batch.....	147
Fig. 67 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais en batch.....	150
Fig. 68 Évolution du pH, Eh et conductivité dans la solution des essais en colonnes (moyenne échelle).....	151
Fig. 69 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais en colonnes.....	153
Fig. 70 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais d'amendements alcalins.....	155
Fig. 71 Méthode de gestion des rejets de Sidi Kamber.....	163
Fig. 72 Méthode de gestion des rejets de Kheret Youcef.....	164
Fig.73 Efficacité du drain phosphate oxique	165
Fig. 74 Conception du drain oxique (application à grande échelle).....	167
Fig. 75 Application de l'amendement alcalin à grande échelle.....	168

Liste des abréviations

ASTM : American society for testing and materials

Cu : Coefficient d'uniformité

Cc : Coefficient de courbure

CEBC: couverture à effet de barrière capillaire

CEC : Capacité d'échange cationique (meq/g)

CRAPC : Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico- Chimiques

D₁₀ : Diamètre correspondant à 10% cumulé de la distribution granulométrique

D₃₀ : Diamètre correspondant à 30% cumulé de la distribution granulométrique

D₆₀ : Diamètre correspondant à 60% cumulé de la distribution granulométrique

DAC : Drain anoxique calcaire

DMA : Drainage minier acide

DNC : Drainage neutre contaminé

DOC : Drain oxique calcaire

DRX : Diffraction des rayons X

Eh : Potentiel d'oxydo-réduction (mV)

ENH : Électrode normale à l'hydrogène

ETM : Eléments traces métalliques

H : Charge hydraulique

HALT : Traitement hydro-actif du calcaire

ICP-AES : Spectrométrie d'émission atomique au plasma à couplage inductif

K_{sat} : Conductivité hydraulique à saturation (m/s)

L/S : Rapport liquide/solide

LDW : Lit de calcaire fluidisé

MEB : Microscopie électronique à balayage

MEND : Mine environmental neutral drainage program

MO : Microscopie optique

NAG : Net acid generation tests

N_{HCl} : Normalité de la solution de HCl (mol/L)

N_{NaOH} : Normalité de la solution de NaOH (mol/L)

OD : Oxygène dissous

ORGM : Office National de la Recherches Géologiques et Minières.

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

PN : Potentiel de neutralisation (kg CaCO₃/t)

PNN : Potentiel net de neutralisation (kg CaCO₃/t)

Q : débit

rpm : Tour par minute

SAA : Spectroscopie d'Absorption Atomique

SC : Stériles carbonatés d'exploitation

S/C : Soufre/carbone

KH : Rejets de Kherzet Youcef

PB : Phosphates bruts à faible teneur

RP : Rejets de phosphates

SKG : Rejets de gravimétrie Sidi Kamber

SKF : Rejets de flottation Sidi Kamber

SLB : Lits de lixiviation de scories

SPLP : Synthetic precipitation leaching procedure

SR : Stockage et relarguage

S_{sulfures} : Proportion de soufre sous forme de sulfures contenu dans l'échantillon (%)

t : Temps (s)

TCLP : Toxicity characteristic leaching procedure

UQAT : Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

V_{HCl} : Volumes de la solution de HCl (mL)

V_{NaOH} : Volume de la solution de NaOH (mL)

Introduction générale

Introduction générale

L'industrie minière est un secteur économique des plus prometteurs en Algérie, reconnue comme un important générateur de revenus par l'exploitation et la valorisation des minerais tels que le fer de Gara Djebilet, le phosphate de Djebel Onk, l'or d'Ammesmessas et le zinc de Chaabet El Hamra (Issaad et al., 2019). Cependant, plusieurs mines inactives continuent d'être inventoriées comme sites miniers fermés ou abandonnés. En novembre 2016, l'Agence nationale algérienne des activités minières (ANAM) a annoncé un nombre total de 1830 sites miniers répartis sur l'ensemble du territoire algérien, dont 38 sites miniers abandonnés et 556 mines en fermeture temporaire. L'exploitation et le traitement de ces gisements ont généré des quantités importantes de déchets miniers (rejets de traitement, ou stériles d'exploitation) (FCE, 2016). Les déchets ont été stockés dans des parcs ou digues à résidus avec des mesures de protection minimales ou inexistantes ; ce qui pose des problèmes environnementaux en raison des impacts négatifs sur la qualité de l'eau de drainage provenant de son interaction avec les déchets solides (Ouakibi et al., 2013 ; Mbuya et al., 2018).

En l'absence de stratégies de gestion à long terme, les résidus miniers et les stériles des mines à ciel ouvert et/ou souterraines peuvent être des sources potentielles de drainage minier acide (DMA) (Morin et Hutt, 1997). Le DMA se caractérise par un pH bas et des concentrations élevées de métaux et de sulfates (Nordstrom et al., 2015). L'oxydation des minéraux sulfurés (par exemple, la pyrite, la pyrrhotite) au sein des déchets solides miniers peut se produire dans des conditions naturelles, selon la succession des saisons climatiques, et générer des DMA lorsque de faibles concentrations de minéraux neutralisants sont présentes (Plante et al., 2021). Au cours des interactions eau-roche, la mobilité et la lixiviation des métaux et des sulfates peuvent être limitées en raison de la précipitation de minéraux secondaires (par exemple, oxydes, hydroxydes, sulfates). Cependant, des changements dans les conditions environnementales, tels que le pH-Eh, la température et le changement climatique, peuvent provoquer la dissolution de ces minéraux secondaires ; par conséquent, des métaux et des sulfates seront à nouveau rejetés dans le milieu naturel (Jouini et al., 2020, 2021).

Lorsqu'un résidu minier sulfuré contient une grande proportion de minéraux neutralisants, la quantité de ces minéraux secondaires peut devenir importante car le pH reste quasi neutre et les métaux tels que le fer subissent des précipitations importantes (Benzaazoua et al., 2001,2004; Valente et al., 2012, Bouzahzah et al., 2015, Plante et al., 2021). De ce fait, la production d'effluents acides est très difficile à contrôler, notamment sur les sites où le processus

d'oxydation des sulfures est déjà en cours. Afin de limiter l'impact néfaste des contaminants sur le milieu récepteur, l'eau contaminée doit être traitée avant d'être rejetée.

Plusieurs approches de traitement de DMA ont été développées, à la fois actives et passives, pour neutraliser l'acidité et précipiter les métaux (Johnson et Hallberg, 2005). Des amendements alcalins in situ pour les résidus miniers sont également utilisés dans le but de limiter la génération de DMA et de prolonger la durée de vie des systèmes de traitement passifs de DMA (Rakotonimaro et al., 2017). Dans des conditions acides, la dissolution de ces amendements augmente l'alcalinité et limite la mobilité des contaminants via la précipitation des oxyhydroxydes de fer, la co-précipitation et l'adsorption, la passivation de la surface sulfurée et une diminution de l'activité bactérienne acidophile (*Acidithiobacillus Ferrooxidans*, *Leptospirillum Ferrooxidans*) dans des conditions neutres (Nordstrom et Southam, 1997 ; Elghali et al., 2019).

Au stade de la réhabilitation, les sociétés minières ont adopté l'approche de traitement passif en raison du faible coût de mise en œuvre, d'exploitation et de maintenance (Skousen et al., 2017 ; Neculita et al., 2021). Les conceptions de traitement abiotique passif comprennent des drains calcaires anoxiques, des drains calcaires oxiques, des tranchées calcaires ouvertes et des bassins calcaires (Cravotta, 2005 ; Ouakibi et al., 2013 ; Skousen et al., 2017 ; Neculita et al., 2021), tandis que le traitement biochimique comprend des marais artificiels, des réacteurs biochimiques et des barrières réactives perméables (Johnson et Hallberg, 2005 ; Neculita et al., 2007 ; Valente et al., 2012 ; Alcolea et al., 2012 ; Rambabu et al., 2020 ; Neculita et al., 2012 ; ., 2021). Dans les conceptions de traitement passif, les effluents AMD circulent à travers les matériaux de remplissage du réacteur (agents organiques et neutralisants, tels que les carbonates "calcaire, dolomie" et les cendres) (Hallbergand Johnson, 2005 ; Neculita et al., 2007).

L'interaction entre l'eau de drainage et le substrat génère une alcalinité suffisante pour neutraliser l'acidité des effluents et augmenter le pH pour éliminer les métaux par sorption et précipitation et/ou co-précipitation.

L'immobilisation de métaux lourds à l'aide de matériaux phosphatés est un processus de traitement économique et respectueux de l'environnement, comme indiqué précédemment (Cao et al., 2004 ; Huang et al., 2016 ; Palansooriya et al., 2020 ; Idrissi et al., 2021 ; Ettoumi et al., 2020, 2021). Le traitement au phosphate a été utilisé pour transformer des fractions métalliques réactives en des formes plus stables à mobilité limitée (Seshadri et al., 2017 ; Andrunik et al., 2020). De plus, la roche phosphatée a la plus forte affinité pour le Pb, suivi du Cu, puis du Zn (Cao et al., 2004 ; Ren et al., 2018). L'immobilisation des métaux par les

minéraux phosphatés implique quatre mécanismes : 1) l'échange d'ions, 2) la complexation de surface, 3) la précipitation de nouveaux phosphates métalliques et 4) la substitution du Ca dans la roche phosphatée par des métaux pendant la recristallisation (Middelburg et Comans, 1991 ; Mignardi et al., 2012 ; Cao, 2018 ; Andrunik et al., 2020).

Objectifs et structure de la thèse

La présente étude a pour objectif principal d'évaluer l'efficacité de la désulfuration et le traitement passif du DMA issus des rejets miniers de Sidi Kamber et de Kherzt Youcef en utilisant des matériaux phosphatés algériens de Djebel Onk dans un drain oxique/amendement.

Pour atteindre cet objectif, un plan de travail qui prend en charge les points suivants a été minutieusement préparé, discuté et validé :

- Caractérisation physique, chimique et minéralogique des rejets miniers de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef ainsi que les matériaux phosphatés utilisés dans le traitement passif.
- Evaluation des risques de contamination en éléments métalliques (Zn, Cu, Cd, Pb) des sols, plantes et résidus miniers dans les sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef.
- Mieux comprendre les phénomènes géochimiques fondamentaux qui se produisent dans les rejets miniers (Essais statiques et cinétiques en mini cellules d'altération).
- Proposition d'une technique de retraitement et gestion environnementale des rejets miniers par désulfuration (flottation et séparation gravimétrique).
- Évaluation du comportement géochimique des rejets après désulfuration
- Réalisation des essais de sorption en batch afin d'évaluer l'efficacité du traitement passif de DMA en utilisant les matériaux phosphatés de Djebel Onk.
- Réalisation des essais à l'échelle intermédiaire au laboratoire pour se rapprocher davantage des conditions de terrain (de l'essai en batch à l'échelle intermédiaire).
- L'efficacité d'un amendement composé de trois matériaux alcalins (stériles carbonatés, phosphates bruts et rejets de phosphates) pour contrôler la formation des DMA et améliorer la qualité de l'eau.

Pour répondre aux objectifs fixés dans le cadre de ce travail, la thèse sera composée de trois chapitres majeurs ; après cette brève introduction, le chapitre 1 sera consacré à la revue de littérature, qui résume les défis environnementaux en lien avec les parcs à résidus miniers, les mécanismes mis en jeu lors de la formation des DMA, ainsi qu'une classification des méthodes de leur contrôle et traitement (actif et passif). Les matériaux et méthodes utilisés sont présentés

au Chapitre 2. C'est une synthèse des différentes méthodes de caractérisation physique, chimique et minéralogique des échantillons, ainsi qu'aux essais effectués pour le suivi géochimique des rejets et de leur traitement/contrôle. Le troisième chapitre présente l'ensemble des résultats et analyses (caractérisation, évaluation du risque de contamination, suivi géochimique des rejets, essais de désulfuration par flottation et/ou séparation gravimétrique, l'efficacité de traitement du DMA en utilisant les matériaux phosphatés), et enfin le travail sera clôturé par les principales conclusions de l'étude et les recommandations

L'originalité de ce travail repose sur la nature des matériaux testés, c'est-à-dire des stériles carbonatés d'exploitation, majoritairement composés de minéraux carbonatés (95,9 % de dolomite et 0,2 % de calcite), des phosphates bruts à faible teneur et des résidus de phosphates qui sont locaux, facilement disponibles à faible coût et abondants pour le traitement AMD, en Algérie et ailleurs, partout où des matériaux similaires sont rencontrés.

Chapitre 01 : Revue de littérature

1. L'activité minière et ses rejets

L'activité minière a été depuis longtemps l'un des piliers fondamentaux de l'économie mondiale. Cependant, elle engendre de grandes quantités de résidus miniers nocifs pour l'environnement, suite à leur contact avec l'air et l'eau, ce qui entraîne l'oxydation des minéraux contenus dans la gangue, la formation du drainage minier, ainsi que la mobilité des éléments métalliques. Ces rejets forment un groupe de contaminants hautement toxiques pour l'homme, la faune et la flore (Benzaazoua et al., 1999).

Les résidus miniers sont générés lors de l'exploitation et le traitement du minerai (**Fig.1**). Ils sont divisés en trois grandes catégories : Stériles des travaux de découverte, Stériles d'exploitation et rejets de traitement.

Les stériles des travaux de découverte représentent les sols morts et stériles extraits lors d'une exploitation à ciel ouvert ou souterraine. Généralement, ces résidus ont des teneurs en métaux très faibles et sont jugés non valorisables.

Les stériles d'exploitation sont des déchets rocheux, assez grossiers, de type gangue. Ils ne sont pas exploités à cause de leur faible teneur en substances valorisables. Ils sont stockés en place pour une éventuelle utilisation (remblais, amendements, matériaux de construction). Il est à noter que le volume et la nature de ces rejets dépendent principalement de la technique d'exploitation mise en œuvre (sélective ou non).

L'enrichissement du minerai engendre une quantité considérable de rejets solides dont la granulométrie est fonction de la méthode employée. Ils contiennent des teneurs significatives en éléments accompagnateurs ou en minéraux secondaires mais aussi des concentrations résiduelles de réactifs chimiques. L'impact qu'ils peuvent avoir sur l'environnement et leur potentiel de génération des eaux acides varie en fonction de leur composition chimique et minéralogique, leur quantité ou leur mode de stockage (Brunet et al, 2000 ; El Hachimi et al, 2013 ; El Ghali et al, 2019).

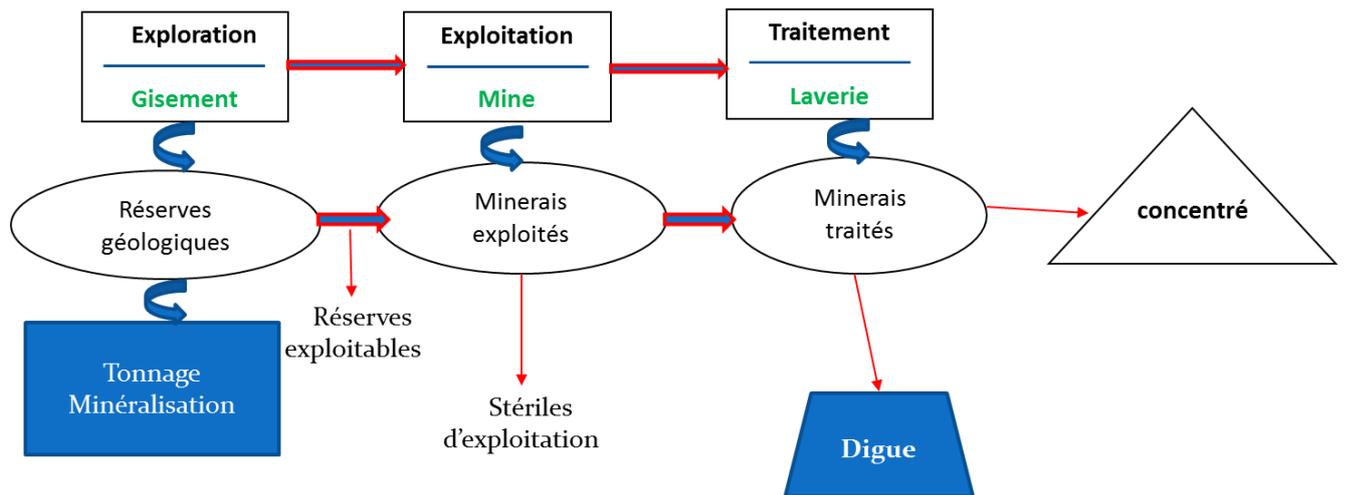


Fig. 1 Différentes installations et fonctionnement d'un site minier

2. L'impact des parcs à résidus miniers sur l'environnement

Durant les travaux miniers et même à l'étape après mine, la génération de grandes quantités de rejets que ce soit solides (gangue), liquides (effluents acides) ou sous forme de boues est inévitable. Les aspects de ces déchets dépendent essentiellement des caractéristiques de la mine en particulier :

- La substance exploitée.
- La nature du gisement (type de minéralisation primaire et secondaire)
- La taille et la méthode d'exploitation utilisée.
- Les caractéristiques des roches encaissantes.
- Les procédés de traitement du minerai employés et les réactifs utilisés.
- Sa localisation dans un contexte environnemental particulier (hydrogéologique, hydrologique, physiographique..).

Les résidus miniers peuvent porter atteinte à différents éléments de l'environnement (eau, sols, paysage, faune et flore et l'homme). Cette section présente les impacts environnementaux associés à l'extraction minière.

Tous les projets miniers génèrent et déplacent de grands volumes de terre, de roches et de résidus miniers lors des étapes d'extraction et de traitement du minerai (Bridge, 2004). Un programme de gestion sécuritaire et de suivi des installations de stockage des stériles et résidus miniers doit être mis en œuvre car le stockage de ces rejets a un effet direct sur les écosystèmes locaux (Aubertin et al., 2002).

2.1 Drainage minier acide (DMA)

Les stériles d'excavation, les rejets des concentrateurs ou les murs des exploitations à ciel ouvert ou de développement souterrain sont des potentielles sources de DMA (SRK, 1988; Morin et Hutt, 1997 ; Akcil et Koldas, 2006 ; Obrequé et al., 2015).

C'est un phénomène qui provient de l'oxydation naturelle de minéraux sulfurés que nous retrouvons dans les rejets miniers solides, lorsque ceux-ci sont exposés à l'air et à l'eau (**Fig.2**). Il génère des effluents acides, chargés en cations métalliques et en anions tels que les sulfates et les arséniates (Benzaazoua et al, 2001; Benzaazoua et al., 2003 ; Bussière et al., 2005; Kitobo, 2009). L'abaissement du pH est associé aux réactions d'oxydation qui engendrent la mise en solution des métaux présents dans les stériles ou les résidus. Les minéraux sulfurés les plus fréquemment rencontrés dans les rejets miniers sont la pyrite et la pyrrhotite (Lawson 1982 ; Evangelou, 1995 ; Gray, 1996 ; Blowes et al., 1994 ; Nicholson et l., 1999 ; Mylona et al., 2000 ; Rimstidt et Vaughan, 2003). La chalcopyrite, la sphalérite et la galène peuvent aussi exister mais à des quantités résiduelles nettement inférieures après leur concentration pour les métaux de bases (Bouzahzah, 2013). Les métaux dissous présents dans le DMA peuvent contaminer gravement l'environnement proche. Cependant, quand les rejets miniers contiennent des minéraux ayant un potentiel de neutralisation élevé, ces résidus deviennent non générateurs de DMA et la cinétique d'oxydation des sulfures est alors limitée (Scharer et al., 2000 ; Aubertin 2002, Benzaazoua, 2004 ; Xu, 2010).

Après la fermeture d'un site minier, l'oxydation peut durer de vingt à trente ans pour ceux dont les rejets sont moyennement riches en sulfures, et jusqu'à plus de cent ans, pour ceux riches en sulfures (Lappako 1990 ; Moncur *et al.*, 2005 ; Ouakibi 2013 ; Neculita et al., 2021).

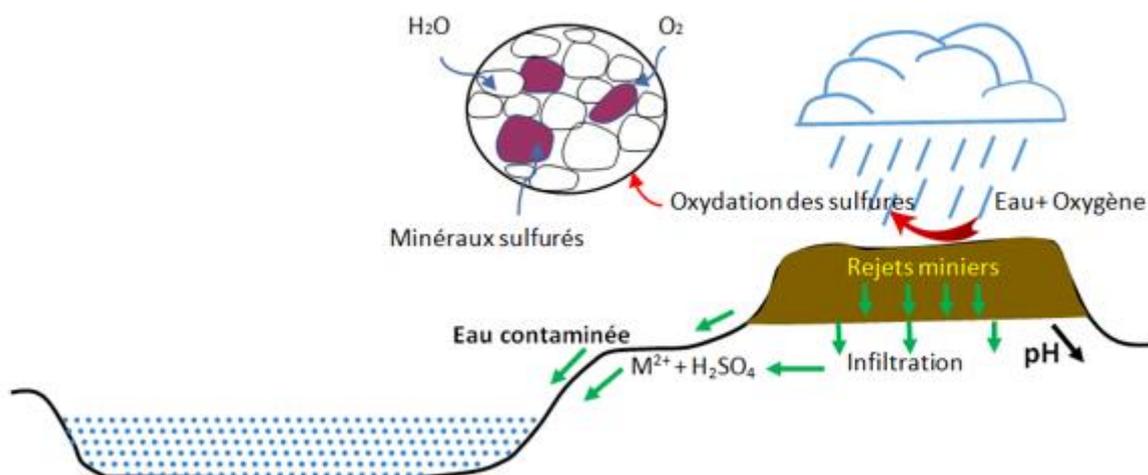


Fig. 2 Schéma montrant la génération du DMA (*les rejets miniers contenant un taux élevé en sulfures produisent des effluents acides lorsqu'ils sont exposés à l'air et à l'eau*)

Généralement, le drainage minier peut être divisé en quatre classes principales (Morin et Hutt, 1997), à savoir : le drainage minier acide ($\text{pH} < 6$), le drainage minier alcalin ($\text{pH} > 9-10$), le drainage minier circum-neutre ($6 < \text{pH} < 9-10$) ainsi que le drainage minier au pH peu problématique, qui découle de l'exploitation de minéraux industriels non métalliques comme le sel gemme, la potasse, la kaolinite, etc.

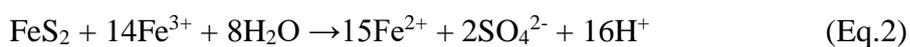
En Algérie, ils existent plusieurs exemples de mines dont les rejets miniers produisent du DNC en Pb, Zn dont le cas des rejets des mines de Kherzet Youcef et de Chaabet El Hamra localisées dans la wilaya de Sétif et le cas des rejets de la mine d'El Abed située dans la wilaya de Tlemcen.

Le drainage minier acide est produit suivant une succession de réactions d'oxydation. L'oxydation des minéraux sulfurés (Pyrite, pyrrhotite, etc.) présents dans les déchets miniers solides peut se produire dans des conditions naturelles, selon la succession des saisons climatiques. Au cours des réactions neutralisation-acidité, des effluents acides enrichis en métaux et sulfates peuvent être générés (Benzaazoua et al, 2001; Bussière et al., 2005; Kitobo, 2009). En présence d'oxygène et d'eau, le sulfure peut être oxydé selon la réaction (Eq.1):



Cette réaction dépend de la concentration en oxygène, de l'indice de saturation en eau du milieu poreux et de la température.

L'oxydation du sulfure peut être induite également par le fer ferrique aqueux (Eq.2) et (Eq.3).

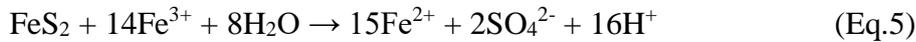


La présence de certaines bactéries, comme Thiobacillus, est connue pour être de puissants catalyseurs aux réactions d'oxydation qui se déroulent à la surface des minéraux et en solution, ce qui augmente par conséquent leur cinétique (Brunet et al., 2000; Pelletier, 2014). Ces bactéries oxydent la surface du minéral et favorisent la production de sulfates et la transformation des ions Fe^{2+} en ions Fe^{3+} (Potvin, 2009).

Quand le pH se situe entre 2,3 et 3,5, le fer ferrique produit peut précipiter sous forme d'hydroxyde $\text{Fe}(\text{OH})_3$, laissant peu de Fe^{3+} en solution tout en abaissant le pH de façon simultanée (Eq.4).



Les produits de l'hydrolyse ferrique comme $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sont instables à un pH inférieur à 2 et les ions ferriques restent en solution. Cependant, les ions Fe^{3+} qui ne précipitent pas en $\text{Fe}(\text{OH})_3$ peuvent être utilisés pour oxyder la pyrite supplémentaire (Eq.5) (Akcil et Koldas, 2006).



L'hydrolyse du fer ferrique peut augmenter l'acidité de l'effluent et la lixiviation des métaux. Tout changement des conditions physico-chimiques peut entraîner une dissolution et des précipitations/co-précipitations pouvant affecter la qualité globale de l'eau de drainage.

La formation du DMA peut être envisagée en 3 grandes étapes (**Fig.4**) :

1. Oxydation du sulfure de fer et oxydation accrue des minéraux sulfurés par le fer ferrique qui est explicité dans la **figure 3**;

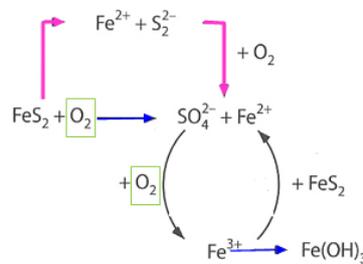


Fig. 3 Processus d'oxydation de la pyrite (Aubertin et al., 2002)

2. Oxydation du fer ferreux ;
3. Hydrolyse et précipitation du fer ferrique et d'autres minéraux.

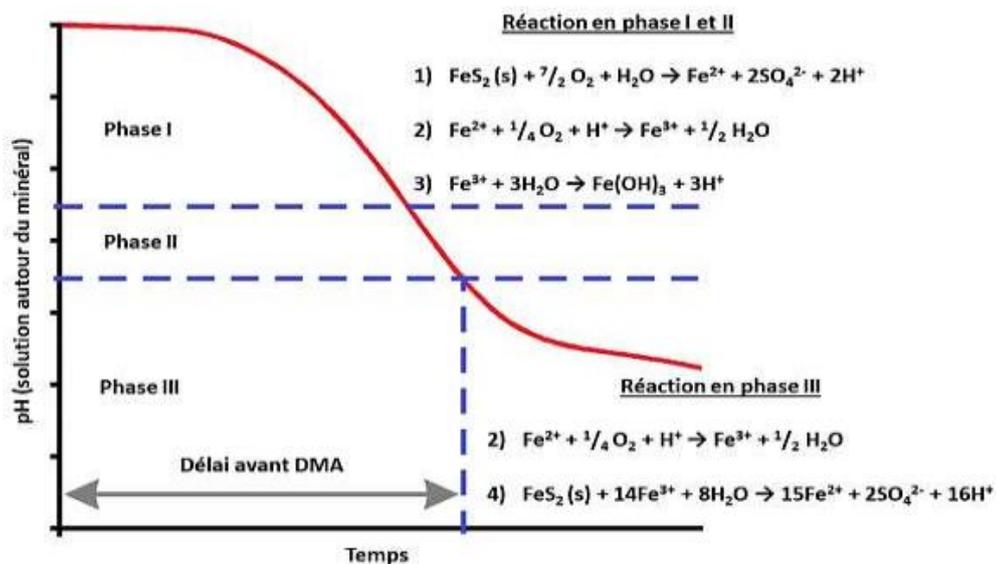


Fig. 4 Etapes de formation du drainage minier acide en fonction du temps et du pH de l'eau (Aubertin et al., 2002) (Phase I et II : Oxydation directe de la pyrite et du fer ferreux ainsi que l'hydrolyse et précipitation du fer ferrique ; phase III : Oxydation indirecte de la pyrite)

Les facteurs influençant la génération des eaux acides peuvent être divisés en trois grandes catégories (Brunet et al, 2000) :

Facteurs primaires : Il s'agit des facteurs qui déclenchent le DMA, à savoir :

- La présence de l'eau pour l'oxydation et le transport ;
- La présence de l'oxygène ;
- Les caractéristiques du solide (Composition minéralogique, structure cristalline, pré-oxxydation et passivation de surface...).

Et à un degré moindre :

- La température ;
- Le pH initial ;
- L'équilibre Fe^{2+}/Fe^{3+} ;
- L'activité bactérienne.

Facteurs secondaires : Ils agissent une fois le mécanisme de formation d'acidité est déjà en place :

- La présence de minéraux neutralisants (carbonates, silicates).
- L'influence du pH sur l'équilibre $Fe(II)/Fe(III)$. Si le $pH < 3.5$, le fer ferrique reste en solution et réagit comme un oxydant.
- La pression partielle de l'oxygène.
- La taille des particules dans le cas d'une percolation (Le taux d'oxydation de la pyrite et des autres minéraux sulfureux est proportionnel à la surface des grains disponible à la réaction).

Facteurs tertiaires : Il s'agit de

- Conditions météorologiques (pluies et températures) ;
- Taux d'oxydation de la surface des minéraux ;
- Circulation de l'air dans les tas de minerai et/ou stocks ;
- Propriétés physiques du matériau agissant sur la percolation.

Les caractéristiques du drainage minier acide sont liées à la minéralogie des matériaux responsables de sa formation et de l'état de l'oxydation. Le drainage minier acide est considéré comme l'eau d'exhaure d'un parc à résidus ou d'une halde à stériles dont :

- pH < 6.5
- Eh = 0.8 V
- Conductivité > 1000 mS/cm
- Concentration en fer total 100 à 3000 mg/L, elle peut atteindre 10000 mg/L
- Concentration en métaux supérieures à 100 mg/L
- Très pauvre en matière organique

La **figure 5** résume les réactions primaires et secondaires qui se déroulent au cours d'un phénomène de DMA ainsi que le rôle de certaines bactéries. De nombreuses espèces bactériennes sur les sites miniers, tant neutrophiles qu'acidophiles, mais trois genres interviennent directement dans les mécanismes de formation du drainage minier acide : *Acidithiobacillus*, *Thiobacillus* et *Leptospirillum*.

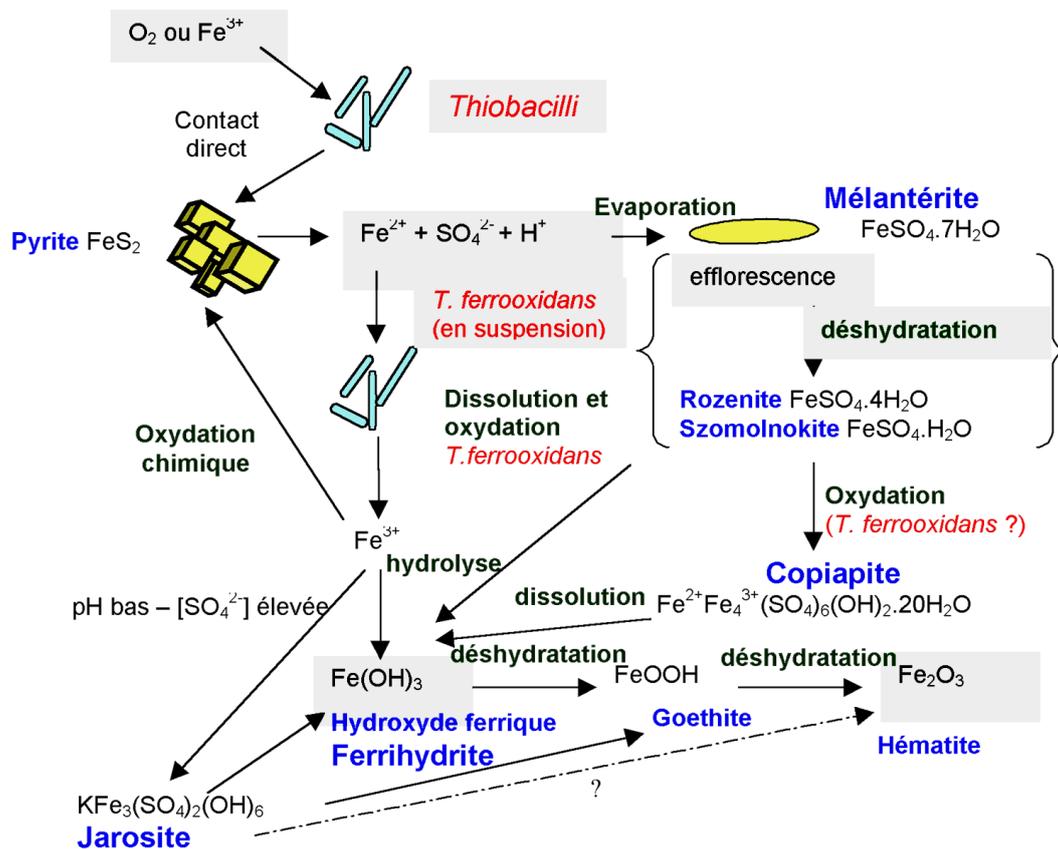


Fig.5 Schéma récapitulatif des réactions primaires et secondaires qui se déroulent lors de la formation d'un DMA (*Acidithiobacillus ferrooxidans* récupère son énergie par oxydation de nombreux minéraux sulfureux, ainsi que celle du fer ferreux, du soufre natif ou encore des thiosulfates ; *Acidithiobacillus thiooxidans* est pour sa part, incapable d'oxyder le fer ou les sulfures métalliques, mais peut oxyder le soufre natif, les thiosulfates, ainsi que les thiocyanates, en acide sulfurique) (Nordstrom, 1982 in Brunet, 2000)

2.2 Drainage neutre contaminé

Le drainage neutre contaminé est défini comme une circulation de l'eau dans les rejets miniers ayant un pH entre 6 et 9.5. Ces effluents contiennent des éléments métalliques à des concentrations qui dépassent les normes réglementaires (Bussi re et al. 2005 ; Bussi re 2007 ; Derycke, 2012). D'apr s certains chercheurs (MEND, 2004 ; Nicholson, 2004 ; Nordstrom et al., 2015), quelques m taux peuvent  tre solubles   un pH neutre.

Les eaux neutres contamin es issues des rejets miniers peuvent avoir plusieurs sources : (i) l'oxydation de min raux sulfureux en pr sence d'eau, d'air et des min raux acidivores pour neutraliser l'acide g n r  (Plante, 2010), (ii) L'oxydation de min raux sulfureux non g n rateurs d'acide comme la pentlandite et la gal ne (Aubertin et al., 2002 Villeneuve, 2004 Xu, 2010) et (iii) L'installation des couvertures   effet de barri re capillaire sur des r sids miniers g n rateurs d'acide (Nicholson 2004).

Les r sids miniers peuvent contenir des min raux neutralisants qui sont pr sents soit naturellement (min raux de gangue ou de l'encaissant) soit ajout s sous forme d'amendement, ils neutralisent l'acidit  en se dissolvant.

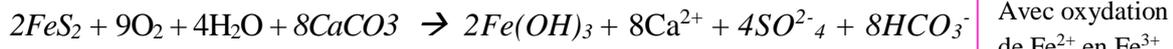
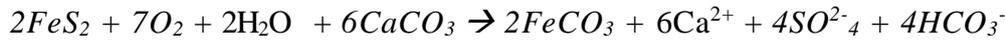
2.3 Neutralisation du DMA

Certains min raux pr sents dans les rejets miniers neutralisent l'acidit  en se dissolvant et en lib rant des ions contenant du calcium (Ca), du magn sium (Mg), du mangan se (Mn), de l'aluminium (Al), du sodium (Na), du silicium (Si) et/ou du potassium (K), leur pr sence sur de nombreux sites permet de maintenir un $\text{pH} > 5.5$. Ceux-ci sont principalement des carbonates, des silicates lessivables peu r sistants, des oxydes/hydroxydes de Ca, Mg, Al et des phosphates. Les esp ces min rales neutralisantes les plus efficaces sont pr sent es dans le **tableau 1** et **figure 6**.

Il est   noter que les m canismes de neutralisation de l'acide sulfurique issu de l'oxydation de la pyrite, par la calcite et la dolomite sont illustr s dans les  quations ci-dessous. De point de vue st ochiom trique, il faut deux moles de calcite pour neutraliser une mole d'acide sulfurique, alors qu'une seule mole de dolomite est n cessaire pour neutraliser une mole d'acide sulfurique (Eq.6 – 7) (Aubertin et al., 2002 ; Bouzahzah, 2014).

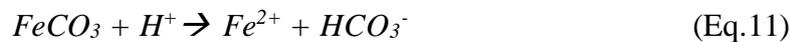


Les réactions de neutralisation de la pyrite se produisent en fonction de la quantité de calcite présente dans le milieu (Eq.8-10). Les minéraux secondaires tels que les oxydes de fer et les carbonate de fer peuvent diminuer l'efficacité de neutralisation de la calcite par phénomène de passivation de surfaces.



Avec oxydation
de Fe²⁺ en Fe³⁺

Aussi, la sidérite et la gibbsite peuvent consommer un peu d'acide lorsque toute la calcite et la dolomite sont consommées (Eq.11-12) :



Les silicates et phyllosilicates peuvent également neutraliser la solution en formant du SiO₂ (2<pH<4) (Aubertin et al., 2002).

Tableau.1 Principaux minéraux neutralisants

Minéral	Composition	Potentiel de consommation d'acide	Tampon pH
Witherite	BaCO ₃	196	5.5-6.9
Rhodocrosite	MnCO ₃	115	5.5-6.9
Ankérite	CaFe(CO ₃) ₂	108	5.5-6.9
Calcite	CaCO ₃	100	5.5-6.9
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂	92	5.5-6.9
Goethite	FeOOH	89	3.0-3.7
Manganite	MnOOH	88	3.0-3.7
Malachite	Cu ₂ CO ₃ (OH) ₂	74	5.1-6
Magnésite	MgCO ₃	84	5.5-6.9
Chaux	CaO ; Ca(OH) ₂	57	
Gibbsite	Al(OH) ₃	26	4.3-3.7
Brucite	Mg(OH) ₂	29	5.5-6.9

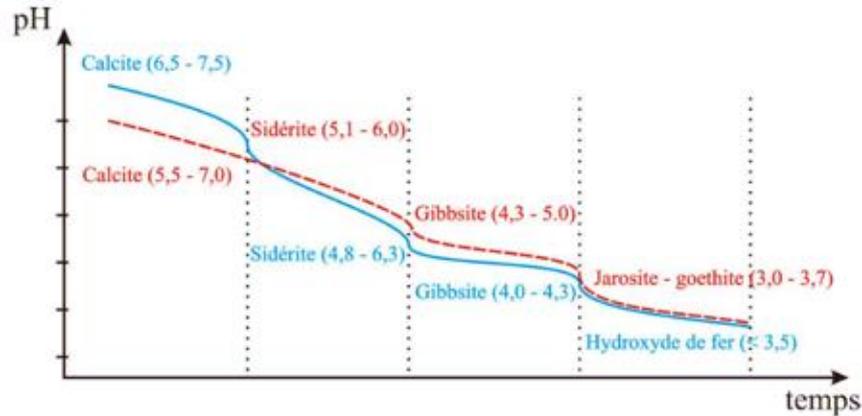


Fig. 6 Capacité neutralisante des minéraux (calcite (pH = 6.5 -7.5) > sidérite (pH = 4.8 -6.3) > gibbsite (pH = 4.0 -4.3) > ferrihydrite (pH < 3.5) (SRK, 1991 (rouge) et Blowes et Ptacek, 1994 (bleue)).

2.4 Formation de minéraux secondaires

En fonction de la concentration en métaux lourds des eaux de drainage minier, du pH, de la température et de la composition minéralogique des minéraux primaires, des minéraux secondaires peuvent se former (**Tab. 2**). Les espèces les plus répandues sont la goethite (FeO(OH)), le gypse (CaSO₄ · 2H₂O), la jarosite (KFe₃(SO₄)₂(OH)₆), la covellite (CuS), la marcassite (FeS₂) et le soufre natif (Pabst et al., 2017).

De nombreux minéraux secondaires et produits d'oxydation peuvent se former sur les sites miniers abandonnés : halotrichite, goethite, jarosite-hydronian, hydroniumjarosite, starkeyite, gypse, alunite, copiapite, butterite, coquimbite ainsi que du soufre natif (**Tab. 2**).

Tableau. 2 Minéraux secondaires (Oxyhydroxydes et oxydes) (Pabst et al., 2017)

<i>Oxyhydroxydes</i>	<i>Formules</i>	<i>Oxydes</i>	<i>Formules</i>
<i>Gibbsite</i>	Al(OH) ₃	<i>Hematite</i>	Fe ₂ O ₃
<i>Baleyite</i>	Al(OH) ₃	<i>Maghemite</i>	Fe ₂ O ₃
<i>Doyleite</i>	Al(OH) ₃	<i>Magnetite</i>	Fe ₃ O ₄
<i>Manganite</i>	MnOOH	<i>Tenorite</i>	CuO
<i>Goethite</i>	FeOOH	<i>Zincite</i>	ZnO
<i>Brucite</i>	Mg(OH) ₂	<i>Cuprite</i>	Cu ₂ O
<i>Boehmite</i>	AlO(OH)	<i>Delafossite</i>	CuFeO ₂
<i>Pychroite</i>	Mn(OH) ₂	<i>Bunsenite</i>	NiO
<i>Diaspore</i>	AlO(OH)	<i>Hausmannite</i>	Mn ₃ O ₄
<i>Theophrastite</i>	Ni(OH) ₂	<i>Pyrolusite</i>	MnO ₂

3. Gestion des résidus miniers

Comme cité précédemment, la production du drainage minier acide est le résultat de la présence de sulfures dans les résidus, l'oxydation de ces sulfures et la circulation d'eau. Le drainage a lieu si ces trois paramètres coexistent. Plusieurs méthodes de prévention et de contrôle du DMA ont été mises en place afin d'empêcher l'infiltration de l'eau, exclure l'oxygène, diminuer la teneur en sulfures, neutraliser les réactions d'oxydation ou à réduire l'activité bactérienne (Aubertin et al., 2002 ; Potvin, 2009 ; Skandrani, 2019). Ces techniques de restauration sont généralement liées à l'historique du site (conditions géologiques, géotechniques et hydrologiques, sites abandonnés ou actifs) et de l'état d'oxydation des rejets. Dans la **figure 7**, nous présenterons une description détaillée des principales techniques utilisables de prévention du DMA.

- Elimination des sulfures (désulfuration).
- Imperméabilisation des résidus.
- Utilisation des procédés physico-chimiques.
- Inhibition de l'activité bactérienne.

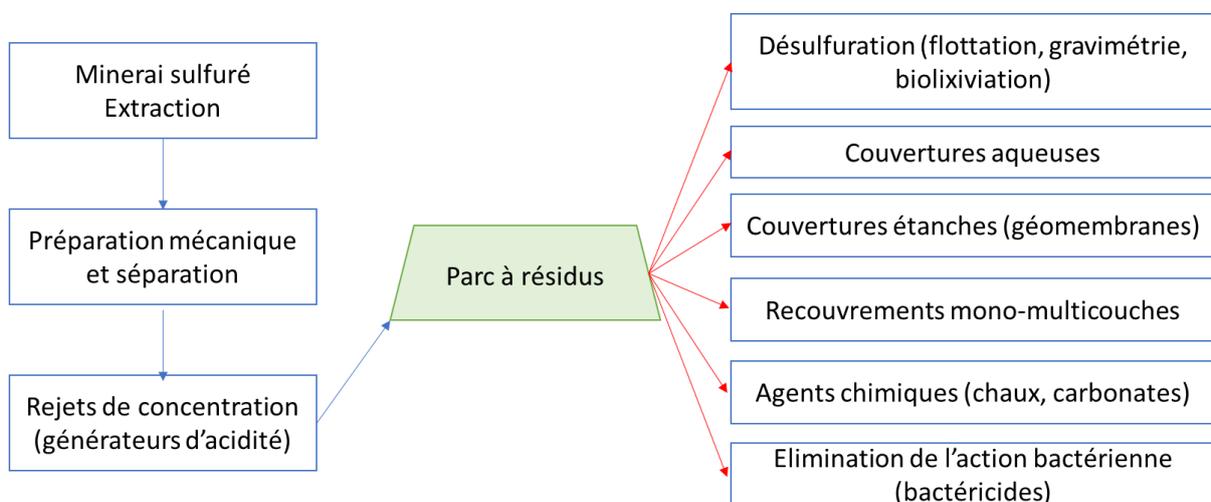
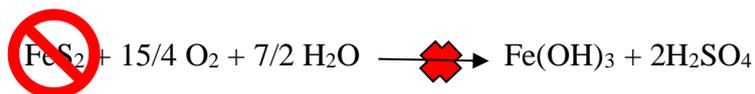


Fig. 7 Principales méthodes de gestion des rejets miniers

3.1 Désulfuration

Cette technique consiste à obtenir une fraction non génératrice d'acidité ayant un potentiel de neutralisation (PN) supérieur à son potentiel d'acidification (PA) et une deuxième fraction caractérisée par un PA élevé (Benzaazoua, 2000) (**Fig.8**).

Réaction d'oxydation directe



La désulfuration est considérée comme une technique efficace, économique et applicable à certains rejets miniers ; elle est capable de réduire en conséquence le volume de rejets contaminant, cependant, certains demeurent réactifs. Le rejet sulfuré pourrait être utilisé comme remblai souterrain en pâte, ou comme matière primaire à la production de l'acide sulfurique (Benzaazoua et al, 2000 ; Tugrul et al, 2003), quant au rejet désulfuré, il peut être utilisé dans certaines applications industrielles et environnementales (recouvrement monocouche, multicouche ou CEBC,...). Cette méthode peut s'effectuer par de procédés minéralurgiques intégrés aux étapes d'extraction appliquées au concentrateur (Bussière et al., 1999; Benzaazoua et al., 2000a, 2000b ; Mermillod-Blondin et al., 2005 ; Derycke et al., 2013).

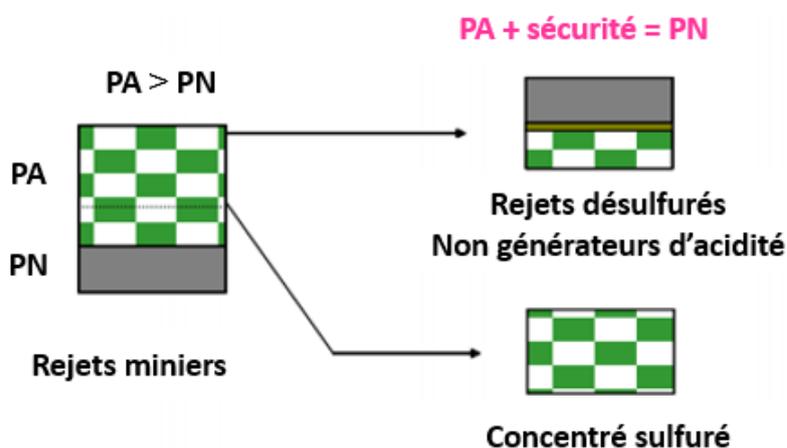


Fig. 8 Désulfuration des résidus miniers (Avant désulfuration : PA>PN ; Après désulfuration : PN>PA (Bois et al., 2004)

La suppression des sulfures se fait par flottation, séparation gravimétrique ou biolixiviation. Ces méthodes consistent à récupérer les sulfures ou leur contenu en métaux.

3.1.1 Flottation

La flottation est parmi les procédés les plus utilisés pour réaliser la désulfuration environnementale. C'est une méthode de séparation physico-chimique des solides entre eux, en tenant compte des différences existant entre leurs propriétés superficielles (hydrophobie, hydrophilie) dans une solution aqueuse et en présence de l'air. Elle consiste à concentrer les sulfures et produire de ce fait des rejets non dangereux. Pour parvenir à tel résultat, l'air est dispersé dans une suspension aqueuse de particules solides pour récupérer l'espèce minérale à séparer, rendue préalablement hydrophobe par un ajout de collecteur. L'ensemble eau-bulles-particules hydrophobes est combiné pour former une mousse surnageante stabilisée par le biais

d'un moussant (Blazy et al, 2000). Des réactifs chimiques sont ajoutés à la pulpe afin de s'adsorber à la surface des minéraux et assurer un attachement sélectif des particules.

Les réactifs de flottation sont des matières chimiques introduites dans la pulpe pour pouvoir créer la flottation sélective des minéraux. Ils se divisent en deux classes :

- Première classe : Les réactifs de flottation agissent sur la surface des minéraux ; en dépendance de leur fonction, ces réactifs se divisent en quatre groupes :
 - ✓ Collecteurs : Ce sont des substances organiques. L'action des collecteurs consiste à diminuer la mouillabilité des surfaces des minéraux par la formation sur leur surface, des pellicules hydrophobes qui contribuent à une meilleure adhérence des particules aux bulles d'air.
 - ✓ Les déprimants (dépresseurs). Ces réactifs sont utilisés afin de diminuer la flottabilité des minéraux de la roche stérile ou de diminuer la flottabilité des minéraux qui doivent passer en produits de cellule. Les déprimants empêchent la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
 - ✓ Activants : Ils contribuent à la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
 - ✓ Régulateurs de milieu : Ils sont utilisés afin de créer les conditions favorables lors de la flottation. Leur destination principale est le réglage de la composition des ions dans la pulpe. Les régulateurs exercent une influence sur les procédés d'action des collecteurs, des activants et des déprimants avec les minéraux.
- Deuxième classe : Les réactifs de flottation qui agissent sur la surface de séparation gaz-liquide. Ce sont les moussants ; ils contribuent à la dispersion de l'air qui est aspiré dans la cellule de flottation et il contribue à la formation d'une mousse stable et solide

Le **tableau 03** ci-dessous montre les principaux collecteurs les plus utilisés dans le procédé de flottation (Ould Hamou, 2010).

Tableau. 3 Principaux collecteurs les plus utilisés dans le procédé de flottation.

<i>Minéraux (minerais)</i>	<i>Collecteurs utilisés</i>
<i>1) minerais à haute flottabilité naturelle</i> <i>Minerai de soufre</i> <i>Minerai de graphite</i> <i>Minerai de charbon</i> <i>Talc ($Mg_3(OH)_2(Si_4O_{10})$)</i> <i>Minerai de molybdène :</i> <i>Molybdénite MoS_2</i>	Hydrocarbures Kérosène, produits de pétrole Kérosène, produits de pétrole Kérosène et les huiles des hydrocarbures Kérosène Hydrocarbure liquid
<i>2) Métaux purs (Au, Ag)</i> - <i>Cuivre (Cu)</i>	Xanthates
<i>3) Minerais sulfurés</i> <i>Cuivre sulfures (Chalcopyrite $CuFeS_2$, Chalcosine Cu_2S, Bornite Cu_5FeS_4, Covelline CuS)</i> <i>Minerais de plomb Galène PbS</i> <i>Minerais de zinc (Shalérite ZnS)</i> <i>Minerais de mercure (Cinabre HgS)</i>	Xanthates Xanthates ou Aerfloats
<i>4) Minéraux sulfureux oxydés (minéraux secondaires)</i> <i>Minerai oxydé de plomb (cérusite $PbCO_3$</i> <i>anglésite $PbSO_4$)</i>	Collecteur anionique : acide oléique et ses sels // // //
<i>5) Minerais de phosphate et d'apatite</i> <i>Matières premières chimiques</i> <i>Quartz — kaolin...</i>	Acide oléique et ses sels Collecteur cationique : Amines
<i>6) Minerai de baryte</i>	Alkylsulfates ou acide oléique et ses sels
<i>7) Minerais de fer (hematite, siderite...)</i>	Alkylsulfates ou Alkylsulfonates
<i>8) Minerai de Manganèse (pyrolnite, manganite..)</i>	Acide oléique et ses sels

La désulfuration environnementale par flottation non sélective des rejets miniers afin de limiter la génération de drainage minier acide causée par l'oxydation des minéraux sulfurés résiduels a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche (Benzaazoua et Kongolo, 2003 ; Kongolo et al., 2004).

3.1.2 Séparation gravimétrique

Les méthodes de concentration gravimétrique sont parmi les plus anciennes et les plus utilisées encore de nos jours. Ce fait résulte d'un ensemble de raisons parmi lesquelles on trouve la simplicité de fonctionnement, la capacité élevée pour des particules assez grosses et les coûts de fonctionnement moindres que par d'autres méthodes. Ces méthodes comportent donc des avantages mais aussi des facteurs d'application.

Parmi les facteurs d'application de ces méthodes, il y a que les minerais soient de teneur élevée, que la libération se fasse par détachement ou pour le moins à une maille grossière, que les concentrateurs soient éloignés des grands centres (énergie électrique peu disponible), que les concentrateurs soient inexistantes sur le site (flottation par exemple), ou enfin que les méthodes servent à la pré-concentration ou au triage (enlèvement de matières stériles).

Par ailleurs, les conditions suivantes font en sorte qu'on ne peut appliquer la concentration gravimétrique : une faible teneur ou des grains de minéraux trop petits ; une libération du minerai par fractionnement ; lorsqu'un rendement métal élevé est nécessaire ; lorsque les minerais sont polymétalliques avec des minéraux de masses volumiques semblables ; enfin lorsqu'il y'a nécessité d'une capacité élevée avec des particules plus fines.

Grosso modo, ces méthodes sont employées pour environ la moitié (en débits massiques) de toutes les concentrations, à l'échelle de la planète. Les principaux minerais visés sont ceux de charbon (trois fois plus que toutes les autres substances), de fer, d'étain, de titane, de chrome, de barytine, de mica et d'or.

Il existe plusieurs techniques de séparation gravimétrique à savoir : Nappe pelliculaire fluente (table à secousses), accélération différentielle (jigs) et séparation par milieu dense.

La désulfuration environnementale par concentration gravimétrique se base sur la différence des masses spécifiques des minéraux à séparer et sur la différence de leur vitesse de chute dans un milieu liquide ou gazeux. Elle consiste à séparer les sulfures de la gangue en se basant sur leur densité (Atrafi et al., 2012; Falconer, 2003).

3.1.3 Biolixiviation

La biolixiviation est un ensemble de technologies visant à extraire les métaux contenus dans des ressources minérales sulfurées (minerai, rejets) par le biais de microorganismes, principalement les bactéries chimiolithotrophes acidophiles, ayant la capacité de catalyser l'oxydation du fer et du soufre. Cette technologie est utilisée à l'échelle industrielle depuis de nombreuses années, nous distinguons deux principales voies :

- Voie statique : elle consiste à faire circuler des solutions acides à travers le minerai (in-situ, vallons aux parois imperméables ou en tas). En général, la solution est récupérée à la base du tas et est retournée au sommet. Une population de *Thiobacillus ferrooxidans* peut se développer dans une période de deux à quatre mois si les conditions de croissance et environnementales sont propices (Rawlings et Johnson, 2007 ; Guy NKULU, 2012).

- Voie dynamique, consiste à traiter biologiquement le minerai dans une série de cuves travaillant sous agitation et aération. Ce procédé nécessite un broyage fin du minerai.

Le **tableau 4** ci-après résume l'application de ces procédés à l'échelle industrielle.

Tableau.4 Exemples d'applications industrielles de la désulfuration environnementale

<i>Site</i>	<i>Traitement</i>
<i>Mine de Manitou (Québec)</i>	-Résidus riches en Au/Ag -Récupération des sulfures par flottation suivie d'une lixiviation par cyanuration
<i>Mine de Kasese (Ouganda)</i>	-Résidus pyriteux cobaltifère -Application de la biolixiviation pour récupérer le Co, Ni et Cu.

3.2 Imperméabilisation des résidus

Dans le but de prévenir la production d'acide et afin d'éliminer les apports d'eau vers les résidus miniers producteurs de cette acidité, il faut, soit dévier l'eau en installant des barrières qui empêchent l'infiltration de surface et l'écoulement des eaux souterraines ou la stocker pour être évaporée durant la période sèche (**Fig. 9**). Cette opération peut être réalisée à partir des sols ayant une faible conductivité hydraulique in situ (inférieure ou égale à 10^{-9} m/s par exemple : argiles) ou de matériaux synthétiques peu perméables (comme des géomembranes).

Ces recouvrements ressemblent aux ceux développés pour les sites d'enfouissement de déchets domestiques, dangereux (Aubertin et Chapuis, 1991; Daniel et Koerner, 1993; Aubertin et al. 1995). Aussi, les couvertures avec effets de barrière capillaire ont été proposées pour les climats arides et semi-arides pour limiter l'infiltration d'eau plutôt que l'infiltration d'oxygène (Pabst et al., 2017). Pour la réduction de l'apport en oxygène, un recouvrement de faible perméabilité au gaz peut être installé. Il s'agit d'utiliser un recouvrement en eau, en sols saturés ou en matériaux synthétiques qui consomment l'oxygène.

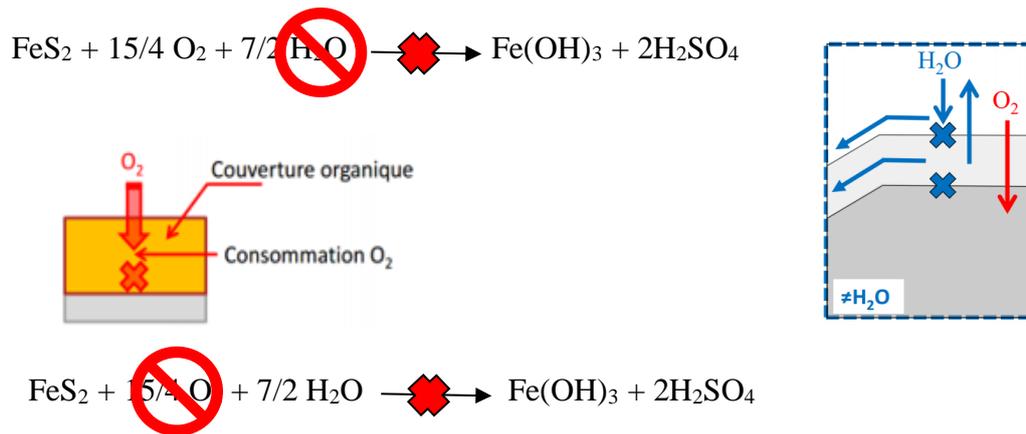


Fig. 9 Imperméabilisation des résidus miniers (barrière à l'eau et barrière à l'oxygène) (Pabst et al., 2017)

3.3 Utilisation des procédés physico-chimiques

Plusieurs agents alcalins sont proposés dans la littérature : la chaux vive et/ou éteinte, l'hydroxyde ou carbonate de sodium, l'ammoniac, silanes et métasilicate de sodium, pyrophosphate de sodium, tensioactifs. Durant le processus de neutralisation, les métaux lourds vont précipiter sous forme d'arséniate, hydroxydes, sulfates, phosphates et silicates (Itard, 2001).

3.4 Inhibition de l'activité bactérienne

L'élimination des bactéries permet de diminuer la vitesse de génération de drainage minier acide et donc des métaux. Elle se réalise en utilisant différents types de bactéricides tels des surfactants anioniques (particulièrement le sodium lauryl sulfate et alkyl benzène sulfonate), des acides organiques et des agents de conservation alimentaires. En effet, cette technique présente des inconvénients qu'on ne peut plus ignorer à savoir : la faible efficacité de ce procédé à grande dimension et l'obligation de le répéter continuellement (Itard, 2001).

4. Méthodes de traitement du DMA

Dans le cas de sites générateurs de DMA où l'on n'a pas résolu le problème à la source, il faut collecter les effluents acides et les traiter afin de minimiser les impacts sur l'environnement.

Ces dernières années, plusieurs techniques de traitement du DMA ont été développées pour neutraliser l'acidité et réduire les effluents dangereux et toxiques (**Fig.10**). Deux principaux modes de traitement des eaux contaminées par le DMA sont universellement appliqués : le mode actif, qui implique l'ajout continu d'un composé alcalin aux effluents acides pour les neutraliser et pour précipiter les contaminants métalliques ; et le mode passif, qui utilise des procédés économiques et respectueux de l'environnement afin d'obtenir les mêmes effets avec

un traitement efficace à long terme, en offrant la possibilité de réutiliser des matériaux à faible coût (Neculita et al., 2021).

La méthode des amendements alcalins in situ est également ajoutée à cette subdivision des systèmes de traitement des eaux contaminées par le DMA. En conditions acides, la dissolution des amendements alcalins augmente l'alcalinité et réduit la mobilité des contaminants par les mécanismes suivants : précipitation des oxy-hydroxydes de fer, co-précipitation et adsorption sur les oxy-hydroxydes, passivation de la surface sulfurée et réduction de l'activité bactérienne dans des conditions neutres. Le traitement passif et/ou actif est le principal mode utilisé, que ce soit en conditions biotiques et/ou abiotiques (Doye et al., 2005 ; El ghali et al., 2019).

Notons que le choix de la méthode de traitement est basé sur plusieurs paramètres, à savoir : les caractéristiques chimiques du DMA, les conditions climatiques, le type de résidus, le temps de rétention hydraulique, etc. (Akcil et al., 2006). Des améliorations récentes des techniques de traitement des effluents acides ont permis d'abaisser le niveau de contamination à des limites environnementales acceptables et cela pour de nombreux éléments (Simate et al., 2014 ; Shane et al., 2021).

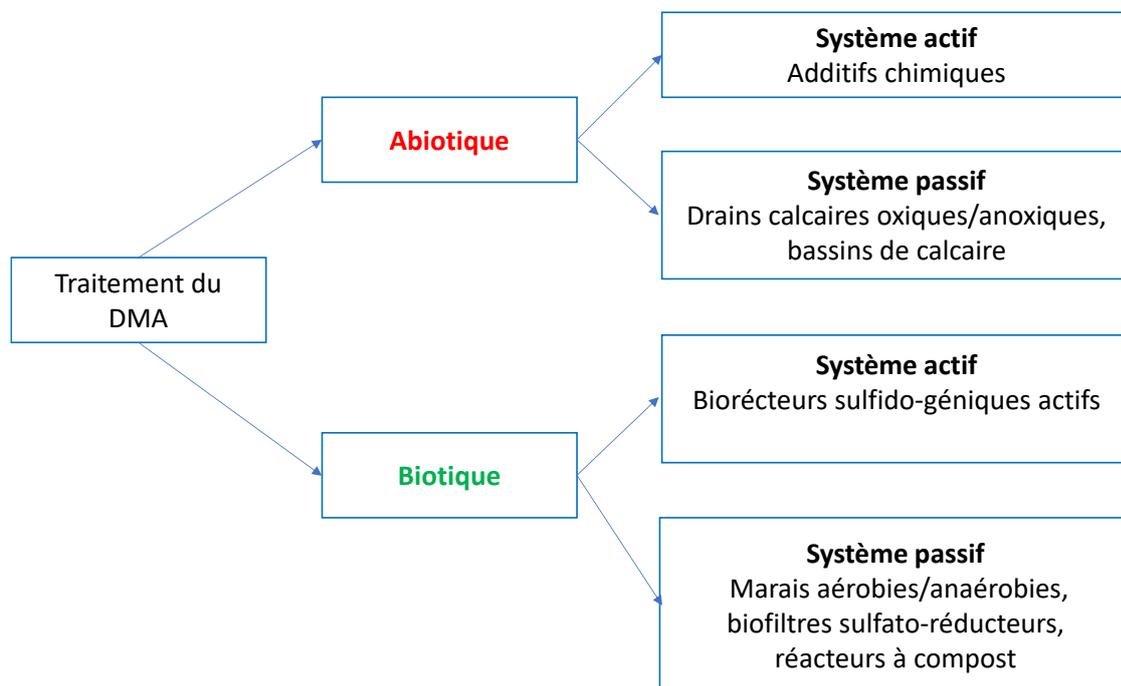


Fig. 10 Méthodes de traitement du drainage minier acide (Ashane et al., 2018)

4.1 Traitement actif

Le traitement actif a pour but de récolter les eaux de lixiviation issues des parcs à résidus miniers et à les canaliser dans un bassin où elles seront ensuite traitées à l'aide de divers réactifs chimiques (chaux hydratée, chaux vive, carbonate de sodium, soude caustique, hydroxyde de magnésium, etc.). En général, certains agents comme les coagulants et les flocculants sont utilisés pour favoriser l'agglomération et la précipitation des solides (Fu et al., 2011 ; Ben Ali, 2019). L'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ou le calcaire CaCO_3 sont des produits couramment utilisés pour l'élimination ou la réduction des métaux sous forme d'oxy-hydroxydes et de sulfates sous forme de gypse (Tolonen et al., 2014 ; Kefeni et al., 2017).

Malgré son efficacité, cette méthode de traitement actif présente de nombreux inconvénients car elle génère de grandes quantités de boues, généralement contraignantes et difficiles à manipuler (Genty, 2012a ; Rakotonimaro et al., 2017). Dans le contexte du développement durable, ce procédé est seulement efficace pour neutraliser les effluents acides à court terme de sites miniers générateurs de DMA (Pelletier, 2014). De plus, ce système nécessite un entretien périodique, de l'énergie, des pompes, un système de gestion des floccs et des réactifs chimiques entraînant des dépenses supplémentaires. D'autres méthodes de traitement actif du drainage minier acide comprennent l'osmose inverse, l'échange ionique et le traitement électrochimique. Nonobstant, ces approches sont rarement utilisées à grande échelle (Radjenovic et al., 2015 ; El Kilani, 2019).

4.2 Traitement passif

Ces dernières années, plusieurs techniques de traitement passif de DMA ont été développées pour neutraliser l'acidité et réduire les effluents dangereux et toxiques. Les méthodes de traitement abiotique passif comprennent des drains calcaires anoxiques (DAC), des drains calcaires oxiques (DOC), des tranchées calcaires ouvertes (TOC) et des bassins calcaires, tandis que le traitement biochimique comprend les marais aménagés aérobies et anaérobies, les réacteurs biochimiques et les barrières réactives perméables (Neculita et al., 2007 ; Alcolea et al., 2012 ; Rambabu et al., 2020 ; Neculita et al., 2021) (**Fig.11**). Ce type de traitement consiste à faire circuler les effluents miniers à travers des matériaux qui régénèrent suffisamment l'alcalinité et augmentent le pH de l'effluent (Neculita et al., 2007).

En outre, l'immobilisation de métaux lourds à l'aide de matériaux phosphatés est un processus passif de décontamination économique et respectueux de l'environnement (Cao et al., 2004 ; Huang et al., 2016 ; Palansooriya et al., 2020 ; Idrissi et al., 2021 ; Ettoumi et al. al., 2020,

2021). Le traitement au phosphate a été utilisé pour transformer des fractions métalliques réactives en des formes plus stables avec une mobilité limitée (Seshadri et al., 2017 ; Andrunik et al., 2020).

Avantage du système

- Neutralisation d'effluents de DMA en utilisant des matériaux naturels
- Coût faible et mise en place facile
- Faible consommation en eau et en énergie
- Technique moins polluante et satisfaisante esthétiquement.

Tableau.5 Différences entre les deux systèmes (passif et actif) (Pabst et al., 2017)

Système de traitement	Acidité (mg CaCO ₃ /L)	Limite d'acidité (kg CaCO ₃ /jour)	Débit (L/s)	pH	pH max
Passif	1-800	1-150	< 50	> 2	7.5-8.0
Actif	1-10,000	1-50,000	Sans limite	Sans limite	14

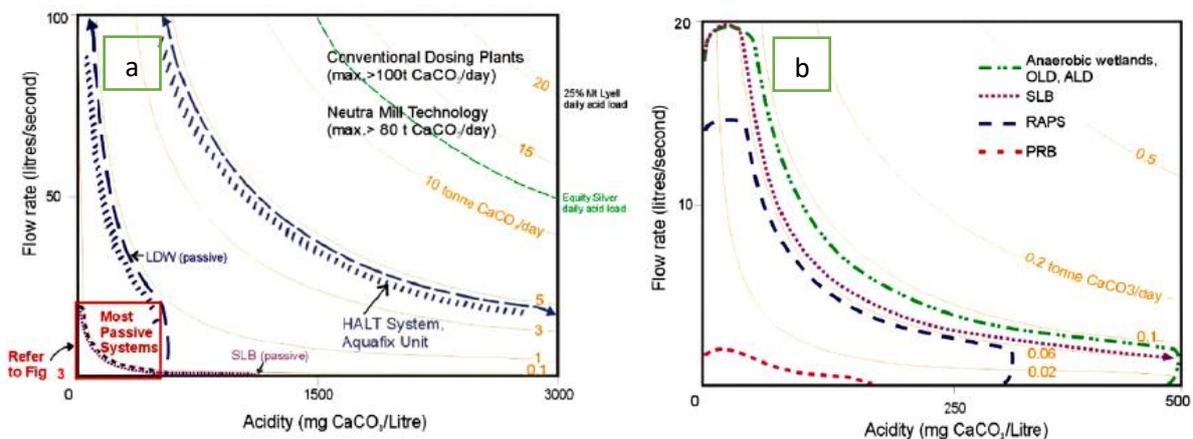


Fig. 11 Lignes directrices de « charge d'acidité » pour la sélection de systèmes de traitement actifs et passifs, a) Les courbes indiquées correspondent aux charges d'acidité en tonne de CaCO₃/jour. La technique HALT (traitement hydro-actif du calcaire) est un système de traitement actif tandis que les méthodes LDW (Lit de calcaire fluidisé) et SLB (lits de lixiviation de scories) sont des systèmes de traitement passifs ; b) Les techniques passives comprennent les drains calcaires oxydiques/anoxiques, marais aérobies/aérobies, Biofiltres sulfato-réducteurs et barrières réactives perméables (Taylor et al., 2005 ; Pabst et al., 2017)

Le débit, la composition du DMA et la teneur en oxygène dissous sont les principaux paramètres pour choisir une technique de traitement passif. Les échantillons de DMA doivent être analysés

pour le pH, l'acidité, l'alcalinité, la concentration en Fe, Mn et Al (Hedin et al, 1994 ; Potvin, 2009 ; Skousen et al., 2017). Deux cas de figure peuvent se présenter (**Fig. 12**):

- Si l'effluent à traiter est alcalin, l'installation d'un étang de décantation et/ou un marais aérobie permettant la précipitation des métaux sera suffisante. Dans ce cas, les plantes favorisent la filtration physique des précipités métalliques. (Hedin et Nairn, 1992).

-Si l'eau est acide, les résultats des concentrations en oxygène dissous, en Fe^{2+} et en Al peuvent orienter le choix de la méthode de traitement. Trois cas peuvent se présenter :

- 1) La concentration en oxygène dissous varie de 2 à 5 mg/L : l'eau acide peut être acheminée dans un marais aérobie/anaérobie afin de précipiter le Fe^{3+} (Potvin, 2009).
- 2) La concentration en oxygène dissous est supérieure à 5 et la teneur en fer dépasse 25% : le DMA est traité avec un marais aérobie/anaérobie ou des DOC. L'alcalinité est produite par le biais de bactéries sulfato-réductrices ou par dissolution du drain calcaire.
- 3) La concentration en oxygène dissous est inférieure à 2 et la teneur en fer moins de 10% : un DAC est le système le plus efficace pour décontaminer cette eau.

Pour une meilleure dépollution, la combinaison de plusieurs techniques est applicable.

Le **tableau 6** résume les différentes classes en fonction de l'acidité et l'alcalinité nette des eaux contaminées.

Tableau.6 Classement des effluents en fonction de leur acidité ou alcalinité nette.

Catégorie	Description	Acidité/Alcalinité (exprimée en $mg L^{-1}$ de $CaCO_3$)
1	Très acide	Acidité nette > 300
2	Modérément acide	$100 \leq$ acidité nette ≤ 300
3	Faiblement acide	$0 \leq$ acidité nette ≤ 100
4	Faiblement alcalin	Alcalinité nette > 80
5	Fortement alcalin	Alcalinité nette ≥ 80

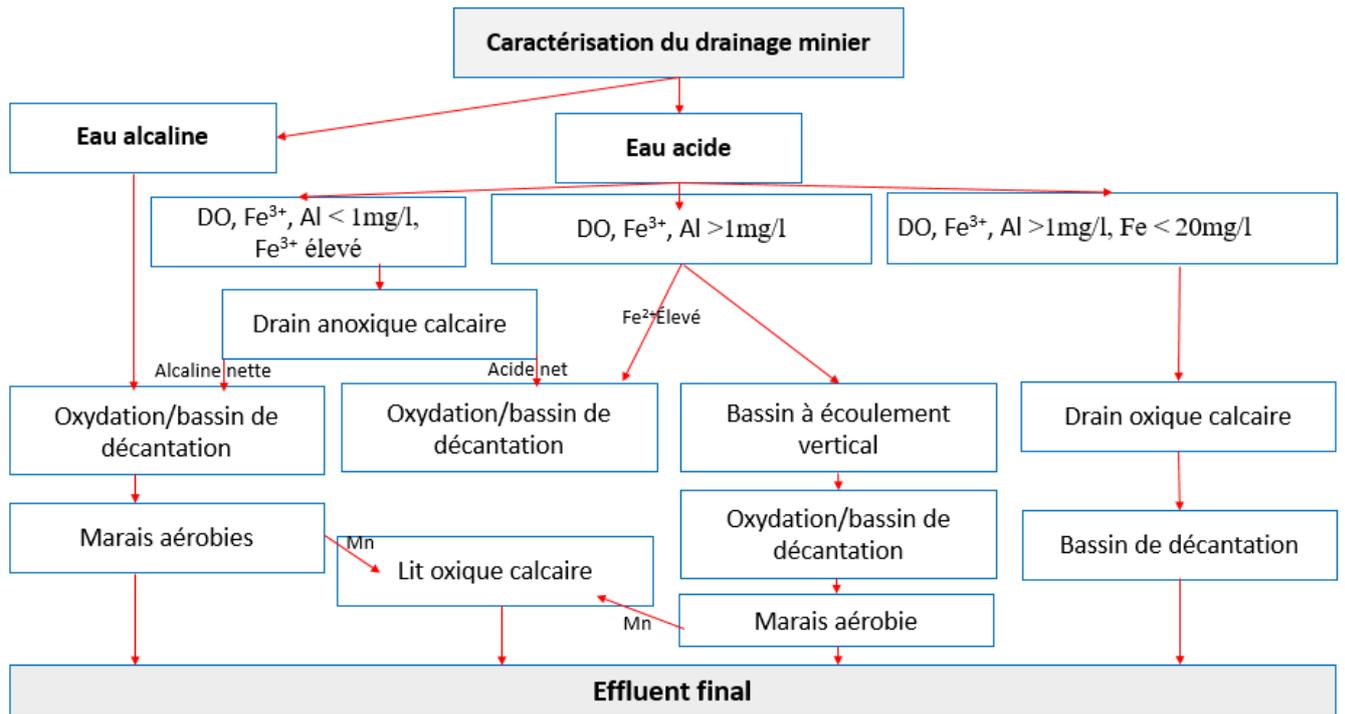
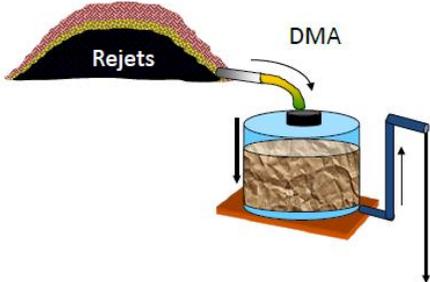


Fig. 12 Arbre décisionnel pour le choix d'un traitement passif (La méthode de traitement est choisie selon la chimie du DMA, le débit et la teneur en oxygène dissous, modifié d'après Hedin et al., 1994 ; 2013 ; Johnson et Hallberg, 2005).

Le **tableau 7** recense les principales techniques de traitement passif de DMA utilisées en industrie (Gazea et al., 1995, Halberg et Johnson, 2005).

Technologies	Types	Description	Avantages	Limites	Exemples d'application /Photos
Abiotique	Drain oxique calcaire (DOC)	Dissolution du calcaire dans des conditions oxiques (tranchée de pierre calcaire broyée ouverte à l'atmosphère dans laquelle le DMA s'écoule par gravité)	<ul style="list-style-type: none"> -Augmentation de l'alcalinité - Diminution de l'acidité -Coût du réactif faible -Longue durée de vie de la pierre calcaire 	<ul style="list-style-type: none"> -Faible réactivité du matériau -Formation de précipités métalliques dans le drain) 	<p>Laboratoire : Mine de Kettara (Maroc)</p> <p>Terrain : Traitement d'un DMA fortement contaminé au fer sur le site minier abandonné Lorraine au Témiscamingue (Québec).</p> 
	Drain anoxique calcaire (DAC)	Dissolution du calcaire dans des conditions anoxiques (le drain est fermé à l'atmosphère, généralement par une géomembrane et une couche de sol, pour générer la condition anoxie).	<ul style="list-style-type: none"> -Augmentation de l'alcalinité, -diminution de l'acidité -Coût du réactif Faible -Longue durée de vie de la pierre calcaire 	<ul style="list-style-type: none"> -Faible efficacité sur le traitement du DMA fortement contaminé (formation de précipités métalliques principalement fer et soufre en sortie du drain) - Difficulté à atteindre un pH supérieur à 7 	<p>Terrain : Ouest de la Pennsylvanie</p> 

Abiotique	Cascade aérien/Bassin de décantation	Oxydation de l'effluent, décantation et formation de solides	<ul style="list-style-type: none"> -Réduction de boues -Utilisé comme unité de polissage 	<ul style="list-style-type: none"> -Re-dissolution du fer - Mn difficilement éliminé 	 <p>Photo : Skousen</p>
Abiotique	Sorption (tourbe)	Adsorption, chélation, échange ionique	Réduction des métaux en solution	Saturation plus ou moins rapide des sites de sorption	/
Abiotique	Puits de déviation	Neutralisation de l'acidité, floculation	<ul style="list-style-type: none"> -Conception simple -Possibilité de rinçage -réglage facile des floccs métalliques à la surface 	<ul style="list-style-type: none"> -Nécessite un grand débit -Neutralisation incomplète 	 <p>(Beaulieu et al., 2001)</p>

Technologies	Types	Description	Avantages	Limites	Exemples d'application/Photos
Biotique	Marais aérobie	Stimulation des réactions d'oxydation afin de favoriser la précipitation subséquente du fer ferrique et des autres métaux comme le manganèse. Il est maintenu sous une lame d'eau pouvant atteindre 45 cm.	Diminution de la quantité de métal dans la solution par les mécanismes d'oxydation et d'hydrolyse.	-Utilisé surtout pour traiter les eaux alcalines (Le pH doit être maintenu au-dessus de 5.5).	 <p>Photo. Skousen</p>
Biotique	Marais anaérobie	-Conditions réductrices favorisées par la présence de matière organique. Le système renferme un substrat, des bactéries et des plantes qui consomment rapidement l'oxygène dissous. -L'épaisseur de la lame d'eau ne dépasse pas 10 cm.	Précipitation des métaux en sulfures métalliques par des bactéries sulfato-réductrices.	-Nécessite un grand espace -Nécessite le traitement des boues -Peu utilisé dans des conditions climatiques froides	 <p>Photo. Skousen</p>

Biotique	Bioréacteur sulfato-réducteur	<p>-Réservoirs remplis d'un mélange réactif. Dans un environnement anoxique, il se forme des sulfures métalliques par le biais des bactéries sulfato-réductrices.</p> <p>-La production de méthane et la réduction des métaux contribuent à l'alcalinisation.</p> <p>-Mécanismes intervenants : sorption, précipitation/co-précipitation et échange ionique</p>	<p>-Augmentation de l'alcalinité.</p> <p>-Diminution de l'acidité.</p> <p>-Précipitation des métaux en sulfures métalliques.</p>	<p>-Applicable au traitement des petits débits de DMA</p> <p>-Une concentration élevée en fer est moyennement retenue</p> <p>-Efficace si le pH >5</p>	 <p>Photo. Genty</p>
Biotique	Barrière perméable sulfato-réductrice	<p>-Traitement in-situ de l'eau souterraine et traitement on-site des effluents de surface.</p> <p>-Réduction des sulfates de l'eau souterraine en sulfure d'hydrogène</p>	<p>-Adapté pour le traitement des eaux souterraines</p> <p>-Métaux éliminés sous forme de sulfures stables.</p>	<p>-Problèmes de colmatage</p> <p>-Une concentration élevée en fer est moyennement retenue</p> <p>-Efficace si le pH >5</p>	<p>Terrain : Traitement multi-étape d'un DMA fortement contaminé au fer sur le site minier abandonné Lorraine au Témiscamingue (Québec).</p> <p>Photo. Genty</p> 

Tableau. 7 Techniques de traitement passif du DMA.

5. Drains calcaires ou dolomitiques

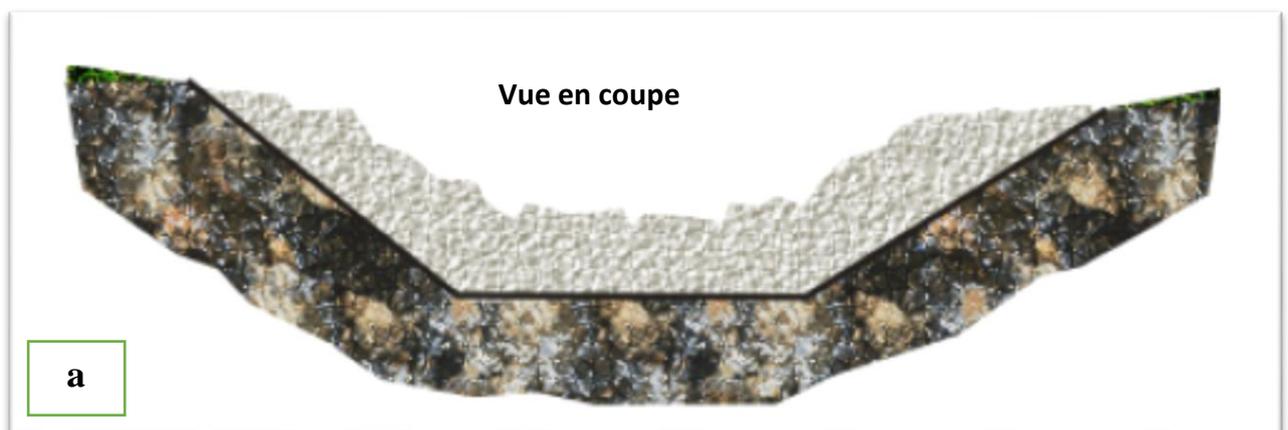
5.1 Description

Les drains calcaires ont pour objectif d'augmenter le pH et l'alcalinité du DMA. Le calcaire se dissout par contact avec l'eau contaminée où le calcium est libéré sous forme de bicarbonates. Ce système permet de précipiter les métaux tels le Pb, Cd, Al (Hedin et al., 1994).

Un drain oxique calcaire (DOC) est le procédé le plus simple des techniques de traitement passif. L'effluent acide circule par gravité dans une tranchée ouverte à l'atmosphère. Le système est composé d'une couche de calcaire qui repose sur une géomembrane/géotextile étanche (**Fig. 13**), le contact avec l'air et l'ajout de l'oxygène dissous engendre la précipitation de métaux présents dans les DMA (fer, aluminium...). Ce traitement favorise la production de l'alcalinité et la réduction de concentration en métaux (Eq.13).



Les précipités d'hydroxyde de fer et d'aluminium formés à la surface de la pierre peuvent freiner la capacité de neutralisation du DOC (Watzlaf et al., 1994 ; Hedin et Watzlaf 1994 ; Robbins et al., 1999). Le taux de dissolution serait au moins égal à 20% du taux de dissolution du calcaire nu.



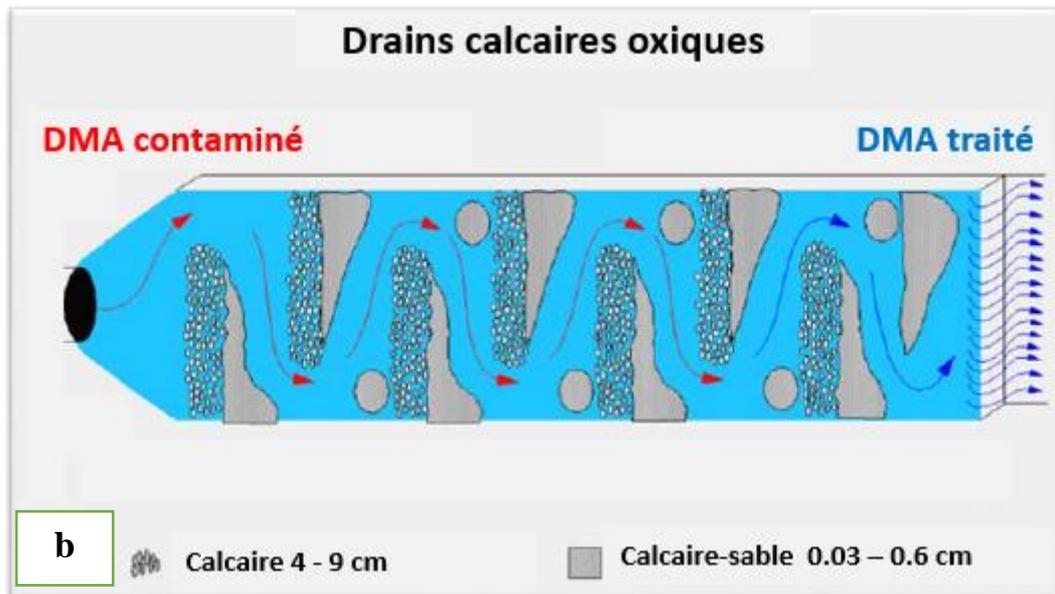


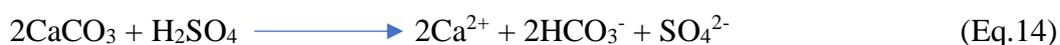
Fig. 13 Design typique d'un drain oxique a) vue en coupe d'un drain oxique ; b) série de drains calcaires ouverts installée dans le bassin Swatara Creek (Cravotta, 2010)

Un drain calcaire anoxique est un drain enterré, isolé de l'atmosphère afin d'éviter le contact avec l'oxygène (**Fig. 14**). Il est entouré d'un géotextile et recouvert d'une couche d'argile protectrice et imperméable afin d'assurer l'étanchéité et générer en effet les conditions anaérobies. Ce système permet de diminuer l'oxydation du fer ferreux en fer ferrique et de favoriser l'augmentation de P_{CO_2} , cela permet la dissolution du calcaire (Hedin et al., 1994, Ouakibi, 2013 ; 2014).

Cependant, il a été démontré que les DAC ne sont pas efficaces si la concentration du fer dépasse 270 mg/L et l'Al est à plus de 1 mg/L (Taylor et al., 2005).

Lorsque les effluents acides s'écoulent dans le drain, il y a augmentation du pH qui est due à la réactivité des minéraux carbonatés, ce qui libère des alcalis et des cations métalliques tels que Ca, Mg, Fe et Mn (Eq.14). Ces cations participent à la formation de minéraux secondaires tels que les oxy-hydroxydes (Evangelou, 1995 ; Hedin et Watzlaf, 1994; Brodie et al., 1991 ; Turner et McCoy, 1990, Ouakibi et al., 2013).

Dans le DAC :



A la sortie du DAC, le pH des eaux (6-7) favorise la précipitation des métaux (Ouakibi et al., 2013). Les réactions ci-après présentent la production de l'acidité et l'oxydation du fer ferreux (Eq.15-17).

A la sortie du DAC:



A des valeurs de pH entre 3 et 5, le fer ferrique et l'aluminium forment des hydroxydes alors que le fer ferreux et le manganèse précipitent sous forme de carbonates (sidérite et rhodochrosite). Les précipités recouvrent la surface du drain ou se forme dans les vides (cas de l'Aluminium) Watzlaf et al., 2004). Les drains dolomitiques peuvent être employés pour traiter le DMA ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$). C'est un procédé moins recommandé vu son taux de dissolution plus lente que la calcite ; notons aussi qu'une mole de dolomite est nécessaire pour neutraliser une mole d'acide sulfurique. (Bernier 2005 ; Peletier, 2014).

Les principaux facteurs affectant la production d'alcalinité d'un DAC sont les temps de résidence, la pression de CO_2 , le pH de l'influent, la géométrie de la pierre calcaire broyée employée, la concentration en carbonate de calcium du calcaire et la concentration de calcium initiale de l'influent (Watzlaf et al., 2000). Selon Hedin et al., (1994) les deux premiers facteurs sont les plus déterminants.

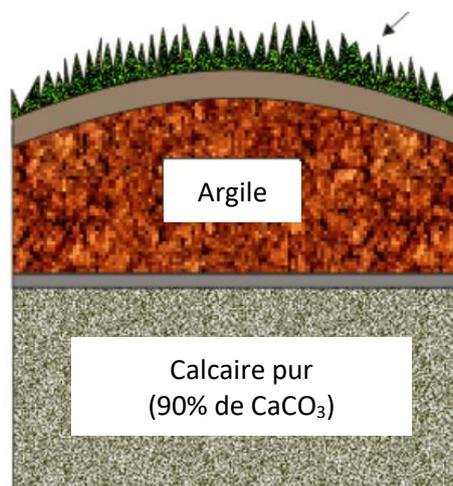


Fig. 14 Drain calcaire anoxique (drain calcaire enterré, isolé de l'atmosphère et recouvert d'une couche d'argile imperméable) (Pabst et al., 2017)

5.2 Dimensionnement

Le design du drain dépend de trois paramètres 1) Temps de résidence hydraulique (TRH), 2) Durée de vie désirée et 3) Volume de calcaire (équations empiriques).

Calcul de la quantité de calcaire : deux approches sont proposées (Eq.18-19).

1. Linéaire (Hedin et Watzlaf, 1994)

$$M = Q \cdot [(t_L \cdot C_M / X_{CaCO_3}) + (t_d \cdot \rho_S \cdot (1-\phi) / \phi)] \quad (\text{Eq.18})$$

2. Exponentielle (Cravotta, 2003)

$$1^{\text{st}}: C_t = C_M - [(C_M - C_0) \cdot \exp\{-k' \cdot t_d\}] \quad (\text{Eq.19})$$

$$2^{\text{nd}}: C_t = C_M - \{1/[k'' \cdot t_d + 1/(C_M - C_0)]\}$$

Pour l'approche linéaire (Pabst et al., 2017):

$M = t_d \cdot [Q \cdot \rho_S \cdot (1-\phi) / \phi]$

- $t_d = \text{TRH}$
- $Q = \text{débit}$
- $\rho_S = 2,65 \text{ g/cm}^3$
- $\phi = \text{porosité (Vv/Vt)}$

Sur un site restauré

$M = t_d \cdot [Q \cdot \rho_S \cdot (1-\phi) / \phi]$

td	Q	M Vol	Porosité	M
(h)	(m ³ /h)	(t/m ³)		(t)
15	1	2,65	0,4	?

59.62 t

Sur un site non restauré

$M = t_d \cdot [Q \cdot \rho_S \cdot (1-\phi) / \phi]$

td	Q	Masse vol	Porosité	M
(h)	(m ³ /h)	(t/m ³)		(t)
15	1	2,65	0,4	60
	125			7 453

Pour un débit moyen

Sur un site non restauré

$M = t_d \cdot [Q \cdot \rho_S \cdot (1-\phi) / \phi]$

td	Q	Masse vol	Vv/Vt	M
(h)	(m ³ /h)	(t/m ³)		(t)
15	1	2,65	0,4	60
				72

Pour un débit moyen et un matériau moins réactif

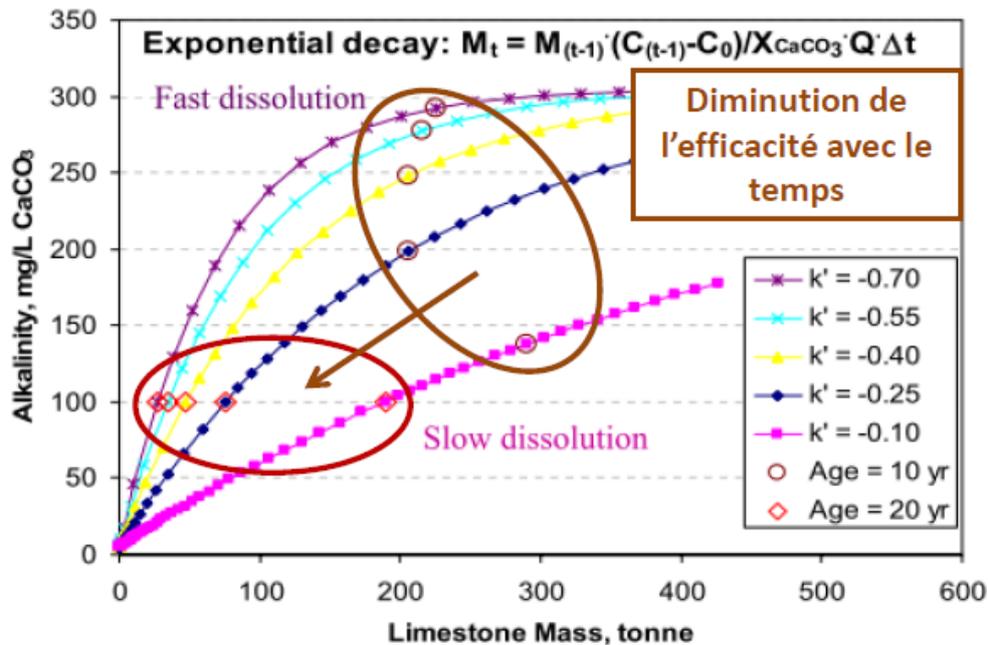


Fig. 15 Exemple de calcul (design pour un drain, durée de vie 20 ans, acidité 100mg/L) (Cravotta, 2005)

L'efficacité des drains dépend de plusieurs facteurs :

- Chimie du DMA (Al, Fe, oxygène dissous) ;
- Température (la précipitation des carbonates augmente avec la diminution de la température) ;
- Pression partielle de CO₂ dans le DMA (paramètre qui favorise la dissolution des carbonates) ;
- Pourcentage de CaCO₃ dans le calcaire ;
- Temps de rétention hydraulique (15 h) ;
- Enrobage des fragments de calcaire ;
- Formation d'un ciment de précipité ;
- Taille des fragments de calcaire (granulométrie vs ciment).

Le **tableau 8** résume quelques exemples de paramètres chimiques avant et après traitement (en bleu) par des systèmes de traitement passif abiotiques du DMA provenant de quelques mines de charbon et de métaux communs (Potvin, 2009). Les critères de design pour chaque type de technologie sont recensés dans le **tableau 9**.

Tableau. 8 Exemples d'efficacité de drains (Pabst et al., 2017)

Nom	Q (L/min)	pH	Acid. (mg/L CaCO ₃)	Alc. (mg/L CaCO ₃)	Fe _{tot} (mg/L)	Fe ³⁺ (mg/L)	Mn (mg/L)	Al (mg/L)	Ni (mg/L)	SO ₄ (mg/L)	O _{diss} (mg/L)	Type de système
Mines de charbon												
Howe Bridge ¹	(96)	5,6 (6,2)	482 (373)	33 (161)		<1 (<1)	41 (40)	<1 (<1)		1323 (1329)	<1 (<1)	DAC
Dola ²	95	6 (6,6)	154 0	(231)	162 (32)		28 (11)	3 0		2263 (1629)		TOC vieux
Orchard ⁵		3,5 (6,6)	63 0	(108)	10 (0,18)		3 (2,7)	0,89 (0,08)	0,10 (0,10)	215 (200)	2,2 (2,9)	DOC
Métaux communs												
Lorraine (Quebec) ³	(5,6)	3,5 (6)	10083 (1100)	0 (53)	7257 (657)			8,3 (0,2)	5,8 (0,16)	18188 (1100)		DAC Ox ?
Wheal Jane (RU) ⁴		3,9 (6,0)			143,6 (112)		21,4 (24,3)	48,6 (12,9)		1650 (1589)	1,1 (0,6)	DAC

1: Hedin et al. (1994); 2: Ziemkiewicz et al. (1997); 3: Moyenne des données de terrain juin à octobre 2004; 4: Whitehead et al. (2005); 5: Cravotta et Trahan (1999)

Tableau. 9 Critères de design des systèmes de traitement passifs (Zipper et Skousen, 2010 ; Skousen et al., 2017)

Types de technologies	Critères de design	Références
Chimiques		
DAC	15 h temps de séjour	Watzlaf,2004; Watzlaf et al.,2004
DOC	Charge acide et temps de Séjour; 30 g acidité/t/j	Ziemckiewiez et al.,1997; Skousen et Ziemkiewiez 2005;
Cheneaux calcaires ouverts	2 h temps de séjour ; 10g acidité/t/j	Skousen et Ziemkiewiez, 2005
Lit de lixiviation à scories d'acier	1000 g acidité/t/j	Skousen et Ziemkiewiez, 2005
Puits de déviation	Equivalence en charge d'acide	Arnold,1991 ; Ziemkiewiez et Brant,1997
Lit Calcaire	2 h temps de séjour ; 2 fois charge d'acide (appliquée 2-4 fois/an)	Skousen et Ziemkiewiez, 2005 McClurg et al., 2007
Cheneaux d'oxydation du Fe a pH bas	Faible pH ; Pente pour aération	Hilton,2005 ;Burgos et al.,2008
SAD	Temps de séjour	Rotting et al.,2008a

6. Méthodes de contrôle du drainage minier acide et techniques de prédiction

De nombreux outils de prédiction de la qualité des eaux minières aux cours des années ont été développés afin de permettre une gestion responsable des rejets miniers. Ces essais sont regroupés en trois familles : les tests de prédiction statiques, les essais de prédiction cinétiques et les tests de lixiviation en système fermé (Plante, 2004 ; Benzaazoua et al., 2001, 2004; Villeneuve, 2004; Villeneuve et al., 2009; MEND, 1991, 2009; Plante et al. 2012). Tous les essais de prédiction sont des expérimentations réalisées dans des conditions définies ; leur but est de statuer la nature génératrice d'acidité ou non d'un rejet.

6.1 Tests statiques

Les essais statiques consistent à dresser le bilan entre le potentiel de production d'acide (PA) et le potentiel de neutralisation (PN) afin de prédire la formation du DMA (Adam et al., 1997; Benzaazoua et al., 2001; Bouzahzah et al., 2013) et d'aider les industriels à mieux choisir les méthodes de restauration, par des méthodes chimiques (e.g. Sobek et al., 1978; Lawrence et Wang, 1996), minéralogiques (e.g. Lawrence et Scheske, 1997; Paktunc, 1999) ou NAG (Net acid Generation test).

Ce sont des tests qualitatifs, peu coûteux, rapides, simples et qui nécessitent peu d'échantillon. Nonobstant, ces essais ne procurent aucune information sur le comportement géochimique global des rejets.

En revanche, ces essais se basent sur la détermination du potentiel net de neutralisation ($PNN=PN-PA$), obtenu par la différence entre le potentiel acide (PA) et le potentiel de neutralisation (PN) ; il consiste à classer le matériau en tant que producteur ou non d'acide (Miller et al. 1991). La classification des rejets selon leur potentiel de production d'acide se réalise aussi par l'évaluation du rapport PN/PA (Price, 2005).

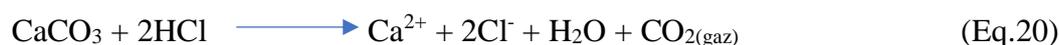
6.1.1 Tests statiques chimiques

Les essais statiques chimiques impliquent une réaction chimique (Bouzahzah et al., 2014b). Plusieurs types de tests statiques chimiques utilisés par l'industrie minière sont disponibles, nous citons le test Sobek et al. (1978) le premier qui a été développé, l'essai ABA modifié (Lawrence and Wang, 1997 ; Skousen et al., 1997 ; Jambor et al., 2003 ; Stewart, 2006 ; Bouzahzah, 2013), la méthode PNC (Potentiel de Neutralisation des Carbonates) (Day, 1997;

Lawrence and Wang, 1996; Frostad et al., 2002), la méthode PNC modifiée (Plante et al., 2012) et la méthode B.C. Research Initial (Lapakko, 1994 ; Adam et al., 1997).

Le pouvoir neutralisant (PN) consiste en une mesure de tout l'acide pouvant être consommé par un échantillon, il est exprimé en équivalents de CaCO₃/tonne de matériel. Selon Sobek et al, la détermination du PN consiste à réaliser premièrement sur des échantillons de 2 g, un test d'effervescence dit le test de Fizz (ajouter 3 à 4 gouttes d' Hcl 25% à l'échantillon) (Eq.20).

Addition d'acide en fonction du test de Fizz



En fonction de l'intensité de l'effervescente et de ce fait la réactivité des minéraux neutralisants (estimée visuellement), la concentration et le volume de l'acide chlorhydrique à ajouter à l'échantillon pour sa minéralisation est déterminée. Après avoir effectué le test de Fizz, l'échantillon est introduit dans un erlenmeyer avec 90 mL d'eau déionisée et un volume d'HCl fixé selon les classes du test de Fizz, puis chauffé à 90°C. Le temps de réaction est lié à l'épuisement des minéraux neutralisants et l'excédent du volume d'acide est titré par une solution de NaOH 0,1N jusqu'à un pH de 7.0 (±0.02) (Eq.21).



Formule pour le calcul du PN (potentiel de neutralisation) : PN (Kg CaCO₃/tonne) (Eq.22).

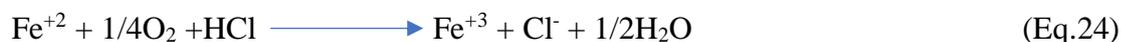
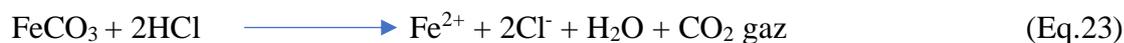
$$PN = \frac{(\text{Normalité HCl} \times \text{volume}) - (\text{Normalité NaOH} \times \text{volume})}{\text{masse de l'échantillon}} \times 50 \quad (\text{Eq.22})$$

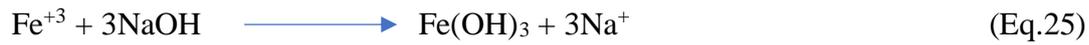
Quant au pouvoir acidogène (PA), il est calculé facilement en se basant sur le pourcentage du soufre total de l'échantillon, déterminé après une analyse chimique, en le multipliant par un coefficient stœchiométrique de 31,25.

- Réactions pendant l'essai de Sobek

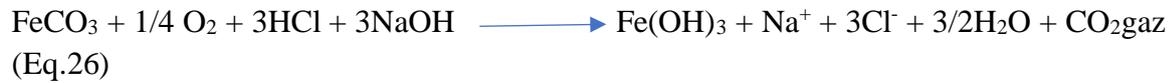
Neutralisation par la sidérite (FeCO₃)

- Plusieurs réactions qui peuvent affecter le pH durant le test PN (Eq.23-26).



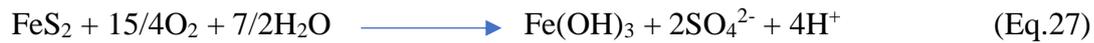


L'équation totale :



Le calcul du PA est basé sur :

-L'oxydation de la pyrite (2mol acide/1mol soufre ou $4\text{H}^+/\text{S}_2$) (Eq.27).



-La neutralisation par la calcite (1mol calcite /2mol acide)

Le PA, exprimé en équivalents kg calcite par tonne (Eq.28-29)

$$\text{PA (kg CaCO}_3/\text{t)} = 31.25 * \% \text{S}_{\text{total}} \quad (\text{Eq.28})$$

$$31.25 = \frac{1000\text{kg / t}}{100 \%} \times \frac{M_{\text{calcite}} (100\text{g/mol})}{M_{\text{soufre}} (32\text{g/mol})} \quad (\text{Eq.29})$$

- Dans les rejets miniers, le soufre est principalement sous forme de sulfure et de sulfate.
- Le $\text{S}_{\text{sulfure}}$ est déterminé par différence entre les différentes espèces de soufre possibles (Eq.30).

$$\text{S}_{\text{total}} = \text{S}_{\text{sulfure}} + \text{S}_{\text{sulfate}} \text{ donc } \text{S}_{\text{sulfure}} = \text{S}_{\text{total}} - \text{S}_{\text{sulfate}} \quad (\text{Eq.30})$$

Le test de sobek présente plusieurs **avantages**, notamment le fait qu'il est simple et rapide permettant de fournir des résultats convaincants en l'espace d'une journée, et également plusieurs **inconvénients**, comme la subjectivité du test de Fizz, la dissolution incomplète des minéraux carbonatés principalement dolomitiques et la durée très courte pour prendre en considération de l'existence du fer et de magnésium dans les minéraux acidivors.

Le **tableau 10** présente les variantes du test de Sobek et al (1978) ainsi que l'essai modifié par Lawrence et Wang (1997).

Propriété	Sobek et al., 1978 (original)	Modification de Lawrence et Wang (1997)
Granulométrie	<60 mesh	80% < 200mesh
	<250µm	80% < 741µm
Additions d'acide	20 a 80mL de HCl, concentration de 0,1 a 0,5N entièrement au départ	2 a 5mL de HCl, concentration de 1,0N, au départ et après 22h
Conditions de réaction	Chauffage ($\pm 85^{\circ}\text{C}$) jusqu'à arrêt de réaction (quelques minutes à	Température de la pièce, 24h
Point de fin de titrage	pH 7	pH 8,3
Calcul du PA	% S total x 31,25	% sulfure x 31,25

Tableau.10 Variantes du test de Sobek et al (1978) ainsi que l'essai modifié par Lawrence et Wang (1997).

6.1.2 Tests statiques minéralogiques

La prédiction du drainage minier acide s'est améliorée par l'implication de la caractérisation minéralogique détaillée de l'échantillon pour la détermination du PA et du PN, c'est une approche moins utilisée que l'approche chimique. Certains chercheurs proposent des calculs basés sur l'apport individuel de chaque minéral au PN global Kwong (1993), Lappako (1994), Li (1997), Lawrence et Scheske (1997). Le calcul du PN recommandé par Lapakko (1994) consiste dans la participation de la magnésite et de la calcite comme seuls minéraux neutralisants. La notion de réactivité des minéraux a été proposée par Kwong (1993) pour le calcul du taux de réactivité des minéraux à pH = 5.

Lawrence and Scheske (1997) et (Li, 1997), ont utilisé les réactivités des minéraux pour le calcul du PN sans la contribution des éléments chimiques oxydables dans les minéraux neutralisants (Fe et le Mn dans les carbonates). Plante et al. (2012) utilisent les coefficients stœchiométriques des cations oxydables dans les carbonates afin de proposer un nouveau calcul du PN proposé par Lawrence et Scheske (1997). Bouzahzah et al (2013) ont proposé

l'implication de la réactivité des minéraux sulfureux à savoir la chalcopryrite, sphalérite, arsénopyrite et galène afin de calculer le PA.

6.1.3 Interprétation des essais statiques

Les essais statiques sont interprétés en utilisant le bilan acide base ; c'est une comparaison entre le PN et le PA obtenus par les tests statiques. Nous distinguons deux critères de classification, le pouvoir net de neutralisation ($PNN=PN-PA$) et le NPR (rapport PN/PA).

D'après le critère du PNN, un rejet est considéré comme générateur d'acidité si son PNN est inférieur à $-20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ (Il renferme une plus faible quantité de minéraux neutralisants (carbonates) par rapport à la quantité de minéraux acidogènes (sulfures) tandis que si son PNN est supérieur à $20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$, le rejet est classé comme non générateur acide. Si le PNN est compris entre -20 et $+20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ (zone d'incertitude), le caractère générateur ou non d'acidité du rejet est difficile à définir. Le rapport PN/PA est également utilisé pour la classification des rejets (**Fig. 16**).

Il est à signaler que de nombreux facteurs influent sur l'interprétation des essais statiques :

1) Composition minéralogique des échantillons, 2) nature des sulfures présents (Pyrite, pyrrhotite, galène) et 3) Présence de carbonates de Fe et/ou Mn et de silicates neutralisants.

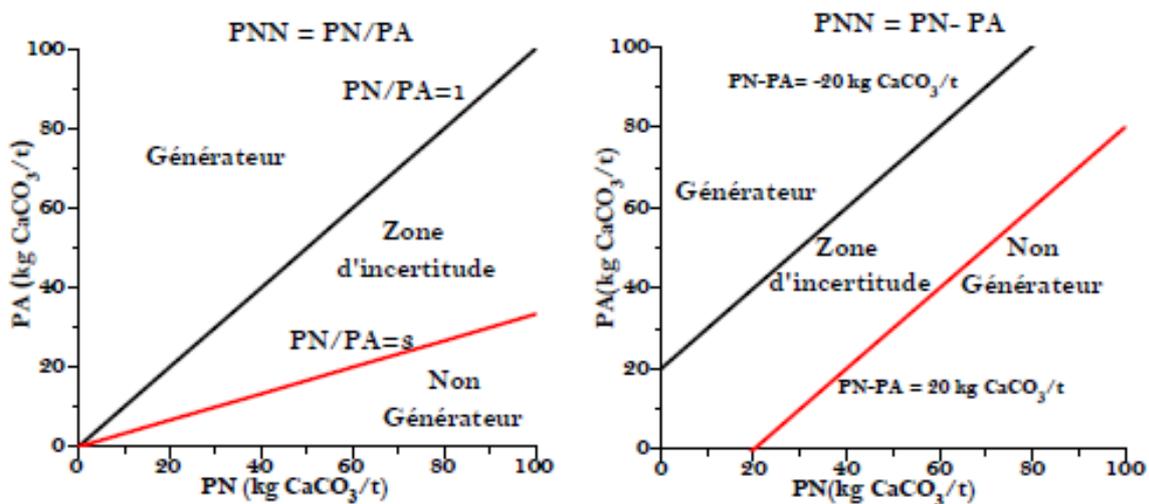


Fig. 16 Critères de classification environnementale des rejets miniers

6.1.4 Tests NAG (net acid generation)

Les tests NAG (Net-Acid Generation) sont des essais statiques qui permettent d'évaluer directement le potentiel acidogène PA et neutralisant PN en une seule étape (Plante et al., 2015). C'est une oxydation des minéraux sulfureux par l'ajout d'un oxydant fort (peroxyde d'hydrogène). L'acide formé sera ensuite neutralisé par la présence des éléments neutralisants.

Deux cas peuvent se présenter :

- a) $\text{pH} < 4.5$, l'échantillon est potentiellement générateur d'acide ;
- b) $\text{pH} > 4.5$, l'échantillon est non générateur d'acide.

Plusieurs essais NAG ont été développés : l'essai NAG statique avec un seul ajout de peroxyde, l'essai NAG séquentiel avec des ajouts successifs de peroxyde et l'essai NAG cinétique permettant d'avoir une information sur les cinétiques d'oxydation et de neutralisation (Bouzahzah et al. 2014).

6.2 Tests cinétiques

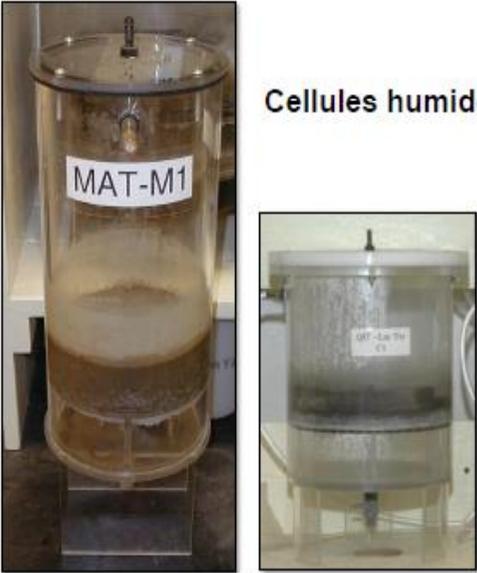
Les essais cinétiques ont pour but de déterminer avec certitude l'évolution de l'altération d'un rejet dans le temps, afin de classer sa nature génératrice de l'acidité. Ils sont recommandés pour compléter et vérifier les résultats des tests statiques ainsi que pour orienter le choix des scénarios de restauration des sites miniers (recouvrement monocouche/multicouche, couverture avec effets de barrière capillaire, amendements) (Morin & Hutt, 1997 ; Villeneuve et al., 2009). Ces essais sont plus exigeants mais aussi plus lents et plus coûteux que les tests statiques. Lors du test, l'échantillon est soumis à des cycles de lixiviation à intervalles réguliers avec analyse des lixiviats (pH, potentiel redox, conductivité, alcalinité, acidité, concentration en métaux et en principaux anions).

Les essais cinétiques de laboratoire comprennent les essais en colonne (Benzaazoua et al. 2001, 2004), les essais en cellule humide (Benzaazoua et al. 2001, 2004 ; Bouzahzah et al. 2015), les essais en mini-cellule d'altération (Bouzahzah et al. 2013) et les réacteurs de soxhlet quant aux essais de terrain comportent les cellules et les colonnes expérimentales de terrain (Aubertin et al. 1995 ; Bussière and Aubertin 1999). Le **tableau 11** présente les différents essais cinétiques.

Tableau.11 Principaux essais cinétiques

	Description	Photos
Mini cellules d'altération	<p>L'essai en mini-cellule d'altération (MCA) est développé par Cruz et al. (2001) et modifié par Villeneuve (2004). C'est un test facile à mettre en place, peu coûteux et nécessite peu d'échantillon (67g). Un volume de 50 mL d'eau déionisée est introduit dans la mini-cellule et reste en contact avec les échantillons pour une période de 3 heures. Le lixiviat est récupéré par la suite pour être analysé (pH, le Eh, la conductivité électrique et le contenu en métaux).</p> <p>Au cours de l'essai, l'échantillon est rincé deux fois par semaine (cycles mouillage-séchage). Le cycle se fait comme suit :</p> <ul style="list-style-type: none">-rincage le premier jour-2 jours à l'air libre-rincage le 3ème jour-3 jours à l'air libre <p>- Durée de l'essai variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude.</p> <p>Afin d'augmenter la réactivité de l'échantillon, Bouzahzah 2013, et Bouzahzah et al. 2013b ont suggéré une modification du procédé MCA qui consiste à garder l'échantillon humide (sous une saturation) par un jet d'eau déionisée alterné par des cycles d'air sec simulant ainsi les conditions naturelles de terrain.</p>	 <p>Mini-cellules d'altération</p>  <p>Flacons agités</p>

	Description	Photos
<p>Colonnes</p>	<p>Les essais en colonne ne sont pas normalisés, ils sont inspirés des travaux de Marchant et Lawrence (1991) dans le rapport MEND 1.16.1b de 1991).</p> <p>Ce type d'essai est généralement réalisé afin de déterminer le comportement géochimique et évaluer de ce fait le potentiel de génération DMA/DNC des échantillons lorsque les essais statiques ne le permettent pas. Ils peuvent simuler les conditions naturelles d'oxydation par les cycles séchage/mouillage et des scénarios de restauration (recouvrements, ennoiment, amendements) Demers, 2008). Bouzazah et al., 2014b.</p> <p>Les colonnes permettent également d'effectuer via des sondes/ports de prélèvement des essais de consommation d'oxygène en surface et de tracer le profil des gaz interstitiels (à différents niveau dans la colonne).</p> <p>Les échantillons sont installés sur une plaque perforée surmontée d'un géotextile, soumis à des cycles d'arrosages avec de l'eau déionisée. Les lixiviats sont ensuite récupérés à partir de la valve de collecte des eaux et analysés (selon les objectifs : pH, Eh, conductivité, acidité, alcalinité, métaux, sulfates, autres anions).</p> <p>Ci-après les caractéristiques de l'essai :</p> <ul style="list-style-type: none"> -Hauteur de la colonne : 0.7m à 2 m -Diamètre de la colonne : 14 cm - Rinçages périodiques mensuels ou bihebdomadaires, par le haut ou le bas, selon objectifs -10 à 12 rinçages avec 2L d'eau déionisée. 	<p style="text-align: center;">Colonnes</p> 

	Description	Photos
<p>Cellules humides</p>	<p>L'essai cinétique en cellules humides est normé par American Society for Testing and Materials (ASTM D5744-96) ; il permet de fournir les conditions de réaction contrôlées en offrant une vérification simple de l'humidité (Villeneuve 2004). L'essai est relativement facile à réaliser mais demande plus d'intervention que les autres tests cinétiques. Un échantillon sec de 1 kg est rincé en utilisant 500 ml (ou 1 L) d'eau déionisée pendant une durée de 3 à 4 h une fois par semaine. Une fois l'eau de rinçage récupérée, commence un cycle de 3 jours d'air sec suivi de 3 jours d'air humidifié entre 90 et 100%.</p> <p>Le test en cellule humides s'effectue selon les étapes suivantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 3 jours secs • 3 jours humides • Rinçage au 7^e jour • 20 à 40 rinçages, avec un débit d'air surveillé de 1 à 10 l/min). <p>Les eaux récupérées lors de l'essai sont caractérisés pour leurs paramètres électrochimiques (pH, Eh, conductivité et l'acidité/alcalinité) ainsi que la concentration en métaux, sulfates et les ions dissous.</p> <p>Bouzahzah et al (2010) ont proposé d'ajouter de l'eau déionisée lors du cycle d'air sec (saturation optimale de 40 à 60%) afin d'éviter le dessèchement ou la sursaturation de l'échantillon et d'assurer en effet une réactivité maximale.</p>	<p style="text-align: right;">Cellules humides</p> 

	Description	Photos
<p>Cellules de terrain</p>	<p>Les parcelles de terrain sont des essais cinétiques à grande échelle installées in situ, elles permettent d'évaluer le comportement géochimique des rejets miniers. Ces essais sont coûteux et difficiles à mettre en œuvre car ils nécessitent des équipements lourds (Bussière et al., 2007 ; Pépin, 2009 ; Plante, 2010). Les cellules sont généralement soumises à des cycles de mouillage-séchage qui dépendent des conditions météorologiques (température, gel-dégel, évaporation sous l'effet du rayonnement, etc.). Les lixiviats sont collectés après les périodes de pluie.</p> <p>Nous citons quelques caractéristiques des cellules expérimentales de terrain :</p> <ul style="list-style-type: none"> -La taille de ces parcelles est généralement de l'ordre de quelques dizaines de mètres carrés (10 à 30 m²). -Le poids de l'échantillon est de quelques dizaines à quelques centaines de kg. -La durée de l'essai est liée aux objectifs de l'étude. 	

6.3 Essais de lixiviation

Les essais de lixiviation consistent à évaluer le caractère lixiviable de l'échantillon dans les conditions de terrain, c'est une technique d'extraction sur une période de quelques heures à quelques jours des éléments solubles d'une matrice solide. Ils sont généralement classés en quatre catégories : 1) MA.100-Lix.com (CEAEQ, 2010), incluant CTEU-9, (Centre technologique des eaux usées – méthode 9) 2) TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) (EPA 1311), 3) SPLP Synthetic precipitation Leaching Procedure (EPA 1312) et 4) MWMP (États-Unis).

L'essai s'effectue en faisant réagir pendant une durée déterminée sous agitation, l'échantillon avec une quantité définie de la solution d'extraction. Les essais diffèrent entre eux par le rapport liquide/solide, par la composition et le volume de la solution utilisé et par le temps de contact (Kim 2003).

Test TCLP

Les essais TCLP sont utilisés afin d'évaluer la mobilité des espèces inorganiques et donc caractériser le comportement des déchets au cours du temps. C'est un essai normalisé où les résultats obtenus sont comparés à des valeurs limites de référence. La solution lixiviante est composée d'un mélange de soude et d'acide acétique ajusté avec de l'eau distillée.

Test SPLP

Dans le cas du SPLP, l'essai vise à simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312) afin de déterminer la concentration des composés inorganiques capable de lixivier par les pluies acides (lixiviation vers les eaux de surfaces ou souterraines). Il permet d'étudier la possibilité de valorisation des résidus industriels non dangereux. Le mélange acide nitrique-acide sulfurique constitue la solution de lixiviation.

Test CTEU-9

L'essai (CTEU-9) a pour objectif de déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviées en contact avec l'eau. Cette méthode a été proposée pour gérer la disposition et l'utilisation des rejets solidifiés. Il faut noter que seuls les essais TCLP et SPLP sont les plus utilisés dans la littérature.

Chapitre 02 : Matériels et méthodes

1. Description des sites d'étude

Cette partie est une synthèse géographique et géologique des districts miniers de Sidi Kamber, de Kherzet Youcef et de Djebel Onk.

1.1 Présentation du district minier de Sidi Kamber

1.1.1 Localisation et contexte général

Le district minier de Sidi-Kamber est situé au sud du massif de Collo, à environ 36 km à l'ouest de la ville de Skikda (**Fig.17**). Ce site minier appartient au sous-bassin versant de l'Oued Essouk (12.49 km²), qui alimente le barrage de Guénitra. Ce barrage avec une superficie de 900 ha, une capacité brute de 125 millions de m³, et une capacité utile de 115.5 millions de m³ est utilisé généralement pour l'irrigation et l'alimentation en eau potable de la région de Skikda et ses zones environnantes (Chaguer, 2013 ; Khelfaoui et al., 2020). Cette région est caractérisée par un climat méditerranéen (hiver humide et frais et un été sec et aride) avec des précipitations annuelles moyennes de l'ordre de 742.35mm, des températures annuelles moyennes de 19°C et une humidité mensuelle moyenne d'environ 68.8% (Charchar et al., 2020). Le couvert végétal est caractérisé par des plantes herbacées annuelles ou pérennes appartenant aux familles des Astéracées et des Poacées.

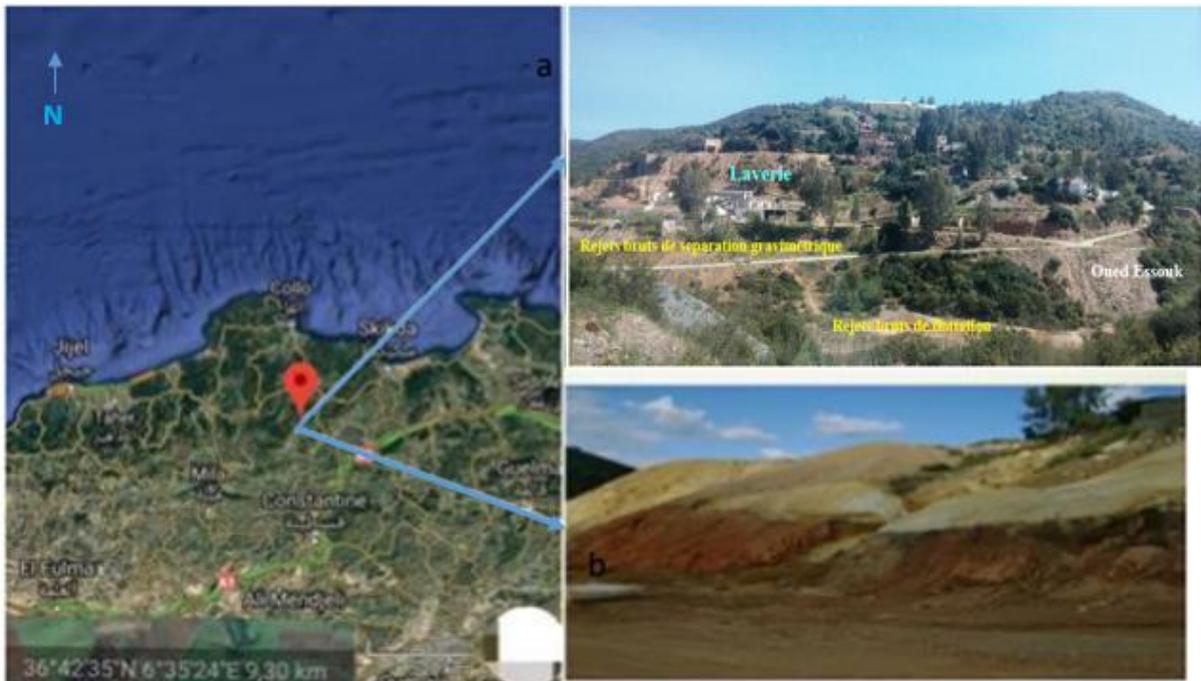


Fig. 17 Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber (a : Vue d'ensemble de la mine ; b : Rejets miniers)

1.1.2 Aspect géologique et minéralisation

Le gisement de Sidi-Kamber est constitué de huit filons de quartz minéralisé, de direction subméridienne, principalement encaissés dans des gneiss et granulites appartenant au socle kabyle métamorphique (**Fig.18**) (Aubouin et al., 2018 ; Issaad et al., 2019). Le socle kabyle est composé de deux unités. La partie supérieure comporte des schistes satinés, des quartzites et des roches felsiques, tandis que la partie inférieure est constituée de paragneiss, orthogneiss et des métapélites (Mahdjoub et al., 1997 ; Issaad et al., 2019).

La minéralisation comprend des minéraux sulfurés (pyrite, pyrrhotite, marcassite, sphalérite et galène) associés à une gangue (magnétite, hématite, barytine et aluminosilicates) (Bolfa, 1948; Issaad et al., 2019; Khelfaoui et al., 2020). Le zinc et le plomb étaient les matières premières métalliques non ferreuses extraites et traitées à la mine de Sidi-Kamber jusqu'en 1976.

Durant cette période, le concentré de zinc a été obtenu par flottation de sphalérite titrée à 60%, alors que celui de plomb, obtenu par séparation gravimétrique était titré à 83% (ORGM, 1971). Ensuite, le site a été converti en mine de barytine à ciel ouvert jusqu'à sa fermeture en 1984 (Boukhalfa et Chaguer, 2012 ; Boutaleb et al. , 2017).

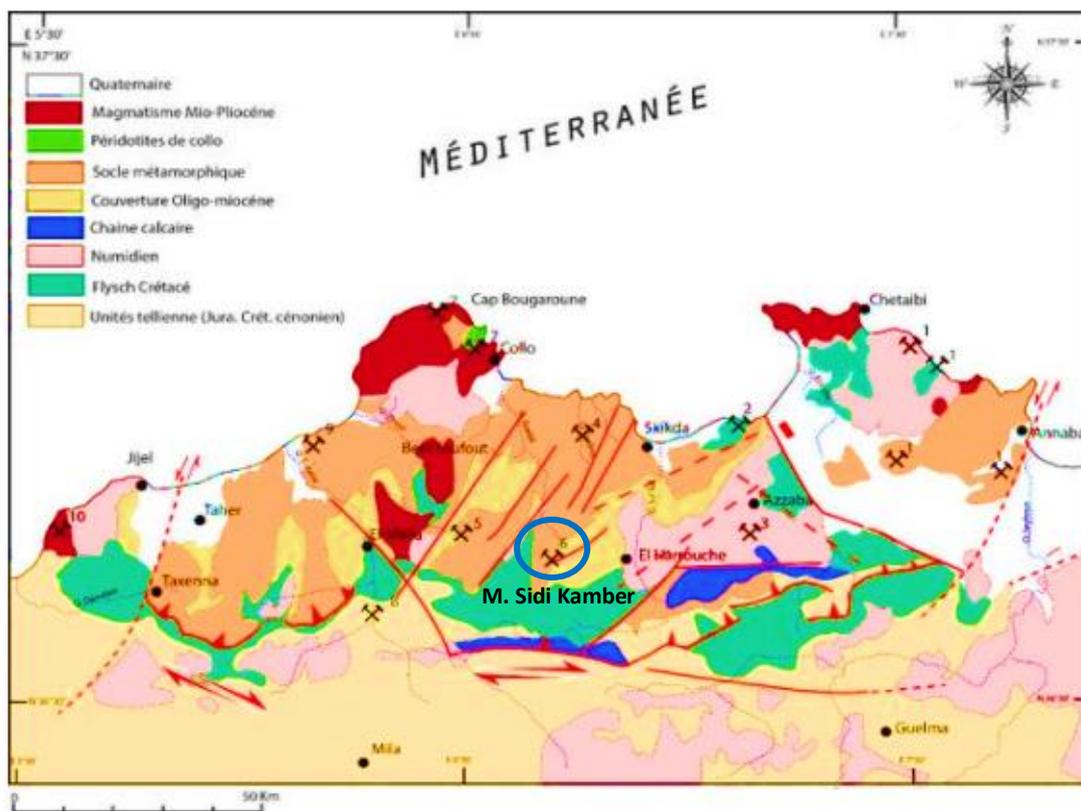


Fig. 18 Localisation de la mine de Sidi Kamber sur la carte géologique de la kabylie de Collo (Bouillin et Korn Probst, 1974).

La mine abandonnée de Sidi-Kamber représente une source où la contamination des eaux de surface et des eaux souterraines par le DMA est importante (Boukhalfa, 2007 ; Boukhalfa et Chaguer, 2012 ; Issaad et al., 2019 ; Khelifaoui et al., 2020). Aussi, l'arrêt du pompage de l'eau de mine en 1984 a provoqué l'inondation de la mine. En conséquence, les minéraux secondaires produits par l'oxydation des minéraux sulfurés dissous au cours de plusieurs saisons climatiques provoquent de nombreux effets néfastes sur les milieux environnants.

1.2 Présentation du district minier de Kherzet Youcef

1.2.1 Localisation et contexte général

Le site de Kherzet Youcef est situé à l'est d'Alger, dans la daïra de Ain Azel (W. Sétif), à 5 km au Nord-Ouest de la ville d'Ain Azel et à 12 km de la mine de Chaabet El Hamra (Fig.19). Il comprend une laverie (usine de flottation) et une digue de stockage des résidus de traitement de 07ha (ENOF, 2018). Cette digue est alimentée depuis 1979, par les rejets de concentration du minerai de Kherzet Youcef et depuis 1994, par les résidus de traitement du minerai de Chaabet El Hamra (Merchichi, 2013).

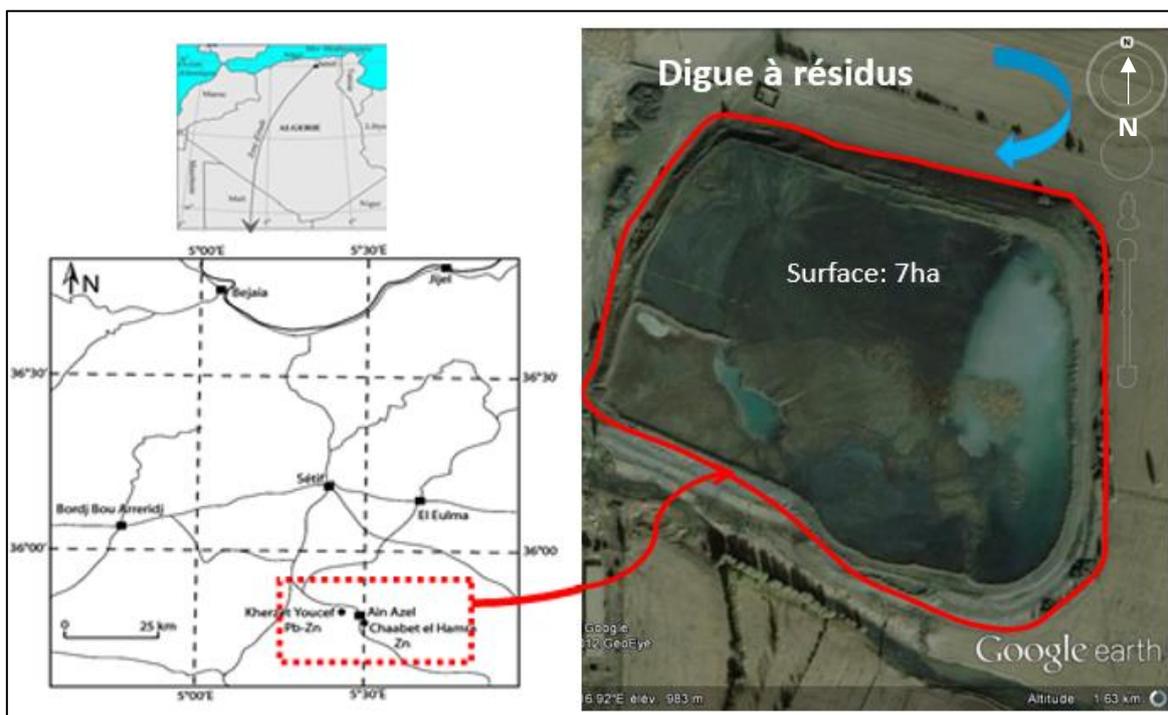


Fig. 19 Localisation géographique de la mine de Kherzet Youcef

Le climat de la région est semi-aride, caractérisé par une période sèche (Mai à Octobre) et une période pluvieuse (Novembre à Avril). Le total des précipitations annuelles est de 298 mm et les températures annuelles moyennes sont de l'ordre de 15.1 °C (Boudoukha et Athamena, 2012).

Du point de vue hydrologique, le réseau hydrographique du bassin versant d'Ain Azel est caractérisé par une série de cours d'eau intermittents dont la plupart se perdent dans les formations quaternaires représentées par les chotts et les sebkhas (Bousdira, 2009). Les principaux oueds d'Ain Azel sont : 1) L'oued Anfif qui contourne la ville au Nord, 2) L'oued Semmar, qui traverse le centre-ville, 3) L'Oued Boubilat passe par le territoire communal dans le sens Ouest-Est et 4) Oued Hamma et Oued Ennza qui traversent le site minier de Kherzet Youcef.

L'étude hydrogéologique menée par l'ORGM a confirmé l'existence de trois principales nappes phréatiques. Une première nappe se situe dans la partie Nord-Ouest du gisement dans des dépôts d'âge Barrémien caractérisés par une alternance de couches d'argiles et marnes et de couches perméables dolomie-gréseuses. Le second aquifère se localise à l'Est et est contenu dans les formations détritiques d'âge Néogène. Un troisième aquifère est localisé dans une formation d'âge Albien-Aptien représentée par de calcaires karstiques. La faille de Kherzet Youcef sépare cette nappe de l'aquifère barrémien (Aitouchak, 2006 ; Bellouche, 2016 ; Issaad, 2020).

1.2.2 Aspect géologique et minéralisation

Sur le plan régional, la région est une partie intégrante d'un vaste domaine appelé « District métallifère du Hodna » qui se situe dans le nord-est de l'Algérie et se positionne à la jonction du Tell Sétifien (Hauts plateaux Sétifiens) et de l'Atlas saharien (Fig. 20). Le site d'étude de Kherzet Youcef appartient au flanc nord-est de l'anticlinal du chaînon de Hadjar Labiod composé principalement de série carbonatée d'âge Crétacé (Boutaleb, 2001).

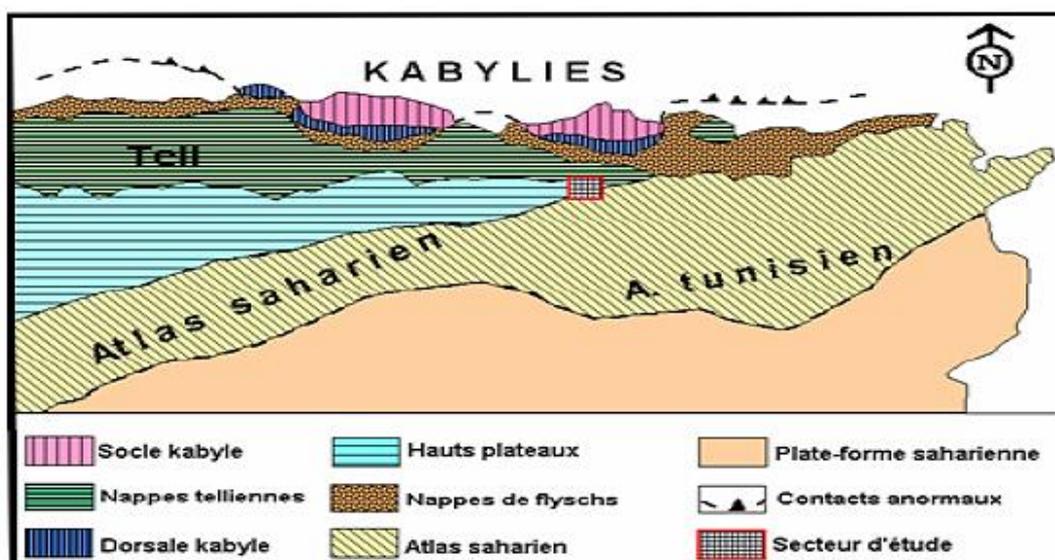


Fig.20 Situation de la zone d'étude dans le dispositif structural de la chaîne alpine d'Algérie nord-orientale. (Wildi, 1983)

La géologie de la mine Kherzet Youcef est représentée par une série dolomitique de plate-forme instable et subsidente. Cette série est composée de bancs de dolomies et de courts intervalles de marnes, de dolomies marneuses et de laminites. Les dolomies sont des micrites très riches en matières organiques et en marcasite d'origine sédimentaire. C'est un gisement stratiforme à structure monoclinale.

A l'est, le gisement est traversé par une grande faille normale « faille de Kherzet Youcef » de direction N-S à pendage 65 à 85° Est (**Fig. 21**). Le flanc Est de cette faille qui s'enfonce à une très grande profondeur (700 m) est recouvert par des formations terrigènes du Tertiaire et Quaternaire (Boutaleb, 2001). La tectonique est essentiellement cassante avec des fissures, diaclases et failles.

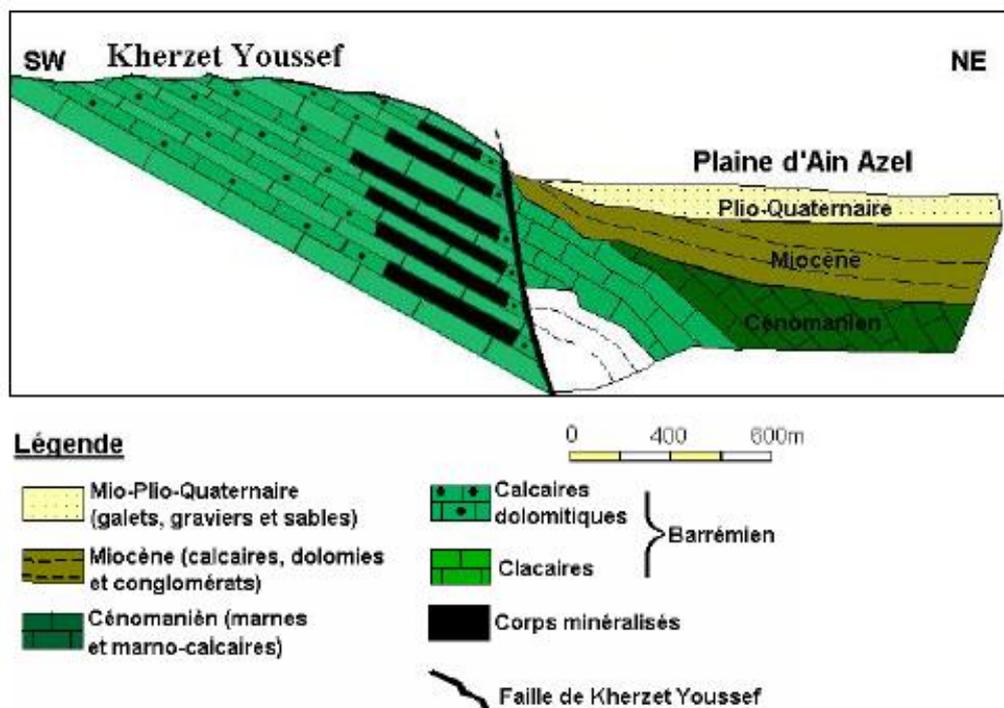


Fig.21 Coupe géologique schématique de la région de Kherzet Youssef. (Glaçon, 1967)

La minéralisation comprend des minéraux sulfurés, essentiellement la sphalérite et la galène avec un moindre pourcentage de pyrite, marcasite ; et des minéraux de gangue principalement carbonatés (dolomite, calcite) (Boutaleb 2001; Issaad et al., 2020).

La teneur minimale en sphalérite est de l'ordre de 10-15%, elle atteint souvent les 40-60% dans la mine de Kherzet Youcef et 67.1% dans la mine de Chaabet El Hamra. La galène est présente avec une teneur de 10-15% pouvant parfois atteindre 25-30% (Attoucheik, 2006).

1.2.3 Traitement du minerai

Le minerai extrait de la mine de Chaabet El Hamra est traité au niveau de la laverie du complexe de Kherze,t Youcef ; cette usine d'enrichissement est composée de deux parties : Une partie pour la préparation mécanique et une autre pour la flottation du Zn.

Après la préparation mécanique (concassage, criblage, broyage et classification), le débordement du classificateur alimente une batterie de cellules de flottation suivant un circuit de trois étapes :

- Flottation principale ou dégrossissage de zinc ;
- Flottation de contrôle ou épuisage du zinc ;
- Flottation de relavage du concentré de zinc.

Les concentrés du zinc sont décantés dans un épaisseur avant de passer à travers des filtres rotatifs à vide pour être stockés sous forme de produit marchand à l'air libre et les produits non flottés sont dirigés vers la digue à résidus. Le concentré est titré à 53% en Zn avec un taux de récupération du métal de l'ordre de 85%.

1.3 Présentation du district minier de phosphate de Djebel Onk

1.3.1 Localisation et contexte général

La région de Djebel Onk est située au sud-est de l'Algérie, à 100 km au Sud de la ville de Tébessa et à 20 km de la frontière Algéro-Tunisienne, sur la route qui relie Tébessa à El Oued (**Fig.22**). Cette région constitue la limite géographique naturelle entre les hauts plateaux constantinois et le domaine saharien. Le massif de Djebel se présente sous forme d'un massif calcaireux de 20 km de longueur qui culmine à 1198 m d'altitude au Djebel Tarfaya (Kechiched, 2017 ; Nettour, 2018). Le climat est continental avec un été sec et chaud et un hiver froid. La température atteint au maximum 45-46° C et même plus aux mois de Juillet et Août ; il neige rarement et la pluviométrie annuelle est peu importante (200 mm maximum).

Le réseau hydrographique est assez développé, il se caractérise par des Oueds fortement entaillés et profonds, secs à longueur d'année et ne coulent que rarement.

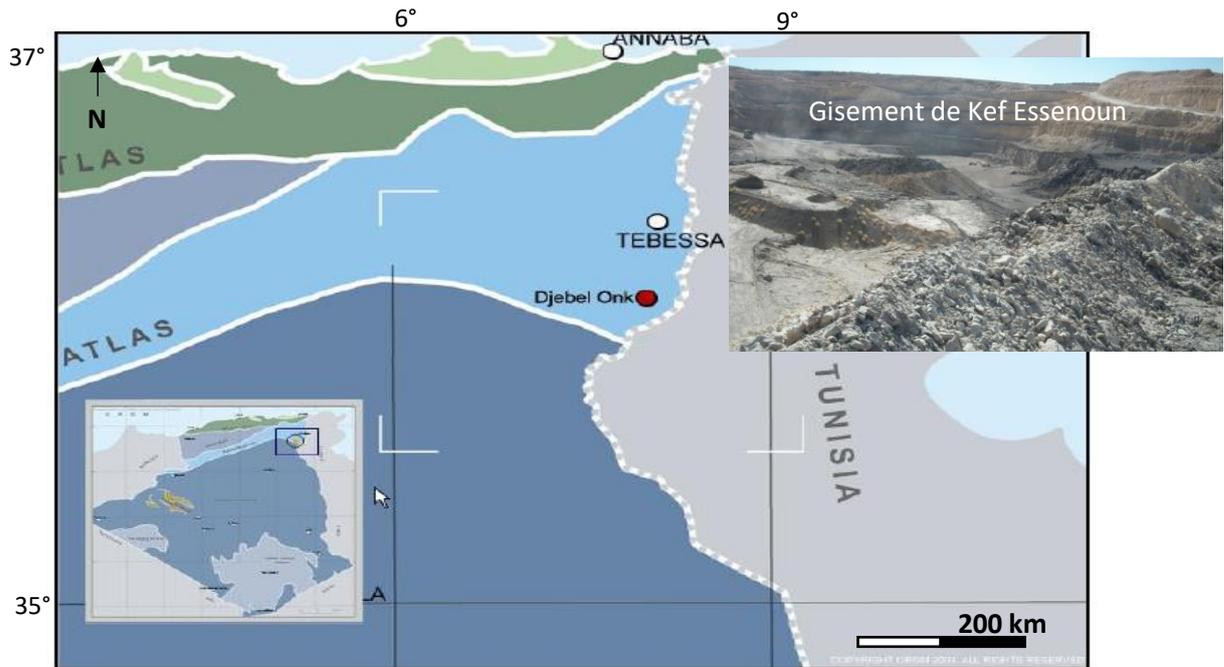


Fig.22 Localisation géographique de la mine de Djebel Onk

1.3.2 Aspect géologique et minéralisation

Les phosphates stratiformes liés aux dépôts marins, sont développés sur le territoire Nord-est algérien, d'âge Tertiaire inférieur (passage Paléocène à l'Eocène inférieur). Ils sont subdivisés en deux zones : la première au Nord, à Sétif et Bordj Bou Arreridj (Ras El Oued, Bordj Ghedir) et la deuxième se concentre à l'Est, principalement à Tébessa où se trouvent les gisements en cours d'exploitation, notamment Dj. Onk (Djemidjema, Kef Es Sennoun et Bled El Hedba).

Le massif de Djebel Onk est un anticlinal asymétrique, plongeant de 10° à 15° vers le sud, il est caractérisé par une altitude de 810 m au nord-est et de 710 m au sud-ouest (Bezzi et al., 2012). Les lithologies sont composées d'une succession de couches sédimentaires d'environ 500 m d'épaisseur qui se sont déposées durant le Crétacé supérieur (Maestrichtien) à l'Éocène moyen (Lutétien) (Kechiched et al., 2018 ; 2020). La couche de phosphate du Thanétien atteint une épaisseur allant jusqu'à 35 m et est divisée en 3 sous-couches (Ould Hamou, 1990 ; Kechiched et al., 2018) (**Fig. 23**).

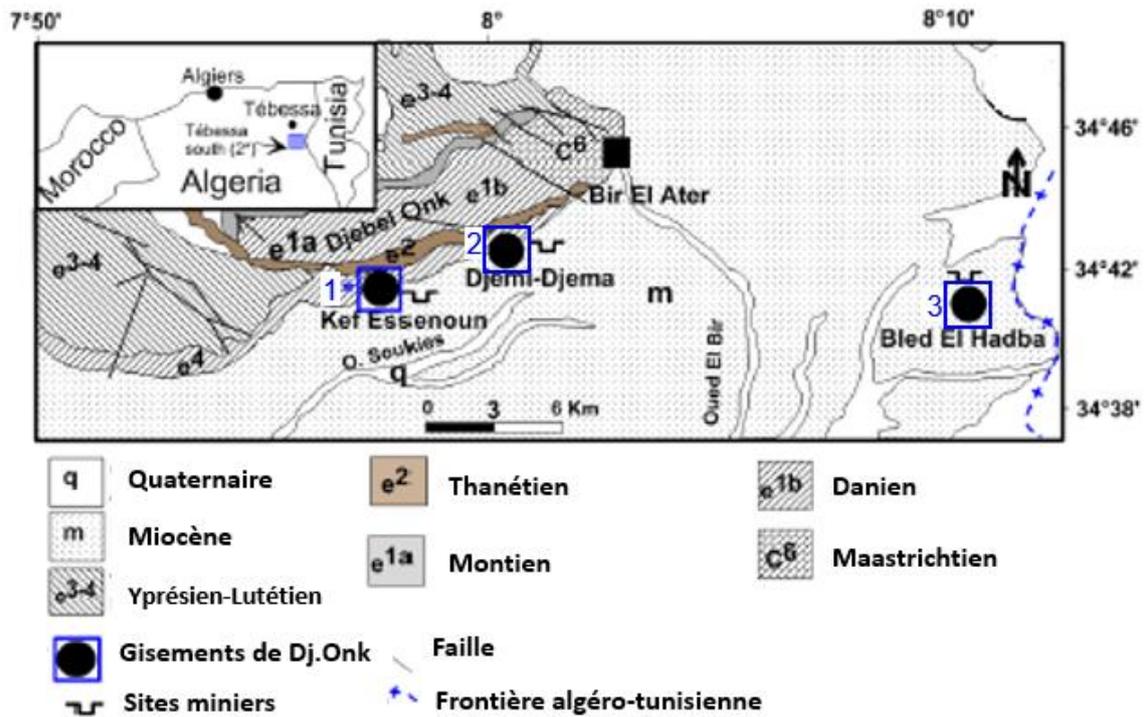


Fig. 23 Carte géologique simplifiée de Djebel Onk (Tébessa sud) (modifiée par Kechiched et al., 2018 d'après Kassatkine et al., 1980)

Lithologiquement, le gisement de Kef Essennoun (le plus intéressant du point de vue qualité du minerai) est constitué de bas en haut, par la série calcaire-dolomitique à silex de l'Yprésien, surmonté par les calcaires marneux du Lutétien, puis par les sables du Miocène, et les alluvions du Quaternaire. La majeure partie du gisement est constituée par une couche unique de phosphate sombre, gris-noir, sans intercalation carbonatée stérile. Vers le Nord-Est du gisement, à partir d'une couche de phosphate claire brun-beige oxydé sou jacente à la couche de phosphate noir, la proportion des deux types de minerai est de 75% pour la première et de 25% pour la deuxième.

Les teneurs moyennes en P_2O_5 varient entre 25% et 27.9%, la teneur en MgO est environ 3% (Bezzi et al., 2012), et la teneur en CaO est comprise entre 45.2% et 49.5%. La série phosphate a une teneur allant de 53.8% et 65.4% (TCP) (Lassis et al., 2015).

Les minerais de Djebel Onk sont des phosphates en grains, sableux (pseudo-oolithes et pellets), souvent à support organique principalement siliceux (diatomées et radiolaires).

Le minerai de phosphate est constitué d'une matière phosphatée, d'une exogangue et endogangue. La matière phosphatée est composée d'une fluorapatite carbonatée et d'un sulfocarbonate fluoré alcalino-terreux parfois hydraté $[(S,C,O_4)_6 (K, Na, Ca, Mg)F_2 nH_2O]$, l'endogangue est sous formes d'opale, quartz, illite, et l'exogangue est constituée de carbonates (prédominance de dolomie) et de silicates.

2. Prélèvement et Préparation des échantillons

La section suivante a pour objectif de présenter le plan méthodologique et expérimental de l'étude dont l'organigramme est présenté dans la **figure 24**.

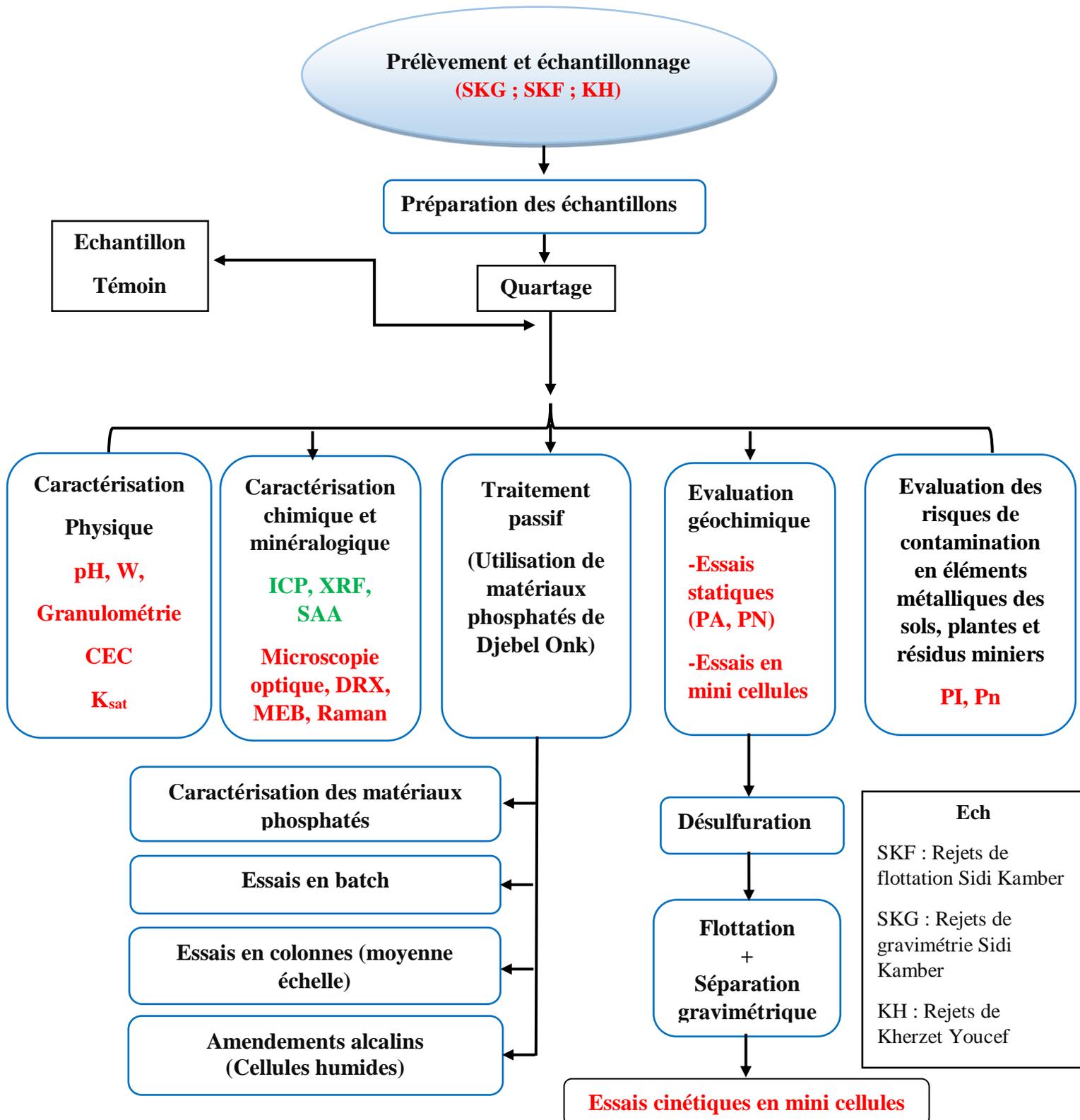
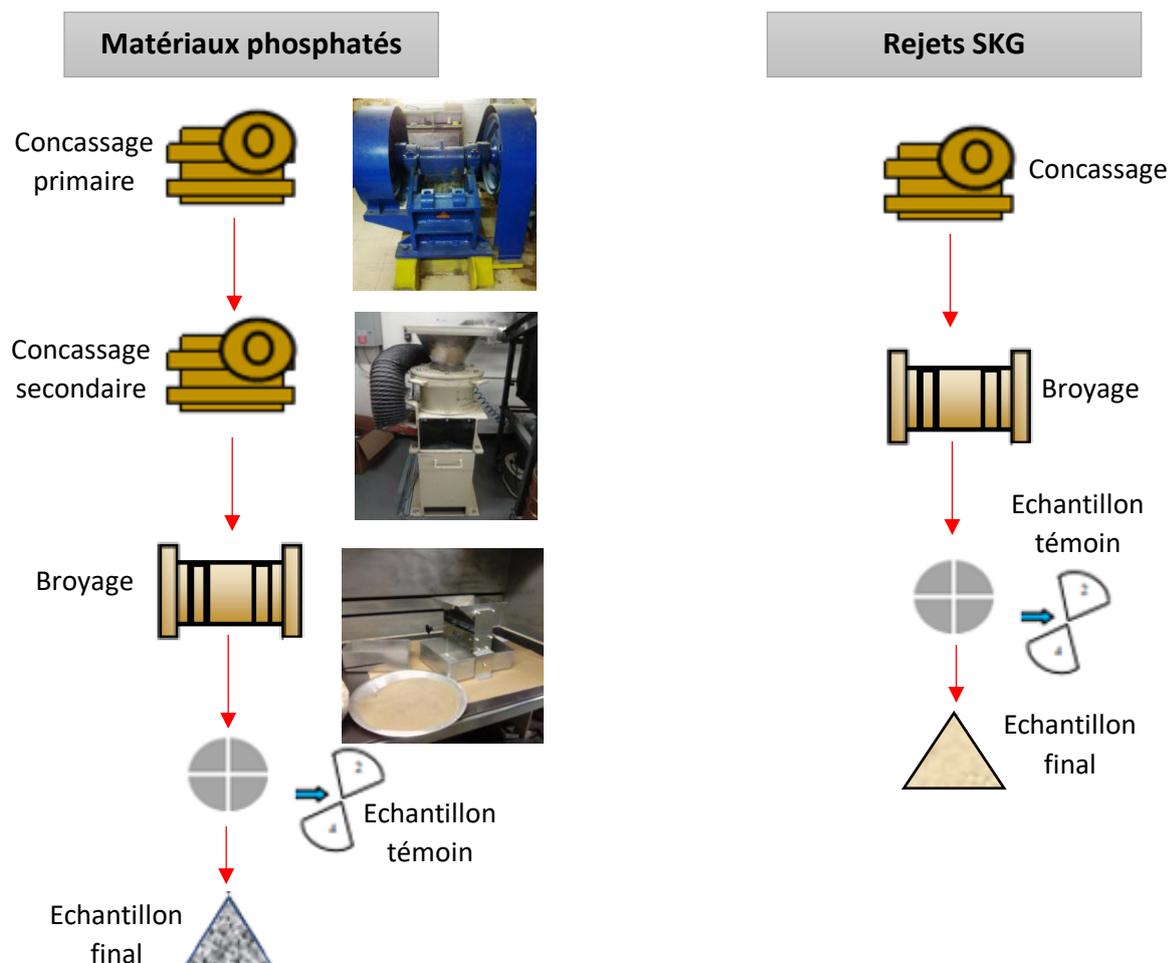


Fig. 24 Plan de travail suivi pour la partie expérimentale

Après avoir subi une première fragmentation jusqu'à moins de 30 mm en utilisant un concasseur à mâchoire de type laboratoire, les matériaux phosphatés destinés au traitement passif, provenant du site de Djebel Onk, ont été homogénéisés puis divisés à l'aide d'un diviseur à rifles. Une partie a subi ensuite une deuxième fragmentation jusqu'à moins de 20 mm en utilisant un concasseur giratoire du laboratoire, puis homogénéisés et enfin broyés avec un broyeur à boulets (Fig. 25). Le produit issu du broyage est d'une granulométrie inférieure à 1 mm. Il est à son tour homogénéisé puis divisé en sous-échantillons. Une part est conservée comme échantillon témoin et les autres parts réservées pour les analyses et essais.

Les échantillons KH (rejets de Kherzet Youcef) et SKF (rejets de flottation de Sidi Kamber) ont été broyés pour les besoins des essais de caractérisation et de flottation.

Quant aux échantillons de SKG (rejets de gravimétrie de Sidi Kamber), ils ont subi une fragmentation en utilisant un concasseur giratoire, suivi d'un broyage à 1 mm.



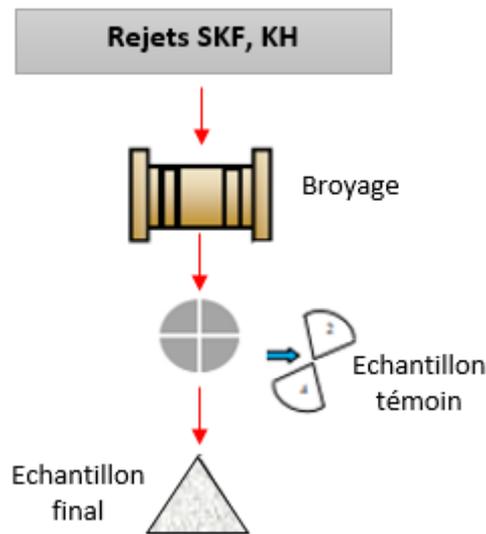


Fig. 25 Préparation des échantillons

3. Caractérisation des matériaux

3.1 Caractérisation physique

3.1.1 Analyse granulométrique

Granulométrie par tamisage

L'analyse granulométrique permet de déterminer la répartition des différentes tailles des grains du matériau en fonction de leurs caractéristiques (volume, masse, etc.). La taille des particules a une influence sur de nombreuses caractéristiques de l'échantillon (surface spécifique, perméabilité...) et donc sur le comportement des polluants par les phénomènes d'infiltration et de rétention des éléments traces métalliques.

Il existe plusieurs méthodes d'analyse granulométrique selon la nature et la classe granulométrique qu'on souhaite avoir. Elle est effectuée par tamisage pour les particules grossières et par granulométrie laser pour les particules fines ou ultrafines.

L'analyse granulométrique par tamisage a été réalisée sur un échantillon sec représentatif du matériau au moyen d'une série de tamis à mailles carrées dont les ouvertures sont normalisées (tamis de la série ISO R-20). Les tamis sont désignés suivant leurs mailles et sont choisis de sorte que la maille de chaque tamis doit correspondre à la maille du précédent multipliée par $\sqrt{2}$. La taille des ouvertures des différents tamis varie entre 0.08 et 10 mm.

Le matériau étudié est versé en haut de la colonne de tamis et celle-ci entre en vibration à l'aide de la tamiseuse électrique. Le temps de tamisage varie avec le type de machine utilisé mais dépend également de la charge de matériau présente sur le tamis et son ouverture ($t=$

3min/tamis). La masse du matériau recueillie sur chacun des tamis est mesurée et présentée sous forme d'un tableau et d'un graphique des pourcentages cumulés passant en fonction du log de la taille de la maille des tamis. La courbe granulométrique nous permet de calculer différents coefficients, parmi ces derniers :

- **Coefficient d'uniformité :**

Il représente le rapport des dimensions des mailles de tamis pour lesquels il y'a respectivement 10% et 60% de passant (Eq.31):

$$C_u = D_{60} / D_{10}. \quad (\text{Eq.31})$$

- **Coefficient de courbure :**

C'est le rapport des dimensions des mailles de tamis défini par (Eq.32) :

$$C_c = D_{30}^2 / D_{10} \times D_{60}. \quad (\text{Eq.32})$$

Granulométrie à l'aide d'un granulomètre laser

Un granulomètre laser (Malvern Mastersizer S) du laboratoire IRME (UQAT - Canada) (**Fig.26**), a été utilisé pour déterminer la distribution granulométrique des particules fines. Ce dernier utilise la diffraction laser pour mesurer la distribution granulométrique des particules de 0.06 à 879 μm . C'est la mesure de la variation angulaire de l'intensité de la lumière diffusée lorsque le faisceau laser traverse la suspension aqueuse contenant les échantillons.

Les particules présentes diffusent la lumière dont l'intensité est caractéristique de leurs tailles. Les grosses particules diffusent la lumière à de petits angles, alors que les petites à des angles plus grands.

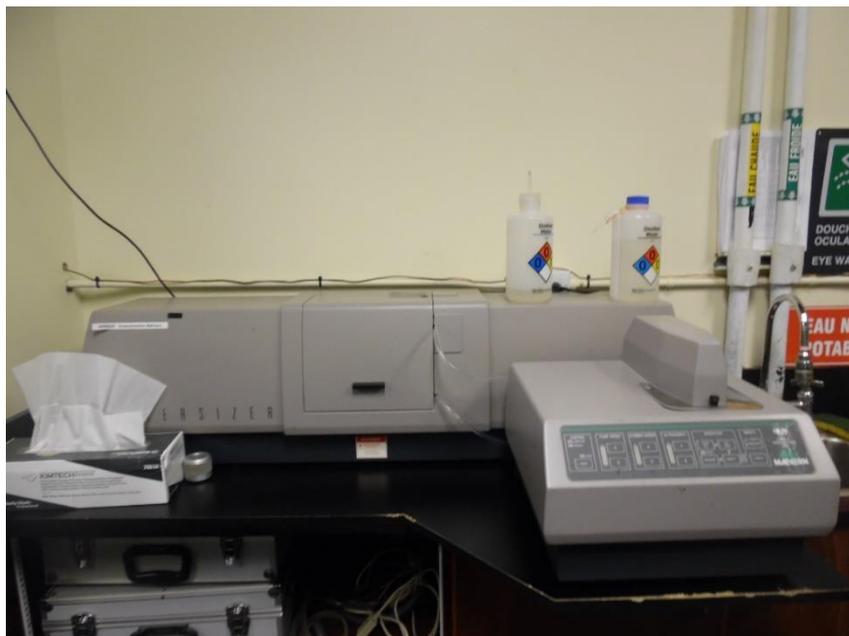


Fig.26 Granulomètre laser de type Mastersizer de Malvern

3.1.2 Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange cationique CEC dépend des quantités de minéraux argileux et de matière organique (Chapman, 1965). Elle permet de déterminer la concentration maximale de cations qu'un matériau peut adsorber pour 100 g de matière sèche. La CEC a été évaluée selon la méthode proposée par Pelloux et al. (1971). Cette méthode implique la saturation de tous les sites d'échange de la matrice avec des ions sodium suivie d'une désorption avec une solution d'acétate d'ammonium. La concentration en sodium a été analysée en utilisant un chromatographe ionique compact Metrohm 881 IC Proions.

La CEC a été calculée sur la base de l'équation suivante :

$$CEC = \frac{a}{10} \times \frac{1}{23} \times \frac{100}{b} \text{ meq/100 g d'échantillon sec} \quad (\text{Eq.33})$$

où a est la concentration de sodium (mg/L) et b est la masse du résidu sec (g).

3.1.3 Conductivité hydraulique saturée

La conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) (aussi appelée coefficient de perméabilité) exprime la vitesse d'écoulement de l'eau à travers un milieu poreux saturé. L'essai de perméabilité à charge constante a été réalisé conformément à la norme ASTM D2434-68 sur un échantillon de matériau neutralisant placé dans un perméamètre à paroi rigide muni de manomètres (**Fig. 27**). Le perméamètre est par la suite soumis à des conditions d'écoulement laminaire sans variation du gradient hydraulique.

Le coefficient de perméabilité est calculé en utilisant l'équation (Eq.34).

$$k_{sat} = \frac{V \times L}{\Delta h \times A \times t} \quad (\text{Eq.34})$$

où k_{sat} est la conductivité hydraulique saturée (cm.s^{-1}), A est la surface de l'échantillon (cm^2), V est le volume d'eau (cm^3), L est le chemin d'infiltration (cm), t est la durée de collecte d'eau (s) et Δh est la différence des charges totales.

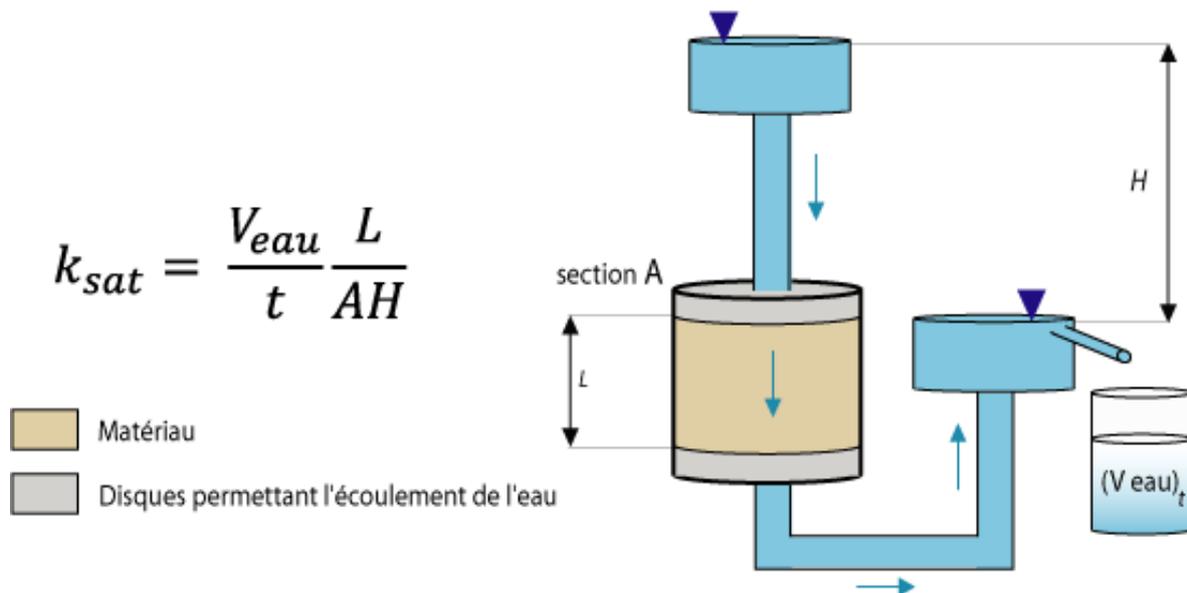


Fig. 27 Schéma montrant le principe d'un perméamètre à charge constante

3.2 Caractérisation minéralogique

Les sections qui suivent ont pour but de décrire les étapes suivies pour la caractérisation minéralogique des rejets miniers ainsi que les matériaux phosphatés. Elle présente la phase de préparation des sections polies, des lames minces et les analyses minéralogiques MO, DRX, MEB et spectroscopie Raman.

3.2.1 Préparation des sections polies

La préparation des sections polies telle qu'elle est pratiquée dans le laboratoire de l'IRME de l'UQAT au Québec, se fait en trois étapes successives (**Fig. 28**):

- 1) Mélange de 0.4 g de carbone noir et 15 ml résine pendant 3h, le durcisseur est ensuite ajouté au liquide visqueux
- 1) Enrobage de l'échantillon par la résine afin d'obtenir une géométrie adaptée et protéger l'échantillon.
- 2) Prépolissage/rodage sur six disques pour éliminer les dommages en surface, d'obtenir une surface plane
- 3) Polissage permettant de révéler la structure véritable et d'obtenir une surface réfléchissante.

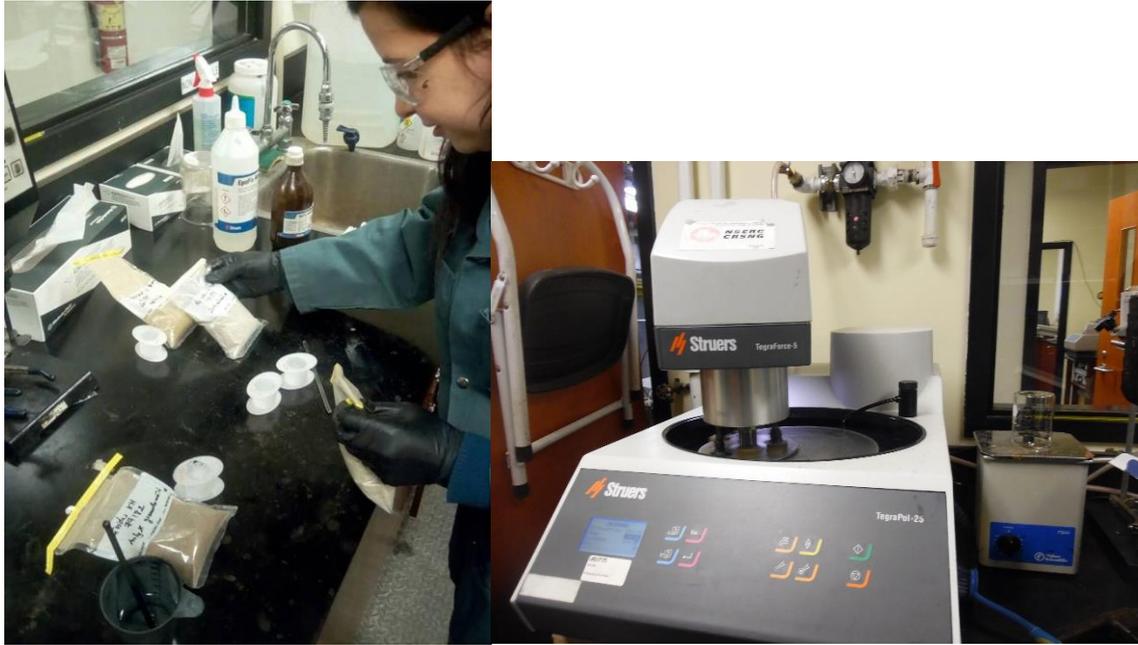


Fig.28 Préparation des sections polies

3.2.2 Confection de lames minces

Elle consiste à réduire une tranche de roche à une épaisseur de 30 microns. Toute une suite d'opérations longues et délicates est nécessaire pour arriver à cette fin. La préparation des lames minces a été réalisée au laboratoire de géologie LGL-TPE de l'ENS de Lyon, elle se réalise en quatre étapes successives : 1) Tronçonnage et polissage du sucre jusqu'à l'obtention d'une planéité parfaite, 2) Collage de l'échantillon sur la lame de verre à l'aide du système d'imprégnation sous vide, 3) Rodage/Prépolissage des lames minces pour obtenir une épaisseur de 80 μm , 4) Polissage ou rodage de la lame mince pour obtenir une épaisseur finale lame + résine de 30 μm (**Fig. 29**).



Fig.29 Préparation des lames minces

3.2.3 Analyse par DRX (Diffraction aux rayons X)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse minéralogique, utilisée pour l'identification des minéraux et leur estimation semi-quantitative dans un échantillon. Pour les fins de l'analyse DRX, l'échantillon doit être séché puis finement broyé à l'aide d'un pulvérisateur McCrone Micronizing Mill (D_{80} est de l'ordre de 63 μm) et homogénéisé avant de l'analyser avec un diffractomètre. Les résultats obtenus se présentent sous forme de diffractogrammes, représentant une courbe d'intensité I (pics) en fonction de l'angle 2θ , la superposition de ces diffractogrammes représente chacune des phases minérales présentes dans l'échantillon.

La minéralogie des échantillons a été déterminée au laboratoire DRX de l'IRME (UQAT-Canada) en utilisant un diffractomètre Bruker AXS Advance D8, en mode $\theta/2\theta$ pour les angles de diffraction entre 5° à 70° . Les logiciels Eva et TOPAS sont utilisés pour l'identification et la quantification des phases minérales. La proportion de minéraux a été estimée par la méthode Rietveld (précision relative de 0.5%).

3.2.4 Microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la microanalyse permet de visualiser les textures de la surface des grains libres à fort grossissement, en plus de déterminer la composition chimique et minéralogique des échantillons recueillis avec une limite de détection des éléments d'environ 1000 à 5000 ppm (0.1 à 0.5% à l'échelle du grain observé).

L'émission d'électrons rétrodiffusés, d'électrons secondaires et d'électrons Auger sont les différentes interactions entre le matériau et le faisceau d'électrons. Il peut aussi se produire de la cathodoluminescence et l'émission de rayons X qui sont des rayonnements dépendants de la matière analysée (Skoog et Leary, 1992 ; Potvin, 2009).

L'analyse consiste à coller d'abord une poudre de l'échantillon sur un ruban de carbone encollé et de mettre l'échantillon dans un métalliseur pour recouvrir la surface des grains par du carbone pour favoriser une meilleure conductivité électrique (Potvin, 2009). Dans notre cas, le microscope électronique utilisé est de modèle Hitachi S-3500N couplé à un spectromètre EDS Oxford Instrument Link Isis (**Fig. 30**).

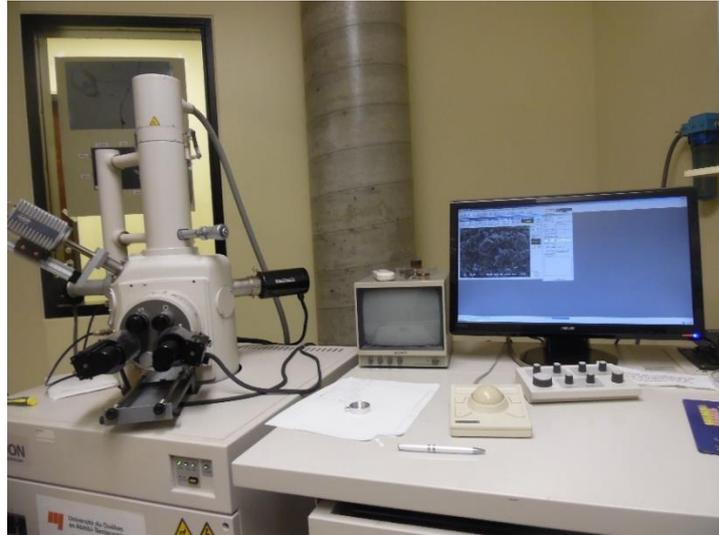


Fig.30 Microscope électronique à balayage (Type Hitachi S-3500N)

3.2.5 Analyses par spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman est une technique d'analyse non destructive, basée sur la détection des photons diffusés inélastiquement suite à l'interaction de l'échantillon avec un faisceau de lumière monochromatique. La différence de fréquence entre photon exciteur et photon diffusé renseigne sur la nature chimique de la molécule à l'origine de la diffusion. Par rapport aux techniques d'analyse, la spectroscopie Raman apporte certains avantages qu'on peut citer ci-dessous :

* Pas de préparation de l'échantillon avant analyse.

* Analyse non destructive.

* Résolution spatiale meilleure en microscopie (1 à 5 μm suivant la longueur d'onde du laser utilisée).

Les analyses ont été faites au Laboratoire de Géologie de Lyon (LGTPe) en utilisant les spectromètres LabRAM HR800 visible (λ 514nm) et LabRAM HR800 UV (**Fig. 31**). Les spectres ont été enregistrés dans les conditions suivantes : un objectif x50, des puissances du laser sur l'échantillon suffisamment importantes 400 μW pour $\lambda=514$ nm et un temps d'accumulation variable.



Fig. 31 LabRAM HR800 visible et LabRAM HR800 UV

3.3 Caractérisation chimique

Les analyses chimiques effectuées dans cette étude sont la détermination de la teneur en soufre/carbone, l'analyse chimique élémentaire (ICP-AES) et la teneur en oxydes (XRF).

3.3.1 Analyse du soufre et du carbone total

Les analyses du soufre et du carbone ont été réalisées dans le laboratoire de l'IRME de l'UQAT (Canada). Cette analyse permet de calculer le potentiel acidifiant (PA) en fonction du pourcentage massique de sulfures (% S total - % S sulfates) et le potentiel neutralisant (PN) par le pourcentage massique de carbone.

L'analyse du soufre et du carbone a été effectuée sur les échantillons solides (1 g broyé) par la fournaise à induction de l'appareil (ELTRA CS-2000 carbon/sulfur determinator, LMD : 0.09%) (**Fig.32**). Elle consiste à quantifier le dioxyde de soufre dégagé et de connaître la quantité de soufre contenu dans l'échantillon à analyser.

L'échantillon est soumis à la combustion en présence d'oxygène grâce à un four à induction de haute fréquence intégré dans l'appareil. Lors de la combustion, le sulfure et le carbone se transforment respectivement en dioxyde de soufre et en dioxyde de carbone. Le CO_2 et le SO_2 produits sont acheminés vers un détecteur infrarouge connecté à un système informatisé qui calcule et donne les teneurs en carbone total et en soufre total présents dans l'échantillon.



Fig.32 Analyseur du soufre et du carbone

3.3.2 Spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES)

La composition chimique des éléments est effectuée sur les échantillons solides par spectrométrie d'émission atomique au plasma à couplage inductif (ICP-AES) avec un appareil Perkin Elmer Optima AS90 de l'IRME (UQAT- Canada) (**Fig. 33**).

Le principe de l'ICP-AES consiste à atomiser et exciter des éléments contenus dans une solution à l'aide d'un plasma d'argon. Lorsqu'un élément excité retrouve son état fondamental, il y a libération d'énergie sous forme de radiations électromagnétiques à des longueurs d'ondes qui sont caractéristiques pour chaque l'élément. L'intensité de ces radiations est directement proportionnelle à la concentration de l'élément dans la solution à analyser.

Les solides ont subi une digestion préalable avec $\text{HNO}_3/\text{Br}_2/\text{HF}/\text{HCl}$ conforme au protocole décrit par Bouzahzah et al., 2014. Une analyse multi élémentaire a ensuite été effectuée sur les éléments suivants : As, Cd, Cr, Cu, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Fe et Zn. Pour les échantillons liquides, une acidification à 2 % v/v HNO_3 a été réalisée.



Fig.33 Spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES)

3.3.3 La fluorescence des rayons X (FRX)

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. L'échantillon est bombardé de rayonnements très énergétiques (rayons X incidents) entraînant une excitation de l'atome. Le retour des atomes à un état stable provoque une émission de rayons X (fluorescence) du matériel. L'énergie émise par cette fluorescence est caractéristique de la nature de l'élément chimique et son intensité est proportionnelle à sa concentration. Les

analyses FRX sont réalisées à l'aide de l'appareil Niton XL3t 900SHE de l'IRME (UQAT – Canada) et Niton™ XL3t GOLDD de HTDS Algérie (Hi-Tech Detection Systems). Ces appareils peuvent mesurer des concentrations allant de ppm jusqu'à de hautes teneurs (80-100%) mais moins précis que la spectroscopie ICP-AES (**Fig. 34**).



Fig.34 Appareil Niton XL3t 900SHE

3.3.4 Spectroscopie d’Absorption Atomique « SAA »

Il s’agit d’une technique d’analyse chimique permettant de quantifier les éléments métalliques dans un échantillon grâce à une énergie fournie à l’atome provenant d’une source lumineuse appelée lampe à cathode creuse. L’atome absorbe l’énergie lumineuse à une longueur d’onde spécifique et passe à un état d’excitation. Un détecteur mesure la quantité de lumière absorbée et un signal électronique est produit en fonction de l’intensité lumineuse. La quantité d’analyte dans l’échantillon est exprimée en fonction de l’absorbance mesurée. Les analyses sont réalisées à l’aide des appareils Agilent Technologies 240 FS AA et contrAA 800 auprès du CRAPC et de Universal Lab en Algérie.

4. Description des essais réalisés

4.1 Evaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols, plantes et résidus miniers dans les sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef

Les concentrations en métaux et leurs effets sur les sols et les plantes sont étudiés dans cette section ; les essais ainsi que les analyses chimiques ont été réalisés à l’Institut de biologie, biotechnologie et protection de l’environnement Université de Silésie, Pologne.

Aux alentours des zones de stockage des rejets provenant de la mine de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef, 28 échantillons de sol/rejets à 0-30 cm de profondeur ainsi que des échantillons de plantes ont été prélevés manuellement (**Fig 35-36**).



Fig. 35 Points d'échantillonnage (Site de Sidi Kamber)



Fig. 36 Points d'échantillonnage (Site de Kherzet Youcef)

4.1.1 Prétraitement

Les échantillons de sol ont été collectés à l'aide d'une tarière et ont été ensuite séchés à l'air dans des conditions ambiantes. Après séchage, les échantillons ont été soumis au broyage et tamisage à travers un tamis de 160 µm.

Les échantillons de plantes ont été légèrement rincés avec de l'eau distillée afin d'enlever la poussière, séchés dans une étuve à 80° C pendant 2 h puis divisés en racines, tiges et feuilles (Fig.37).

4.1.2 Digestion et analyse

Les échantillons de plantes ont été pesés puis minéralisés avec de l'acide nitrique concentré (0.5 ml d'HNO₃ pour 50 mg d'échantillon). Tous les tubes ont été trempés au moins 24 h avec de l'acide à une température ambiante puis minéralisés à 50°C pendant 4h à l'aide d'une plaque chauffante. La température de la digestion est ensuite augmentée à 120°C jusqu'à ce que la solution soit transparente et incolore. Les solutions sont ensuite transvasées dans des tubes en plastique en ajoutant de l'eau déionisée.

Les analyses chimiques ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique avec atomisation au four à flamme (FFAAS) pour les éléments suivants : Pb, Cu, Zn et Cd.

L'exactitude de la méthode a été vérifiée en analysant cinq répliques (L'ensemble des résultats est résumé dans l'annexe B).

Les extractions de métaux lourds dans les échantillons de sol ont été réalisées selon le protocole adapté par Bouwmann et al. 2001 et Ostrowska et al. 1991, avec 0.01 M de CaCl₂ pour les éléments potentiellement biodisponibles et avec 2 M de HNO₃ pour les éléments extraits à l'acide.

L'extraction par CaCl₂ a été effectuée sur 5g de sol avec 50 ml de 0.01 M CaCl₂, la solution est soumise à une agitation pendant 5 h.

L'essai d'extraction avec HNO₃ a été réalisé en agitant 10 g d'échantillon de sol avec 100 ml de HNO₃ 2 M pendant 1 h. Les solutions récupérées ont été filtrées et les concentrations en éléments chimiques ont été mesurées par spectromètre d'absorption atomique avec atomisation au four à flamme (FFAAS) pour les éléments suivants : Pb, Cu, Zn et Cd.

4.1.3 Indice de pollution et de Nemerow

L'indice de pollution unique et l'indice de pollution de Nemerow ont été calculés pour les éléments extraits à l'acide. Le niveau de pollution par un métal lourd (i) donné a été évalué avec l'indice de pollution unique (Pi) calculé comme le rapport entre la concentration en métal (Ci) dans un échantillon de sol et la norme autorisée du même métal (Si) (Eq.35) :

$$P_i = \frac{C_i}{S_i} \quad (\text{Eq.35})$$

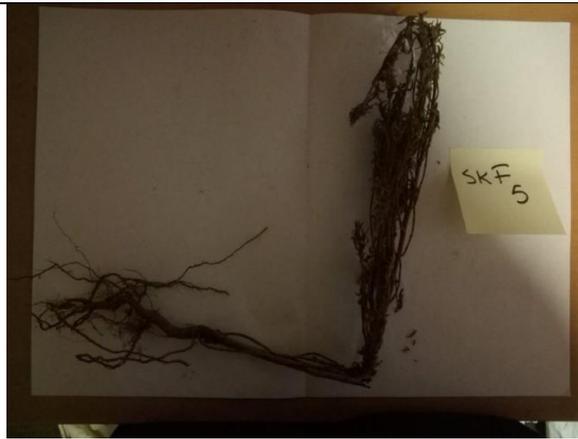
La norme utilisée pour cette étude : Limites réglementaires pour les concentrations de métaux lourds dans le sol (EU-Richtlinie 91/692/EWG, ABI EG, 31. Dec. 1991 Nr. L377, p. 48) et KSVO, 1992)

L'état global de la pollution des sols de surface par les métaux lourds a été évalué à l'aide l'indice de pollution de Nemerow (Pn) (Hu et al., 2013).

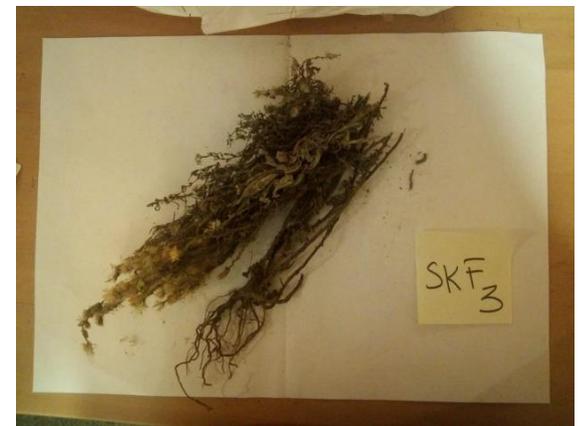
$$P_n = \sqrt{(P_{ave}^2 + P_{max}^2)/2} \quad (\text{Eq.36})$$

P_{ave} représente la moyenne de l'indice de pollution unique de tous les métaux et P_{max} est la valeur maximale de l'indice de pollution unique de tous les métaux. La pollution des sols superficiels par les métaux lourds a été classée en cinq degrés sur la base de l'indice de pollution de Nemerow ($P_n < 0.7$ est propre, $P_n 0.7-1.0$ est la limite d'alerte, $P_n 1.0-2.0$ est légèrement pollué, $P_n 2.0-3.0$ est modérément pollué, et $P_n > 3.0$ est fortement pollué) (Nemerow 1991).

Afin d'étudier la capacité des plantes à accumuler les éléments traces métalliques dans leurs parties aériennes, le facteur de translocation a été calculé. Il correspond à la concentration des éléments chimiques dans les parties aériennes divisée par la concentration dans les racines.



SKF 3



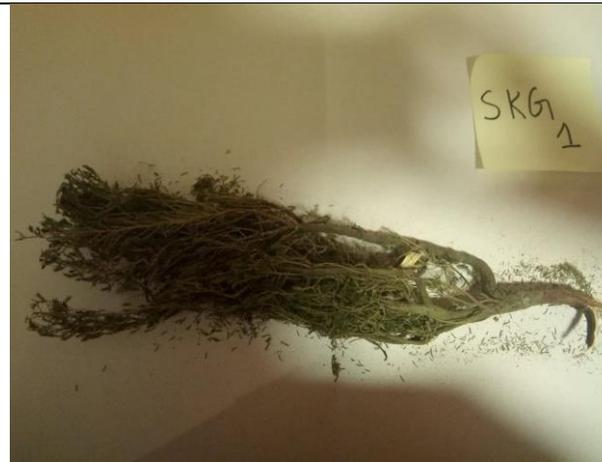
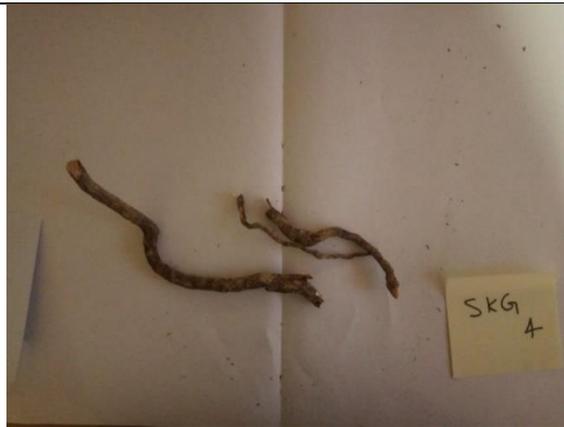
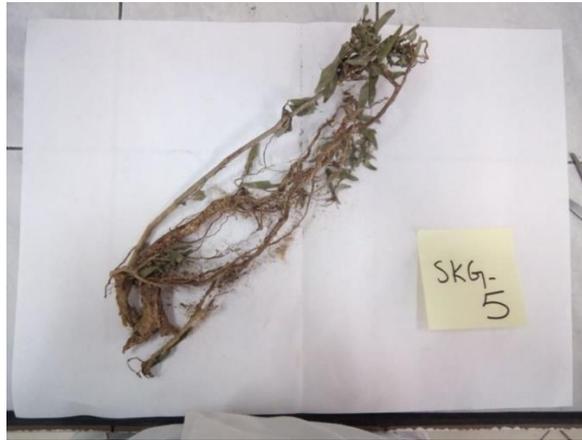




Fig. 37 Espèces végétales récoltées au niveau du site de Sidi Kamber et Kherzet Youcef

4.2 Evaluation du comportement géochimique des rejets miniers

4.2.1 Essais statiques

Les essais statiques réalisés ont pour objectif de déterminer le potentiel de génération d'acidité (PGA) des rejets miniers à l'aide d'un bilan acide-base. Pour cela, le potentiel acidogène (PA) et de neutralisation (PN) sont évalués.

4.2.1.1 Potentiel de génération d'acidité (PA)

Le Potentiel acidogène PA consiste à mesurer l'acidité totale produite par un échantillon suite à l'oxydation des minéraux sulfurés. Il est exprimé en Kg CaCO₃/tonne et se calcule comme suit (Eq.37-38) :

$$PA = 31.25 \times \%S_{\text{sulfure}} \quad (\text{Eq.37})$$

Avec

- PA : le potentiel d'acidité (en kg CaCO₃/t)
- %S sulfure : le pourcentage en soufre sous forme de sulfures (%)
- 31.25 : facteur de conversion **stœchiométrique** en kg de CaCO₃/tonne selon la formule suivante :

$$31.25 = (M_{\text{CaCO}_3} / M_s) \times (1000 \text{ kg/t} \times 100\%) = (100 \text{ g/mol} \times 32 \text{ g/mol} \times 10) \quad (\text{Eq.38})$$

M_{CaCO₃} et M_s sont les masses molaires respectives de la calcite et du soufre, en considérant une mole d'acide est neutralisée par une mole de calcite.

Le PA a été estimé en utilisant le soufre total (Sobek et al., 1978). Le fait de ne pas soustraire le soufre sous forme de sulfates n'a pratiquement pas d'impact sur les résultats.

4.2.1.2 Potentiel de neutralisation (PN)

Le pouvoir neutralisant d'un échantillon représente sa capacité à neutraliser les acides générés lors de l'oxydation des sulfures, exprimé par kg CaCO₃ /t. Le PN a été calculé en se basant sur l'analyse chimique du carbone total, à l'aide de la formule suivante (Eq.39-40):

$$PN = 83.8 * \% C \text{ (kg CaCO}_3\text{/t)} \quad (\text{Eq.39})$$

%C : pourcentage du carbone total

$$PN(\text{KgCaCO}_3) = \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_c} = 10x \frac{100 \text{ g/mol}}{12 \text{ g/mol}} = 83.33x \% \text{Carb} \quad (\text{Eq.40})$$

4.2.2 Essais cinétiques en mini cellules d'altération (*méthode développée par Cruz et al., 2001, modifiée par Villeneuve, 2004*).

4.2.2.1. Description

Les essais cinétiques en mini cellules permettent de vérifier les résultats des essais statiques et d'orienter le choix des scénarios de restauration des sites miniers. Ils ont été réalisés au laboratoire LGM de l'Ecole Nationale Polytechnique dans le but d'étudier le comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef. Ces essais ont été recommandés en raison de la faible quantité des échantillons, la rapidité et la stabilisation du comportement géochimique durant les cycles de lixiviations.

Une quantité d'échantillon (67g) est introduite dans un entonnoir Buchner de 10 cm de diamètre, monté d'un papier filtre de 0.45 μ m, l'ensemble est placé sur un support sous lequel est placé un erlenmeyer de 250 ml permettant de récupérer l'eau de lixiviation. Cinquante rinçages sont effectués, c-à-d deux lixiviations hebdomadaire à l'eau déionisée alternées avec des cycles de séchage à l'air ambiant (**Fig.38**).

Six mini-cellules d'altération ont été installées, trois rejets miniers bruts (KH, SKG, SKF) et trois rejets désulfurés issus de la flottation et/ou séparation gravimétrique.

Les paramètres analysés chaque semaine sur les lixiviats sont : le pH, le potentiel redox, la conductivité électrique et la concentration en éléments chimiques (Pb, Zn, Fe, Cd, Ca, Cu).

Le schéma ci-dessous résume le matériel utilisé.

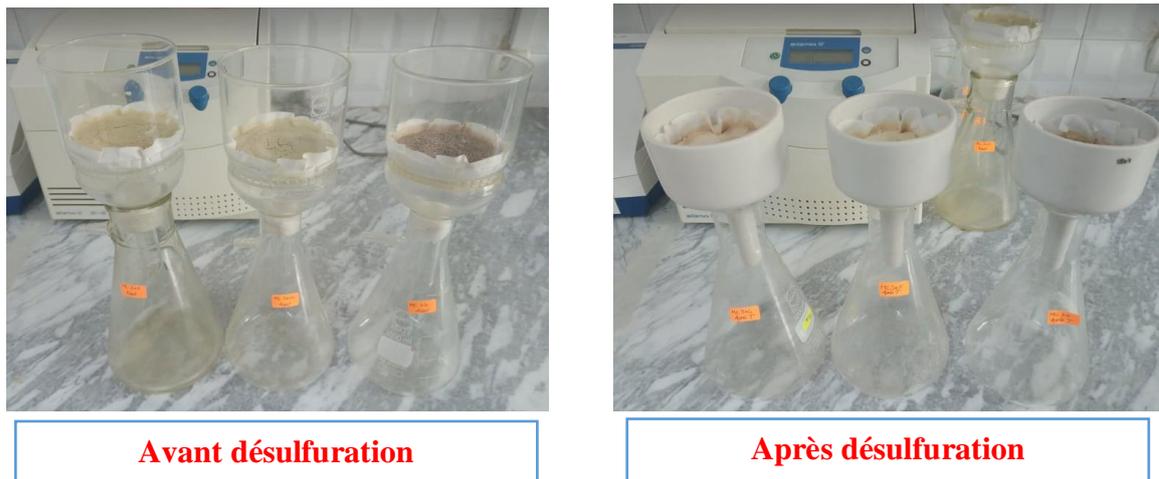


Fig. 38 Essais cinétiques en mini cellules d'altération

4.2.2.2. Caractérisation des échantillons liquides

Analyses électrochimiques

Les mesures du pH, du potentiel d'oxydoréduction (Eh) et de la conductivité des échantillons liquides ont été effectuées en utilisant le matériel suivant :

pH

Une électrode de type Starter ST310 a été utilisée pour les mesures de pH, couplée à un appareil Jenway 3510 pH meter (précision \pm pH 0.01). Les solutions tampons dont le pH4 et pH 7 et pH10 ont été utilisées pour l'étalonnage du pH mètre.

Eh

Le potentiel d'oxydoréduction est mesuré à l'aide d'une électrode et un appareil Eutech Instruments Ion2700. Une valeur de 200 est ajoutée à la lecture de l'appareil pour effectuer une correction par rapport à l'électrode de référence (l'électrode normale à l'hydrogène (ENH)). La solution tampon ayant un Eh = 220 mV a été utilisée pour la calibration.

Conductivité

La conductivité est mesurée à l'aide d'un appareil portable OHAUS ST 20 C-A. l'appareil a été calibré avec une solution standard (200 μ S/cm).

Analyses élémentaires

Les mesures de concentrations en éléments chimiques des échantillons liquides sont effectuées par spectrométrie d'absorption atomique de type Contraa 800 (Analytik Jena). Les échantillons sont d'abord filtrés à 0.45 μ m, puis acidifiés avec 2% d'acide nitrique (HNO₃) et réfrigérés jusqu'à leur analyse.

4.3 Essais de décontamination des rejets miniers par désulfuration environnementale

La désulfuration environnementale consiste à retirer suffisamment de sulfures pour que le résidu final possède un équilibre, tel qu'il ne soit pas générateur d'acide. Elle se pratique habituellement par flottation non sélective des minéraux sulfurés ou par séparation gravimétrique.

4.3.1 Flottation

Cette technique de séparation utilise le principe de la différenciation entre les minéraux hydrophiles, qui restent dans la pulpe, et les minéraux hydrophobes, qui se concentrent dans la

mousse au sommet de la cellule de flottation. Un concentré riche en minéraux utiles et des rejets pauvres (désulfurés) sont obtenus (Benzaazoua et al., 2000).

Avant la flottation, les rejets miniers de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef sont soumis au broyage à une granulométrie de 80 μ m. Une quantité d'échantillon est introduite dans la cellule de flottation (Denver) et est mise en suspension dans de l'eau pour former une pulpe (Rapport S/L = 1/3) (Fig.39).

Après une étape de stabilisation de la pulpe de 10 min environ, les réactifs chimiques sont ajoutés (régulateur de pH, Activant, Collecteur, Moussant) afin d'assurer l'extraction collective et sélective des minéraux. Après plusieurs tests primaires pour optimiser le temps de flottation, le temps de conditionnement de chaque réactif est fixé pour tous les essais de flottation à (5min), il en est de même pour la durée de flottation (3min).

Le tableau ci-après présente les différents réactifs utilisés :

Tableau 12 : Réactifs utilisés pour la flottation

	<i>Réactif</i>	<i>Rôle</i>	<i>Temps de Conditionnement</i>	<i>Solution</i>
<i>Conditions expérimentales</i>	Xanthate (CH ₃ CH ₂ OCS ₂ Na)	Collecteur	5 min	20%
	Sulfate de cuivre (CuSO ₄)	Activant	5 min	10%
	Huile de pin	Moussant	1 min	
	La chaux	Régulateur de pH		20%

Finalement, les concentrés récupérés sont filtrés puis séchés à l'étuve (105°C) et les rejets désulfurés sont séchés à l'air libre afin d'éviter l'altération de la surface spécifique (Amar, 2020). Des analyses chimiques (soufre total) seront effectuées sur les concentrées et les rejets des essais de flottation pour mesurer l'efficacité de l'opération.

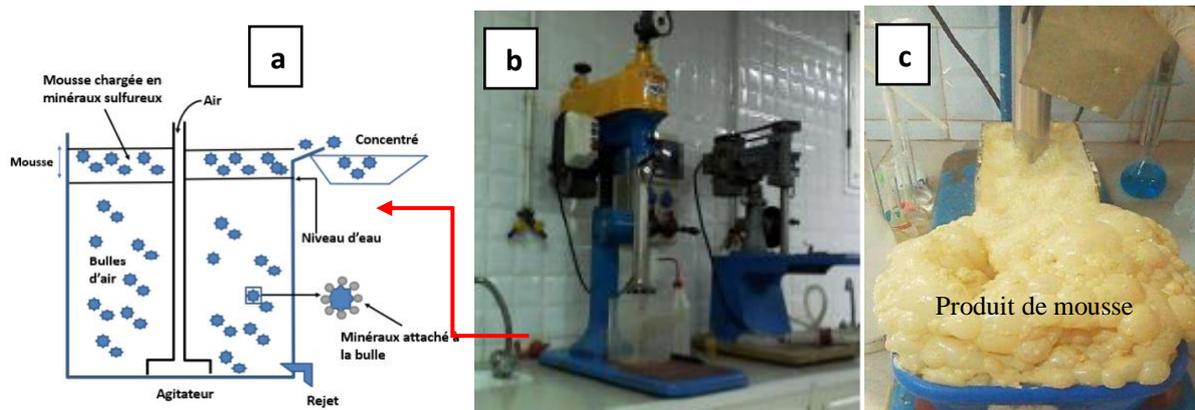


Fig. 39 Essais de flottation, a) Principe de fonctionnement de la flottation (adapté de Wills and Finch (2016) in Amar, 2020), b) Cellule DENVER (Laboratoire de recherche LGM) c), Flottation des rejets de Sidi Kamber (laboratoire de minéralurgie – Laboratoire de Recherche Génie Minier ‘LGM’- Ecole Nationale polytechnique d’Alger)

4.3.2 Séparation gravimétrique

La séparation par gravimétrie est une méthode physique de préconcentration qui consiste à séparer les sulfures de la gangue en se basant sur leur densité (Falconer, 2003). Notons que la séparation des matériaux se fait aussi selon la couleur et la texture des particules (Falconer, 2003; Mackay et al., 2015; Wills and Finch, 2016a, Amar, 2020). La table à secousse est l’un des principaux appareillages utilisés pour la séparation gravimétrique. Il s’agit d’une table inclinable autour de l’axe longitudinal, à laquelle on communique un mouvement de secousses périodiques selon le même axe. Son principe de fonctionnement est basé sur la longueur du parcours effectué d’une particule sur un plan incliné à la surface duquel s’écoule, par gravité, un film liquide.

Cette table est munie de riffles parallèles à sa longueur, permettant de piéger les particules et donc les séparer (particules denses, petites et moyennes).

Une série d’essais sont effectués sur les rejets miniers de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef en utilisant la table à secousse de type KHD Humboldt Wedag du laboratoire de Génie Minier de l’ENP d’Alger. Il s’agit d’une Labor-Schnellstoßherd MN 936/3 (**Fig. 40**).

Les paramètres pente de la table et débit d’eau ont été fixés. Les échantillons (500g/essai) sont introduits dans le boîtier d’alimentation sous forme de pulpe afin d’éviter l’agglomération et sont récupérés de chaque zone.



Fig. 40 Table à secousses KHD Humboldt Wedag (laboratoire de minéralurgie – Laboratoire de Recherche Génie Minier- Ecole Nationale polytechnique d’Alger) (Z1 : zone des concentrés où se trouvent les particules fines et denses; Z2 : zone qui appartient encore à la zone des concentrés ; on y trouve des particules denses et grossières avec quelques particules mixtes ; Z3 : zone des particules mixtes mélangées à quelques particules légères ; Z4 : zone de particules légères)

4.4 Traitement passif du DMA par des matériaux phosphatés de Djebel Onk (essais en batch).

4.4.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Trois types de matériaux (lithologies) du gisement de phosphate de Djebel Onk ont été échantillonnés : les phosphates bruts à faible teneur (PB), les stériles carbonatés d’exploitation (SC) et les rejets de phosphates (RP) (**Fig.41**). La sélection de ces matériaux a été basée sur leur teneur en carbonates. Les échantillons ont été séchés à 60°C pendant 24 h, broyés, homogénéisés, tamisés et stockés dans des sacs en plastique avant d’être testés. Des échantillons représentatifs ont été broyés et caractérisés.

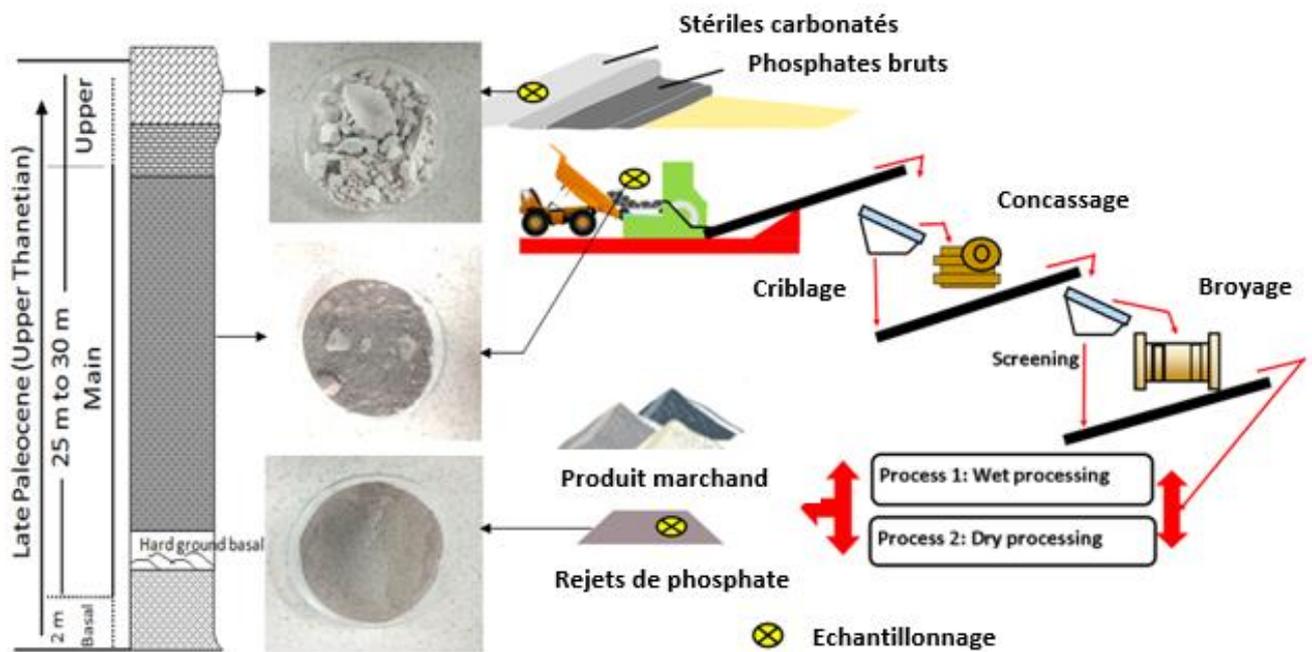


Fig.41 Echantillonnage des matériaux phosphatés (Mine de Djebel Onk)

4.4.2 Analyses physiques, chimiques et minéralogiques

L'analyse physique, minéralogique et chimique permet de mettre en évidence la capacité de neutralisation et de sorption des matériaux phosphatés (SC, PB, RP). Les matériaux SC et PB avec une taille supérieure à 25 mm ont été tamisés à 16 mm. Pour le matériau RP, la fraction granulométrique était inférieure à 350 μm . Les échantillons obtenus ont été pulvérisés et tamisés à l'aide d'une série de tamis. Un analyseur laser (Malvern Mastersizer S, précision meilleure que 1%) a été utilisé pour déterminer la distribution granulométrique des particules inférieures à 80 μm .

Un four à induction ELTRA CS-2000 Carbone/Soufre (détermination jusqu'à 100% de CS) a été utilisé pour déterminer les teneurs en carbone total (CT) et en soufre total (ST) de tous les matériaux étudiés.

Le potentiel acide (PA) des échantillons a été estimé à zéro. Le potentiel de neutralisation net ($\text{NNP} = \text{PN} - \text{PA}$) a été utilisé pour décider si les matériaux étaient générateurs d'acide. L'analyse chimique des échantillons étudiés a été déterminée en utilisant la fluorescence X. La composition minéralogique des matériaux phosphatés a été déterminée à l'aide d'un diffractomètre Bruker AXS Advance D8 (limite de détection 1% w/w).

Préparation du DMA synthétique

Pour simuler le DMA réel produit à la mine abandonnée de Sidi-Kamber, un DMA synthétique a été préparé en utilisant de l'eau distillée et des sels ACS [$\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{AsHNa}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ et $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$] (**Tableau.13**). Une solution de 1NHNO_3 a été ajoutée pour ajuster le pH à 3. Les sels utilisés pour préparer le DMA ainsi que leurs concentrations ont été sélectionnés en fonction d'études antérieures (Ouakibi et al., 2013, 2014). La composition du DMA synthétique a été choisie pour simuler les DMA observés sur le site minier de Sidi-Kamber. et qui est basée sur les résultats du test de lixiviation CTEU-9 (CEAEQ, 2012) réalisé par Issaad et al. (2019). Les résultats du CTEU-9 montrent que les résidus miniers de Sidi-Kamber sont générateurs d'acide avec les concentrations suivantes : Si 45.9 – 70.6 mg/L, Ca 65.9 - 516 mg/L, Al 1.20 - 378 mg/L, Fe 23.9 - 863 mg /L, S 134 - 1570 mg/L, Zn 2.31 - 121 mg/L et Pb <0,5 mg/L.

Tableau. 13 Composition du DMA synthétique

Elément	Source	Concentration (mg/L)
Cd	$\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	2
Cr	$\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	1.5
Fe	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	600
Mg	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10
Mn	$\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	40
Pb	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	0.6
SO_4^{2-}	Na_2SO_4	3700
Zn	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	20
Cu	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	25
As	$\text{AsHNa}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	50

4.4.3 Description des essais

Trente réacteurs ont été préparés pour les besoins des essais en batch. Chaque réacteur était rempli de DMA synthétique (100 ml) et de matériaux phosphatés (80 g) (**Fig. 42**). La taille des échantillons est la suivante : PB <16 mm ; SC <16 mm; RP < 350 μm . Les tests ont été réalisés dans des conditions définies : rapport liquide/solide de 1.25, vitesse d'agitation de l'ordre de 200 rpm et force ionique de 0.01M. Ces tests nécessitaient un système d'agitation pour

maintenir un contact permanent entre le matériau solide et la solution à traiter. Les tests ont été réalisés en milieu oxygène pour simuler des drains passifs oxygènes, plus performants pour le traitement du DMA que les drains passifs anoxiques (Cravotta, 2005 ; Genty et al., 2012 ; Ouakibi et al., 2013 ; Turingan et al., 2020).

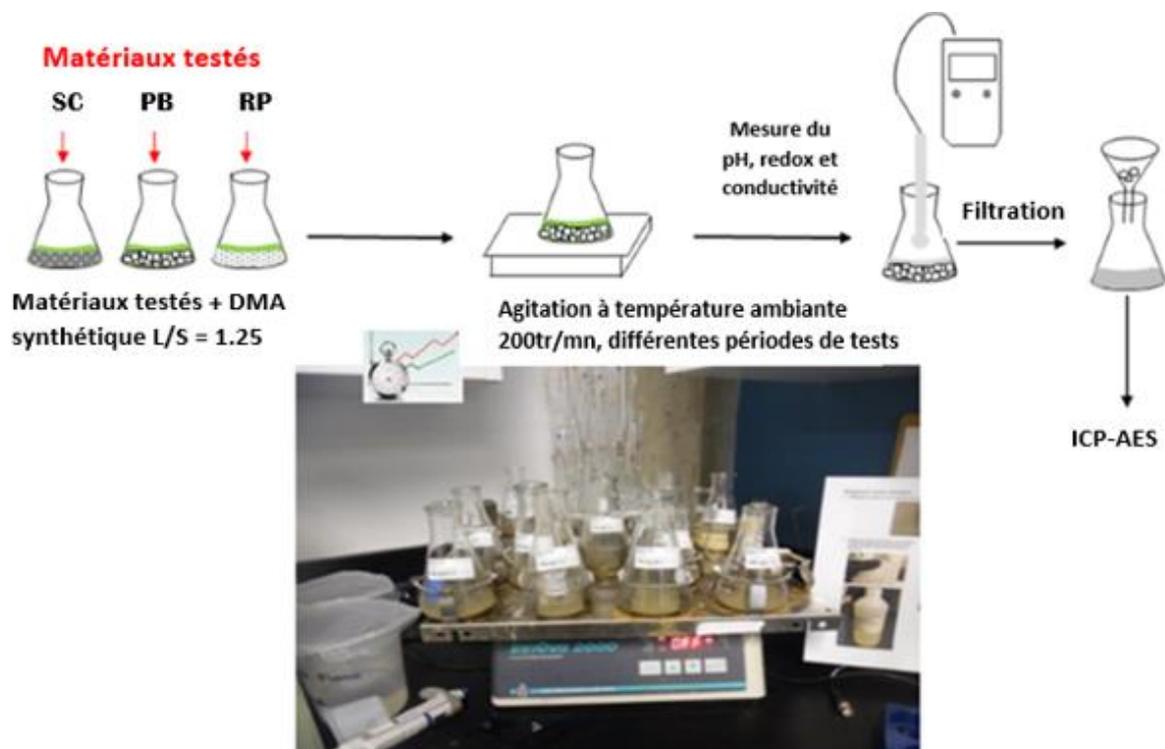


Fig. 42 Présentation schématique de la procédure des essais en batch

Les tests ont été menés pendant 48h, tout en mesurant les paramètres pH, Eh, conductivité et les concentrations en métaux à un intervalle prédéfini comme suit : 0 min, 5min, 15min, 30min, 1h, 2h, 4h, 8h, 24h, 32h et 48h. Les solutions résiduelles ont été filtrées et transférées dans un ballon auquel a ensuite été ajouté 2% de HNO₃, et conservées à 4°C, puis analysées par ICP-AES pour déterminer les concentrations métalliques suivantes : Pb, Zn, Cd, Fe, As, Mn, Mg et Cu.

L'efficacité de l'élimination des métaux à l'aide de matériaux phosphatés a été calculée sur la base de l'Eq (41) :

$$E(\%) = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100 \quad (\text{Eq.41})$$

où E est l'efficacité d'élimination des métaux, et C_i et C_f sont respectivement les concentrations initiales et finales des métaux.

4.4.4 Analyse des lixiviats

Les mesures de pH ont été réalisées à l'aide d'une électrode Orion GD9156BNWP de Thermo Scientific associée à un multimètre VWR SympHony SB90M5 (précision relative ± 0.01 pH), calibré avec des solutions tampons de pH 4, 7 et 10. Le potentiel redox (Eh) a été déterminé en utilisant une électrode Orbisint CPS12-OPA2GSA Pt/Ag/AgCl (précision relative ± 0.2 mV), qui a été calibrée avec une solution tampon redox standard de 220 mV. Les valeurs obtenues ont été corrigées par rapport à l'électrode à hydrogène standard (SHE ; 200 mV). Les mesures de conductivité électrique (CE) ont été effectuées à l'aide d'un Oakton Acorn CON 6 portable (précision relative ± 0.001 mS/cm). Pour des résultats fiables, l'appareil de conductivité a été calibré avec une solution tampon standard (1413 μ S/cm). Les échantillons de lixiviat obtenus ont été stabilisés à l'aide d'acides (2% HNO₃) puis réfrigérés jusqu'à leur analyse ICP-AES. La concentration de métaux présents dans les lixiviats a été analysée par spectrométrie d'émission plasma-atomique à couplage inductif à l'aide d'un Perkin Elmer OPTIMA 3100 RL (ICP-AES ; précision relative de 5%).

4.5 Traitement passif des rejets miniers par des matériaux phosphatés de Djebel Onk à moyenne échelle.

En se basant sur les résultats des essais en batch de traitement du DMA par l'utilisation de matériaux phosphatés (stériles carbonatés et rejets de phosphates) et le modèle de Ouakibi et al., 2014, un drain alcalin oxique à moyenne échelle a été simulé au laboratoire de Génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Pour réaliser cet essai, un réacteur en plexiglas ouvert à l'atmosphère, a été rempli de 50 kg de matériaux phosphatés, 40 kg de stériles et 10 kg de rejets de traitement. Ce système dispose d'une entrée pour le DMA de Sidi Kamber située à la base, permettant la bonne circulation de la solution et de ce fait un temps de contact maximal ; et une sortie localisée en haut du réacteur pour évacuer l'eau traitée et prélever les échantillons pour analyses (**Fig. 43**).

Notons que le principe est de faire transiter la solution de DMA (débit faible de 0.07 L/min) à travers les matériaux phosphatés testés. Cette circulation est assurée par le biais de pompes péristaltiques.

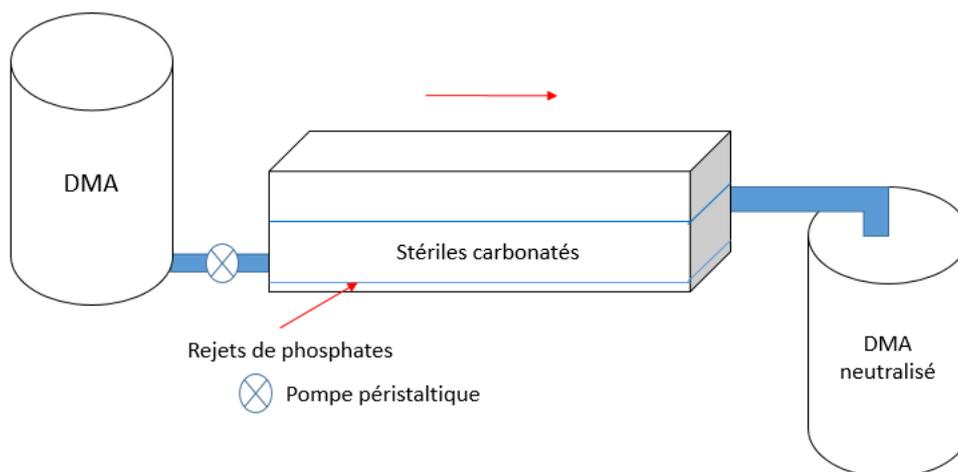


Fig. 43 Traitement passif du DMA issu des rejets de Sidi Kamber par des matériaux phosphatés

4.5.1 Caractérisation des échantillons liquides

Pour les mesures électrochimiques, un pH mètre de type Jenway 3510 pH meter a été utilisé pour les mesures de pH, l'appareil Eutech Instruments Ion2700 pour le potentiel Redox et le conductimètre OHAUS ST 20 C-A pour la mesure de la conductivité électrique.

Les teneurs en éléments chimiques des échantillons liquides sont réalisées par spectrométrie d'absorption atomique. Le débit correspond à la mesure du volume d'eau écoulée à la minute.

4.6 Amendement alcalin à base de matériaux phosphatés de Djebel Onk: application sur les résidus de la mine abandonnée de Sidi Kamber.

L'amendement alcalin est parmi les techniques visant à prévenir et contrôler la formation de drainage minier acide (SRK, 1989; Aubertin et al., 2002). Il consiste en un ajout alcalin (calcaire, dolomie, phosphate) directement au contact avec les résidus, afin de limiter l'oxydation des sulfures et maintenir le pH de l'eau interstitielle des résidus près de la neutralité (Hakkou et al., 2009; Nfissi et al., 2014, 2017). En général, il s'agit d'une méthode de contrôle temporaire, qui doit être répétée périodiquement.

L'objectif de cette partie de travail est de tester l'efficacité d'un amendement composé de trois matériaux alcalins (stériles carbonatés, phosphates bruts et rejets de phosphates) pour contrôler la formation des DMA et améliorer la qualité de l'eau. À cette fin, des tests cinétiques en cellules humides ont été réalisés selon la norme ASTM modifiée ainsi que le modèle adapté par Hakkou et al., 2009.

Ces essais ont permis d'étudier le comportement des matériaux testés et l'effet de l'amendement sur les résidus miniers de Sidi Kamber à moyenne échelle.

Les cellules expérimentales, au nombre de cinq, contenaient environ 1kg de résidus miniers, mélangés à des matériaux phosphatés (**Tableau.14**). La lixiviation consiste à faire circuler environ 500 ml d'eau déionisée à travers la cellule, une fois par semaine pendant quatre mois. Le cycle commence par un rinçage à l'eau déionisée qui reste en contact avec l'échantillon pendant une durée de 4 h, suivi de 3 jours de circulation d'air sec et 3 jours de circulation d'air humidifié entre 90% et 100% assurée par une unité d'humidification. Le débit d'air est maintenu de 1 à 10 l/min. Le système est recouvert par un couvercle muni de deux trous perforés (1 pour le contact avec l'air ambiant ainsi qu'au rinçage et un autre pour l'arrivée d'air saturé en humidité). Afin d'empêcher la perte des particules durant l'essai, deux couches de géotextile sont placées sur la plaque perforée au fond de la cellule (**Fig.44**).

Tableau. 14 Différentes configurations choisies pour les essais d'amendement alcalins

<i>Essais</i>	<i>Contenance</i>	
C1	2/3 SK + 1/3 SC	SK : Rejets de Sidi Kamber (SKG+SKF) comme prélevés
C2	2/3 SK + 1/3 PB	
C3	2/3 SK + 1/3 RP	
C4	2/3 SK + 1/3 (SC + RP)	SC : Stériles carbonatés
C5	2/3 SK + 1/3 (SC + PB)	PB : Phosphates bruts RP : Rejets de phosphates

Après chaque cycle de mouillage, les eaux récupérées sont analysées : pH (Jenway 3510 pH meter), conductivité (OHAUS ST 20 C-A) et la concentration en éléments chimiques (SAA de type Contraa 800 (Analytik Jena)).

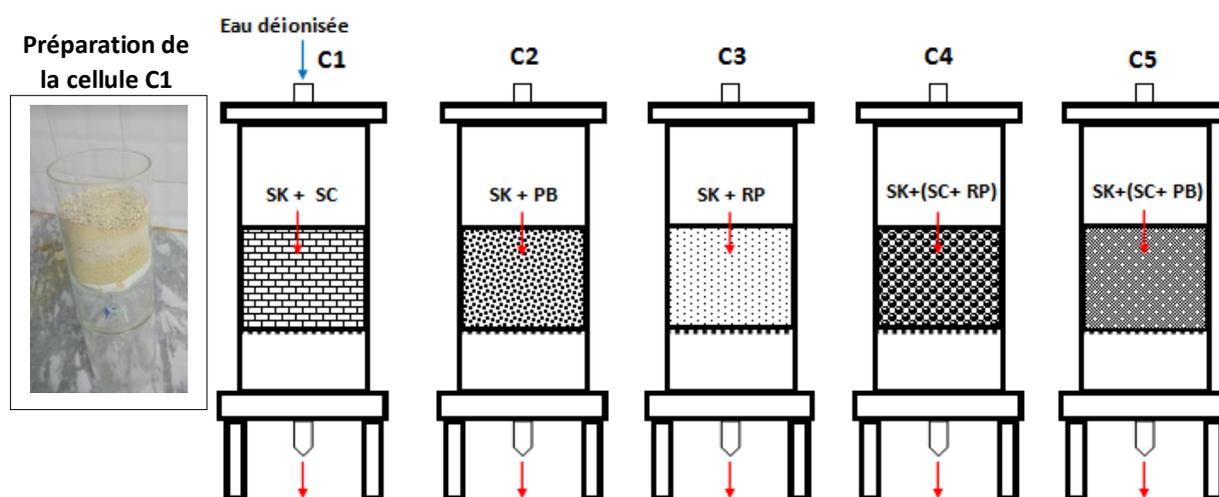


Fig.44 Essais d'amendements phosphatés (tests cinétiques en cellules humides)

Chapitre 03 : Résultats et discussion

1. Résultats de la caractérisation des résidus miniers de Sidi Kamber

1.1 Caractérisation physique

1.1.1 Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique sont présentés dans le graphe semi-logarithmique du pourcentage des passants cumulés en fonction de la grosseur des grains (**Fig. 45 et annexe A**). Les valeurs calculées des coefficients d'uniformité (C_u) et de courbure (C_c) (**Tableau 17**), sont estimés à 1.44 ($C_u < 2$) et 1.18 ($C_c > 1$) pour les rejets de flottation, le matériau est bien gradué avec une granulométrie serrée. Notons que plus de 80% des particules ont un diamètre compris entre 63 μm et 160 μm .

La courbe des rejets de séparation gravimétrique est continue, le matériau est dit bien gradué avec une continuité bien répartie ($1 < C_c < 3$) et la granulométrie est étalée ($C_u > 2$). Ces rejets sont constitués de plus de 50% de particules ayant un diamètre $> 2\text{mm}$.

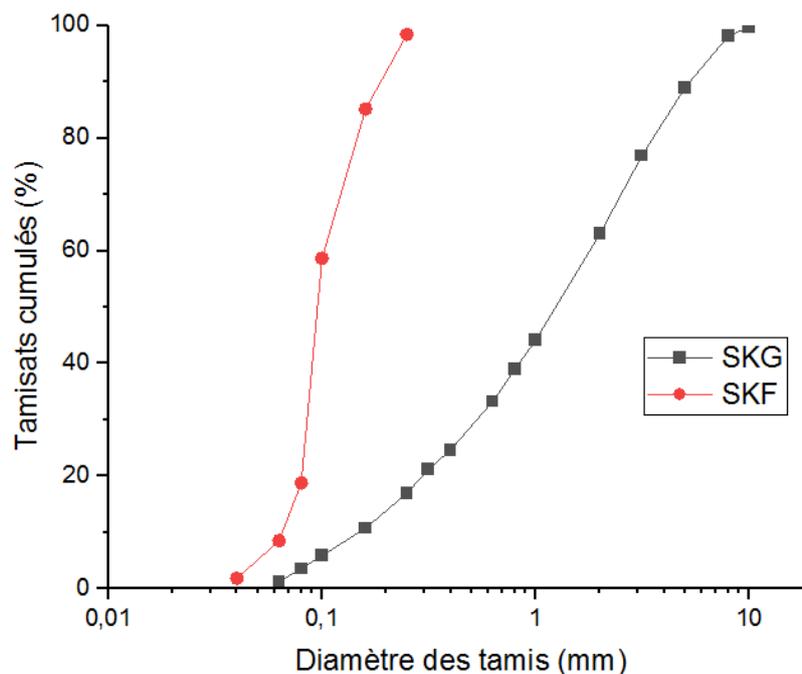


Fig. 45 Distribution granulométrique des rejets de Sidi Kamber

1.1.2 Détermination de l'humidité résiduelle, norme AFNOR NF X 31-102 (1992)

Les résultats des valeurs de teneur en eau sont représentés dans le **tableau 15**.

Tableau. 15 Résultats du taux d'humidité des rejets de Kherzet Youcef

	SKF		SKG	
	1	2	1	2
Masse initiale m₀	63.23	54.98	52.06	55.67
Masse finale m₁	62.05	54.12	51.36	54.11
W %	1.86	1.56	1.34	2.80
W_{moyenne} %	1.71		2.07	

Les résultats montrent une très faible teneur en eau des rejets de Sidi Kamber, à une moyenne de 1.71 % pour les rejets de flottation et 2.07% pour les rejets de séparation gravimétrique.

1.1.3 Détermination du potentiel d'hydrogène

Les résultats de mesure du pH sont présentés dans le tableau 16.

Tableau. 16 Résultats du potentiel d'hydrogène des résidus de Sidi Kamber (SKF et SKG)

	SKF		SKG	
	1	2	1	2
pH	3.52	3.93	3.04	2.71

Les valeurs moyennes de pH de SKF et SKG mesurées sont : 3.72 et 2.87 respectivement ; elles sont **extrêmement acides**. Cette acidité trouve son origine dans la présence de quantité considérable de sulfures et sulfates non valorisables contenus dans les rejets de flottation et de séparation gravimétrique.

1.2 Caractérisation minéralogique par diffraction aux rayons x

La composition minéralogique des matériaux déterminée par DRX est résumée dans la **figure 46**. L'analyse montre l'abondance de la silice et l'absence des minéraux carbonatés. Les deux échantillons étudiés (SKF et SKG), sont généralement composés de mêmes phases minéralogiques mais avec des proportions différentes : quartz (20 – 61.9%), muscovite (32.4 – 8.2%), baryte (4.7 – 5.4%), pyrite (3.05 – 4.3%), et galène (1.34 – 0.96%). Les minéraux secondaires identifiés dans l'échantillon de SKF comprennent la jarosite (14.2%) et le gypse (2.2%). Les hydroxydes de baryum (12.2%) et le gypse (7%) sont aussi présents dans les rejets SKG. La pyrite est le sulfure le plus abondant dans les rejets miniers de Sidi Kamber, elle est

souvent encapsulée dans du quartz. La présence des hydroxydes de fer témoigne de réactions d'oxydation.

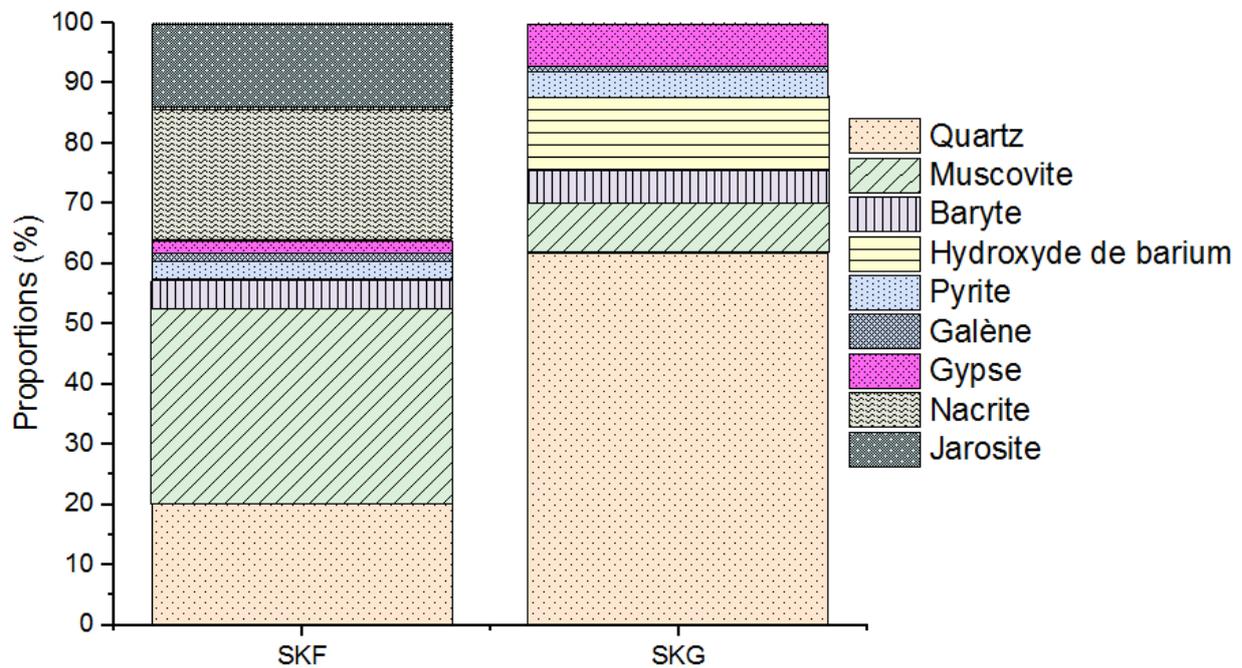


Fig. 46 Composition minéralogique des rejets de Sidi Kamber obtenue par la DRX

1.3 Caractérisation chimique

Les compositions chimiques des échantillons de Sidi Kamber (rejets SKF et SKG) sont présentées dans le **tableau 17**. Les analyses montrent des concentrations similaires de SiO_2 (21.65-23.54%), MgO (0.63-0.79), Al_2O_3 (7.22-7.98 %), K_2O (2.38- 3.45 %), CaO (0.67-0.876 %) et une variation plus élevée en Fe_2O_3 (3.12 à 6.96%). Le soufre total présente des teneurs très élevées qui varient de 3.18% à 5.36%, cela est expliqué par la présence de minéraux sulfurés. L'analyse chimique donne des résultats remarquablement voisins de la composition minéralogique. Des concentrations significatives en Zn (1052 à 1423 mg/kg) et en plomb (847 à 954 mg/kg) sont mesurées, correspondent aux minéraux sphalérite et galène qui sont abondants dans les rejets SKF et SKG.

Tableau. 17 Résultats des caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques des rejets de Sidi Kamber

Paramètres	Symbole	Unit é	SKF	SKG
Caractéristiques physiques	D ₁₀	µm	68	160
	D ₃₀	µm	89	570
	D ₆₀	µm	98	2000
	Cu = D ₆₀ /D ₁₀	-	1.44	12.5
	Cc = D ₃₀ ² /(D ₆₀ *D ₁₀)	-	1.18	1.01
	W	%	1.71	2.07
	pH		3.72	2.87
Caractéristiques chimiques	Mg	%	0.63	0.79
	Al	%	7.98	7.22
	Si	%	23.54	21.65
	K	%	3.45	2.38
	Ca	%	0.67	0.87
	Fe	%	3.12	6.96
	Mn	%	0.03	0.01
	S _{tot}	%	3.18	5.36
	Cu	mg/k g	120	116
	Zn	mg/k g	1052	1423
	Pb	mg/k g	847	954
Caractéristiques minéralogiques	Baryte	%	4.7	5.4
	Hydroxyde de barium	%	-	12.2
	Quartz	%	20.1	61.9
	Muscovite	%	32.4	8.2
	Nacrite	%	22,01	-
	Pyrite	%	3.05	4.3
	Galène	%	1.34	0.96
	Gypse	%	2.2	7
Jarosite	%	14.2	-	

2 Résultats de la caractérisation des résidus miniers de Kherzet Youcef

2.1 Caractérisation physique

2.1.1 Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique des rejets de Kherzet Youcef (**Fig. 47 et annexe A**), montrent que la taille des résidus est comprise entre 0.058 et 878.678 μm . La courbe granulométrique est continue, elle représente un matériau bien gradué ($1 < C_c < 3$) et une granulométrie semi-étalée ($5 < C_u < 20$), ces résidus sont composés de sables fins, plus de 50% des éléments $> 80 \mu\text{m}$ ont un diamètre $< 1 \text{mm}$.

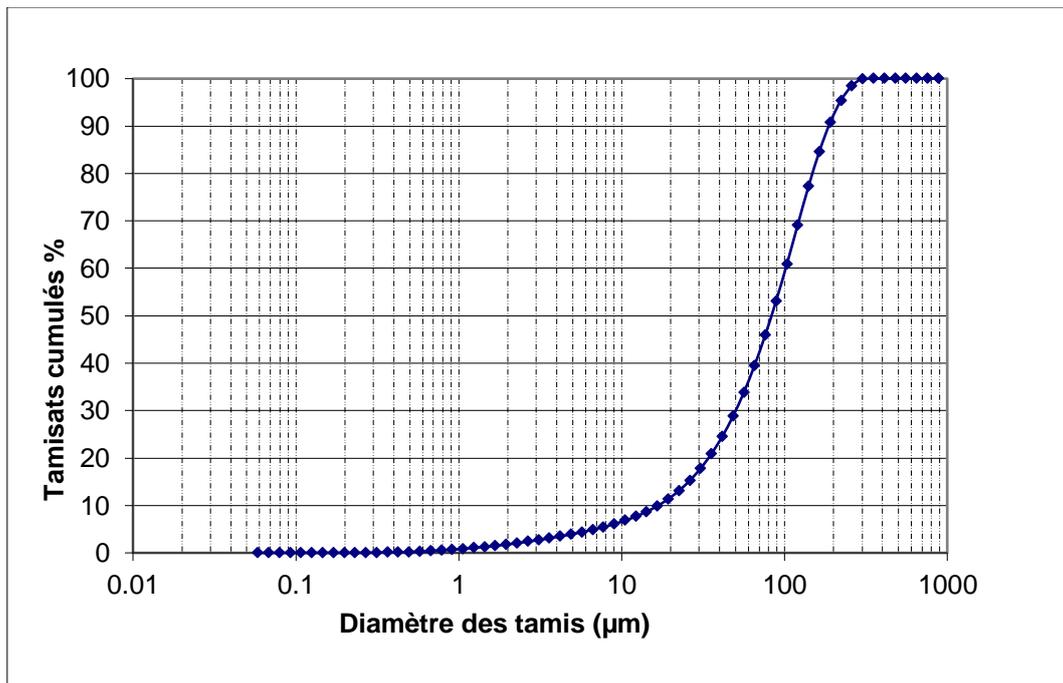


Fig. 47 Distribution granulométrique des rejets de Kherzet Youcef

2.1.2 Détermination de l'humidité résiduelle, norme AFNOR NF X 31-102 (1992)

Les résultats des essais de la teneur en eau effectués sur les différents échantillons de rejets de Kherzet Youcef se rapprochent entre eux (**Tableau 18**). Les taux d'humidité varient de 7.97% à 10.77%.

Tableau. 18 Résultats du taux d'humidité des rejets de Kherzet Youcef

	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3
Masse initiale m_0	66.35	69.54	54.38
Masse finale m_1	61.06	62.88	48.52
W %	7.97	9.57	10.77
W _{moyenne} %		9.43	

2.1.3 Détermination du potentiel d'hydrogène

Les résultats de mesure du pH sont résumés dans le **tableau 19**.

Tableau. 19 Résultats du potentiel d'hydrogène des résidus de Kherzet Youcef

	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3
pH	7.12	6.95	7.06

Les résultats de mesure ont montré un pH alcalin, ces valeurs peuvent être expliquées par la présence des carbonates (dolomite, calcite) en grande quantité dans les échantillons, ce qui génère la neutralité. Les valeurs de pH obtenues oscillent entre 6.95 et 7.12.

2.2 Caractérisation minéralogique

Afin de déterminer les différentes phases minérales dans les rejets de Kherzet Youcef, des analyses minéralogiques ont été réalisées à l'aide de la loupe binoculaire, spectroscopie Raman, DRX et d'un microscope électronique à balayage. La **figure 48** représente une vue d'ensemble des rejets qui sont composés de minéraux carbonatés, des sulfures et des minéraux secondaires. La pyrite constitue le minéral sulfuré le plus fréquent dans les rejets, elle est entourée par la gangue et est rarement libre. Les sulfures autres que la pyrite sont également observés, dont la marcassite qui est un polymorphe de la pyrite (FeS_2).

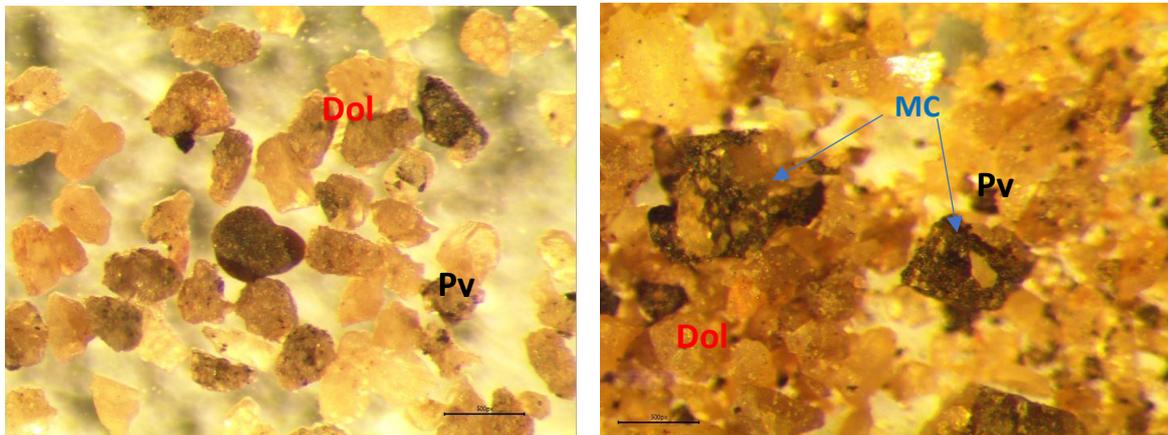


Fig 48. Images obtenues par loupe binoculaire montrant des grains de dolomite et des sulfures (Dol : Dolomite ; Py : Pyrite ; MC : Marcassite)

Les mesures de spectrométrie Raman ont été réalisées sur des échantillons en poudre et sur des lames minces. La spectroscopie Raman confirme la présence de la pyrite et dolomite. Dans la **figure 49** sont présentes les spectres Raman de dolomite avec son pic caractéristique à 1087 cm^{-1} et le spectre de la pyrite qui marque des basses fréquences, notamment 434 cm^{-1} , 381 cm^{-1} et 335 cm^{-1} . Ces minéraux ont été confirmés aussi par l'analyse DRX.

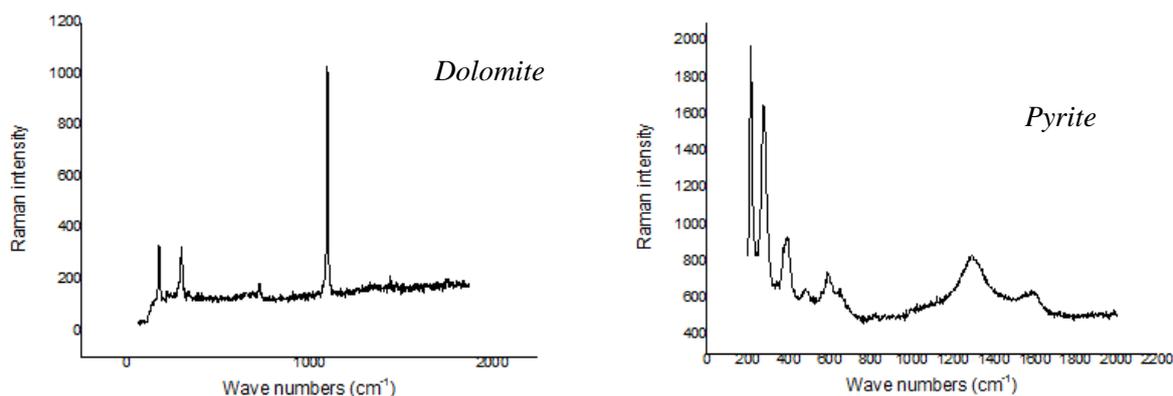


Fig 49. Spectres obtenus par spectroscopie Raman à 514nm A) Spectre de dolomite avec trois principaux pics vers 1087 cm^{-1} , 714 cm^{-1} et 285 cm^{-1} . B) Spectre de pyrite

L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon de Kherzet Youcef (**Fig. 50**) a démontré qu'il est principalement constitué de minéraux carbonatés (dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, minrecordite $\text{CaZn}(\text{CO}_3)_2$ et ankérite $(\text{Fe,Mg,Mn})(\text{CO}_3)_2$), de minéraux sulfurés (pyrite FeS_2 , sphalérite ZnS , galène PbS , chalcoppyrite CuFeS_2 et marcassite FeS_2), d'oxyde de Si sous forme de quartz et tridymite (SiO_2), ainsi que des sulfates secondaires tels que le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et l'anglésite (PbSO_4), qui se sont formés par altération de minéraux primaires.

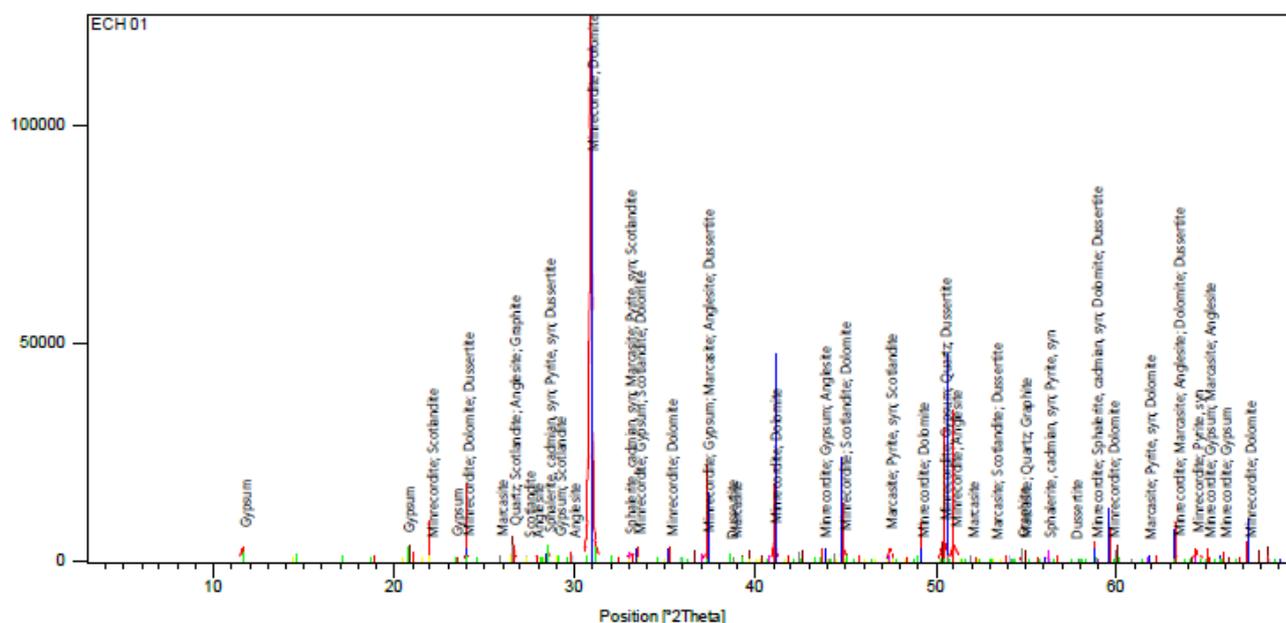


Fig. 50 Spectre DRX de l'échantillon analysé (Kherzet Youcef)

Les observations des rejets de la mine de Kherzet Youcef, en microscopie électronique à balayage, confirment la présence de minéraux de gangue sous forme de dolomite et de calcite (**Fig.51**) et (Annexe A, Fig.1).

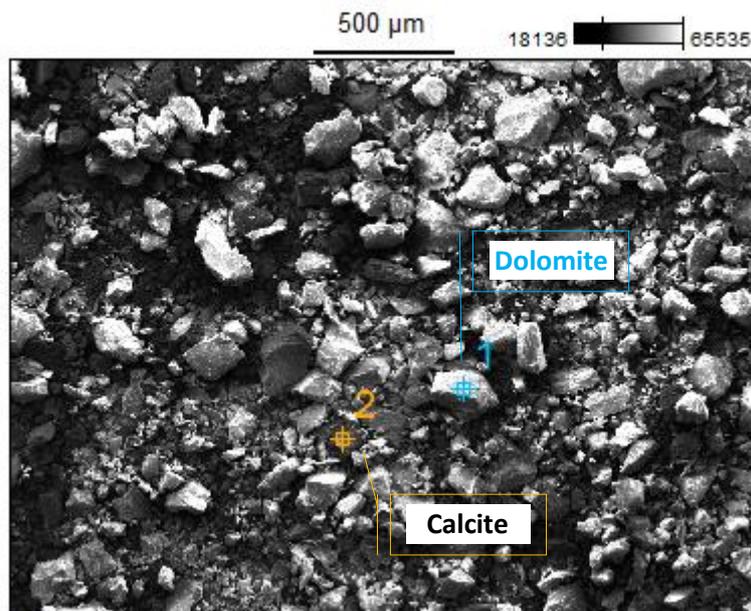


Fig. 51 Image obtenue au MEB-EDS montrant des grains de calcite et dolomite

2.3 Composition chimique des rejets

Les résultats de la caractérisation chimique des rejets de Kherzet Youcef, effectuée par fluorescence x, sont résumés dans le **tableau 20**. Ils montrent que les éléments majeurs dans les échantillons de rejets sont CaO 30,58%, la MgO 8.44%, la silice 3.02% et le fer 5.94%. Ces fortes concentrations de Ca et de Mg confirment la présence de dolomite dans l'échantillon.

Les concentrations en Zn et plomb sont aussi illustrées dans le tableau 20. Ces éléments chimiques montrent de fortes teneurs dans les échantillons en comparaison avec les valeurs limites, elles ont atteint 8569 ppm et 670 ppm pour le zinc et plomb respectivement.

Des éléments traces tels que le cuivre et le cadmium ont montré respectivement des valeurs de 68 ppm et 17 ppm. Le soufre total présente une teneur de 4.39%, cela est lié à la présence de minéraux sulfurés et sulfatés.

Le tableau ci- dessous résume l'ensemble des résultats de la caractérisation des rejets de Kherzet Youcef.

Tableau. 20 Résultats des caractéristiques physiques et chimiques des rejets de Kherzet Youcef

Paramètres	Symbole	Unité	Résultats
Caractéristiques physiques	D ₁₀	µm	16.79
	D ₃₀	µm	50.24
	D ₆₀	µm	101.96
	Cu = D ₆₀ /D ₁₀	-	6.07
	Cc = D ₃₀ ² /(D ₆₀ *D ₁₀)	-	1.47
	W	%	9.43
	pH		7.04
Caractéristiques chimiques	Mg	ppm	50900
	Al	ppm	5705
	Si	ppm	14100
	S	ppm	50900
	K	ppm	2505
	Ca	ppm	218400
	Mn	ppm	1037
	Fe	ppm	59400
	Cu	ppm	68
	Zn	ppm	8569
	Pb	ppm	670
Cd	ppm	17	

3 Résultats de la caractérisation des matériaux phosphatés

Les principales caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques des matériaux phosphatés (stériles carbonatés, phosphates bruts et rejets de phosphates) sont présentées dans cette section.

3.1 Caractérisation physique

3.1.1 Analyse granulométrique

La **figure 52** présente les courbes granulométriques des échantillons de phosphates et le **tableau 22** recense les principales informations tirées de celles-ci (D_{10} , D_{30} , D_{50} , D_{60} , D_{80} , C_u , C_c).

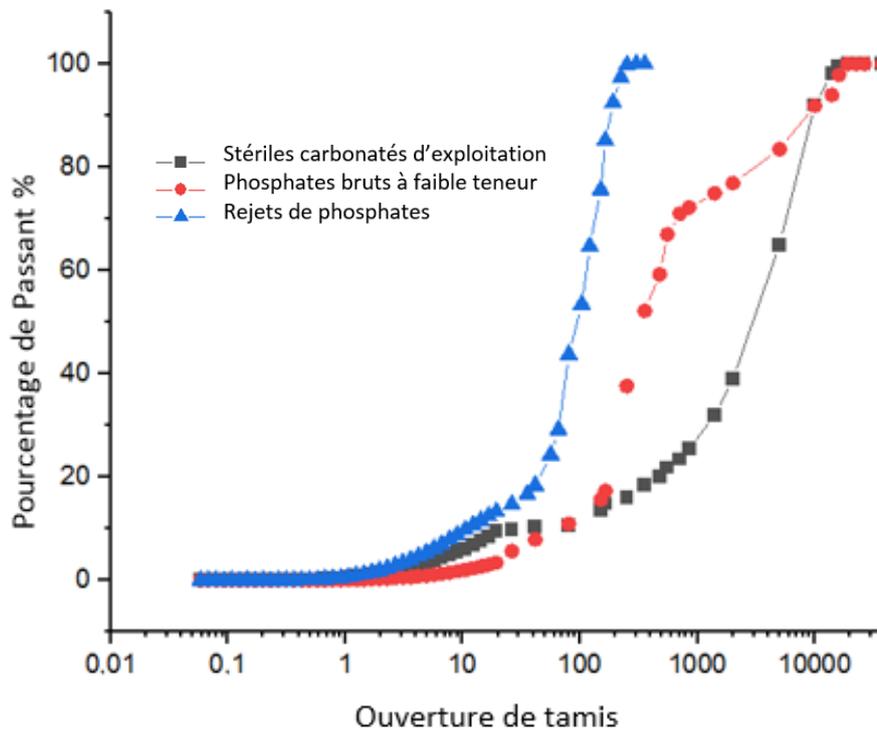


Fig. 52 Distribution granulométrique des matériaux phosphatés

Les courbes de distribution granulométrique des matériaux étudiés présentent un coefficient d'uniformité ($C_u = D_{60}/D_{10}$) supérieur à 2 (granulométrie étalée), tandis que le coefficient de courbure ($C_c = D_{30}^2/(D_{60} \cdot D_{10})$) varie de 1.43 à 9.53. D'après les résultats de C_c et C_u obtenus, les courbes des stériles carbonatés et les phosphates bruts sont mal graduées. Ces deux matériaux montrent plus de 50% des éléments en poids $> 80 \mu\text{m}$, il y'a donc la présence de graviers, de sables et de limons. Les rejets phosphatés présentent 47% de particules ont un diamètre $< 80 \mu\text{m}$. Ainsi, ces résidus sont majoritairement fins, $C_c < 3$, la granulométrie est serrée.

3.1.2 Conductivité hydraulique

Le coefficient de perméabilité (K_{sat}), mesuré pour les stériles carbonatés, est d'environ $1,21 \cdot 10^1 \text{ cm/s}$ (**Tableau 22**), ce qui suggère que le matériau a une perméabilité très élevée. Cette valeur de k_{sat} favorise de ce fait la libre circulation du drainage minier acide à traiter. A noter que la perméabilité du drain de traitement influence l'efficacité du système ; il doit être suffisamment perméable pour fournir un flux adéquat et éviter le colmatage, tout en maintenant simultanément le temps de séjour requis pour un traitement efficace.

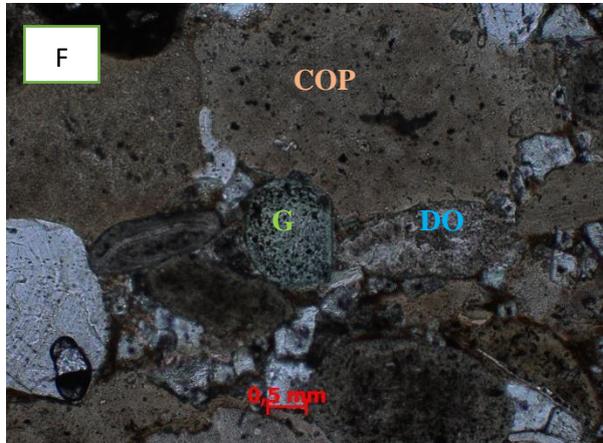
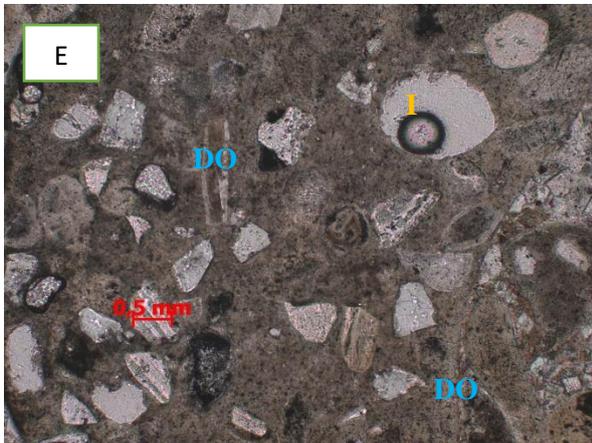
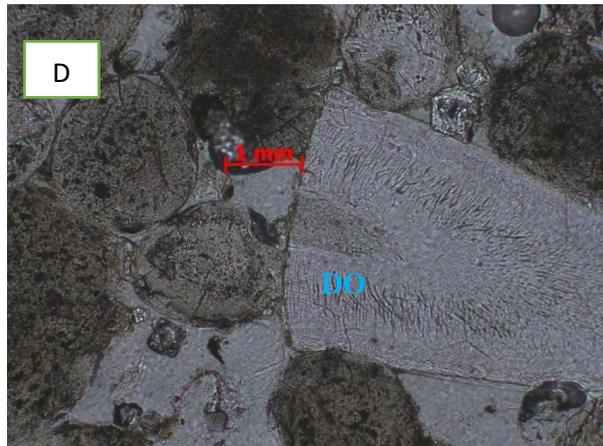
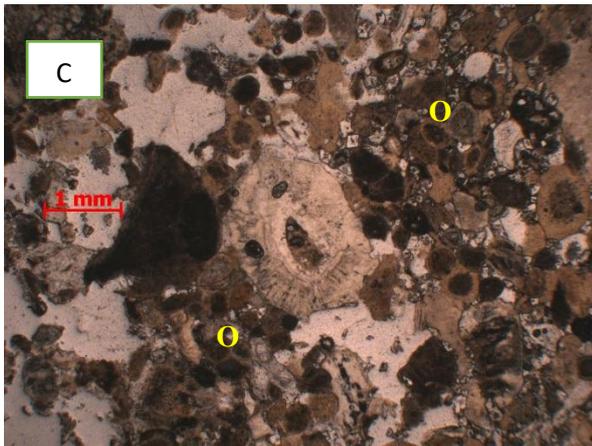
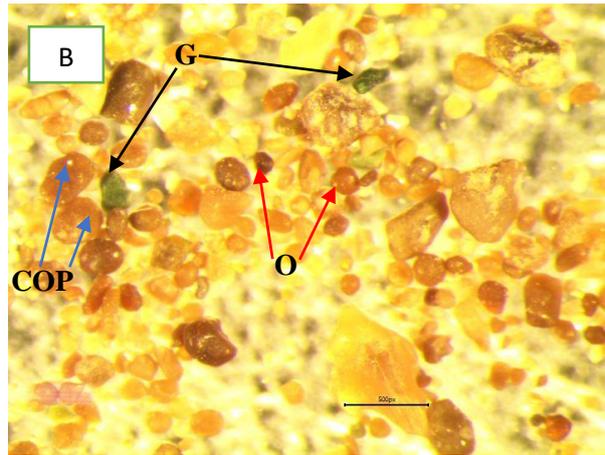
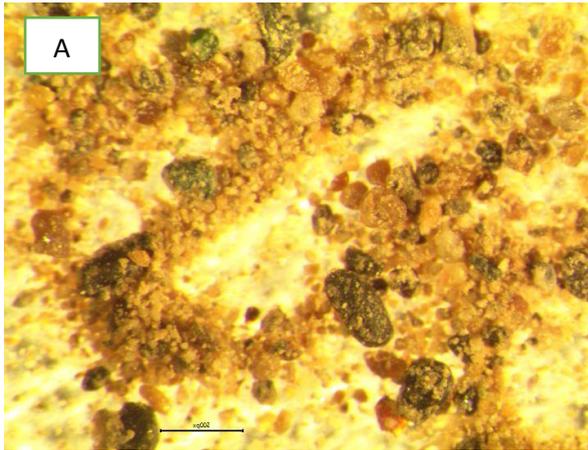
3.1.3 Capacité d'échange cationique CEC

Les résultats de CEC des matériaux étudiés varient entre 9 meq/100g et 27,9 meq/100g, avec un maximum de CEC pour les rejets de phosphates et un minimum pour les stériles carbonatés. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par diffraction aux rayons X pour la composition minéralogique, qui montraient la présence de 0,48% de kaolinite dans les résidus (voir 3.2). Des recherches antérieures ont montré que lorsque le pourcentage d'argile augmente, la CEC augmente considérablement (Awad et al., 2019). Ces phyllosilicates ont une CEC élevée en raison de leur cristallographie (couches), ce qui est avantageux pour une fixation efficace des métaux, offrant ainsi un meilleur traitement passif.

La présence de kaolinite dans les résidus provenant des usines de concentration est typique des roches sédimentaires constituant les phosphates bruts. En fait, les argiles sont couramment associées à d'autres roches sédimentaires phosphatées, comme la palygorskite observée dans les phosphates marocains (Loutou et al., 2019 ; Moukannaa et al., 2020). Les matériaux argileux présentent généralement une capacité d'échange cationique élevée et peuvent effectivement retenir les ions chargés positivement (Edahbi, 2018).

3.2 Caractérisation minéralogique

La caractérisation minéralogique des phosphates bruts a été effectuée à partir de lames minces observées au microscope optique polarisant. Elle a été complétée par la spectrométrie de diffraction X, qui a principalement permis d'identifier les minéraux de gangue et une microscopie électronique à balayage pour l'observation en haute résolution de la surface des minéraux.



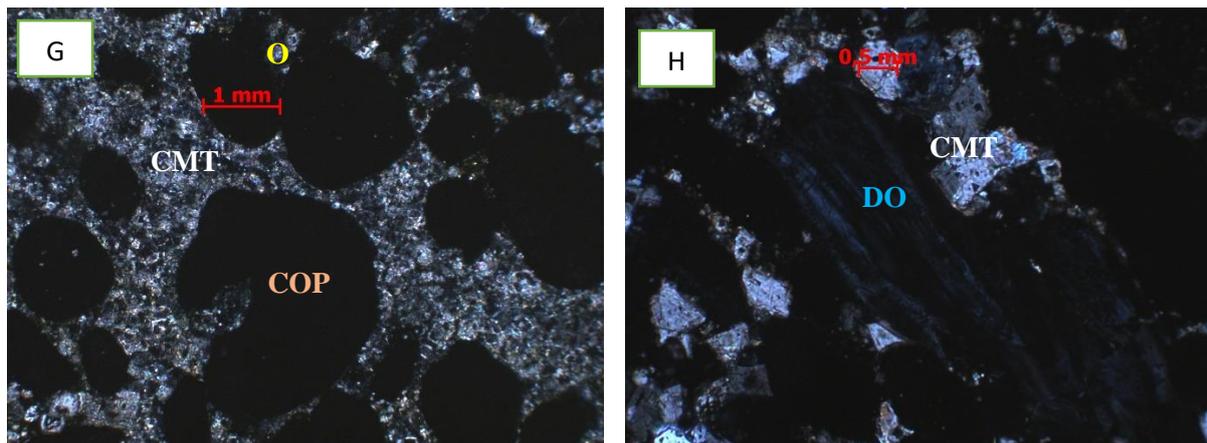


Fig. 53 Microphotographies montrant les phosphates à grains fins à une abondance de débris osseux observés à la loupe binoculaire et microscope optique en lumière naturelle (LN) et polarisée (LP). (A et B) : Vue générale des phosphates de différentes formes et tailles (loupe binoculaire) ; (C) Oolithes arrondies à subarrondies de couleur beige à marron ; (D) Débris osseux ; (E) Inclusion dolomitique ; (F) Coprolithes de formes irrégulières avec des grains de glauconite ; (G et H) Oolithes entourées d'une matrice carbonatée (ciment).
O : Oolithe ; **COP** : Coprolithe ; **G** : Glauconite ; **DO** : Débris osseux ; **I** : Inclusion dolomitique ; **CMT** : Ciment.

La caractérisation des phosphates de Djebel Onk révèle la présence des apatites dans les oolithes, les pseudo oolithes, les coprolithes et les débris osseux (bioclastes). Les oolithes ont une taille qui varie entre 30 à 80 μm , souvent brun clair à marron, elles sont arrondies à subarrondies et se présentent sous forme d'une couche concentrique entourée par des débris organiques ou d'un ciment.

Les coprolithes avec une dimension jusqu'à 1mm sont caractérisés par des formes irrégulières. L'examen microscopique montre que les grains sont cimentés par une matrice carbonatée (dolomitique ou calcitique). La glauconite et le quartz sont également observés. La glauconite est présente sous forme d'agrégats polycristallins arrondis, de couleur vert clair à foncé, avec une taille allant de 100 à 250 μm (**Fig.53**).

Une analyse au microscope électronique à balayage équipé d'un détecteur de rayons X « EDS » a été conduite, correspondant aux images ci-dessous (**Fig. 54**).

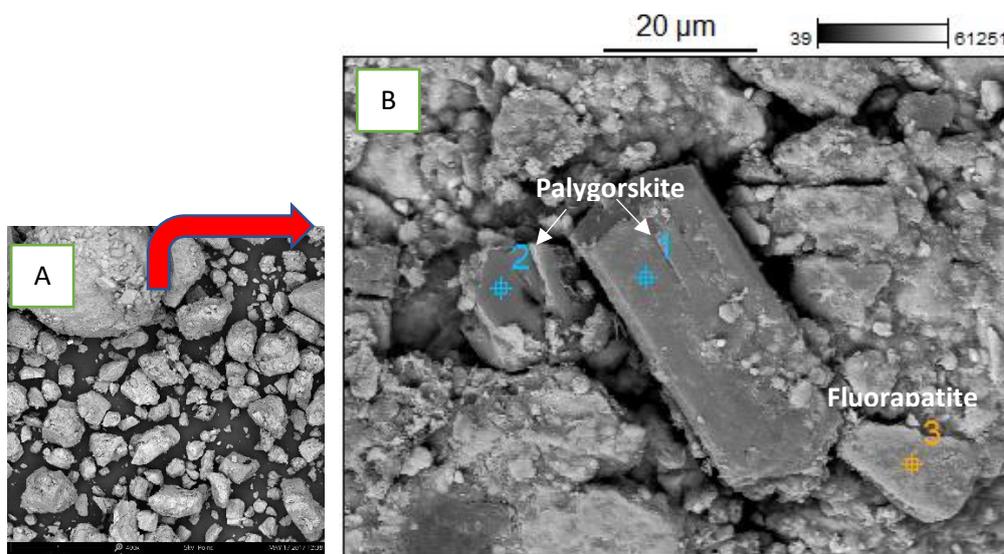


Fig. 54 Images obtenues au MEB-EDS des phosphates bruts

Tableau. 21 Composition chimique de l'échantillon de phosphates bruts (point 3)

<i>Element</i>	<i>Masse %</i>	<i>Atome %</i>	<i>Formule</i>	<i>Composition %</i>
<i>C K</i>	3.9	6.6	C	3.9
<i>O K</i>	50.2	63.3	O	50.2
<i>F K</i>	8.1	8.6	F	8.1
<i>Na K</i>	1.4	1.2	Na	1.4
<i>Mg K</i>	0.7	0.6	Mg	0.7
<i>Al K</i>	0.2	0.2	Al	0.2
<i>Si K</i>	1.0	0.7	Si	1.0
<i>P K</i>	9.6	6.3	P	9.6
<i>S K</i>	0.2	0.1	S	0.2
<i>Ca K</i>	24.6	12.4	Ca	24.6
<i>Total</i>	100.0	100.0		100.0

L'analyse réalisée sur les phosphates bruts a montré la présence de fluorapatite ($\text{Ca}(\text{PO}_4)_3\text{F}$) (Fig A et B) qui est normalement arrondie ou subarrondie, quoiqu'elles peuvent aussi être de forme ovale ou irrégulière. La palygorskite ($\text{Mg,Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) est aussi observée. Les concentrations chimiques d'un seul grain de fluorapatite sont résumées dans le **tableau 21**. Les principaux éléments présents dans la particule sont : Calcium ($\text{Ca} = 24.6\%$), oxygène ($\text{O} = 50.2\%$), phosphore ($\text{P} = 9.6\%$), Fluor ($\text{F} = 8.1\%$) et carbone ($\text{C} = 3.9\%$) (Voir aussi l'annexe A, Fig.2).

Les diffractogrammes des échantillons testés et leurs interprétations sont détaillés dans la **figure 55**. Les stériles sont principalement composés de minéraux carbonatés (dolomite à 95.9% et

calcite à 0.2%), de quartz (2.5%), et d'ilménite (1.4%), tandis que les minéraux présents dans les phosphates bruts comprennent la dolomite (55.7%), la calcite (18.5%) et la fluorapatite (25.8%). Les résidus de concentration ont des compositions minéralogiques similaires. Ces déchets sont constitués de 59.2% dolomie, 20.5% calcite, et 19.8% de fluorapatite ; la kaolinite est aussi présente dans ces résidus mais en faible proportion (0.5%).

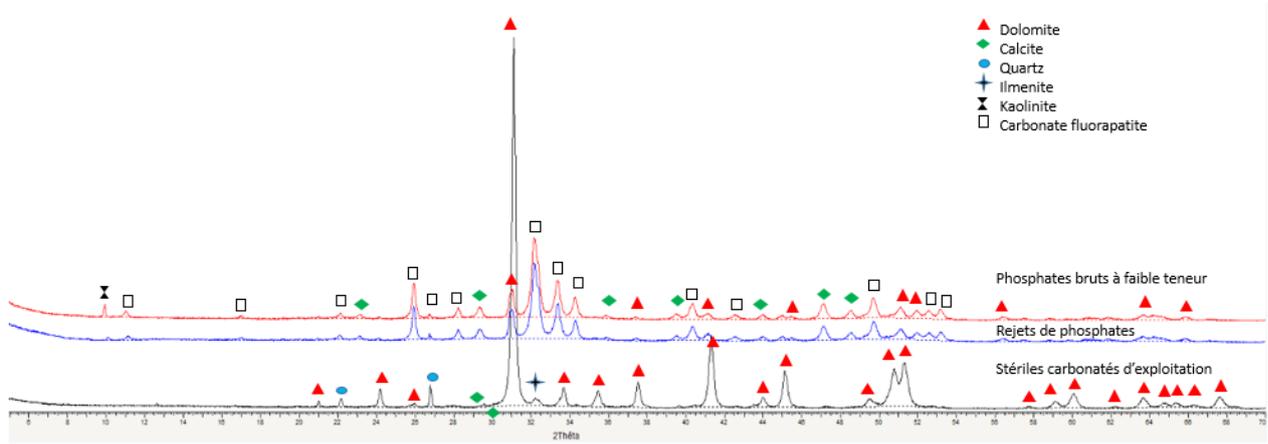


Fig. 55 Spectres DRX des matériaux phosphatés (SC, PB, RP)

3.3 Caractérisation chimique

L'analyse chimique par fluorescence aux rayons X des matériaux phosphatés a révélé que, les teneurs en calcium et magnésium sont élevées dans les stériles carbonatés (32.5% CaO et 2.2% MgO) par rapport aux autres échantillons, en raison de la forte teneur en dolomie. Le minerai de phosphates (PB) et les rejets de phosphates (RP) présentent des niveaux élevés de CaO (45.2%), de P₂O₅ (28.8%) et de SiO₂ (4.0%). Pour tous les échantillons, le Fe a montré des valeurs allant de 0.1% à 0.3%. D'autres éléments chimiques tels que Co (7-72 ppm), Zn (89-228 ppm), Ba (61-1481 ppm), Pb (46-112 ppm) et Cd (<5 ppm) sont présents à des concentrations relativement faibles.

Le potentiel net de neutralisation pour tous les échantillons a été déterminé à partir des valeurs de carbone total et de soufre total mesurées par le four à induction (Méthode de Miller, 1991). Les résultats (**Tableau 22**) montrent que les stériles carbonatés ont un potentiel de neutralisation élevé (NP = 1000 kg CaCO₃/t) par rapport aux autres échantillons (phosphates bruts NP = 270.39 kg CaCO₃/t ; résidus de phosphates NP = 304.94 kg CaCO₃/t). La capacité potentielle de génération d'acide pour les stériles carbonatés est faible (PA = 2.93 kg CaCO₃/t). En revanche, les deux autres échantillons ont montré des valeurs de PA similaires (environ 35 kg CaCO₃/t).

Tableau. 22 Caractéristiques des matériaux phosphatés

Paramètres	Symbole	Unité	SC	PB	RP
Caractéristiques physiques	D ₁₀	µm	36.50	75.63	10.38
	D ₃₀	µm	1209.32	226.64	66.87
	D ₅₀	µm	2955.25	336.94	98.35
	D ₆₀	µm	4202.88	473.71	113.54
	D ₈₀	µm	7357.19	3091.47	151.14
	Cu = D ₆₀ /D ₁₀	-	115.15	6.26	10.38
	Cc =	-	9.53	1.43	3.60
	D ₃₀ ² /(D ₆₀ *D ₁₀)	-	-	-	-
	Perméabilité (K _{sat})	cm/s	1.21 10 ⁻¹	-	-
	CEC	(meq/100g)	9	25.85	27.9
Caractéristiques chimiques	Mg	mg/L	13500	4854	7220
	Al	mg/L	1173	3919	4250
	Si	mg/L	10400	20300	19000
	P	mg/L	4946	108000	126300
	S	mg/L	2037	15400	16600
	C	mg/L	119900	32300	36400
	K	mg/L	2451	1271	1270
	Ca	mg/L	232600	313500	323400
	Mn	mg/L	48	191	149
	Fe	mg/L	1279	2939	2106
	Co	mg/L	07	39	72
	Zn	mg/L	89	228	141
	Ba	mg/L	61	1481	232
	Pb	mg/L	46	112	-
	Cd	mg/L	-	<5	-
Composition minéralogique	Dolomite	%	95.96	55.69	59.24
	Calcite	%	0.22	18.48	20.52
	Quartz	%	2.45	-	-
	Fluorapatite	%	-	25.83	19.76
	Ilmenite	%	1.37	-	-
	Kaolinite	%	-	-	0.48
PN, PA	NP	kg CaCO ₃ /t	1005	270	305
	AP	kg CaCO ₃ /t	2.9	35.7	33.9
	NNP= NP-AP	(kg CaCO ₃ /t)	998	235	271

4 Résultats de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols et résidus miniers

Dans le but d'évaluer la toxicité et le niveau de contamination métallique dans les sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef, les indices de pollution des sols ont été calculés.

Afin de prédire la disponibilité des ETM dans les sols/rejets, deux types de solutions d'extraction sont principalement utilisés : La solution saline chlorure de calcium CaCl_2 et l'acide nitrique HNO_3 . Notons que le chlorure de calcium est utilisé pour extraire les métaux les plus mobiles et potentiellement les plus disponibles.

4.1 Cas de Sidi Kamber

Les concentrations en éléments métalliques (Cd, Pb, Cu et Zn) sont récapitulées dans le **tableau 23**. Les résultats obtenus révèlent une différence significative dans les teneurs des métaux étudiés par les deux solutions d'extraction (HNO_3 et CaCl_2), les concentrations sont très faibles dans les fractions extraites par la solution saline. Sur les dix-huit points de prélèvement, les échantillons du site SKF présentent les niveaux les plus élevés en Pb et Zn avec (15.04 à 23.63 mg/L) et (137.23 à 179.54 mg/L) respectivement. Les autres métaux sont présents dans tous les échantillons mais à des faibles concentrations.

Les résultats des teneurs en ETM extraits par l'acide nitrique montrent des valeurs supérieures à celles des normes à respecter pour les métaux : Cd (1 – 3 mg/L), Pb (50 - 130 mg/L), Cu (50 - 140 mg/L) et Zn (150 – 300 mg/L). Les niveaux les plus élevés de Pb et Cd ont été observés au site SKG (SKG3, pour le Cd 26.220 mg/L et SKG2 et SKG3 pour le plomb respectivement (794.067 et 759.048 mg/L). Le site de SKF, et principalement le point d'échantillonnage SKF1, se caractérise par la teneur la plus élevée en Zn (180.157 mg/L). Les sols (T1 à T6) sont caractérisés par des concentrations en cuivre qui varient de 9.01 mg/L à 13.76 mg/L (**Fig.56**).

Tableau. 23 Concentrations de métaux lourds extraits par CaCl₂ et HNO₃ (Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber)

Echantillons	Concentrations de métaux lourds extraits avec 0.01 M de CaCl ₂					Concentrations de métaux lourds extraits avec 10 % de HNO ₃				
	Masse sèche (g)	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)	Masse sèche (g)	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)
SKF 1 (F1)	5.006	1.093	23.631	0.993	168.656	10.022	1.136	240.220	3.154	180.157
SKF 2 (F2)	5.009	0.926	17.607	0.815	137.229	10.024	9.693	175.949	2.065	138.393
SKF 3 (F3)	5.015	1.104	15.043	0.963	173.857	10.001	8.689	186.174	2.292	145.934
SKF 4 (F4)	5.014	1.080	19.579	0.982	171.734	10.038	19.549	173.660	2.048	131.497
SKF 5 (F5)	5.002	1.099	19.578	1.050	179.543	10.011	1.363	197.587	2.174	135.929
SKF 6 (F6)	5.014	1.056	18.733	0.994	170.647	10.018	0.895	199.383	2.497	142.035
SKG 1 (G1)	5.026	1.011	4.302	0.349	78.328	10.032	11.187	586.017	6.039	106.129
SKG 2 (G2)	5.025	0.728	4.097	0.317	75.472	10.081	1.088	794.067	8.296	122.174
SKG 3 (G3)	5.054	0.754	3.924	0.399	79.640	10.038	26.220	759.048	8.678	125.782
SKG 4 (G4)	5.055	0.756	3.713	0.291	79.133	10.029	9.551	565.198	6.210	105.536
SKG 5 (G5)	5.066	0.749	3.860	0.439	77.406	10.072	1.045	602.241	6.238	109.561
SKG 6 (G6)	5.048	0.759	3.922	0.377	82.167	10.048	0.774	512.277	4.415	103.777
T 1	5.013	0.552	0.352	0.142	48.719	10.04	0.731	79.678	9.414	50.997
T 2	5.005	0.562	0.449	0.121	48.931	10.068	0.779	71.574	9.037	47.884
T 3	5.011	0.544	0.887	0.069	48.640	10.011	0.823	78.946	10.538	51.770
T 4	5.003	0.530	0.859	0.008	47.272	10.029	3.671	77.179	9.018	51.084
T 5	5.019	0.512	0.802	0.112	46.181	10.031	0.696	170.262	13.766	63.718
T 6	5.013	0.523	0.955	0.068	46.353	10.001	0.682	171.596	13.603	63.468
Valeurs limites* mg/kg							1-3	50-130	50-140	150-300

(*) Limites réglementaires pour les concentrations de métaux lourds dans le sol (EU-Richtlinie 91/692/EWG, ABI EG, 31. Dec. 1991 Nr. L377, p. 48) et KSVO, 1992)

Tableau. 24 Concentrations de métaux lourds extraits par CaCl₂ et HNO₃ (Cas de la mine de Kherzet Youcef)

<i>Echantillons</i>	<i>Concentrations de métaux lourds extraits avec 0.01 M de CaCl₂</i>					<i>Concentrations de métaux lourds extraits avec 10 % de HNO₃</i>				
	Masse sèche (g)	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)	Masse sèche (g)	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)
<i>KH 1</i>	5.021	0.019	-0.237	-0.276	7.645	10.018	10.288	1157.196	57.535	3363.143
<i>KH 2</i>	5.025	0.065	-0.316	7.999	18.681	10.08	10.136	1049.044	61.485	3470.452
<i>KH 3</i>	5.041	0.035	-0.369	-0.105	8.679	10.018	9.696	1117.524	58.024	3291.550
<i>KH 4</i>	5.035	0.037	0.111	-0.189	9.742	10.04	9.763	1113.870	65.996	3341.600
<i>KH 5</i>	5.024	0.055	-0.103	-0.358	8.970	10.021	8.615	976.712	44.856	3075.455
<i>KH 6</i>	5.031	0.034	-0.325	-0.137	7.760	10.069	8.055	1093.860	62.378	2928.744
<i>KH 7</i>	5.035	0.020	0.017	-0.236	2.251	10.09	0.954	60.694	7.652	251.325
<i>KH 8</i>	5.025	0.015	-0.130	-0.125	1.125	10.063	0.526	51.362	4.623	120.35
<i>KH 9</i>	5.012	0.011	-0.102	-0.145	1.362	10.015	0.485	32.654	4.659	65.325
<i>KH 10</i>	5.019	0.016	-0.085	-0.118	0.852	10.042	0.325	33.154	1.235	50.542
<i>Valeurs* limites mg/kg</i>							1-3	50-130	50-140	150-300

(*) Limites réglementaires pour les concentrations de métaux lourds dans le sol (EU-Richtlinie 91/692/EWG, ABI EG, 31. Dec. 1991 Nr. L377, p. 48) et KSVO, 1992)

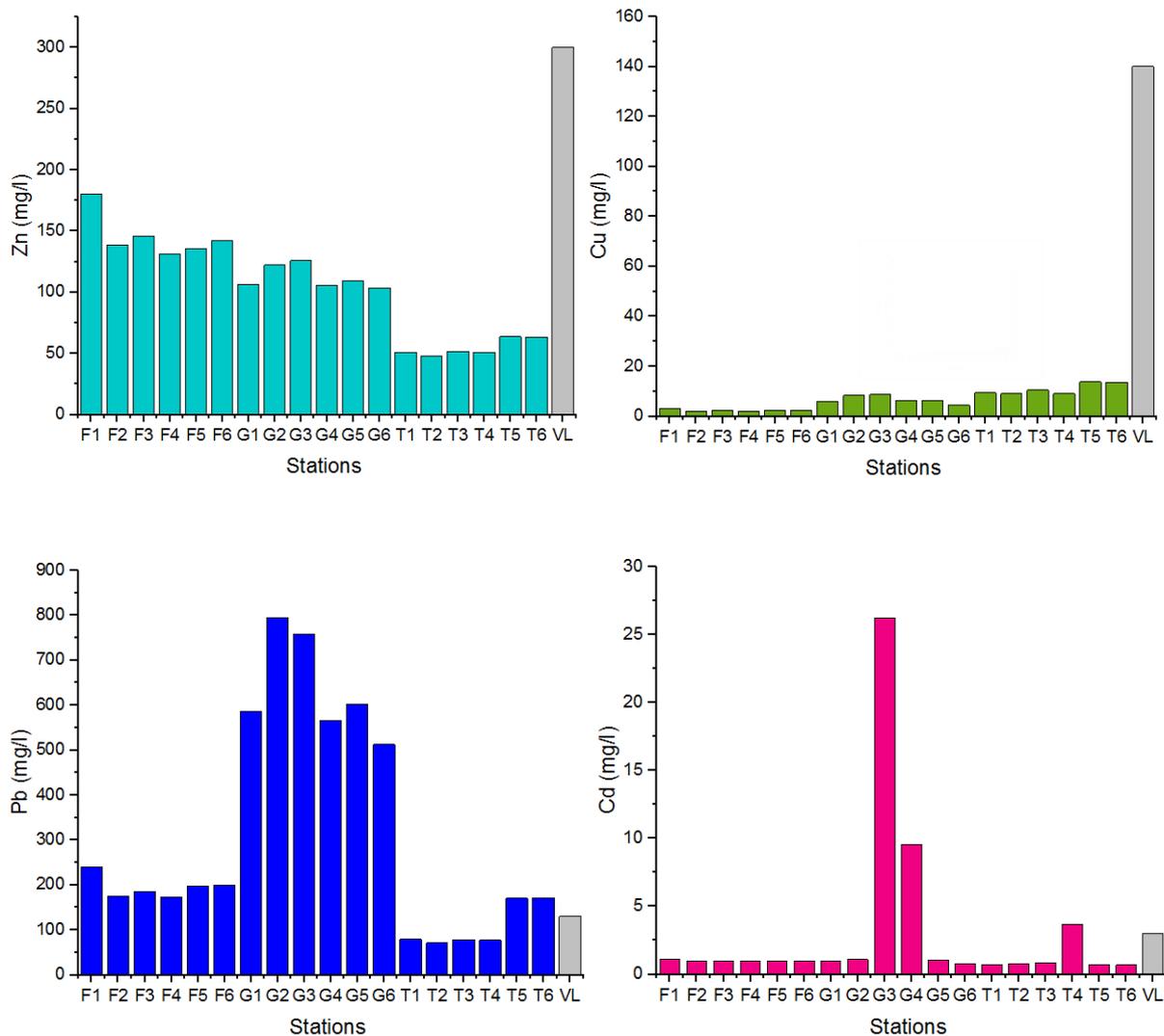


Fig. 56 Concentrations de métaux lourds extraits par HNO₃ (Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber)

4.2 Cas de Kherzet Youcef

Les concentrations de quatre métaux extraits par CaCl₂ et HNO₃ ont été mesurées et comparées aux limites admissibles internationalement recommandées pour la qualité de sol (**Tableau.24**).

Sur tous les sites étudiés, les éléments métalliques extractibles par CaCl₂ présentent des valeurs très faibles, les concentrations moyennes de Cu, Cd, Pb, et Zn étant respectivement de 0.63, 0.03, -0.17 et 6.70 mg/L.

Dans la plupart des cas, les concentrations de Zn (50.54 à 3470.45 mg/L), Pb (32.65 à 1157.196 mg/L) et Cd (0.325 à 10.288 mg/L) dépassent les normes environnementales. Les concentrations les plus élevées de Pb et Zn ont été enregistrées dans 6 points de prélèvement (KH1 à KH6).

Les stations KH8, KH9 et KH10 présentent des teneurs inférieures aux concentrations limites de Cd, Pb, Zn et Cu. Les valeurs de Cu aux divers sites varient de 1,23 mg/L (KH10) à 65.996 mg/L (KH4). L'ordre des métaux dans la fraction extrait avec HNO₃ est le suivant : Zn > Pb > Cu > Cd (Fig.57).

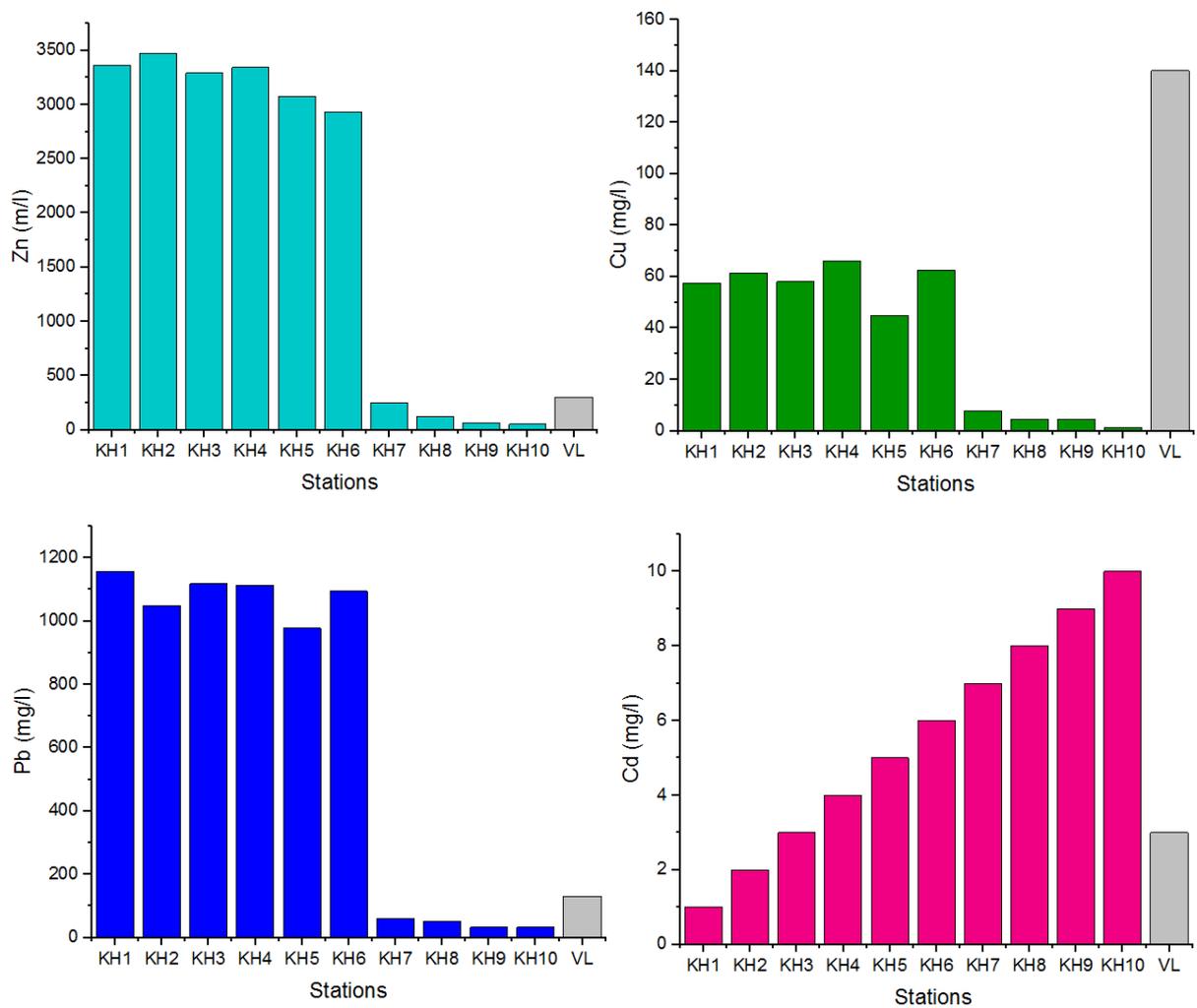


Fig. 57 Concentrations de métaux lourds extraits par HNO₃ (Cas de la mine de Kherzet Youcef)

5 Résultats de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des plantes

La biodisponibilité consiste à déterminer la capacité d'une quantité d'un élément présent dans le sol à être absorbé par un organisme vivant (Newman and Jagoe, 1994). Le changement de la biodisponibilité d'un élément polluant correspond à un changement de toxicité.

Une vingtaine de métaux lourds sont essentiels aux organismes vivants, ils sont impliqués dans les processus physiologiques, principalement, la photosynthèse, la respiration, et l'assimilation des macronutriments (Kabata-Pendias and Pendias, 2001 ; Remon, 2006). Une forte concentration de ces métaux engendre un stress et un changement de la réaction physiologique. Les métaux sont absorbés via la paroi cellulaire par diffusion à travers le système racinaire et l'endoderme. Le passage de l'élément métallique des racines vers les parties aériennes est appelé « translocation », un phénomène qui nécessite parfois la présence des agents complexants, tels que les acides organiques, les acides aminés et divers peptides. La translocation d'éléments polluants est plus importante chez certaines espèces que chez d'autres, entraînant une accumulation de ces éléments dans les parties aériennes. L'examen botanique des sites d'études (Sidi Kamber et Kherzet Youcef) a permis d'identifier 14 espèces et 6 familles, Il s'agit de plantes herbacées vivaces et des graminées. La zone de Sidi Kamber était divisée en deux zones distinctes SKF et SKG : la première renferme 7 points d'échantillonnage (SKF1 à SKF7) dominée par la famille *Asteraceae* et *Artemisiaceae* et la deuxième couvre 5 espèces (SKG1 à SKG7) caractérisée par la famille *Tamaricaceae*.

L'accumulation de métaux lourds par la végétation a été estimée en mesurant les concentrations de métaux dans les feuilles, tiges et racines. Les résultats sont présentés dans les **tableaux 25 et 26**.

5.1 Cas du site de Sidi Kamber

Douze espèces végétales appartenant à cinq familles ont été échantillonnées dans la mine abandonnée de Sidi Kamber sur deux sites SKF et SKG. La distribution des concentrations en métaux varie d'une espèce à l'autre et d'un point de prélèvement à l'autre en raison des teneurs initiales en métaux dans le sol, à la biodisponibilité du métal lui-même en fonction des propriétés physico-chimiques du sol, au rôle biologique de chaque métal et à la bioaccumulation végétale (Gherib et al., 2017).

5.1.1 SKF

Dans les feuilles des plantes du site SKF, les teneurs moyennes en métaux sont 9,063 mg/L pour le Cd, pour le 51.21 mg/L Pb, 10.205 mg/L pour le Cu et 792.937 mg/L pour le Zn. Les métaux dans les systèmes racinaires présentent des teneurs élevées par rapport aux autres parties (3.561 à 24.477 mg/L de Cd), (11.082 à 431.518 mg/L de Pb), (3.056 à 21.058 mg/L de Cu) et (185.705 à 963.775 mg/L de Zn).

Les différences entre les teneurs en métaux des racines et des feuilles sont significatives pour toutes les espèces. L'ordre d'accumulation des métaux est le suivant : Zn > Pb > Cu > Cd (**Tableau.25 et Fig.58**).

La plus forte accumulation de Pb et de Zn a été observée chez les deux espèces *Asteraceae Sperguralia* et *Salvia algeriensis*. *Artemisiaceae sp* a aussi montré une certaine accumulation de Zn. Pour le cadmium, la teneur la plus élevée est de 24.477 mg/L (enregistrée aux niveaux des racines de *Salvia algeriensis*) tandis que la teneur la plus élevée de cuivre est de 54.375 mg/L (mesurée dans les feuilles de *Asteraceae Sperguralia*).

Une comparaison des valeurs de concentrations des métaux dans les tissus végétaux avec celles des environnements naturels (normes), indique que ces espèces peuvent être un signe de phytotoxicité.

La capacité des végétaux pour absorber, transloquer et accumuler les éléments traces dans leurs parties aériennes étant d'une importance capitale (Lambers et al., 2005), différents indices permettent d'évaluer le potentiel des espèces pour décontaminer les sols.

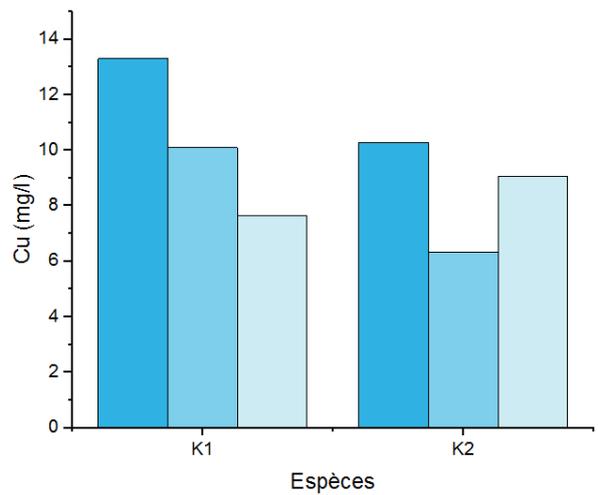
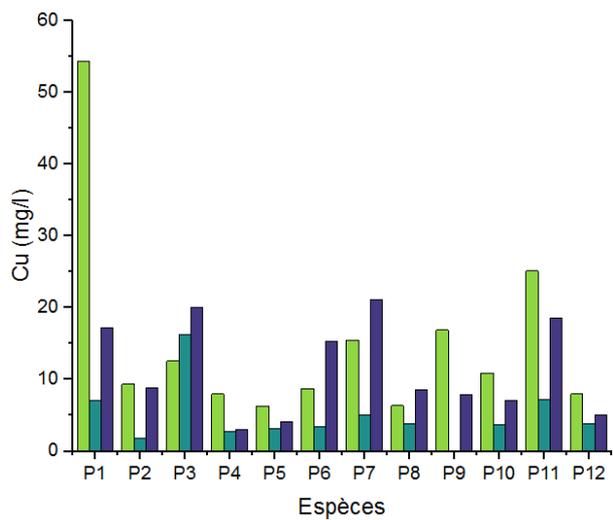
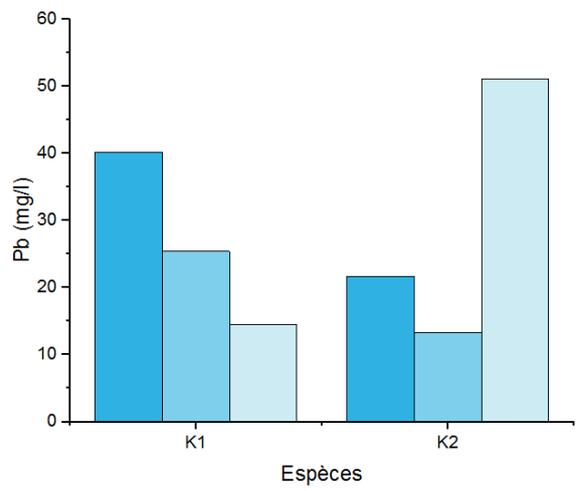
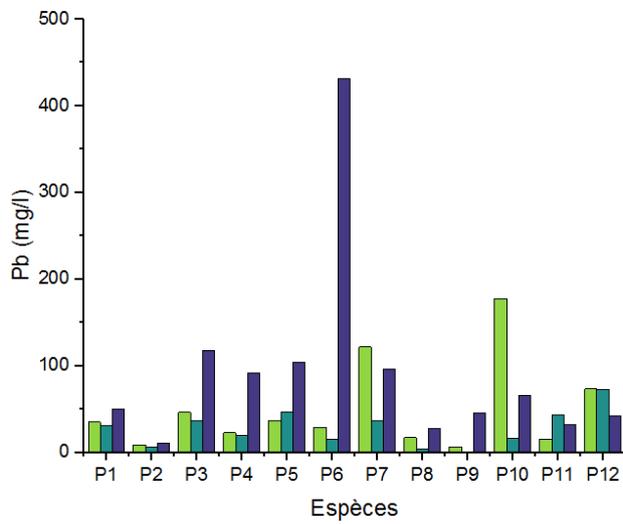
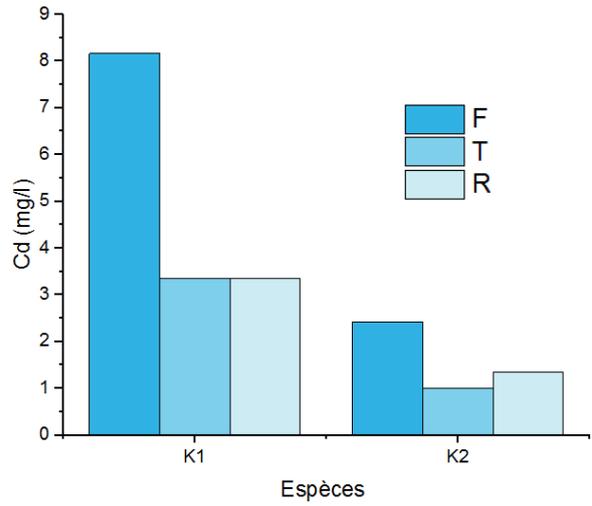
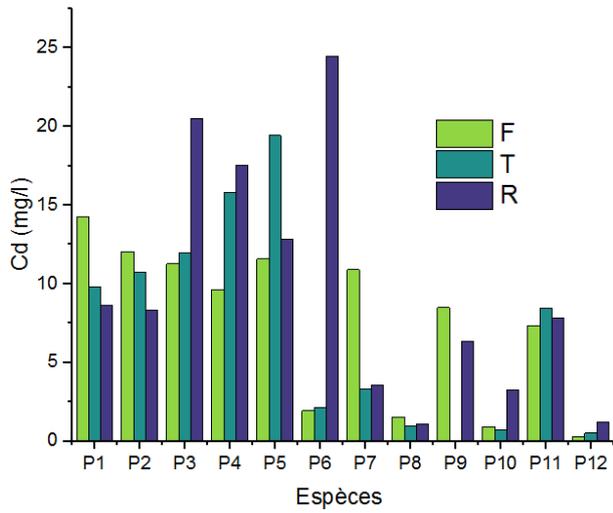
Le calcul de l'indice de translocation pour chaque métal montre les valeurs suivantes : pour Cd (FT max : 3.057 dans les tissus de *Asteraceae Sperguralia* au point SKF7), Pb (FT max : 1.263 dans les tissus de *Asteraceae Sperguralia* au point SKF7), Cu (FT max : 3.160 dans les tissus de *Sperguralia* au point SKF1) et Zn (FT max : 4.345 dans les tissus de *Asteraceae Sperguralia* au point SKF7). Certains métaux sont plus mobiles que d'autres et peuvent être facilement transférés aux parties aériennes des plantes (Gherib et al., 2017).

Tableau. 25 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes (SKF)

	<i>Parties de la plante</i>	<i>Cd(mg/L)</i>	<i>Pb (mg/L)</i>	<i>Cu (mg/L)</i>	<i>Zn (mg/L)</i>
<i>SKF1 (P1)</i> <i>Asteraceae</i> <i>Sperguralia</i>	Feuilles	14.274	35.043	54.375	1002.764
	Tige	9.800	31.312	7.046	284.488
	Racines	8.633	50.249	17.205	299.386
	IT	1.653	0.697	3.160	3.349
<i>SKF2 (P2)</i> <i>Artemisiecae sp</i>	Feuilles	12.050	8.865	9.346	491.869
	Tige	10.720	5.819	1.888	127.007
	Racines	8.308	11.082	8.837	186.640
	IT	1.450	0.799	1.057	2.635
<i>SKF3 (P3)</i> <i>Asteraceae</i> <i>Sperguralia</i>	Feuilles	11.271	46.294	12.557	843.513
	Tige	11.989	36.844	16.315	271.004
	Racines	20.521	117.478	19.972	689.091
	IT	0.549	0.394	0.628	1.224
<i>SKF4 (P4)</i> <i>Artemisiecae sp</i>	Feuilles	9.643	22.796	7.972	564.097
	Tige	15.811	20.269	2.780	233.813
	Racines	17.513	91.186	3.056	541.591
	IT	0.550	0.249	2.608	1.041
<i>SKF5 (P5)</i> <i>Artemisiecae sp</i>	Feuilles	11.581	36.661	6.309	829.917
	Tige	19.427	46.919	3.191	618.554
	Racines	12.814	103.902	4.116	475.559
	IT	0.903	0.352	1.532	1.745
<i>SKF6 (P6)</i> <i>Salvia algeriensis</i>	Feuilles	1.932	28.842	8.699	920.223
	Tige	2.156	15.644	3.419	350.862
	Racines	24.477	431.518	15.284	963.775
	IT	0.078	0.066	0.569	0.954
<i>SKF7 (P7)</i> <i>Asteraceae</i> <i>Sperguralia</i>	Feuilles	10.890	121.465	15.492	806.939
	Tige	3.320	36.935	5.074	86.437
	Racines	3.561	96.166	21.058	185.705
	IT	3.057	1.263	0.735	4.345

Tableau. 26 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes (SKG et KH)

	<i>Parties de la plante</i>	<i>Cd(mg/L)</i>	<i>Pb (mg/L)</i>	<i>Cu (mg/L)</i>	<i>Zn (mg/L)</i>
<i>SKG1 (P8)</i> <i>Tamaricaceae</i> <i>Tamarix usneoides</i>	Feuilles	1.541	17.239	6.358	128.121
	Tige	0.976	3.396	3.853	40.737
	Racines	1.065	27.247	8.573	145.495
	IT	1.446	0.632	0.741	0.880
<i>SKG2 (P9)</i> <i>Myrtus communis</i>	Feuilles	8.489	6.493	16.891	664.456
	Tige	-	-	-	-
	Racines	6.351	45.881	7.949	771.203
	IT	1.336	0.141	2.124	0.861
<i>SKG3 (P10)</i> <i>Tamaricaceae</i> <i>Tamarix usneoides</i>	Feuilles	0.914	177.167	10.918	307.233
	Tige	0.709	16.049	3.676	52.096
	Racines	3.252	66.027	7.115	124.225
	IT	0.281	2.683	1.534	2.473
<i>SKG5 (P11)</i> <i>Myrtus communis</i>	Feuilles	7.329	15.009	25.110	698.476
	Tige	8.456	43.175	7.231	726.546
	Racines	7.843	32.421	18.565	881.704
	IT	0.934	0.462	1.352	0.792
<i>SKG7 (P12)</i> <i>Tamaricaceae</i> <i>Tamarix usneoides</i>	Feuilles	0.285	73.041	7.974	160.556
	Tige	0.510	72.838	3.834	55.675
	Racines	1.198	42.475	5.009	91.935
	IT	0.238	1.719	1.591	1.746
<i>KH1</i> <i>K1</i>	Feuilles	8.165	40.179	13.302	886.806
	Tige	3.358	25.392	10.091	495.419
	Racines	3.344	14.524	7.650	269.552
	IT	2.441	2.766	1.738	3.289
<i>KH2</i> <i>K2</i>	Feuilles	2.417	21.709	10.273	850.483
	Tige	1.004	13.284	6.319	400.193
	Racines	1.335	51.037	9.052	774.641
	IT	1.811	0.425	1.134	1.097



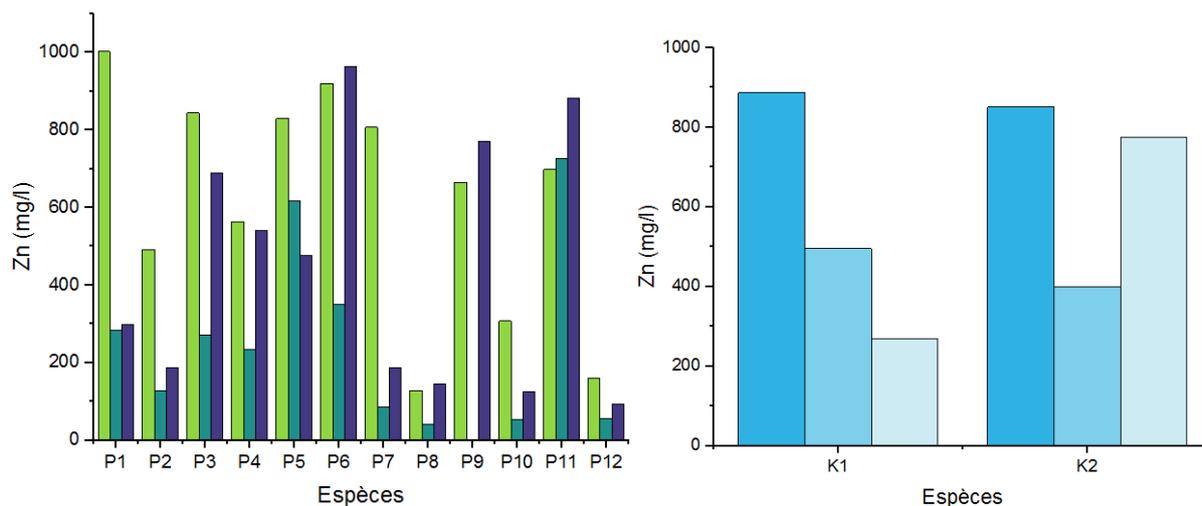


Fig. 58 Concentrations de métaux lourds dans les tissus de plantes

5.1.2 SKG

Cinq espèces végétales ont été échantillonnées autour du site SKG. Les concentrations moyennes en métaux sont de l'ordre de 0.285 à 8.489 mg/L pour le Cd, de 3.396 à 177.167 mg/L pour le Pb, de 3.676 à 25.110 mg/L pour le Cu et de 40.737 à 881.704 mg/L pour le Zn (**Tableau 26**). Les plantes échantillonnées dans le site de SKG présentent généralement une plus faible accumulation de métaux par rapport au site SKF. Pour le cadmium et le plomb, les teneurs les plus élevées sont enregistrées dans les tissus de *Myrtus communis* et *Tamarix usneoides* respectivement. L'espèce *Myrtus communis* (SKG5. P11) présentent les teneurs les plus élevées en cuivre (25.110 mg/L) et en zinc (881.704 mg/L). Les facteurs de transfert de chaque métal calculés dans le site de SKG sont plus faibles que ceux rapportés pour les espèces du site SKF (Fig.58). Les résultats de l'indice de translocation sont résumés comme suit, Cd (FT max : 1.446 dans les tissus de *Tamarix usneoides* au point SKG1), Pb (FT max : 2.683 dans les tissus de *Tamarix usneoides* de SKG3), Cu (FT max : 2.124 dans les tissus de *Myrtus communis* de SKG2) et Zn (FT max : 2.473 dans les tissus de *Tamarix usneoides* de SKG3). Certains métaux sont plus mobiles que d'autres et peuvent être facilement transférés aux parties aériennes des plantes (Gherib et al., 2017).

5.2 Cas de la mine de Kherzet Youcef

Dans la mine de Kherzet Youcef, 2 espèces végétales ont été identifiées (non classées) (**Tableau 26**). Pour les deux points d'échantillonnage, les concentrations en métaux varient de (1.004 à 8.165 mg/L pour le Cd), (13.284 à 51.037 mg/L pour le Pb), (6.319 à 13.302 mg/L pour le Cu) et (269.552 à 886.806 mg/L pour le Zn). L'espèce K1 affiche le facteur de translocation le plus élevé pour tous les métaux Cd (FT max : 2.441), Pb (FT max : 2.766), Cu (FT max : 1.738) et Zn (FT max : 3.289).

6 Comportement géochimique des rejets miniers (Sidi Kamber et Kherzet Youcef)

6.1 Résultats des essais statiques

La classification des rejets miniers est déterminée en calculant la différence entre le pouvoir neutralisant (PN) et le pouvoir acidogène (PA) ou le rapport entre ces deux critères PN/PA. Les rejets sont générateurs d'acidité ($PN/PA < 1$), non générateurs d'acidité ($PN/PA > 2.5$) ou se situent dans la zone d'incertitude ($2.5 > PN/PA > 1$) (Adam et al. 1997). Les PN et les PA des échantillons étudiés ont été respectivement calculés sur la base du carbone total et du sulfure de soufre (Bouzahzah et al., 2014). Le **tableau 27** et **figure 59** résument les résultats des essais statiques.

Tableau. 27 Calcul du potentiel net de neutralisation pour les différents échantillons

<i>Eléments LDM</i>	<i>C_{total} 0,05</i>	<i>S_{total} 0,009</i>	<i>PN (Kg CaCO₃/t)</i>	<i>PA (Kg CaCO₃/t)</i>	<i>PN/PA</i>	<i>PN – PA (Kg CaCO₃/t)</i>
<i>Rejets de Sidi Kamber (SKF)</i>	0.17	2.85	14.24	89.06	0.15	-74.82
<i>Rejets de Sidi Kamber (SKG)</i>	0.09	5.12	7.54	160.06	0.04	-152.52
<i>Résidus de la mine de Kherzet Youcef</i>	10.70	4.39	896.66	137.37	6.53	759.29

Les résultats montrent que les rejets de Sidi Kamber ont un pouvoir neutralisant faible (14.24 kg CaCO₃/t) et (7.54 kg CaCO₃/t) pour SKF et SKG respectivement. Ces faibles valeurs de PN sont expliquées par la dissolution de certains minéraux silicatés (quartz, muscovite) contenus dans ces rejets. En se basant sur le critère de (Miller et al ,1991) ou celui du rapport PN/PA (Adam et al ,1997) illustré dans la (figure 60) ci-dessus, les deux rejets de Sidi Kamber SKF et SKG sont fortement générateurs d'acidité. Le potentiel net de neutralisation selon Miller (1991) est PNN= -152.52 kg CaCO₃/t pour les rejets de séparation gravimétrique et de PNN = -74.82 kg CaCO₃/t pour les rejets de flottation. Ces résultats sont liés aux quantités de sulfures oxydés présents dans ces rejets.

Les résultats des tests statiques révèlent que les échantillons de Kherzet Youcef sont non acidogènes (PN = 896.66 kg CaCO₃/t) et (PA = 137.37 kg CaCO₃/t). Les valeurs PNN sont supérieures à 20 kg CaCO₃/t. Ces résultats concordent parfaitement avec ceux obtenus par l'analyse minéralogique (DRX et microscopie) qui confirme la présence d'une gangue dolomitique.

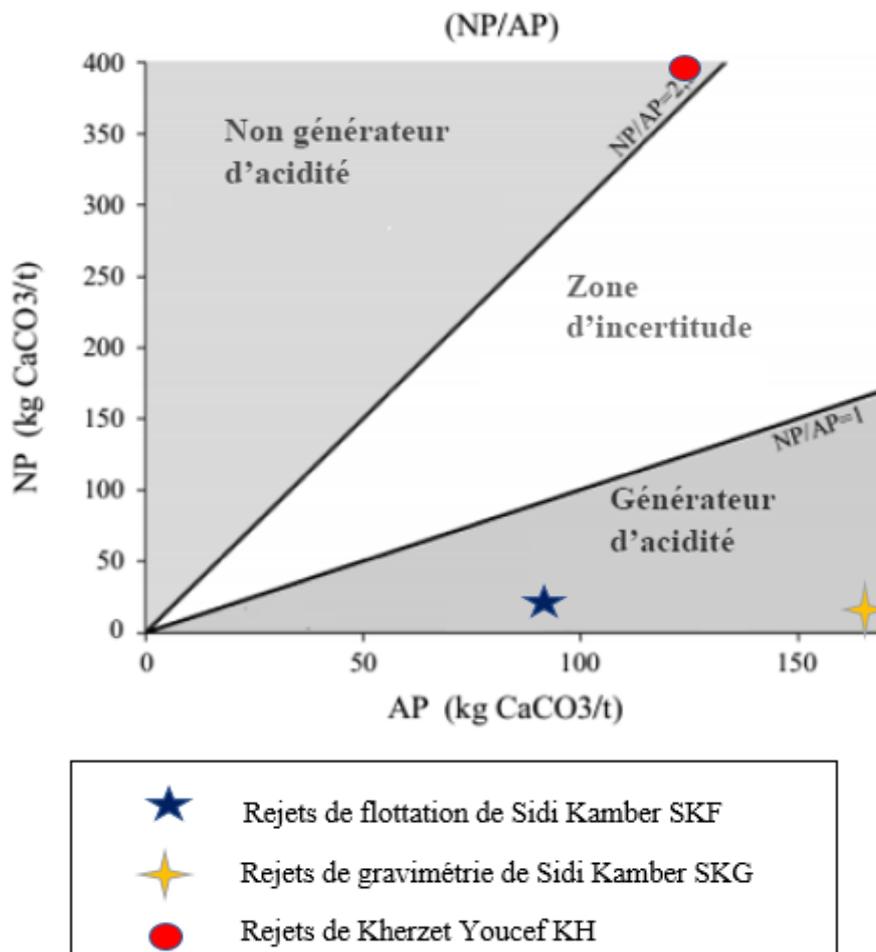


Fig. 59 Caractérisation environnementale des rejets de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef

6.2 Résultats des essais cinétiques en mini cellules d'altération

Les résultats de l'analyse de la qualité de l'eau à partir des tests cinétiques en mini cellules d'altération sont résumés dans cette section. Ils incluent la qualité de l'eau des lixiviats percolés le long de 25 cycles, l'évolution dans le temps des paramètres électrochimiques (pH, potentiel redox et conductivité) et les concentrations en métaux dissous.

La **figure 60** montre l'évolution du pH, Eh et conductivité dans les lixiviats récupérés à partir des échantillons SKF, SKG et KH. Le comportement géochimique des trois déchets miniers n'est pas similaire.

Au début des expérimentations, le pH des solutions est de 3.43 et 3.02 pour les rejets SKF et SKG respectivement. Pour les rejets SKG, le pH augmente pour se stabiliser à 4.25 après environ 20 cycles ; au contact des rejets SKF, le pH diminue à des valeurs très acides (pH inférieur à 3) puis devient stable à des valeurs comprises entre 3.9 et 4.2 à la fin des expériences.

Ces valeurs indiquent une forte activité bactérienne qui oxydent le fer (*Acidithiobacillus Ferrooxidans*, *Leptospirillum Ferrooxidans*) (Hakkou et al., 2005).

Le pH des rejets de Kherzet Youcef passe de 7.02 à 7.35 après 25 cycles de lixiviation. Cette hausse est causée par la dissolution de minéraux neutralisants tels la dolomite et la calcite.

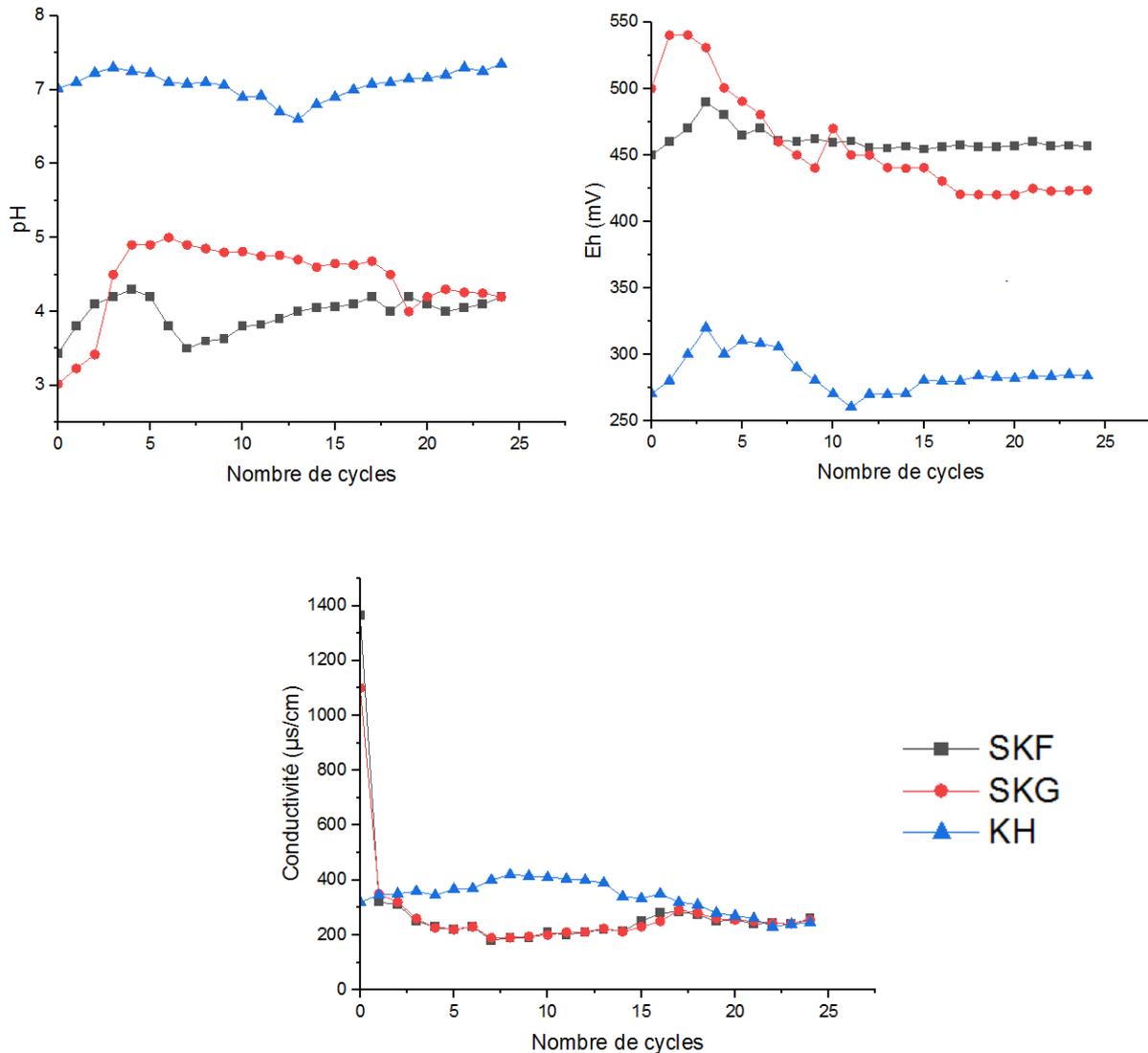


Fig. 60 Résultats des analyses électrochimiques des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération (pH, Eh, conductivité)

Les valeurs de Eh des lixiviats sont positives et varient généralement entre 450 et 490 mV pour les rejets SKF et entre 420 et 540.3 mV, signifiant que les conditions sont oxydantes. Les potentiels redox mesurés sur les lixiviats des rejets de Kherzet Youcef sont faibles (270.1 à 320.2 mV).

Les valeurs de conductivité électrique mesurées, sont relativement faibles pour tous les rejets (SKF, SKG et KH). Elles passent de 1365 à 260 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour les rejets SKF, de 1100 à 255 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour les rejets SKG et de 400.6 à 245 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour l'échantillon KH.

La conductivité électrique des échantillons (SKG et SKF) se stabilise après le deuxième rinçage. Mayer (2002) a expliqué cette diminution par une pré-oxydation des grains de sulfures qui peut modifier leur réactivité.

La **figure 61** montre le suivi de la concentration de quatre métaux dans les lixiviats obtenus dans les essais en mini cellules d'altération.

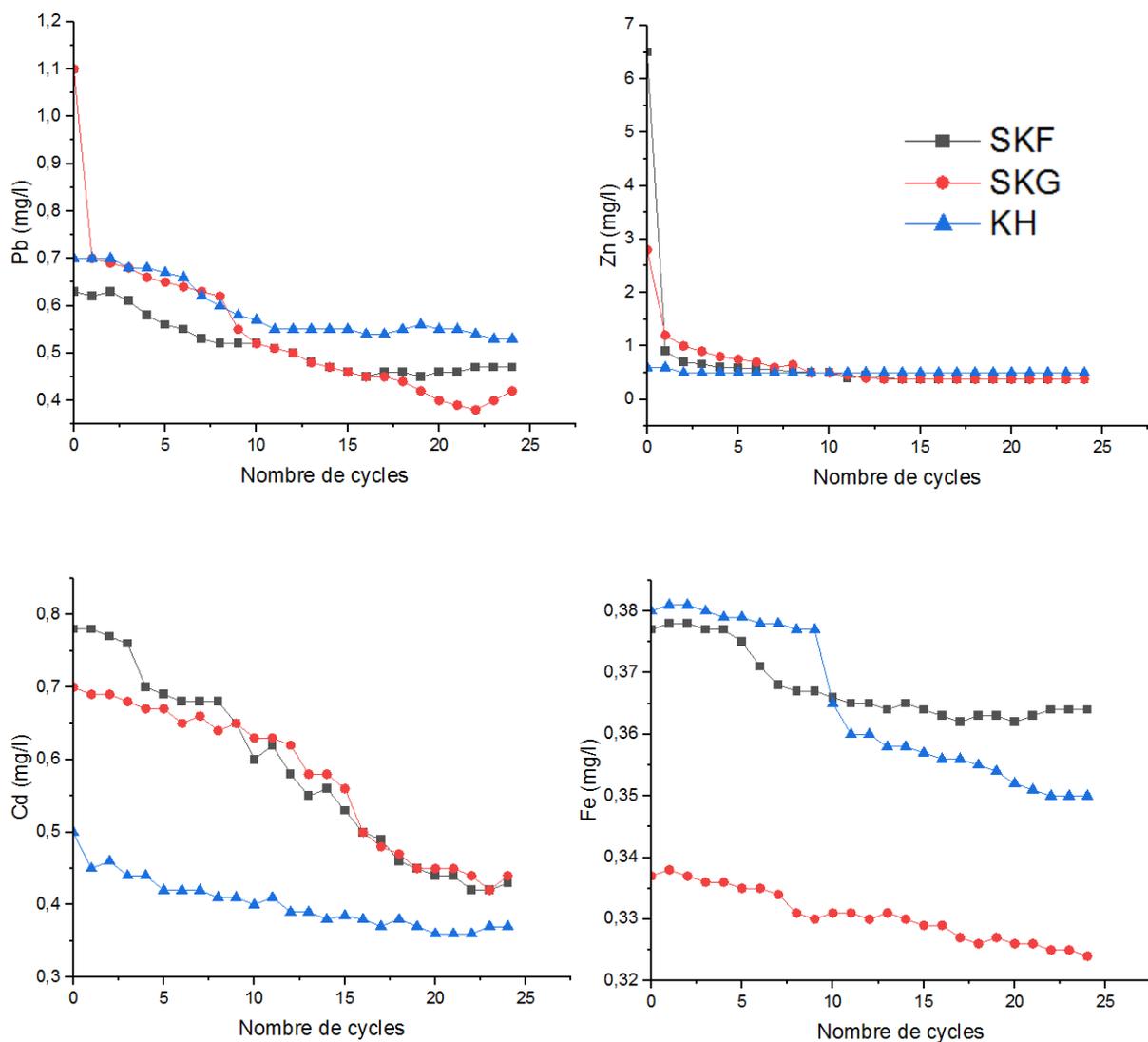


Fig. 61 Résultats des analyses chimiques des lixiviats provenant des essais en mini cellules d'altération (Pb, Zn, Cd, Fe)

La figure montre des concentrations initiales relativement élevées qui peuvent être liées à la dissolution de particules ultrafines (Furrer et Stumm, 1986; Hakkou et al., 2008 ; Schott et al., 2009) et à la dissolution des surfaces minérales hautement réactives (Wehrli, 1989 ; Hakkou et al., 2008). Les éléments faiblement adsorbés sont alors rapidement libérés dans la solution.

Plomb

Les concentrations de plomb dans les eaux de lixiviation varient de 0.48 à 0.78 mg/L pour SKF, de 0.39 à 1.1 mg/L pour SKG et de 0.53 à 0.7 mg/L pour KH. La libération du plomb est contrôlée par l'assemblage des minéraux : galène PbS, anglesite PbSO₄ et cérusite PbCO₃.

Zinc

Le zinc présente des concentrations élevées durant les deux premiers cycles (SKF, 6.5 mg/L), (SKG, 2.8 mg/L) et (KH, 0.6 mg/L). Cette hausse est expliquée par l'oxydation et la réactivité élevée de la sphalérite ZnS. Après 25 cycles de rinçage, les valeurs se stabilisent avec le temps pour atteindre des valeurs faibles (environ 0.38 mg/L pour SKF et SKG et 0.5 mg/L pour KH).

Cadmium

Les concentrations du cadmium dans les lixiviats passent de 0.7 à 0.43 mg/L pour les deux échantillons de Sidi Kamber et de 0.5 à 0.37 mg/L pour les rejets de Kherzet Youcef.

Fer

La figure 61 montre que les concentrations de fer dans les eaux rincées de l'ensemble des rejets sont faibles (0.36 mg/L pour SKF, 0.32 mg/L pour SKG et 0.35 mg/L pour KH). Le fer a probablement précipité dans les cellules.

7 Résultats de la désulfuration

7.1 Flottation

Lors des essais de flottation réalisés sur les rejets de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef, deux paramètres ont été variés :

- La variation de la concentration du collecteur (100g/t ; 200g/t ; 300g/t ; 400g/t)
- Ajout ou non d'activant (sulfate de cuivre).

Cas de Sidi Kamber

Les tableaux 28 et 29 résument les paramètres étudiés lors des essais.

Tableau. 28 Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Sidi Kamber

	<i>Réactif</i>	<i>Rôle</i>	<i>Temps de Conditionnement</i>	<i>Solution</i>
<i>flottation appliquée aux rejets de Sidi Kamber</i>	Xanthate (CH ₃ CH ₂ OCS ₂ Na)	Collecteur	5 min	20%
	Sulfate de cuivre (CuSO ₄)	Activant	5 min	10%
	Huile de pin	Moussant	1 min	
	La chaux	Régulateur du milieu		20%

Tableau. 29 Dosage des réactifs utilisés.

<i>Nombre d'essais</i>	<i>CuSO4 (g/t)</i>	<i>Xanthate (g/t)</i>		<i>Moussant (g/t)</i>
		<i>Flottation principale</i>	<i>Flottation de contrôle</i>	
1	150	200	100	50
2	150	300	100	50
3	150	400	100	50
4	0	200	50	50
5	0	300	50	50
	0	400	50	50

Cas de Kherzet Youcef

Les tableaux 30 et 31 résument les paramètres étudiés lors des essais.

Tableau. 30 Réactifs utilisés pour la flottation des rejets de Kherzet Youcef

	<i>Réactif</i>	<i>Rôle</i>	<i>Temps de Conditionnement</i>	<i>Solution</i>
<i>Flottation appliquée aux rejets de Kherzet Youcef</i>	Xanthate (CH ₃ CH ₂ OCS ₂ Na)	Collecteur	5 min	20%
	Sulfate de cuivre (CuSO ₄)	Activant	5 min	10%
	Huile de pin	Moussant	1 min	

Tableau. 31 Dosage des réactifs utilisés

<i>Nombre d'essais</i>	<i>CuSO₄ (g/t)</i>	<i>Xanthate (g/t)</i>		<i>Moussant (g/t)</i>
		<i>Flottation principale</i>	<i>Flottation de contrôle</i>	
1	100	200	50	50
2	100	300	50	50
3	100	400	50	50
4	50	200	50	50
5	50	300	50	50
6	50	400	50	50

7.1.1 Cas des rejets de Sidi Kamber

Tableau. 32 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de SKF)

<i>Nombre d'essais</i>	<i>Teneur en soufre %</i>			<i>Rendement Pondéral du concentré (%)</i>	<i>Récupération du soufre %</i>
	<i>Tout Venant-SKF</i>	<i>Rejet de flottation</i>	<i>Concentré sulfuré de flottation %</i>		
1	2.65	1.41	7.94	19	56.9
2	2.31	1.18	8.24	16	57.09
3	2.35	0.72	9.78	18	74.88
4	2.58	2.01	3.98	29	44.69
5	2.03	1.7	4.06	14	27.98
6	2.26	1.86	4.08	18	32.51

La désulfuration par flottation a pour objectif de réduire la teneur en soufre dans les échantillons de rejets étudiés. La teneur en soufre a été déterminée avant et après élimination de sulfures (**Tableau. 32**).

SKF

La teneur en soufre initiale dans les échantillons SKF avant désulfuration varie de 2.03 à 2.65%. L'analyse des rejets désulfurés a révélé que l'essai 3 (xanthate 400/100 g/t, 150 g/t CuSO₄), a donné de bons résultats en termes de désulfuration, avec une teneur en soufre de 0.72% et 9.78% dans le concentré (d'où une récupération de 74.88%). En revanche, les essais réalisés sans

sulfate de cuivre (essais 4, 5 et 6) ont enregistré des taux élevés en soufre, les teneurs passent de 2.58 à 2.01%, de 2.03 à 1.70% et de 2.26 à 1.86% respectivement. Globalement, l'ajout de l'activant améliore l'efficacité du processus, il favorise la sélectivité de l'hydrophobicité et facilite l'adsorption parfaite des xanthates sur la surface des particules (Mermillod, 2005 ; Skandrani et al., 2019).

Tableau. 33 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de SKG)

<i>Nombre d'essais</i>	<i>Teneur en soufre %</i>			<i>Rendement Pondéral du concentré (%)</i>	<i>Récupération du soufre %</i>
	<i>Tout Venant-SKG</i>	<i>Rejet de flottation</i>	<i>Concentré sulfuré de flottation %</i>		
1	5.01	1.65	15.09	25	75.30
2	4.85	1.69	15.43	23	73.17
3	5.06	1.64	15.89	24	75.37
4	4.12	2.66	11.25	17	46.41
5	4.77	2.35	12.03	25	63.05
6	4.81	2.17	13.17	24	65.71

SKG

Avant traitement, les échantillons SKG ont montré des teneurs élevées en soufre (4.12 à 5.06 %). Les rejets de flottation désulfurés qui correspondent à cette lithologie présentent des teneurs en soufre qui varient de 1.64 à 2.66% (**Tableau. 33**).

Les résultats obtenus ont montré que les échantillons 1, 2 et 3 ont été efficacement désulfurés ; la teneur en soufre obtenue est d'environ 1.65, 1.69 et 1.64% avec des concentrés sulfurés de teneurs en soufre de 15.09, 15.43 et 15.89%, qui correspondent à des récupérations de 75.30, 73.17 et 75.37% respectivement. La teneur en soufre dans les rejets désulfurés des autres échantillons a dépassé 2%, ce qui signifie que la désulfuration n'a pas abouti aux objectifs attendus.

7.1.1 Cas des rejets de Kherzet Youcef

La caractérisation chimique (%S) (**Tableau 34**) montre que tous les échantillons prélevés contiennent une teneur importante en soufre, qui varie de 3.52 à 4.11%. Après désulfuration, la teneur en soufre a atteint des valeurs appréciables, à savoir : 1.32, 1.22 et 0.85% avec un dosage de 100g/t de CuSO₄.

La teneur en soufre la plus faible (S= 0.85%) est enregistrée pour l'essai n°3 (xanthate 400 / 100 g/t, 100 g/t CuSO₄), correspondant à une récupération en soufre de 84.28%.

Tableau. 34 Résultats de la désulfuration par flottation (Rejets de Kherzet Youcef)

Nombre d'essais	Teneur en soufre %			Rendement Pondéral du concentré (%)	Récupération du soufre %
	Tout Venant-KH	Rejet de flottation	Concentré sulfuré de flottation %		
1	3.96	1.32	12.32	24	74.67
2	4.05	1.22	13.52	23	76.80
3	4.11	0.85	14.43	24	84.28
4	3.52	1.36	9.07	28	72.18
5	3.85	1.29	9.82	30	76.55
6	3.66	1.20	9.99	28	76.39

Les paramètres optimaux choisis pour la désulfuration par flottation (cas des rejets de Sidi Kamber) sont présentés dans le flow sheet ci-après (Fig.62) :

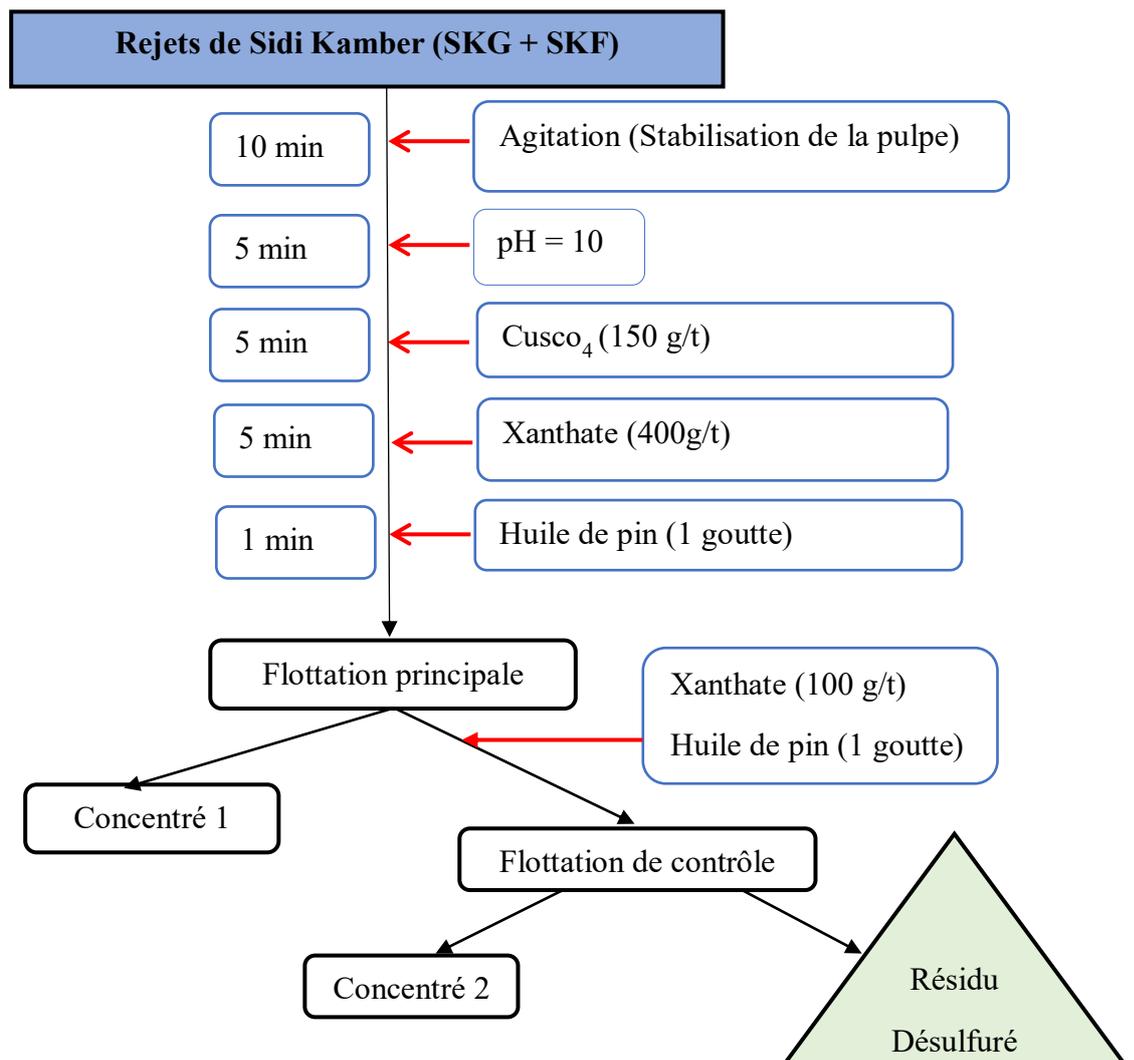


Fig. 62 : Flow-sheet proposé de traitement des rejets de Sidi Kamber.

Les paramètres choisis pour la flottation des rejets de Kherzet Youcef sont illustrés dans le flow sheet ci-dessous (Fig.63) :

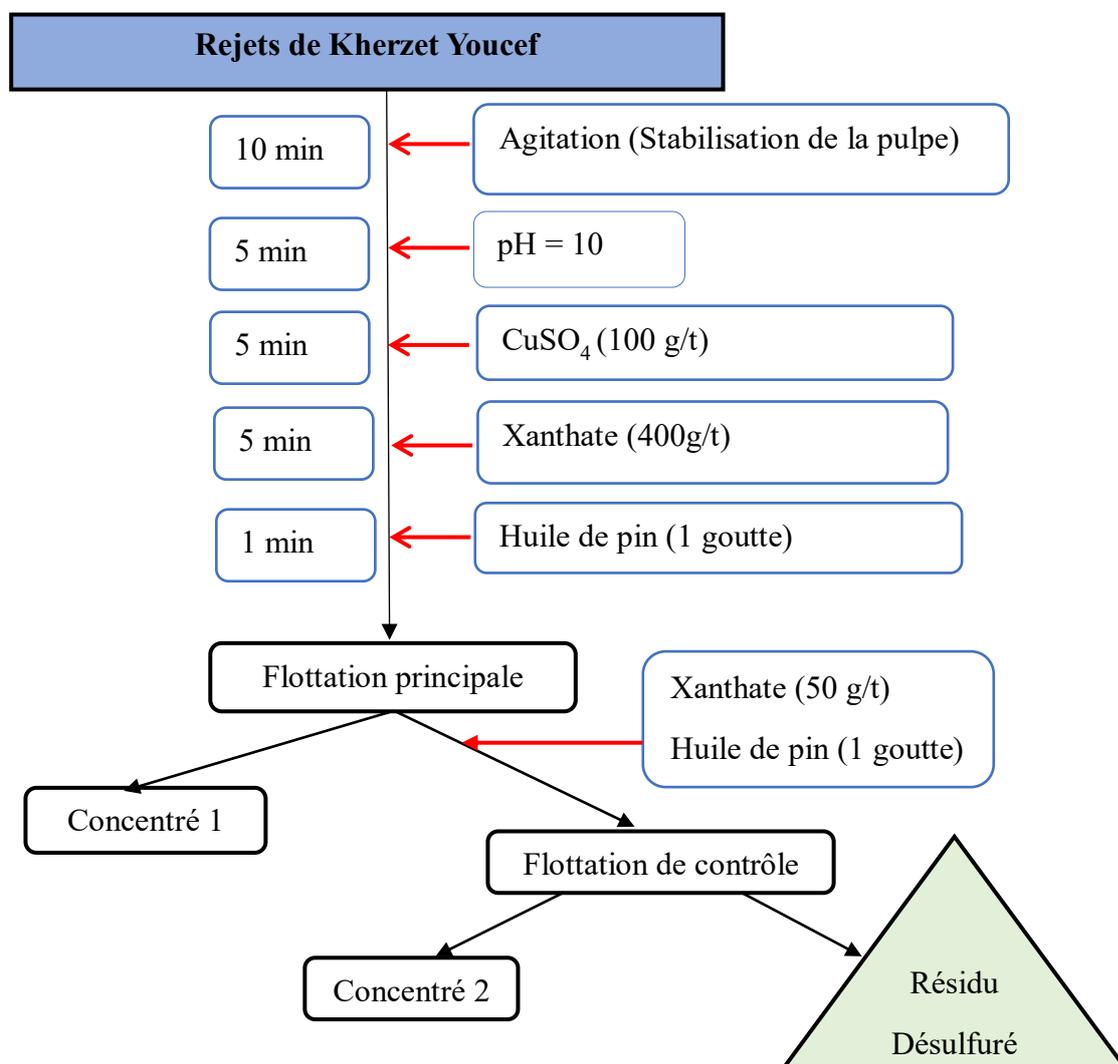


Fig 63. Flow-sheet proposé de traitement des rejets de Kherzet Youcef

7.2 Désulfuration par séparation gravimétrique

Le **tableau 35** résume les résultats de la séparation gravimétrique par table à secousses. Cette technique permet de séparer les sulfures de la gangue en se basant sur leur densité (Atrafi et al., 2012; Falconer, 2003 ; Amar, 2020).

Tableau. 35 Résultats de la désulfuration par table à secousses

<i>Echantillon</i>	<i>Teneur en soufre %</i>			<i>Rendement Pondéral du concentré (%)</i>	<i>Récupération du soufre %</i>
	<i>Tout Venant</i>	<i>Rejet de tablage</i>	<i>Concentré sulfuré de tablage</i>		
<i>SKF</i>	2.11	1.70	3.34	25	39.57
<i>SKG</i>	4.68	1.80	13.32	25	71.15
<i>KH</i>	3.92	3.10	5.83	30	56.76

Les rejets désulfurés par gravimétrie de SKF et SKG présentent des teneurs finales en soufre de 1.7% et 1.8% respectivement ; quant aux rejets KH, la teneur enregistrée est d'environ 3.1% (**Tableau. 35**). La récupération de soufre maximale enregistrée correspond aux rejets de gravimétrie de Sidi Kamber (71.15%). Notons que les récupérations de soufre sont inférieures à celles obtenues par flottation (74.88% pour SKF, 75.37% pour SKG et 84.28% pour KH).

8 Comportement géochimique après désulfuration

Des tests cinétiques en mini cellules d'altération ont été réalisés afin d'évaluer l'efficacité de la désulfuration environnementale (séparation gravimétrique et flottation) et d'optimiser ainsi le comportement géochimique de ces rejets désulfurés. Les rejets SKG et SKF de la séparation gravimétrique et les résidus KH de flottation sont introduits dans les cellules qui permettent la confirmation du caractère acidogène des échantillons par l'oxydation des sulfures. Les résultats des analyses des lixiviats sont présentés dans la section suivante.

8.1 Évolution des paramètres électrochimiques des lixiviats

L'évolution des paramètres électrochimiques pH, Eh et conductivité électrique durant 25 cycles de rinçage sont présentés dans la **figure 64**.

Durant les premiers cycles (1 à 7), le pH des lixiviats des 3 échantillons augmente considérablement pour atteindre des valeurs proches de la neutralité, 8.1, 8.3 et 7.9 respectivement pour les rejets SKF, SKG et KH. Ces valeurs diminuent légèrement après le 7ème cycle et se stabilisent à pH =8.2 pour les rejets de Sidi Kamber et pH=7.3 pour les rejets de Kheret Youcef. Cette hausse de pH est expliquée par l'élimination des sulfures par les deux techniques de traitement.

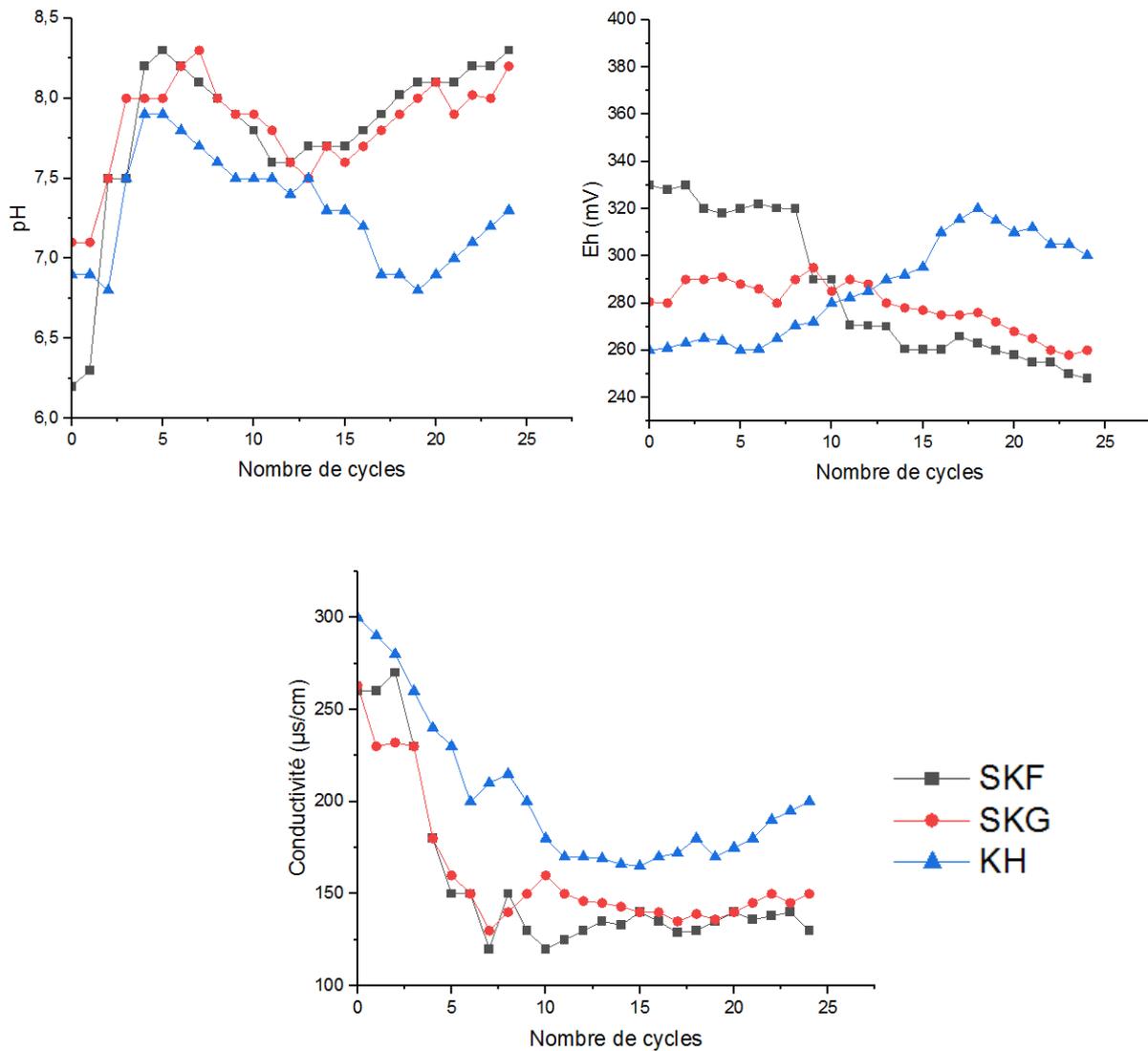


Fig. 64 Évolution des paramètres électrochimiques (pH, Eh, conductivité) des lixiviats

Les valeurs de Eh des lixiviats contenant chacun des rejets miniers diminuent drastiquement (conditions oxydantes), ils atteignent ainsi des valeurs quasiment semblables de 248 mV, 260 mV et 300.2 mV respectivement pour les rejets SKF, SKG et KH. Les échantillons désulfurés montrent des valeurs de Eh plus faibles que celles obtenues avant désulfuration.

En ce qui concerne la conductivité électrique, les résultats montrent une baisse de ses valeurs durant les premiers cycles. Les valeurs passent de 260 à 210 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour l'échantillon SKF, 263 à 230 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour SKG et de 300 à 220 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour KH, puis se stabilisent après le 6^{ème} rinçage.

8.2 Analyses chimiques des lixiviats

Les résultats des analyses chimiques des lixiviats (Pb, Zn, Fe et Cd) des mini-cellules sont illustrés dans la **figure 65**.

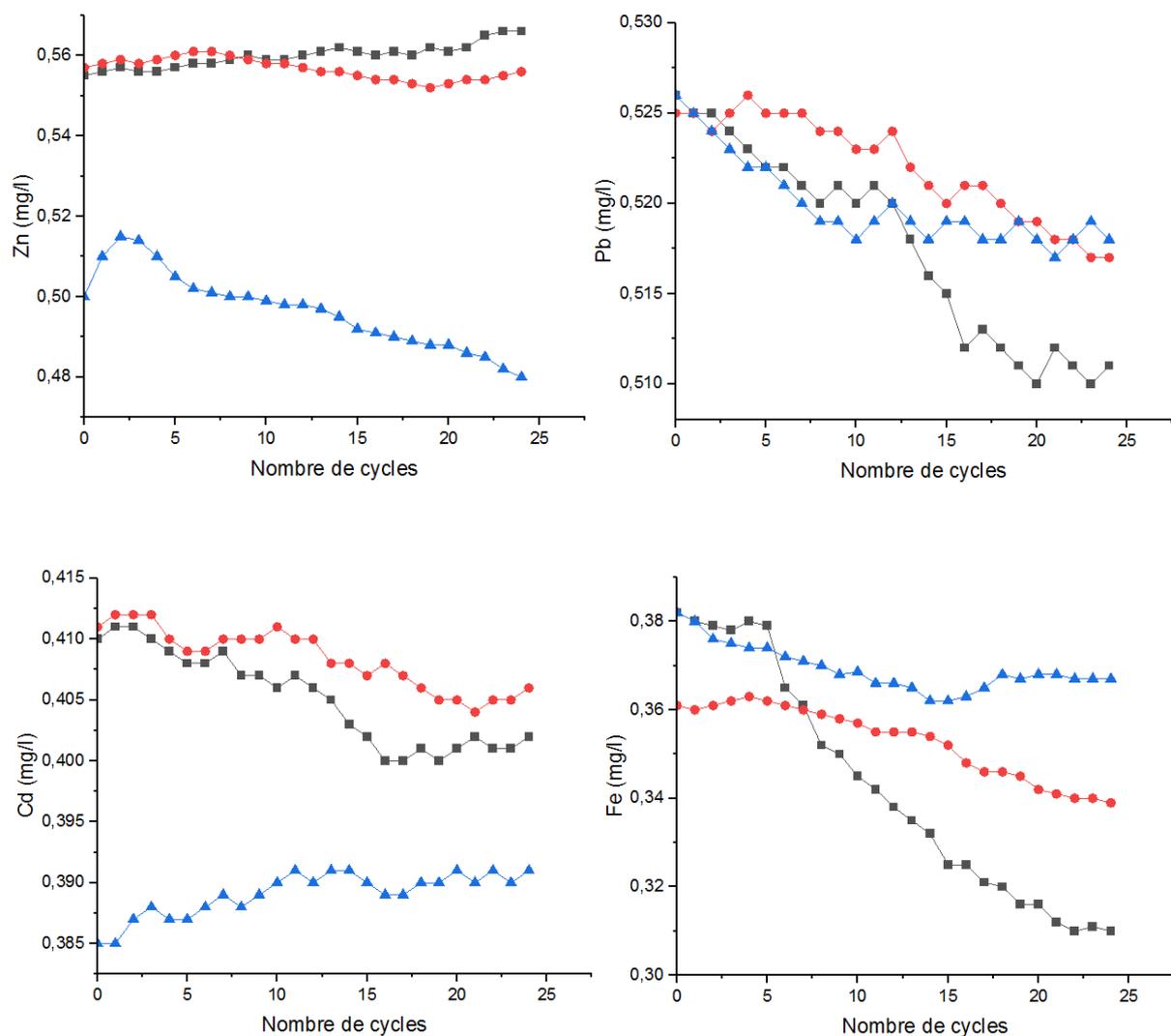


Fig. 65 Analyses chimiques des lixiviats

Zinc

Les résultats montrent que le zinc a été lixivié avec des concentrations qui varient de 0.555 à 0.566 mg/L pour les rejets de Sidi Kamber et de 0.48 à 0.52 mg/L pour les rejets de Kherzet Youcef. Il est plus lixivié dans les échantillons avant traitement.

Plomb

La variation des concentrations du plomb dans les lixiviats indique des valeurs finales très faibles, 0.511 mg/L pour SKF, 0.517 mg/L pour SKG et 0.518 mg/L pour KH. Ces résultats sont liés à la composition minéralogique des rejets (Passivation, faible degré de libération).

Cadmium

Les courbes de variation de la concentration du cadmium dans les lixiviats montrent des valeurs qui varient entre 0.385 et 0.412 mg/L pour l'ensemble des échantillons.

Fer

Le fer est lixivié à de faibles concentrations, elles varient de 0.31 à 0.382 mg/L, de 0.339 à 0.363 mg/L et de 0.367 à 0.382 mg/L pour les rejets SKF, SKG et KH respectivement.

Les techniques de désulfuration ont permis d'augmenter l'alcalinité des rejets désulfurés, par rapport aux échantillons avant traitement. Elles sont proposées pour leur efficacité pour traiter les rejets renfermant les sulfures à coût relativement bas. Ces méthodes permettent de décontaminer les sites miniers en augmentant les minéraux neutralisants dans les rejets.

9 Résultats du traitement passif du DMA par des matériaux phosphatés de Djebel Onk (essais en batch).

9.1 Qualité des lixiviats

La qualité du lixiviat issu des essais en batch effectués avec différents matériaux est présentée dans la **figure 66**. Le pH est un paramètre important régissant les processus de sorption ; il affecte la charge de surface adsorbante ainsi que le degré d'ionisation des ions métalliques en solution (Iakovleva et al., 2015). Après 5 minutes d'agitation dans des conditions oxydantes, le pH a augmenté rapidement, passant de 3.1 à 7.5 pour l'échantillon de SC, de 3.1 à 8.1 pour le PB et de 3.1 à 8.0 pour le RP. Cette augmentation du pH est principalement attribuable à la réactivité de la calcite et de la dolomite présentes dans les matériaux testés. La dissolution des carbonates libère des alcalis et des cations métalliques tels que Ca, Mg, Fe et Mn. Ces cations participent à la formation de minéraux secondaires tels que les oxy-hydroxydes, qui peuvent être redissous lorsque le pH devient plus acide.

L'interaction du DMA avec la dolomite et la calcite entraîne leur dissolution et conduit à des conditions alcalines selon les réactions suivantes (Eq.42 à Eq.46) (Cravotta, 2005) :



Au même moment (c'est-à-dire au cours de la même période d'échantillonnage de 5 minutes), le Eh de la solution a diminué de 576 mV à 407 mV dans le SC par rapport au PB (367 mV) et au RP (383 mV). La conductivité a légèrement changé pour tous les matériaux (6.08 mS/cm à 6.18 mS/cm pour SC, 6.08 mS/cm à 5.16 mS/cm pour PB et 6.08 mS/cm à 5.48 mS/cm pour RP). Les cinq premières minutes des essais en batch correspondent à la précipitation, à la co-précipitation des ions (oxydes, hydroxydes, hydroxydes-sulfates) et/ou aux processus de sorption intrinsèques des éléments par les matériaux étudiés (Ouakibi et al., 2014; Morse et Arvidson, 2002). Selon le diagramme Eh-pH des espèces minérales de fer (Stumm et al., 1996), le fer ferrique co-précipite comme oxy-hydroxyde de fer à mesure que le pH de la solution initialement acide augmente. Après environ 15 minutes, le potentiel de neutralisation du matériau testé commence à diminuer. Le pH du batch contenant de SC s'est stabilisé et a lentement atteint un maximum de 8.5 à la fin de l'essai. Entre 15 min et 48 h de traitement, le

pH des échantillons PB et RP a donné des résultats similaires. Le pH des deux échantillons a légèrement diminué à 7.5 et 7.9 pour le PB et le RP, respectivement. En fait, la précipitation des hydroxydes de fer et l'hydrolyse des ions métalliques sont les causes les plus probables de cette baisse du pH.

Le potentiel redox des matériaux testés a diminué au cours des 32 premières heures, en tant qu'indication de la réactivité rapide, qui est corrélée avec la neutralisation acide et l'augmentation du pH, de 407 mV à 322 mV pour le SC, de 367 mV à 356 mV pour le PB, et de 383 mV à 352 mV pour le RP. Au cours des 16h suivantes, Eh est demeuré stable ou augmente légèrement, atteignant 333 mV, 404 mV et 394 mV pour SC, PB et RP, respectivement. La conductivité a également diminué en raison du contact avec les matériaux alcalins phosphatés ; après quelques heures, les valeurs de la conductivité mesurées dans tous les batch n'ont montré que de légères variations (5.12 mS/cm pour le SC, 4.34 mS/cm pour le PB et 4.08 mS/cm pour le RP). En revanche, à la fin du traitement, la conductivité a augmenté dans tous les lots pour atteindre une moyenne de 5.78 mS/cm.

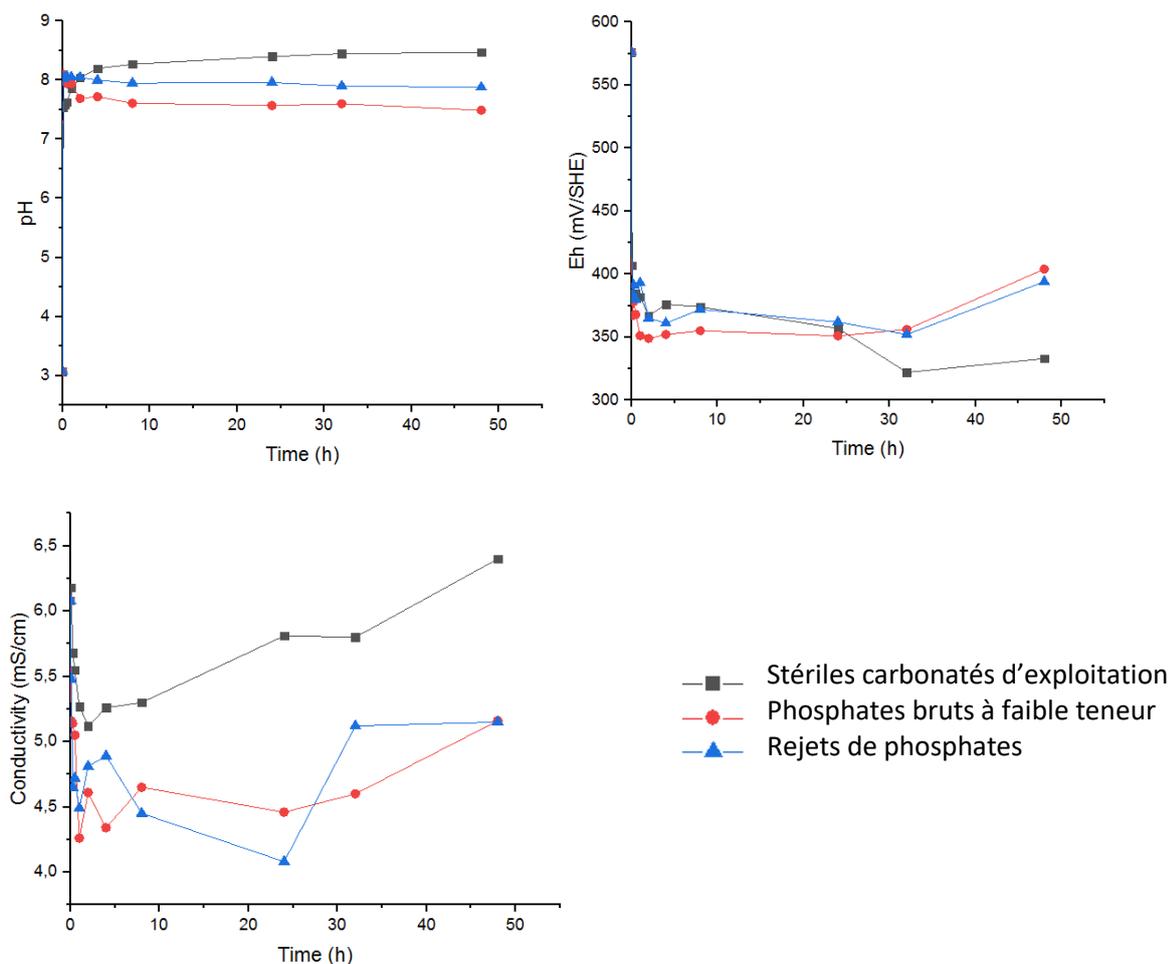


Fig. 66 Évolution du pH, Eh et conductivité dans la solution des essais en batch

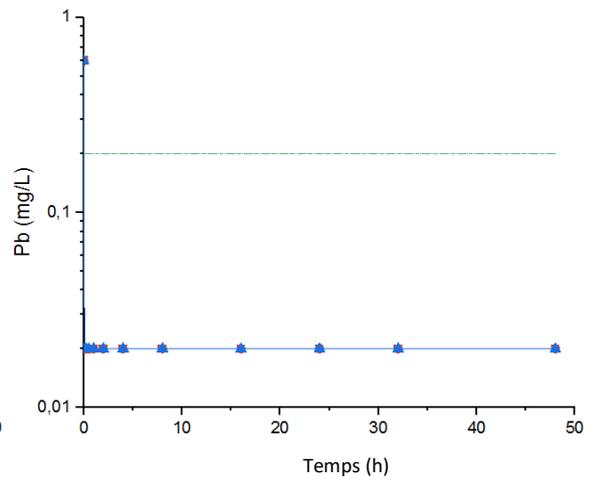
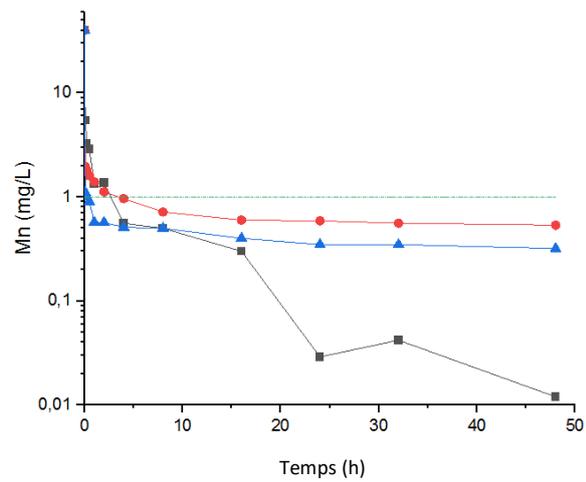
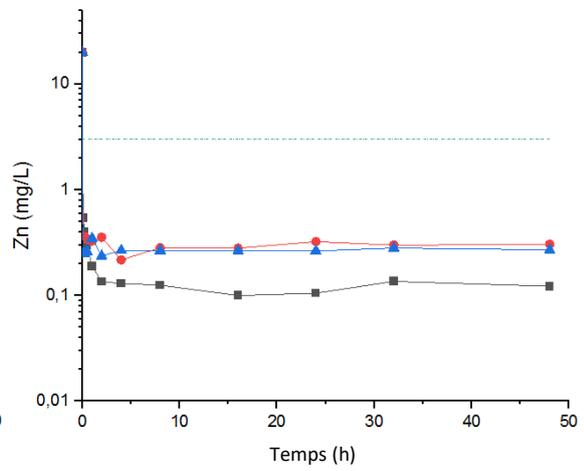
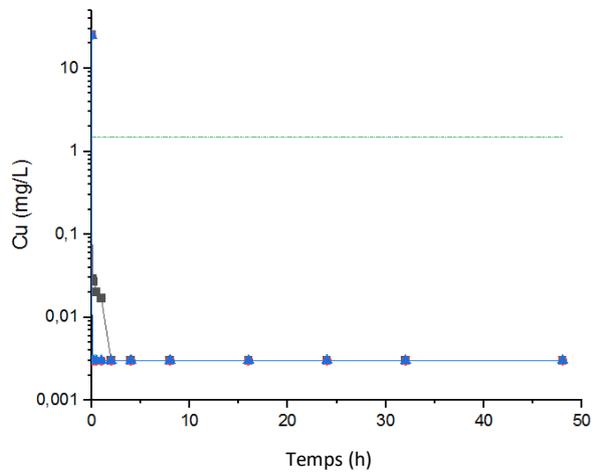
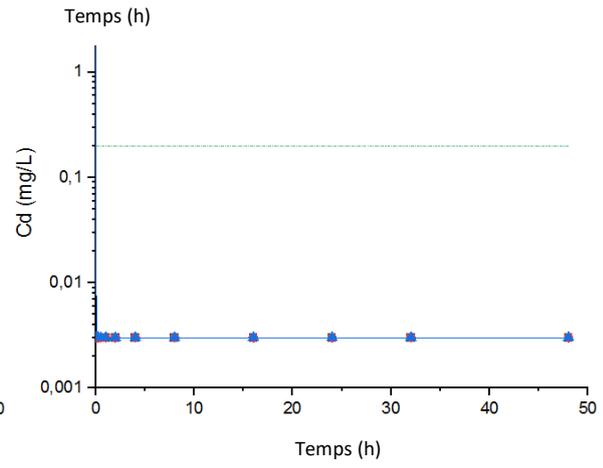
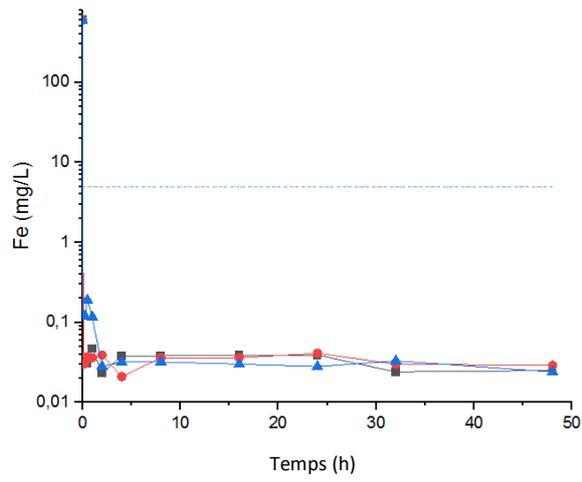
L'évolution des concentrations de métaux en solution au cours des essais de neutralisation à l'aide des matériaux phosphatés est illustrée dans la **figure 67**.

Les résultats indiquent que le Fe, Cu, Cd, Mn, Pb, Zn et As ont été complètement éliminés de la solution après seulement 5 minutes. Après 2 heures de traitement, les concentrations de Fe passent de 600 mg/L à 0.023 mg/L pour le SC, à 0.039 mg/L pour le PB et à 0.028 mg/L pour le RP. A la fin des essais, les concentrations de Fe mesurées varient de 0.024 à 0.029 mg/L dans tous les batch.

Les concentrations de Cu, de Cd et de Pb ont enregistré une tendance semblable, avec une diminution seulement au cours des cinq premières minutes (0.003 mg/L Cd, 0.001 mg/L Cu et 0.02 mg/L Pb). Les concentrations de Mn ont diminué après 8h, puis demeurent stables (0.580 mg/L pour le PB et 0.349 mg/L pour le PP), à l'exception des SC où les concentrations de Mn ont chuté à 0.012 mg/L après 48 h.

L'élimination du Zn était plus élevée dans le SC (0.122 mg/L) que dans les autres matériaux testés (0.305 mg/L pour le PB et 0.270 mg/L pour le RP). Les résultats de ces essais montrent que les concentrations de métaux (Fe, Cu, Cd, Pb, Mn et Zn) ont diminué à de faibles niveaux et sont inférieures aux normes environnementales algériennes : 1.5 mg/L pour Cu, 5 mg/L pour Fe, 3 mg/L pour Zn et 0.2 mg/L pour Pb et Cd (décret exécutif no 06-141 correspondant au 19 avril 2006).

Pour tous les matériaux, les concentrations en As étaient d'environ 0.07 mg/L après 5 min et ont augmenté à 0.10 mg/L après 4 h de traitement. Après 32h, les concentrations d'As (0.63 mg/L) ont dépassé les valeurs limites autorisées en Algérie, notamment pour les stériles carbonatés. Les conditions de pH trop alcalines ne favorisent pas la rétention de l'arsenic sur les carbonates, les oxydes et les hydroxydes. Certaines études ont démontré une élimination satisfaisante de l'arsenic à des valeurs de pH inférieures à 7.5 (Afssa, 2004; Blard, 2005).



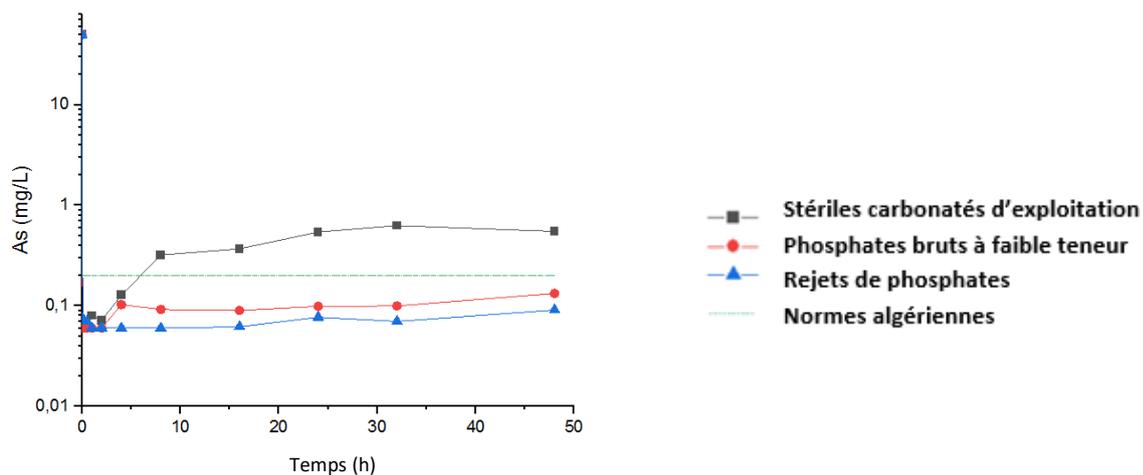
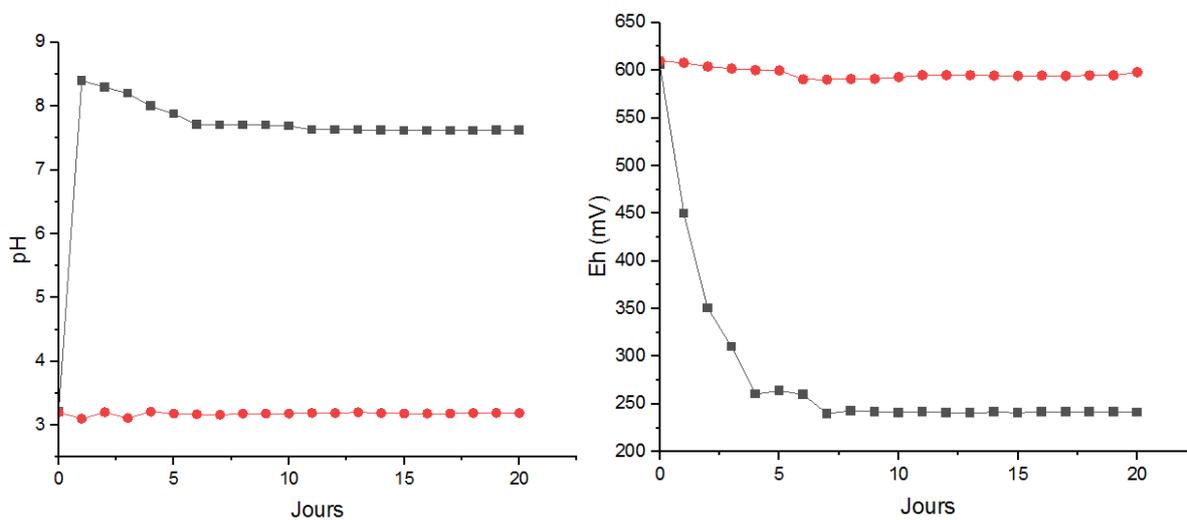


Fig.67 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais en batch

10 Résultats du traitement passif à moyenne échelle (colonnes)

10.1 Paramètres électrochimiques (pH, Eh et conductivité)

Pendant les vingt jours de traitement, un suivi quotidien du potentiel d'hydrogène (pH), du potentiel redox ainsi que la conductivité des échantillons a été fait afin de vérifier l'efficacité de neutralisation des effluents acides par les matériaux phosphatés (stériles et rejets de phosphates). Les résultats sont représentés dans la **figure 68**.



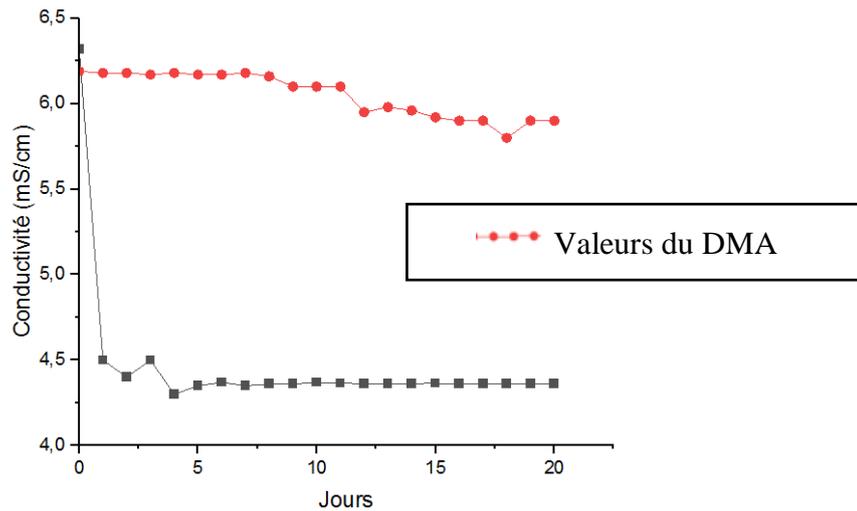


Fig. 68 Évolution du pH, Eh et conductivité dans la solution des essais en colonnes (moyenne échelle)

La valeur du pH initial est égale à 3.08, car il n’y a pas eu encore de réaction entre le DMA synthétique et le matériau testé. Un jour après le début de la réaction, le pH des lixiviats augmente considérablement pour atteindre des valeurs voisines de 8.4. Cette augmentation est due à la mise en contact entre le DMA et les matériaux phosphatés et témoigne d’un début de consommation de l’acidité et donc une dissolution rapide de ces matériaux.

Cette consommation continue avec le temps, justifiée par des valeurs de pH toujours élevées (7.61 à 8.2), pour ensuite connaître une stabilité à partir de t= 6jours sans connaître de grande variation et ce jusqu’à t=20 jours. Les vitesses de réaction diminuent lorsque l’équilibre est atteint. Le pH final était de 7.62, indiquant qu’une neutralisation efficace des eaux acides a eu lieu. Les résultats sont satisfaisants et la valeur du pH obtenu est plus élevée que celle obtenue, par Genty *et al.*, (2012) (pH = 6 avec colonnes fermées) et par Ouakibi *et al.*, (2013 ; 2014) (pH = 6.5 avec des colonnes fermées et ouvertes).

Plusieurs chercheurs ont signalé que de nombreux mécanismes de rétention sont impliqués afin d’éliminer des traces métalliques d’un échantillon, Ils incluent la complexation, la substitution, la précipitation, l’adsorption de surface et bien d’autres procédés de rétention. Ces processus peuvent avoir lieu simultanément, rendant alors la description du phénomène difficile. Ces mécanismes dépendent des réactions caractéristiques des métaux avec les minéraux neutralisants principalement la calcite et la dolomite. L’adsorption se produit à des concentrations de métaux inférieures à 2 mg/L, tandis qu’à des concentrations plus élevées, la précipitation domine (Sdiri *et al.*, 2012 ; Alcolea *et al.*, 2012 ; Macias *et al.*, 2012 ; Iakovleva *et al.*, 2015). Notons que les métaux précipitent à des niveaux de pH spécifiques, les hydroxydes

de Fe^{3+} précipitent à environ pH 3, et d' Al^{3+} à pH 3.7 à 4.5. Les ions métalliques divalents précipitent dans la gamme alcaline (Ni^{2+} à pH 8, Fe^{2+} à pH 8 à 9) (Kalin et al., 2005).

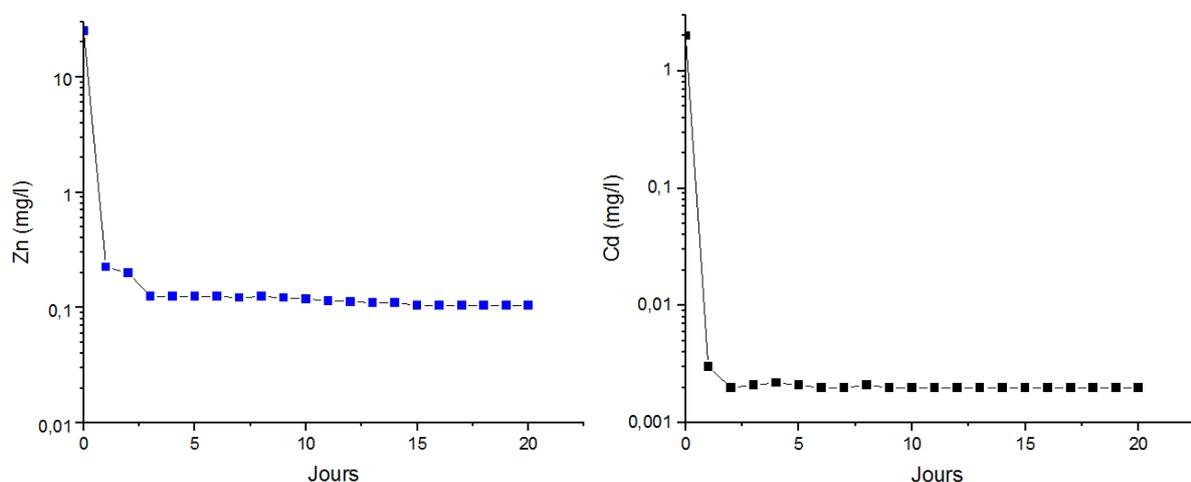
La complexation est également probable. Cela est expliqué par la présence des anions de CO_3^{2-} issus de la dissolution des matériaux naturels dans le DMA synthétique qui formeront des complexes avec les métaux. La calcite et la dolomite sont les minéraux responsables de l'augmentation de l'alcalinité.

La valeur du potentiel Redox avant la mise en contact des matériaux avec le DMA synthétique à $t=0$ est de 606 mV. Il ressort de cette figure principalement 2 différentes parties. La première partie (4 premiers jours) se caractérise par une diminution du potentiel d'oxydoréduction, les valeurs passent d'un Eh initial de 606 mV à un Eh de 264 mV. Cette baisse est due aux réactions de réduction des métaux qui se produisent lors de la neutralisation du DMA par l'ajout d'un matériau alcalin et qui avec le temps engendra la précipitation des oxydes et oxyhydroxydes de métaux. La deuxième partie se désigne par une stabilisation du potentiel d'oxydoréduction où le Eh atteint 241.3 mV après 20 jours de traitement.

Au cours des trois premiers jours, la conductivité diminue avec une vitesse rapide démarrant d'une valeur initiale de 6.32 mS/cm pour heurter une valeur minimale de 4.51 mS/cm au troisième jour. Elle continue à diminuer jusqu'à atteindre une valeur de 4.32 mS/cm à la fin de traitement.

10.2 Concentrations en métaux

Le suivi de la concentration de six éléments chimiques (Zn, Pb, Fe, Cd, Cu, Ca) dans les lixiviats obtenus dans les essais en colonne a été effectué par SAA. La **figure 69** montre les résultats des concentrations en métaux.



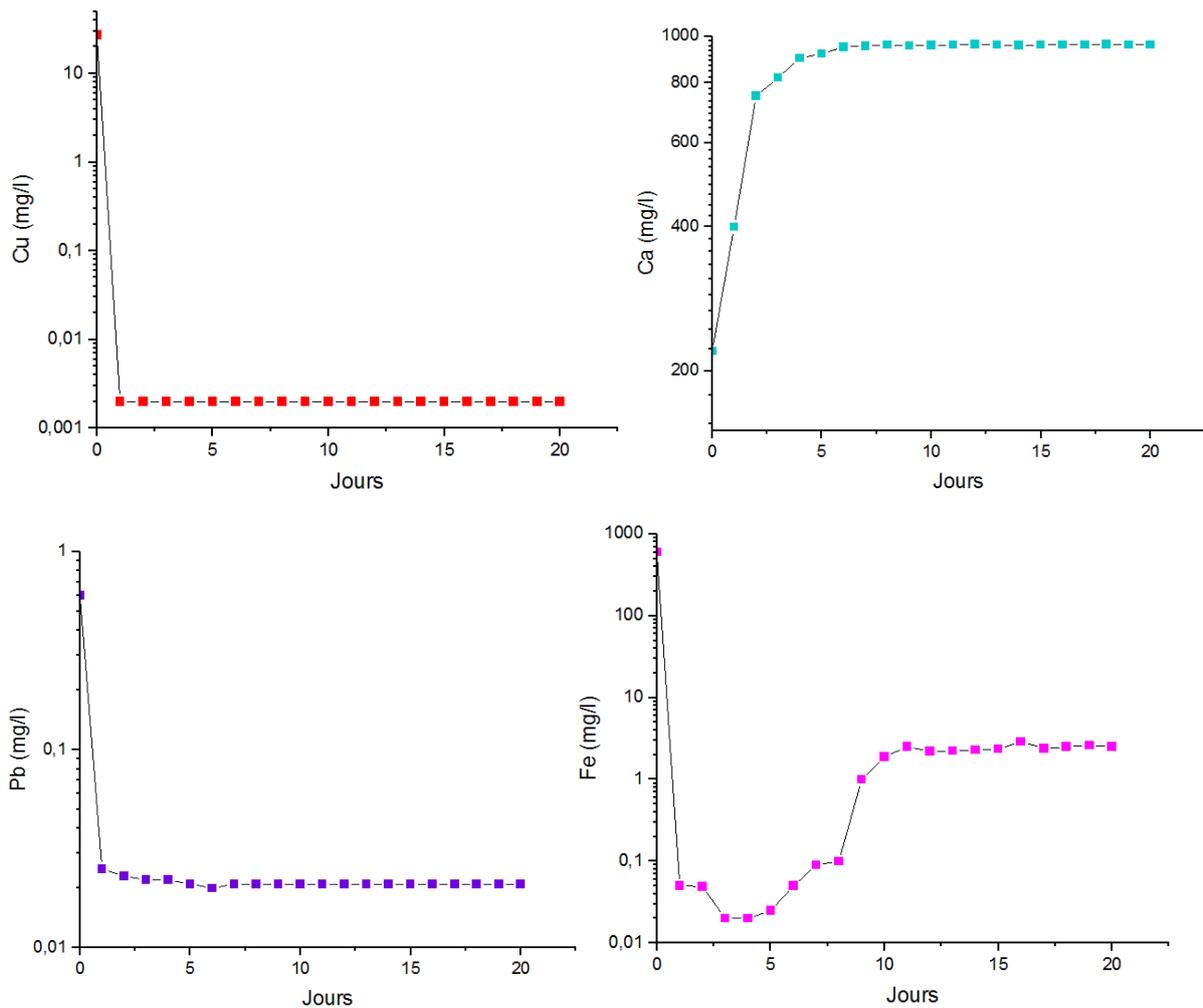


Fig. 69 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais en colonnes

La courbe de variation de la concentration du zinc dans les lixiviats connaît une tendance descendante à partir d'une concentration initiale de 25 mg/L dans le DMA, jusqu'à des concentrations finales de l'ordre de 0.113 mg/L. Le zinc a été totalement éliminé (99.5%).

Les résultats des concentrations du cuivre dans les lixiviats indiquent qu'il a été éliminé avec des concentrations finales de 0.002 mg/L et des rendements dépassant les 99.9%.

L'évolution des concentrations en Pb dans l'effluent a diminué au cours du temps, elles passent de 0.6 mg/L à 0.021 mg/L.

La concentration initiale du cadmium dans le DMA était de 2 mg/L, sa variation dans les lixiviats indique qu'il a été facilement éliminé par les matériaux phosphatés avec des concentrations finales de l'ordre de 0.002 mg/L (rendement d'élimination de 99.9%).

Concernant la courbe de calcium, Après un temps de contact ($t=1$ jour), la concentration augmente à 960.2 mg/L. Cette augmentation est due à la dissolution de la calcite ou de la

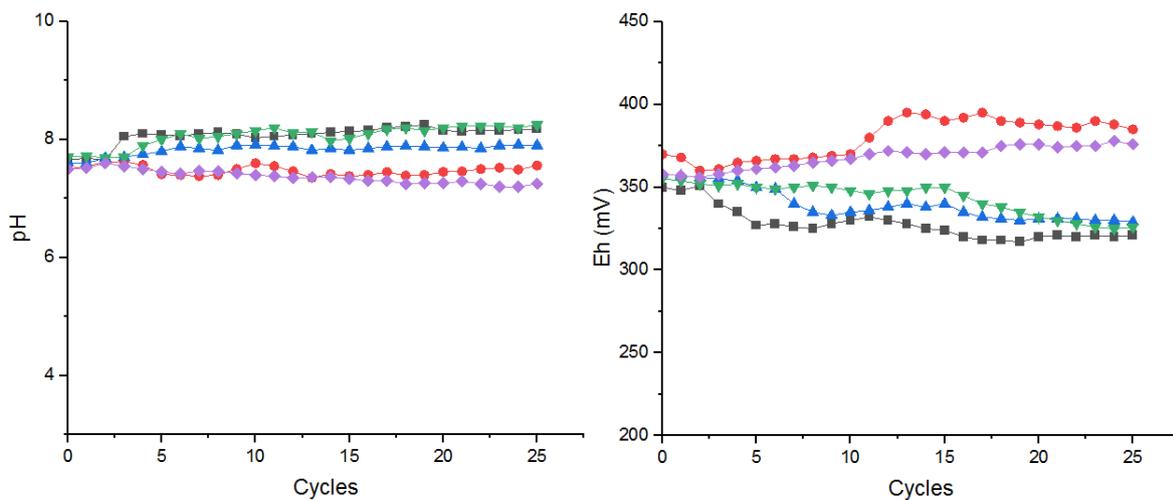
dolomite. A $\text{pH} < 6.35$, le carbonate dominant est le H_2CO_3 et à une valeur comprise entre 6.35 et 10.33 le carbonate prédominant est le HCO_3^- .

Les résultats montrent que le fer est éliminé facilement par les matériaux testés. Les concentrations ont atteint 0.05 mg/L durant les cinq premiers jours de l'essai, suivie d'une augmentation à $t = 6$ jours pour atteindre une valeur maximale d'environ 2.6 mg/L.

Le fer est éliminé par précipitation/co-précipitation sous forme d'oxyhydroxydes ou hydroxydes sulfates. L'apatite peut empêcher la formation d'acide en éliminant le Fe^{3+} , en le précipitant sous forme de phosphate de fer insoluble en dessous d'un pH de 5.5. De nouvelles phases peuvent apparaître sous forme de carbonates $\text{M}(\text{CO}_3)$ (M soit Cu, Zn, Mn, Zn, Al et Fe).

11 Résultats du traitement passif par amendements alcalins

La **figure 70** montre la qualité de l'eau des lixiviats (variations du pH , de la conductivité, du potentiel redox et des concentrations en métaux) au cours des essais de lixiviation en cellules humides pour les 5 amendements phosphatés testés.



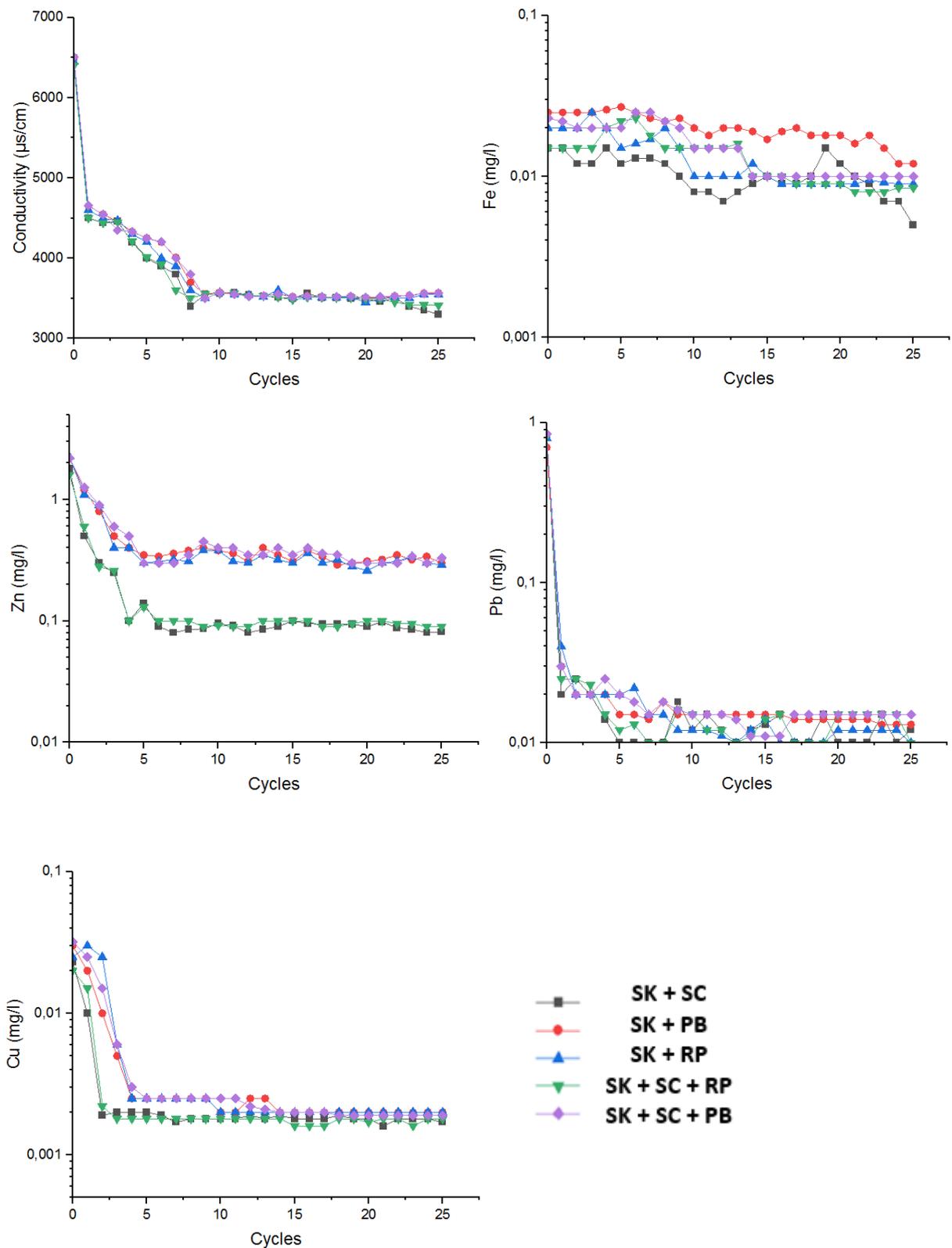


Fig. 70 Evolution de la qualité de l'eau durant les essais d'amendements alcalins

La valeur du pH lors du premier cycle de lixiviation pour les cinq cellules humides dépasse 7.5, le pH des lixiviats des cellules C1 (SK+SC) ; C3 (SK+RP) et C4 (SK+SC+RP) augmente considérablement pour atteindre des valeurs maximales de 8.25 et 7.8.27 respectivement pour

la cellule C1 et C4, et des valeurs de 7.91 pour la cellule C3. Les cellules C2 et C5 contenaient respectivement (SK+PB) et (SK+SC+PB) présentaient un pH neutre (7.56 et 7.25) au dernier cycle de lixiviation.

Il est à noter que pour les 5 cellules, le pH des lixiviats a tendance à se stabiliser à partir du quatrième cycle, laissant penser que c'est la durée nécessaire à ces matériaux pour neutraliser la quantité de rejets.

Les valeurs du potentiel Redox exprimées en mV relevées à différents intervalles de temps durant les essais pour les 5 cellules humides sont représentées dans la Figure 70 :

Tout comme pour la variation du pH, les graphes présentant la variation du potentiel redox en fonction du temps présentent une même allure.

Le potentiel Redox des lixiviats contenant chacun des matériaux commence à baisser significativement, il atteint ainsi des valeurs quasiment semblables de 329mV et 326mV respectivement pour les cellules C3 et C4 et des valeurs plus basses de 317mV pour la cellule C1 contenant les SC. Pour ce qui est du lixiviat des cellules C2 et C3, le potentiel redox varie de 360 et 395 mV tout au long de la période d'essai.

Les valeurs de la conductivité mesurées dans les cellules sont présentées à la figure 70. La valeur de la conductivité est proportionnelle à la concentration des ions en solution dans l'eau. Les ions liés à la dissolution des carbonates et la présence de SO_4^{2-} contribuent aux variations de conductivité.

La conductivité a diminué au cours des cycles de lixiviation dans 5 cellules, passant de 6500 à 3300 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Afin d'évaluer l'efficacité du traitement au phosphate, les concentrations en métaux sont mesurées et utilisées comme critère de performance (Harris et Lottermoser, 2006 ; Munksgaard et Lottermoser, 2012). L'évolution des concentrations de métaux en solution au cours des essais de modification est illustrée dans la **figure 70**.

La variation des concentrations du fer dans les lixiviats montre qu'il a été facilement éliminé par les différents matériaux phosphatés avec des concentrations finales de 0.005 mg/L pour la cellule C1, 0.012 mg/L pour C2, 0.009 mg/L pour C3, 0.0085 mg/L pour C4 et 0.01 pour C5. Les valeurs faibles de fer sont expliquées par la précipitation des oxyhydroxydes de fer et/ou le phosphate de fer. Ces résultats concordent avec ceux de Hakkou et al, 2009 en utilisant les stériles de phosphates pour contrôler les DMA issus des rejets de Kettara.

Les courbes de variation de la concentration du plomb dans tous les lixiviats indiquent une tendance descendante à partir d'une concentration initiale de (0.80 à 0.012 mg/L pour C1), (0.71 à 0.013 mg/L pour C2), (0.80 à 0.01 mg/L pour C3), (0.82 à 0.01 mg/L pour C4) et (0.85 à 0.015 mg/L pour C5).

La figure 70 présente les variations des concentrations en Zn dans les lixiviats pour 25 cycles de rinçage. Le zinc montre une diminution progressive de sa concentration en fonction du temps. Les concentrations finales en ce métal dans les cellules sont demeurées entre 0.081 mg/L (C1) et 0.33 mg/L (C5). Le zinc a probablement précipité dans toutes les cellules.

La variation du cuivre dans les lixiviats indique qu'il a été facilement éliminé par tous les amendements alcalins avec des concentrations finales ne dépassant pas les 0.01 mg/L.

12. Discussion générale

Cette partie, liée aux travaux de décontamination des rejets miniers de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef, est composée de quatre sections. Une première section présente l'importance de la caractérisation pour une meilleure prédiction du potentiel de formation du DMA. La deuxième section discute l'apport de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols et résidus miniers des sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef. La troisième section aborde l'efficacité de la technique de désulfuration par flottation et séparation gravimétrique ainsi que le comportement géochimique des rejets avant et après traitement. La quatrième section discute la faisabilité des systèmes passifs à traiter le DMA par l'usage de matériaux phosphatés.

1. Intérêt de la caractérisation physique, chimique et minéralogique des rejets miniers

Afin d'atteindre l'objectif principal de cette thèse, soit de décontaminer les rejets provenant des sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef et de caractériser leur comportement géochimique, il est primordial de connaître les principales propriétés physiques, chimiques et minéralogiques des échantillons à l'étude. Notons que la qualité des résultats d'une caractérisation est étroitement liée à la qualité d'échantillonnage (quantité et représentativité). Dans le cadre de ce travail, la stratégie d'échantillonnage adaptée est la méthode de tranchée (profondeur maximale de l'ordre de 30 cm).

Les rejets de flottation de Sidi Kamber sont constitués majoritairement de sable fin à moyen selon le système de classification USCS tandis que les rejets de gravimétrie présentent une texture plus grossière de type gravier fin (plus de 50% de particules ayant un diamètre >2mm).

L'analyse granulométrique des rejets de Kherzet Youcef a montré que ces résidus sont constitués de sable fin (plus de 50% des éléments >80 μm ont un diamètre <1mm).

La caractérisation minéralogique est un volet à prendre en compte afin d'évaluer le comportement géochimique et environnemental des rejets miniers. Elle a permis de définir les différentes phases minérales abondantes dans les rejets. Les résultats montrent que les rejets de Sidi Kamber sont composés de minéraux sulfureux inclus dans une gangue silicatée. La teneur en soufre est plus élevée dans les rejets SKG (5.36%) que dans les résidus SKF (3.18%). Les minéraux secondaires sont principalement formés de gypse, jarosite et hydroxydes de baryum.

Pour la mine de Kherzet Youcef, la totalité du soufre analysé dans les échantillons est supposé sous forme de sulfures en raison de l'échantillonnage qui a été effectué récemment ($S_{\text{tot}} = 4.39\%$). L'analyse minéralogique a révélé qu'ils sont principalement constitués de minéraux carbonatés (dolomite) et de minéraux sulfurés (principalement la pyrite). Les minéraux secondaires tels que le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), la jarosite ($\text{K}^+\text{Fe}^{3+}_3(\text{OH}^-)_6(\text{SO}_4^{2-})_2$) et l'anglésite (PbSO_4) se sont formés par altération de minéraux primaires.

L'utilisation des résultats de la caractérisation physique, minéralogique et chimique dans les sections 6, 7 et 8 est un exemple concret. Ils ont permis d'appuyer les interprétations des tests statiques et cinétiques de prédiction du DMA ainsi que les essais de désulfuration.

2. Intérêt de la caractérisation physique, chimique et minéralogique des matériaux phosphatés

Dans le but de traiter les effluents acides issus de la mine abandonnée de Sidi Kamber, des échantillons de phosphates de Djebel Onk ont été utilisés (Phosphates bruts à faible teneur (PB), des stériles carbonatés d'exploitation (SC) et des rejets de phosphates (RP)).

Ces trois lithologies présentent des granulométries différentes. Les phosphates bruts à faible teneur et les stériles carbonatés d'exploitation montrent la présence de graviers, de sables et de limons.

Le coefficient de perméabilité (K_{sat}), mesuré pour les stériles carbonatés, est de $1, 21 \cdot 10^{-1} \text{ cm/s}$. Les rejets phosphatés sont constitués de sable fin (47% de particules ont un diamètre $< 80 \mu\text{m}$). Ces résultats suggèrent que ces matériaux ont une perméabilité et une granulométrie idéales pour la circulation du drainage minier acide à traiter.

La caractérisation minéralogique a révélé que les stériles carbonatés d'exploitation sont composés de dolomite pure (plus de 95%) tandis que les deux autres lithologies (PB et RP) renferment la fluorapatite (PB : 25.8%, RP : 19.8%), la dolomite (PB : 55.7%, RP : 59.2%) et la calcite (PB : 18.5%, RP : 20.5%). Ces résultats démontrent que les échantillons étudiés sont suffisamment riches en carbonates qui contribuent à la neutralisation des effluents miniers acides et contaminés. Les résultats chimiques reflètent les compositions minéralogiques des échantillons étudiés. L'analyse des matériaux phosphatés a montré que, les teneurs en calcium et magnésium sont élevées dans les stériles carbonatés (32.5% CaO et 2.2% MgO) en comparaison avec les deux autres échantillons, cela est expliqué par la forte teneur en dolomite.

Le minerai de phosphates (PB) et les rejets de phosphates (RP) présentent des niveaux élevés de CaO (45.2%), de P₂O₅ (28.8%) et de SiO₂ (4.0%).

Contrairement aux phosphates bruts, la capacité de neutralisation des résidus de phosphates est importante en raison de la présence d'une proportion importante de carbonates. En conséquence, les résultats de potentiel de neutralisation net (NNP = NP-AP > 20 kg CaCO₃/t) indiquent que tous les échantillons pourraient assurer un potentiel de neutralisation à long terme pour les effluents acides miniers attribué à la présence de grandes quantités de minéraux neutralisants.

3. L'apport de l'évaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols et résidus miniers des sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef

3.1 Evaluation des risques de contamination en éléments métalliques des sols/rejets

Les solutions d'extraction chlorure de calcium CaCl₂ et l'acide nitrique HNO₃ ont été utilisées afin d'étudier la disponibilité des ETM dans les sols/rejets des sites de Sidi Kamber et de Kherzet Youcef.

L'ordre des métaux dans la fraction extrait avec HNO₃ est le suivant : Pb > Zn > Cd > Cu. Pour ceux extraits par CaCl₂ sont Zn > Pb > Cd > Cu. D'après les résultats obtenus, nous concluons que les principaux polluants de métaux lourds dans le site de Sidi Kamber sont le Cd, le Pb et moyennement le Zn. Ces résultats concordent avec les métaux polluants trouvés dans les sols à proximité des sites miniers.

L'intensité de la contamination par les ETM a été évaluée par le calcul de l'indice de pollution et de Nemerow. C'est un outil de caractère empirique efficace, permettant de comparer les concentrations en métaux dans l'échantillon par rapport aux valeurs de référence. Sur la base des valeurs de PI de chaque contamination métallique, les sols sont classés comme suit :

faible contamination (PI ≤ 1.0); contamination modérée (1.0 ≤ PI ≤ 3.0); forte contamination (PI ≥ 3.0).

Cas de Sidi Kamber

Les résultats de l'indice PN indiquent que les points SKG 1 à SKG 5 et SKF 4 sont fortement pollués avec une valeur maximale de 6.73 (**Tableau.36**). Les sols T1 à T2 sont considérés comme sols propres tandis que les stations T4 à T6 se situent à la concentration limite (PN = 0.9) qui entraîne un PN situé dans l'intervalle de risque. Sur le site SKF, deux stations (SKF2, SKF3) sont moyennement polluées, et trois (SKF1, SKF5 et SKF6) légèrement polluées. Les

concentrations extractibles de Pb, Zn et Cd dans les échantillons de la zone des résidus sont significativement plus élevées que celles des autres sites.

Tableau. 36 Indice de pollution (PI) et indice de pollution de Nemerow (PN) (pour les éléments extraits à l'acide - Cas de la mine abandonnée de Sidi Kamber)

Echantillons	IP Cd	IP Pb	IP Cu	IP Zn	Indice de Nemerow Pn	Classification
SKF 1 (F1)	0.379	1.848	0.023	0.601	1.40	Pn<0.7 Sol propre ;
SKF 2 (F2)	3.231	1.353	0.015	0.461	2.45	
SKF 3 (F3)	2.896	1.432	0.016	0.486	2.22	
SKF 4 (F4)	6.516	1.336	0.015	0.438	4.84	0.7<Pn<1.0 Limite d'alerte,
SKF 5 (F5)	0.454	1.520	0.016	0.453	1.16	
SKF 6 (F6)	0.298	1.534	0.018	0.473	1.16	1.0<Pn<2.0 Sol légèrement pollué,
SKG 1 (G1)	3.729	4.508	0.043	0.354	3.53	
SKG 2 (G2)	0.363	6.108	0.059	0.407	4.49	
SKG 3 (G3)	8.740	5.839	0.062	0.419	6.73	2.0<Pn<3.0 Sol modérément pollué,
SKG 4 (G4)	3.184	4.348	0.044	0.352	3.38	
SKG 5 (G5)	0.348	4.633	0.045	0.365	3.41	
SKG 6 (G6)	0.258	3.941	0.032	0.346	2.90	Pn> 3.0 sol fortement pollué (Ciupa et al., 2016).
T 1	0.244	0.613	0.067	0.170	0.47	
T 2	0.260	0.551	0.065	0.160	0.43	
T 3	0.274	0.607	0.075	0.173	0.47	
T 4	1.224	0.594	0.064	0.170	0.94	
T 5	0.232	1.310	0.098	0.212	0.98	
T 6	0.227	1.320	0.097	0.212	0.99	

Cas de Kherzet Youcef

L'indice de pollution calculé pour le Cd passe de 0.10 (KH10) à 3.42 (KH1) (**Tableau.37**). Il montre des valeurs élevées dans les trois premiers points d'échantillonnage (KH1 à KH2), ce qui indique un sol pratiquement fortement contaminé en cadmium.

Les résultats obtenus pour le plomb allant de 0.25 à 8.90 confirment une forte contamination pour les sites KH1 à KH6 et une contamination faible pour KH7 à KH10. Les plages de IP obtenues pour le cuivre (0.009 à 0.471) ont révélé que presque tous les échantillons examinés sont pratiquement non contaminés par ce métal.

Tableau. 37 Indice de pollution (PI) et indice de pollution de Nemerow (PN) (pour les éléments extraits à l'acide - Cas de la mine de Kherzet Youcef).

Echantillons	IP Cd	IP Pb	IP Cu	IP Zn	Indice de Nemerow Pn
<i>KH 1</i>	3.429	8.902	0.411	11.210	8.987
<i>KH 2</i>	3.379	8.070	0.439	11.568	9.171
<i>KH 3</i>	3.232	8.596	0.414	10.972	8.777
<i>KH 4</i>	3.254	8.568	0.471	11.139	8.899
<i>KH 5</i>	2.872	7.513	0.320	10.252	8.141
<i>KH 6</i>	2.685	8.414	0.446	9.762	7.864
<i>KH 7</i>	0.318	0.467	0.055	0.838	0.663
<i>KH 8</i>	0.175	0.395	0.033	0.401	0.335
<i>KH 9</i>	0.162	0.251	0.033	0.218	0.213
<i>KH 10</i>	0.108	0.255	0.009	0.168	0.204

L'indice de pollution obtenu pour le zinc varie de 0.20 à 9.17, suggérant une forte pollution. L'indice de pollution Nemerow le plus élevé est enregistré au niveau de la station KH2 et le plus faible au niveau de la station KH10.

3.2 Evaluation des risques de contamination en éléments métalliques des plantes

Les plantes récoltées dans les deux sites (Sidi Kamber et Kherzet Youcef) montrent une concentration et une toxicité en métaux lourds très élevées. Ces espèces sont considérées comme plantes accumulatrices/hyperaccumulatrices et peuvent être adaptées à la phyto-extraction qui est une alternative aux méthodes de dépollution classiques (Schwartz et al., 2001 ; Schwartz et al., 2003). Ceci a été confirmé par des facteurs de translocation supérieurs à 1.

4. Efficacité de la technique de désulfuration par flottation et séparation gravimétrique

La flottation et gravimétrie sont deux techniques qui peuvent aider à réduire les risques de contamination par oxydation des sulfures et qui doivent être prises en considération lors de la gestion des rejets miniers (Benzaazoua et al., 2000; Bois et al., 2005). Les rejets de désulfuration issus du traitement par gravimétrie/flottation ont montré un statut potentiellement non

générateur d'acide ; cela confirme l'efficacité de l'élimination des sulfures. En effet, l'efficacité de la désulfuration par flottation est liée à une libération parfaite des minéraux sulfurés (pyrite, sphalérite...).

Ces résultats présentent un intérêt économique pour l'industrie minière, en particulier le complexe minier de Kherzet Youcef dont les rejets sont titrés à plus de 1% en zinc ; cet état de fait est lié à l'absence d'un laboratoire d'analyse qui permettra de connaître le taux de zinc déversé dans les digues à résidus. Le recyclage de ces rejets conduit à la récupération d'une certaine quantité de zinc par la flottation (**Fig. 72**). Les analyses des effluents ont montré de faibles concentrations de métaux lourds ; ceci est dû à la présence d'une gangue carbonatée qui neutralise l'acidité.

Pour les rejets de Sidi Kamber, les deux procédés ont montré une efficacité mais afin d'éviter un broyage supplémentaire, la séparation gravimétrique, en utilisant la table à secousses est proposée (**Fig. 71**).

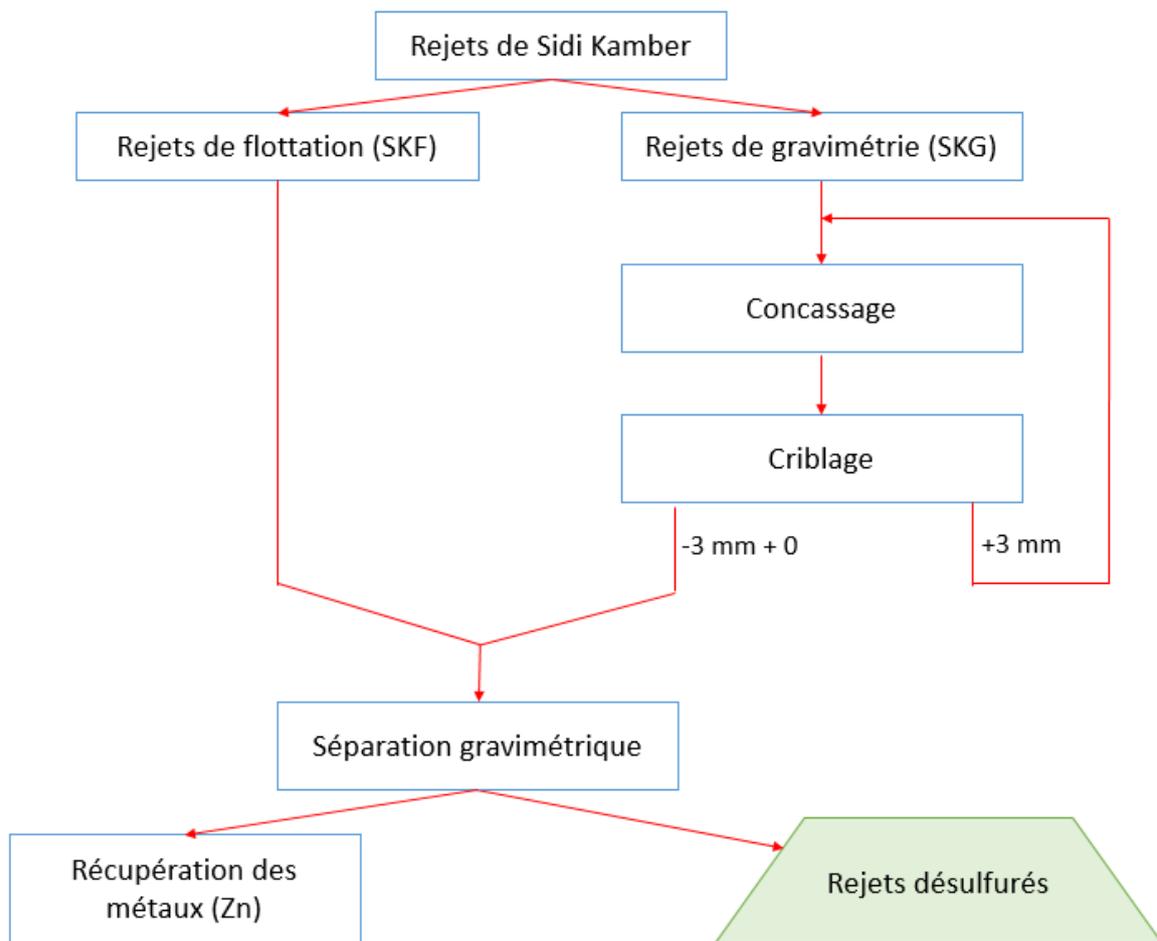


Fig. 71 Méthode de gestion des rejets de Sidi Kamber

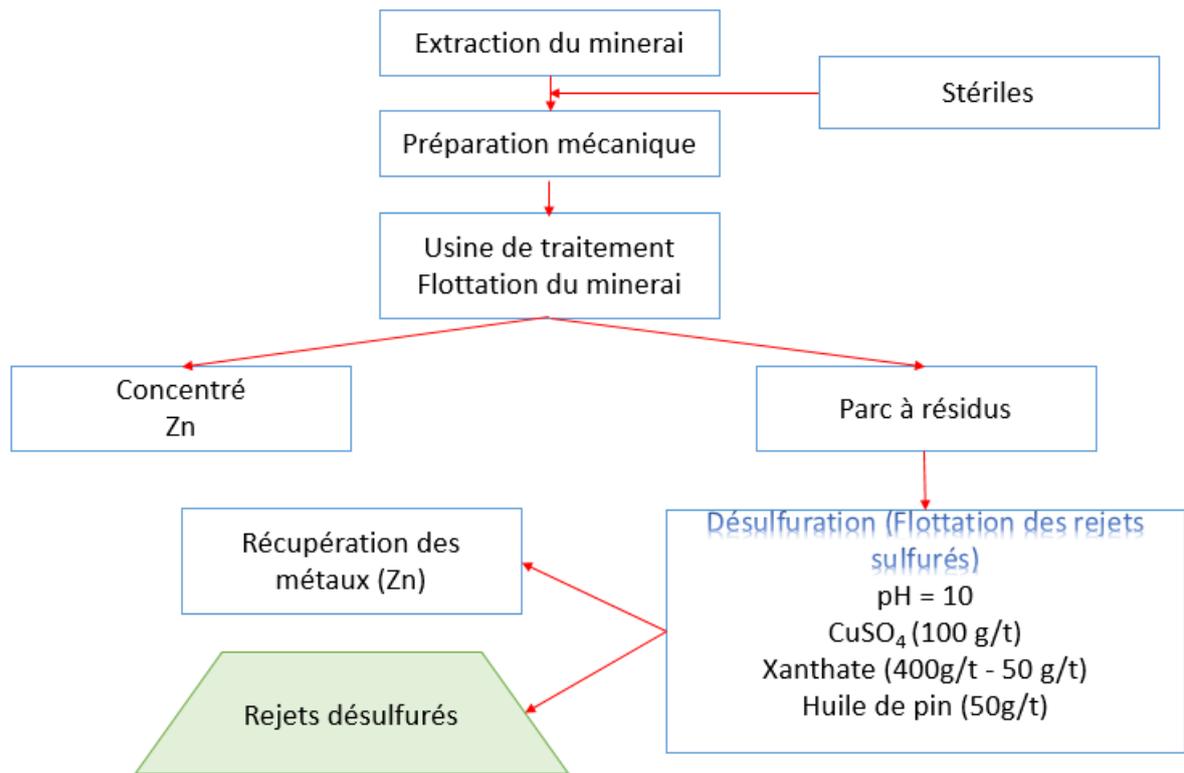
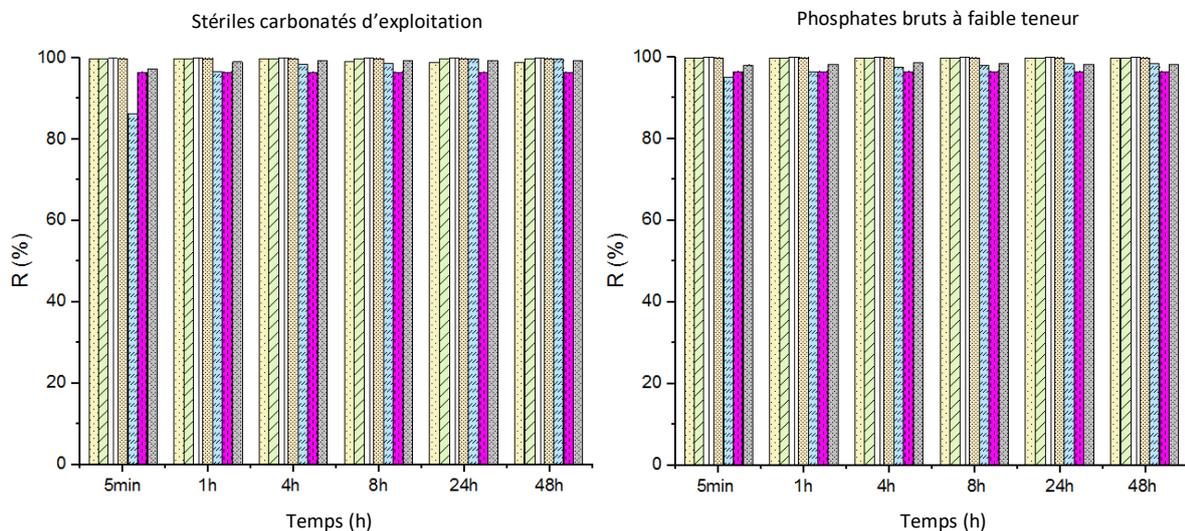


Fig. 72 Méthode de gestion des rejets de Kheret Youcef

5. Efficacité du traitement passif pour la décontamination des rejets.

5.1 Drain de phosphate alcalin oxique (essais en batch et en colonnes)

Le traitement du DMA à l'aide de matériaux phosphatés pourrait constituer une option environnementale intéressante pour l'élimination des métaux.



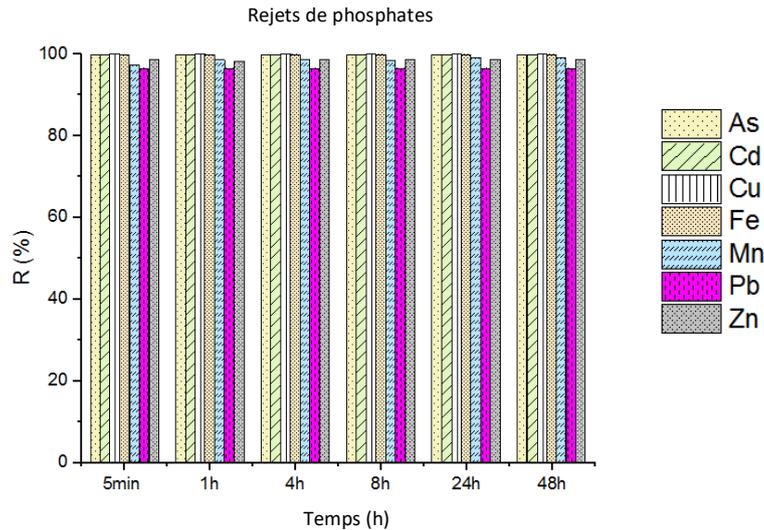


Fig.73 Efficacité du drain phosphate oxyque

Pour les stériles carbonatés d'exploitation, l'élimination des métaux après 5 minutes était de 86.4% et de 97.2% pour le Mn et le Zn, respectivement. Le fer, le Cu et le Cd ont été presque complètement éliminés (> 99%) de la solution du DMA après les 5 premières minutes de traitement. L'élimination de ces éléments a augmenté au fil du temps pour atteindre 99.9% à la fin de l'expérience. Dans le cas de Pb, l'élimination était d'environ 96.3%. La concentration des métaux lourds à la fin du traitement par SC était de 24 à 500 fois inférieure aux critères environnementaux algériens. L'élimination de ces métaux a atteint des niveaux satisfaisants (moins de 1 mg/L dans toutes les solutions) après seulement 15 minutes de contact entre la solution de DMA et les matériaux phosphatés. L'élimination de Mn dans le PB était d'environ 95.1%, tandis que le RP avait un taux moyen de 97.2%.

Comme il a été mentionné précédemment, la sorption et la précipitation sont les mécanismes les plus susceptibles de contrôler l'élimination des métaux (Miller et al., 2011, 2013). Après la dissolution des phosphates alcalins, différents minéraux peuvent précipiter, ce qui pourrait affecter l'efficacité à long terme du drain; une conception adéquate et un éventuel renouvellement devraient être envisagés avant la mise en œuvre sur le terrain d'une telle solution (Rakotonimaro et al., 2016; 2018; Genty et al., 2018; 2020).

Les recherches ont prouvé que le revêtement des pierres phosphatés par les précipités de Fe-Mn pourrait être évité ou retardé lorsque les drains oxyques sont construits dans des zones à forte pente (pentes optimales > 20%) ou en prolongeant la longueur du canal / temps de séjour (Ziemkiewicz et al., 1997, 2003; Genty et al., 2012; Skousen et al., 2017).

Le mécanisme d'élimination de Fe se fait par précipitation sous forme d'oxy-hydroxydes tels que $\text{Fe}_3(\text{OH})_8$, FeOOH , $(\text{H}_3\text{O})\text{Fe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$, d'oxydes tels que Fe_2O_3 et Fe_3O_4 , et de carbonates tels que FeCO_3 lorsque le bicarbonate produit par dissolution de calcite réagit avec Fe^{2+} . De plus, l'élimination réussie de Fe est probablement attribuable aux mécanismes de sorption et de co-précipitation, qui peuvent également se produire (Edahbi et al., 2017; 2018). Au cours des premières minutes des essais, Mn était l'élément le plus mobile par rapport aux autres ions métalliques. Ce résultat peut être expliqué à l'aide du diagramme pH-Eh de Mn, calculé par les données de Geochemist's Workbench. Pour que le Mn se précipite sous forme d'oxy-hydroxydes/carbonates, le Fe entier doit être insoluble et le pH proche de la neutralité ou élevé (Neculita et Rosa, 2019).

L'élimination de Cu, Cd, Pb et Zn dissous peut être attribuée à la capacité de sorption du phosphate alcalin (SC, PB et RP) ainsi qu'à la forte complexation avec le phosphate (Evangelou, 1995; Fytas et Evangelou, 1998; Harris et Lottermoser, 2006; Hakkou et al., 2009, 2016). L'adsorption de ces métaux sur les phases minérales est liée aux processus d'échange, à la complexation de surface ou aux précipitations, et dépend principalement des concentrations de métaux (Fytas et Evangelou, 1998; Seshadri et al., 2017). D'autres études ont révélé qu'à un pH presque neutre, l'élimination des métaux pouvait se faire par adsorption et co-précipitation à la surface de Fe nouvellement précipité (Romero et al., 2011).

Plusieurs études ont montré que les phosphates réagissent avec de nombreux métaux lourds/métalloïdes pour former des précipités phosphatés secondaires avec une solubilité extrêmement faible. Il est à noter que les phosphates sont un excellent tampon pour neutraliser l'acidité à l'aide des groupes PO_4^{3-} et OH et précipiter les phases métalliques (Evangelou, 1995; Ghirisan et al., 2007; Dybowska et al., 2009; Hakkou et al., 2009, 2016).

Les résultats obtenus au cours des essais en batch nous ont permis de conclure que les trois matériaux phosphatés peuvent être utilisés comme matériaux neutralisants pour le DMA.

Le drain alcalin oxique simulé au laboratoire à moyenne échelle a montré une efficacité en termes de neutralisation du DMA. Le pH final de l'effluent dépasse 7.5, cela est expliqué par la dissolution des stériles d'exploitation et les rejets de phosphates qui ont pu augmenter l'alcalinité. Les métaux ont été totalement éliminés (Zn : 99.6% ; Pb : 96.6% ; Fe : 99.9% ; Cu : 99.9% ; Cd : 99.9%).

L'utilisation des stériles carbonatés d'exploitation et des rejets de phosphates est préférée pour les raisons suivantes :

- 1) Le coût de ces deux matières est bien inférieur à celui du phosphate brut ;
- 2) La réduction des stériles carbonatés et des résidus de traitement à la mine de phosphate de Djebel Onk;
- 3) Les métaux sont complètement éliminés en utilisant ces deux matériaux.

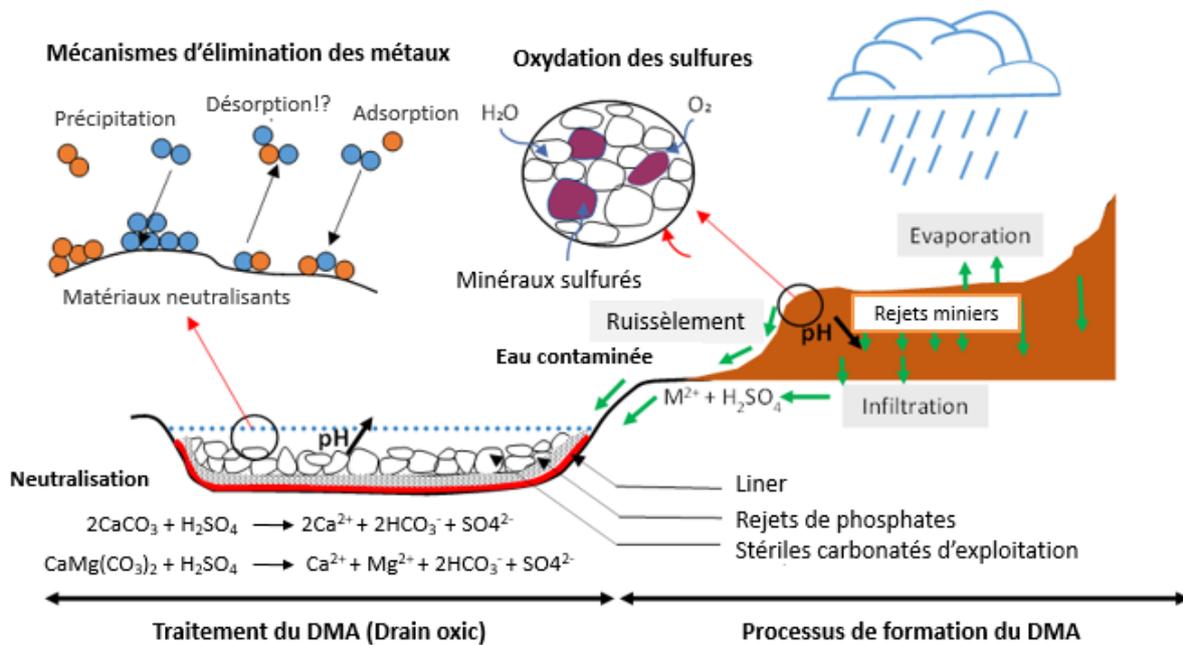


Fig. 74 Conception du drain oxigé (application à grande échelle)

5.2 Amendements alcalins

Les résultats obtenus montrent que les composés phosphatés (SC et RP) sont des amendements efficaces pour immobiliser les métaux dans les rejets de Sidi Kamber. Les mécanismes impliqués dans l'immobilisation des métaux par les phosphates sont : 1) échange d'ions, 2) complexation de surface, 3) précipitation de nouveaux phosphates métalliques, et 4) substitution de Ca dans les roches phosphatées par des métaux pendant la recristallisation (Middelburg et Comans, 1991; Mignardi et al., 2012; Cao, 2018; Andrunik et al., 2020).

Les valeurs de pH mesurées en fin de traitement, sont élevées dans tous les lixiviats (C1 : 8.18, C2 : 7.56, C3 : 7.9, C4 : 8.25, C5 : 7.25). Cette augmentation est due au contact entre les rejets et chacun des matériaux testés et témoigne que ces matériaux constitués de carbonates et de phosphates ont un effet tampon très élevé. En parallèle, la diminution du potentiel redox témoigne d'une réaction chimique entre les rejets de Sidi Kamber et les différents matériaux naturels alcalins et la formation d'un milieu réducteur qui au fil du temps provoquera la précipitation des oxydes de métaux (exemple : phosphate de fer).

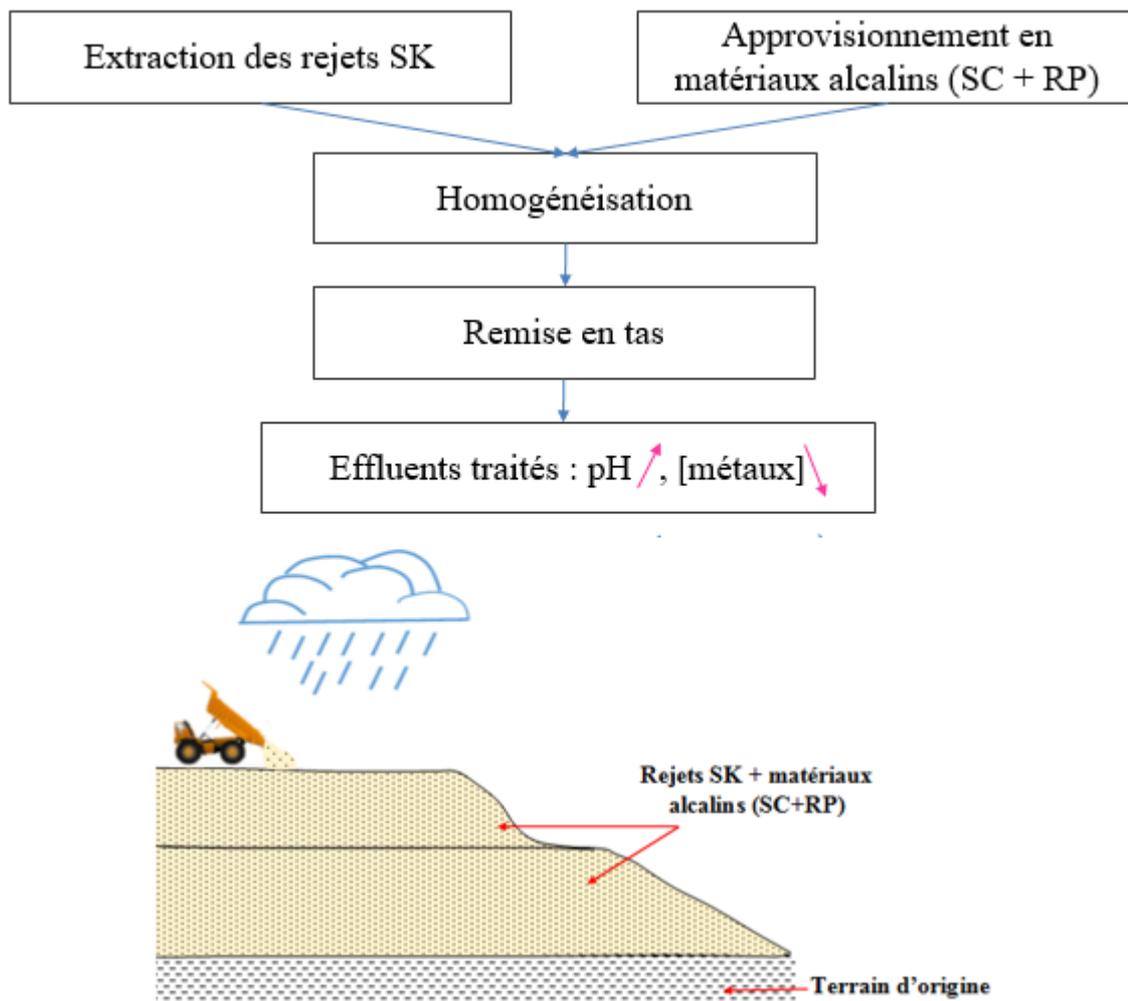


Fig. 75 Application de l'amendement alcalin à grande échelle

La mine abandonnée de Sidi Kamber présente un cas avéré de DMA. Un travail laborieux a été entrepris, dans le but de réduire les sulfures contenus dans les rejets, qui sont un danger pour la population, la faune et la flore. Des résultats encourageants ont été obtenus. Différentes variantes ont été développées, et sont cités ci-après :

1/ La désulfuration par gravimétrie des rejets contaminés : ce procédé nous permettra de réduire le taux de sulfures de 2.6 fois, par rapport au taux initial (de 4.68% à 1.80%). Ce procédé n'est pas utilisé dans un but lucratif et ne peut être perçu comme une opération de valorisation.

2/ Amendement alcalin : il sert à contrôler la génération du DMA en amont. Dans ce contexte, des rejets de phosphates et des stériles de décapage sont mélangés avec les rejets contaminés, afin d'augmenter l'alcalinité et réduire la mobilité des métaux.

3/ Installation d'un drain oxygène alcalin : Il a pour objectif de traiter le DMA en aval qui s'écoule à travers le drain, constitué de matériaux phosphatés.

Le choix d'utilisation de ces variantes à grande échelle dépend des objectifs à atteindre :

- Si nous souhaitons augmenter la longévité du système de traitement passif et une décontamination parfaite, l'utilisation des trois variantes est recommandée.
- S'il s'agit seulement d'une amélioration de la qualité des eaux contaminées, le drain oxygène est suffisant.

Conclusion générale

Conclusion générale

La présente étude a porté sur l'évaluation de l'efficacité de traitement passif/contrôle du drainage minier acide (DMA) généré par les rejets miniers lorsqu'ils sont soumis à l'action de l'eau et de l'oxygène atmosphériques et que le potentiel de neutralisation de ces résidus est épuisé (faible quantité en minéraux acidivors). Elle vise à expliquer comment les méthodes de traitement passif et de restauration pourraient être intégrées à la décontamination du site des rejets de Kherzet Youcef, et de Sidi Kamber. Le drainage minier acide généré sur ce site abandonné est caractérisé par des concentrations en sulfates et en métaux très élevées ainsi que des pH fortement acides en comparaison avec l'effluent contaminé provenant du site de Kherzet Youcef.

La composition minéralogique des rejets de Sidi Kamber (SKF et SKG) est dominée par une gangue silicatée formée principalement de quartz et muscovite, alors que les rejets de Kherzet Youcef (KH) sont composés par une gangue carbonatée qui englobe la dolomite et la calcite. La pyrite constitue le minéral métallique le plus abondant dans ces rejets de flottation. Elle est généralement associée à d'autres minéraux sulfurés (galène, sphalérite, marcassite et chalcopirite). Les rejets oxydés sont caractérisés par l'abondance de minéraux secondaires néoformés, ils comprennent la jarosite, l'anglesite et le gypse.

La caractérisation chimique des échantillons montrent des concentrations significatives en Zn (1052 mg/kg pour SKF, 1423 mg/kg pour SKG et 8569 mg/kg pour KH), en plomb (847 mg/kg pour SKF, 954 mg/kg pour SKG et 670 mg/kg pour KH) ainsi qu'en soufre total (2.03 à 5.06%), correspondant aux minéraux sulfurés sphalérite et galène qui sont abondants dans les rejets. Cette analyse donne des résultats remarquablement voisins de la composition minéralogique.

Les concentrations en éléments métalliques (Cd, Pb, Cu et Zn) révèlent une différence significative dans les teneurs des métaux étudiés par les deux solutions d'extraction (HNO_3 et CaCl_2). Les résultats de l'indice de pollution IP et de Nemerow Pn montrent que les sites de Kherzet Youcef et de Sidi Kamber constituent une réelle source de pollution en particulier à cause de l'infiltration des métaux dans les sols ($P_{n_{\max}}$ est de 6,73 et 9,17 pour les sites SK et KH respectivement). Le niveau de pollution diminue progressivement en s'éloignant des parcs à résidus. Les espèces *Spergularia sp*, *Artemisiacae sp*, *Tamarix usneoides*, *Myrtus communis*, K1 et K2 prélevées au voisinage de ces deux sites miniers sont accumulatrices de Zn, Cu, Cd et Pb avec un facteur de translocation qui dépasse 1.

L'étude du comportement géochimique par essais statiques a permis de classer les rejets de Sidi Kamber (SKF et SKG) comme générateurs d'acidité en se basant sur les valeurs de PNN (<20 kg CaCO₃/t). Les échantillons de Kherzet Youcef sont non acidogènes (PN = 896,66 kg CaCO₃/t) et (PA = 137,37 kg CaCO₃/t).

Les essais cinétiques en mini cellules d'altération ont permis de conclure que les résidus ont un impact sur l'environnement par le relargage des éléments traces métalliques tels que le cadmium, le cuivre, le plomb, le zinc et le fer. Contrairement aux rejets de Kherzet Youcef, les rejets de Sidi Kamber présentent des valeurs très acides (pH inférieur à 4) après environ 25 cycles de lixiviation.

Les résultats de la désulfuration environnementale par le biais de deux procédés minéralurgiques (flottation et/ou séparation gravimétrique par table à secousses) sont concluants et ont montré une augmentation de l'alcalinité des résidus désulfurés en comparaison avec les résidus bruts. Les essais de séparation gravimétrique effectués dans le cadre de cette étude ont montré un taux d'élimination de sulfures élevé pour les rejets SKG.

Les matériaux de la mine de phosphate de Djebel Onk (W. Tébessa, Algérie), ont été caractérisés (physiquement, chimiquement et minéralogiquement) et évalués comme neutralisants pour le DMA dans des essais en batch. Les résultats ont montré que tous les matériaux ont été efficaces pour augmenter l'alcalinité, éliminer les métaux (Zn, Pb, Cd, Fe, As, Cu, Mn), et partiellement les sulfates. Parmi les matériaux testés, les stériles carbonatés phosphatés et les résidus de phosphates se sont révélés préférables en raison de leur potentiel de neutralisation plus élevé, de leur efficacité d'élimination des métaux (plus de 99 % pour Fe, Cu et Cd) et de leur coût inférieur par rapport au phosphate brut.

Le suivi de la concentration de six éléments chimiques (Zn, Pb, Fe, Cd, Cu, Ca) dans les lixiviats obtenus dans les essais de neutralisation à moyenne échelle a montré que les métaux ont été totalement éliminés (plus de 99.6 %).

La génération de DMA a été contrôlée au laboratoire par l'ajout de matériaux phosphatés alcalins aux résidus de la mine abandonnée de Sidi Kamber. Les résultats ont montré que les métaux (Fe, Zn, Pb, Cu) ont été efficacement immobilisés dans les rejets.

Certaines recommandations peuvent être émises pour approfondir ce travail de recherche comme :

- 1) Réalisation des analyses minéralogiques des échantillons post-démantèlement afin de comprendre les mécanismes de rétention des métaux ;

- 2) Utilisation des biofiltres passifs sulfato-réducteurs combinés aux drains oxygènes comme méthode de traitement passif (essais au laboratoire) ;
- 3) Installation d'un drain oxygène à base de matériaux phosphatés pour les eaux acides du site de Sidi Kamber en conditions naturelles ;

Références bibliographiques

A

- Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B., Kontopoulos, A., 1997. Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, section A, mining industry, 106, A1-A8.
- AFSSA, 2004. Evaluation des risques sanitaires liés aux situations de dépassement des limites et références de qualité des eaux destinées à la consommation humaine. Paris, 96 p.
- Aittoucheik, L., 2006. Etude géochimique des rejets du complexe minier de Kherzet Youssef (SETIF) et son impact sur l'environnement, Mémoire de magister, IST. USTHB, Algérie.
- Akcil, A., Koldas, S., 2006. Acid Mine Drainage (AMD): causes, treatment and case studies. Journal of Cleaner Production. 14, 1139-1145.
- Alcolea, A., Vázquez, M., Caparrós, A., Ibarra, I., García, C., Linares, R., Rodríguez, R., 2012. Heavy metal removal of intermittent acid mine drainage with an open limestone channel. *Miner. Eng.* 26, 86–98.
- Amar, H., 2020. Tri des stériles miniers comme nouvelle approche de gestion intégrée : contrôle du drainage minier et valorisation.
- Amar, H., Benzaazoua, M., Elghali, A., Bussière, B et Duclos, M., 2020. Upstream environmental desulphurisation and valorisation of waste rocks as a sustainable AMD management approach.
- Andrunik, M., Wołowiec, M., Wojnarski, D., Zelek-Pogudz, S., Bajda, T., 2020. Transformation of Pb, Cd, and Zn minerals using phosphates. *Minerals* 10, 342.
- ASTM., 2007. ASTM D5744-07 Standard test method for laboratory weathering of solid materials using a humidity cell. American Soc for Testing and Materials (ASTM).
- Atrafi A., Hodjatoleslami, H., Noaparast M., Shafaei, Z., Ghorbani, A., 2012. Implementation of flotation and gravity separation, to process Changarzeh sulfide-oxide lead ore, *Journal of Mining & Environment*, Vol.3, No.2, 79-87.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. 2002. Environnement et gestion des rejets miniers. Cédérom publié par Les Presses Internationales de Polytechnique.
- Aubertin, M., Chapuis, R.P., Aachib, M., Bussière, B., Ricard, J.F., Tremblay, L., 1995. Fial report-Evaluation en laboratoire de barrières sèches construites à partir de résidus miniers. Mend/Canmet. Ecole Polytechnique de Montréal, Projet C.D.T. P1622.
- Aubertin, M., Chapuis, R.P., 1991. Critères de conception pour les ouvrages de retenue des résidus miniers dans la région de l'Abitibi. Proceedings, 1st Canadian Conference on Environmental Geotechnics, Montréal. Edited by R.P. Chapuis and M. Aubertin. The Canadian Geotechnical Society and The St. Lawrence Centre. pp 113-127.
- Aubouin, J., Gausson, H., Harant, H., 2018. Méditerranéenne aire. Encyclopædia Universalis.

Awad, A.M., Shaikh, S.M.R., Jalab, R., Gulied, M.H., Nasser, M.S., Benamor, A., Adham, S., 2019. Adsorption of organic pollutants by natural and modified clays: A comprehensive review, *Separation and Purification Technology*, Volume 228, 115719.

B

Basta, N.T., McGowen, S.L., 2004. Evaluation of chemical immobilization treatments for reducing heavy metal transport in a smelter-contaminated soil. *Environ. Pollut.* 127, 73-82.

Beaulieu, S., 2001. Application des techniques de bioactivation et de bioaugmentation pour le traitement en conditions sulfato-réductrices des eaux de drainage minier acide. Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal.

Bellouche, M.A., 2016. schéma hydrogéologique possible de la mine de Kerzet Youssef (nord-est Algérien), sciences et technologie, Université des Frères Mentouri, Constantine1, n44.

Ben Ali, H., Neculita, C.M., Molson, J.W., Maqsood A, Zagury, G.J., 2019. Performance of passive systems for mine drainage treatment at low temperature and high salinity: A review, *Minerals Engineering*, Volume 134, Pages 325-344,

Benzaazoua M., Bussière B. (1999). Effet du gonflement par les minéraux secondaires sur la qualité des remblais renfermant des sulfures. Actes du congrès APGGQ, Rouyn-Noranda, Québec, 55-77.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A.M., Archambault, M., 2004. Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environ. Geol.* 46, 1086-1101.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A.M., 2001. Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. In: *Tailings and Mine Waste '01*, Fort Collins, Colorado, January. Balkema, Rotterdam, p 263-272.

Benzaazoua, M et Kongolo, M., 2003. Physico-chemical properties of tailing slurries during environmental desulphurization by froth flotation, *Inter. J. Miner. Process.*, 69: 221-234.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J., Marion, P., 2000a. Environmental desulphurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *Int. J. Miner. Process.* 60, 57-74.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J., Marion, P., 2000. Environmental desulphurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 60(1), 57-74.

Bernier, L.R. (2005). The potential use of serpentinite in the passive treatment of acid mine drainage: batch experiments. *Environmental Geology* 47 (5) : 670-684.

Bezzi, N., Aifa, T., Hamoudi, S., Merabet, D., 2012. Trace elements of Kef Es Sennoun natural phosphate (Djebel Onk, Algeria) and how they affect the various mineralogical modes of treatment. *Proc. Eng.* 42, 1915-1927.

- Blard, S., 2005. Les techniques de traitement des eaux chargées en arsenic, fluor et plomb. ENGREF, Centre de Montpellier, pp. 21.
- Blazy, P., 2000. Flotation. Mechanisms and reagents Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés. 2000, Vol J3, Num J3350, pp J3350.1-J3350.22 ; ref : 57 ref
- Blowes, D.W., Robertson, W.D., Ptacek, C.J., Merkley, C., 1994. Removal of agricultural nitrate from tile-drainage effluent water using in-line bioreactors, Journal of Contaminant Hydrology, Volume 15, Issue 3, Pages 207-221,
- Bois, D., Poirier, P., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2004. A Feasibility Study on the Use of Desulphurized Tailings to Control Acid Mine Drainage. Proceedings 2004 – 36th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors, January 20-22, 2004, Ottawa (Ontario), pp. 361-380.
- Bois, D., Poirier, P., Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., 2005. A Feasibility Study on the Use of Desulphurised Tailings to Control Acid Mine Drainage. CIM bulletin, Vol. 98, No. 1087.
- Bolfa, J.A., 1948. Contribution à l'étude des gîtes métallifères de la Kabylie de Collo et de la région de Bône. impr. Berger-Levrault. Nancy, Paris, Strasbourg.
- Boudoukha, A., Athamena, M., 2012. Caractérisation des eaux thermales de l'ensemble Sud sétifien. Est algérien, Journal of Water Science, Volume 25, Issue 2, p. 103–118
- Bouillin, JP, et Kornprobst, J, 1974 Associations ultrabasiqes de Petite Kabylie; peridotites de type alpin et complexe stratifié; comparaison avec les zones internes betico-rifaines
- Boukhalfa, C., 2007. Heavy metals in the water and sediments of Oued Es-Souk, Algeria, ariver receiving acid effluents from an abandoned mine. Afr. J. Aquatic Sci. 32, 245-249.
- Boukhalfa, C., Chaguer, M., 2012. Characterisation of sediments polluted by acid mine drainage in the northeast of Algeria. Int.J. Sediment Res. 27, 402-407.
- Boutaleb, A., 2001 - les minéralisations à Pb-Zn du domaine Sétifian-Hodna : Gîtologie, pétrographie des dolomies, micro thermométrie et implications métallogénique. Thèse. Doc. D'Etat. USTHB. Alger.
- Boutaleb, A., Amraoui, S., Berdous, D., Alligui, F., Issaad, M., Mahfoud, Z., Chetouane, 2017. Etat des sols et des eaux contaminés par les éléments traces métalliques de deux mines abandonnées, cas des gisements à Pb-Zn de Boudoukha et Sidi Kamber (NE algérien). The 3rd Int. Symp. Miner. Ind. Environ., Annaba.
- Bousdira D., 2009. Etude des impacts des activités d'exploitation des mines polymétallique (Pb-Zn) sur l'environnement de la région de kherzet Yousef (wilaya de Sétif) .Mémoire de Magister ENP.
- Bouwman L., Bloem J., Römken P., Boon G., Vangronsveld J. Benefi cial effects of the growth of metal tolerant Grass on biological and chemical parameters in cooper and zinc contaminated sandy soils. Minerva Biotec.13, 19, 2001.

- Bouzahzah H., Benzaazoua M. et Bussiere B., 2010. A modified protocol of the ASTM normalized humidity cell test as laboratory weathering method for mill tailings. International Mine Water Association Symposium 2010, "Mine Water and innovating thinking". Sydney Nova Scotia, Canada 5 – 9 September 2010. Wolkersdorfer & Freund Eds, pp : 567-570
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2013. Acid-generating potential calculation using mineralogical static test: modification of the Paktunc equation. Article accepté pour présentation orale à la 23ème World Mining Congress, Montreal, Qc, August 11-14.
- Bouzahzah H., Benzaazoua M. Bussiere B. Plante B., 2014. Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests Mine Water and the Environment. Mine Water and the Environment. Mine Water and the Environment 33, pp : 54–65
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Plante, B., Bussiere, B., 2015. A quantitative approach for the estimation of the "fizz rating" parameter in the acid-base accounting tests: A new adaptations of the Sobek test. *J. Geochem. Explor.* 153, 53-65.
- Bridge, G., 2004. CONTESTED TERRAIN: Mining and the Environment. Annual Review of Environment and Resources, Vol. 29:205-259. <https://doi.org/10.1146/annurev.energy.28.011503.163434>
- Brodie, G.A., Britt, C.R., Tomaszewski, T.M., et Taylor, H.N. (1991). Use of passive anoxic limestone drains to enhance performance of acid drainage treatment wetlands. In the proceedings of the 1991 National Meeting of the American Society for Surface Mining and Reclamation, Durango, CO, pp. 211-228.
- Brunet, J.-F. 2000. Drainages Miniers Acides : Contraintes et remèdes et l'état des connaissances. Rapport BRGM/RP-50504-FR, 299 p.
- Bussière, B., Aubertin, M., Benzaazoua, M. et Gagnon, D. 1999. Modèle d'estimation des coûts de restauration de sites miniers générateurs de DMA, Séminaire Mines écologiques présentés dans le cadre du congrès APGGQ 1999 : Les sciences de la terre : une vision planétaire, Rouyn-Noranda.
- Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G., 2005. Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées. UQAT, Rouyn-Noranda, Québec.
- Bussiere, B., 2007. Colloquium 2004: Hydrogeotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geoenvironmental disposal approaches. *Canadian Geotechnical Journal*, 44(9), 1019-1052.
- Bussière, B., Aubertin, M., Mbonimpa, M., Molson, J. W., Chapuis, R. P., 2007. Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical Journal*, 44(3), 245-265.
- Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., Mbonimpa, M., 2004. A laboratory study of covers made of low-sulphide tailings to prevent acid mine drainage. *Environmental Geology*, 45(5), 609-622.

Bussière, B., Benzaazoua, M., Kongolo, M., Aubertin, M., 2002. *Intégration de la désulfuration dans la restauration des sites miniers générateurs de DMA*. Paper presented at the Proceedings of the Symposium sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, The Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum.

C

Cao, X.D., Ma, L.Q., Rhue, D.R., Appel C.S., 2004. Mechanisms of lead, copper, and zinc retention by phosphate rock. *Environ. Pollut.* 131(3), 435-444.

Cao X., 2018. Immobilization of Heavy Metals in Contaminated Soils Amended by Phosphate-, Carbonate-, and Silicate-Based Materials: From Lab to Field. In: Luo Y., Tu C. (eds) *Twenty Years of Research and Development on Soil Pollution and Remediation in China*. Springer, Singapore.

CEAEQ, 2012. Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100.

Chabou-Mostefai, S., 1987. Étude de la série phosphatée tertiaire du Djebel Onk, Algérie, Stratigraphie, Pétrographie, Minéralogie et Analyse Statistique. PhD Thesis, Université de Droit, d'Économie et des Sciences d'Aix-Marseille, France, 376p.

Chaguer, 2013. Analyse et Spéciation des Métaux dans un Oued en zone minière. Cas de l'Oued Essouk. University Constantine I, Algeria, 146p.

Chapman, H.D. 1965. Cation-exchange capacity. In: *Methods of soil analysis. Part 1*. Black, C.A., Evans, D.D., White, J.L., Ensminger, L.E., Clark, F.E. (eds.) Agron. Monogr. 9. ASA, Madison, WI, p. 891–901.

Charchar N. , Bouchaala L. , Bouyahmed H. , Gherib G. , Lehout A. Effect of heavy metals on soil microbial quality of an abandoned mining area Sidi Kamber, North-East of Algeria. *EJSS*. 2020; 9(3): 254-263.

Cravotta III, C.A., Brightbill, R.A. & Langland, M.J. 2010. Abandoned Mine Drainage in the Swatara Creek Basin, Southern Anthracite Coalfield, Pennsylvania, USA: 1. Stream Water Quality Trends Coinciding with the Return of Fish. *Mine Water Environ* **29**, 176–199.

Cravotta, C.A., 2005. Size and performance of anoxic limestone drains to neutralize acid mine drainage. *J. Environ. Qual.* 32, 1277.

Cravotta, C.A., et Trahan, M.K. 1999. Limestone drains to increase pH and remove dissolved metals from acidic mine drainage. *Applied Geochemistry*, 14, pp. 581-606.

Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M., González, I., 2001. Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. *Applied Geochemistry*, 16(7-8), 803-819.

Culman, S., Mann, M., Brown, C., 2019. Calculating cation exchange capacity, base saturation, and calcium saturation. *Agriculture and natural resources*.

D

- Daniel D.E., Koerner R.M., 1993. Cover systems. In: Daniel D.E. (eds) Geotechnical Practice for Waste Disposal. Springer, Boston, MA.
- Day, S.J., Hope, G. et Kuit, G., 1997. Waste rock management planning for the Kudz Ze_Kayah Project, Yukon Territory : 1. Predictive static and kinetic test work. Communication présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, Canada, 1: 83-98
- Demers I., Bussiere B., Benzaazoua M., Mbonimpa M., Blier A., 2008. Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. Minerals Engineering 21, pp : 317–329
- Derycke, V., 2012. Optimisation de la désulfuration de produits miniers en vue de la diminution de leur potentiel polluant: effet de la granulométrie, du type de sulfures et évaluation de la qualité des eaux de drainage post-traitement. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Derycke, V., Kongolo, M., Benzaazoua, M., Mallet, M., Barrès, O., De Donato, P., Bussière, B., Mermillod-Blondin, R., 2013. Surface chemical characterization of different pyrite size fractions for flotation purposes. International Journal of Mineral Processing, 118, 1-14.
- Doye I. (2005). *Évaluation de la capacité de matériaux industriels alcalins à neutraliser des et stériles miniers acides*. Thèse de doctorat inédite, Programme interuniversitaire en sciences de la terre. Faculté des sciences et de génie à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval. Québec, Canada.
- Dybowska, A., Manning, D.A.C., Collins, M.J., Wess, T., Woodgate, S., Valsami-Jones, E., 2009. An evaluation of the reactivity of synthetic and natural apatites in the presence of aqueous metals. Sci.Total Environ., 407, 2953-2965.

E

- Edahbi, M., Benzaazoua, M., Plante, B., Doire, S., Kormos, L., 2017. Mineralogical characterization using QEMSCAN® and leaching potential study of REE within silicate ores: a case study of the Matamec project, Quebec, Canada. J. Geochem. Explor. 185, 64-73.
- Edahbi, M., Plante, B., Benzaazoua, M., Pelletier, M., 2018. Mobility of rare earth elements in mine drainage: Influence of iron oxides, carbonates, and phosphates. Chemosphere 199, 647-654.
- Elghali, A., Benzaazoua, M., Bussière, B., Genty, T., 2019. In situ effectiveness of alkaline and cementitious amendments to stabilize oxidized acid-generating tailings. Minerals 9, 314.
- El Hachimi, M. L., Bouabdli, A., & Fekhaoui, M., 2013. Les rejets miniers de traitement: Caractérisation, capacité polluante et impacts environnementaux, mine Zeïda, mine Mibladen, Haute Moulouya (Maroc). Environnement & technique, 323, 32–42.

El Kilani, M. A., 2019. Évaluation de la performance de réacteurs passifs biochimiques à échelle pilote de terrain pour le traitement du drainage minier à forte salinité et faible température. (Mémoire de maîtrise). Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. Référencé dans Depositum à <https://depositum.uqat.ca/id/eprint/811>

Ettoumi, M., Jouini, M., Neculita, C.M., Bouhlel, S., Coudert, L., Taha, Y., Benzaazoua, M., 2021. Characterization of phosphate processing sludge from Tunisian mining basin and its potential valorization in fired bricks making. *J. Clean. Prod.* 284, 124750.

Ettoumi, M., Jouini, M., Neculita, C.M., Bouhlel, S., Coudert, L., Haouech, I., Benzaazoua, M., 2020. Characterization of phosphate sludge at GPC, Gafsa, Tunisia, and optimization of its dewatering. *J. Environ. Manage.* 254, 109801.

Evangelou, V.P., 1995. Pyrite oxidation and its control. CRC Press, Boca Raton, FL.

F

Falconer, A., 2003. Gravity separation: old technique/new methods. *Physical Separation in Science and Engineering*, 12(1), 31-48.

Fatahi, M., Farzanegan, A., 2018. An analysis of multiphase flow and solids separation inside Knelson Concentrator based on four-way coupling of CFD and DEM simulation methods. *Minerals engineering*, 126, 130-144.

FCE, 2016. 556 sites miniers à l'arrêt et 38 abandonnées. Revue de presse, Algérie Eco, Algeria.

Förstner, U., 1991. Soil Pollution Phenomena — Mobility of Heavy Metals in Contaminated Soil. In: Bolt G.H., De Boodt M.F., Hayes M.H.B., McBride M.B., De Strooper E.B.A. (eds) *Interactions at the Soil Colloid — Soil Solution Interface*. NATO ASI Series (Series E: Applied Sciences), vol 190. Springer, Dordrecht

Frostad S., Klein B., Lawrence R.W., 2002. Evaluation of Laboratory Kinetic Test Methods for Measuring Rates of Weathering. *Mine Water and the Environment*, vol 21, pp : 183-192.

Fu, D., Mazza, G., 2011. Optimization of processing conditions for the pretreatment of wheat straw using aqueous ionic liquid, *Bioresource Technology*, Volume 102, Issue 17, Pages 8003-8010.

Furrer, G., Stumm, W., 1986. The coordination chemistry of weathering: I. Dissolution kinetics of δ -Al₂O₃ and BeO, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Volume 50, Issue 9, Pages 1847-1860.

Fytas, K., Evangelou, V.P., 1998. Phosphate coating on pyrite to prevent acid mine drainage. *Int. J. Surf. Mining Reclam. Environ.*, 12, 101-104.

G

Gazea, B., Adam, K., Kontopoulos, A., 1995. A review of passive systems for the treatment of acid mine drainage. *Miner. Eng.* 9, 23-42.

- Genty, T., Bussière, B., Benzaazoua, M., Neculita, C. M., Zagury, G. J., 2020. Treatment efficiency of iron-rich acid mine drainage in a tri-unit pilot system. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 27, 8418–8430.
- Genty, T., Bussière, B., Benzaazoua, M., Neculita, C. M., Zagury, G. J., 2018. Changes in efficiency and hydraulic parameters during the passive treatment of ferriferous acid mine drainage in biochemical reactors. *Mine Water Environ.* 37, 686-695.
- Genty, T., Bussière, B., Potvin, R., Benzaazoua, M., Zagury, G.J., 2012. Dissolution of calcitic marble and dolomitic rock in high iron concentrated acid mine drainage: application to anoxic limestone drains. *Environ. Earth Sci.* 66, 2387–2401.
- Gherib, A., Djebaili, H., Bouchaala, L., Charchar, N., Aissaoui A., Lehout A., 2017. Physiological and biochemical markers in the process of resistance and/or tolerance of heavy metals in the abandoned mining area of Sidi Kamber, Skikda, Algeria, *International Journal of Environmental Studies*
- Ghirişan, A.L., Drăgan, S., Pop, A., Simihăian, M., Miclăuş, V., 2007. Heavy metal removal and neutralization of acid mine wastewater: Kinetic study. *Can. J. Chem.Eng.*, 85, 900-905.
- Glaçon, J., 1952. Recherche sur la géologie et les gites métallifères du Tell Sétifien.751.
- Glaçon, J., 1967. Recherches sur la géologie et les gites métallifères du tell sétifien (Algérie). *Bull.Serv.Carte Géol. Algérie, nelle série, Bull n°32.*
- Gray N.F.1996. Environmental impact and remediation of acid mine drainage: a management problem. *Environmental Geology*, 30 (1/2) March 1997
- Guy NKULU, 2012. Biolixiviation de la carrolite – Applications aux minerais sulfurés polymétalliques de l’Arc Cuprifère du Katanga en République Démocratique du Congo (RDC) (Cas des minerais de la mine de Kamoya/Kambove), Université de Liège.

H

- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2005. Environmental characterization of the abandoned kettara mine wastes (MOROCCO). *Post-Mining, Nancy, France*
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2008. Acid mine drainage at the abandoned Kettara mine (Morocco): 2. Mine Waste Geochemical Behavior. *Mine Water Environment* 27, 160–170.
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2009. Laboratory evaluation of the use of alkaline phosphate wastes for the control of acidic mine drainage. *Mine Water Environ.* 28, 206.
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2016. Valorization of phosphate waste rocks and sludge from the Moroccan phosphate mines: Challenges and perspectives. *Proc. Eng.* 138, 110-118.
- Harris, D.L., Lottermoser, B.G., 2006. Phosphate stabilization of polymineralic mine wastes. *Miner.Mag.* 70(1), 1-13.

- Hedin, R. S., Nairn R. W., 1992. Designing and sizing passive mine drainage treatment systems. Proceedings of 13th annual west Virginia surface mine drainage task force symposium. 11p.
- Hedin, R. S., R. W. Nairn et R. L. P. Kleinmann (1994). Passive treatment of coal mine drainage. US Bureau of Mines Information Circular 9389, Pittsburgh.
- Hedin R.S. et Watzlaf G.R. (1994). The effects of anoxic limestone drains on mine water chemistry. *Proceedings of the International Land Reclamation and Mine drainage Conference*, Pittsburgh, P.A., 1:185-194.
- Hedin, R.S., Weaver, T., Wolfe, N., Watzlaf, G., 2013. Effective passive treatment of coal mine drainage. In: Proceedings of the 35th National association of abandoned mine land programs conference, Daniels, WV, USA
- Hu, Y., Liu, X., Bai, J. Shih, K., Zeng, E.Y., Cheng, H., 2013. Assessing heavy metal pollution in the surface soils of a region that had undergone three decades of intense industrialization and urbanization. *Environ Sci Pollut Res* **20**, 6150–6159.
- Huang, G., Su, X., Rizwan, M.S., Zhu, Y., Hu, H., 2016. Chemical immobilization of Pb, Cu, and Cd by phosphate materials and calcium carbonate in contaminated soils. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 23, 16845-16856.

I

- Iakovleva, E., Mäkilä, E., Salonen, J., Sitarz, M., Wang, S., Sillanpää, M., 2015. Acid mine drainage (AMD) treatment: Neutralization and toxic elements removal with unmodified and modified limestone. *Ecol. Eng.* 81, 30-40.
- Idrissi, H., Taha, Y., Elghali, A., El Khessaimi, Y., Aboulayt, A., Amalik, J., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2021. Sustainable use of phosphate waste rocks: from characterization to potential applications. *Mater. Chem. Phys.*, 260, 124119.
- Issaad, M., Boutaleb, A., Kolli, O. Edahbi. M., Benzaazoua, M., Hakkou, R., 2019. Environmental characterization of mine waste at the Pb–Zn Sidi Kamber abandoned mine (NE Algeria). *Rend. Fis. Acc. Lincei*30, 427-441.
- Issaad, M., 2020. Etude de la pollution minière et de son impact sur l'environnement dans les districts miniers du NE de l'Algérie. Thèse de doctorat, USTHB, Algérie.
- Itard, Y., Bosc, R., 2001. Traitements et preventions des drainages acides provenant des résidus miniers. RES-R04. 88p.

J

- Jambor, J., Dutrizac, J., Raudsepp, M., & Groat, L. (2003). Effect of peroxide on neutralization-potential values of siderite and other carbonate minerals. *Journal of environmental quality*, 32(6), 2373-2378.
- Johnson, D.B., Hallberg, K.B., 2005. Acid mine drainage remediation options: A review. Sci. Total Environ. 338, 3-14.

Jouini M., Benzaazoua, M., Neculita, C.M., 2021. Stabilization/solidification of acid mine drainage treatment sludge. In: Low carbon stabilization and solidification of hazardous wastes. Wang, L., Tsang, C.W. (Eds.), Elsevier (in press).

Jouini, M., Neculita, C.M., Genty, T., Benzaazoua, M., 2020. Environmental behavior of metal-rich residues from the passive treatment of acid mine drainage. *Sci. Total Environ.* 712, 136541.

K

Kabata- Pendias, A., Pendias, H., 2001. Trace elements in Soils and Plants. 3rd Edn. Boca Raton: CRC Press, London.

Kalin, M., Wheeler, W.N., Meinrath, G., 2005. The removal of uranium from mining waste water using algal/microbial biomass, *Journal of Environmental Radioactivity*, Volume 78, Issue 2, Pages 151-177.

Kassatkine, Y., Yahyaoui, A., Chatilov, S., 1980. In: The works of prospecting and assessment on phosphate executed in 1976–1978 in the mining district of Djebel Onk. Société Nationale de Recherche et d'Exploration Minière, Report, 2, pp. 140, Algeria.

Kechiched, R. 2017. Les phosphates du nord de Tébessa (Dyr et El Kouif) : Etude sédimentologique, gîtologique et géochimique. Thèse doctorat en Sciences, Univ- Annaba, 184 p.

Kechiched, R., Laouar, R., Bruguier, O., Salmi-Laouar, S., Kocsis, L., Bosch, D., Fougou, A., Ameer-Zaimeche, O., Larit, H., 2018. Glauconite-bearing sedimentary phosphorites from the Tébessa region (eastern Algeria): Evidence of REE enrichment and geochemical constraints on their origin. *J. Afr. Earth Sci.* 145, 190-200.

Kechiched, R., Laouar, R., Bruguier, O., Kocsis, L., Salmi-Laouar, S., Bosch, D., Ameer-Zaimeche, O., Fougou, A., Larit, H., 2020. Comprehensive REE + Y and sensitive redox trace elements of Algerian phosphorites (Tébessa, eastern Algeria): A geochemical study and depositional environments tracking. *J. Geochem. Explor.* 208, 106396.

Kefeni, K.K., Msagati, T.A.M., Mamba, B.B., 2017. Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review, *Journal of Cleaner Production*, Volume 151, Pages 475-493,

Khelfaoui, M., Medjram, M.S., Kabir, A. Zouied, D., Mehri, K., Chikha, O., AyadiTrabelsi, M., 2020. Chemical and mineralogical characterization of weathering products in mine wastes, soil, and sediment from the abandoned Pb/Zn mine in Skikda, Algeria. *Environ EarthSci.* 79, 293.

Kim, A. G., 2003. Leaching methods applied to the characterization of coal utilization by-products. (Kim 2002), 89-96.

Kitobo., 2009. Dépollution et valorisation des rejets miniers sulfurés du katanga « cas des tailings de l'ancien concentrateur de kipushi », thèse de Doctorat en Sciences de l'ingénieur, Université de Liège, 254p.

Kongolo, M., Benzaazoua, M., de Donato, P., Drouet, B. t., Barrès, O., 2004. The comparison between amine thioacetate and amyl xanthate collector performances for pyrite flotation and its application to tailings desulphurization. *Minerals engineering*, 17(4), 505-515. doi:10.1016/j.mineng.2004.01.003

Knidiri, J., Bussièrè, B., Hakkou, R., Benzaazoua, M., Parent, E., Maqsoud, A., 2015. Design, construction and preliminary results for an inclined store-and-release cover experimental cell built on an abandoned mine site in Morocco. ICARD, Santiago, Chile.

Kwong, Y.T.J.1993. Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective. MEND Report 1.32.1, CANMET, Ottawa), 47p.

L

Lambers, J.H and Clark, J.S., 2005. The benefits of seed banking for red maple (*Acer rubrum*): maximizing seedling recruitment. Canadian Journal of Forest Research Volume 35, Number 4.

Lapakko, K. A., 1994. *Evaluation of neutralization potential determinations for metal mine waste and a proposed alternative*. Paper presented at the Proceeding: of the Third International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, April.

Lassis, M., Mizane, A., Dadda, N., Rehamnia, R., 2015. Dissolution of DjebelOnk phosphate ore using sulfuric acid. *Environ. Nanotechnol. Monit. Manage.* 4, 12-16.

Lawrence, R.W., Wang, Y., 1996. Determination of neutralizing potential for acid rock drainage prediction. MEND/NEDEM report 1.16.3, Canadian Centre for Mineral and Energy Technology, Ottawa, Canada.

Lawrence, R. W., Scheske, M., 1997. A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology*. (Berlin) 32:100-106 .

Lawrence, R.W., Wang, Y., 1997. Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. p. 451-464. In Proc. 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, Canada. 3 1 May-6 June 1997. Vol. 1. pp.449-464, Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON.

Li, M.G. 1997. Neutralization Potential Versus Observed Mineral Dissolution in Humidity Cell Tests for Louvicourt Tailings . Communication présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, Canada

Loutou, M., Taha, Y., Benzaazoua, M., Daafi, Y., Hakkou, R., 2019. Valorization of clay by-product from moroccan phosphate mines for the production of fired bricks. *J. Clean. Prod.* 229, 69-179.

Lowson R. T. 1982. Aqueous pyrite oxidation by molecular oxygen. *Chemical Reviews*. 82(5), 461-497.

M

Macías, F., Caraballo, M.A., Rötting, T.S., Pérez-López, R., Nieto, J.M., Ayora, C., 2012. From highly polluted Zn-rich acid mine drainage to non-metallic waters: Implementation of a multi-step alkaline passive treatment system to remediate metal pollution, *Science of The Total Environment*, Volume 433, Pages 323-330.

Mackay, D., Simandl, G., Grcic, B., Li, C., Luck, P., Redfearn, M., Gravel, J., 2015. Evaluation of Mozley C800 Laboratory Mineral Separator for Heavy Mineral Concentration of Stream Sediments in Exploration for Carbonatite-Hosted Specialty Metal Deposits: Case Study at the Aley Carbonatite, Northeastern British Columbia (NTS 094B). *Geoscience BC Summary of Activities 2014*, 2015-2011.

Mayer, K. U., Frind, E. O., Blowes, D. W., 2002. Multicomponent reactive transport modeling in variably saturated porous media using a generalized formulation for kinetically controlled reactions. *Water Resources Research*, 38(9).

Mbuya, B.I., Kawama F.N., Nkulu G.N., 2018. Caractérisation environnementale et valorisation par lixiviation des rejets de flottation. *Congo Sci*. 6.

Medjram, M.S., Khalfaoui, M., 2014. Study and evaluation of risk related to waters contamination of dam of Guenitra, by heavy metals, from mine of Sidi Kamber. Proc. ICOEST'2014. SIDE, Side, Turkey.

MEND1.20.1. 2009. Prediction Manual for Drainage Chemistry from Sulphidic Geologic Material.

MEND. 2004. Design, Construction and Performance Monitoring of Cover Systems for Waste Rock and Tailings.

MEND, 1991. Acid Rock Drainage Prediction Manual. MEND Project 1.16.1b, report by Coastech Research. MEND, Natural Resources Canada.

Merchichi, 2013. Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de Kherzet Youcef et Chaabet el Hamra, Magister, ENP, Algérie.

Mermillod-Blondin, R., Kongolo, M., De Donato, P., Benzaazoua, M., Barrès, O., Bussière, B., Aubertin, M., 2005a. Pyrite flotation with xanthate under alkaline conditions-application to environmental desulfurization. Paper presented at the Centenary of Flotation Symposium.

Middelburg, J.J., Comans, R.N.J., 1991. Sorption of cadmium on hydroxyapatite. *Chem. Geol.* 90, 45-53. *Chem. Geol.* 90(1-2), 45-53.

Mignardi, S., Corami, A., Ferrini, V., 2012. Evaluation of the effectiveness of phosphate treatment for the remediation of mine waste soils contaminated with Cd, Cu, Pb, and Zn, *Chemosphere* 86(4), 354-360.

- Miller S.D., Jeffery J.J., Wong J.W.C., 1991. Use and misuse of the acid-base account for AMD prediction. 2ème Conférence Internationale sur la Réduction des Eaux de Drainage Acides, Montréal. Tome II, pp. 491-506
- Miller, A., Figueroa, L., Wildeman, T., 2011. Zinc and nickel removal in simulated limestone treatment of mining influenced water. *Appl. Geochem.* 26, 125–132.
- Miller, A., Wildeman, T., Figueroa, L., 2013. Zinc and nickel removal in limestone-based treatment of acid mine drainage: the relative role of adsorption and co-precipitation. *Appl. Geochem.* 37, 57-63.
- Morin, K.A., Hutt, N.M., 1997. A comparison AMD prediction with historical records. In: McLean, R.W., Bell, L.C. (eds). *Proc. Acid Mine Drainage*, 15-18 July, Darwin, Northern Territory, Australia, Australian Centre for Mine site Rehabilitation Research, p. 33-44.
- Moncur, M.C., Ptacek, C.J., Blowes, D.W., Jambor J.L., 2005. Release, transport and attenuation of metals from an old tailings impoundment, *Applied Geochemistry*, Volume 20, Issue 3, 639-659.
- Morse, J.W., Arvidson, R.S., 2002. Dissolution kinetics of major sedimentary carbonate minerals. *Earth Sci.Rev.* 58, 51–84.
- Moukannaa, S., Bagheri, A., Benzaazoua, M., Sanjayan, J.G., Pownceby, M.I., Hakkou, R., 2020. Elaboration of alkali activated materials using a non-calcined red clay from phosphate mines amended with fly ash or slag: A structural study. *Mater. Chem. Phys.* 256, 123678-123678.
- Munksgaard, N.C., Lottermoser, B.G. & Blake, K. 2012. Prolonged Testing of Metal Mobility in Mining-Impacted Soils Amended with Phosphate Fertilisers. *Water Air Soil Pollut* 223, 2237–2255
- Musy, A., Soutter, M., 1991. *Physique du sol*, Presses polytechniques et universitaires Romandes Edt. Lausanne.
- Mylona, E., Xenidis, A., Paspaliaris, I., 2000. Inhibition of acid generation from sulphidic wastes by the addition of small amounts of limestone, *Minerals Engineering*, Volume 13, Issues 10–11, Pages 1161-1175.

N

- Neculita, C.M., Rosa, E., 2019. A review of the implications and challenges of manganese removal from mine drainage. *Chemosphere* 214, 491-510.
- Neculita, C.M., Zagury, G.J., Bussière, B., 2021. Passive treatment of acid mine drainage at the reclamation stage. In: *Hard rock mine reclamation: From prediction to management of acid mine drainage*. Bussière, B., Guittonny, M. (Eds.), CRC Press, pp. 271-296.
- Neculita CM, Song H, Zagury GJ., 2011. Causes of Mn marginal removal in passive systems treating acid mine drainage. 4e Symposium on Mines and Environment, Rouyn-Noranda, QC, Canada, November 6-9.

Neculita, C.M., Zagury, G.J., Bussière, B., 2007. Passive treatment of AMD in bioreactors using sulphate-reducing bacteria. *J. Environ. Qual.* 36, 1-16.

Nemerow, N. L., 1991. Stream, lake, estuary and ocean pollution. New York: Van Nostrand Reinhold.

Nettour, D., Chettibi, M., Bouhedja, A., Bulut, G., 2018. Determination of physicochemical parameters of Djebel Onk phosphate flotation (Algeria), *Nauk. Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu*.

Newman, M.C., and Jagoe, C.H., 1994. Ligands and the bioavailability of metals in aquatic environments. In *Bioavailability: physical, chemical, and biological interactions*. Edited by J.L. Hamelink, P.F. Landrum, H.L. Bergmann, and W.H. Benson. Lewis Publishers, Boca Raton, Fla. pp. 39–61.

Nfissi S., Alikouss S., Zerhouni Y., Hakkou R., Benzaazoua M., Samir M., Baroudi Z., *Int. J. Geo. Earth Environ. Sci.* 4 (2014) 51–61.

Nfissi, S., Alikouss, S., Zerhouni, Y., Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., 2017. Control of acid mine drainage from an abandoned mine in Morocco by using cement kiln dust and fly ash as amendments. *J. Mater. Environ. Sci.*, 8 (12), pp. 4457-4466

Nicholson, R. V. (2004). Overview of neutral pH drainage and its mitigation: results of a MEND study. *Proceedings of the MEND Ontario workshop*, Sudbury.

Nicholson, R. V., M. J. Rinker, G. Williams et W. A. Napier (1999). Assessment of water quality associated with underwater disposal tailings and waste rock from the Voisey's Bay project, Labrador, Canada. *Mining and the environment*. Sudbury: 127-136.

Nordstrom, D.K., Southam, G., 1997. Geomicrobiology of sulfide mineral oxidation. *Rev. Miner. Geochem.* 35, 361-390.

Nordstrom, K., Blowes, D.W., Ptacek, C.J. 2015. Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: An update. *Appl. Geochem.* 57, 3-16.

O

Obreque-Contreras J, Pérez-Flores D, Gutiérrez P, Chávez-Crooker P (2015) Acid Mine Drainage in Chile: An Opportunity to Apply Bioremediation Technology. *Hydrol Current Res* 6: 215. doi:10.4172/2157-7587.1000215

ORGM, 1971. Rapport des travaux de recherches et prospections géologiques effectués sur le gisement polymétallique de Sidi Kamber 1968-1970.

Ouakibi, O., Loqman, S., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2013. The potential use of phosphatic limestone wastes in the passive treatment of AMD: A laboratory study. *Mine Water Environ.* 32, 266–277.

Ouakibi, O., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2014. Phosphate carbonated wastes used as drains for acidic mine drainage passive treatment. *Proc. Eng.* 83, 407-414.

Ould Hamou, M., 1990. Beneficiation of Algerian phosphate tailings by electrostatic methods. PhD Thesis, University of Leeds, UK.

Ostrowska A., Gawliński S., Szczubiałka Z. 1991. Methods of analysis and evaluation of soil and plant properties. Catalog. Institute of Environ Protect, Warsaw.

P

Paktunc, A. D. 1999. Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology* 39 :2, 103-112.

Palansooriya, K.N., Shaheen, S.M., Chen, S.S., Tsang, D.C.W., Hashimoto, Y., Hou, D., Bolan, N.S., Rinklebe, J., Ok, Y.S., 2020. Soil amendments for immobilization of potentially toxic elements in contaminated soils: A critical review. *Environ. Int.* 134, 105046.

Pelletier, R., 2014. Caractérisation et neutralisation du drainage minier acide par une dolomie à haute pureté. Sherbrooke University, Canada.

Pelloux, P., Dabin, B., Fillmann, G., Gomez, P., 1971. Méthodes de détermination des cations échangeables et de la capacité d'échange dans les sols. Paris, ORSTOM, 117 p.

Pépin G. 2009. Évaluation du comportement géochimique des stériles potentiellement générateurs de drainage neutre contaminé à l'aide de cellules expérimentales in situ. Mémoire de Maîtrise inédit, Génie minéral, Université de Montréal, Québec, Canada

Plante B. 2004. Comparaison des essais statiques et évaluation de l'effet de l'altération pour des rejets de concentrateur à faible potentiel de génération d'acide. Mémoire de maîtrise inédit en sciences appliquées (Génie minéral) Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada.

Plante, B., M. Benzaazoua et B. Bussière., 2010. Predicting Geochemical Behaviour of Waste Rock with Low Acid Generating Potential Using Laboratory Kinetic Tests. *Mine Water and the Environment*: 1-20.

Plante B, Bussière B, Benzaazoua M., 2012. Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *J Geochem Explor* 114:57–69

Plante, B., Schudel, G., Benzaazoua, M., 2021. Generation of acid mine drainage. In: Hard rock mine reclamation: From prediction to management of acid mine drainage. Bussière, B., Guittonny, M. (Eds.), CRC Press, pp. 1-20.

Potvin R, 2009. Évaluation à différentes échelles de la performance de systèmes de traitement passif pour des effluents fortement contaminés par le drainage minier acide. Thèse doctorat en sciences de l'environnement. Université du Québec en abitibi-témiscamingue

Price, W. (2005). List of potential information requirements in metal leaching and acid rock drainage assessment and mitigation work. *MEND report 5.10E*(January), 24-24. Tiré de http://pebblescience.org/pdfs/MEND_5_10E_Price_Final_Report.pdf

R

Radjenovic, J., Sedlak, D., 2015. Challenges and Opportunities for Electrochemical Processes as Next-Generation Technologies for the Treatment of Contaminated Water. *Environ. Sci. Technol.* 2015, 49, 19, 11292–11302

Rakotonimaro, T. V., Neculita, C. M., Bussière, B., Genty, T., Zagury, G. J., 2018. Performance assessment of laboratory and field-scale multi-step passive treatment of iron-rich acid mine drainage for design improvement. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 25(18), 17575-17589.

Rakotonimaro, T.V., Neculita, C.M., Bussière, B., Benzaazoua, M., Zagury, G.J., 2017. Recovery and reuse of sludge from active and passive treatment of mine drainage-impacted waters: a review. *Environ.Sci. Pollut. Res.* 24,73-91.

Rakotonimaro, T. V., Neculita, C. M., Bussière, B., Zagury, G. J., 2016. Effectiveness of various dispersed alkaline substrates for the pretreatment of ferriferous acid mine drainage. *Appl. Geochem.* 73, 13–23.

Rambabu, K., Banat, F., Pham, Q.M., Ho, S.H., Ren, N.Q., Show, P.L., 2020. Biological remediation of acid mine drainage: Review of past trends and current outlook. *Environ. Sci. Ecotechnol.* 2, 100024.

Rawlings, D. E., Johnson, D.B., 2007. *Bio mining*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 325p.

Remon, E., 2006. Tolérance et accumulation des métaux lourds par la végétation spontanée des friches métallurgiques : vers de nouvelles méthodes de bio-dépollution. *Biologie végétale*. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, France.

Ren, J., Zhang, Z., Wang, M., Guo, G.L., Du, P., Li, F.S., 2018. Phosphate induced differences in stabilization efficiency for soils contaminated with lead, zinc, and cadmium. *Font. Environ. Sci. Eng.* 12, 9.

Rimstidt, J.D. and Vaughan, D.J. 2003. Pyrite oxidation: A state-of-the-art assessment of the reaction mechanism. *Goechimica et Cosmochimica Acta* 67 (5), 873-880.

Robbins, E.I., Cravotta, C.A., III, Savelle, C.E., Nord, G.L., JR., 1999, Hydrobiogeochemical interactions in "anoxic" limestone drains for neutralization of acidic mine drainage, *Fuel*, 78:259-270.

Romero, F.M., Nunez, L., Gutierrez, M.E., Armienta, M.A., Ceniceroy, A.E., 2011. Evaluation of the potential of indigenous calcareous shale for neutralization and removal of arsenic and heavy metals from acid mine drainage in the Taxco Mining Area, Mexico. *Arch. Environ. Contam. Toxicol.* 60, 191–20.

S

- Scharer, J. M., C. M. Pettit, J. L. Kirkaldy, L. Bolduc, B. E. Halbert et D. B. Chambers (2000). Leaching of Metals Sulphide Mine Wastes at Neutral pH. *5th ICARD*, Denver, Colorado, USA: Society for Mining, Metallurgy, Exploration, Inc.: p. 191-204.
- Schott, J., Pokrovsky, O. S., & Oelkers, E. H., 2009. The Link Between Mineral Dissolution/Precipitation Kinetics and Solution Chemistry. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 70(1), 207–258.
- Schwartz, C., Gerard, E., Perronnet, K., Morel, J.L., 2001. Measurement of in situ phytoextraction of zinc by spontaneous metallophytes growing on a former smelter site. *Sci. Tot. Environ.* 279, 215–221.
- Schwartz, C., Echevarria, G., Morel, J.L., 2003. Phytoextraction of cadmium with *Thlaspi caerulescens*. *Plant Soil.* 249, 27–35.
- Sdiri, A., Higashi, T., Jamoussi, F., Bouaziz, S., 2012. Effects of impurities on the removal of heavy metals by natural limestones in aqueous systems, *Journal of Environmental Management*, Volume 93, Issue 1, Pages 245-253.
- Seshadri, B., Bolan, N.S., Choppala, G., Kunhikrishnan, A., Sanderson, P., Wang, H., Currie, L.D., Tsang, D.C.W., Ok, Y.S., Kim, G., 2017. Potential value of phosphate compounds in enhancing immobilization and reducing bioavailability of mixed heavy metal contaminants in shooting range soil, *Chemosphere* 184, 197-206.
- Shane, A., Xu, X., Siame, J., Nguvulu, A., Tena, T., Lungu, M., Chinyanta, S., Kawala, J., Bowa, V., Chirambo, B., 2021. Removal of Copper from Acid Mine Drainage (AMD) or Acid Rock Drainage (ARD). *Journal of Water Resource and Protection*, **13**, 435-454.
- Simate, G.S., Ndlovu, S., 2014. Acid mine drainage: Challenges and opportunities, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, Volume 2, Issue 3, Pages 1785-1803.
- Skandrani, A., Demers, I., Kongolo, M., 2019. Desulfurization of aged gold-bearing mine tailings, *Minerals Engineering*, Volume 138, Pages 195-203.
- Skousen, J., Zipper, C.E., Rose, A., Ziemkiewicz, P.F., Nairn, R., McDonald, L.M., Kleinmann, R.L., 2017. Review of passive systems for acid mine drainage treatment. *Mine Water Environ.* 36, 133-153.
- Skousen, J., Renton, J., Brown, H., Evans, P., Leavitt, B., Brady, K., ... & Ziemkiewicz, P. (1997). Neutralization potential of overburden samples containing siderite. *Journal of Environmental Quality*, 26(3), 673-681.
- Sobek, A. A., W. A. Schuller, J. R. Freeman et R. M. Smith (1978). Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054 Washington, DC:Environmental Protection Agency.
- Skoog, D. A. et J. J. Leary (1992). *Principles of instrumental analysis, Fourth Edition*. Saunders College Publishing.
- SRK (1988). Caver Technology for Acid Mine Drainage Abatement. Literature survey. Report no. 647021/1 prepared for Norwegian State Pollution Control Authority (June'88).

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.

SRK (1991). Guide technique préliminaire sur le drainage rocheux acide. (une traduction de "Draft Acid Rock Drainage Technical Guide", 1989, BCAMD Task Force). Vol. I et II, Centre de Recherches Minérales, Québec.

Stewart, W. A., Miller, S. D., Smart, R., 2006. *Advances in acid rock drainage (ARD) characterisation of mine wastes*. Asmr.

Stumm, W., Morgan, J.J., 1996. Aquatic chemistry, chemical equilibria and rates in natural waters. 3rd ed. John Wiley & Sons Inc., New York, USA, 1022p.

T

Taylor, J., Pape, S. and Murphy, N. (2005). A Summary of Passive and Active Treatment Technologies for Acid and Metalliferous Drainage (AMD), Proceeding of the Fifth Australian Workshop on Acid Drainage (Eds LC Bell and RW McLean) pp. 151- 191.

Titchenell, T. et Skousen, J. (1996). Acid mine drainage treatment in Greens Run by an anoxic limestone drain, dans : Acid Mine Drainage Control and Treatment, Second Edition, Compilée par Skousen, J.G. et Ziernkiewicz, P.F., West Virginia University and the National Mine Land Reclamation Center, Morganton, West Virginia, p. 345-356.

Tolonen, E.T., Sarpola, A., Hu, T., Rämö, J., Lassi, U., 2014. Acid mine drainage treatment using by-products from quicklime manufacturing as neutralization chemicals, Chemosphere, Volume 117, Pages 419-424.

Turingan, C.O.A., Fabella, D., Sadol, K., Beltran, A.B., Alorro, R.D., Orbecido, A.H., 2020. Comparing the performance of low-grade nickel ore and limestone for treatment of synthetic acid mine drainage. Asia-Pac J. Chem. Eng. 15, e2457.

Tugrul, N., Derun, E.M., Piskin, M., Piskin, S., 2003. Evaluation of pyrite ash wastes obtained by the sulfuric acid production industry. In: Paper Presented at the Proceedings of the 8th International Conference on Environmental Science and Technology, Lemmos Island, Vol. A, Greece.

Turner D, McCoy D (1990) Anoxic alkaline drain treatment system, a low cost acid mine drainage treatment alternative. In: Graves, D.H., DeVore, R.W. (Eds.), Proceedings of the 1990 National Symposium of Mining. University of Kentucky, Lexington, KY, pp. 73–75.

V

Villeneuve M., 2004. Evaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîtrise en sciences appliquées (Genie minéral), Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada.

Villeneuve M., Bussiere B., Benzaazoua M., Aubertin M., 2009. Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. Conference presentee a la 8^e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), June 23-26, 2009, Skelleftea, Sweden.

Valente, T.M., Antunes, M., Sequeira Braga, M.A., Prudêncio, M.I., Marques, R., Pamplona, J., 2012. Mineralogical attenuation for metallic remediation in a passive system for mine water treatment. *Environmental Earth Sciences*, 66, Issue 1: 39-54.

W

Watzlaf, G.R., Kleinhenz, J.W., Odoski, J.R. and Hedin, R.S. (1994). The performance of the Jennings Environmental Center anoxic limestone drain: U.S. Bureau of Mines Special Publication SP 06B, p. 427.

Watzlaf, G.R., 2004. Treatment of high-flow, low-iron mine drainage with a semi-passive system. *Proceedings America Society of Mining and Reclamation*, pp 1962-1973.

Wehrli, B., Sulzberger, B., Stumm, W., 1989. Redox processes catalyzed by hydrous oxide surfaces, *Chemical Geology*, Volume 78, Issues 3–4, Pages 167-179.

Wildi, W., 1983. La chaîne tello-rifaine (Algérie – Maroc - Tunisie): Structure, stratigraphie et évolution du Trias au Miocène. *Rev. de géol. dynam. et de géogra. physique*, Vol. 24, Numéro spécial, pp. 201-297.

Wills, B. A., Finch, J. A., 2016a. Chapter 10 - Gravity Concentration. In B. A. Wills, J. A. Finch (Eds.), *Wills' Mineral Processing Technology (Eighth Edition)* (pp. 223-244). Boston: Butterworth-Heinemann.

X

Xu, S., C. Yu et Y. Hiroshiro (2010). Migration behavior of Fe, Cu, Zn, and mo in alkaline tailings from lanjiagou porphyry molybdenum deposits, Northeast China. *Memoirs of the Faculty of Engineering, Kyushu University* 70(2): 19-31.

Z

Ziemkiewicz, P.F., Skousen, J., Brant, D., Sterner, P., Lovett, R., 1997. Acid mine drainage treatment with armored limestone in open limestone channels. *J. Environ. Qual.* 26, 560-569.

Ziemkiewicz, P.F., Skousen, J., Simmons, J.S., 2003. Long-term performance of passive acid mine drainage treatment systems. *Mine Water Environ.* 22, 118-129.

Zipper, C.E., Skousen, J.G. Influent Water Quality Affects Performance of Passive Treatment Systems for Acid Mine Drainage. *Mine Water Environ* **29**, 135–143 (2010). <https://doi.org/10.1007/s10230-010-0101-9>

Annexe A. Résultats complémentaires
(analyses granulométriques et
minéralogiques)

Tableau 1. Résultats de l'analyse granulométrique des rejets SKF

Diamètre ϕ (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	% Refus cumulés	% Tamisâts cumulés
>0,25	15,62	15,62	1,56	98,44
-0,25 +0,16	132,61	148,23	14,82	85,18
-0,16 +0,1	265,15	413,38	41,34	58,66
-0,1 +0,08	398,36	811,74	81,17	18,83
-0,08 +0,063	102,65	914,39	91,44	8,56
-0,063+0,04	66,96	981,35	98,14	1,86
<0.04	18,65	Total = 1000 g		

Tableau 2. Résultats de l'analyse granulométrique des rejets SKG

Diamètre ϕ (mm)	Refus (g)	Refus cumulés (g)	% Refus cumulés	% Tamisâts cumulés
>10	2,66	2,66	0,27	99,73
-10 +8	15,54	18,20	1,82	98,18
-8 +5	92,17	110,38	11,04	88,96
-5 +3,15	120,32	230,69	23,07	76,93
-3,15 + 2	139,06	369,76	36,98	63,02
-2 + 1	189,04	558,80	55,88	44,12
-1 +0,8	51,53	610,33	61,03	38,97
-0,8 +0,63	57,00	667,33	66,73	33,27
-0,63 +0,4	86,17	753,50	75,35	24,65
-0,4 +0,315	34,84	788,34	78,83	21,17
-0,315 +0,25	42,13	830,48	83,05	16,95
-0,25 +0,16	62,04	892,52	89,25	10,75
-0,16 +0,1	48,59	941,11	94,11	5,89
-0,1 +0,08	23,33	964,44	96,44	3,56
-0,08 +0,063	22,83	987,27	98,73	1,27
<0,063	12,74	Total =1000 g		

Tableau 3. Résultats de l'analyse granulométrique des rejets KH

SIZES	*RESULT*	*RESULT*	*RESULT*	cumule 1	Cumulé 2	Cumulé 3
0,0582	0	0	0	0	0	0
0,0679	0	0	0	0	0	0
0,0791	0	0	0	0	0	0
0,0921	0	0	0	0	0	0
0,1073	0	0	0	0	0	0
0,125	0	0	0	0	0	0
0,1456	0	0	0	0	0	0
0,1697	0	0	0	0	0	0
0,1977	0,00154	0,00075	0,00262	0,00154	0,00075	0,00262
0,2303	0,0069	0,00614	0,00785	0,00844	0,00689	0,01047
0,2683	0,01509	0,01447	0,0157	0,02353	0,02136	0,02617
0,3125	0,02559	0,02525	0,02564	0,04912	0,04661	0,05181
0,3641	0,03695	0,037	0,03627	0,08607	0,08361	0,08808
0,4242	0,04948	0,04998	0,04799	0,13555	0,13359	0,13607
0,4941	0,0671	0,06815	0,06462	0,20265	0,20174	0,20069
0,5757	0,08414	0,08574	0,0807	0,28679	0,28748	0,28139
0,6707	0,10343	0,10561	0,09904	0,39022	0,39309	0,38043
0,7813	0,12272	0,12544	0,11752	0,51294	0,51853	0,49795
0,9103	0,14842	0,15175	0,14251	0,66136	0,67028	0,64046
1,0604	0,17122	0,17508	0,16474	0,83258	0,84536	0,8052
1,2354	0,19447	0,19882	0,18744	1,02705	1,04418	0,99264
1,4393	0,2194	0,22432	0,21179	1,24645	1,2685	1,20443
1,6767	0,24423	0,24978	0,23595	1,49068	1,51828	1,44038
1,9534	0,26939	0,2756	0,26027	1,76007	1,79388	1,70065
2,2757	0,29412	0,30105	0,28391	2,05419	2,09493	1,98456
2,6512	0,31922	0,32687	0,3076	2,37341	2,4218	2,29216
3,0887	0,34466	0,35299	0,3314	2,71807	2,77479	2,62356
3,5983	0,37093	0,37986	0,35586	3,089	3,15465	2,97942
4,192	0,39926	0,40869	0,38245	3,48826	3,56334	3,36187
4,8837	0,43109	0,44096	0,4129	3,91935	4,0043	3,77477
5,6895	0,46867	0,47891	0,4497	4,38802	4,48321	4,22447
6,6283	0,51341	0,524	0,4946	4,90143	5,00721	4,71907
7,7219	0,56826	0,57917	0,55067	5,46969	5,58638	5,26974
8,996	0,63911	0,65026	0,6237	6,1088	6,23664	5,89344
10,4804	0,73128	0,74251	0,71869	6,84008	6,97915	6,61213
12,2096	0,85162	0,86254	0,8418	7,6917	7,84169	7,45393
14,2242	1,00823	1,01815	1,0004	8,69993	8,85984	8,45433
16,5712	1,20833	1,21627	1,20111	9,90826	10,07611	9,65544
19,3055	1,45911	1,46392	1,45082	11,36737	11,54003	11,10626
22,4909	1,76626	1,76675	1,75532	13,13363	13,30678	12,86158
26,2019	2,13411	2,12923	2,11928	15,26774	15,43601	14,98086
30,5252	2,56756	2,55697	2,54849	17,8353	17,99298	17,52935
35,5618	3,0712	3,05545	3,04876	20,9065	21,04843	20,57811
41,4295	3,64772	3,62829	3,62409	24,55422	24,67672	24,2022
48,2654	4,29792	4,27764	4,27646	28,85214	28,95436	28,47866
56,2292	5,0049	4,98618	4,98791	33,85704	33,94054	33,46657
65,507	5,74253	5,72975	5,73132	39,59957	39,67029	39,19789
76,3157	6,46876	6,46438	6,46061	46,06833	46,13467	45,6585

88,9077	7,14813	7,15002	7,13688	53,21646	53,28469	52,79538
103,5775	7,76318	7,76569	7,74291	60,97964	61,05038	60,53829
120,6678	8,30557	8,30389	8,27559	69,28521	69,35427	68,81388
140,578	8,09984	8,09116	8,08578	77,38505	77,44543	76,89966
163,7733	7,34395	7,33135	7,36421	84,729	84,77678	84,26387
190,7959	6,12378	6,11257	6,18855	90,85278	90,88935	90,45242
222,2773	4,61443	4,60376	4,71645	95,46721	95,49311	95,16887
258,953	3,04907	3,03689	3,16342	98,51628	98,53	98,33229
301,68021	1,48371	1,47001	1,61038	99,99999	100,00001	99,94267
351,45749	0	0	0,05734	99,99999	100,00001	100,00001
409,44791	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001
477,00681	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001
555,71301	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001
647,40558	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001
754,22748	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001
878,67499	0	0	0	99,99999	100,00001	100,00001

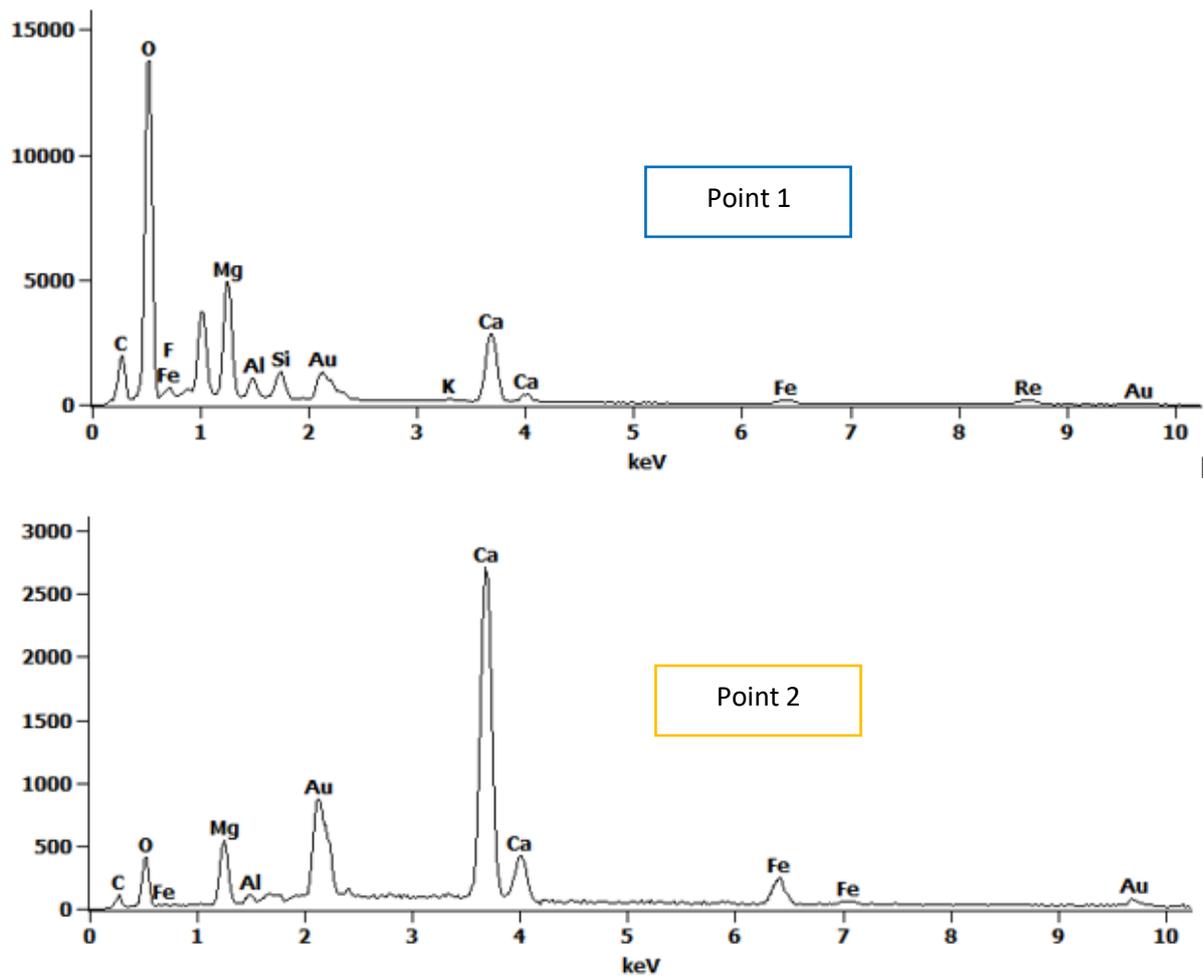


Fig.1 Spectres EDS de l'échantillon de rejet de Kherzet Youcef (point 1 : Dolomite; point 2 : Calcite)

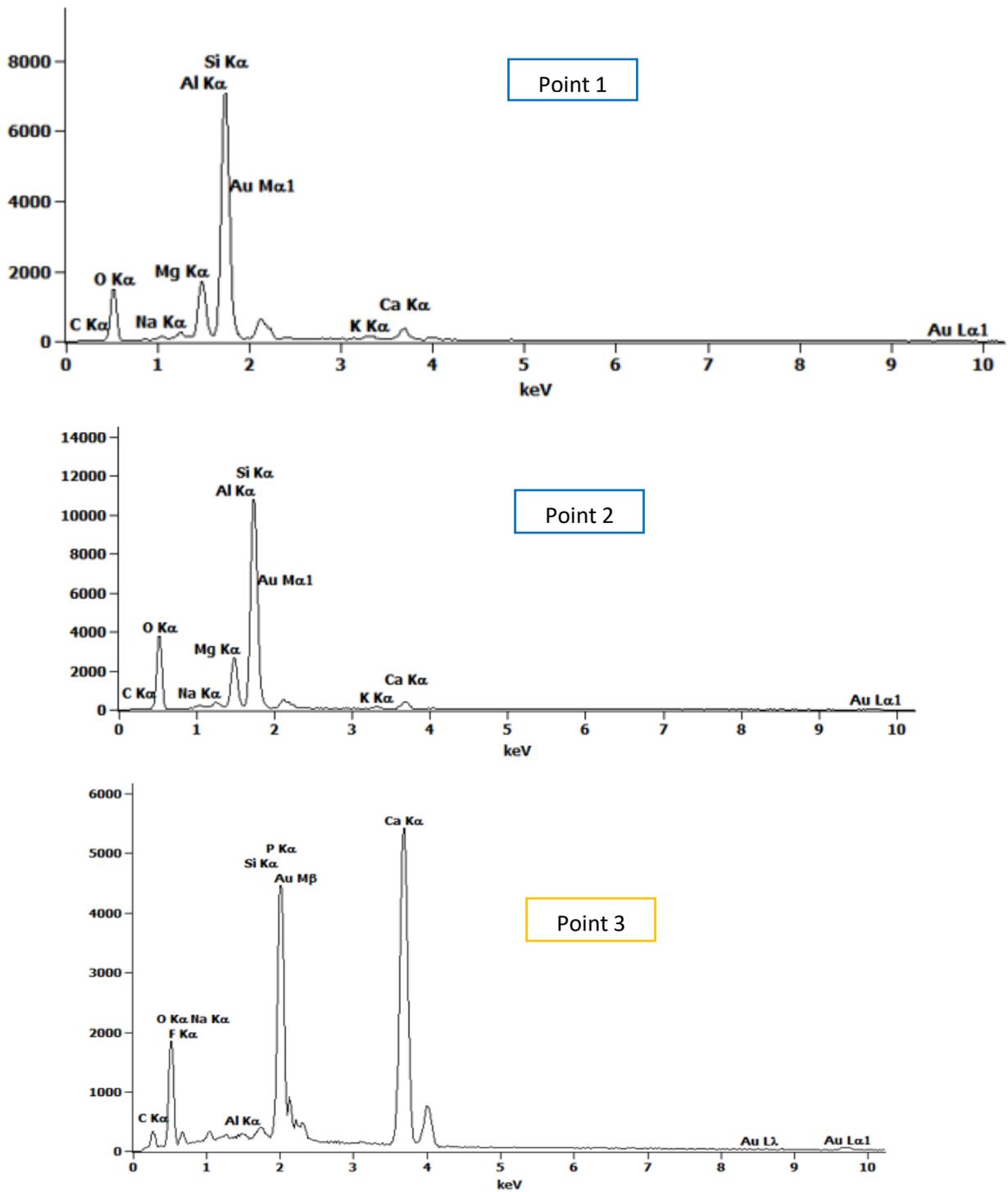


Fig.2 Spectres EDS de l'échantillon de phosphates bruts (point 1 et 2 : Palygorskite ; point 3 : Fluorapatite)

**Annexe B. Résultats complémentaires de
l'évaluation des risques de contamination
en éléments métalliques des plantes**

	Code de l'échantillon	Masse	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)	
SKF1	F	A 01	0,05022	15,5321104	43,3785898	47,0235	984,047058
		A 02	0,05008	12,1923047	28,4968145	64,0648984	1045,03198
		A 03	0,0503	14,8374756	28,0507441	53,5001055	994,183655
		A 04	0,05084	13,5666816	32,4854414	45,7296797	954,082581
		A 05	0,05068	15,2453027	42,8053516	61,5611172	1036,47705
	T	A 06	0,05011	10,7227178	17,9298086	8,0729082	307,600311
		A 07	0,05055	7,97332227	27,0338027	7,20742676	278,649994
		A 08	0,05006	10,1965654	46,8835859	7,02489258	306,672058
		A 09	0,05069	9,96210254	17,6810996	7,9470459	330,193665
		A 10	0,05026	10,1475791	47,0324922	4,97810596	199,328964
	R	A 11	0,05068	7,71011621	61,2890664	26,615082	427,672882
		A 12	0,05081	10,8316289	50,0384063	23,4863926	272,580841
		A 13	0,0506	10,4994531	49,0121094	15,509915	315,990417
		A 14	0,05082	6,51879053	32,836543	12,4336494	233,188812
		A 15	0,05039	7,60502539	58,0713867	7,98214648	247,49942
	G	A 16	0,05078	12,5904688	23,7342832	20,6529922	649,855835
		A 17	0,05093	10,2466641	18,1149473	22,2287969	639,77655
		A 18	0,05069	11,5488213	18,9247578	23,1322539	850,016907
		A 19	0,05034	11,9974092	25,0786367	22,1019551	664,546753
		A 20	0,05055	12,0480547	14,1754688	22,7521094	696,892944
SKF2	F	A 51	0,05067	10,0903438	24,4004492	10,9386641	420,149567
		A 52	0,05074	13,1106113	6,89908447	12,4160586	593,042664
		A 53	0,05025	9,6167666	4,47544678	7,04840186	394,053772
		A 54	0,05035	13,0258945	5,61122656	7,78859717	458,495239
		A 55	0,05085	14,406835	2,94098438	8,54172559	593,55658
	T	A 56	0,0507	14,5588623	8,64367383	2,00508337	158,173386
		A 57	0,05087	7,0367168	5,35530566	1,58236255	136,441803
		A 58	0,05067	9,35355762	5,53701709	2,0982168	113,321526
		A 59	0,05074	11,6491514	6,97641553	1,92834607	128,444916
		A 60	0,05061	11,0038359	2,58522583	1,82814221	98,654686
	R	A 61	0,05053	8,3701748	10,5071309	11,0423848	206,955582
		A 62	0,05073	6,25511621	14,0683174	9,72228516	205,676773
		A 63	0,0508	9,37458398	8,54739746	5,96556104	141,927841
		A 64	0,05025	6,5243291	13,2236064	9,53809277	181,513809
		A 65	0,05042	11,0178828	9,06510449	7,91807764	197,130219

SKF3	F	A 66	0,0502	9,7363252	13,2499482	10,0431748	778,760132	
		A 67	0,05064	9,44260645	18,5266621	11,9176475	765,375244	
		A 68	0,0506	13,7873965	52,5707227	14,8525273	890,047546	
		A 69	0,05022	10,4282168	69,0699766	11,5551318	890,09259	
		A 70	0,05039	12,9617432	78,0572266	14,4189473	893,29126	
	T	A 71	0,05095	16,2087842	52,3265391	22,5597598	381,760925	
		A 72	0,0508	15,0461768	45,6799961	17,3038926	334,183258	
		A 73	0,05069	11,2965791	37,0086367	13,5241328	287,956146	
		A 74	0,05035	12,0506719	32,1413438	17,9541895	249,533752	
		A 75	0,05028	5,3473999	17,0675957	10,2350684	101,587082	
	R	A 76	0,05028	26,5150762	178,731406	24,4194297	849,591919	
		A 77	0,0505	30,6356895	163,844766	20,7478203	865,732605	
		A 78	0,05091	13,5673086	0,30198657	19,2751797	577,844543	
		A 79	0,05048	17,8984043	108,071461	18,241748	672,1474	
		A 80	0,05083	13,988751	137,049203	17,1789863	480,14209	
	G	A 166	0,05051	6,0842832	29,4413887	17,4356738	528,757141	
		A 167	0,05039	6,70947803	13,4116445	16,2906543	603,31189	
		A 168	0,05095	8,81030762	24,45675	18,7207715	659,626953	
		A 169	0,05071	6,97466211	15,9878848	15,8690273	620,063477	
		A 170	0,05051	9,0494502	20,0969863	18,9393105	673,447632	
	SKF4	F	A 91	0,05096	2,91452026	16,8371875	9,576	529,480347
			A 92	0,05077	11,580918	49,2707266	8,51090625	371,631409
			A 93	0,05063	0,09322519	22,0614199	7,54522705	483,719635
			A 94	0,05051	14,0721826	19,6728535	7,46416602	553,559753
			A 95	0,05085	19,7417324	6,14043555	6,76803418	882,09491
		T	A 96	0,05076	18,1700918	16,6233789	2,84478076	284,343933
			A 97	0,05088	13,4807207	18,7924336	2,45699292	213,477371
			A 98	0,05083	18,4917129	18,7069199	3,00890308	262,013397
			A 99	0,05038	17,2589199	24,9445684	2,58874878	237,771988
			A 100	0,05039	11,6582646	22,2806035	3,00085913	171,462219
R		A 101	0,05074	18,4184512	91,4730469	2,98887256	608,370667	
		A 102	0,05072	16,2052383	58,0992578	2,60805103	451,200287	
		A 103	0,05033	19,147752	84,2653359	3,22492163	564,241089	
		A 104	0,05037	14,1425664	117,853313	3,15467505	476,361115	
		A 105	0,05078	19,6546406	104,242695	3,30835352	607,784363	
R		A 186	0,05066	0,49514307	233,920594	5,8572915	96,8797531	
		A 187	0,05047	0,75413635	417,347188	7,47265625	130,867188	
		A 188	0,05056	0,74880682	707,899313	9,61063672	211,879608	
		A 189	0,05043	0,89666766	500,140031	12,5085449	158,623245	
	A 190	0,05047	0,99683081	643,340625	11,2941094	148,521515		
G	A 191	0,05056	13,1992529	16,0553066	4,24621533	247,920074		
	A 192	0,05035	13,0297754	17,4523184	3,54945801	252,1035		
	A 193	0,05069	12,9953193	26,3166875	5,18449268	273,400299		

		A 194	0,05066	17,015748	28,9049883	4,9542251	351,742371
		A 195	0,05087	9,26137402	39,3566133	3,922323	262,1315

SKF5	F	A 106	0,05054	11,9591699	31,2384805	6,49919629	835,767334	
		A 107	0,05063	8,93461328	50,9394375	7,27463086	775,375977	
		A 108	0,05018	13,9311104	28,5917656	5,36129541	910,680481	
		A 109	0,05063	12,410873	43,8999375	5,69759668	849,713623	
		A 110	0,05038	10,6726982	28,6381465	6,716729	778,050537	
	T	A 111	0,0505	24,495334	48,8253359	3,69006177	741,31665	
		A 112	0,05049	17,6893574	30,3476543	2,6849978	538,053345	
		A 113	0,0502	17,7803984	48,6695898	2,89626489	616,660217	
		A 114	0,05024	15,5809248	33,9122656	2,60780396	460,169403	
		A 115	0,05081	21,5893145	72,8434141	4,08001465	736,573303	
	R	A 116	0,05033	12,7568252	161,974313	4,5480415	658,897217	
		A 117	0,05053	12,7275576	83,3338984	3,51917212	515,983215	
		A 118	0,0505	13,7381982	92,2176094	3,4728291	385,814331	
		A 119	0,05031	11,8628369	75,5087891	5,49312598	340,910736	
		A 120	0,0508	12,9850938	106,47775	3,54733789	476,190491	
	SKF6	F	A 151	0,0508	2,7100625	26,4233008	8,18087842	976,841614
			A 152	0,05063	2,5917688	45,6614492	10,2312393	968,178589
			A 153	0,05058	1,17484912	12,8027432	8,45413867	901,75946
			A 154	0,05083	1,50388428	18,9319336	7,94319482	916,57373
			A 155	0,05089	1,6800426	40,3943398	8,68755273	837,765137
T		A 156	0,05039	1,74161768	11,9688311	3,32715674	243,427185	
		A 157	0,05068	1,59370471	15,9546709	3,63309912	236,674469	
		A 158	0,05046	1,82614209	13,1140889	3,26919507	303,159882	
		A 159	0,05041	3,26208667	19,1949668	3,64302588	545,326477	
		A 160	0,05084	2,35859277	17,992043	3,2266748	425,723602	
R		A 161	0,0507	22,1598828	365,145938	14,2535381	921,360229	
		A 162	0,05034	24,100957	438,869188	14,0173408	950,871399	
		A 163	0,05093	19,5489609	461,394969	13,517041	925,198425	
		A 164	0,05053	22,4736348	327,646906	15,0044004	985,789185	
		A 165	0,05056	34,1061016	564,537438	19,6314688	1035,65833	

SKF7	F	A 196	0,05083	11,8051729	134,8205	14,9565264	834,839783
		A 197	0,05038	9,88008301	127,550961	14,2153594	823,04126
		A 198	0,0506	9,54005273	143,319109	19,3838496	678,085327
		A 199	0,05065	10,749252	96,4139688	13,8444209	828,247559
		A 200	0,05084	12,4786494	105,223875	15,062459	870,486023
	T	A 201	0,05068	3,26539941	21,1425098	5,15890674	104,616623
		A 202	0,05033	3,12539941	50,1467852	6,39227295	80,3636475
		A 203	0,05076	3,50594556	23,3411836	6,00101074	90,0101242
		A 204	0,05035	3,3291604	30,1144434	4,17776367	78,0281754
		A 205	0,05092	3,37450464	59,9332539	3,64430811	79,1688538
	R	A 206	0,05037	3,95654175	60,1936992	15,3463379	221,75769
		A 207	0,05068	3,19276855	70,4125781	10,5642393	101,024368
		A 208	0,05038	3,46211792	103,164102	17,7507676	183,155258
		A 209	0,05045	3,85488428	130,672992	33,9008242	242,91716
		A 210	0,05072	3,34294556	116,389578	27,7283008	179,673004
	G	A 211	0,05041	4,01039429	94,5662188	13,3396016	440,496033
		A 212	0,05092	5,0369126	114,816055	15,3940156	468,507019
		A 213	0,05048	5,46874951	206,141953	14,6515801	542,803833
		A 214	0,05037	4,77086572	92,0697031	12,7444463	455,255035
		A 215	0,05071	6,4093374	80,6662422	20,081457	762,016296

		Code de l'échantillon	Masse	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)	
SKG1	F	A 36	0,05077	2,53401294	27,9290352	7,17014453	169,928513	
		A 37	0,05062	0,65832135	23,5564141	5,70337891	119,832634	
		A 38	0,05036	0,96081732	15,4922188	6,60593701	110,973808	
		A 39	0,05037	1,61334314	12,4218721	6,08870996	131,869522	
		A 40	0,05087	1,94205115	6,79712695	6,22511768	108,001801	
	T	A 41	0,05029	0,85550891	6,07143945	5,16161963	33,8450394	
		A 42	0,05031	1,94766357	4,97475146	3,1347749	71,7715149	
		A 43	0,05016	0,70942377	2,17379297	3,42365308	30,3422718	
		A 44	0,05005	0,71208398	0,99491144	3,0599707	38,3593826	
		A 45	0,05035	0,65826013	2,76913721	4,48988184	29,3705978	
	R	A 46	0,05078	0,71676721	33,9890742	3,73607642	79,9439621	
		A 47	0,05063	1,03458972	24,9928887	9,12316113	158,731277	
		A 48	0,05039	1,17739124	24,9291758	7,01062891	140,947678	
		A 49	0,05088	1,34025952	25,4520215	8,87967676	187,015396	
		A 50	0,0502	1,05909741	26,8738633	14,1161426	160,840332	
	SKG2	F	A 81	0,05081	8,67015234	4,06515576	15,4231299	680,121582
			A 82	0,0508	11,7901172	14,1465244	22,7511289	856,760681
			A 83	0,05091	6,99218457	3,64555713	16,1123828	601,993713
			A 84	0,05069	7,53650391	4,49575391	15,5074746	646,556213
			A 85	0,05075	7,45696533	6,11692822	14,6633535	536,849365
T		A 86	0,05076	6,15237598	17,6490039	6,18912842	754,757507	

		A 87	0,05082	7,77943262	68,2372344	9,76508984	745,02179
		A 88	0,05097	7,80012744	63,2669609	7,08325146	728,844604
		A 89	0,05071	7,72988086	61,7921523	7,8170874	811,251526
		A 90	0,05055	2,29378149	18,4611953	8,89398047	816,141296
SKG3	F	A 136	0,05053	0,95109222	539,126	12,2862715	319,68808
		A 137	0,0509	0,9850907	134,440781	12,8388145	337,550476
		A 138	0,05085	0,96967749	67,6780859	9,25450488	264,682983
		A 139	0,05071	0,91439734	72,7839063	10,4220605	324,349365
		A 140	0,05037	0,75090234	71,8079766	9,78955566	289,895935
	T	A 141	0,05034	1,00992291	12,6631494	3,59634644	67,3794022
		A 142	0,05052	0,63873157	5,20791309	3,18279468	25,4070625
		A 143	0,05089	0,50883817	31,2213516	4,68222949	29,9167061
		A 144	0,05091	0,79208307	18,168625	3,82270117	81,9309616
		A 145	0,05047	0,59807874	12,9868711	3,09639453	55,8501854
	R	A 146	0,05041	3,08042993	59,073207	6,81731152	126,979286
		A 147	0,05077	3,45424146	61,0163711	9,47662793	123,920876
		A 148	0,05059	3,40129956	75,5963672	6,90859766	126,534821
		A 149	0,05064	2,34637524	76,4174297	4,44431006	80,3045883
		A 150	0,05057	3,97997607	58,0345977	7,9328877	163,387619
SKG5	F	A 121	0,05054	10,605749	23,8590234	38,8074727	841,729858
		A 122	0,05043	5,24361572	10,4308477	22,2090293	641,167969
		A 123	0,05076	7,32144922	10,103	21,2816816	665,86908
		A 124	0,05073	5,53715186	19,2534434	20,1028594	618,527771
		A 125	0,05066	7,93886035	11,4008418	23,1526992	725,085876
	T	A 126	0,05063	5,79458496	22,4031973	5,91856836	544,342041
		A 127	0,0508	10,2573447	72,628375	8,83654492	815,5979
		A 128	0,05059	9,24775977	56,8108594	7,14458887	788,900574
		A 129	0,05061	7,54421533	35,294168	7,29704688	691,05011
		A 130	0,05058	9,43624316	28,7403086	6,96269287	792,840088
	R	A 131	0,05089	4,87758447	25,7817031	10,1085068	782,521484
		A 132	0,05043	12,020833	51,7663633	32,5601797	929,215942
		A 133	0,05069	6,24675928	31,3554941	17,2869473	890,843262
		A 134	0,05046	10,3050303	9,51116113	18,5813086	926,331482
		A 135	0,05063	5,76591602	43,6921641	14,2918066	879,611572
SKG7		A 216	0,05059	0,28037363	91,5759844	7,74177686	159,603317
		A 217	0,05096	0,29350263	45,64475	7,58461426	158,025955
		A 218	0,05057	0,20179273	71,110875	7,69656787	134,337112
		A 219	0,05061	0,22277307	62,5948242	7,2170332	144,199249
		A 220	0,05083	0,42916361	94,2828672	9,63294141	206,61734
		A 221	0,05069	0,31141943	14,4534902	3,53492603	58,6562805
		A 222	0,05038	0,42797394	145,832109	4,05258496	66,8103714
		A 223	0,05025	0,3541882	130,189766	3,60763379	46,4176216
		A 224	0,05058	1,06847156	21,561832	3,77757349	44,8815651
		A 225	0,05075	0,38926794	52,1531094	4,19730566	61,6112404
		A 226	0,05046	2,34670679	79,4911875	6,31508545	108,289909

	A 227	0,05073	0,79016022	15,1437363	4,13805273	60,3554916
	A 228	0,05051	0,76347662	29,3699043	4,24094287	85,1753159
	A 229	0,05031	1,04337793	40,470875	4,60519043	117,438324
	A 230	0,05026	1,0506687	47,9008672	5,75062061	88,4175797

	Code de l'échantillon	Masse	Cd(mg/L)	Pb(mg/L)	Cu(mg/L)	Zn(mg/L)	
KH1	F	A 21	0,05098	15,2786914	48,4366719	17,8941895	959,868469
		A 22	0,05048	6,09110303	53,2322813	13,9660674	909,817139
		A 23	0,05045	6,67628906	36,7144414	17,2459434	882,219971
		A 24	0,05082	6,64295947	34,0519531	1,77385144	850,996887
		A 25	0,05062	6,14063574	28,4626211	15,6331348	831,127869
	T	A 26	0,05034	4,00625146	55,7191758	13,4532832	734,860779
		A 27	0,05044	1,9487533	7,1896084	12,8739844	235,506561
		A 28	0,05056	2,67507275	5,56795898	5,862604	242,080429
		A 29	0,05095	4,37544092	32,5335527	5,63217334	679,015991
		A 30	0,05046	3,78626465	25,9499355	12,6343008	585,631714
	R	A 31	0,05052	6,03478369	46,4394141	8,29930664	384,845245
		A 32	0,05029	1,81332947	11,6158447	8,43137109	257,520172
		A 33	0,05087	2,62215796	4,81037646	9,01444043	200,308792
		A 34	0,05012	3,59740845	6,08854443	7,421271	308,324829
		A 35	0,05076	2,65487427	3,67079761	5,08490186	196,764771
KH2	F	A 171	0,05072	2,5565813	23,9365918	11,3629512	898,589478
		A 172	0,05074	2,12269727	15,0133447	8,05350391	804,276917
		A 173	0,05091	2,27276294	21,9663984	8,61443359	822,359924
		A 174	0,05095	2,65289087	21,4143535	12,1877734	843,567139
		A 175	0,05051	2,48397754	26,2153848	11,1469121	883,622986
	T	A 176	0,0505	0,70535266	2,71403418	3,41163843	148,490601
		A 177	0,05066	1,03835498	25,5545879	6,96206299	346,610229
		A 178	0,05063	1,37307996	28,6138535	10,7803955	832,160706
		A 179	0,05053	0,98214319	4,42090723	4,97384668	293,123627
		A 180	0,05089	0,92255512	5,11719238	5,46762061	380,584106
	R	A 181	0,05038	1,40215271	27,4222227	9,6349248	828,089111
		A 182	0,05062	1,43055688	16,6161309	9,23130762	793,157959
		A 183	0,05075	1,15401453	13,8926289	7,19307764	687,415527
		A 184	0,05077	1,68772131	20,7513105	12,3731729	921,43634
		A 185	0,05083	1,00067786	176,503422	6,83059912	643,108154

**Annexe C. Résultats complémentaires des
essais cinétiques en mini cellules
d'altération avant désulfuration**

	pH		
	SKF	SKG	KH
0	3,43	3,02	7,02
1	3,81	3,23	7,10
2	4,11	3,42	7,23
3	4,21	4,50	7,30
4	4,31	4,90	7,25
5	4,22	4,90	7,22
6	3,81	5,00	7,10
7	3,50	4,90	7,08
8	3,61	4,85	7,10
9	3,63	4,80	7,06
10	3,81	4,81	6,91
11	3,82	4,75	6,92
12	3,92	4,76	6,71
13	4,00	4,70	6,60
14	4,05	4,61	6,81
15	4,06	4,65	6,90
16	4,11	4,63	7,00
17	4,20	4,68	7,08
18	4,00	4,50	7,10
19	4,22	4,00	7,15
20	4,12	4,20	7,16
21	4,00	4,31	7,20
22	4,05	4,26	7,30
23	4,12	4,25	7,25
24	4,21	4,21	7,35

	Eh (mV)		
	SKF	SKG	KH
0	450,0	500,1	270,6
1	460,0	540,2	280,4
2	470,1	540,3	300,2
3	490,1	530,8	320,2
4	480,2	500,6	300,5
5	465,0	490,6	310,3
6	470,2	480,5	308,3
7	460,9	460,0	305,6
8	460,2	450,1	290,4
9	462,3	440,3	280,6
10	459,3	470,0	270,5
11	460,5	450,2	260,5
12	455,3	450,1	270,3
13	455,1	440,6	270,1
14	456,4	440,1	270,6
15	454,3	440,6	280,6
16	456,3	430,5	280,0
17	457,6	420,5	280,1
18	456,0	420,3	284,0
19	456,2	420,1	283,0
20	456,8	420,0	282,1
21	460,0	425,0	284,1
22	457,1	423,2	283,6
23	457,1	423,2	285,1
24	457,0	423,6	284,2

	Conductivité		
	SKF	SKG	KH
0	1365	1100	320
1	320	350	345,3
2	310,5	320	350,6
3	250,6	260	360
4	230	225,6	345
5	220,8	220	367
6	230,8	230	370
7	180	190	400,6
8	190,6	190	420
9	190,9	195	415,2
10	210	200	410
11	200,5	210,6	405
12	210,9	211	400
13	220	224	390
14	215,8	212	340
15	250	230	333,5
16	280	250	350
17	285	290	320
18	275	280	310
19	250	260	280,6
20	256	255	270,5
21	240	250	260,5
22	245	243	230
23	240	241	240
24	260	255	245

Zn (mg/L)				Pb (mg/L)			Fe (mg/L)			Cd (mg/L)					
	SKF	SKG	KH		SKF	SKG	KH		SKF	SKG	KH		SKF	SKG	KH
0	6,51	2,80	0,6	0	0,63	1,1	0,70	0	0,377	0,337	0,380	0	0,78	0,70	0,50
1	0,90	1,21	0,6	1	0,62	0,7	0,70	1	0,378	0,338	0,381	1	0,78	0,69	0,45
2	0,70	1,00	0,5	2	0,63	0,69	0,70	2	0,378	0,337	0,381	2	0,77	0,69	0,46
3	0,66	0,90	0,5	3	0,61	0,68	0,68	3	0,377	0,336	0,380	3	0,76	0,68	0,44
4	0,60	0,81	0,5	4	0,58	0,66	0,68	4	0,377	0,336	0,379	4	0,70	0,67	0,44
5	0,59	0,75	0,5	5	0,56	0,65	0,67	5	0,375	0,335	0,379	5	0,69	0,67	0,42
6	0,58	0,70	0,5	6	0,55	0,64	0,66	6	0,371	0,335	0,378	6	0,68	0,65	0,42
7	0,55	0,61	0,5	7	0,53	0,63	0,62	7	0,368	0,334	0,378	7	0,68	0,66	0,42
8	0,53	0,65	0,5	8	0,52	0,62	0,60	8	0,367	0,331	0,377	8	0,68	0,64	0,41
9	0,50	0,50	0,5	9	0,52	0,55	0,58	9	0,367	0,330	0,377	9	0,65	0,65	0,41
10	0,51	0,51	0,5	10	0,52	0,52	0,57	10	0,366	0,331	0,365	10	0,60	0,63	0,40
11	0,40	0,46	0,5	11	0,51	0,51	0,55	11	0,365	0,331	0,360	11	0,62	0,63	0,41
12	0,45	0,40	0,5	12	0,50	0,50	0,55	12	0,365	0,330	0,360	12	0,58	0,62	0,39
13	0,40	0,38	0,5	13	0,48	0,48	0,55	13	0,364	0,331	0,358	13	0,55	0,58	0,39
14	0,38	0,38	0,5	14	0,47	0,47	0,55	14	0,365	0,330	0,358	14	0,56	0,58	0,38
15	0,38	0,38	0,5	15	0,46	0,46	0,55	15	0,364	0,329	0,357	15	0,53	0,56	0,385
16	0,38	0,38	0,5	16	0,45	0,45	0,54	16	0,363	0,329	0,356	16	0,50	0,50	0,38
17	0,38	0,38	0,5	17	0,46	0,45	0,54	17	0,362	0,327	0,356	17	0,49	0,48	0,37
18	0,38	0,38	0,5	18	0,46	0,44	0,55	18	0,363	0,326	0,355	18	0,46	0,47	0,38
19	0,38	0,38	0,5	19	0,45	0,42	0,56	19	0,363	0,327	0,354	19	0,45	0,45	0,37
20	0,38	0,38	0,5	20	0,46	0,4	0,55	20	0,362	0,326	0,352	20	0,44	0,45	0,36
21	0,38	0,38	0,5	21	0,46	0,39	0,55	21	0,363	0,326	0,351	21	0,44	0,45	0,36
22	0,38	0,38	0,5	22	0,47	0,38	0,54	22	0,364	0,325	0,351	22	0,42	0,44	0,36
23	0,38	0,38	0,5	23	0,47	0,4	0,53	23	0,364	0,325	0,350	23	0,42	0,42	0,37
24	0,38	0,38	0,5	24	0,47	0,42	0,53	24	0,364	0,324	0,350	24	0,43	0,44	0,37

**Annexe D. Résultats complémentaires des
essais cinétiques en mini cellules
d'altération après désulfuration**

	pH		
	SKF	SKG	KH
0	6,2	7,1	6,9
1	6,3	7,1	6,9
2	7,5	7,5	6,8
3	7,5	8,0	7,5
4	8,2	8,0	7,9
5	8,3	8,0	7,9
6	8,2	8,2	7,8
7	8,1	8,3	7,7
8	8,0	8,0	7,6
9	7,9	7,9	7,5
10	7,8	7,9	7,5
11	7,6	7,8	7,5
12	7,6	7,6	7,4
13	7,7	7,5	7,5
14	7,7	7,7	7,3
15	7,7	7,6	7,3
16	7,8	7,7	7,2
17	7,9	7,8	6,9
18	8,0	7,9	6,9
19	8,1	8,0	6,8
20	8,1	8,1	6,9
21	8,1	7,9	7,0
22	8,2	8,0	7,1
23	8,2	8,0	7,2
24	8,3	8,2	7,3

	Eh (mV)		
	SKF	SKG	KH
0	330,0	280,5	260,0
1	328,0	280,0	261,0
2	330,0	290,0	263,1
3	320,0	290,0	265,2
4	318,0	291,2	264,0
5	320,0	288,0	260,0
6	322,0	286,0	260,5
7	320,2	280,0	265,1
8	320,0	290,1	270,5
9	290,1	295,0	272,2
10	290,1	285,0	280,0
11	270,6	290,1	282,3
12	270,5	288,2	285,1
13	270,2	280,0	290,0
14	260,5	278,2	292,0
15	260,3	277,1	295,3
16	260,3	275,0	310,1
17	265,9	275,0	315,5
18	263,0	276,1	320,1
19	260,0	272,0	315,2
20	258,1	268,0	310,1
21	255,2	265,1	312,0
22	255,0	260,1	305,0
23	250,0	258,0	305,1
24	248,1	260,0	300,2

	Conductivité		
	SKF	SKG	KH
0	260	263	300
1	260	230	290
2	270	232	280
3	230	230	260
4	180	180	240
5	150	160	230
6	150	150	200
7	120	130	210
8	150	140	215
9	130	150	200
10	120	160	180
11	125	150	170
12	130	146	170
13	135	145	169
14	133	143	166
15	140	140	165
16	135	140	170
17	129	135	172
18	130	139	180
19	135	136	170
20	140	140	175
21	136	145	180
22	138	150	190
23	140	145	195
24	130	150	200

Zn (mg/L)				Pb (mg/L)				Fe (mg/L)				Cd (mg/L)			
	SKF	SKG	KH												
0	0,555	0,557	0,500	0	0,526	0,525	0,526	0	0,382	0,361	0,382	0	0,410	0,411	0,385
1	0,556	0,558	0,511	1	0,525	0,525	0,525	1	0,380	0,360	0,380	1	0,411	0,412	0,385
2	0,557	0,559	0,515	2	0,525	0,524	0,524	2	0,379	0,361	0,376	2	0,411	0,412	0,387
3	0,556	0,558	0,514	3	0,524	0,525	0,523	3	0,378	0,362	0,375	3	0,410	0,412	0,388
4	0,556	0,559	0,510	4	0,523	0,526	0,522	4	0,380	0,363	0,374	4	0,409	0,410	0,387
5	0,557	0,560	0,505	5	0,522	0,525	0,522	5	0,379	0,362	0,374	5	0,408	0,409	0,387
6	0,558	0,561	0,502	6	0,522	0,525	0,521	6	0,365	0,361	0,372	6	0,408	0,409	0,388
7	0,558	0,561	0,501	7	0,521	0,525	0,520	7	0,361	0,360	0,371	7	0,409	0,410	0,389
8	0,559	0,560	0,500	8	0,520	0,524	0,519	8	0,352	0,359	0,370	8	0,407	0,410	0,388
9	0,560	0,559	0,500	9	0,521	0,524	0,519	9	0,350	0,358	0,368	9	0,407	0,410	0,389
10	0,559	0,558	0,499	10	0,520	0,523	0,518	10	0,345	0,357	0,368	10	0,406	0,411	0,390
11	0,559	0,558	0,498	11	0,521	0,523	0,519	11	0,342	0,355	0,366	11	0,407	0,410	0,391
12	0,560	0,557	0,498	12	0,520	0,524	0,520	12	0,338	0,355	0,366	12	0,406	0,410	0,390
13	0,561	0,556	0,497	13	0,518	0,522	0,519	13	0,335	0,355	0,365	13	0,405	0,408	0,391
14	0,562	0,556	0,495	14	0,516	0,521	0,518	14	0,332	0,354	0,362	14	0,403	0,408	0,391
15	0,561	0,555	0,492	15	0,515	0,520	0,519	15	0,325	0,352	0,362	15	0,402	0,407	0,390
16	0,560	0,554	0,491	16	0,512	0,521	0,519	16	0,325	0,348	0,363	16	0,400	0,408	0,389
17	0,561	0,554	0,490	17	0,513	0,521	0,518	17	0,321	0,346	0,365	17	0,400	0,407	0,389
18	0,560	0,553	0,489	18	0,512	0,520	0,518	18	0,320	0,346	0,368	18	0,401	0,406	0,390
19	0,562	0,552	0,488	19	0,511	0,519	0,519	19	0,316	0,345	0,367	19	0,400	0,405	0,390
20	0,561	0,553	0,488	20	0,510	0,519	0,518	20	0,316	0,342	0,368	20	0,401	0,405	0,391
21	0,562	0,554	0,486	21	0,512	0,518	0,517	21	0,312	0,341	0,368	21	0,402	0,404	0,390
22	0,565	0,554	0,485	22	0,511	0,518	0,518	22	0,310	0,340	0,367	22	0,401	0,405	0,391
23	0,566	0,555	0,482	23	0,510	0,517	0,519	23	0,311	0,340	0,367	23	0,401	0,405	0,390
24	0,566	0,556	0,480	24	0,511	0,517	0,518	24	0,310	0,339	0,367	24	0,402	0,406	0,391

**Annexe E. Résultats complémentaires des
essais en batch (traitement passif du DMA
par des matériaux phosphatés de Djebel
Onk)**

Temps	Fe (mg/L)			Valeur limite
	SC	PB	RP	
0	600	600	600	5
5 min	0,036	0,030	0,124	5
15 min	0,032	0,031	0,120	5
30 min	0,031	0,037	0,190	5
1h	0,047	0,036	0,117	5
2h	0,023	0,039	0,028	5
4h	0,038	0,021	0,032	5
8h	0,038	0,036	0,032	5
16h	0,039	0,036	0,030	5
24h	0,039	0,041	0,028	5
32h	0,024	0,030	0,033	5
48h	0,025	0,029	0,024	5

Temps	Cu (mg/L)			Valeur limite
	SC	PB	RP	
0	25	25	25	1,5
5 min	0,029	0,003	0,003	1,5
15 min	0,027	0,003	0,003	1,5
30 min	0,020	0,003	0,003	1,5
1h	0,017	0,003	0,003	1,5
2h	0,003	0,003	0,003	1,5
4h	0,003	0,003	0,003	1,5
8h	0,003	0,003	0,003	1,5
16h	0,003	0,003	0,003	1,5
24h	0,003	0,003	0,003	1,5
32h	0,003	0,003	0,003	1,5
48h	0,003	0,003	0,003	1,5

Temps	Cd (mg/L)			
	SC	PB	RP	Valeur limite
0	2	2	2	0,2
5 min	0,003	0,003	0,003	0,2
15 min	0,003	0,003	0,003	0,2
30 min	0,003	0,003	0,003	0,2
1h	0,003	0,003	0,003	0,2
2h	0,003	0,003	0,003	0,2
4h	0,003	0,003	0,003	0,2
8h	0,003	0,003	0,003	0,2
16h	0,003	0,003	0,003	0,2
24h	0,003	0,003	0,003	0,2
32h	0,003	0,003	0,003	0,2
48h	0,003	0,003	0,003	0,2

Temps	As (mg/L)			
	SC	PB	RP	Valeur limite
0	50	50	50	0,2
5 min	0,060	0,060	0,075	0,2
15 min	0,062	0,060	0,070	0,2
30 min	0,070	0,060	0,070	0,2
1h	0,080	0,060	0,060	0,2
2h	0,072	0,060	0,060	0,2
4h	0,128	0,103	0,060	0,2
8h	0,320	0,092	0,060	0,2
16h	0,370	0,090	0,062	0,2
24h	0,543	0,099	0,077	0,2
32h	0,629	0,100	0,070	0,2
48h	0,550	0,133	0,091	0,2

Mn (mg/L)				
Temps	SC	PB	RP	Valeur limite
0	40	40	40	1
5 min	5,440	1,960	1,110	1
15 min	3,230	1,800	1,000	1
30 min	2,900	1,600	0,900	1
1h	1,330	1,400	0,571	1
2h	1,360	1,120	0,568	1
4h	0,558	0,964	0,512	1
8h	0,500	0,717	0,500	1
16h	0,300	0,600	0,400	1
24h	0,029	0,589	0,349	1
32h	0,042	0,560	0,348	1
48h	0,012	0,536	0,319	1

Pb (mg/L)				
Temps	SC	PB	RP	Valeur limite
0	0,6	0,6	0,6	0,2
5 min	0,02	0,02	0,02	0,2
15 min	0,02	0,02	0,02	0,2
30 min	0,02	0,02	0,02	0,2
1h	0,02	0,02	0,02	0,2
2h	0,02	0,02	0,02	0,2
4h	0,02	0,02	0,02	0,2
8h	0,02	0,02	0,02	0,2
16h	0,02	0,02	0,02	0,2
24h	0,02	0,02	0,02	0,2
32h	0,02	0,02	0,02	0,2
48h	0,02	0,02	0,02	0,2

Temps	Zn (mg/L)			Valeur limite
	SC	PB	RP	
0	20	20	20	3
5 min	0,543	0,364	0,248	3
15 min	0,400	0,360	0,250	3
30 min	0,300	0,340	0,260	3
1h	0,189	0,326	0,347	3
2h	0,135	0,355	0,237	3
4h	0,130	0,217	0,267	3
8h	0,125	0,283	0,266	3
16h	0,100	0,280	0,265	3
24h	0,105	0,323	0,264	3
32h	0,136	0,300	0,281	3
48h	0,122	0,305	0,270	3

**Annexe F. Résultats complémentaires des
essais à moyenne échelle (traitement passif
du DMA par des matériaux phosphatés de
Djebel Onk)**

	pH	
	pH	DMA
0	3,20	3,20
1	8,40	3,10
2	8,30	3,20
3	8,21	3,11
4	8,00	3,21
5	7,88	3,18
6	7,71	3,17
7	7,70	3,16
8	7,70	3,18
9	7,70	3,18
10	7,69	3,18
11	7,63	3,19
12	7,63	3,19
13	7,63	3,20
14	7,62	3,19
15	7,61	3,18
16	7,61	3,18
17	7,61	3,18
18	7,61	3,19
19	7,62	3,19
20	7,62	3,19

	Eh (mV)	
	Lixiviat	DMA
0	606,0	610,0
1	450,1	608,0
2	350,6	604,2
3	310,2	602,2
4	260,5	600,3
5	264,1	600,1
6	260,0	590,6
7	240,0	590,4
8	243,2	591,0
9	242,2	591,0
10	241,0	593,0
11	242,0	595,0
12	241,0	595,0
13	240,5	595,1
14	241,5	594,5
15	241,0	594,2
16	241,6	594,6
17	241,8	594,3
18	241,9	594,7
19	241,5	594,9
20	241,3	598,0

	Conductivité	
	Lixiviat	DMA
0	6,320	6,19
1	4,500	6,18
2	4,410	6,18
3	4,500	6,17
4	4,300	6,18
5	4,350	6,17
6	4,371	6,17
7	4,355	6,18
8	4,360	6,16
9	4,360	6,10
10	4,370	6,10
11	4,365	6,10
12	4,362	5,95
13	4,361	5,98
14	4,363	5,96
15	4,364	5,92
16	4,360	5,90
17	4,361	5,91
18	4,362	5,80
19	4,361	5,90
20	4,362	5,90

	Zn (mg/L)
0	25
1	0,225
2	0,200
3	0,125
4	0,125
5	0,125
6	0,126
7	0,122
8	0,125
9	0,122
10	0,119
11	0,115
12	0,113
13	0,110
14	0,110
15	0,105
16	0,105
17	0,104
18	0,105
19	0,104
20	0,105

	Fe (mg/L)
0	600
1	0,050
2	0,049
3	0,020
4	0,021
5	0,025
6	0,050
7	0,090
8	0,100
9	1,000
10	1,900
11	2,500
12	2,221
13	2,230
14	2,300
15	2,361
16	2,900
17	2,405
18	2,550
19	2,600
20	2,500

	Cd (mg/L)
0	2
1	0,003
2	0,002
3	0,002
4	0,002
5	0,002
6	0,002
7	0,002
8	0,002
9	0,002
10	0,002
11	0,002
12	0,002
13	0,002
14	0,002
15	0,002
16	0,002
17	0,002
18	0,002
19	0,002
20	0,002

	Cu (mg/L)
0	27
1	0,002
2	0,002
3	0,002
4	0,002
5	0,002
6	0,002
7	0,002
8	0,002
9	0,002
10	0,002
11	0,002
12	0,002
13	0,002
14	0,002
15	0,002
16	0,002
17	0,002
18	0,002
19	0,002
20	0,002

	Ca (mg/L)
0	220,0
1	400,0
2	750,0
3	820,1
4	900,2
5	920,0
6	950,0
7	955,0
8	960,1
9	956,0
10	958,0
11	960,0
12	961,1
13	960,2
14	958,0
15	960,1
16	960,0
17	960,0
18	960,5
19	960,1
20	960,2

Annexe G. Résultats complémentaires du traitement passif par amendements alcalins

	pH				
	C1	C2	C3	C4	C5
0	7,66	7,50	7,61	7,70	7,50
1	7,68	7,55	7,60	7,72	7,52
2	7,66	7,62	7,69	7,69	7,61
3	8,05	7,63	7,71	7,70	7,55
4	8,10	7,57	7,75	7,90	7,50
5	8,08	7,41	7,80	8,00	7,45
6	8,06	7,40	7,88	8,10	7,42
7	8,10	7,38	7,85	8,02	7,47
8	8,12	7,40	7,82	8,05	7,46
9	8,09	7,51	7,90	8,10	7,43
10	8,03	7,60	7,91	8,15	7,40
11	8,05	7,55	7,89	8,20	7,38
12	8,08	7,46	7,88	8,11	7,35
13	8,10	7,35	7,82	8,13	7,36
14	8,12	7,42	7,85	7,98	7,37
15	8,14	7,38	7,82	8,02	7,33
16	8,15	7,42	7,85	8,10	7,30
17	8,20	7,45	7,88	8,17	7,30
18	8,22	7,39	7,89	8,20	7,25
19	8,25	7,40	7,88	8,15	7,26
20	8,15	7,45	7,86	8,20	7,26
21	8,14	7,46	7,87	8,23	7,29
22	8,16	7,50	7,85	8,23	7,25
23	8,15	7,52	7,90	8,23	7,20
24	8,17	7,49	7,91	8,20	7,20
25	8,18	7,56	7,90	8,25	7,25

	Eh (mV)				
	C1	C2	C3	C4	C5
0	350	370	358	355	358
1	348	368	357	354	357
2	351	360	356	352	356
3	340	361	355	351	358
4	335	365	354	352	360
5	327	366	350	350	361
6	328	367	349	349	362
7	326	367	340	350	363
8	325	368	335	351	365
9	328	369	333	350	366
10	330	370	335	348	367
11	332	380	336	346	370
12	330	390	338	348	372
13	328	395	340	348	371
14	325	394	338	350	370
15	324	390	340	350	371
16	320	392	335	345	371
17	318	395	332	340	371
18	318	390	331	338	375
19	317	389	330	335	376
20	320	388	331	332	376
21	321	387	331	330	374
22	320	386	331	328	375
23	321	390	330	326	375
24	320	388	330	325	378
25	321	385	329	326	376

	Conductivité				
	C1	C2	C3	C4	C5
0	6500	6500	6450	6400	6512
1	4500	4650	4600	4500	4655
2	4445	4550	4500	4440	4545
3	4460	4460	4470	4450	4350
4	4200	4330	4300	4210	4332
5	4000	4250	4200	4010	4248
6	3900	4200	4000	3920	4205
7	3800	4010	3900	3600	4000
8	3400	3700	3600	3505	3800
9	3555	3550	3500	3552	3500
10	3560	3575	3570	3558	3571
11	3570	3555	3550	3565	3552
12	3540	3530	3540	3530	3525
13	3530	3525	3520	3530	3529
14	3510	3558	3600	3514	3554
15	3500	3520	3510	3480	3516
16	3560	3530	3520	3512	3525
17	3509	3520	3510	3510	3518
18	3505	3512	3510	3506	3518
19	3500	3524	3512	3508	3524
20	3490	3510	3450	3496	3514
21	3460	3500	3492	3491	3516
22	3500	3527	3510	3450	3525
23	3400	3534	3500	3420	3532
24	3350	3562	3550	3416	3560
25	3300	3569	3550	3410	3565

Zn (mg/L)

	C1	C2	C3	C4	C5
0	1,800	2,200	2,250	1,600	2,200
1	0,500	1,200	1,101	0,603	1,260
2	0,300	0,800	0,900	0,282	0,900
3	0,250	0,500	0,400	0,265	0,602
4	0,100	0,400	0,402	0,100	0,500
5	0,140	0,350	0,300	0,130	0,305
6	0,090	0,340	0,310	0,100	0,300
7	0,080	0,360	0,320	0,100	0,300
8	0,085	0,380	0,311	0,100	0,356
9	0,086	0,401	0,380	0,090	0,450
10	0,095	0,380	0,380	0,092	0,400
11	0,091	0,361	0,310	0,091	0,400
12	0,080	0,310	0,300	0,090	0,352
13	0,085	0,400	0,351	0,100	0,351
14	0,090	0,351	0,320	0,100	0,400
15	0,100	0,310	0,300	0,100	0,351
16	0,095	0,380	0,361	0,100	0,400
17	0,094	0,340	0,300	0,090	0,360
18	0,094	0,290	0,322	0,090	0,350
19	0,094	0,300	0,281	0,095	0,300
20	0,090	0,310	0,260	0,100	0,300
21	0,098	0,321	0,302	0,100	0,300
22	0,088	0,350	0,315	0,095	0,300
23	0,085	0,321	0,342	0,095	0,342
24	0,080	0,340	0,306	0,090	0,300
25	0,081	0,300	0,290	0,090	0,331

Pb (mg/L)

	C1	C2	C3	C4	C5
0	0,800	0,700	0,800	0,820	0,850
1	0,020	0,030	0,040	0,025	0,035
2	0,025	0,020	0,020	0,025	0,020
3	0,020	0,020	0,020	0,023	0,020
4	0,014	0,020	0,020	0,015	0,025
5	0,010	0,015	0,020	0,012	0,020
6	0,010	0,015	0,022	0,013	0,018
7	0,010	0,014	0,015	0,010	0,015
8	0,010	0,018	0,015	0,010	0,018
9	0,018	0,015	0,012	0,016	0,016
10	0,012	0,015	0,012	0,015	0,015
11	0,015	0,015	0,012	0,012	0,015
12	0,012	0,015	0,011	0,012	0,015
13	0,010	0,015	0,010	0,010	0,014
14	0,012	0,015	0,012	0,011	0,011
15	0,013	0,015	0,014	0,014	0,011
16	0,015	0,015	0,010	0,015	0,011
17	0,010	0,014	0,010	0,010	0,015
18	0,011	0,014	0,010	0,010	0,015
19	0,015	0,014	0,010	0,010	0,015
20	0,010	0,014	0,012	0,015	0,015
21	0,010	0,014	0,012	0,015	0,015
22	0,010	0,014	0,012	0,015	0,015
23	0,015	0,013	0,012	0,015	0,015
24	0,010	0,013	0,012	0,015	0,015
25	0,012	0,013	0,010	0,010	0,015

Fe (mg/L)

	C1	C2	C3	C4	C5
0	0,015	0,025	0,020	0,015	0,023
1	0,015	0,025	0,020	0,015	0,022
2	0,012	0,025	0,020	0,015	0,020
3	0,012	0,025	0,025	0,015	0,020
4	0,015	0,026	0,020	0,020	0,020
5	0,012	0,027	0,015	0,022	0,020
6	0,013	0,025	0,016	0,023	0,025
7	0,013	0,023	0,017	0,018	0,025
8	0,012	0,022	0,020	0,015	0,022
9	0,010	0,023	0,015	0,015	0,021
10	0,008	0,020	0,010	0,015	0,015
11	0,008	0,018	0,010	0,015	0,015
12	0,007	0,020	0,010	0,015	0,015
13	0,008	0,020	0,010	0,016	0,015
14	0,009	0,019	0,012	0,010	0,010
15	0,010	0,017	0,010	0,010	0,010
16	0,009	0,019	0,009	0,010	0,010
17	0,009	0,020	0,009	0,009	0,010
18	0,010	0,018	0,009	0,009	0,010
19	0,015	0,018	0,009	0,009	0,010
20	0,012	0,018	0,009	0,009	0,010
21	0,010	0,016	0,009	0,008	0,010
22	0,009	0,018	0,009	0,008	0,011
23	0,007	0,015	0,009	0,008	0,010
24	0,007	0,012	0,009	0,008	0,010
25	0,005	0,012	0,009	0,008	0,010

Cu (mg/L)

	C1	C2	C3	C4	C5
0	0,0230	0,0300	0,0250	0,0200	0,0320
1	0,0100	0,0200	0,0300	0,0150	0,0250
2	0,0019	0,0100	0,0250	0,0022	0,0150
3	0,0020	0,0050	0,0060	0,0018	0,0060
4	0,0020	0,0025	0,0025	0,0018	0,0030
5	0,0020	0,0025	0,0025	0,0018	0,0025
6	0,0019	0,0025	0,0025	0,0018	0,0025
7	0,0017	0,0025	0,0025	0,0018	0,0025
8	0,0018	0,0025	0,0025	0,0018	0,0025
9	0,0018	0,0025	0,0025	0,0018	0,0025
10	0,0018	0,0020	0,0020	0,0018	0,0025
11	0,0018	0,0020	0,0020	0,0018	0,0025
12	0,0019	0,0025	0,0020	0,0018	0,0022
13	0,0018	0,0025	0,0020	0,0018	0,0021
14	0,0019	0,0020	0,0020	0,0018	0,0020
15	0,0018	0,0020	0,0020	0,0016	0,0020
16	0,0018	0,0020	0,0020	0,0016	0,0020
17	0,0018	0,0020	0,0020	0,0016	0,0020
18	0,0019	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019
19	0,0018	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019
20	0,0018	0,0020	0,0020	0,0017	0,0019
21	0,0016	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019
22	0,0018	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019
23	0,0018	0,0020	0,0020	0,0016	0,0019
24	0,0018	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019
25	0,0017	0,0020	0,0020	0,0018	0,0019

Annexe. H Article publié en premier
auteur



Passive treatment of acid mine drainage from the Sidi-Kamber mine wastes (Mediterranean coastline, Algeria) using neighbouring phosphate material from the Djebel Onk mine

Amira Merchichi ^a, Malek Ould Hamou ^a, Mohamed Edahbi ^{b,e}, Ema Bobocioiu ^c, Carmen M. Neculita ^{b,*}, Mostafa Benzaazoua ^{b,d}

^a Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, Laboratoire de Génie Minier, 10 Rue des Frères OUDEK, El-Harrach 16200, Alger, Algeria

^b Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Research Institute on Mines and Environment (RIME), 445 boul de l'Université, Rouyn-Noranda J9X 5E4, QC, Canada

^c Ecole Normale Supérieure de Lyon (ENS), Université Lyon1, CNRS, UMR 5276 LGL-TPE, Lyon, France

^d Mining Environment and Circular Economy, Mohammed VI Polytechnic University, Lot 660, Hay Moulay Rachid, Ben Guerir 43150, Morocco

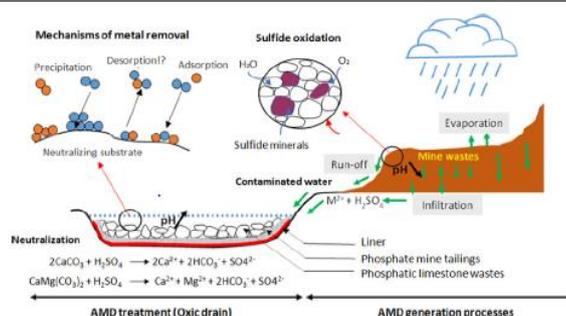
^e Higher School of Technology (ESTFBS), Sultan Moulay Slimane University, Beni Mellal, Morocco



HIGHLIGHTS

- Passive abiotic treatment of AMD using phosphate mining residuals was evaluated.
- All phosphatic lithologies were efficient in passive treatment of AMD in batch tests.
- Phosphatic limestone wastes neutralized more acid than other lithologies.
- Metal concentrations obeyed Algerian criteria for industrial liquid effluents.
- Phosphatic materials from the Djebel Onk mine can be effective for AMD treatment.

GRAPHICAL ABSTRACT



ARTICLE INFO

Article history:

Received 23 August 2021

Received in revised form 11 October 2021

Accepted 11 October 2021

Available online 15 October 2021

Editor: Filip M.G. Tack

Keywords:

Acid mine drainage
Phosphate mining residuals
Batch tests
Oxic drain
Passive treatment

ABSTRACT

Passive abiotic treatment of acid mine drainage (AMD) was investigated using phosphate mining residuals (raw low-grade phosphate ore, phosphatic limestone wastes, and phosphate mine tailings) from the Djebel Onk mine, Algeria. Laboratory batch tests were performed using the main expected lithologies of phosphate materials in contact with synthetic AMD, which had a low pH (3.08) and contained high concentrations of Fe (600 mg/L), Mn (40 mg/L), Mg (10 mg/L), Zn (20 mg/L), Cu (25 mg/L), As (50 mg/L), and sulfate (3700 mg/L). Phosphate materials were used as an oxalic limestone drain to evaluate the increase in the pH of the AMD and metal removal by sorption and precipitation mechanisms. The results showed that all phosphatic lithologies were efficient in the passive treatment of AMD. The pH rapidly increased from 3.08 to 8.47 during water-rock interactions. The neutralization potential comparisons also showed that the phosphatic limestone wastes neutralized more acid than other lithologies. In addition, metals were efficiently removed (95.5% to 99.9%) by all materials. The results of batch sorption tests showed that the concentrations of metals in residual leachates did not exceed the Algerian criteria for industrial liquid effluents. Overall, these findings indicate that passive systems using phosphatic materials from the Djebel Onk mine can be effective for AMD treatment. The use of these mine wastes for passive treatment of AMD would allow the development of integrated management strategies for these residual materials in the context of sustainable development of phosphate mining.

© 2021 Elsevier B.V. All rights reserved.

* Corresponding author.

E-mail address: Carmen-Mihaela.Neculita@uqat.ca (C.M. Neculita).

1. Introduction

The mining industry is a promising economic sector in Algeria, where it is recognized as an important income generator via the exploitation of ores such as iron from Gara Djebilet, phosphate from Djebel Onk, gold from Amesmessa, and zinc from Chaabet El Hamra (Issaad et al., 2019). However, several mining liabilities continue to be inventoried on closed and abandoned mine sites, which are reported countrywide. In November 2016, the Algerian National Agency for Mining Activities (ANAM) announced a total number of 1830 mining sites located throughout the Algerian territory, including 38 abandoned mine sites and 556 mines in temporary shutdown. The exploitation of these deposits has generated significant quantities of mine waste (e.g., tailings, waste rocks) (FCE, 2016). The waste was stored in tailings ponds at the surface with minimal or no confinement, posing environmental concern due to the negative impacts on drainage water quality originating from the interaction of water with the solid wastes (Ouakibi et al., 2013; Mbuya et al., 2018). In the absence of long-term management strategies, the tailings and waste rocks from open pit and/or underground mines can be potential sources of acid mine drainage (AMD) (Morin and Hutt, 1997). The AMD is characterized by low pH and high concentrations of metals and sulfates (Nordstrom et al., 2015). The oxidation of sulfide minerals (e.g., pyrite, pyrrhotite) within solid mine wastes can occur under natural conditions, according to the succession of climatic seasons, and generate AMD when low concentrations of neutralizing minerals are present (Plante et al., 2021). During water-rock interactions, the mobility and leaching of metals and sulfates can be limited due to precipitation of secondary minerals (e.g., oxides, hydroxides, sulfates). However, changes in environmental conditions, such as pH-Eh, temperature, and climate change, can cause dissolution of these secondary minerals; consequently, metals and sulfates will be released again into the natural environment (Jouini et al., 2020, 2021).

When a sulfidic mine waste contains a large proportion of neutralizing minerals, the amount of these secondary minerals can become important as the pH remains circumneutral and metals such as iron undergo significant precipitation (Benzaazoua et al., 2001, 2004; Valente et al., 2012; Bouzahzah et al., 2015; Plante et al., 2021). As a result, the production of acidic effluent is very difficult to control, particularly at the sites where the sulfide oxidation process is already underway. To limit the detrimental impact of contaminants on the receiving environment, the contaminated water must be treated before being released.

Several approaches for AMD treatment have been developed, both active and passive, to neutralize the acidity and precipitate the metals (Johnson and Hallberg, 2005). In-situ alkaline amendments for mine tailings are also used with an aim of limiting AMD generation and prolonging the lifetime of AMD passive treatment systems (Rakotonimaro et al., 2017). Under acidic conditions, dissolution of these amendments increases alkalinity and limits contaminant mobility via precipitation of iron oxy-hydroxides, co-precipitation and adsorption, passivation of the sulfide surface, and a decrease in acidophilic bacterial activity under neutral conditions (Nordstrom and Southam, 1997; Elghali et al., 2019).

At the rehabilitation stage, mining companies have adopted the passive treatment approach because of the low cost of implementation, operation, and maintenance (Skousen et al., 2017; Neculita et al., 2021). Passive abiotic treatment designs include anoxic limestone drains, oxic limestone drains, open limestone trenches, and limestone ponds (Cravotta, 2005; Ouakibi et al., 2013; Skousen et al., 2017; Neculita et al., 2021), while biochemical treatment designs include engineered wetlands, biochemical reactors, and permeable reactive barriers (Johnson and Hallberg, 2005; Neculita et al., 2007; Valente et al., 2012; Alcolea et al., 2012; Rambabu et al., 2020; Neculita et al., 2021). In passive treatment designs, AMD effluents are circulated through the reactor filling materials (organics and neutralizing agents, such as carbonates, calcite, dolomite, and ash) (Johnson and Hallberg, 2005; Neculita et al., 2007). The interaction between the drainage water and

the substrate generates sufficient alkalinity to neutralize effluent acidity and increase the pH to remove metals by sorption and (co)-precipitation.

The immobilization of heavy metals using phosphate materials is an economical and environmentally friendly remediation process as previously reported (Cao et al., 2004; Huang et al., 2016; Palansooriya et al., 2020; Idrissi et al., 2021; Ettoumi et al., 2020, 2021). Phosphate treatment has been used to transform reactive metal fractions into more stable forms with limited mobility (Seshadri et al., 2017; Andrunik et al., 2020). Moreover, phosphate rock has the highest affinity for Pb, followed by Cu, and then Zn (Cao et al., 2004; Ren et al., 2018). The immobilization of metals by phosphate bearing minerals involves four mechanisms: 1) ion exchange, 2) surface complexation, 3) precipitation of new metal phosphates, and 4) substitution of Ca in phosphate rock by metals during recrystallization (Middelburg and Comans, 1991; Mignardi et al., 2012; Cao, 2018; Andrunik et al., 2020).

The feasibility of using alkaline phosphate waste from an open pit phosphate mine to control AMD generated by pyrrhotite tailings from the abandoned mine of Kettara (Morocco) was previously reported (Hakkou et al., 2009). The addition of 15 wt% of alkaline phosphate wastes to the coarse tailings produced leachates with significantly lower acidity. Additional testing confirmed the ability of phosphate waste rocks to prevent water infiltration and oxidation of Kettara mine waste (Ouakibi et al., 2014; Hakkou et al., 2016). To control AMD generation from the same abandoned Kettara mine site, phosphate wastes were also tested as a store-and release cover (SR; Knidiri et al., 2015). Moreover, the results of instrumented experimental cells confirmed that the phosphate limestone has the appropriate properties to become part of an efficient SR cover to limit rainfall percolation.

In this context, the present study goal is to evaluate the efficiency of AMD passive treatment using Algerian phosphatic materials in an oxic drain, using materials that have been thoroughly characterized before and after treatment. The originality of this research relative to previous studies on AMD treatment using oxic/anoxic drains relies on the type of the tested materials, i.e., phosphatic limestone waste, mainly composed of carbonate minerals (dolomite at 95.9 wt% and calcite at 0.2 wt%), raw low-grade phosphate ore and phosphate mine tailings (ground rock and process effluents generated in a mine processing plant) that are local, readily available at low cost and abundant for AMD treatment, in Algeria and elsewhere, wherever similar materials are encountered.

2. Materials and methods

2.1. Sidi-Kamber mine site

The abandoned Sidi-Kamber mine is located near the Mediterranean coast of Algeria, approximately 36 km west of Skikda city (Fig. 1). This mine site operates in the sub-watershed of Oued Es-Essouk (12.49 km²), which supplies the Guenitra water dam used for various human population purposes (Chaguer, 2013). The exploited ore deposit consisted of eight quartz veins, mainly hosted in gneiss and granulite geologic formations belonging to the metamorphic Precambrian Kabyl bedrock (Aubouin et al., 2018; Issaad et al., 2019). The mineralization included sulfides (pyrite, pyrrhotite, marcasite, sphalerite, and galena) and gangue minerals (magnetite, hematite, barite, and aluminosilicates) (Boufa, 1948; Issaad et al., 2019; Khelfaoui et al., 2020). Zinc and lead were the non-ferrous metallic commodities mined and processed at the Sidi-Kamber mine until 1976. Then, the site was converted into an open-pit barite mine until closure in 1984 (Boukhalfa and Chaguer, 2012; Boutaleb et al., 2017).

The abandoned Sidi-Kamber mine represents an important source of contamination of both surface water and groundwater by AMD (Boukhalfa, 2007; Boukhalfa and Chaguer, 2012; Issaad et al., 2019; Khelfaoui et al., 2020). In addition, the cessation of mine water pumping in 1984 has caused flooding of the mine. As a result, secondary minerals produced from the oxidation of sulfide minerals dissolved over the

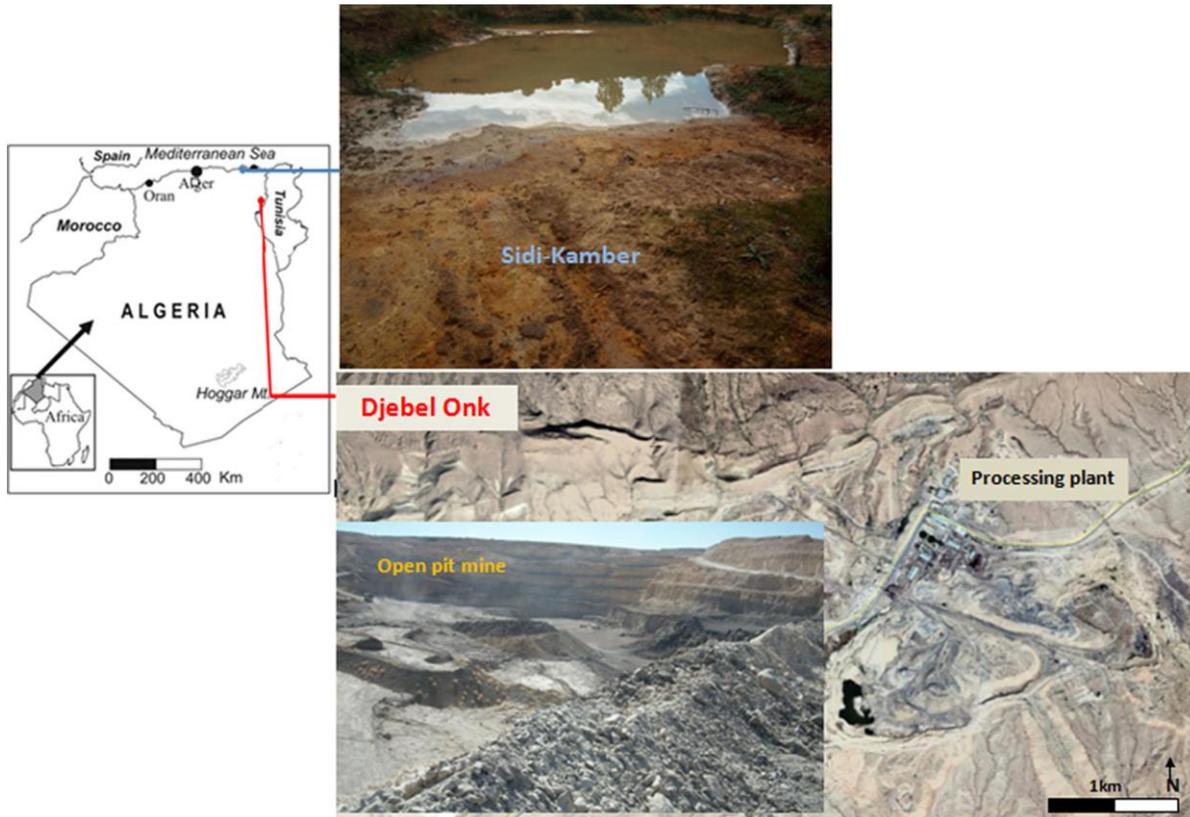


Fig. 1. Geographical location and photos of the Djebel Onk and Sidi-Kamber mine sites.

course of several climatic seasons are causing many deleterious effects in the surrounding environments.

2.2. Deposit geology

The phosphate deposits are concentrated in the Djebel Onk mining district situated in the northeastern part of Algeria (Tebessa department). This district includes several deposits: Kef Es-Sennoun, Djemi Djema, Djebel Onk North, Oued Betita, and Bled El Hadba. The Djebel Onk massif is an asymmetrical anticline, dipping 10° to 15° towards the south. Elevations are approximately 810 m to the northeast and 710 m in the southwest (Bezzi et al., 2012). The Djebel Onk region features numerous faults (Kassatkine et al., 1980). The lithologies of the Djebel Onk region are composed of a succession of approximately 500 m thick sedimentary layers that were deposited during the Upper Cretaceous (Maestrichtian) to Middle Eocene (Lutetian) (Kechiched et al., 2018, 2020). The Thanetian phosphate layer reaches a thickness of up to 35 m and is divided into 3 sub-layers (Ould Hamou, 1990; Kechiched et al., 2018). The average P_2O_5 range from 25% to 27.9%, the MgO is approximately 3% (Bezzi et al., 2012), and the CaO is between 45.2% and 49.5%. The phosphate series have a grade ranging from 53.8% and 65.4% Bone Phosphate Lime (BPL) (Lassis et al., 2015).

2.3. Sampling and sample preparation

Three types of materials (lithologies) from the Djebel Onk phosphate deposit were sampled: raw low-grade phosphate ore (RLGP), phosphatic limestone wastes (PLW), and phosphate mine tailings (PMT) (Fig. 2). The selection of these materials was based on their Ca-carbonate content. The samples were dried at $60^{\circ}C$ for 24 h, crushed, homogenized, sieved, and stored in plastic bags before testing. Representative samples were ground and characterized.

2.4. Physical, chemical, and mineralogical analysis

2.4.1. Analytical methods for solid sample characterization

The physical, mineralogical and chemical analyses allow to assess the neutralization capacity and the sorption capacity of the phosphate materials (PLW, RLGP, PMT). Since neutralization and sorption capacities are surface dependent, the grain size is a crucial parameter. The PLW and RLGP materials with a top size of 25 mm were firstly sieved at 16 mm and the coarse fraction was crushed using a 2 mm gyratory crusher. For the PMT material, the particle grain size fraction was under $350\mu m$. For all experiments the same PSD was used for each material. The obtained samples were pulverized and sieved using a series of sieves. A laser analyser (Malvern Mastersizer S, accuracy better than 1%) was used to determine the grain size distribution of the particles smaller than $80\mu m$.

An ELTRA CS-2000 Carbon/Sulfur (C/S) induction furnace (up to 100% CS determination) was used to determine the total carbon (CT) and total sulfur (ST) contents of all studied materials. CT and ST values were used to determine the neutralization potential (NP). The acid potential (AP) of the samples were estimated to be zero. The net neutralization potential ($NNP = NP - AP$) was used to decide whether the materials were acid-generating. The whole rock analysis of the studied samples was determined using X-ray fluorescence. This analysis was performed using a Niton XL3t 900SHE spectrometer. Metal content was determined by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES Perkin Elmer OPTIMA 3100 RL; relative precision of 5%) after a total acidic digestion (Br_2 , HCl, HF and HNO_3). The mineralogical composition of the phosphatic materials was determined using a Bruker AXS Advance D8 diffractometer (detection limit 1% w/w), equipped with a Cu anticathode (2θ from 5° to 70° and 0.02° of step size). The Eva and TOPAS software programs were used for the identification and quantification of mineral phases. The proportion of minerals was estimated by the Rietveld method (relative precision of 0.5%).

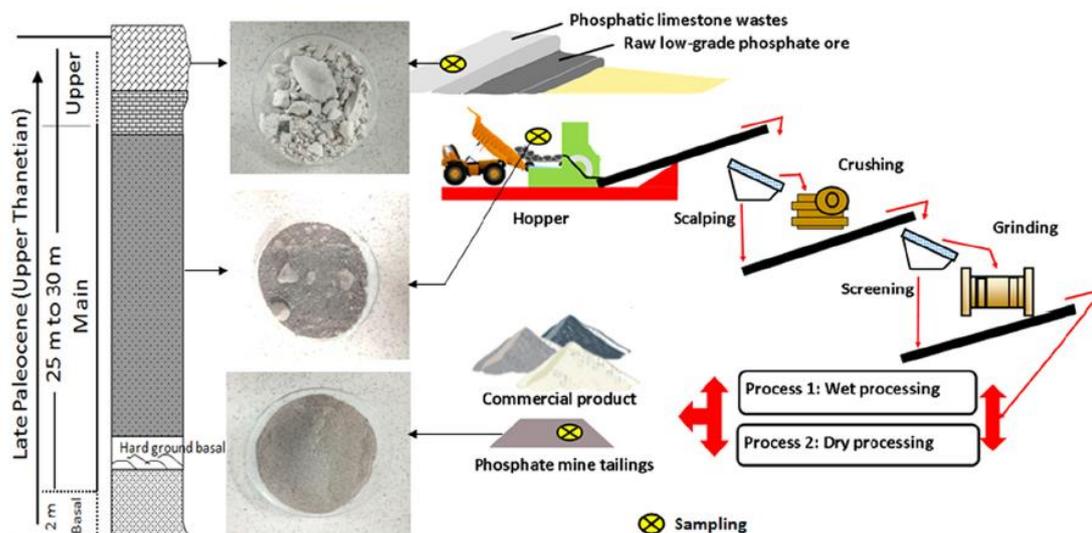


Fig. 2. Sampling strategy applied for the study.

2.4.2. Cation exchange capacity and coefficient of permeability measurements

The cation exchange capacity (CEC) provides an indication of metals removed through the ion exchange process, and it depends on the amounts of clay minerals and organic matter (Chapman, 1965). The CEC allows the determination of the maximum concentration of cations that a material can adsorb per 100 g of dry matter (Eq. 1). The CEC was evaluated according to the method proposed by Pelloux et al. (1971). This method involves the saturation of all matrix exchange sites with sodium ions followed by desorption with an ammonium acetate solution. The sodium concentration was analysed using a Metrohm 881 IC Proions compact ion chromatograph.

The CEC was calculated based on the following equation:

$$CEC = \frac{a}{10} \times \frac{1}{23} \times \frac{100}{b} \text{ meq/100g of dry sample} \quad (1)$$

where a is the concentration of sodium (mg/L) and b is the mass of the dry residue (g).

2.4.3. Saturated hydraulic conductivity

The saturated hydraulic conductivity (k_{sat}) expresses the rate of water flow through a saturated porous medium. The technique used to measure k_{sat} was the constant head method, adapted from ASTM D2434–68 on a neutralizing material sample placed in a rigid wall permeameter.

The permeability coefficient can be calculated using Eq. (2):

$$k_{sat} = \frac{V \times L}{\Delta h \times A \times t} \quad (2)$$

where k_{sat} is the saturated hydraulic conductivity ($\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$), A is the surface of the sample (cm^2), V is water volume (cm^3), L is seepage path (cm), t is duration of water collection (s), and Δh is the difference of total heads.

2.5. Preparation of synthetic AMD

To simulate the real AMD produced at the abandoned Sidi-Kamber mine, synthetic AMD was prepared using distilled water and ACS grade reagents [$\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{AsHNa}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, and $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$] (Table 1).

A solution of 1 N HNO_3 was added to adjust the pH to 3. The salts used to prepare the AMD as well as their concentrations were selected based on previous studies (Ouakibi et al., 2013, 2014). The composition of the

synthetic AMD was selected to simulate the AMD observed at the Sidi-Kamber mine site, which is based on the results of leaching test CTEU-9 (CEAEQ, 2012) completed by Issaad et al. (2019). The results of CTEU-9 show that the Sidi-Kamber mine wastes are acid generating with the following concentrations: 45.9–70.6 mg/L Si, 65.9–516 mg/L Ca, 1.20–378 mg/L Al, 23.9–863 mg/L Fe, 134–1570 mg/L S, 2.31–121 mg/L Zn, and <0.5 mg/L Pb.

2.6. Batch tests

A total of 30 batch reactors were assembled. Each batch consisted of a 250 mL Erlenmeyer flask filled with synthetic AMD (100 mL) and phosphatic waste (80 g) (Fig. 3).

Synthetic AMD was the contact solution in the batch experiments. The sample size for oxidic batch tests is as following: RLGP <16 mm; PLW <16 mm; PMT <350 μm . The tests were carried out under defined conditions: liquid/solid ratio of 1.25, stirring velocity of around 200 rpm, and ionic strength of 0.01 M. These tests required a stirring system to maintain permanent contact between the solid material and the solution to be treated. The main purpose of these tests was to determine the neutralizing and retention capacities of the three phosphate-based materials. The tests were performed in an oxidic environment to simulate oxidic passive drains, which are more efficient for AMD treatment than anoxic passive drains (Cravotta, 2005; Genty et al., 2012; Ouakibi et al., 2013; Turingan et al., 2020). In addition to neutralization, the tests allowed the evaluation of the influence of contaminant retention kinetics during the neutralization processes of synthetic AMD, based on the well-known complexation capacity of phosphates (Ouakibi et al., 2014; Hakkou et al., 2016).

Table 1
Composition of synthetic AMD.

Component	Source	Concentration (mg/L)
Cd	$\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	2
Cr	$\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	1.5
Fe	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	600
Mg	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10
Mn	$\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	40
Pb	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	0.6
SO_4^{2-}	Na_2SO_4	3700
Zn	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	20
Cu	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	25
As	$\text{AsHNa}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	50

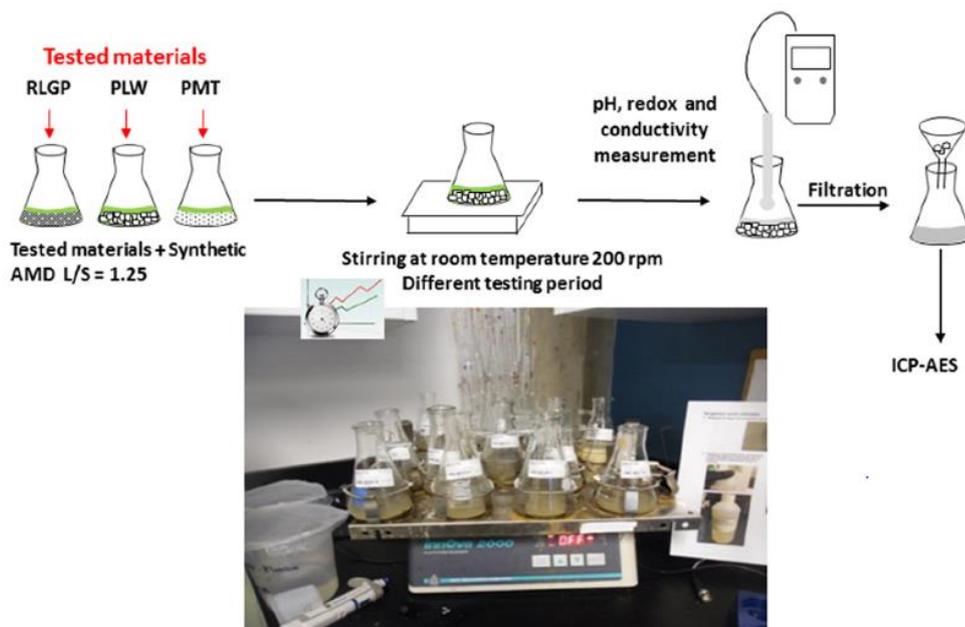


Fig. 3. Schematic presentation of the batch testing procedure.

2.7. Determination of parameters in contact solutions

The pH measurements were carried out using an Orion GD9156BNWP electrode from Thermo Scientific combined with a VWR SympHony SB90M5 multimeter (relative precision ± 0.01 pH), calibrated with buffer solutions of pH 4, 7, and 10. The redox potential (Eh) was determined using an Orbisint CPS12-OPA2GSA Pt/Ag/AgCl electrode (relative accuracy ± 0.2 mV), which was calibrated with a standard redox buffer solution of 220 mV. The obtained values were corrected to the standard hydrogen electrode (SHE; 200 mV). The electrical conductivity (EC) measurements were performed using a portable Oakton Acorn CON 6 (relative accuracy ± 0.001 mS/cm). For reliable results, the conductivity apparatus was calibrated with a standard buffer solution (1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$). Samples of leachate obtained at the end of the tests were being set aside and stabilized using acids (2% HNO_3) and then refrigerated until their ICP-AES analysis (i.e., pH, Eh, and EC measurements were conducted on un-acidified samples). The concentration of metals present in the leachates was analysed by ICP-AES (Perkin Elmer OPTIMA 3100 RL; relative precision of 5%).

2.8. Treatability test procedure

Tests were conducted for 48 h, while measuring pH, Eh, CE, and metal concentrations (following the same protocol as previously explained) at a predefined interval as follows: 0 min, 5 min, 15 min, 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h, 24 h, 32 h, and 48 h. The residual solutions were filtered using a filtration pump and a $0.45 \mu\text{m}$ membrane, transferred to a flask to which 2% HNO_3 was then added, and stored at 4°C , then analysed by ICP-AES to determine the following metal concentrations: Pb, Zn, Cd, Fe, As, Mn, Mg, and Cu (Fig. 4).

The efficiency of metal removal using phosphates was calculated based on Eq. (3):

$$E(\%) = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100 \quad (3)$$

where E is the efficiency of metal removal, and C_i and C_f are initial and final metal concentrations, respectively.

3. Results and discussion

3.1. Physical, chemical, and mineralogical characterization

The grain size distribution curve of the studied materials displayed a uniformity coefficient ($C_u = D_{60}/D_{10}$) greater than 2, while the curvature coefficient ($C_c = D_{30}^2 / (D_{60} * D_{10})$) varied from 1.43 to 9.53. The phosphatic limestone wastes were coarse, while the raw low-grade phosphates were fine. The D_{80} were $151 \mu\text{m}$ and 7.35 mm , for the phosphate mine tailings and the phosphatic waste rocks, respectively (Fig. 4). The waste rocks exhibited a wide range of particle sizes and a poorly graded material (Musy and Soutter, 1991).

The permeability coefficient (K), measured for the phosphatic limestone wastes, was around $1.21 \cdot 10^{-1} \text{ cm/s}$, which suggests that the material had a very high permeability. The high value of k_{sat} should therefore promote the free circulation of the AMD to be treated. The permeability of the treatment drain will influence the efficiency of the

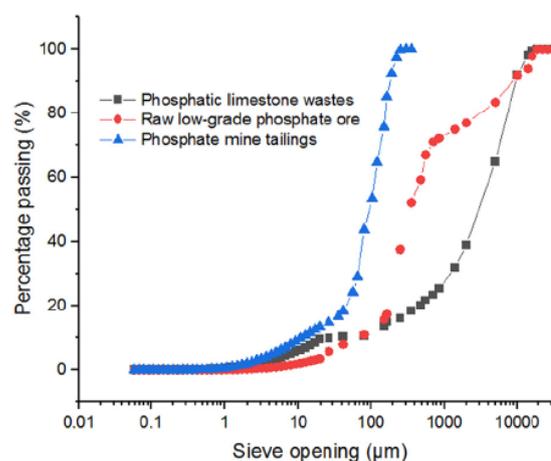


Fig. 4. Grain size distribution of the materials used in the study.

system; it must be permeable enough to provide adequate flux and avoid clogging, while simultaneously maintaining the required residence time for effective treatment.

The chemical and mineralogical compositions of the studied samples are presented in Table 2. The phosphatic limestone wastes were mainly composed of carbonate minerals (dolomite at 95.9 wt% and calcite at 0.2 wt%), some quartz (2.5 wt%), and ilmenite (1.4 wt%), whereas the minerals present in the raw low-grade phosphates included dolomite (55.7 wt%), calcite (18.5 wt%), and fluorapatite (25.8 wt%). The raw phosphate and tailings had similar mineralogical compositions. These waste materials were composed of 59.2 wt% dolomite, 20.5 wt% calcite, and 19.8 wt% fluorapatite; kaolinite was also present in these wastes but in a low proportion (0.5 wt%).

This finding shows that the studied samples were sufficiently rich in the carbonates that contribute to the neutralization of acidic and contaminated mining effluents. In terms of chemical composition, the calcium and magnesium contents were high in the phosphatic limestone wastes (32.5% CaO and 2.2% MgO) compared to the other samples due to the high dolomite content. The raw low-grade phosphates ore (RLGP) and phosphatic mine tailings (PMT) showed high levels of CaO (45.2%), P₂O₅ (28.8%), and SiO₂ (4.0%). For all samples, Fe showed values ranging from approximately 0.1% to 0.3%.

Other chemical elements such as Co (7–72 ppm), Zn (89–228 ppm), Ba (61–1481 ppm), Pb (46–112 ppm), and Cd (<5 ppm) were present at relatively low concentrations. These chemical results reflect the mineralogical compositions of the studied samples.

The net neutralization potential for all samples was determined from the total carbon and total sulfur values measured by the induction furnace (Miller et al., 1991). The results (Table 2) show that the phosphatic limestone wastes had a high neutralizing potential (NP = 1000 kg CaCO₃/t) compared to other samples (raw low-grade phosphates NP = 270.39 kg CaCO₃/t; phosphate mine tailings NP = 304.94 kg CaCO₃/t). The acid generating potential capacity for the

limestone wastes showed low (AP = 2.93 kg CaCO₃/t). In contrast, the other two samples showed similar AP values to each other (around 35 kg CaCO₃/t). Unlike raw phosphates, the neutralizing capacity of the phosphate tailings was high due to the presence of a significant proportion of carbonates. As a result, the Net Neutralization Potential (NNP = NP-AP > 20 kg CaCO₃/t) indicated that all samples could ensure a long-term neutralization potential for mining acidic effluents ascribed to the presence of large amounts of neutralizing minerals.

The CEC results of the studied materials varied between 9 meq/100 g and 27.9 meq/100 g, with a maximum CEC for the phosphate mine tailing and a minimum for the phosphatic limestone wastes. These results were consistent with the mineralogical composition determined by XRD, which showed the presence of 0.48% of kaolinite in the tailings. Previous research showed that as the percentage of clay increases the CEC increases significantly (Awad et al., 2019). These phyllosilicates have a high CEC due to their crystal-chemistry (layers), which is advantageous for efficient fixation of metals, thus providing better passive treatment.

The presence of kaolinite in tailings provided from the concentrator plants is typical of the sedimentary rocks constituting the raw phosphates. In fact, clays were commonly encountered in other P sedimentary rocks, such as palygorskite observed in Moroccan phosphates (Loutou et al., 2019; Moukannaa et al., 2020). Clay materials usually exhibit a high cation exchange capacity and can effectively retain positively charged ions (Edahbi et al., 2018).

3.2. Oxidic batch tests

The quality of the leachate from the batch tests carried out with different materials is presented in Fig. 5. pH is an important parameter governing sorption processes; it affects the adsorbent surface charge as well as the degree of ionization of metal ions in solution (Iakovleva et al., 2015). After 5 min of agitation in oxic conditions, the pH increased

Table 2
Characteristics of materials used in batch tests.

Parameters	Symbol	Unit	Sample1 PLW	Sample 2 RLGP	Sample 3 PMT
Physical characteristics	D ₁₀	µm	36.50	75.63	10.38
	D ₃₀	µm	1209.32	226.64	66.87
	D ₅₀	µm	2955.25	336.94	98.35
	D ₆₀	µm	4202.88	473.71	113.54
	D ₈₀	µm	7357.19	3091.47	151.14
	Cu = D ₆₀ /D ₁₀	-	115.15	6.26	10.38
	Cc = D ₃₀ ² /(D ₆₀ *D ₁₀)	-	9.53	1.43	3.60
	Permeability (K _{sat})	cm/s	1.21 10 ⁻¹	-	-
Chemical characteristics	CEC	(meq/100 g)	9	25.85	27.9
	Mg	mg/L	13,500	4854	7220
	Al	mg/L	1173	3919	4250
	Si	mg/L	10,400	20,300	19,000
	P	mg/L	4946	108,000	126,300
	S	mg/L	2037	15,400	16,600
	C	mg/L	119,900	32,300	36,400
	K	mg/L	2451	1271	1270
	Ca	mg/L	232,600	313,500	323,400
	Mn	mg/L	48	191	149
	Fe	mg/L	1279	2939	2106
	Co	mg/L	07	39	72
	Zn	mg/L	89	228	141
	Ba	mg/L	61	1481	232
	Pb	mg/L	46	112	-
	Cd	mg/L	-	<5	-
	Mineral composition by XRD	Dolomite	%	95.96	55.69
Calcite		%	0.22	18.48	20.52
Quartz		%	2.45	-	-
Fluorapatite		%	-	25.83	19.76
Ilmenite		%	1.37	-	-
Kaolinite		%	-	-	0.48
NP, AP	NP	kg CaCO ₃ /t	1005	270	305
	AP	kg CaCO ₃ /t	2.9	35.7	33.9
	NNP = NP-AP	(kg CaCO ₃ /t)	998	235	271

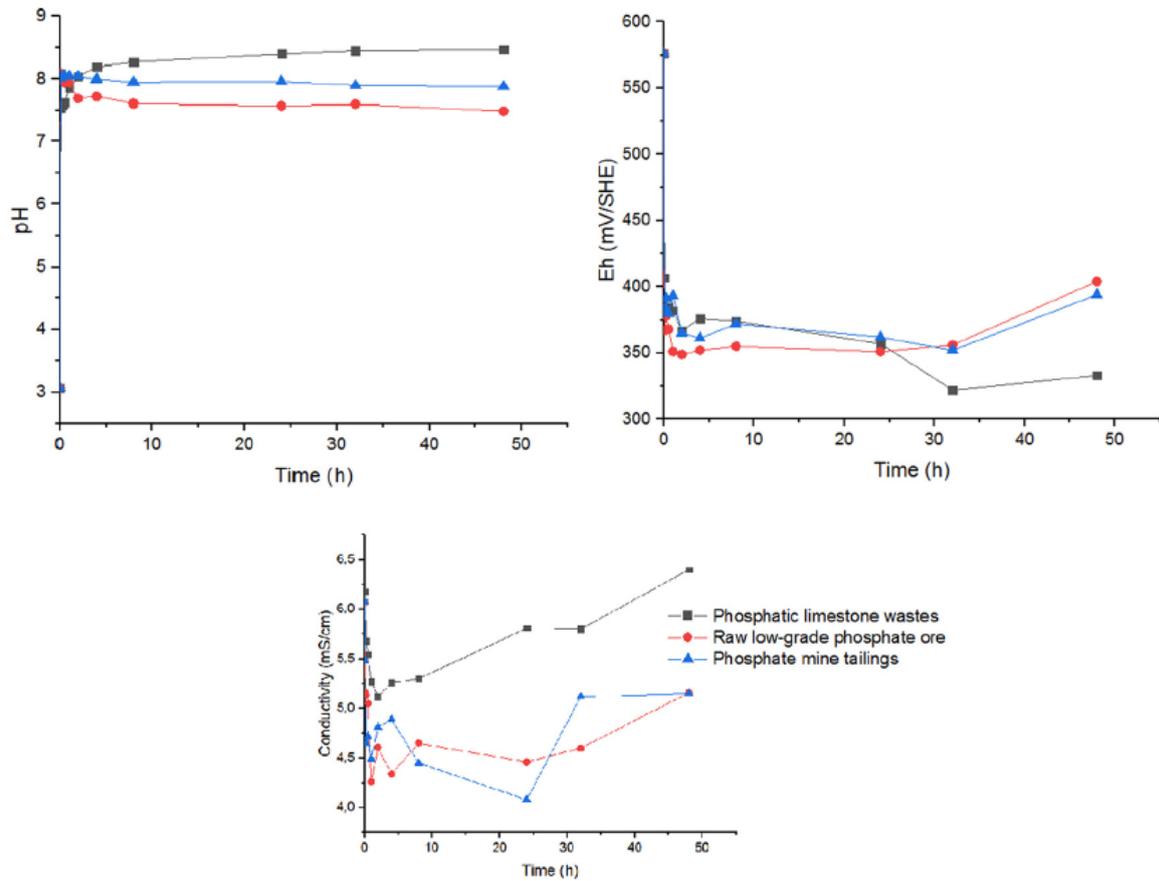
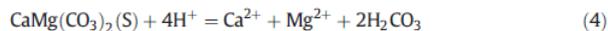


Fig. 5. Evolution of EC, pH, and Eh within the solution of the batch tests.

rapidly from 3.1 to 7.5 for the PLW sample, from 3.1 to 8.1 for the RLGP, and from 3.1 to 8.0 for the PMT. This increase in pH was mainly a result of the reactivity of calcite and dolomite occurring within the tested materials. The dissolution of carbonates releases alkalis and metal cations such as Ca, Mg, Fe, and Mn. These cations participate in the formation of secondary minerals such as oxy-hydroxides, which can be redissolved when the pH becomes more acidic.

Interaction of AMD with dolomite and calcite results in their dissolution and leads to alkaline conditions according to the following reactions (Eq. 4 to Eq. 8) (Cravotta, 2005):



At the same time (i.e., over the same 5 min sampling period as for pH), the Eh of the solution decreased from 576 mV to 407 mV in PLW as compared to RLGP (367 mV) and PMT (383 mV). The conductivity changed slightly for all materials (6.08 mS/cm to 6.18 mS/cm for PLW,

6.08 mS/cm to 5.16 mS/cm for RLGP, and 6.08 mS/cm to 5.48 mS/cm for PMT). The first 5 min of the batch tests correspond to precipitation, co-precipitation of ions (oxides, hydroxides, hydroxyl-sulfates), and/or the intrinsic sorption processes of the elements by the studied materials (Ouakibi et al., 2014; Morse and Arvidson, 2002). For example, according to the Eh-pH diagram of the mineral iron species (Stumm and

Morgan, 1996), Fe^{3+} co-precipitates as oxy-hydroxides as the pH of the acidic solution increases.

After about 15 min, the neutralization potential of the material tested began to differ. The pH of the batch containing PLW stabilized and slowly reached a maximum of 8.5 at the end of the test. Between 15 min and 48 h of treatment, the pH of the RLGP and the PMT batches showed similar results. The pH of both samples decreased slightly to 7.5 and 7.9 for RLGP and PMT, respectively. In fact, the precipitation of iron hydroxides and the hydrolysis of metal ions are the most likely causes of this pH drop.

The redox potential of the tested materials decreased over the first 32 h, as an indication of fast reactivity, which correlates with acid neutralization and pH increase, from 407 mV to 322 mV for PLW, from 367 mV to 356 mV for RLGP, and from 383 mV to 352 mV for PMT. During the following 16 h, Eh increased slightly, reaching 333 mV, 404 mV, and 394 mV for PLW, RLGP, and PMT, respectively. The EC also decreased due to contact with the phosphate materials. After a few hours, the EC in all batch showed only slight variations (5.12 mS/cm for PLW, 4.34 mS/cm for RLGP, and 4.08 mS/cm for PMT). In contrast, at the end of the treatment the EC increased in all batches to a mean of 5.78 mS/cm.

These results show that the use of alkaline phosphate materials from the open pit mine of Djebel Onk is more appropriate for the neutralization of AMD ($7 < \text{pH} < 8.5$) with an optimal residence time (constant pH) of about 8 h. They also show the higher neutralizing potential of phosphatic limestone wastes compared to raw

low-grade phosphates and phosphatic mine tailings. Similar findings were previously reported (Ouakibi et al., 2013) for the neutralization of synthetic acid effluents using alkaline samples (maximum pH of 6.5).

The evolution of metal concentrations in solution during the oxic AMD neutralization batch tests using the phosphate materials and

synthetic AMD is shown in Fig. 6. Results indicate that Fe, Cu, Cd, Mn, Pb, Zn, and As were completely removed from the solution after only 5 min. After 2 h of treatment, Fe concentrations decreased from the input value of 600 mg/L to 0.023 mg/L for PLW, 0.039 mg/L for RLGP, and 0.028 mg/L for PMT. At the end of the tests, the measured Fe concentrations were between 0.024 and 0.029 mg/L in all batches. Concentrations of Cu, Cd, and Pb showed a similar trend, with a decrease only within the first 5 min (0.003 mg/L Cd, 0.001 mg/L Cu, and 0.02 mg/L Pb). The Mn concentrations decreased after 8 h and then remained stable (0.580 mg/L for RLGP and 0.349 mg/L for PMT), except for the phosphatic limestone wastes where Mn concentrations dropped to 0.012 mg/L after 48 h. The Zn removal was higher in PLW (0.122 mg/L) compared to the other treatment materials (0.305 mg/L for RLGP and 0.270 mg/L for PMT). These batch tests results demonstrate that metal concentrations (Fe, Cu, Cd, Pb, Mn, and Zn) decreased to low levels and remained below the Algerian environmental standards: 1.5 mg/L for Cu, 5 mg/L for Fe, 3 mg/L for Zn, and 0.2 mg/L for Pb and Cd (Executive Decree No. 06-141).

For all materials, As concentrations were approximately 0.07 mg/L after 5 min and increased to 0.10 mg/L after 4 h of treatment. After 32 h, As concentrations (0.63 mg/L) exceeded the Algerian criteria, notably for phosphate limestone wastes. Previously, it was reported that pH is an important parameter in the sorption of As; pH conditions that are too alkaline do not promote As retention on carbonates, oxides, and hydroxides. Some studies reported satisfactory As removal at pH below 7.5 (AFSSA, 2004; Blard, 2005).

3.3. Efficiency of OA-PD (oxic alkaline phosphate drain)

The treatment of AMD using raw phosphates and phosphate mine tailings could be an attractive environmental option for metals removal for safe disposal of treated streams. The removal of metals using an oxic alkaline drain is shown in Fig. 7.

For the PLW, metal removal after 5 min was 86.4% and 97.2% for Mn and Zn, respectively. Iron, Cu, and Cd were almost completely removed (>99%) from the AMD after the first 5 min of treatment. Their removal increased over time to reach 99.9% by the end of the experiment. In the case of Pb, the removal was about 96.3%. The concentration of the heavy metals at the end of treatment with PLW was 24 to 500 times less than the Algerian environmental criteria. Removal of these metals attained satisfactory levels (less than 1 mg/L in all solutions) after only 15 min of contact between the AMD and the phosphate materials. Mn removal within RLGP was about 95.1% whereas the PMT had mean rate of 97.2%.

As mentioned earlier, sorption and precipitation are the most likely mechanisms controlling the removal of metals (Miller et al., 2011, 2013). After dissolution of the alkaline phosphate materials, different minerals can precipitate, which could affect the long-term efficiency of the drain; adequate design and eventual renewing should be considered before the field implementation of such a solution (Rakotonimaro et al., 2016, 2018; Genty et al., 2018, 2020). Research and applications proved that the coating by Fe–Mn precipitates of P-based materials could be avoided or delayed when the oxic drains are constructed in areas with steep slopes (optimal slopes > 20%) into which AMD flows or by extending the channel length/residence time (Ziemkiewicz et al., 1997,

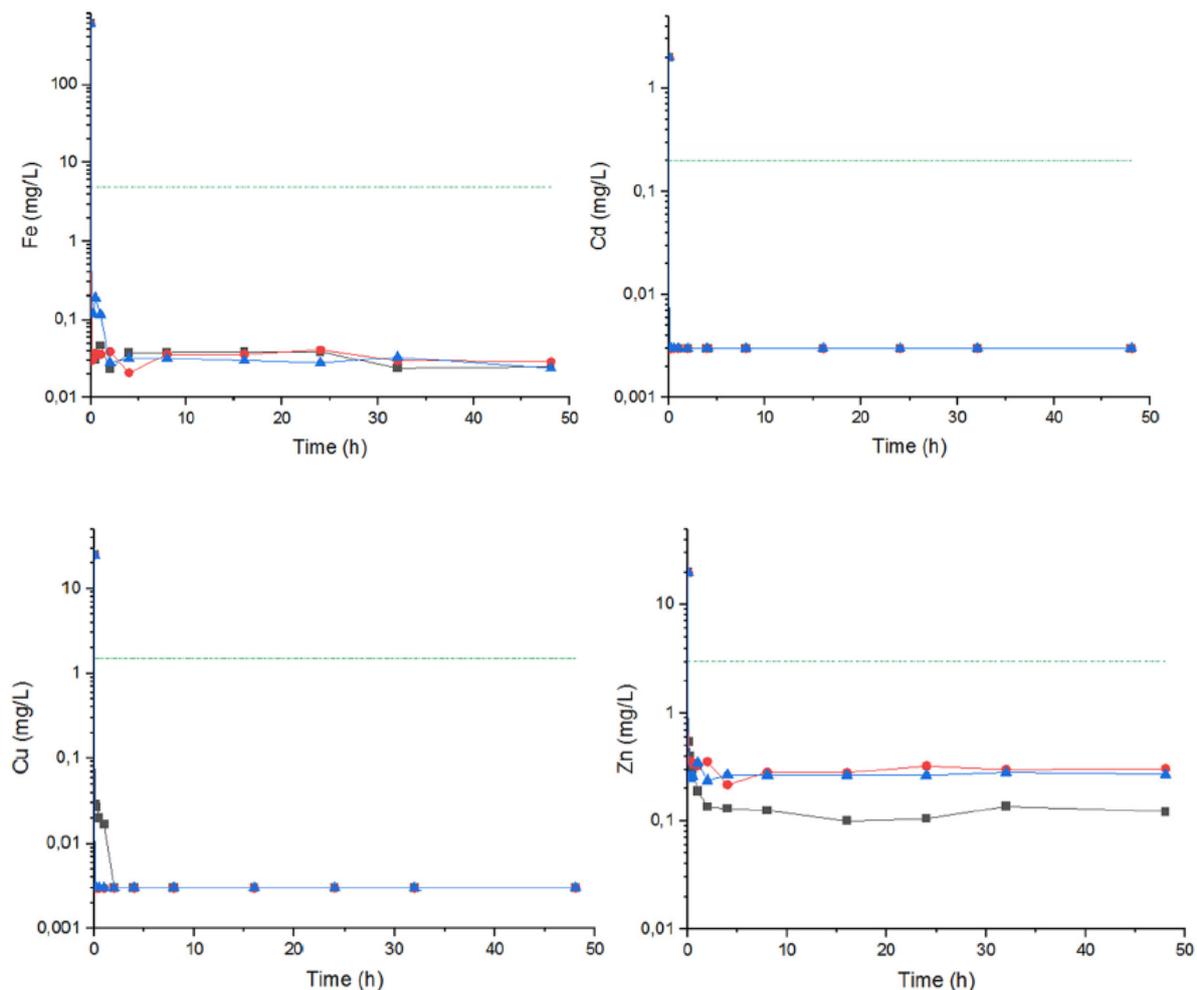


Fig. 6. Water quality evolution during batch oxic treatment.

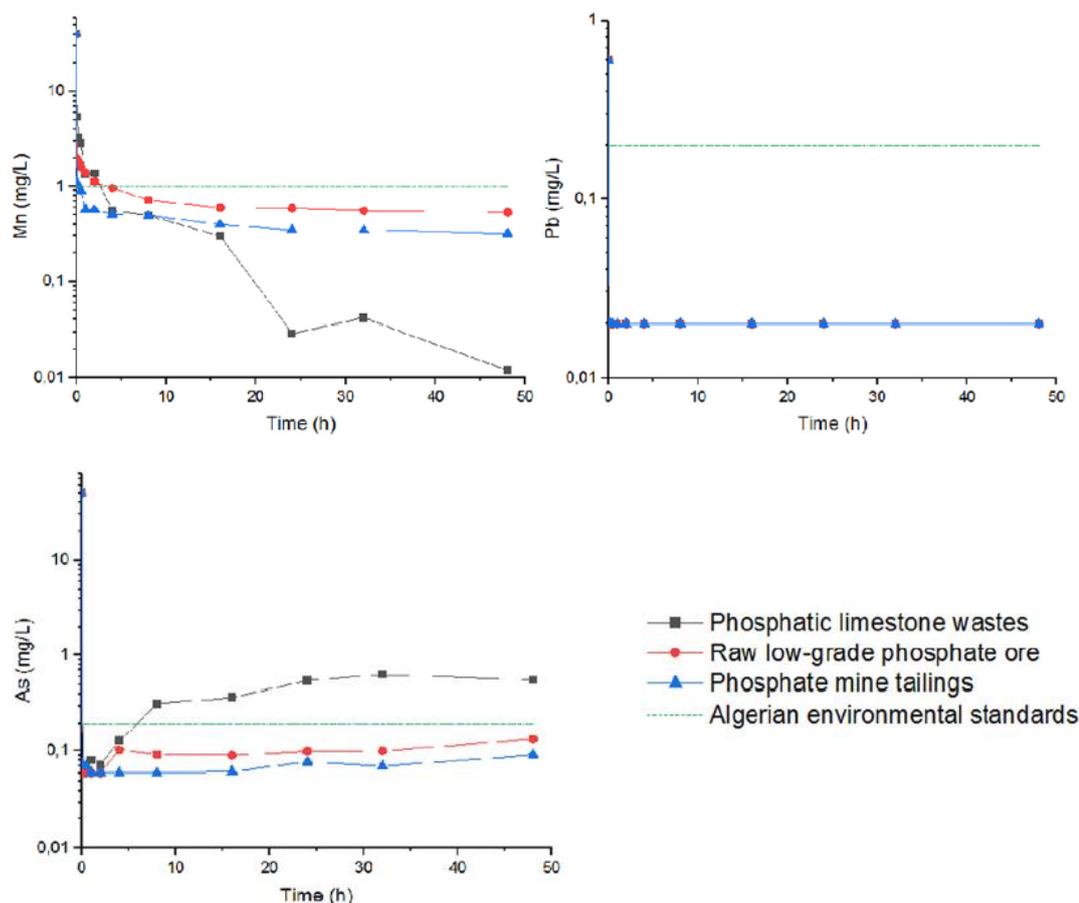


Fig. 6 (continued).

2003; Genty et al., 2012; Skousen et al., 2017). The removal mechanism of Fe is through precipitation in the form of oxy-hydroxides such as $\text{Fe}_3(\text{OH})_8$, FeOOH , $(\text{H}_3\text{O})\text{Fe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$, oxides such as Fe_2O_3 and Fe_3O_4 , and carbonates such as FeCO_3 when the bicarbonate produced by calcite dissolution reacts with Fe^{+2} . Furthermore, the successful removal of Fe is probably due to the mechanisms of sorption and co-precipitation, which can also occur (Edahbi et al., 2017, 2018). In the first few minutes of testing, Mn was the most mobile element in comparison to other metal ions. This result can be explained using the pH-Eh diagram of Mn, calculated using data from Geochemist's Workbench. For Mn to precipitate as oxy-hydroxides /carbonates, whole Fe must be insoluble and the pH close to neutral or higher (Neculita and Rosa, 2019).

Removal of dissolved Cu, Cd, Pb, and Zn can be attributed to the sorption capacity of the alkaline phosphate material (PLW, RLGP, and PMT) as well as the strong complexation with phosphate (Evangelou, 1995; Fytas and Evangelou, 1998; Harris and Lottermoser, 2006; Hakkou et al., 2009, 2016). The adsorption of these metals on the mineral phases is related to exchange processes, surface complexation, or precipitation, and it mainly depends on metal concentrations (Fytas and Evangelou, 1998; Basta and McGowen, 2004; Seshadri et al., 2017). Other studies found that at almost neutral pH metal removal could occur by adsorption and co-precipitation on the surface of newly precipitated Fe (Romero et al., 2011).

Several studies have shown that phosphates react with many heavy metals/metalloids to form secondary phosphate precipitates with extremely low solubility. Phosphates are also efficient buffers for neutralizing

acidity (via PO_4^{3-} and OH), and precipitating metals (Evangelou, 1995; Ghirisan et al., 2007; Dybowska et al., 2009; Hakkou et al., 2009, 2016). During the first 2 h of treatment, almost complete As removal was observed (99.5%). Despite the high pH, As removal might have taken place due to the supersaturation of the solution. The results obtained during the batch tests allow us to conclude that all three phosphate materials can be used as neutralizing materials for AMD. However, the use of phosphatic limestone wastes and phosphate mine tailings may be preferred for the following reasons: 1) the cost of these two materials is much lower than that of raw phosphate; 2) the reduction of stripping and treatment residues at the Djebel Onk phosphate mine, a significant contribution in terms of footprint; 3) metals are completely removed using these two materials.

4. Conclusion

Materials from the Djebel Onk phosphate mine, Algeria, were characterized (physically, chemically, and mineralogically) and evaluated as neutralizers for synthetic AMD in batch tests. The results show that all materials were effective for increasing the pH and alkalinity, and for removal of metals and, partially, sulfate. Metal removal mechanisms included sorption, precipitation, and co-precipitation. Among the materials tested, phosphatic limestone wastes and phosphate mine tailings were shown to be preferable because of their higher neutralization potential, superior metal removal efficiency (over 99% for Fe, Cu, and Cd), and lower cost relative to raw phosphate. The laboratory-scale tests will

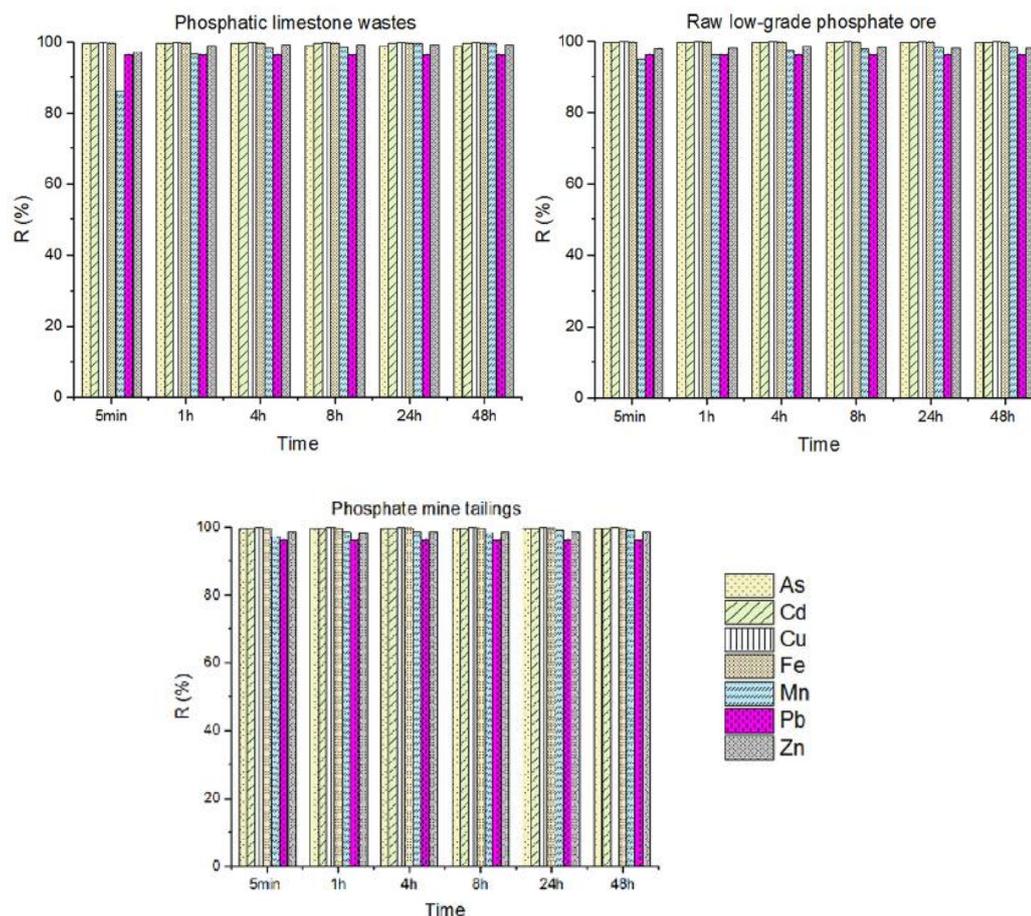


Fig. 7. Metal removal (%) from the initial AMD solution.

be upscaled on the Sidi-Kamber mine site for the AMD treatment originating from uncontrolled mining.

CRediT authorship contribution statement

Amira Merchichi: Conceptualization, Methodology, Validation, Formal analysis, Investigation, Writing – Original draft preparation, Editing. **Malek Ould Hamou:** Conceptualization, Methodology, Validation, Formal analysis, Investigation, Writing – Reviewing and Editing, Supervision. **Mohamed Edahbi:** Conceptualization, Methodology, Validation, Formal analysis, Investigation, Writing – Reviewing and Editing. **Ema Bobocioiu:** Conceptualization, Methodology, Validation, Formal analysis, Investigation, Writing – Reviewing and Editing, Supervision. **Carmen M. Neculita:** Writing – Reviewing and Editing. **Mostafa Benzaazoua:** Methodology, Formal analysis, Validation, Writing – Reviewing and Editing, Supervision, Funding acquisition.

Declaration of competing interest

All authors state that there is no financial/personal interest or belief that could affect their objectivity toward the accurate presentation and proper interpretation of the results of this research study.

Acknowledgments

This study was funded by several sources: the NSERC via Prof. Benzaazoua Discovery Grant, for technical support and analyses; the Phosphate Mining Company of Djebel Onk and CERAD, SOMIPHOS Research Centre represented by Mr. ATAMNIA Mokhtar, for providing

the samples used in this project; the National Polytechnic School of Algiers for all efforts for the completion of this doctorate project. The authors warmly thank the staff of UQAT, particularly the URSTM (Research and Service Unit in Mineral Technology) laboratories where the experiments in the project have been conducted.

References

- AFSSA, 2004. Evaluation des risques sanitaires liés aux situations de dépassement des limites et références de qualité des eaux destinées à la consommation humaine. Paris 96 p.
- Alcolea, A., Vázquez, M., Caparrós, A., Ibarra, I., García, C., Linares, R., Rodríguez, R., 2012. Heavy metal removal of intermittent acid mine drainage with an open limestone channel. *Miner. Eng.* 26, 86–98.
- Andrunik, M., Wołowicz, M., Wojnarski, D., Zelek-Pogudz, S., Bajda, T., 2020. Transformation of pb, cd, and zn minerals using phosphates. *Minerals* 10, 342.
- Aubouin, J., Gausson, H., Harant, H., 2018. Méditerranéenne aire. *Encyclopædia Universalis*.
- Awad, A.M., Shaikh, S.M.R., Jalab, R., Gullied, M.H., Nasser, M.S., Benamor, A., Adham, S., 2019. Adsorption of organic pollutants by natural and modified clays: a comprehensive review. *Sep. Purif. Technol.* 228, 115719.
- Basta, N.T., McGowen, S.L., 2004. Evaluation of chemical immobilization treatments for reducing heavy metal transport in a smelter-contaminated soil. *Environ. Pollut.* 127, 73–82.
- Benzaazoua, M., Bussièrre, B., Dagenais, A.M., 2001. Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. *Tailings and Mine Waste '01*, Fort Collins, Colorado, USA, pp. 263–272.
- Benzaazoua, M., Bussièrre, B., Dagenais, A.M., Archambault, M., 2004. Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the joutel tailings acid generation potential. *Environ. Geol.* 46, 1086–1101.
- Bezzi, N., Aifa, T., Hamoudi, S., Merabet, D., 2012. Trace elements of kef es sennoun natural phosphate (Djebel onk, Algeria) and how they affect the various mineralurgic modes of treatment. *Proc. Eng.* 42, 1915–1927.
- Blard, S., 2005. Les techniques de traitement des eaux chargées en arsenic, fluor et plomb. *ENGREF, Centre de Montpellier* 21p.
- Bolfa, J.A., 1948. Contribution à l'étude des gîtes métallifères de la Kabylie de Collo et de la région de Bône. Nancy University, France PhD Thesis.

- Boukhalifa, C., 2007. Heavy metals in the water and sediments of oued es-souk, Algeria, ariver receiving acid effluents from an abandoned mine. *Afr. J. Aquat. Sci.* 32, 245–249.
- Boukhalifa, C., Chaguer, M., 2012. Characterisation of sediments polluted by acid mine drainage in the northeast of Algeria. *Int. J. Sediment Res.* 27, 402–407.
- Boutaleb, A., Amraoui, S., Berdous, D., Alligui, F., Issaad, M., Mahfoud, Z., Chetouane, 2017. Etat des sols et des eaux contaminés par les éléments traces métalliques de deux mines abandonnées, cas des gisements à Pb-Zn de Boudoukha et Sidi Kamber (NE algérien). The 3rd Int. Symp. Miner. Ind. Environ., Annaba, Algeria.
- Bouzaahz, H., Benzaazoua, M., Plante, B., Bussièrre, B., 2015. A quantitative approach for the estimation of the "fizz rating" parameter in the acid-base accounting tests: a new adaptations of the sobek test. *J. Geochem. Explor.* 153, 53–65.
- Cao, X., 2018. Immobilization of heavy metals in contaminated soils amended by phosphate-, carbonate-, and silicate-based materials: from lab to field. In: Luo, Y., Tu, C. (Eds.), *Twenty Years of Research and Development on Soil Pollution and Remediation in China*. Springer, Singapore.
- Cao, X.D., Ma, L.Q., Rhue, D.R., Appel, C.S., 2004. Mechanisms of lead, copper, and zinc retention by phosphate rock. *Environ. Pollut.* 131 (3), 435–444.
- CEAEQ, 2012. Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100.
- Chaguer, 2013. Analyse et Spéciation des Métaux dans un Oued en zone minière. Cas de l'Oued Essouk. University Constantine I, Algeria 146p.
- Chapman, H.D., 1965. Cation-exchange capacity. In: Black, C.A., Evans, D.D., White, J.L., Ensminger, L.E., Clark, F.E. (Eds.), *Methods of Soil Analysis. Part 1. Agron. Monogr.* 9. ASA, Madison, WI, pp. 891–901.
- Cravotta, C.A., 2005. Size and performance of anoxic limestone drains to neutralize acid mine drainage. *J. Environ. Qual.* 32, 1277.
- Dybowska, A., Manning, D.A.C., Collins, M.J., Wess, T., Woodgate, S., Valsami-Jones, E., 2009. An evaluation of the reactivity of synthetic and natural apatites in the presence of aqueous metals. *Sci. Total Environ.* 407, 2953–2965.
- Edahbi, M., Benzaazoua, M., Plante, B., Doire, S., Kormos, L., 2017. Mineralogical characterization using QEMSCAN® and leaching potential study of REE within silicate ores: a case study of the Matamec project, Quebec, Canada. *J. Geochem. Explor.* 185, 64–73.
- Edahbi, M., Plante, B., Benzaazoua, M., Pelletier, M., 2018. Mobility of rare earth elements in mine drainage: influence of iron oxides, carbonates, and phosphates. *Chemosphere* 199, 647–654.
- Elghali, A., Benzaazoua, M., Bussièrre, B., Genty, T., 2019. In situ effectiveness of alkaline and cementitious amendments to stabilize oxidized acid-generating tailings. *Minerals* 9, 314.
- Ettoumi, M., Jouini, M., Neculita, C.M., Bouhleh, S., Coudert, L., Haouech, I., Benzaazoua, M., 2020. Characterization of phosphate sludge at GPC, Gafsa, Tunisia, and optimization of its dewatering. *J. Environ. Manag.* 254, 109801.
- Ettoumi, M., Jouini, M., Neculita, C.M., Bouhleh, S., Coudert, L., Taha, Y., Benzaazoua, M., 2021. Characterization of phosphate processing sludge from tunisian mining basin and its potential valorization in fired bricks making. *J. Clean. Prod.* 284, 124750.
- Evangelou, V.P., 1995. *Pyrite Oxidation and its Control*. CRC Press, Boca Raton, FL.
- Fytas, K., Evangelou, V.P., 1998. Phosphate coating on pyrite to prevent acid mine drainage. *Int. J. Surf. Min. Reclam. Environ.* 12, 101–104.
- Genty, T., Bussièrre, B., Potvin, R., Benzaazoua, M., Zagury, G.J., 2012. Dissolution of calcitic marble and dolomitic rock in high iron concentrated acid mine drainage: application to anoxic limestone drains. *Environ. Earth Sci.* 66, 2387–2401.
- Genty, T., Bussièrre, B., Benzaazoua, M., Neculita, C.M., Zagury, G.J., 2018. Changes in efficiency and hydraulic parameters during the passive treatment of ferriferous acid mine drainage in biochemical reactors. *Mine Water Environ.* 37, 686–695.
- Genty, T., Bussièrre, B., Benzaazoua, M., Neculita, C.M., Zagury, G.J., 2020. Treatment efficiency of iron-rich acid mine drainage in a tri-unit pilot system. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 27, 8418–8430.
- Ghirişan, A.L., Drăgan, S., Pop, A., Simihăian, M., Miclăuş, V., 2007. Heavy metal removal and neutralization of acid mine wastewater: kinetic study. *Can. J. Chem. Eng.* 85, 900–905.
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussièrre, B., 2009. Laboratory evaluation of the use of alkaline phosphate wastes for the control of acidic mine drainage. *Mine Water Environ.* 28, 206.
- Hakkou, R., Benzaazoua, M., Bussièrre, B., 2016. Valorization of phosphate waste rocks and sludge from the moroccan phosphate mines: challenges and perspectives. *Proc. Eng.* 138, 110–118.
- Harris, D.L., Lottermoser, B.G., 2006. Phosphate stabilization of polymineralic mine wastes. *Miner. Mag.* 70 (1), 1–13.
- Huang, G., Su, X., Rizwan, M.S., Zhu, Y., Hu, H., 2016. Chemical immobilization of pb, cu, and cd by phosphate materials and calcium carbonate in contaminated soils. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 23, 16845–16856.
- Idrissi, H., Taha, Y., Elghali, A., El Khessaimi, Y., Aboulayt, A., Amalik, J., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2021. Sustainable use of phosphate waste rocks: from characterization to potential applications. *Mater. Chem. Phys.* 260, 124119.
- Issaad, M., Boutaleb, A., Kolli, O., Edahbi, M., Benzaazoua, M., Hakkou, R., 2019. Environmental characterization of mine waste at the Pb-Zn sidi kamber abandoned mine (NE Algeria). *Rend. Fis. Acc. Lincei* 30, 427–441.
- Johnson, D.B., Hallberg, K.B., 2005. Acid mine drainage remediation options: a review. *Sci. Total Environ.* 338, 3–14.
- Jouini, M., Neculita, C.M., Genty, T., Benzaazoua, M., 2020. Environmental behavior of metal-rich residues from the passive treatment of acid mine drainage. *Sci. Total Environ.* 712, 136541.
- Jouini, M., Benzaazoua, M., Neculita, C.M., 2021. Stabilization/solidification of acid mine drainage treatment sludge. In: Wang, L., Tsang, C.W. (Eds.), *Low Carbon Stabilization and Solidification of Hazardous Wastes*. Elsevier, pp. 175–199.
- Kassatkine, Y., Yahyaoui, A., Chatilov, S., 1980. The works of prospecting and assessment on phosphate executed in 1976–1978 in the mining district of Djebel Onk. Société Nationale de Recherche et d'Exploration Minière, Report, Algeria 140p.
- Kechiched, R., Laouar, R., Bruguier, O., Salmi-Laouar, S., Kocsis, L., Bosch, D., Foufou, A., Ameur-Zaimeche, O., Larit, H., 2018. Glauconite-bearing sedimentary phosphorites from the Tébessa region (Eastern Algeria): evidence of REE enrichment and geochemical constraints on their origin. *J. Afr. Earth Sci.* 145, 190–200.
- Kechiched, R., Laouar, R., Bruguier, O., Kocsis, L., Salmi-Laouar, S., Bosch, D., Ameur-Zaimeche, O., Foufou, A., Larit, H., 2020. Comprehensive REE + Y and sensitive redox trace elements of algerian phosphorites (Tébessa, eastern Algeria): a geochemical study and depositional environments tracking. *J. Geochem. Explor.* 208, 106396.
- Khelfaoui, M., Medjram, M.S., Kabir, A., Zouied, D., Mehri, K., Chikha, O., AyadiTrabelsi, M., 2020. Chemical and mineralogical characterization of weathering products in mine wastes, soil, and sediment from the abandoned Pb/Zn mine in Skikda, Algeria. *Environ. Earth Sci.* 79, 293.
- Knidiri, J., Bussièrre, B., Hakkou, R., Benzaazoua, M., Parent, E., Maqsood, A., 2015. Design, Construction and Preliminary Results for an Inclined Store-and-Release Cover Experimental Cell Built on an Abandoned Mine Site in Morocco. ICARD, Santiago, Chile.
- Iakovleva, E., Mäkilä, E., Salonen, J., Sitarz, M., Wang, S., Sillanpää, M., 2015. Acid mine drainage (AMD) treatment: Neutralization and toxic elements removal with unmodified and modified limestone. *Ecol. Eng.* 81, 30–40.
- Lassis, M., Mizane, A., Dadda, N., Rehamnia, R., 2015. Dissolution of djebel onk phosphate ore using sulfuric acid. *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.* 4, 12–16.
- Loutou, M., Taha, Y., Benzaazoua, M., Daafi, Y., Hakkou, R., 2019. Valorization of clay by-product from moroccan phosphate mines for the production of fired bricks. *J. Clean. Prod.* 229, 69–179.
- Mbuya, B.I., Kawama, F.N., Nkulu, G.N., 2018. Caractérisation environnementale et valorisation par lixiviation des rejets de flottation. *Congo Sci.* 6.
- Middelburg, J.J., Comans, R.N.J., 1991. Sorption of cadmium on hydroxyapatite. *Chem. Geol.* 90, 45e53. *Chem. Geol.* 90 (1–2), 45–53.
- Mignardi, S., Corami, A., Ferrini, V., 2012. Evaluation of the effectiveness of phosphate treatment for the remediation of mine waste soils contaminated with Cd, Cu, Pb, and Zn. *Chemosphere* 86 (4), 354–360.
- Miller, A., Figueroa, L., Wildeman, T., 2011. Zinc and nickel removal in simulated limestone treatment of mining influenced water. *Appl. Geochem.* 26, 125–132.
- Miller, A., Wildeman, T., Figueroa, L., 2013. Zinc and nickel removal in limestone-based treatment of acid mine drainage: the relative role of adsorption and co-precipitation. *Appl. Geochem.* 37, 57–63.
- Miller, S.D., Jeffery, J.J., Wong, J.W.C., 1991. Use and misuse of the acid–base account for AMD prediction. *Proc. 2nd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage*, Montreal, Canada, pp. 489–506.
- Morin, K.A., Hutt, N.M., 1997. A comparison AMD prediction with historical records. In: McLean, R.W., Bell, L.C. (Eds.), *Proc. Acid Mine Drainage, 15–18 July, Darwin, Northern Territory, Australia*, Australian Centre for Mine site Rehabilitation Research, pp. 33–44 140p.
- Morse, J.W., Arvidson, R.S., 2002. Dissolution kinetics of major sedimentary carbonate minerals. *Earth Sci. Rev.* 58, 51–84.
- Moukannaa, S., Bagheri, A., Benzaazoua, M., Sanjayan, J.G., Pownceby, M.I., Hakkou, R., 2020. Elaboration of alkali activated materials using a non-calcined red clay from phosphate mines amended with fly ash or slag: a structural study. *Mater. Chem. Phys.* 256, 123678.
- Musy, A., Soutter, M., 1991. *Physique du sol*, Presses polytechniques et universitaires Romandes Edt. Lausanne.
- Neculita, C.M., Rosa, E., 2019. A review of the implications and challenges of manganese removal from mine drainage. *Chemosphere* 214, 491–510.
- Neculita, C.M., Zagury, G.J., Bussièrre, B., 2007. Passive treatment of AMD in bioreactors using sulphate-reducing bacteria. *J. Environ. Qual.* 36, 1–16.
- Neculita, C.M., Zagury, G.J., Bussièrre, B., 2021. Passive treatment of acid mine drainage at the reclamation stage. In: Bussièrre, B., Guittouy, M. (Eds.), *Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*. CRC Press, pp. 271–296.
- Nordstrom, D.K., Southam, G., 1997. Geomicrobiology of sulfide mineral oxidation. *Rev. Miner. Geochem.* 35, 361–390.
- Nordstrom, K., Blowes, D.W., Ptacek, C.J., 2015. Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: an update. *Appl. Geochem.* 57, 3–16.
- Ouakibi, O., Loqman, S., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2013. The potential use of phosphatic limestone wastes in the passive treatment of AMD: a laboratory study. *Mine Water Environ.* 32, 266–277.
- Ouakibi, O., Hakkou, R., Benzaazoua, M., 2014. Phosphate carbonated wastes used as drains for acidic mine drainage passive treatment. *Proc. Eng.* 83, 407–414.
- Ould Hamou, M., 1990. *Bénéficiaire de l'Algérien Phosphate Tailings by Electrostatic Methods*. University of Leeds, UK PhD Thesis.
- Palansooriya, K.N., Shaheen, S.M., Chen, S.S., Tsang, D.C.W., Hashimoto, Y., Hou, D., Bolan, N.S., Rinklebe, J., Ok, Y.S., 2020. Soil amendments for immobilization of potentially toxic elements in contaminated soils: a critical review. *Environ. Int.* 134, 105046.
- Pelloux, P., Dabin, B., Fillmann, G., Gomez, P., 1971. Méthodes de détermination des cations échangeables et de la capacité d'échange dans les sols. ORSTOM, Paris 117 p.
- Plante, B., Schudel, G., Benzaazoua, M., 2021. Generation of acid mine drainage. In: Bussièrre, B., Guittouy, M. (Eds.), *Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*. CRC Press, pp. 1–20.
- Rakotonimaro, T.V., Neculita, C.M., Bussièrre, B., Zagury, G.J., 2016. Effectiveness of various dispersed alkaline substrates for the pretreatment of ferriferous acid mine drainage. *Appl. Geochem.* 73, 13–23.
- Rakotonimaro, T.V., Neculita, C.M., Bussièrre, B., Benzaazoua, M., Zagury, G.J., 2017. Recovery and reuse of sludge from active and passive treatment of mine drainage-impacted waters: a review. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 24, 73–91.

- Rakotonimaro, T.V., Neculita, C.M., Bussi re, B., Genty, T., Zagury, G.J., 2018. Performance assessment of laboratory and field-scale multi-step passive treatment of iron-rich acid mine drainage for design improvement. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 25 (18), 17575–17589.
- Rambabu, K., Banat, F., Pham, Q.M., Ho, S.H., Ren, N.Q., Show, P.L., 2020. Biological remediation of acid mine drainage: review of past trends and current outlook. *Environ. Sci. Ecotechnol.* 2, 100024.
- Ren, J., Zhang, Z., Wang, M., Guo, G.L., Du, P., Li, F.S., 2018. Phosphate induced differences in stabilization efficiency for soils contaminated with lead, zinc, and cadmium. *Front. Environ. Sci. Eng.* 12, 9.
- Romero, F.M., Nunez, L., Gutierrez, M.E., Amienta, M.A., Ceniceroz, A.E., 2011. Evaluation of the potential of indigenous calcareous shale for neutralization and removal of arsenic and heavy metals from acid mine drainage in the Taxco Mining Area, Mexico. *Arch. Environ. Contam. Toxicol.* 60, 120–191.
- Seshadri, B., Bolan, N.S., Choppala, G., Kunhikrishnan, A., Sanderson, P., Wang, H., Currie, L.D., Tsang, D.C.W., Ok, Y.S., Kim, G., 2017. Potential value of phosphate compounds in enhancing immobilization and reducing bioavailability of mixed heavy metal contaminants in shooting range soil. *Chemosphere* 184, 197–206.
- Skousen, J., Zipper, C.E., Rose, A., Ziemkiewicz, P.F., Nairn, R., McDonald, L.M., Kleinmann, R.L., 2017. Review of passive systems for acid mine drainage treatment. *Mine Water Environ.* 36, 133–153.
- Stumm, W., Morgan, J.J., 1996. *Aquatic Chemistry, Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters*. 3rd ed. John Wiley & Sons Inc, New York, USA 1022p.
- Turingan, C.O.A., Fabella, D., Sadol, K., Beltran, A.B., Alorro, R.D., Orbecido, A.H., 2020. Comparing the performance of low-grade nickel ore and limestone for treatment of synthetic acid mine drainage. *Asia Pac. J. Chem. Eng.* 15, e2457.
- Valente, T.M., Antunes, M., Sequeira Braga, M.A., Prud ncio, M.I., Marques, R., Pamplona, J., 2012. Mineralogical attenuation for metallic remediation in a passive system for mine water treatment. *Environ. Earth Sci.* 66 (1), 39–54.
- Ziemkiewicz, P.F., Skousen, J., Brant, D., Sterner, P., Lovett, R., 1997. Acid mine drainage treatment with armored limestone in open limestone channels. *J. Environ. Qual.* 26, 560–569.
- Ziemkiewicz, P.F., Skousen, J., Simmons, J.S., 2003. Long-term performance of passive acid mine drainage treatment systems. *Mine Water Environ.* 22, 118–129.
- FCE, 2016. 556 sites miniers   l'arr t et 38 abandonn es. *Revue de presse, Alg rie Eco, Algeria*.