

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



Département de Génie Minier
Laboratoire de Génie Minier
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie minier

**Neutralisation des drainages miniers acides par l'utilisation
des matériaux naturels.**

Anfel KHALFI

Toufik BELAMRI

Sous la direction de Mme A. MERCHICHI

MAA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (07/09/2020)

Composition du jury :

Président	M. M. OULD HAMOU	MCA	ENP
Promotrice	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Examineur	M. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP

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



Département de Génie Minier
Laboratoire de Génie Minier
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie minier

**Neutralisation des drainages miniers acides par l'utilisation
des matériaux naturels.**

Anfel KHALFI

Toufik BELAMRI

Sous la direction de Mme A. MERCHICHI

MAA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (07/09/2020)

Composition du jury :

Président	M. M. OULD HAMOU	MCA	ENP
Promotrice	Mme. A. MERCHICHI	MAA	ENP
Examineur	M. E. MOUSSAOUI	MAA	ENP

ملخص

يعد تصريف الحمضي للمناجم أحد أكثر الآثار المدمرة للتعدين على البيئة، وتتجه شركات التعدين بشكل متزايد إلى أساليب المعالجة المستترة للتصدي لها. لهذا السبب نقترح استخدام المواد الطبيعية لتحييدها بسبب فوائدها الاقتصادية والبيئية والجمالية على العوامل النشطة المستخدمة في أساليب العلاج النشط. الهدف من هذه الدراسة هو تقييم فعالية أربع مواد طبيعية في تحييد النفايات الحمضية. تم اجراء مجموعة من التحاليل والاختبارات على المواد الطبيعية، ثم أجريت اختبارات ثابتة وجريده لتقييم فعاليتها. أظهرت النتائج أن هذه المواد الطبيعية ممكنة لإبطال مفعول التصريف الحمضي. حجر الكلس والدولومي لديها كفاءة مماثلة، حيث أن التفحيم من دولومي كان له تأثير إيجابي على قدرته على تحييد التصريف الحمضي كما للرماد الخشب أنها سجلت اكبر اساسية وأقوى درجة الحموضة من جميع المواد.

الكلمات الرئيسية: تصريف الحمضي للمناجم، تحييد، العلاج المستتر، المواد الطبيعية، اختبارات الجفاف دفعة.

Abstract

Acid mine drainage is one of the most environmentally devastating impacts of mining, and mining companies are increasingly turning to passive treatment methods to address it. This is why we propose to use natural materials to neutralize these AMDs because of their economic, ecological and aesthetic advantages. The objective of this study is therefore to evaluate the effectiveness of four natural materials in the neutralization of acidic effluents. These materials were characterized, then static and batch tests were carried out to evaluate their effectiveness. The results showed that these materials are feasible for the neutralization of DMA. Limestone and dolomite have a similar efficiency, where the calcination of dolomite had a positive impact on its capacity to neutralize DMA, while wood ashes recorded the highest alkalinity and pH of all materials.

Key words: Acid mine drainage, neutralization, passive treatment, natural materials, sorptions tests.

Résumé

Les drainages miniers acides sont l'un des impacts de l'exploitation minière les plus dévastateurs pour l'environnement, et les entreprises minières se tournent de plus en plus vers les méthodes de traitement passives pour y remédier. C'est pour cela que nous proposons d'utiliser des matériaux naturels pour neutraliser ces DMA du fait de leurs avantages économiques, écologiques et esthétiques. Cette étude a donc pour objectif d'évaluer l'efficacité de quatre matériaux naturels dans la neutralisation des effluents acides. Ces matériaux ont été caractérisés, puis des essais statiques et en batch ont été effectués pour évaluer leurs efficacités. Les résultats ont montré que ces matériaux sont envisageables pour la neutralisation des DMA. Le calcaire et la dolomie ont une efficacité voisine, là où la calcination de la dolomie a eu un impact positif sur sa capacité à neutraliser les DMA, quant aux cendres de bois elles ont enregistré l'alcalinité et le pH le plus fort de tous les matériaux.

Mots clés : Drainage minier acide, neutralisation, traitement passif, matériaux naturels, essais de sorption

Remerciements

Nous remercions et sommes avant tout reconnaissant envers le bon Dieu qui nous a donné la santé, le courage, ainsi que la patience pour effectuer ce modeste travail dans des circonstances qui n'étaient pas toujours évidentes.

Les travaux de recherche de ce travail ont été effectués au niveau du Laboratoire de Génie minier au sein de l'École Nationale Polytechnique, dirigé par Mr. **Malek OULD HAMOU**, que nous remercions chaleureusement de nous avoir mis dans les meilleures dispositions de travail au cours de nos expérimentations.

Nous exprimons nos gratitude et notre reconnaissance à notre directrice de mémoire et promotrice, Mme. **Amira MERCHICHI**, pour sa patience, son encadrement, son sens de l'organisation ainsi que son soutien inconditionnel durant le temps où l'on a travaillé sur ce mémoire

Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : M. **Malek OULD HAMOU** et M. **Elabas MOUSSAOUI** de l'École Nationale Polytechnique, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce modeste travail.

Nous remercions aussi l'ingénieur de laboratoire du département de génie minier Mme. **Halima BENARGOUBA** pour sa présence à nos côtés et son suivi tout au long de notre partie expérimentale.

Nous remercions toutes les équipes techniques des laboratoires du CRAPC et de l'ASG d'Alger pour leurs précieuses collaborations, de nous avoir permis d'effectuer nos tests de caractérisations chimiques et minéralogiques au sein de leurs laboratoires.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à nos familles pour leurs soutiens et leurs encouragements qui nous ont permis de réaliser ce travail

Dédicace,

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce travail accompagné d'un amour profond,

A mes chers parents qui ont consenti d'innombrables sacrifices pour mon éducation, mon instruction et mon bien-être. Je ne vous remercierai jamais assez pour le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance. Puisse Dieu vous accorder santé, bonheur et longue vie.

*A vous mes adorables sœurs; **Hadil** la plus tendre des êtres, **Douaa**, la douce au grand cœur, **Hidayette**, la prunelle de mes yeux et son mari **Abdesslam**, qui m'avez toujours soutenue et encouragée durant ces années d'études, et que j'aime profondément.*

A mes grands-parents qui m'ont toujours accompagnée par leurs prières. Puisse Dieu vous prêter longue vie et beaucoup de bonheur.

*A mes tantes, oncles et cousins surtout ma chère **Zohra** pour son appui et son encouragement, veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère*

*A mes chers amis ; **Rayane, Yousra, Nouha, Hinane, Oussama, Lamine** et **Noureddine**,*

En souvenir de notre sincère amitié et les moments agréables passés ensemble, veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon amour le plus profond.

*A mon binôme **Toufik**, pour sa compréhension et sa patience tout au long de ce projet*

*Une spéciale dédicace à cette personne qui compte énormément pour moi et pour qui je porte beaucoup de tendresse et de respect :A toi **Imad**.*

Aux personnes qui ont contribué par leur soutien, leur aide ou leur temps pour la réalisation de ce projet.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infaillible.

Anfel KHALFI

Dédicace

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

Ma très chère mère ; quoi que je dise, je ne pourrai jamais te remercier comme il se doit, ton affection, ta bienveillance et ta présence ont toujours été mon carburant pour affronter les obstacles de la vie.

Mon très cher père ; tu n'as jamais cessé de me soutenir et de m'encourager et tu ne cesses de te sacrifier pour que nous ne manquions de rien, que ce modeste travail traduit mon affection et ma gratitude envers toi.

Mes frères Walid, Wahib et Rayane, puisse dieu vous donner santé, courage et réussite dans vos vies, pour ce que vous aviez été pour moi.

A mes amis Islam, Yanis, Youlidas et Moumene pour leurs présences dans les bons comme dans les mauvais moments.

A ma binôme Anfel ; pour son dévouement et son sérieux tout au long de la réalisation de ce travail.

A toute personne ayant contribué à la réalisation de ce travail de près ou de loin, et a tous les enseignants ayant contribué à ma formation d'ingénieur.

Toufik BELAMRI

Table des matières

Liste des tableaux.....	9
Liste des figures.....	11
Liste des abréviations	14
Introduction générale	16
Chapitre 01 : Synthèse bibliographique	19
1. Aperçu sur l'activité minière	19
2. Secteur minier en Algérie.....	19
3. Drainage Minier Acide	20
3.1. Formation des DMA.....	21
3.2. Mécanismes de formation des DMA.....	22
3.3. Facteurs influençant la formation des DMA	24
3.3.1. Facteurs primaires	24
3.3.2. Facteurs secondaires.....	24
3.3.3. Facteurs tertiaires	25
3.4. Impact des DMA.....	25
3.4.1. Effets sur la santé humaine	25
3.4.2. Effets sur la végétation	27
3.4.3. Effets sur la vie aquatique.....	29
4. Généralités sur le traitement des DMA	29
4.1. Classification des méthodes de traitement de DMA	30
4.1.1. Le traitement actif.....	33
4.1.2. Le traitement passif	33
4.2. Quelques matériaux naturels utilisés dans le traitement des DMA	37
4.2.1. Le calcaire.....	37
4.2.2. La dolomie	38
4.2.3. La dolomie calcinée.....	39
4.2.4. Les cendres de bois.....	40
4.3. Traitement des DMA en Algérie	40
Chapitre 02 : Méthodes d'expérimentation et caractérisation des matériaux.....	42
1. Prélèvement et préparation des matériaux	44
1.1. Échantillonnage	44
1.2. Préparation des échantillons	45
1.2.1. Échantillonnage automatique au diviseur rotatif	46

1.2.2.	Quartage	46
2.	Caractérisation des matériaux naturels	47
2.1.	Caractérisation physico-chimique	47
2.1.1.	Densité apparente (NF P 18-554).....	47
2.1.2.	Densité absolue (NFP 94-054)	48
2.1.3.	Teneur en eau (NFEN 1097-5)	49
2.1.4.	Perte au feu (NF EN 15169)	49
2.1.5.	Porosité (NF P94-410-3)	50
2.1.6.	Analyse granulométrique (NF EN 933-1)	51
2.1.7.	Essai au bleu de méthylène (NF P 94-068).....	52
2.1.8.	pH (ISO 10390 :2005)	54
2.2.	Caractérisation chimique	55
2.2.1.	Spectrométrie à Fluorescence X (XRF)	55
2.3.	Caractérisation minéralogique.....	56
2.3.1.	Diffraction aux Rayons X (DRX).....	56
3.	Essais statiques.....	57
3.1.	Le pouvoir neutralisant	57
4.	Description des essais de sorption	59
4.1.	Préparation du DMA synthétique	59
4.2.	Essais de neutralisation en Batch.....	60
4.3.	Analyse des lixiviats	62
4.3.1.	Les paramètres électrochimiques	62
4.3.2.	Analyse chimique des lixiviats	64
Chapitre 03 : Résultats et discussion.....		67
1.	Caractérisation physico-chimique.....	67
1.1.	Densité	67
1.2.	Teneur en eau	69
1.3.	Perte au feu	70
1.4.	pH.....	71
1.5.	Porosité.....	72
1.6.	Granulométrie	73
1.7.	Bleu de méthylène.....	75
2.	Caractérisation chimique.....	76
3.	Caractérisation minéralogique.....	79
4.	Essais statiques.....	82

5. Essais en Batch.....	82
5.1. Étude de la variation du pH	82
5.2. Étude de la variation du potentiel Redox.....	84
5.3. Étude de la variation de l'alcalinité	88
5.4. Analyse chimique des lixiviats.....	91
5.4.1. Plomb	91
5.4.2. Zinc.....	93
5.4.3. Cuivre.....	95
5.4.4. Fer.....	97
5.4.5. Cadmium	99
5.5. Discussion des résultats.....	101
5.5.1. Calcaire	101
5.5.2. Dolomie	102
5.5.3. Dolomie calcinée.....	103
5.5.4. Cendres de bois	104
Conclusion générale	107
Références bibliographiques	109
Annexe.....	113

Liste des tableaux

Tableau 1.1: Principaux effets des métaux lourds sur la santé humaine.....	26
Tableau 1.2 : Principaux effets des métaux lourds sur les plantes.....	28
Tableau 1.3 : Comparatif entre la chaux/soude et le calcaire dans leurs utilisations dans les systèmes de traitement actifs	33
Tableau 1.4 : Les méthodes de traitement passifs, leurs effets et le leurs modes d'action	35
Tableau 2.1: Provenance des matériaux	45
Tableau 2.2: Quantité de HCl à ajouter selon l'intensité du pétilllement de la réaction de fizz.....	58
Tableau 2.3 : Composition du DMA synthétique.....	59
Tableau 3.1 : Valeurs de la densité apparente des matériaux	67
Tableau 3.2: Valeurs de la densité absolue des matériaux.....	68
Tableau 3.3 :Valeurs de la teneur en eau des matériaux.....	69
Tableau 3.4: Valeurs de la perte au feu des matériaux	70
Tableau 3.5 : interprétation des résultats de la perte au feu	70
Tableau 3.6 : Valeurs de pH des matériaux	71
Tableau 3.7 : Interprétation des résultats du pH.....	71
Tableau 3.8 : Valeurs de la porosité des matériaux.....	72
Tableau 3.9 : Analyse granulométrique du calcaire	73
Tableau 3.10 : Analyse granulométrique de la dolomie	73
Tableau 3.11: Analyse granulométrique des cendres de bois	73
Tableau 3.12 : Coefficient de courbure et d'uniformité des matériaux	74
Tableau 3.13: Résultats des essais au bleu de méthylène	76
Tableau 3.14: Nature des échantillons	76
Tableau 3.15: Analyse XRF du calcaire.....	76
Tableau 3.16 : Analyse XRF de la dolomie.....	77
Tableau 3.17: Analyse XRF de la dolomie calcinée	77
Tableau 3.18 : Analyse XRF des cendres de bois.....	78
Tableau 3.19 : Valeurs du pouvoir neutralisant des matériaux	82
Tableau 3.20: Variation du pH des matériaux en fonction du temps	83

Tableau 3.21: Variation du potentiel Redox des matériaux en fonction du temps.....	85
Tableau 3.22 : Effet du pH sur la mobilité des métaux	87
Tableau 3.23: Variation de l'alcalinité des matériaux en fonction du temps	89
Tableau 3.24: Variation de la concentration du plomb en mg/L dans les lixiviats à travers le temps	91
Tableau 3.25 :Variation de la concentration du zinc en mg/L dans les lixiviats à travers le temps	93
Tableau 3.26 :Variation de la concentration du cuivre en mg/L dans les lixiviats à travers le temps	95
Tableau 3.27 : Variation de la concentration du fer en mg/Ldans les lixiviats à travers le temps	97
Tableau 3.28 : Variation de la concentration du Cadmiumen mg/L dans les lixiviats à travers le temps	99

Liste des figures

Figure 1.1 : Précipitation d'hydroxydes de fer dans un affluent du Missouri (États-Unis d'Amérique) recevant des DMA d'une mine de charbon.....	20
Figure 1.2 : Eau d'exhaure de la mine de Sidi Kamber (Skikda, Algérie) à pH=1,5	21
Figure 1.3 : Schéma montrant la génération du DMA	22
Figure 1.4 : Types de systèmes de traitement des DMA.....	32
Figure 1.5 : choix d'une méthode de traitement des DMA	36
Figure 1.6 : Écoulement d'un DMA dans un DOC faisant apparaître les précipités d'hydroxyde de fer	37
Figure 1.7 : Schéma en coupe d'un drain de calcaire oxique.....	38
Figure 1.8 : Coupes longitudinales et transversales du drain Dol-3.....	39
Figure 2.1 : Plan de travail suivis pour la caractérisation des échantillons	43
Figure 2.2 : Carte de provenance des échantillons testés	44
Figure 2.3 : Illustration des matériaux utilisés : (a) calcaire, (b) dolomie, (c) dolomie calcinée et (d) la cendre de bois	45
Figure 2.4 : Opération de quartage	47
Figure 2.5 : Echantillonneur automatique.....	46
Figure 2.6 : pesée de la masse m_2 pour le calcul de la densité apparente	48
Figure 2.7 : pesée des masse m_1 , m_2 et m_3	48
Figure 2.8 : détermination de la teneur en eau	49
Figure 2.9 : Séchage (a) et calcination (b) d'un échantillon	50
Figure 2.10 : Mode opératoire de détermination de la porosité	51
Figure 2.11 : Illustration d'une analyse granulométrique	52
Figure 2.12 : titrage de la suspension contenant le matériau par une solution de bleu de méthylène	53
Figure 2.13 : mise en évidence de l'auréole bleu sur le papier filtre	54
Figure 2.14 : Procédés de détermination du pH.....	55
Figure 2.15 : Schéma explicatif du principe de la XRF.....	56
Figure 2.16 : schéma explicatif du principe de la DRX	57
Figure 2.17 : Etapes de détermination du PN	59

Figure 2.18 : étapes de préparation du DMA synthétique, à gauche les composants du DMA, au milieu l'ajustement du pH à 3 et à droite un litre de DMA.....	60
Figure 2.19 : préparation des fioles Erlenmeyer	60
Figure 2.20 : mise en agitation orbitale des échantillons.....	61
Figure 2.21 : à gauche l'opération de filtration, au milieu l'ajout de l'acide nitrique à droite la mise en tube des lixiviats	61
Figure 2.22 : Mesure du pH d'un lixiviat.....	62
Figure 2.23 : mesure du potentiel d'oxydoréduction des lixiviats	63
Figure 2.24 : Mesure du pH lors de la détermination de l'alcalinité.....	64
Figure 2.25 : Schéma du spectromètre d'absorption atomique à double faisceau (.....	65
Figure 3.1 : Courbe granulométrique des différents matériaux.....	74
Figure 3.2 : Apparition de l'auréole bleu pour les tests de bleu de méthylène des 3 échantillons (dolomie, calcaire, cendre de bois)	75
Figure 3.3 : Analyse par DRX du calcaire	79
Figure 3.4 : Analyse DRX de la Dolomie	80
Figure 3.5 : Analyse par DRX de la dolomie calcinée	80
Figure 3.6 : Analyse DRX des cendres de bois	81
Figure 3.7 : Variation du pH des lixiviats (à gauche zoom sur les 30 premières minutes)	84
Figure 3.8 : Variation du potentiel Redox des lixiviats (à gauche zoom sur les 30 premières minutes).....	86
Figure 3.9 : Variation de l'alcalinité des matériaux naturels.....	90
Figure 3.10 : Variation de la concentration du Plomb dans les lixiviats	92
Figure 3.11 : Variation du rendement d'élimination du Plomb	92
Figure 3.12 : Variation de la concentration du Zinc dans les lixiviats.....	94
Figure 3.13 : Variation du rendement d'élimination du Zinc.....	94
Figure 3.14 : Variation de la concentration du Cuivre dans les lixiviats.....	96
Figure 3.15 : Variation du rendement d'élimination du Cuivre.....	96
Figure 3.16 : Variation de la concentration du Fer dans les lixiviats	98
Figure 3.17 : Variation du rendement d'élimination du Fer	98
Figure 3.18 : Variation de la concentration du Cadmium dans les lixiviats	100
Figure 3.19 : Variation du rendement d'élimination du Cadmium	100
Figure 3.20 : Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traité par le calcaire	101

Figure 3.21 : Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traité par la dolomie.....	102
Figure 3.22 : Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traité par la dolomie calcinée	103
Figure 3.23 : Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traité par les cendres de bois	104

Liste des abréviations

C_c : Coefficient de courbure

CEC : Capacité d'échange cationique

C_u : Coefficient d'uniformité

DAC : Drain anoxique calcaire

DMA : Drainage minier acide

DOC : Drain oxique calcaire

DRX : Diffraction à rayon X

MEB : Microscopie électronique à balayage

MO : Matière organique

N : Normalité

NF : Norme française

PAF : Perte au feu

Potentiel Redox : Potentiel d'oxydo-réduction

PN : Pouvoir neutralisant

OD : Oxygène dissous

SAA : Spectrométrie d'absorption atomique

Ss : Surface spécifique

SSPA : Système de production successif d'alcalinité

TOC : Tranchée ouverte calcaire

VBS : Valeur de bleu de la solution

w : Teneur en eau

XRF : Fluorescence à rayon X

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'industrie minière est l'une des industries les plus importantes et fondamentales pour le bon fonctionnement de notre société actuelle, elle représente la source de production de nombreux équipements et permet d'alimenter de nombreuses industries tel que l'industrie métallurgique ou l'industrie des hautes technologies. Cependant cela ne se fait pas sans compromis ; en effet bien que les retombées économiques issues de ce secteur ne soient pas négligeables, de nombreux impacts négatifs sur l'environnement sont à enregistrer lors de l'exploitation d'un site minier, parmi ses impacts nous nous intéressons tout particulièrement au drainage minier acide, conséquence d'une mauvaise gestion des résidus miniers et des stériles.

En effet, les résidus miniers et les stériles, présents dans toutes les phases d'exploitation d'une mine allant de son ouverture jusqu'au traitement final du minerai extrait sont souvent chargés en minéraux sulfurés et stockés de manière à ce qu'ils soient exposés à l'eau des pluies, à l'air et à l'activité bactérienne, provoquant ainsi l'oxydation des minéraux sulfurés et la génération d'effluent acide riche en métaux lourds nocifs qui contaminent les sols et les réseaux hydrographiques, nuisant ainsi à la qualité de l'eau et par conséquent à la vie des riverains, de la faune et la flore voisine.

Fort heureusement ce problème majeur n'est pas irréversible et peut être traité pour convenir aux normes environnementales internationales, et cela en ayant recours aux différentes méthodes de traitement conventionnelles développées par l'industrie minière et environnementale basées sur l'élimination d'un des facteurs favorisant la formation des DMA que ce soit l'eau, l'oxygène, l'activité bactérienne ou les minéraux sulfurés ; ceci en faisant appel à des méthodes de traitement actives par le biais de l'installation d'une usine de traitement in-situ ou bien à des méthodes de traitement passives en faisant intervenir des réactions et des processus d'élimination chimiques, physiques et biologiques souvent existant à l'état naturel pour modifier la nature des effluents acides.

L'Algérie de par son passé et son présent, se voit confronté au problème des DMA à différents sites d'exploitation minière à travers le pays, que ce soit par le biais de mines abandonnées comme le cas des anciennes mines des sites de Boudoukha et Sidi Kamber à Skikda dans le nord-Est algérien ou bien par le biais de mines toujours en activité comme le cas de la mine polymétallique de Chaabet el Hamra à Sétif dans la région des hauts plateaux. Pour pallier à ce problème, l'Algérie se doit de réagir et les systèmes de traitement passifs s'imposent comme étant la meilleure solution.

En effet, ces derniers ont su montrer leurs efficacités dans différents sites à travers le monde, en améliorant l'alcalinité des eaux contaminées et en relevant leurs pH acides et ont su se hisser comme étant la meilleure alternative aux systèmes actifs de par leurs faibles coûts, leurs faibles consommations d'eau et d'énergie, ainsi que leurs meilleurs aspects esthétiques. De plus, les systèmes de traitement passifs ne se basent que sur des matériaux naturels pour neutraliser les effluents acides.

C'est dans ce contexte que ce travail va s'articuler au tour de l'évaluation et de la comparaison de l'efficacité de quatre matériaux naturels que sont le calcaire, la dolomie, la dolomie calcinée et les cendres de bois dans la neutralisation d'un DMA synthétique préparé par nos soins au sein du laboratoire du génie minier de l'école nationale polytechnique d'Alger, et cela via la mise en place d'essais statiques et en batch. Le but principal de ces essais est de déterminer le pouvoir neutralisant ainsi que la capacité de rétention de diverses espèces polluantes contenue dans des eaux minières (drainage minier acide DMA) par des matériaux naturels. Les tests se feront en milieu oxygène afin de simuler des drains passifs pour le traitement des eaux de DMA, et permettront d'étudier l'influence du temps de rétention des contaminants sur la neutralisation d'une eau de drainage minier acide synthétique.

Le travail présent sera partagé en 3 grandes parties ; la première sera consacrée à la revue bibliographique, où nous détaillerons tous les procédés chimiques mis en jeu lors de la formation des DMA, les facteurs influençant leur formation, leur impact sur l'environnement, ainsi qu'une classification des méthodes de leur traitement, la deuxième partie sera consacrée à la caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique des échantillons, ainsi qu'au mode opératoire suivi durant les essais de Batch effectués, quant au troisième chapitre il sera consacré à l'interprétation des résultats obtenus dans le deuxième chapitre et à la discussion de ces derniers, et enfin le travail sera clôturé par une conclusion générale.

Dans un contexte où le traitement des DMA se présente comme étant un fardeau économique pour les entreprises minières au vu de l'investissement initial qu'il exige, nous proposons dans ce travail de recherche pour la première fois la possibilité de traiter des DMA en se reposant exclusivement sur des matériaux naturels n'ayant subi aucun traitement industriel mise à part une calcination pour la dolomie. Pour cela, l'interaction entre un DMA et un matériau neutralisateur naturel dans un milieu oxygène sera simulée à l'échelle du laboratoire via des essais en Batch. Les résultats de ces tests doivent apporter une contribution importante dans le milieu du traitement des DMA et doivent apporter des solutions économiques et écologiques à l'état algérien pour en finir avec ce problème environnemental présent dans une trentaine de sites abandonnés en Algérie.

CHAPITRE 01: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 01 : Synthèse bibliographique

1. Aperçu sur l'activité minière

L'activité minière a été pour longtemps l'un des piliers fondamentaux de l'économie mondiale et l'exploitation des métaux a souvent eu un caractère prédateur et dévastateur pour l'environnement.

Le problème environnemental majeur de l'industrie extractive mondiale est la présence de concentrations parfois toxiques de métaux lourds dans les effluents formés par le DMA. Les métaux lourds sont en effet, depuis plusieurs années un sujet d'inquiétudes croissantes en matière de pollution. Ils forment un groupe de contaminants hautement toxiques pour les humains, les animaux et la vie aquatique. Ce sont généralement des poisons du métabolisme et ils constituent par conséquent, le risque associé au drainage minier le plus important pour l'homme.

Les DMA source de ces métaux lourds dissous sont avant tout générés par l'exposition de tas de résidus riches en minéraux sulfurés à des facteurs météorologiques tel que l'eau et l'oxygène. Ces résidus peuvent être naturels comme dans le cas des rejets de stérile, où artificiels comme ceux issus des procédés de traitement des minerais (scorie, rejet de laverie etc ...). On retrouve des résidus miniers dans toutes les étapes de l'exploitation d'une mine allant de l'ouverture avec les résidus de découverte puis à l'exploitation avec les résidus d'exploitation et enfin les résidus de traitement et de fonderie dû aux procédés de flottation ou de grillage par exemple. L'impact qu'ils peuvent avoir sur l'environnement et leur potentiel de génération de DMA varient suivant certains facteurs tels que leur composition chimique et minéralogique, leur quantité ou leur mode de stockage. [4, 9]

2. Secteur minier en Algérie

L'Algérie possède un potentiel géologique très important pour l'investissement visant l'exploration minière, le développement et la production de certaines substances minérales.

Malgré cela, le secteur minier est resté très peu productif par rapport au potentiel que recèle notre pays, qui est appréciable notamment, pour les substances utiles non métalliques telles que les phosphates, le sel, le marbre, etc....

Avant l'indépendance (1962), l'activité minière en Algérie était orientée principalement vers l'exploitation des gisements de fer et de plomb - zinc.

Entre les deux guerres mondiales, l'Algérie fut un producteur important de minerai de fer dans le monde ; sa production a contribué à la prospérité des industries de transformation de plusieurs pays européens, en particulier la France, la Grande-Bretagne et l'Allemagne.

Durant les années 50, notamment pendant la guerre de libération nationale, les sociétés minières étrangères ont accéléré le processus d'écrémage des gisements et limité, voire stoppé tout investissement dans ce secteur.

Au lendemain de l'indépendance, les exploitants étrangers ont abandonné plusieurs mines après en avoir tiré le meilleur profit ; ne sont restées en activité que les mines encore "viabiles", telles celles de phosphate, de zinc, de fer, de baryte, de charbon et les salins.

3. Drainage Minier Acide

Le drainage minier acide est une eau ayant percolée dans les rejets miniers qui est caractérisée par des pH acides et de fortes concentrations en sulfates, en substances toxiques telles que les cyanures et les métaux lourds et en contaminants dissous. Ces contaminants dissous sont principalement du fer (Figure 1.1) et d'autres métaux et métalloïdes, selon la minéralogie et les conditions géochimiques qui prévalent.

L'exploitation minière de certains minéraux est associée avec le DMA pouvant causer des contaminations des sols, des eaux de surfaces (Figure 1.2) et des aquifères souterrains. Les DMA peuvent être très nocifs pour la santé humaine et le système écologique [1, 2].



Figure 1.1: Précipitation d'hydroxydes de fer dans un affluent du Missouri (États-Unis d'Amérique) recevant des DMA d'une mine de charbon



Figure 1.2: Eau d'exhaure de la mine de Sidi Kamber (Skikda, Algérie) à pH=1,5

3.1. Formation des DMA

Le DMA provient généralement des stocks de stériles, des rejets miniers et des différents ouvrages miniers tel que, les puits et les galeries souterraines. Sa génération dépend principalement de la nature minéralogique des roches et des quantités d'oxygène et d'eau.

La contamination en métaux associée au DMA dépend du type et de la quantité des minéraux sulfurés oxydés ainsi que le type des minéraux de la gangue présents dans la roche.

Les ingrédients principaux pour la génération de l'acide sont : les minéraux sulfurés, l'eau ou une atmosphère humide et l'élément oxydant, principalement l'oxygène provenant de l'atmosphère ou d'une source chimique. Dans la plupart des cas, les bactéries jouent un rôle majeur dans l'accélération du processus de production d'acide, l'inhibition de l'activité bactérienne peut entraver la génération du DMA [1].

Il est moins important dans les mines en cours d'exploitation car les eaux sont pompées mais il est très dangereux dans les mines fermées ou abandonnées où les eaux acides s'accumulent dans le sous-sol formant des nappes phréatiques [13, 29].

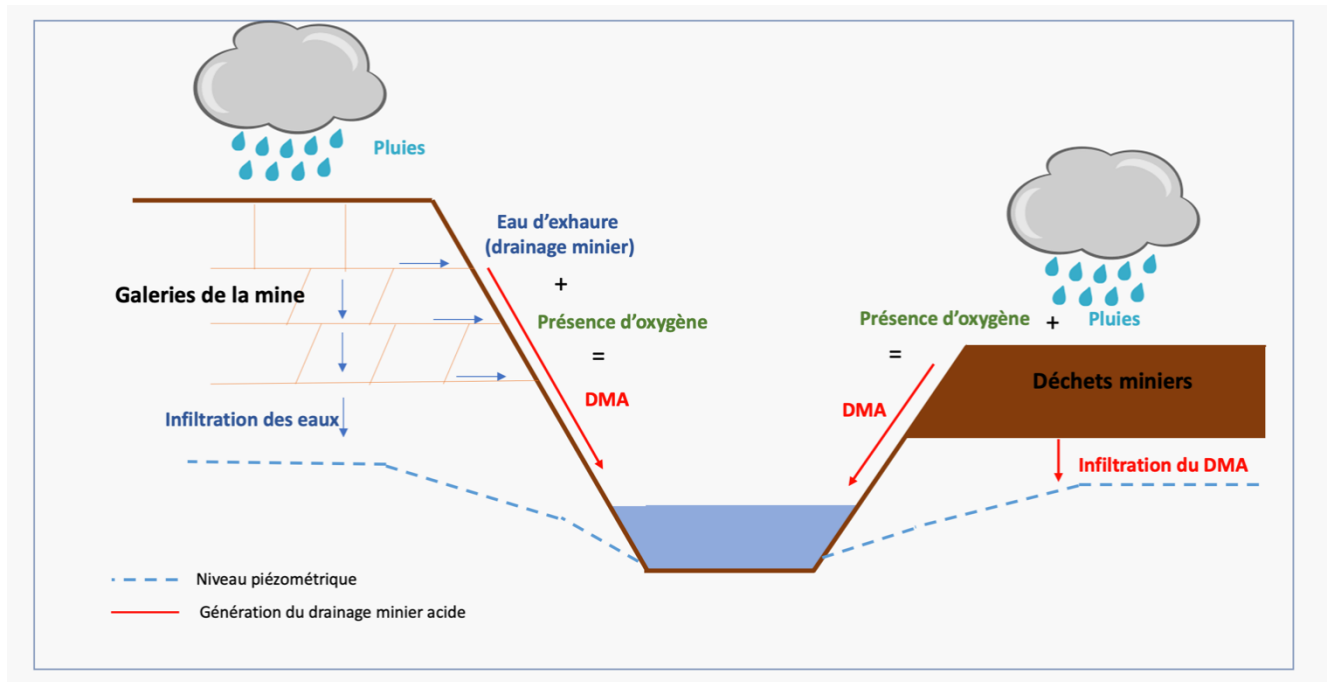
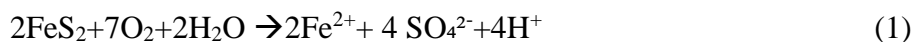


Figure 1.3: Schéma montrant la génération du DMA

3.2. Mécanismes de formation des DMA

Le drainage minier acide est produit suivant une succession de réactions d'oxydation. Le processus de la formation des DMA est bien illustré par les réactions d'oxydation de la pyrite FeS_2 qui est le minéral sulfuré le plus commun et facilement oxydable [1], l'oxydation de la pyrite peut être par l'oxygène, les ions du fer ferrique Fe^{3+} et les catalyseurs minéraux comme MnO_3 . La première réaction du DMA est l'oxydation de la pyrite, le taux d'oxydation et la production de l'acide qui en résulte dépendent des composants solides et de l'activité bactérienne ainsi que la disponibilité d'oxygène et d'eau



La présence des sulfates dans les rejets miniers est un indicateur de l'oxydation des minéraux sulfurés. Dans un environnement suffisamment oxydant (selon la concentration en O_2 , le pH supérieur à 3,5 et l'activité bactérienne), le fer ferreux libéré dans l'Eq. (1) peut être oxydé en fer ferrique, selon la réaction suivante :

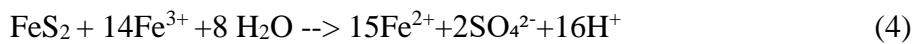


Si l'oxygène est faible, la réaction (2) ne se produit pas avant que le pH atteigne 8,5. En général, dans de nombreuses conditions, la réaction (2) est l'étape limitant la vitesse d'oxydation de la pyrite parce que la conversion du fer ferreux en fer ferrique est lente à des valeurs de pH inférieures à 5 dans des conditions abiotiques.

Aux valeurs de pH comprises entre 2,3 et 3,5, le fer ferrique formé dans la réaction (2) peut précipiter sous la forme de $\text{Fe}(\text{OH})_3$, laissant peu de Fe^{3+} en solution tout en abaissant le pH de façon simultanée.



Si le pH est inférieur à 2, les produits d'hydrolyse ferrique comme $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sont instables et Fe^{3+} reste en solution. Néanmoins, tout Fe^{3+} restant de Eq. (2) qui ne précipite pas en $\text{Fe}(\text{OH})_3$ de la solution à travers l'Eq. (3) peut être utilisé pour oxyder la pyrite supplémentaire [1], selon la réaction suivante :



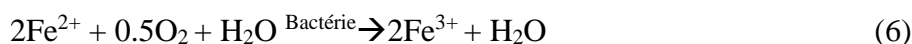
Alors que l'oxygène est un oxydant primaire, le fer ferrique (Fe^{3+}) résultant de l'oxydation du fer ferreux est maintenant reconnu comme un oxydant plus puissant que l'oxygène, même à pH presque neutre. En fait, en dessous d'un pH d'environ 3, l'oxydation de la pyrite par le fer ferrique est environ 10 à 100 fois plus rapide que par l'oxygène, faisant ainsi de l'oxydation de la pyrite par des ions ferriques la réaction dominante [6, 29, 35].

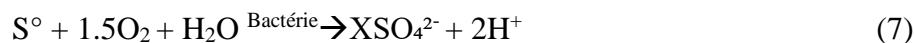
La formation du DMA peut être envisagée en 3 grandes étapes :

1. Oxydation du sulfure de fer (Eq. (1)) et oxydation accrue des minéraux sulfurés par le fer ferrique (Eq. (4)) ;
2. Oxydation du fer ferreux (Eq. (2)) ;
3. Hydrolyse et précipitation du fer ferrique et d'autres minéraux (Eq. (3)).

L'apparition des DMA est favorisée par la présence de microorganismes qui tirent l'énergie nécessaire à leur croissance des réactions d'oxydo-réduction métalliques [4]. Ces bactéries agissent comme de véritables catalyseurs des réactions chimiques qui se déroulent à la surface des minéraux et en solution.

Auparavant, le mécanisme d'oxydation (ou de lixiviation) des minéraux sulfurés par les bactéries était considéré comme comprenant deux (ou trois) mécanismes différents. Premièrement, le mécanisme direct qui suppose que les bactéries s'attachent à la surface des particules minérales et oxydent directement le fer et le soufre dans le minéral par des moyens biologiques pour libérer des ions métalliques en solution (Eq. (5)). Le deuxième mécanisme, le mécanisme indirect, est supposé impliquer les bactéries dans la solution oxydant le fer ferreux en fer ferrique et le soufre élémentaire en ions sulfates (Eqs. (6) et (7), respectivement). Par la suite, le fer ferrique produit lessive le minéral sulfuré (Eq. (8)).





Où M est un métal, et X est un nombre entier.

Le troisième mécanisme, le mécanisme de contact indirect, suppose que les bactéries s'attachent à la surface des particules minérales et excrètent les polymères formant une couche exo-polymérique. Les bactéries oxydent ensuite le fer ferreux en fer ferrique dans cette couche exo-polymérique, et le fer ferrique produit lessive le minéral dans ce compartiment (Eqs. (6) et (8) respectivement).

3.3. Facteurs influençant la formation des DMA

Les sites miniers sont différents les uns des autres, et les combinaisons de conditions favorisant l'apparition de DMA sont nombreuses.

On peut classer les facteurs influençant l'apparition des eaux acides selon leur ordre d'importance :

3.3.1. Facteurs primaires

Il s'agit des facteurs qui déclenchent le DMA :

- La présence de l'eau pour l'oxydation et le transport ;
- La présence de l'oxygène ;
- Les propriétés physiques du solide.

Et à un moindre degré :

- La température ;
- Le pH initial ;
- L'équilibre Fe(II)/Fe(III) ;
- L'activité microbiologique.

3.3.2. Facteurs secondaires

Ils agissent une fois le mécanisme de formation d'acidité est déjà en place, parmi eux on distingue :

- La présence de minéraux neutralisants. Les carbonates sont les seuls candidats possibles. Les silicates, aluminosilicates (mica et argiles) sont exclus. Ces réactions font intervenir le pH du milieu, la pression partielle en CO₂, et l'activité des différents ions et molécules en présence à la surface de la calcite.

- L'influence du pH sur l'équilibre Fe(II)/ Fe(III). Si le pH est faible le fer ferrique reste en solution et se comporte comme un oxydant. Si le pH est supérieur à 3,5 le Fe(III) précipite sous forme d'hydroxyde.
- La pression partielle de l'oxygène. Si elle croît, le taux d'oxydation croît. Cet effet est plus prononcé quand les bactéries sont actives parce qu'elles ont besoin d'oxygène pour leur respiration.
- La taille des particules dans le cas d'une percolation. Elle est généralement de l'ordre de 200 µm pour un tas de stérile et souvent inférieure à 0,2 mm pour un rejet de laverie.
- Les effets galvaniques ayant pour origine les interactions électrochimiques entre les minéraux.

3.3.3. Facteurs tertiaires

Les facteurs tertiaires interviennent sur le DMA mais ne sont pas influencés en retour [4].

- Les effets climatiques et de la météorologiques (pluies et températures) ;
- Le taux d'oxydation de la surface des minéraux ;
- La circulation de l'air dans les tas de minerai et/ou stocks ;
- Les caractéristiques physiques du matériau agissant sur la percolation (la taille, la dureté des particules et la perméabilité des tas de matériaux formés).

3.4. Impact des DMA

Comme on peut le voir dans la section précédente, l'oxydation des minéraux sulfuriques (comme la pyrite) favorise la création d'acide sulfurique qui engendre par la suite la libération de toute une gamme de métaux.

Par conséquent, le DMA contient des concentrations élevées d'acide et de métaux dissous. Lorsque ce mélange toxique s'écoule dans les eaux souterraines, les cours d'eau et les rivières, il provoque plusieurs problèmes environnementaux. Le DMA est toxique pour les organismes aquatiques, détruit les écosystèmes, corrompt les infrastructures et pollue l'eau dans les régions où l'eau douce est déjà rare et [27, 29,30]. Cette section présente et examine les effets du DMA sur la santé humaine, la vie végétale et la vie aquatique.

3.4.1. Effets sur la santé humaine

Les DMA contiennent beaucoup de polluants et de substances toxiques qui sont très dangereux pour la santé humaine.

Effet des métaux lourds

Ils ont de graves répercussions sur la santé humaine en raison de leur toxicité aiguë et à long terme. Le danger des polluants des métaux lourds dans l'eau réside dans deux aspects de leur impact. Premièrement, les métaux lourds ont la capacité de persister dans les écosystèmes naturels pendant une longue période.

Deuxièmement, ils peuvent s'accumuler à des niveaux successifs de la chaîne biologique, causant ainsi des maladies aiguës et chroniques, Le tableau suivant résume les principaux effets de certains métaux lourds sur la santé humaine :

Tableau 1.1: Principaux effets des métaux lourds sur la santé humaine [30]

Élément	Effet sur la santé humaine	Limite admissible
Arsenic (As)	- Bronchite, Empoisonnement, Dermatite.	0.02 mg/L
Cadmium (Cd)	-Altérations des reins, Cancer des poumons, Cancer de la moelle osseuse.	0.2 mg/L
Chrome (Cr)	-Endommagement au système nerveux, fatigue, irritabilité.	0.5 mg/L
Cuivre (Cu)	-Anémie, Dommages au foie et aux reins, Irritation de l'estomac et de l'intestin.	0.5 mg/L
Mercure (Hg)	-Endommagement du système nerveux, Avortement spontané, Changements physiologiques mineurs, Tremblements, Gingivite.	0.01 mg/L
Plomb (Pb)	-Retard de développement, encéphalopathie infantile fatale, paralysie congénitale, surdité neurale des capteurs, dommages au foie, aux reins et au système gastro-intestinal, Épilepsie.	0,5 mg/L
Zinc (Zn)	-Dommages à la membrane nerveuse.	3 mg/L

Effet d'un pH faible

Il y a un effet indirect, mais dévastateur, de l'acidité élevée des DMA. L'eau du drainage minier acide est d'abord claire, mais prend une couleur orange vif lorsqu'elle est neutralisée en raison de la précipitation d'oxydes et d'hydroxydes de fer. Ce précipité, souvent appelé ocre, est très fin et peut se déposer et s'imbriquer dans la rivière, le ruisseau ou le fond de l'océan, cimentant ainsi des substrats. Ainsi, les petits animaux qui se nourrissaient au fond de la rivière, du ruisseau ou de l'océan (organismes benthiques) ne peuvent plus se nourrir et sont donc épuisés. Comme ces animaux se trouvent au bas de la chaîne alimentaire aquatique, cela a une incidence sur les poissons qui se trouvent plus haut dans la chaîne alimentaire. Donc, même si l'acidité et les métaux lourds sont neutralisés, le DMA affecte encore les humains et les espèces sauvages longtemps en aval à cause de ces effets indirects.

3.4.2. Effets sur la végétation

Effet des métaux lourds

La contamination des sols par les métaux lourds est une préoccupation environnementale critique en raison de leurs effets écologiques négatifs potentiels. Des concentrations élevées et/ou certains mélanges de métaux lourds dans les tissus végétaux peuvent affecter la croissance des plantes de différentes façons.

En général, les plantes subissent un stress oxydatif lorsqu'elles sont exposées à des métaux lourds, ce qui provoque des dommages cellulaires et perturbe l'homéostasie cellulaire ionique, perturbant ainsi la physiologie et la morphologie des plantes. Le tableau suivant résume les principaux effets de certains métaux lourds sur les plantes :

Tableau 1.2 : Principaux effets des métaux lourds sur les plantes [30]

Élément	Effet sur les plantes
Nickel (Ni)	- Réduit la germination des semences, l'accumulation de masse sèche, la production de protéines, les chlorophylles et les enzymes ; augmente les acides aminés libres.
Cadmium (Cd)	-Diminue la germination des semences, la teneur en lipides et la croissance des plantes ; induit la production de Phytochélatines.
Chrome (Cr)	- Diminue l'activité enzymatique et la croissance des plantes ; produit des dommages à la membrane, de la chlorose et des dommages aux racines.
Cuivre (Cu)	-Inhibe la photosynthèse, la croissance des plantes et le processus de reproduction ; diminue la surface thylakoïde.
Mercure (Hg)	-Diminue l'activité photosynthétique, l'absorption d'eau et les enzymes antioxydants ; accumule le phénol et la proline.
Plomb (Pb)	-Réduit la production de chlorophylle et la croissance des plantes ; augmente le superoxyde dismutase.
Zinc (Zn)	- Réduit la toxicité du Ni et la germination des semences ; augmente la croissance des plantes.

Effet d'un pH faible

Les plantes ont besoin d'un bon équilibre entre les macronutriments et les micronutriments dans le sol et, par conséquent, le pH du sol a une influence importante sur la disponibilité des nutriments et sur la croissance de différents types de plantes, lorsque le pH du sol est faible, l'azote, le phosphore et le potassium sont liés dans le sol et ne sont pas accessibles aux plantes. Le calcium et le magnésium, qui sont des nutriments végétaux essentiels, peuvent être absents ou déficients dans les sols à faible pH.

À faible pH, des éléments toxiques tels que l'aluminium, le fer et le manganèse sont également libérés par les particules du sol, augmentant ainsi leur toxicité. De plus, si le pH du sol est faible, l'activité des organismes du sol qui décomposent la matière organique est réduite.

Le pH approprié du sol augmente l'activité des microorganismes, ce qui améliore l'inclinaison, l'aération et le drainage du sol. Cela permet une meilleure utilisation des nutriments, un développement accru des racines et une tolérance à la sécheresse.

3.4.3. Effets sur la vie aquatique

Effet des métaux lourds

Les organismes aquatiques, comme les poissons, accumulent des métaux lourds directement dans l'eau contaminée et indirectement dans la chaîne alimentaire. Comme les métaux lourds sont très persistants et toxiques, même en quantités infimes, ils peuvent entraîner un stress oxydatif important chez les organismes aquatiques. Le cadmium, le cuivre, le plomb et le zinc sont des métaux particulièrement préoccupants en raison de leur toxicité grave pour la vie aquatique. L'exposition aiguë (à court terme et à forte concentration) de ces métaux peut tuer directement des organismes, tandis que l'exposition chronique (à long terme et à faible concentration) peut entraîner des effets mortels ou non mortels comme un retard de croissance, une réduction de la reproduction, des déformations ou des lésions.

Effet d'un pH faible

Le pH des eaux est important pour la vie aquatique parce qu'il affecte les fonctions physiologiques normales des organismes aquatiques, y compris l'échange d'ions avec l'eau et la respiration. De tels processus physiologiques importants fonctionnent normalement dans la plupart des biotes aquatiques dans une plage de pH relativement large (entre 6 et 9) [29].

En fait, la plupart des lacs, cours d'eau et étangs d'eau douce ont un pH naturel de l'ordre de 6 à 8. Lorsque le pH ambiant dépasse la plage physiologiquement tolérée par les organismes aquatiques, il peut entraîner de nombreux effets de diminution de la croissance et même de mortalité

4. Généralités sur le traitement des DMA

Au vu du danger que représente les effluents acides générés par les DMA sur l'environnement et l'homme, il est devenu nécessaire pour l'industrie minière de développer des méthodes de traitement de ces derniers, et cette obligation est désormais un réel fardeau financier pour les entreprises car ce traitement s'est avéré être une nécessité des dizaines d'années, voir des siècles après la fermeture des mines, mais dans l'éventualité où un DMA ne s'est pas enclenché dans un site, il est possible de prévenir sa formation à la source [13], en limitant l'apport de l'un ou de plusieurs facteurs favorisant sa formation, notamment : les sulfures, l'oxygène et l'eau, en diminuant la migration d'oxygène et les infiltrations d'eau, ainsi l'oxydation des sulfures reste contrôlée. Par contre dans le cas où l'on n'a pas pu limiter le problème à la source, il est impératif de traiter les effluents du DMA pour en augmenter la valeur du pH et en éliminer les métaux en solution, pour cela on a recours à des méthodes dites actives ou passives [33].

4.1. Classification des méthodes de traitement de DMA

Comme cité précédemment les méthodes de traitement du DMA peuvent être divisées en deux grandes catégories, soit celles dites passives ou bien actives. Les méthodes actives font intervenir l'ajout d'un composé alcalin en continu au DMA afin d'en neutraliser l'acidité et de faire précipiter les métaux présents. Les méthodes passives utilisent des procédés chimiques, physiques et biologiques se produisant dans la nature afin d'obtenir les mêmes effets. Les systèmes de traitement passif du DMA nécessitent une moins grande surveillance et les coûts d'opération qui y sont associés sont moins importants que ceux des systèmes actifs [13]. À cette subdivision des systèmes de traitement des eaux contaminées par le DMA basée sur la maintenance et les coûts d'opération, il faut en ajouter une autre basée sur la nature des processus impliqués dans la neutralisation de l'acidité et la précipitation des métaux. Les processus impliqués sont de deux types, soit biologiques ou bien abiotiques (ou chimiques). Le traitement biologique du DMA est effectué grâce à la capacité qu'ont certains microorganismes à générer de l'alcalinité et à immobiliser les métaux [18, 34].

Le traitement abiotique ou chimique du DMA consiste à mettre en contact le DMA avec un agent neutralisant. En plus des techniques citées ci-dessus, certaines entreprises minières ont songé à faire subir à leurs stockages de résidus, un amendement alcalin pour prévenir et contrer la formation de DMA. Cette technique consiste à mélanger les résidus générateurs de DMA avec des matériaux alcalins et ce, dans le but d'atténuer et de neutraliser les eaux de drainage. Les carbonates de calcium sont les matériaux les plus communément utilisés comme amendement alcalin. Cependant, au vu de leur coût élevé et de leur efficacité discutable due à leur faible solubilité, des alternatives ont dû être trouvées, on citera :

- Les cendres volantes produites par la combustion du charbon dans les centrales électriques qui augmentent le pH, réduisent la teneur en sulfates et immobilisent les métaux lourds *in situ*.
- Les poussières de four de cimenterie, qui réduisent efficacement la génération des DMA grâce à la finesse de leurs grains, leur solubilité et la grande réactivité de la chaux (CaO) qui augmente le pH après sa dissolution.
- Les boues rouges qui sont des sous-produits alcalins de l'industrie de l'aluminium. Leur ajout aux rejets générateurs de DMA engendre une neutralisation de l'acidité à court terme, mais leur efficacité à plus long terme est incertaine

- Les boues alcalines de l'industrie papetière qui permettent d'augmenter l'alcalinité et le pH, de réduire l'activité bactérienne et la lixiviation des métaux lourds. (Elghali,2019)

La Figure 1.4 présente la double subdivision des méthodes de traitement du DMA ainsi que les principales méthodes utilisées.

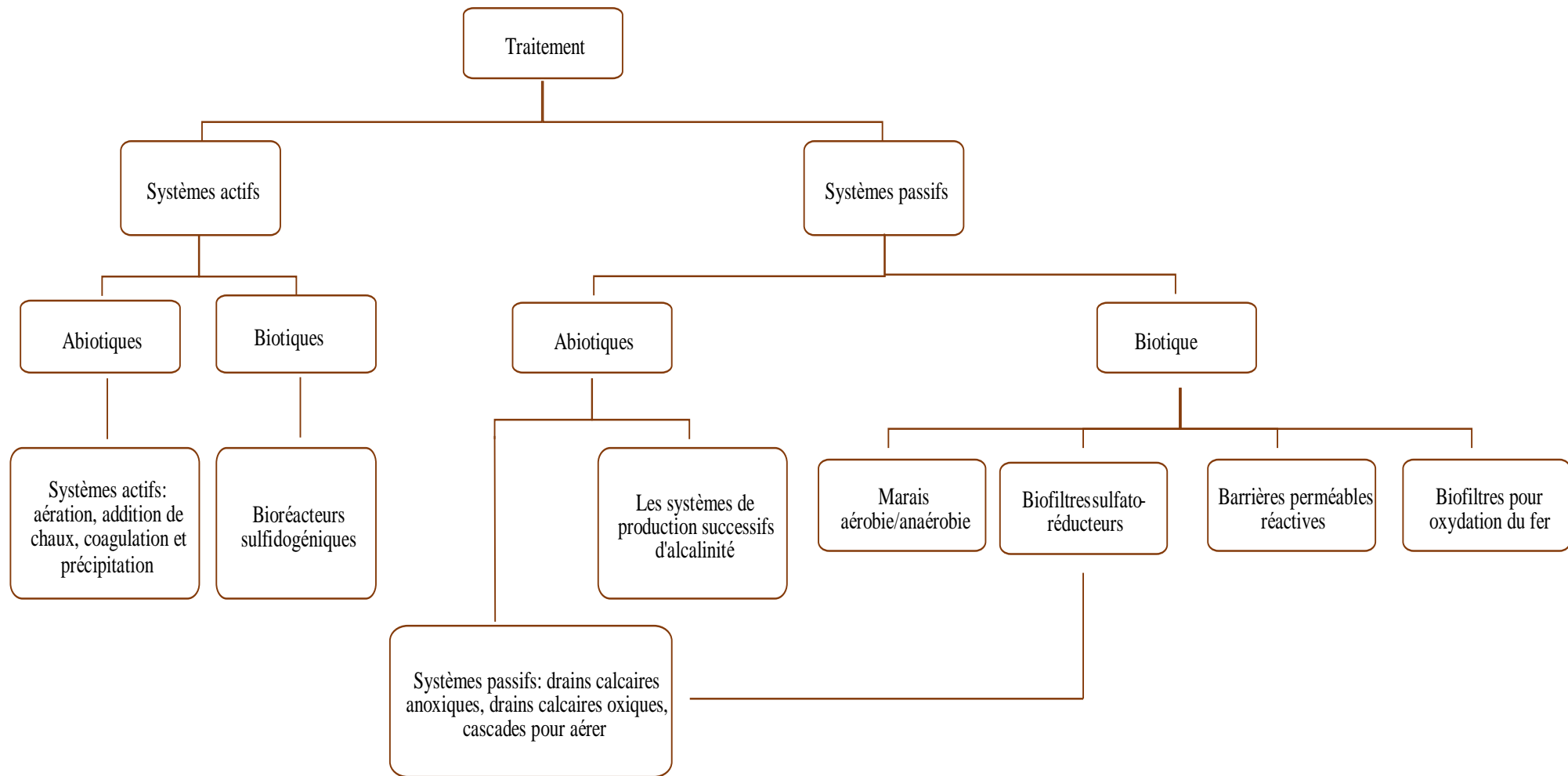


Figure 1.4 : Types de systèmes de traitement des DMA (modifiée et traduite d'après Johnson et Hallberg, 2005)

4.1.1. Le traitement actif

Les traitements actifs représentent une solution intéressante pouvant neutraliser des quantités importantes d'effluents de DMA à court terme, ce type de traitement est appelé actif car il nécessite l'emploi de technologies chimiques ou physico-chimiques qui doivent être suivies et entretenues, la neutralisation des effluents se fait dans un bassin où l'on laisse réagir les métaux et les réactifs alcalins entraînant la remontée du pH et la précipitation des métaux sous forme d'hydroxydes ou d'oxyhydroxydes.

Les réactifs les plus utilisés dans ce type de traitement sont le calcaire, la chaux hydratée, la chaux vive, le carbonate de soude, la soude caustique, l'hydroxyde de magnésium, le sulfure de sodium, l'ammoniac, le peroxyde de calcium, la poussière de four à ciment et les cendres volantes. Le tableau suivant présente un comparatif des traitements au calcaire et à la chaux ou à la soude qui sont les plus répondus :

Tableau 1.3 : Comparatif entre la chaux/soude et le calcaire dans leurs utilisations dans les systèmes de traitement actifs

	Chaux/Soude	Calcaire concassé
pH	Contrôlé facilement	Limité à 7.5
Débit	Adapté aux débits importants	Limité en débit
Coût	Elevé	Faible
Boues générées	Fortes quantités	Faibles quantités

Pour ce qui est du traitement biologique actif il se base sur l'utilisation de bioréacteurs favorisant le développement de microorganismes créateurs de milieux réducteurs.

4.1.2. Le traitement passif

Il devient difficile de justifier le traitement actif à perpétuité, particulièrement dans le contexte du développement durable. C'est pourquoi les systèmes de traitement passifs, qui utilisent des processus chimiques et biologiques, deviennent de plus en plus une alternative intéressante [8], notamment car ils présentent une panoplie d'avantages par rapport aux systèmes de traitement actifs, on citera :

- Une faible dépense en énergie et en apport de réactifs
- L'utilisation de produits naturels
- Une consommation en eau faible voire nulle
- Une efficacité comparable aux meilleurs systèmes actifs existants
- Un aspect esthétique plus satisfaisant

- Une quantité de boue générée insignifiante

Le choix d'une méthode de traitement passif se base généralement sur le nature du sol infecté, des taux d'humidité et d'air présents dans la zone à traiter, de la minéralurgie des résidus, mais surtout du débit et de la chimie des eaux du drainage minier [25]. La figure 1.5 nous permet de savoir quel système de traitement passif utiliser pour une eau quelconque.

Le tableau suivant recense les principales méthodes de traitement passifs de DMA utilisés en industrie, leurs modes d'actions et leurs effets (Adapté de Gazea et al [12], 1995, Halberg et Johnson [13], 2005, modifié par Belamri et Khalfi, 2020) :

Tableau 1.4 : Les méthodes de traitement passifs, leurs effets et le leurs modes d'action

Nature du traitement	Traitement	Mode d'action	Effets
Traitement chimique	Drain oxique de calcaire (DOC)	Dissolution du calcaire en condition aérobie	Augmentation de l'alcalinité, diminution de l'acidité, formation de précipités métalliques dans le drain
	Drain anoxique de calcaire (DAC)	Dissolution du calcaire en condition anaérobie	Augmentation de l'alcalinité, diminution de l'acidité, formation de précipités métalliques en sortie du drain
	Lit fluidisé de calcaire	Fluidification de particules de calcaire dans un cylindre métallique par les flux d'acide	Évite l'enrobage de particules de calcaires par des hydroxydes de fer qui sont chassés vers des bassin de décantation.
	Cascade pour aération	Aération de l'effluent	Oxydation et précipitation des métaux
Traitement biologique	Marais aérobie	Aération de l'effluent par les plantes, adsorption et bioaccumulation	Diminution de la quantité de métaux en solution par des mécanismes d'oxydation et d'hydrolyse
	Marais Anaérobie	Milieus réducteur favorisé par la présence de matière organique dans le marais	Précipitation des métaux en sulfures métalliques par des bactéries sulfato-réductrices

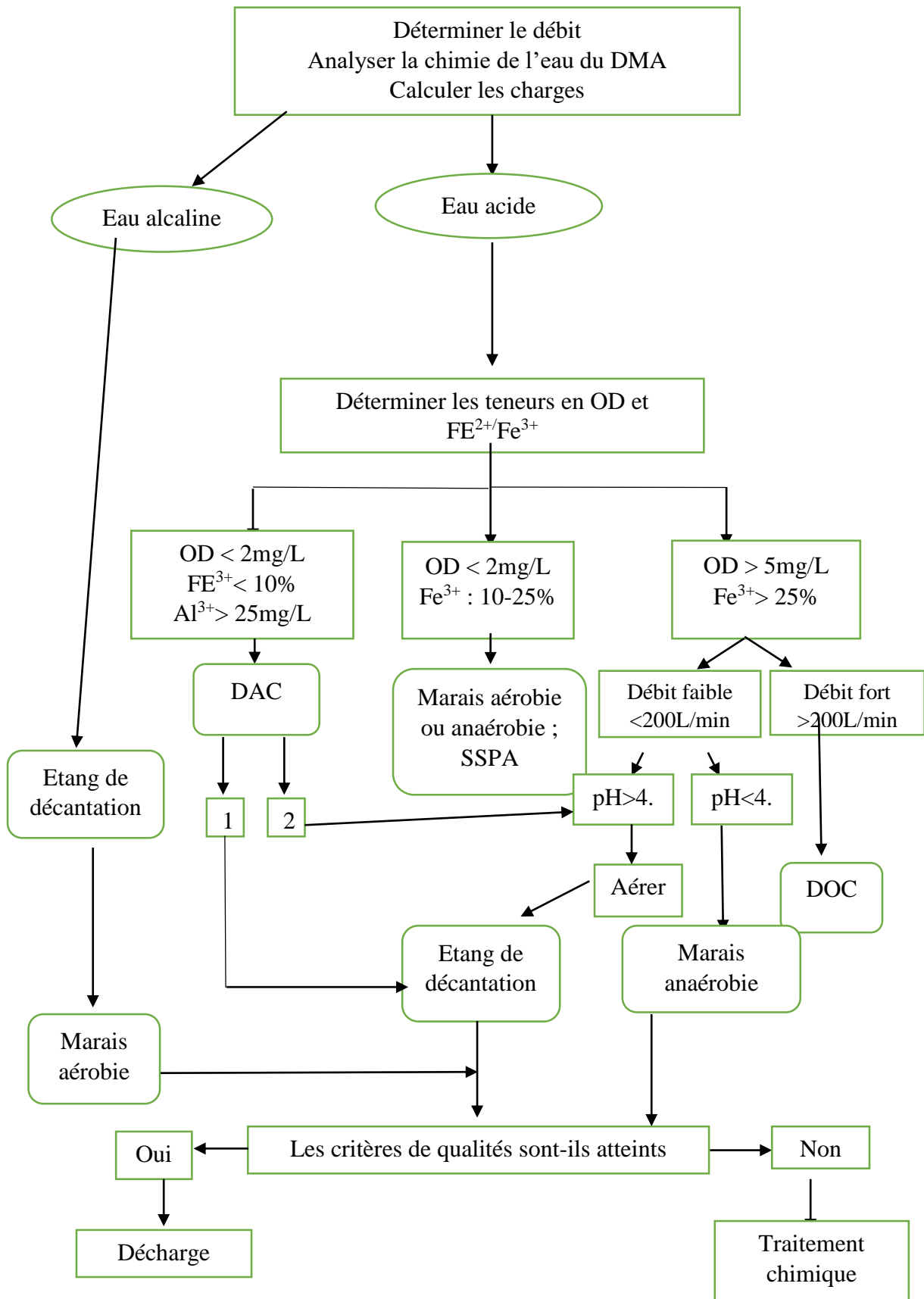


Figure 1.5 : choix d'une méthode de traitement des DMA (modifiée et traduite d'après Johnson et Hallberg, 2005)

4.2. Quelques matériaux naturels utilisés dans le traitement des DMA

Nous remarquons que le calcaire est le matériau naturel le plus utilisé dans les systèmes de traitement chimiques passifs auxquels nous allons nous intéresser particulièrement tout au long de ce travail, Les faibles coûts de mise en place et d'entretien de systèmes passifs utilisant la calcite expliquent en grande partie cette situation, mais aussi le fait que les drains anoxiques calcaires (DAC), les drains oxiques calcaires (DOC), les tranchées ouvertes calcaires (TOC) et les étangs calcaires ont su démontrer une grande efficacité dans le traitement des DMA, mais il ne reste pas pour autant le seul matériau naturel utilisé, car nous trouvons dans les dolomies, les dolomies calcinées et les cendres de bois de bonne alternatives au calcaire. Ci-dessous un récapitulatif de ces principaux matériaux et de leurs modes d'action :

4.2.1. Le calcaire

On s'intéresse ici tout particulièrement au drain oxique calcaire (DOC) qui est facilement simulable au niveau d'un laboratoire. Ici l'effluent acide s'écoule dans un canal à l'air libre, le fond du canal est constitué d'une couche de calcaire qui repose sur un géotextile étanche, l'oxygène atmosphérique et l'oxygène dissous dans l'effluent entraînent la précipitation du fer ou de tout autre métal présent dans les DMA [16, 17]. La réaction suivante décrit la neutralisation d'un DMA par un carbonates (cas de la pyrite) :

$$\text{FeS}_2 + 2\text{CaCO}_3 + 15/4 \text{O}_2 + 3/2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{Ca}^{2+} + 2\text{CO}_2$$


Figure 1.6 : Écoulement d'un DMA dans un DOC faisant apparaître les précipités d'hydroxyde de fer

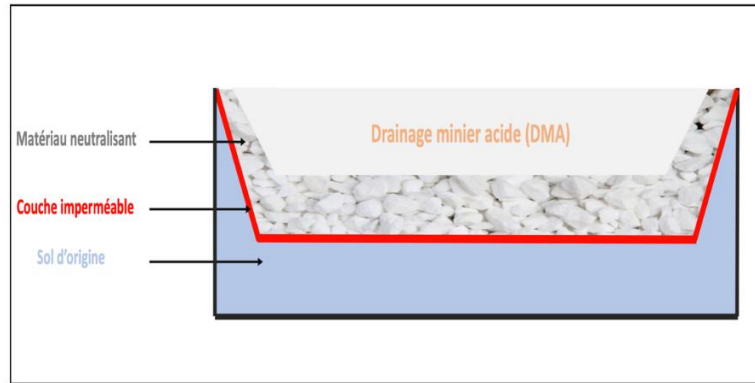


Figure 1.7 : Schéma en coupe d'un drain de calcaire oxyde

4.2.2. La dolomie

Généralement les études portant sur le traitement des DMA, à l'aide de roches carbonatées, utilisent du calcaire. Bien qu'il soit peu coûteux et qu'il produise une baisse dans la quantité de boues, il n'est parfois pas utilisé car le dioxyde de carbone tamponne la réaction. Ainsi il est difficile de faire augmenter le pH d'une solution plus haut que 6. De plus, le calcaire s'est démontré inefficace avec une concentration élevée en fer ferreux dans l'eau [1]. C'est pourquoi des études sur l'efficacité de la dolomie sont de plus en plus fréquentes, comme celle qui a été faite sur le site de Lorraine au Canada où des tranchées, aux parois imperméables, remplies de pierres dolomitiques ont été utilisées pour le drain. La tranchée est isolée, sur le dessus, par un géocomposite bentonitique recouvert de sol qui en assure l'étanchéité. L'effluent acide s'écoule dans le drain par gravité et l'effluent neutralisé est évacué par un tuyau qui s'écoule directement dans l'environnement. Les drains ont des longueurs variant entre 55 et 69 m et contenant de 156 à 180 tonnes de pierre dolomitique [10]. Des coupes longitudinale et transversale d'un des drains dolomitiques (Dol-3) utilisés en Lorraine au Canada sont présentées à la figure suivante :

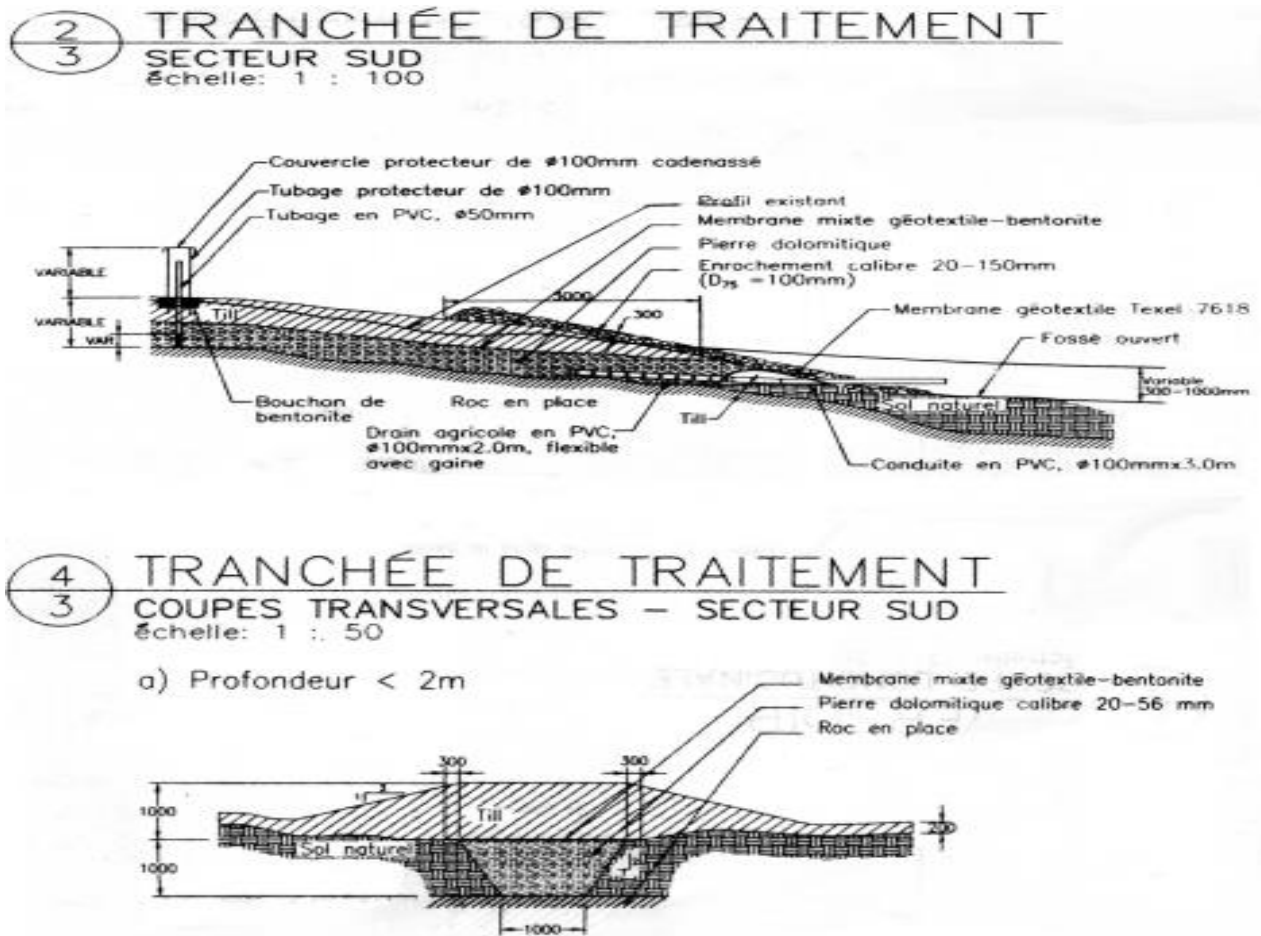
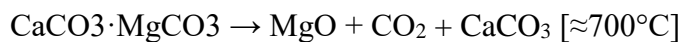


Figure 1.8 : Coupes longitudinales et transversales du drain Dol-3 [10]

4.2.3. La dolomie calcinée

La dolomite [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$] est un carbonate double de calcium et magnésium. Par calcination à une température d'environ 700°C , le carbonate de magnésium se décompose et donne de l'oxyde de magnésium (MgO) et du CO_2 , qui se dégage dans l'air. L'équation suivante présente cette décomposition partielle de la dolomite [7] :



Le produit obtenu après calcination, contient la calcite (CaCO_3) et la periclase (MgO) et présente une augmentation importante de la surface spécifique et du volume des pores [7]. La dolomite calcinée est généralement plus efficace pour la rétention des métaux qu'un agent actif comme le charbon actif granulaire (CAG) par exemple. Les autres applications de la dolomite calcinée mentionnées dans la littérature comprennent : la neutralisation des effluents acides, la stabilisation des boues organiques ou minérales et des déchets solides, l'isolation des substances chimiques dans les sols pollués, le traitement des eaux usées, ainsi que l'adsorption des gaz (oxydes d'azote, soufre, charbon) et d'autres contaminants toxiques. [15]

4.2.4. Les cendres de bois

Les cendres de bois sont des matériaux à faibles coûts et disponibles localement. Elles sont aussi connues pour leurs propriétés de rétention des métaux et pour leur pouvoir neutralisant. Elles sont donc des matériaux ayant un bon potentiel d'utilisation dans une filière de traitement où son principal rôle est alors de réduire la concentration de métaux en général et de fer en particulier. Elles ont ainsi démontré une grande efficacité dans l'optimisation des substrats alcalins dispersés (SAD) dans les traitements passifs de DMA, se distinguant comme étant la meilleure alternative économique au calcaire et à la dolomie malgré un épuisement de son alcalinité plus rapide à long terme. [23]

4.3. Traitement des DMA en Algérie

L'Algérie, jadis sans grands soucis concernant le domaine environnemental, s'est vu contrainte, au fil des ans et de son développement socioéconomique, de faire face aux problèmes liés à l'écologie. C'est le cas, par exemple, du domaine de l'activité minière qui a laissé des séquelles notamment via la génération des DMA dans les régions de Sidi Kamber et Boudoukha, où les riverains des anciennes mines abandonnés souffrent de l'absence d'agissement des autorités compétentes de l'état pour remédier aux problèmes de génération de DMA, ces dernières ne jugeant pas nécessaire de procéder à des systèmes de traitement de ces effluents acides.

**CHAPITRE 02 : METHODES
D'EXPERIMENTATION ET
CARACTERISATION DES
MATERIAUX**

Chapitre 02 : Méthodes d'expérimentation et caractérisation des matériaux

Introduction

Afin de pouvoir étudier la neutralisation du DMA par des matériaux naturels à l'échelle du laboratoire, nous avons réalisé une expérience en conditions statiques et des essais en Batch. L'étude à une petite échelle permet de contrôler les conditions de travail et de simplifier l'analyse des phénomènes et le nombre de paramètres à prendre en compte.

Dans le chapitre ci-présent, nous décrirons les matériaux naturels utilisés (caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique) avant et après la mise en contact de ces derniers avec le DMA synthétique ainsi que l'explication des protocoles qui ont été utilisés lors des expérimentations, la figure 2.1 résume toutes les expérimentations effectuées lors de notre travail au sein du laboratoire de génie minier de l'Ecole Nationale Polytechnique

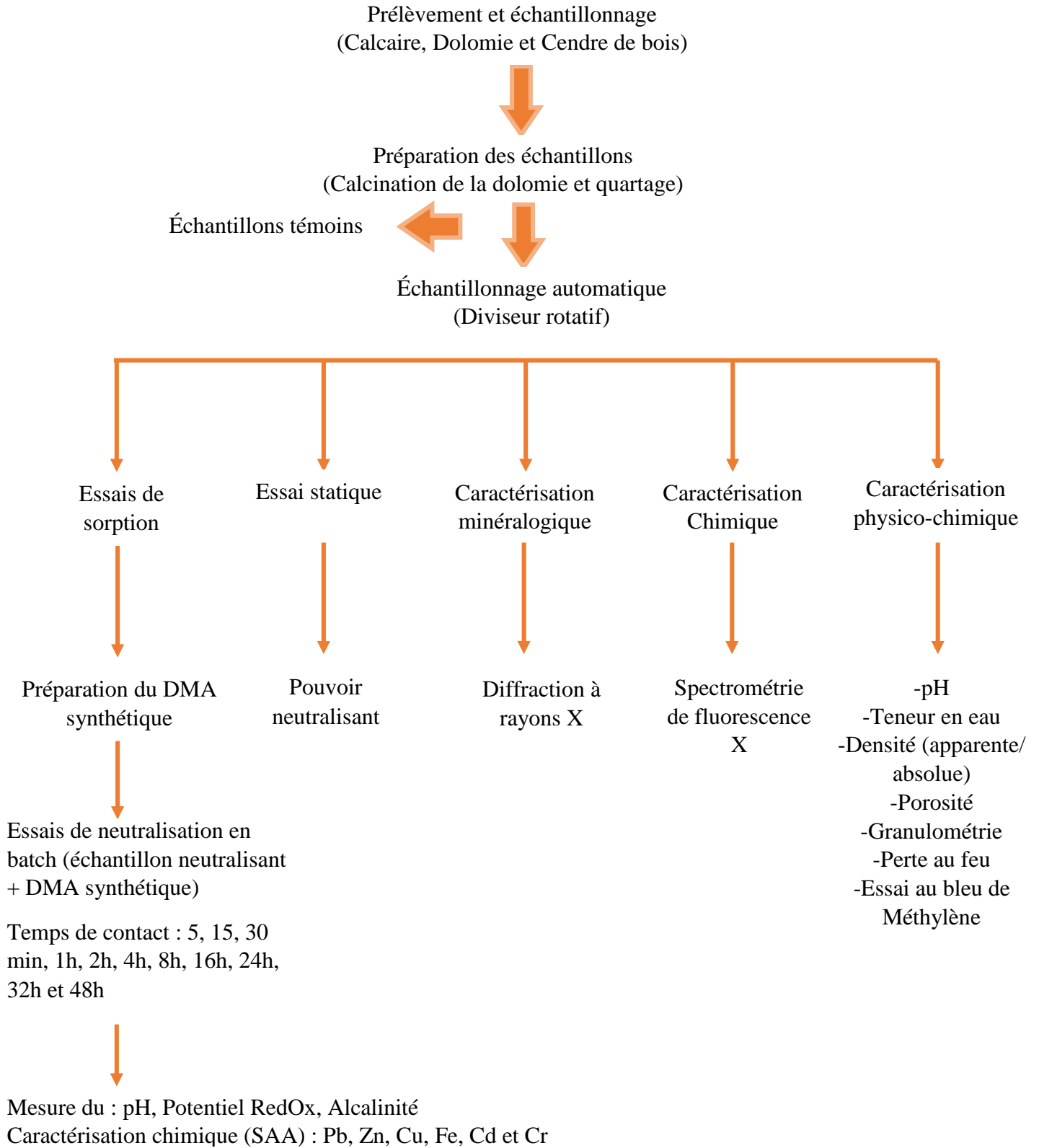


Figure 2.1 : Plan de travail suivis pour la partie expérimentale

1. Prélèvement et préparation des matériaux

1.1. Échantillonnage

Quatre matériaux ont été utilisés pour effectuer ce travail il s'agit du calcaire, la dolomie, la dolomie calcinée et des cendres de bois, ces matériaux proviennent de 3 sites différents situés dans le nord de l'Algérie. Le calcaire provient d'une carrière d'exploitation d'agrégat située à El Khroub à une dizaine de kilomètres à l'ouest de Constantine dans l'est algérien, la dolomie de la mine polymétallique d'El Abed sise à la frontière algéro-marocaine à 94km au sud-ouest du chef-lieu de la wilaya de Tlemcen dans l'ouest algérien, la dolomie calcinée est le produit d'une calcination de la dolomie d'El Abed, quant aux cendres de bois elles proviennent de l'incinération de bois d'oliviers en Kabylie dans la région de Michelet dans la commune de Ain EL Hammam sise à 45km au sud-est du chef-lieu de la ville de Tizi Ouzou. La carte ci-dessous (Figure 2.2) illustre la localisation géographique des sites d'où tiennent leurs origines ces matériaux :

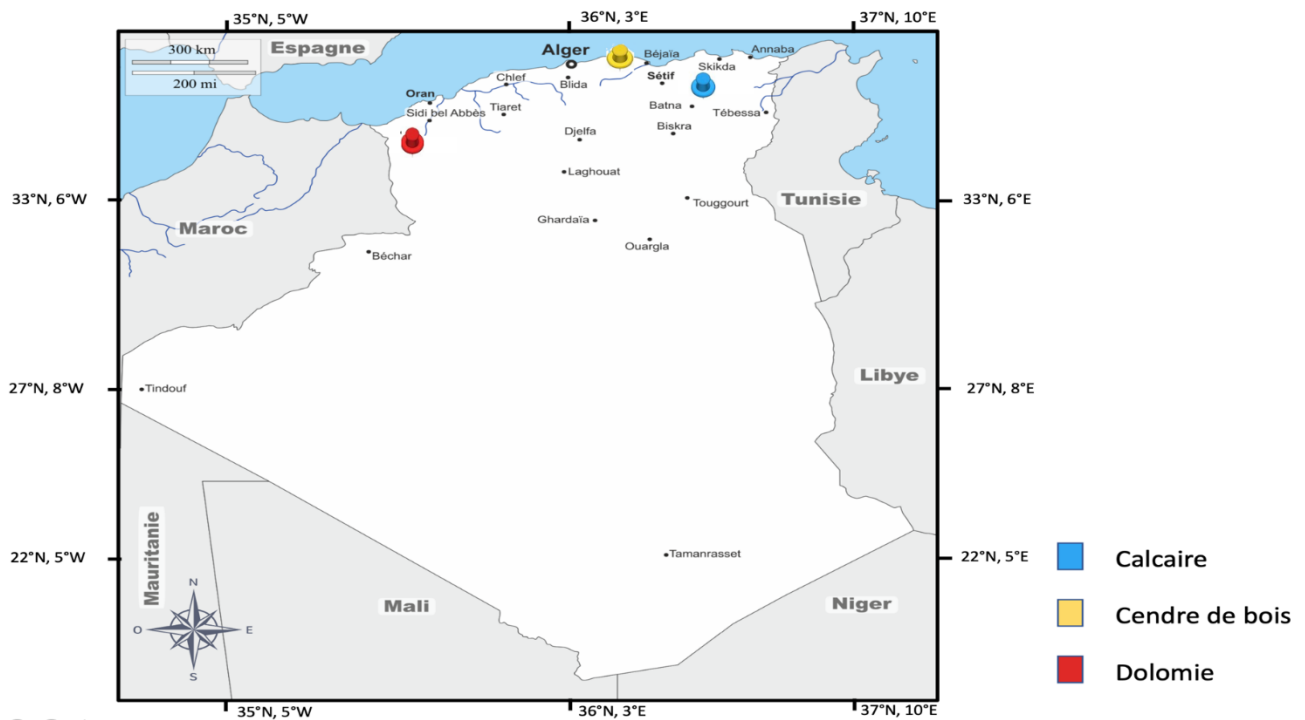


Figure 2.2 : Carte de provenance des échantillons testés

Le tableau suivant recense les trois sites d'où proviennent les matériaux utilisés durant ce travail et leurs coordonnées géographiques :

Tableau 2.1: Provenance des matériaux

/	Origine		Longitude	Latitude	Altitude
	Région	Ville			
Matériaux					
Calcaire	El Khroub	Constantine	6° 40' 60" Est	36° 16' 0" Nord	760m
Dolomie	El Abed	Tlemcen	1°23'44" Ouest	35°8'35" Nord	1200m
Cendre de bois	Michelet	Tizi-ouzou	4°18'34" Est	36°34'10" Nord	1080m

Les échantillons de calcaire (Figure 2.3 (a)) et de dolomie (Figure 2.3 (b)) ont subi un concassage, tandis que l'échantillon de dolomie calcinée (Figure (2.3(c)) a subi une calcination à 375°C pendant 16h. Tous les matériaux utilisés durant ce travail sont illustrés dans la Figure 2.3

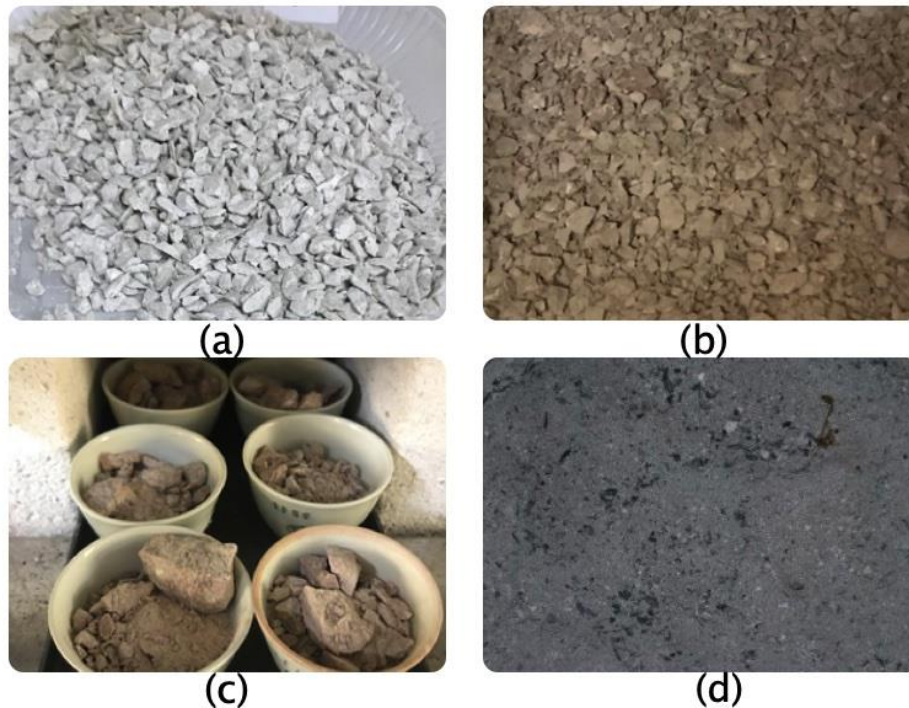


Figure 2.3: Illustration des matériaux utilisés : (a) calcaire, (b) dolomie, (c) dolomie calcinée et (d) la cendre de bois

1.2. Préparation des échantillons

Avant d'appréhender un matériau pour une quelconque finalité scientifique, il est nécessaire de le caractériser et cela en lui faisant subir un ensemble d'essais normalisés suivant des géométries et des tailles standardisées, cet ensemble de tests nous permettra d'avoir l'information quant à la

nature des propriétés physico-chimiques du matériau avant de procéder au travail auquel il est destiné.

Les essais de caractérisation au laboratoire sont précédés par ce que l'on appelle l'échantillonnage, et ce afin d'obtenir un échantillon homogène et représentatif du matériau et éviter ainsi tout résultat faussé. Ce dernier s'effectue généralement suivant 2 étapes majeurs :

1.2.1. Échantillonnage automatique au diviseur rotatif

Une fois le prélèvement récupéré, on passe à l'échantillonnage automatique, on place le prélèvement dans un échantillonneur (Figure 2.5) qui le sépare en huit parts égales dans des bocaux en verre, on règle la vitesse et le temps d'échantillonnage puis on attend la fin de l'opération pour récupérer nos échantillons.

Une fois l'échantillonnage du matériau effectué nous pouvons procéder à l'exécution des essais de caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique.



Figure 2.4 : Echantillonneur automatique

1.2.2. Quartage

Afin d'effectuer un quartage, L'échantillon est mis sous la forme d'un tas conique puis est étalé sous forme de galette. Cette dernière sera partagée en quatre parties égales, deux parties opposées seront gardés en tant qu'échantillon témoin (Figure 2.4), tandis que les deux autres seront combinés et utilisés pour les essais de caractérisation.

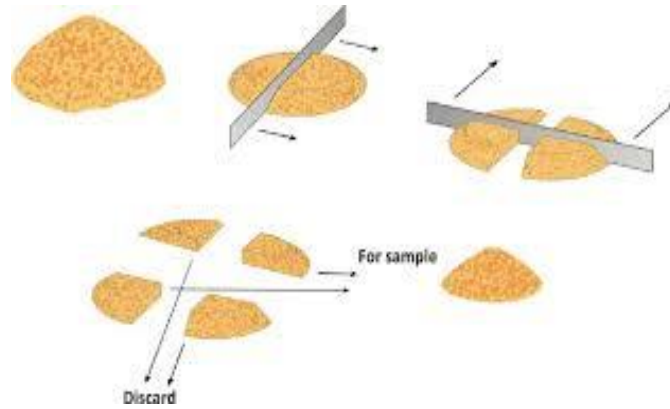


Figure 2.5 : Opération de quartage

2. Caractérisation des matériaux naturels

Regroupe l'ensemble des caractérisations et des tests que les échantillons qui nous intéressent subiront, qu'ils soient physico-chimiques, chimiques ou minéralogiques :

2.1. Caractérisation physico-chimique

2.1.1. Densité apparente (NF P 18-554)

La densité apparente est le type de densité que l'on utilise pour le calcul du poids volumique des granulats, pour la déterminer Il suffit de peser un bécher à vide et noter sa masse m_1 , verser l'échantillon dans le bécher en formant un entonnoir avec les mains à une hauteur de 10 cm du bécher, araser à l'aide de la règle, repeser le tout et noter sa masse m_2 (Figure 2.6) et enfin calculer sa densité comme suit :

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V}$$

V : volume du bécher utilisé

A noter que des béchers de différents volumes ont été utilisés et cela pour avoir des résultats plus représentatifs.



Figure 2.6 : pesée de la masse m_2 pour le calcul de la densité apparente

2.1.2. Densité absolue (NFP 94-054)

La densité absolue est la masse d'un mètre cube d'un matériau déduction faite de tous les vides entre et à travers les grains. Pour la calculer, nous utilisons l'essai du pycnomètre : on pèse un pycnomètre à vide soit m_0 sa masse, on y verse un matériau en poudre à l'aide d'un entonnoir et on pèse une deuxième fois, soit m_1 sa nouvelle masse, on le remplit ensuite à 2/3 de son volume avec une solution de xylène, Suite à sa décantation ; le pycnomètre doit être rempli à ras bord et pesé après lui avoir remis le bouchon et éliminé l'excédent, soit m_2 sa masse (Figure 2.7), on pèse une dernière fois le pycnomètre rempli de xylène seulement soit m_3 sa masse. La densité absolue est ensuite calculée suivant la formule suivante :

$$\rho = \rho_{liquide} \frac{m_{solide}}{m_{solide} - (m_3 - m_4)} \quad \text{avec : } m_{solide} = m_1 - m_0$$



Figure 2.7 : pesée des masse m_1 , m_2 et m_3

2.1.3. Teneur en eau (NFEN 1097-5)

La teneur en eau d'un matériau est la quantité d'eau retenue par ce matériau. Elle est déterminée en mettant un échantillon de matériau humide de masse connue M_h dans un creuset placé dans une étuve pendant 24 heures à 105°C. Après la dessiccation, le creuset est récupéré puis pesé soit M_s (masse du matériau sec). Une fois l'opération de pesage effectuée, on calcule la teneur en eau du matériau en utilisant la formule suivante :

$$w(\%) = \frac{M_h - M_s}{M_s} \times 100$$



Figure 2.8 : détermination de la teneur en eau

2.1.4. Perte au feu (NF EN 15169)

La perte au feu exprime la variation de la masse d'un échantillon après un séchage et un chauffage dû à la perte des composés volatils et de matière organique ou à l'incorporation d'atome d'oxygène (On parle dans ce cas de gain de feu). Pour déterminer la perte au feu d'un échantillon (PAF), on procède d'abord à un séchage à 105°C (Figure 2.9(a)) d'un échantillon de masse connue m_0 mis dans un creuset dans une étuve pendant 24h, ensuite ce même échantillon sera calciné à 375°C (Figure 2.9(b)) pendant 16h. On notera sa nouvelle masse m_1 .

La PAF s'exprime souvent en pourcentage suivant la relation ci-dessous :

$$PAF = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100$$

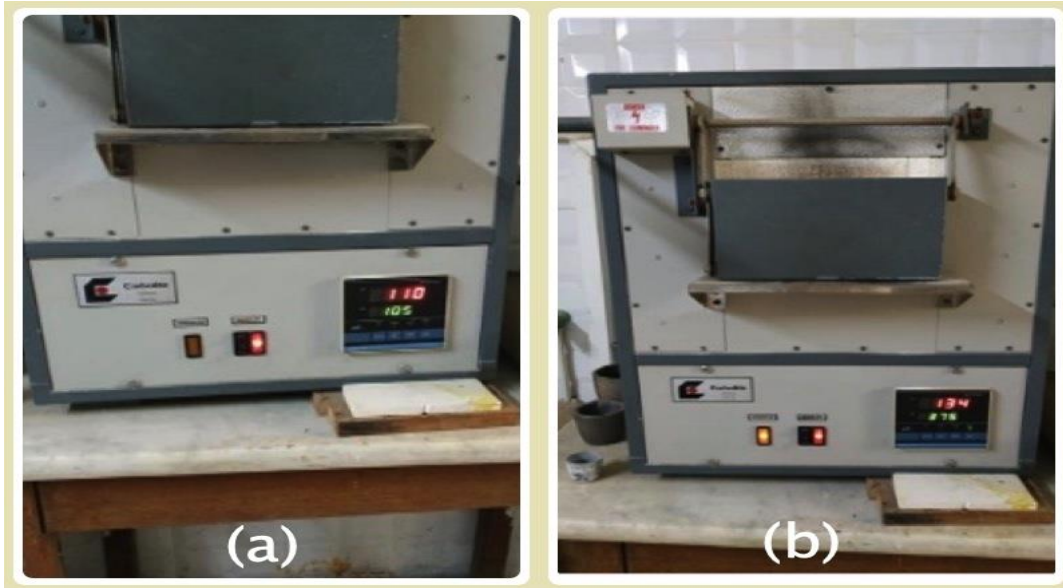


Figure 2.9 : Séchage (a) et calcination (b) d'un échantillon

2.1.5. Porosité (NF P94-410-3)

La porosité d'un matériau représente le rapport entre le volume des pores et le volume total du matériau. Elle est déterminée en mettant un échantillon de masse M_0 dans l'eau froide, cette eau est ensuite portée à ébullition pendant 2 heures afin de chasser l'air se trouvant dans les pores et saturer ces derniers d'eau, ensuite on récupère l'échantillon, on l'essuie puis on pèse la nouvelle masse M_1 pour enfin calculer la porosité en utilisant la formule suivante :

$$P(\%) = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \times Mv_a \times 100 \text{ En prenant } Mv_a = 2,7 \text{ g/cm}^2.$$



Figure 2.10: Mode opératoire de détermination de la porosité

2.1.6. Analyse granulométrique (NF EN 933-1)

L'analyse granulométrique d'un matériau consiste à déterminer la distribution des grains de l'échantillon en fonction de leurs dimensions. Pour cela, on prend une quantité connue du matériau à étudier, Les tamis sont désignés suivant leurs mailles et sont choisis de sorte que la maille de chaque tamis doit correspondre à la maille du précédant multipliée par $\sqrt[3]{2} = 1,259$ (ainsi que la disponibilité des tamis). Une fois les tamis sélectionnés, on choisit la quantité de l'échantillon à tamiser, cette masse doit vérifier la contrainte suivante :

$$0,2D < M < 0,6D$$

Avec :

D : diamètre maximal de l'échantillon en mm.

M : la masse de l'échantillon à tamiser en kg.

On monte la colonne des tamis dans l'ordre décroissant de l'ouverture des mailles en ajoutant le couvercle et le fond, ensuite on verse le matériau dans la colonne et met la tamiseuse en marche pendant une durée qui dépend du nombre de tamis qui composent la colonne (5 minutes pour chaque tamis). Une fois le tamisage terminé, on passe au pesage des refus de la colonne de tamis (Figure 2.11).

Après le pesage, on calcule le pourcentage des refus cumulés des tamis et on déduit les pourcentages des tamisats cumulés pour pouvoir dessiner la courbe des pourcentages des tamisats cumulés en fonction des ouvertures des mailles (en ordonnées : pourcentages des tamisats cumulés,

échelle arithmétique. En abscisses : les ouvertures des mailles, échelle logarithmique.), une fois la courbe dessinée, on détermine d_{10} , d_{30} et d_{60} pour calculer les coefficients de courbure C_c et d'uniformité C_u en utilisant les formules suivantes :

$$C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{60} \times d_{10}}$$

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

Avec d_i : diamètre de la maille pour laquelle le pourcentage des tamisats cumulés est égal à $i\%$.



Figure 2.11: Illustration d'une analyse granulométrique

2.1.7. Essai au bleu de méthylène (NF P 94-068)

L'essai de bleu de méthylène permet d'évaluer la surface spécifique d'échange d'un matériau argileux, dans le cas d'un sol il permet de déterminer la valeur de la fraction argileuse présente dans ce dernier en se basant sur sa capacité d'adsorption.

L'essai consiste en une succession d'injection de 5mL d'une solution de bleu de méthylène à une suspension contenant 100g d'un échantillon broyé à 200 μ m et 500mL d'eau distillée maintenue en

agitation à 400tr/min (Figure 2.12). On devra ensuite prélever une goutte de suspension suivant une période d'une minute que l'on déposera sur un papier chromatographique.

Les injections sont poursuivies jusqu'à l'apparition d'une auréole bleue autour de la tache prélevée (Figure 2.13), on dira alors que le test est positif et que l'adsorption du bleu de méthylène par les particules argileuses est terminée. On suivra ainsi le plan de travail suivant :

Si le test est positif : Nous effectuons 5 tests consécutifs à intervalle de 1mnt pour confirmer que le test est bien positif.

Si le test est négatif : on ajoute à nouveau 5ml :

- Si le test devient positif on refait le test 5 fois pour confirmer que c'est bien positif.
- Si le test reste négatif on continue avec des ajouts de 5ml jusqu'à ce qu'il devienne positif.

Si au cours de la confirmation le test redevient négatif on fait des ajouts de 2ml jusqu'à la réapparition de la positivité du test.

Les résultats de l'essai du bleu de méthylène sont interprétés en calculant la valeur de bleu (VBS) suivant la formule suivante, (ARVOR géotechnique Fiche MPL-FT-04) :

$$VBS = \frac{B}{M} \times 100$$

B : masse de bleu de méthylène utilisé

M : masse sèche de la prise d'essai

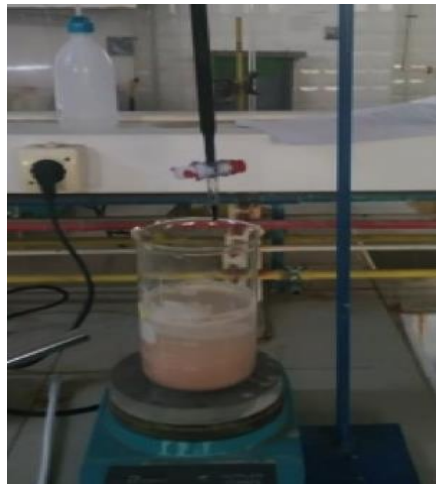


Figure 2.12 : titrage de la suspension contenant le matériau par une solution de bleu de méthylène

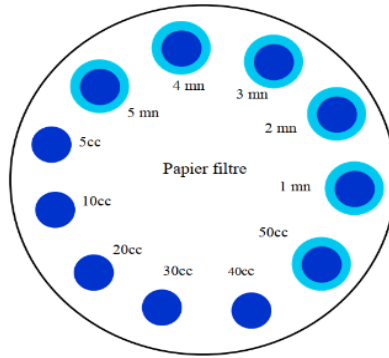


Figure 2.13 : mise en évidence de l'auréole bleu sur le papier filtre

Une fois la valeur de bleu (VBS) déterminée ; deux autres paramètres physiques peuvent être définis que sont :

- **La capacité d'échange ionique (CEC)** qui mesure la capacité d'un échantillon à retenir et à échanger des cations, permettant ainsi d'en savoir plus sur la nature de ce sol, il est exprimé en milliéquivalent par 100g de sol et est calculé suivant la formule empirique ci-dessous :

$$CEC \left(\frac{m_{eq}}{100g} \right) = \frac{VBS}{374}$$

- **La surface spécifique de l'échantillon (Ss)** qui est définie comme étant la somme des surfaces des grains formant l'échantillon, elle permet de nous informer sur la quantité d'argiles présente dans l'échantillon testé et nous informe ainsi sur sa propreté. Elle est exprimée en m²/g et est calculée suivant la formule empirique ci-dessous :

$$Ss(m_2/g) = 20.9 \times VBS$$

2.1.8. pH (ISO 10390 :2005)

Le pH est un coefficient qui nous permet de déterminer l'acidité ou la basicité d'un matériau. Afin de le déterminer, on prépare une solution composée du matériau étudié et d'eau distillée avec un rapport solide/liquide égal à 1/5, on agite pendant 30 secondes et on laisse reposer 20minutes, on répète l'opération (agitation pendant 30 secondes puis repos 20 minutes) 3 fois, après les dernières 20 minutes de repos, on mesure le pH à l'aide d'un pH-mètre (Figure 2.14).



Figure 2.14 : Procédés de détermination du pH

2.2. Caractérisation chimique

Cette caractérisation nous informe sur la composition chimique de l'échantillon et se fait par spectrométrie à fluorescence X (XRF).

2.2.1. Spectrométrie à Fluorescence X (XRF)

La XRF est une technique non destructrice qui permet de déterminer les différents éléments chimiques constituant un échantillon et de les quantifier dans des gammes très larges, elle se base sur la transition d'état énergétique des atomes constituant l'échantillon sous l'effet d'un faisceau de rayons X. Elle est capable de détecter des éléments dans des concentrations allant du ppm (parties par million) à 100 % [32].

Appareillage

La fluorescence à rayons X comprend l'appareillage suivant :

- **Une source d'excitation** : provoque l'émission d'un spectre de rayons X caractéristique de la composition de l'objet ;
- **Un détecteur et un analyseur de rayonnement** : identifient les raies composant le spectre.
- **Un ordinateur ou dispositif d'enregistrement** : permet d'interpréter les résultats détectés.

Principe

Dans cette méthode, nous utilisons les rayons X pour exciter les atomes qui sont dans l'échantillon, ce qui leur fait émettre des rayons X à énergie caractéristique de chaque élément présent. L'intensité et l'énergie de ces rayons X sont ensuite détectées, mesurées puis envoyées vers un ordinateur pour être interprétées (Figure 2.15).

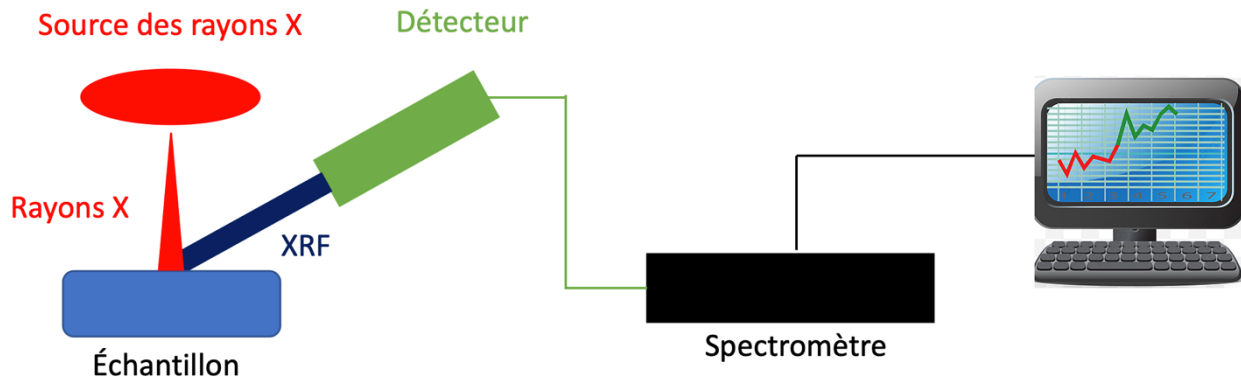


Figure 2.15: Schéma explicatif du principe de la XRF

2.3. Caractérisation minéralogique

Cette caractérisation nous informe sur la composition minéralogique de l'échantillon et se fera en utilisant la Cristallographie aux Rayons X (DRX)

2.3.1. Diffraction aux Rayons X (DRX)

La DRX permet de distinguer les différents arrangements cristallins constituant un échantillon. Elle donne aussi des informations sur les phases, les orientations privilégiées du cristal (texture) et d'autres paramètres structuraux comme la taille moyenne du grain, la cristallinité, la tension et les défauts des cristaux.

Appareillage

L'appareillage de la diffraction au rayon X comprend :

- Un générateur de haute tension (60kV maximum) et de courant (60 mA maximum).
- Un tube à RX (anticathode cuivre, molybdène, cobalt...) (dispositif permettant de générer des rayons X).
- Un détecteur identifiant les raies composant le spectre.
- Un Ordinateur ou dispositif d'enregistrement.

Principe

Elle se base sur la diffraction d'un faisceau de rayons X sur la surface d'un échantillon. La mesure des angles des rayons X diffractés sur la surface de l'échantillon testé et leurs intensités permet de connaître les dimensions et les structures des mailles cristallines formant un échantillon. La technique n'est valable que pour les matériaux cristallins et se fait sans perte d'énergie, pour les matériaux non cristallins, nous parlons de diffusion [28].

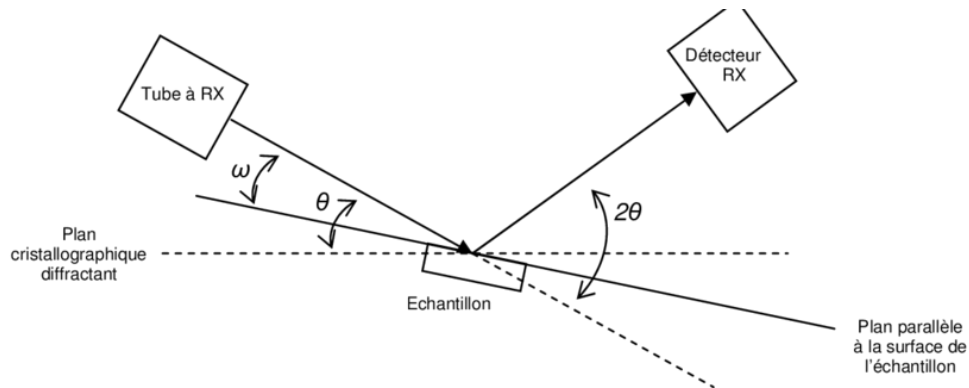


Figure 2.16 : schéma explicatif du principe de la DRX

3. Essais statiques

Afin d'aider l'industrie minière à lutter contre les DMA, des tests en laboratoire ont été développés afin de prédire la formation de ces derniers et de jauger la capacité de certains matériaux à les neutraliser. Parmi ces tests, il y a ce que nous appelons les tests statiques chimiques [19, 21, 31], qui ont la capacité d'être efficaces, rapides et qui permettent de fournir des résultats convaincants en l'espace d'une journée. Ces tests se basent sur l'évaluation d'un facteur appelé potentiel de neutralisation noté « PN ».

3.1. Le pouvoir neutralisant

Le pouvoir neutralisant (PN) d'un échantillon solide consiste en sa capacité à neutraliser les acides générés lors de l'oxydation des sulfures, Il est exprimé en kg CaCO_3/t (équivalent en calcite).

On le détermine en faisant réagir pendant 24 heures sous agitation magnétique (Figure 2.17a) ; 2g d'un échantillon (placé dans 200ml d'eau) broyé à $250\mu\text{m}$ avec une quantité d'HCl 1N à déterminer via un test d'effervescence nommé le test Fizz. Ce dernier consiste en une mise en contact direct d'un petit échantillon sur un verre de montre avec une solution HCl 25% sous une hotte, et de l'attribution d'un adjectif décrivant l'intensité du pétilllement de la réaction. La quantité de HCL 1N à ajouter au départ dépendra donc de la nature de cet adjectif suivant le tableau suivant :

Tableau 2.2: Quantité de HCl à ajouter selon l'intensité du pétilllement de la réaction de fizz

/	Quantité de HCl 1N à ajouter (mL)	
	T=0h	T=2h
Réactivité Fizz		
Aucune	1	1
Légère	2	1
Modéré	2	2
Forte	3	2

Après 22 heures de réaction, le pH du mélange échantillon + HCL est mesuré à l'aide d'un pH-mètre, trois cas peuvent se présenter :

- 1- $\text{pH} > 2,5$: dans ce cas de figure, on ajuste le pH dans l'intervalle 2,0 à 2,5 à l'aide d'un volume mesuré de HCl 1N (Figure 2.17b) et on note le volume utilisé. Puis on laisse l'agitation jusqu'à 24h et on l'arrête.
- 2- $2,5 > \text{pH} > 2,0$ on continue toujours l'agitation jusqu'à 24h.
- 3- $\text{pH} < 2,0$: La quantité totale d'acide ajoutée au temps = 0h et au temps = 2h était trop grande. L'essai est à refaire avec des quantités d'HCL 1N moins grandes.

Après 24 heures, la quantité excédentaire d'acide doit être titrée par une solution de NaOH 0,1N jusqu'à un pH de 8,3 (Figure 2.17c). Le volume de NaOH utilisé doit être noté.

A la fin de l'expérience, le pouvoir neutralisant (PN) est calculé suivant la formule suivante, [5] :

$$PN = \frac{[(N_{HCl} \times V_{HCl}) - (N_{NaOH} \times V_{NaOH})]}{m} \times 50$$

N_{HCl} : Normalité de HCl en mol/L

V_{HCl} : Volume total de HCl ajouté en mL

N_{NaOH} : Normalité de NaOH en mol/L

V_{NaOH} : Volume total de NaOH ajouté en mL

m : masse de l'échantillon testé lors de l'expérience

50 : Facteur stœchiométrique de conversion d'unité



Figure 2.17 : Etapes de détermination du PN

4. Description des essais de sorption

4.1. Préparation du DMA synthétique

Les essais de la neutralisation par les matériaux naturels ont été réalisés en utilisant un DMA synthétique préparé au sein du laboratoire de l'école nationale polytechnique, ses composants sont présentés dans le tableau 2.3

Tableau 2.3 : Composition du DMA synthétique

Elements	Selshydratés	Quantités(mg/l)
Cd	CdSO ₄ .8H ₂ O	2
Cr	CrK(SO ₄) ₂ .12H ₂ O	1.5
Fe	FeSO ₄ .7H ₂ O	600
Mg	MgSO ₄ .7 H ₂ O	20
Mn	MnSO ₄ .H ₂ O	30
Pb	Pb(NO ₃) ₂	0.6
SO ₄ ²⁻	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O	3500
Zn	ZnSO ₄ .7H ₂ O	20
Cu	CuSO ₄ .5H ₂ O	25

Les sels utilisés ont été solubilisés dans de l'eau distillée, ensuite le pH a été fixé à 3 en utilisant une solution d'acide nitrique HNO₃ à 1N (Figure 2.18)



Figure 2.18 : étapes de préparation du DMA synthétique, à gauche les composants du DMA, au milieu l'ajustement du pH à 3 et à droite un litre de DMA

4.2. Essais de neutralisation en Batch

De nombreux tests de neutralisation en batch par les quatre matériaux cités auparavant ont été réalisés en milieu oxygène. Les essais ont été effectués dans des fioles Erlenmeyer de 250mL (Figure 2.19), dans lesquelles une quantité de matériau et un volume de DMA ont été mis avec un rapport liquide/solide donné (L/S=1,25 pour le calcaire, la dolomie et la dolomie calcinée et L/S =1,73 pour la cendre de bois). Les erlenmeyers sont ensuite placés dans un agitateur orbital de la marque OHAUS à une vitesse de 200tr/min pour maintenir le contact entre le DMA synthétique et les matériaux neutralisants (Figure 2.20).



Figure 2.19 : préparation des fioles Erlenmeyer



Figure 2.20 : mise en agitation orbitale des échantillons

Les propriétés physico-chimiques telles que le pH, le potentiel d'oxydoréduction et l'alcalinité sont mesurées suite à la mise en contact du DMA avec les quatre matériaux ainsi qu'après 5 min, 15 min, 30min, 1h, 2h, 4h, 8h, 16h, 24h, 32h et 48h.

Après chaque essai les lixiviats sont récupérés, filtrés en utilisant des filtres seringues 0,45 μ m, puis mis dans des tubes à essai en leur ajoutant 2% du volume de lixiviat d'acide nitrique concentré pour garder les propriétés du DMA synthétique et pour qu'il n'y ait pas une précipitation des oxydes (Figure 2.21)



Figure 2.21 : à gauche l'opération de filtration, au milieu l'ajout de l'acide nitrique à droite la mise en tube des lixiviats

4.3. Analyse des lixiviats

L'analyse des lixiviats lors des essais en Batch se fait par la surveillance des paramètres électrochimiques de ces derniers suivant des intervalles de temps bien définis, puis par une caractérisation chimique des lixiviats.

4.3.1. Les paramètres électrochimiques

L'étude et le suivi des paramètres électrochimiques et ensuite la comparaison entre les résultats obtenus avec les différents matériaux ; nous permettra de comprendre le phénomène de neutralisation des DMA par des matériaux naturels et nous permettra de savoir lequel des matériaux utilisés est le plus performant. Ces paramètres sont au nombre de 3 et sont recensés ci-dessous

- pH

Définit l'acidité du lixiviat, le suivi de sa variation se fera par le biais d'un pH-mètre de marque JENWAY 3510 (Figure 2.22), et ce, en calibrant l'appareil par le biais de solutions tampons de pH : 4, 7 et 9 puis en plongeant son électrode dans un Erlenmeyer contenant le lixiviat, permettant ainsi d'afficher sa valeur.



Figure 2.22: Mesure du pH d'un lixiviat

- Potentiel Redox

Définit les échanges électriques se déroulant lors des réactions, son suivi se fera en utilisant la même méthode que pour le suivi du pH et ce, en utilisant une autre fonctionnalité du pH-mètre EUTECH ION 2700 (Figure 2.23) qui permet de lire la valeur du potentiel Redox du lixiviat. Sa valeur s'exprime en Volt. Le potentiel d'oxydoréduction a été mesuré par rapport à l'électrode de référence Pt/Ag/AgCl et a été reporté à des valeurs de potentiel relatives à l'électrode normale

d'hydrogène. Nous corrigeons les valeurs donc en ajoutant 220mV aux valeurs du potentiel d'oxydoréduction mesurées.



Figure 2.23: mesure du potentiel d'oxydoréduction des lixiviats

- **Alcalinité**

Définit la capacité d'un effluent à neutraliser les acides, sa détermination se fait par le titrage d'un volume B de l'échantillon (lixiviat) par une solution de H₂SO₄ 0.02N jusqu'à un pH de 4.5 (Figure 2.24), si le volume ajouté de H₂SO₄ est supérieur à B, l'essai est à refaire avec une solution de H₂SO₄ 0.1N, sa valeur s'exprime en mg/L CaCO₃ et se détermine suivant la formule ci-dessous :

$$C = \frac{A \times N \times 50\,000}{B}$$

C : Alcalinité totale en mg/L CaCO₃.

A : Volume de la solution de H₂SO₄ ajouté en mL.

B : Volume de l'échantillon en mL.

N : Normalité de la solution de H₂SO₄ utilisée (N).

50 000 : Poids d'un équivalent de CaCO₃ en mg.



Figure 2.24 : Mesure du pH lors de la détermination de l'alcalinité

4.3.2. Analyse chimique des lixiviats

L'analyse chimique des lixiviats obtenus lors des essais de Batch se fera par spectrométrie d'absorption atomique

Spectrométrie d'absorption atomique

La SAA permet de déterminer la concentration en éléments métalliques et métalloïdes présents dans un échantillon, sa sensibilité permet de chercher des éléments à l'échelle du ppm (parties par million).

Appareillage

- Bruleur
- Monochromateur
- Détecteur
- Dispositif d'enregistrement

Principe

Elle se base sur l'atomisation d'un échantillon à l'aide de la flamme d'un bruleur dans une gamme allant de 2000°C à 3000°C selon la nature de l'échantillon, les ions le constituant sont ensuite dirigés vers un monochromateur où chaque élément présent dans l'échantillon absorbe une longueur d'onde associée, le détecteur identifie ensuite les raies constituant le spectre atomique, et envoie les résultats vers un enregistreur (Figure 2.25)

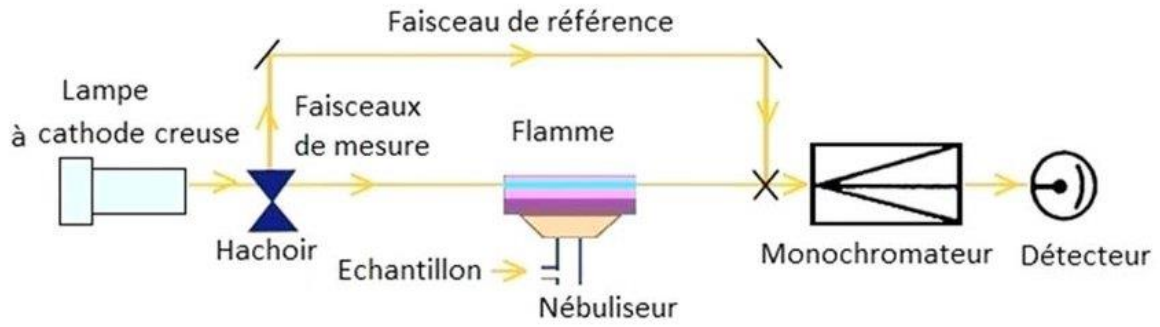


Figure 2.25 : Schéma du spectromètre d'absorption atomique à double faisceau (Beaty et Kerber, 1993)

CHAPITRE 03 : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Chapitre 03 : Résultats et discussion

Ce chapitre présente tous les résultats et les interprétations des différentes expérimentations réalisées dans notre travail. Tout d'abord, les propriétés physico-chimiques, chimiques et minéralogiques des matériaux neutralisants. Par la suite les résultats des essais de statiques et en Batch, et enfin les résultats de l'analyse chimique des lixiviats.

1. Caractérisation physico-chimique

Les résultats des tests de caractérisation physico-chimiques sont recensés ci-dessous :

1.1. Densité

Toutes les valeurs de densité apparente et absolue sont représentées dans les tableaux 3.1 et 3.2

Tableau 3.1 : Valeurs de la densité apparente des matériaux

Matériau	Numéro de l'essai	V (mL)	M ₀ (g)	M ₁ (g)	Densité apparente (g/cm ³)	Densité apparente moyenne (g/cm ³)
Calcaire	1	250	105	564	1,836	1,76
	2	250	105	560	1,82	
	3	1075	250	1992	1,62	
Dolomie	1	250	105	618	2,05	1,91
	2	250	105	594	1,96	
	3	1075	250	2090	1,71	
Dolomie calcinée	1	100	65	239	1,74	1,77
	2	100	65	233	1,68	
	3	100	65	244	1,9	
Cendre de bois	1	250	105	298	0,77	0,69
	2	250	105	265	0,64	
	3	250	105	277	0,68	

Avec : V : Volume du bécher ;
M₀ : Masse du bécher vide ;
M₁ : Masse du bécher + échantillon.

Tableau 3.2: Valeurs de la densité absolue des matériaux

Matériau	Numéro de l'essai	M ₀ (g)	M ₁ (g)	M ₂ (g)	M ₃ (g)	Densité absolue (g/cm ³)	Densité absolue moyenne g/cm ³)
Calcaire	1	31	41	90	84	2,65	2,7
	2	31	39	89	84	2,92	
	3	31	38	88	84	2,55	
Dolomie	1	31	37	88	84	3,48	4,38
	2	31	40	90	84	3,29	
	3	31	42	93	84	6,38	
Dolomie calcinée	1	32	34	86	84	5,55	3,88
	2	31	33	85	84	3,65	
	3	30	32	85	84	2,44	
Cendre de bois	1	31	34	84	84	1,09	1,19
	2	31	34	85	84	1,8	
	3	31	34	83	84	0,69	

Avec :

M₀ : Masse du pycnomètre vide ;

M₁ : Masse du pycnomètre + échantillon sec ;

M₂ : Masse du pycnomètre + échantillon + liquide (xylène) ;

M₃ : Masse du pycnomètre + liquide (xylène).

Interprétation

Les résultats obtenus lors des calculs de la densité apparente et absolue correspondent aux valeurs conventionnelles de densités de ces matériaux, nous remarquons que les valeurs de densités absolues sont plus grandes que celles de densités apparentes, ceci est dû au fait que cette dernière prend en compte les vides inter-granulaires et est calculée en se basant sur un échantillon non broyé, nous remarquons aussi que la calcination fait diminuer la densité de la dolomie, ceci revient au fait que sa porosité ait augmenté avec la calcination.

1.2. Teneur en eau

Les résultats des valeurs de teneur en eau sont représentés dans le tableau 3.3

Tableau 3.3 : Valeurs de la teneur en eau des matériaux

Matériau	Numéro de l'essai	M _h	M _s	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)
Calcaire	1	10,39	10,3	0,87%	0,91%
	2	8,46	8,41	0,59%	
	3	6,36	6,28	1,27%	
Dolomie	1	10,00	9,95	0,50%	0,37%
	2	10,01	9,98	0,30%	
	3	10,1	10,07	0,30%	
Cendre de bois	1	3,37	3,345	0,75%	0,75%
	2	2,84	2,82	0,71%	
	3	2,56	2,54	0,79%	

Interprétation

Les résultats des essais de la teneur en eau effectués sur les matériaux de neutralisation se rapprochent entre eux. Le calcaire est le matériau avec la teneur en eau la plus grande évaluée à 0.91%, elle est plus importante que les teneurs en eau de la cendre de bois et de la dolomie, qui sont de 0.75% et 0,37% (respectivement).

1.3. Perte au feu

Les résultats des tests de la perte au feu sont représentés dans le tableau 3.4

Tableau 3.4: Valeurs de la perte au feu des matériaux

Matériau	Numéro de l'essai	M ₀	M ₁	Perte au feu (%)	Perte au feu moyenne (%)
Calcaire	1	9,88	9,81	0,71%	0,4%
	2	10,14	10,11	0,30%	
	3	9,95	9,93	0,20%	
Dolomie	1	9,94	9,89	0,50%	0,43%
	2	9,99	9,94	0,50%	
	3	10,12	10,09	0,30%	
Cendre de bois	1	10,00	9,73	2,70%	4,04%
	2	10,01	9,58	4,30%	
	3	9,98	9,47	5,11%	

Interprétation

Nous constatons des pertes au feu faibles de respectivement 4 ‰ et 4.3 ‰ pour le calcaire et la dolomie et une forte perte au feu de 40.4 ‰ pour la cendre de bois, Ces valeurs correspondent à la perte en matière organique des matériaux testés, nous pouvons donc décrire les teneurs en matière organique de ces matériaux dans le tableau suivant :

Tableau 3.5 : interprétation des résultats de la perte au feu

Matériau	Description
Calcaire	Matériau très pauvre en matière organique.
Dolomie	Matériau très pauvre en matière organique.
Centre de bois	Matériau très riche en matière organique.

La faible teneur en matière organique du calcaire et de la dolomie revient au fait qu'ils soient formés à partir de processus inorganiques, tandis que la forte teneur en MO des cendres de bois revient à son origine végétale.

1.4. pH

Les valeurs du pH des matériaux testés sont représentées dans le tableau 3.6, quant à leur interprétation elle est représentée dans le tableau 3.7

Tableau 3.6 : Valeurs de pH des matériaux

Matériau	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Cendre de bois
pH	8.51	8.39	10.42	11.7

Tableau 3.7 : Interprétation des résultats du pH

Matériau	Interprétation
Calcaire	Fortement alcalin
Dolomie	Fortement alcalin
Dolomie calcinée	Très fortement alcalin
Cendre de bois	Très fortement alcalin

D'après les résultats obtenus des essais de pH sur les matériaux de neutralisation utilisés, on remarque que tous les matériaux sont soit : fortement alcalins ou très fortement alcalins.

Les valeurs de pH de la dolomie calcinée et de la cendre de bois obtenues sont : 10.42 et 11.7 respectivement, elles sont supérieures à celles du calcaire et de la dolomie dans son état naturel qui sont de : 8.51 et de 8.39 respectivement, ce qu'il nous mène à dire que la dolomie calcinée et la cendre de bois sont plus alcalins que le calcaire et la dolomie. Aussi, la calcination a un effet d'alcalinisation sur la dolomie, cela est dû à la libération de la chaux de la réaction de calcination de la dolomie.

1.5. Porosité

Les valeurs de la porosité des matériaux testés sont représentées dans le tableau 3.8

Tableau 3.8 : Valeurs de la porosité des matériaux

Matériau	Numéro de l'essai	M ₀	M ₁	Porosité (%)	Porosité moyenne (%)
Calcaire	1	100.00	102.00	5,40%	5,99%
	2	85.00	87.00	6,35%	
	3	87.00	89.00	6,21%	
Dolomie	1	35.00	35,67	5,17%	3,22%
	2	27.00	27,32	3,20%	
	3	25,33	25,45	1,28%	
Dolomie calcinée	1	11,42	11,49	1,65%	4,04%
	2	9,98	10,09	2,98%	
	3	10,08	10,36	7,50%	

Interprétation

Les valeurs de porosité obtenues sont différentes les unes des autres, le calcaire est le plus poreux des matériaux avec une porosité de 5.99%, on peut constater aussi que la dolomie quand elle subit une calcination, devient plus poreuse, tel que, à son état naturel sa porosité est de 3.22 % et de 4.046% après calcination

1.6. Granulométrie

L'analyse granulométrique du calcaire, dolomie et des cendres de bois a donné les valeurs (Tableau 3.9, 3.10, 3.11), courbes (Figure 3.1), et coefficients d'uniformité et courbure suivants (Tableau 3.12) :

Tableau 3.9 : Analyse granulométrique du calcaire

Fraction	10mm	8mm	5mm	3,15mm	2,5mm	1,6mm	1,25mm	800µm	500µm	315µm	250µm	160µm	100µm	>80µm	<80µm
Refus (g)	41	89	259	198	76	124	49	57	40	15	7	9	12	11	11
Refus cumulés(g)	41	130	389	587	663	787	836	893	933	948	955	964	976	987	998
Refus cumulés (%)	4,1	13	38,9	58,7	66,3	78,7	83,6	89,3	93,3	94,8	95,5	96,4	97,6	98,7	99,8
Tamisats cumulés (%)	95,9	87	61,1	41,3	33,7	21,3	16,4	10,7	6,7	5,2	4,5	3,6	2,4	1,3	0,2

Tableau 3.10 : Analyse granulométrique de la dolomie

Fraction	10mm	8mm	5mm	3,15mm	2,5mm	1,6mm	1,25mm	800µm	500µm	315µm	250µm	160µm	100µm	>80µm	<80µm
Refus (g)	101	110	230	140	62	90	29	41	30	20,13	13,34	33,28	51	18	11
Refus cumulés (g)	101	211	441	581	643	733	762	803	833	853,13	866,47	899,75	950,75	968,75	979,75
Refus cumulés (%)	10,1	21,1	44,1	58,1	64,3	73,3	76,2	80,3	83,3	85,3	86,6	90	95,1	96,9	98
Tamisats cumulés (%)	89,9	78,9	55,9	41,9	35,7	26,7	23,8	19,7	16,7	14,7	13,4	10	4,9	3,1	2

Tableau 3.11: Analyse granulométrique des cendres de bois

Fraction	5mm	3,15mm	2,5mm	1,6mm	1,25mm	800µm	500µm	315µm	250µm	160µm	125µm	80µm	>63µm	<63µm
Refus (g)	22	41	20	36	16	21	24	24	27	51	41	27	23	221
Refus cumulés (g)	22	63	83	119	135	156	180	204	231	282	323	350	373	594
Refus cumulés (%)	3,7	10,5	13,8	19,8	22,5	26,0	30,0	34,0	38,5	47,0	53,8	58,3	62,2	99
Tamisats cumulés (%)	96,3	89,5	86,2	80,2	77,5	74	70	66	61,5	53	46,2	41,7	37,8	1

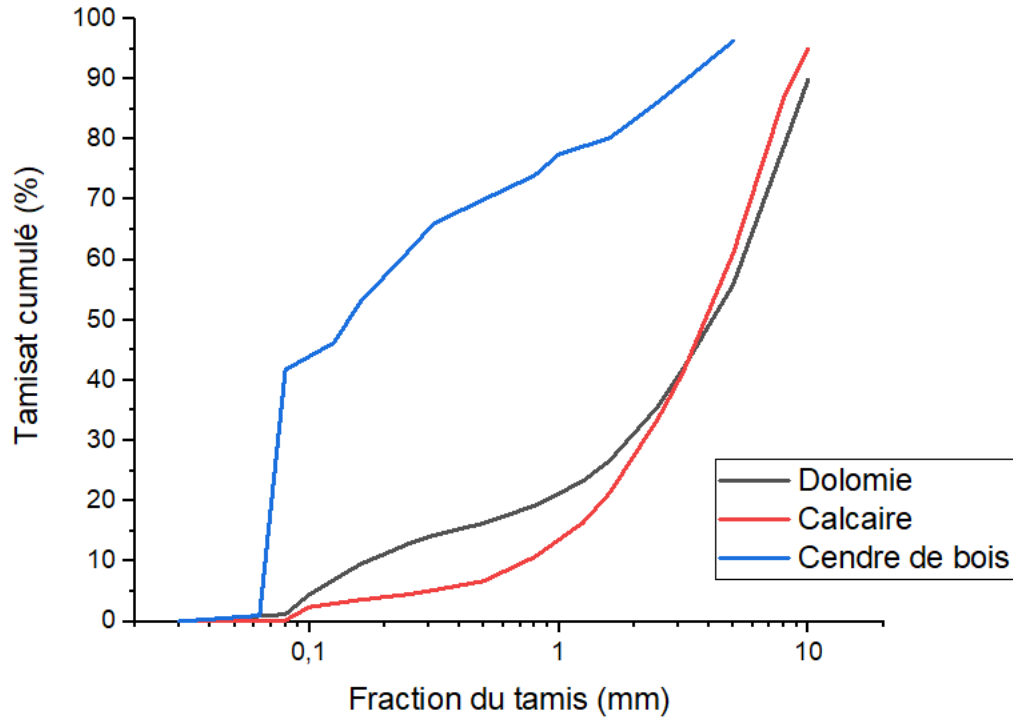


Figure 3.1 : Courbe granulométrique des différents matériaux

Tableau 3.12 : Coefficient de courbure et d'uniformité des matériaux

Matériau	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Cendre de bois
d_{10} (mm)	0,8	0,16	0,16	0,063
d_{30} (mm)	2,5	1,6	1,6	0,063
d_{60} (mm)	5	5	5	0,25
Coefficient de courbure $C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{60} \times d_{10}}$	1.56	3.2	3.2	0.252
Coefficient d'uniformité $C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$	6.25	31.25	31.25	3.97

Interprétation

D'après les courbes représentant la distribution granulométrique des matériaux neutralisants (Figure 1), et d'après les valeurs des coefficients de courbure et d'uniformité des sols (Tableau 3.12), nous pouvons dire que la courbe du calcaire est continue, elle représente un sol bien gradué ($1 < C_c < 3$) et une granulométrie semi-étalée ($5 < C_u < 20$), ce sol est composé de presque 10% de sable grossier dont le diamètre varie entre (200 μ m et 2mm), environ 85% de graviers (diamètre > 2mm) avec des traces de sable fin (diamètre < 200 μ m). Celle de la dolomie est continue aussi et représente un sol mal gradué ($C_c > 3$) et une granulométrie étalée ($20 < C_u < 200$), le sol est majoritairement composé de graviers (80%) avec un peu de sable (20%). En ce qui concerne celle de la cendre de bois, elle est discontinue et représente un sol mal gradué ($C_c > 3$) et une granulométrie très serrée ($C_u < 2$), la composition de ce sol est variée, avec une prédominance de sable (fin et grossier) et un peu de graviers, tel que plus 70% des éléments ont un diamètre compris 0,01 μ m et 2mm et presque 20% dont le diamètre dépasse 2mm.

1.7. Bleu de méthylène

L'apparition de l'auréole bleue sur le papier chromatographique pour les échantillons de dolomie, calcaire et de cendre de bois est illustré ci-dessous :

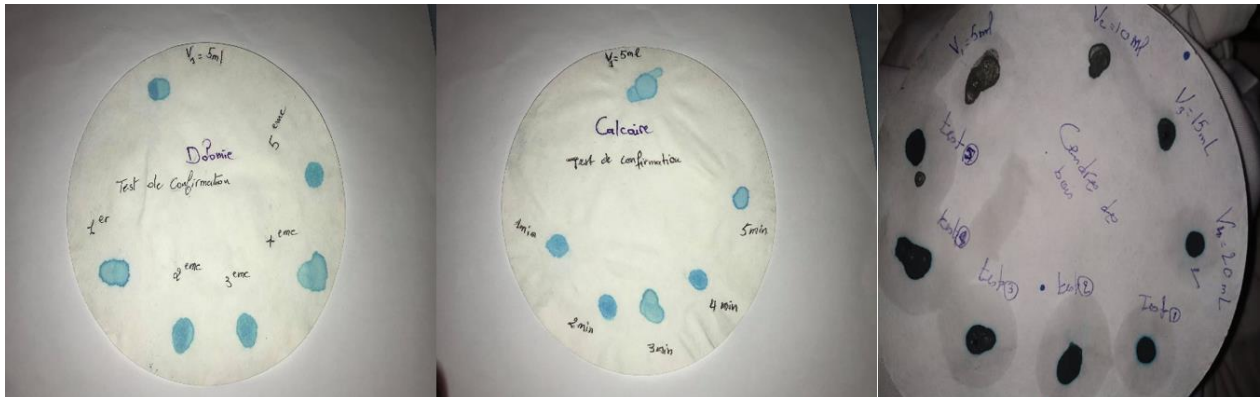


Figure 3.2 : Apparition de l'auréole bleue pour les tests de bleu de méthylène des 3 échantillons (dolomie, calcaire, cendre de bois)

Il aura suffi d'un volume de 5mL de solution de bleu de méthylène pour l'apparition de l'auréole pour les échantillons de dolomie et de calcaire, tandis qu'il aura fallu un volume de 20mL pour son apparition dans l'échantillon de cendre de bois. Les valeurs de VBS, de CEC et de Ss pour chaque échantillon sont recensées dans le tableau suivant :

Tableau 3.13: Résultats des essais au bleu de méthylène

Matériaux/Grandeur	Calcaire	Dolomie	Centre de bois
VBS	0.05	0.05	0.2
CEC (meq/100g)	$1.34 \cdot 10^{-4}$	$1.34 \cdot 10^{-4}$	$5.35 \cdot 10^{-4}$
Ss (m ₂ /g)	1.045	1.045	4.18

Ces résultats nous permettent de dresser le tableau suivant nous renseignant un peu plus sur nature des échantillons :

Tableau 3.14: Nature des échantillons

Matériaux	Description
Calcaire	Matériau insensible à l'eau et sableux
Dolomie	Matériau insensible à l'eau et sableux
Centre de bois	Matériau légèrement sensible à l'eau et sablo-limoneux.

Quant aux valeurs de CEC et Ss, elles nous indiquent que les matériaux testés sont des matériaux avec une présence d'argile très faible voire inexistante, ce sont donc des matériaux dits propres.

2. Caractérisation chimique

La caractérisation chimique s'est effectuée via des tests à la fluorescence aux rayons X au laboratoire de « El Amel Scientific group », les résultats obtenus sont détaillés ci-dessous :

- **Calcaire**

Tableau 3.15: Analyse XRF du calcaire

Éléments	Concentration massique (%)
C	57.3
Ca	42.02
Fe	0.101
Sr	0.159
Ba	0.417

Le calcaire contient de grandes concentrations en Carbone et en Calcium, nous trouvons aussi dans ce calcaire du Fer, du Strontium et du Baryum en éléments traces.

- **Dolomie**

Tableau 3.16 : Analyse XRF de la dolomie

Éléments	Concentration massique (%)
C	62.89
Mg	0.28
Ca	36.42
Fe	0.34
Zn	0.02
Br	0.03

La dolomie contient de grandes concentrations de Calcium et de Carbone, nous notons aussi une présence de magnésium typique de la dolomie, et des éléments métalliques en trace tel que le Fer et le Zinc.

- **Dolomie calcinée**

Tableau 3.17: Analyse XRF de la dolomie calcinée

Éléments	Concentration massique (%)
C	73.68
Mg	0.189
Ca	25.84
Fe	0.284

La calcination a fait disparaître de la dolomie ses traces de Zinc et de Brome et a fait diminuer les concentrations en Fer, en Magnésium, ainsi qu'en Calcium.

- Cendres de bois

Tableau 3.18 : Analyse XRF des cendres de bois

Eléments	Concentration massique (%)
C	8.51
O	49.9
Mg	0.633
Al	4.28
Si	7.91
P	0.525
S	0.0111
K	2.66
Ca	22.3
Ti	0.29
Cr	0.0104
Mn	0.179
Fe	2.5
Autre éléments trace	0.2597

L'analyse chimique par XRF des cendres de bois a révélé que l'échantillon ne contient pas moins de 22 éléments, avec de fortes proportions d'oxygène (49.9%), suivi par le Silicium et l'Aluminium avec 7.91% et 4.28%, l'échantillon contient aussi beaucoup de métaux que ce soit en concentration forte comme le Fer avec 2.5% ou bien en trace comme le Nickel, le cuivre et le Zinc.

3. Caractérisation minéralogique

La caractérisation minéralogique s'est effectuée via des tests à la diffraction aux rayons X au laboratoire de « El Amel Scientific group » via un appareil de marque Bruker D8. Les diffractogrammes des échantillons testés et leurs interprétations sont détaillés ci-dessous :

- **Calcaire**

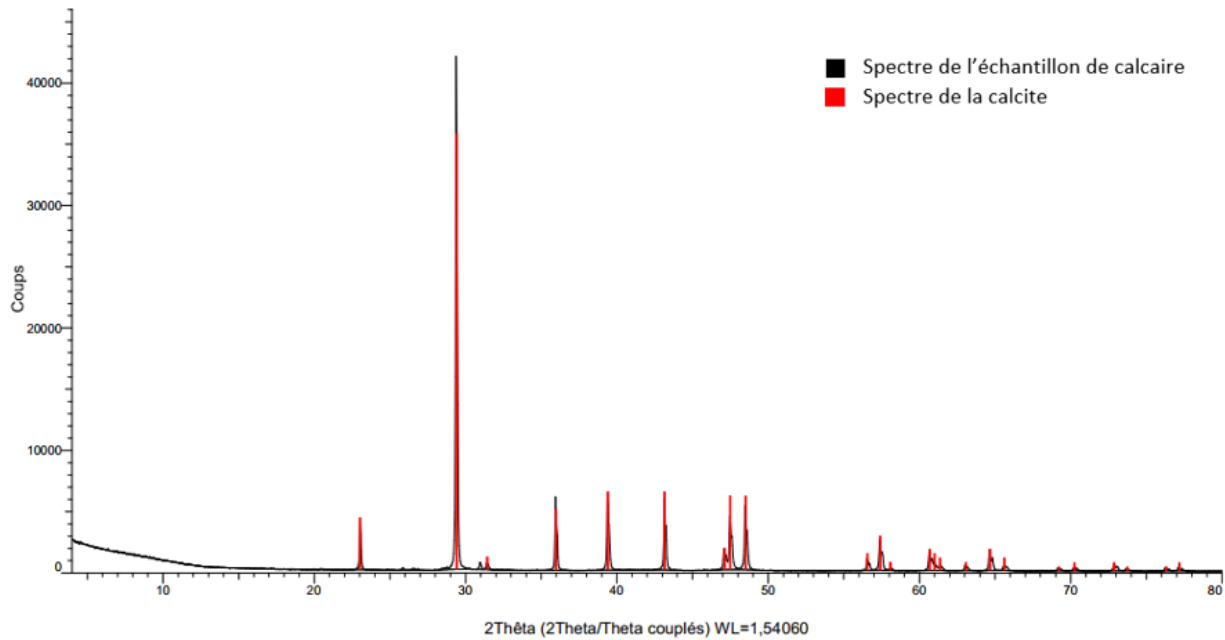


Figure 3.3 : Analyse par DRX du calcaire

La figure 3.3 démontre que l'échantillon de calcaire testé est entièrement constitué de calcite étant donné que le spectre de l'échantillon de calcaire correspond à celui d'une calcite pure, témoignant ainsi d'une absence d'impureté dans le matériau testé ou à une présence à des quantités négligeables.

• Dolomie

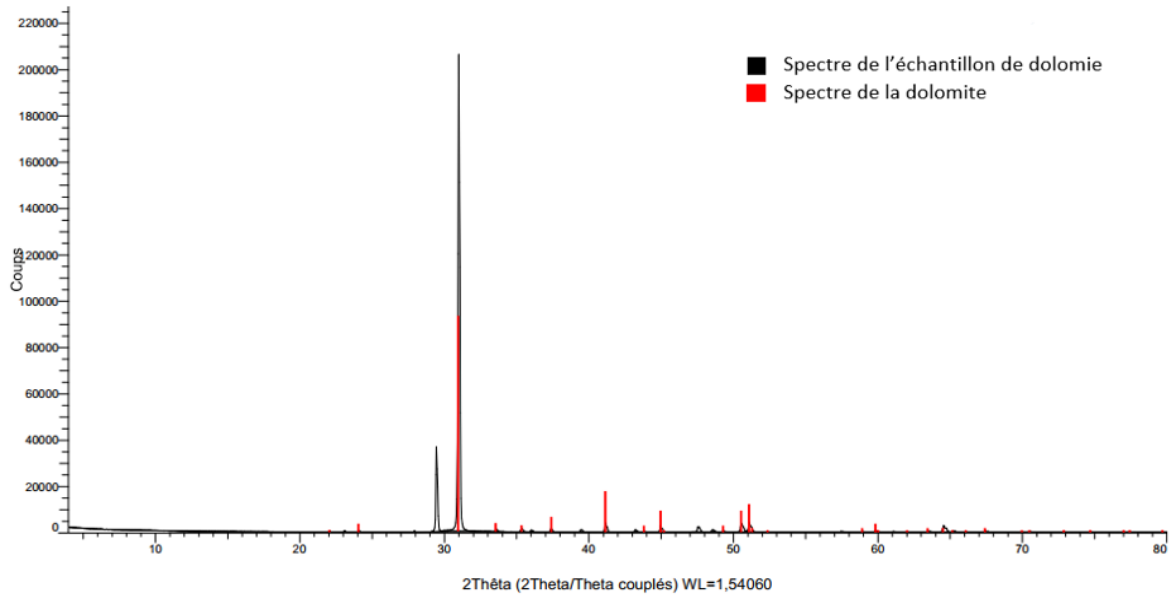


Figure 3.4 : Analyse DRX de la Dolomie

La figure 3.4 démontre que l'échantillon de dolomie testé est entièrement constitué de dolomite étant donné que le spectre de l'échantillon de dolomie correspond fortement à celui d'une dolomite, laissant ainsi penser que nous avons à faire à une dolomie de haute pureté.

• Dolomie calcinée

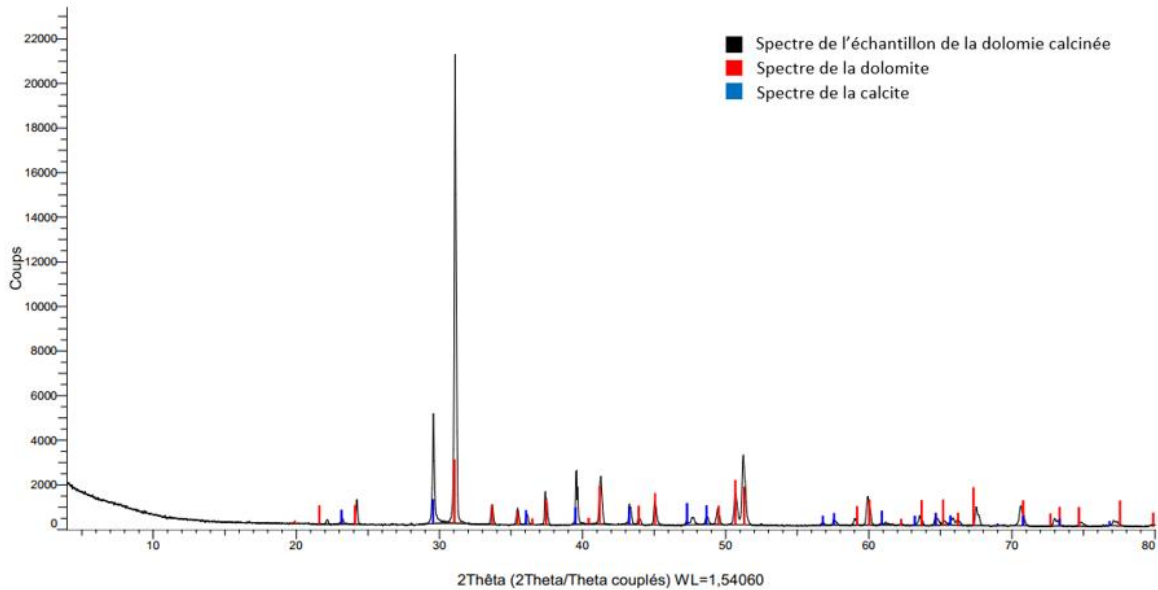


Figure 3.5 : Analyse par DRX de la dolomie calcinée

L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon de dolomie calcinée a démontré qu'il était constitué de :

- Dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ à 72.4 %
- Calcite CaCO_3 à 27.2 %

Nous remarquons l'apparition d'une nouvelle phase « calcite » qui n'était pas présente lors de l'analyse DRX de la dolomie, ceci est dû au fait que la chaux CaO a tendance à se détacher de la dolomie lors d'une calcination à 375°C suivant une réaction de décarbonatation selon l'équation suivante :



- **Cendres de bois**

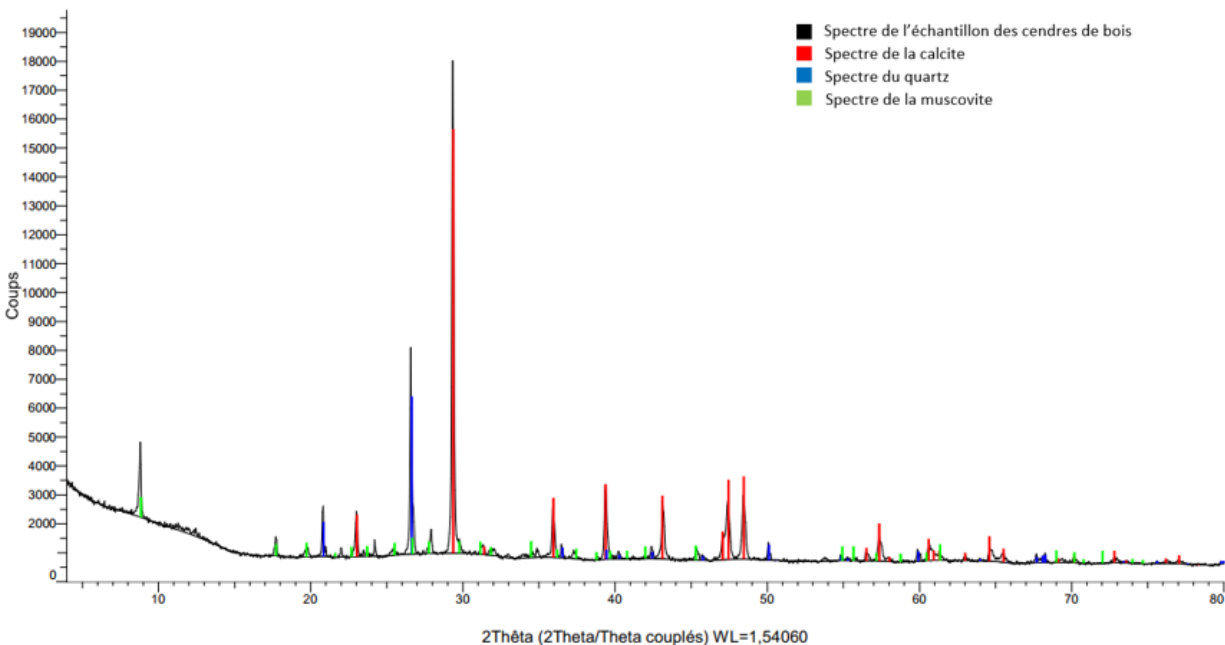


Figure 3.6 : Analyse DRX des cendres de bois

L'analyse quantitative par DRX de l'échantillon des cendres de bois a démontré qu'elles étaient constituées de 3 éléments minéralogiques répartis ainsi :

- Calcite CaCO_3 à 63.8%
- Quartz SiO_2 à 26.2%
- Muscovite $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$ à 10 %

La présence de minéraux en fortes proportions tel que la calcite, connue pour ses propriétés alcalines, laisse penser que l'échantillon des cendres de bois est envisageable en tant que matériau neutralisant des DMA.

4. Essais statiques

Les essais d'évaluation de la valeur du PN des matériaux testés a donné les résultats suivants (Tableau 3.19)

Tableau 3.19 : Valeurs du pouvoir neutralisant des matériaux

Matériau	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Centre de bois
PN (Kg CaCO ₃ /t)	655.75	536.2	474.6	243

Interprétation

Les résultats laissent présager que tous les matériaux peuvent être utilisés neutralisateurs des DMA, avec un avantage pour le calcaire qui équivaut à 655.75Kg de calcite (CaCO₃) pour une tonne de calcaire, suivi par la dolomie et la dolomie calcinée qui équivalent respectivement à 536.2Kg et 474.6Kg de calcite (CaCO₃) , et enfin la cendre de bois arrive en dernier avec 243Kg d'équivalent de calcite, cependant beaucoup de subjectivité s'est glissé dans l'expérience de détermination du pouvoir neutralisant.

5. Essais en Batch

Le pH joue un rôle très important dans la mobilité des métaux. Un pH acide entraîne la mise en solution des sels métalliques et la mise en solution des phases de rétention (Lions, 2004). La solubilité des métaux diminue donc généralement lorsque le pH augmente. A cela il faut ajouter l'influence du potentiel Redox sur la solubilité des métaux, en effet certains métaux sont plus ou moins mobiles selon leur état d'oxydo-réduction.

5.1. Étude de la variation du pH

Le tableau 3.20 recense les valeurs du pH relevées à différents intervalles de temps durant les essais en batch pour les 4 matériaux testés, sa variation est représentée dans la Figure 3.7 :

Tableau 3.20: Variation du pH des matériaux en fonction du temps

Matériaux/Temps (h:min)	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Cendre de bois
00:00	3	3	3	3
00:05	6.62	6.6	9.3	10.68
00:15	6.99	6.68	9.71	11.08
00:30	7.25	6.9	10.12	11.17
01:00	7.91	7.61	10.39	11.07
02:00	8.05	8.32	10.02	10
04:00	7.95	7.64	10.19	10.05
08:00	8.05	8.17	10.22	10.04
16:00	8.16	8.84	10.34	10.24
24:00	8.08	8.4	9.88	10.25
32:00	8.08	8.14	9.89	9.76
48:00	8.08	8.22	9.95	9.87

La valeur du pH à $t=0$ min pour les essais de Batch des quatre matériaux est égale à 3, car il n'y a pas eu encore de réaction entre le DMA synthétique et le matériau testé. Cinq minutes après le début de la réaction, le pH des lixiviats des 4 matériaux augmente considérablement pour atteindre des valeurs voisines de 6.62 et 6.6 respectivement pour le calcaire et la dolomie, et des valeurs encore plus grandes de 9.3 pour la dolomie calcinée et allant jusqu'à 10.68 pour les cendres de bois. Cette augmentation est due à la mise en contact entre le DMA et chacun des matériaux testés et témoigne d'un début de consommation des effluents acides. Cette consommation continue avec le temps, justifiée par des valeurs de pH qui ne cessent d'augmenter pour chacun des matériaux, ainsi le lixiviat contenant le calcaire connaît une hausse de pH allant de 6.62 à $t=05$ min à 8.05 à $t=2$ h, puis atteint un pic à 8.16 à $t=16$ h pour ensuite se stabiliser à une valeur de 8.08 à partir de $t=24$ h. Pour ce qui est du lixiviat contenant la dolomie, il connaît une variation très similaire à celui du calcaire, avec une hausse allant jusqu'à 8.32 à $t=2$ h, puis atteint un pic à 8.84 à $t=16$ h, pour ensuite connaître une légère baisse à partir de $t=24$ h. Le lixiviat contenant la dolomie calcinée connaît lui aussi une augmentation des valeurs du pH avec le temps et ce jusqu'à $t=1$ h avec une valeur de 10.39, les valeurs du pH se stabilisent ensuite, sans connaître de grande variation et ce jusqu'à $t=24$ h pour descendre à 9.88 et s'y installer. Enfin, le lixiviat contenant les cendres de bois

connait une variation similaire à celle de la dolomie calcinée mais avec un pic de pH atteint plus rapidement à $t=30\text{min}$ pour ensuite descendre à un pH de 10 à $t=2\text{h}$ et ensuite repartir à la hausse à $t=24\text{h}$ et se stabiliser à $t=32\text{h}$ à des valeurs voisines de 9.76.

Nous avons noté une variation des valeurs de pH assez similaire entre les lixiviats contenant le calcaire et la dolomie, et cela est dû au fait que ces deux matériaux possèdent des pH assez proches de 8.51 et 8.39 et qu'ils soient catalogués comme étant des matériaux alcalins. Tandis que nous constatons de variations tout aussi proches entre les valeurs de pH relatives à la dolomie calcinée et aux cendres de bois, et cela est dû au fait qu'ils soient catalogués comme étant des matériaux fortement alcalins au vu de leurs pH respectifs de 10.42 et 11.7.

Il est aussi intéressant de noter que pour 3 des 4 matériaux (calcaire, dolomie, dolomie calcinée) le pH des lixiviats a tendance à se stabiliser à partir de $t=24\text{h}$, laissant penser que c'est la durée nécessaire à ces 3 matériaux pour neutraliser cette quantité de DMA synthétique, cette tendance se confirme après 2h pour ce qui est des cendres de bois, avec cependant quelques légères remontées du pH vers la fin.

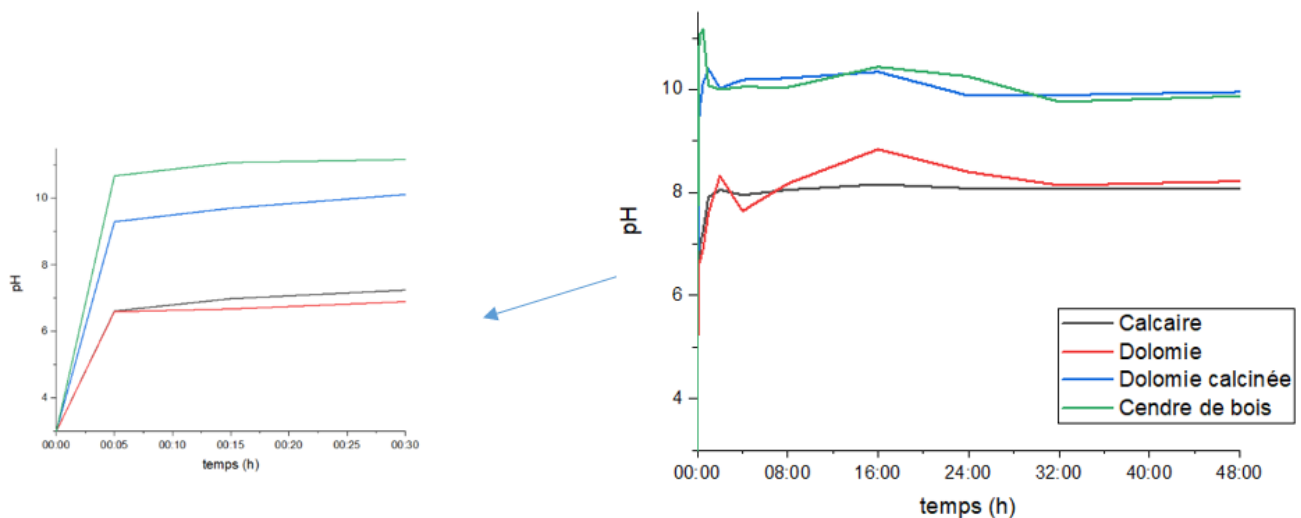


Figure 3.7 : Variation du pH des lixiviats (à gauche zoom sur les 30 premières minutes)

5.2. Étude de la variation du potentiel Redox

Le tableau 3.21 recense les valeurs du potentiel Redox exprimées en mV relevées à différents intervalles de temps durant les essais en batch pour les 4 matériaux testés, sa variation est représentée dans la Figure 3.8 :

Tableau 3.21: Variation du potentiel Redox des matériaux en fonction du temps

Matériaux/Temps (h:min)	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Cendre de bois
00:00	391	391	391	391
00:05	327.5	328.6	168	110.6
00:15	311.5	314.2	136.6	88.9
00:30	296.5	298.6	119.1	86.09
01:00	264.7	275.7	118.5	90.1
02:00	242.3	243.7	125.2	92
04:00	245.9	249.2	120	89.54
08:00	231.2	246.7	123.8	96.32
16:00	244.8	237.7	125.1	94.98
24:00	250.1	241.3	143.9	97.1
32:00	239.9	243.7	140	97
48:00	251.5	251.7	147	113.8

Tout comme pour la variation du pH, les graphes présentant la variation du potentiel redox des matériaux en fonction du temps présentent une même allure. La valeur du potentiel Redox avant la mise en contact des matériaux avec le DMA synthétique à $t=0$ est de 391mV. Cinq minutes après le début de la réaction, le potentiel Redox des lixiviats contenant chacun des matériaux commence à baisser drastiquement, il atteint ainsi des valeurs quasiment semblables de 327.5mV et 328.6 mV respectivement pour le calcaire et la dolomie et des valeurs fortement plus basses de 168 mV et 110.6 mV pour la dolomie calcinée et les cendres de bois. Cette baisse témoigne d'un début de réaction chimique entre le DMA synthétique et les différents matériaux naturels alcalins et de la formation d'un milieu réducteur qui au fil du temps provoquera la précipitation des oxydes de métaux, ainsi le lixiviat contenant le calcaire connaît une baisse des valeurs du potentiel Redox avec le temps pour atteindre sa valeur la plus faible à $t=8$ h avec 231.2 mV, puis connaît une légère augmentation et se stabilise à partir de $t=16$ h aux environs de 245mV.

Pour ce qui est du lixiviat contenant de la dolomie, il connaît une évolution très semblable à celle du lixiviat contenant le calcaire mais connaît sa valeur la plus faible à $t=16$ h à 237.7mV et se stabilise ensuite à partir de ce moment-là aux environs de 240mV. En ce qui concerne le lixiviat contenant la dolomie calcinée, la baisse de ses valeurs est plus accentuée mais connaît sa valeur la

plus faible beaucoup plus tôt que le calcaire et la dolomie à $t=1h$ à 118.5 mV, à partir de ce moment-là les valeurs de son potentiel redox connaissent de légère augmentation puis se stabilisent à $t=24h$ aux environs de 140mV. Enfin, le lixiviat contenant les cendres de bois a connu les valeurs de potentiel redox les plus faibles parmi les quatre matériaux et sa valeur minimale a été atteinte seulement au bout de 30 minutes à 86.09 mV. Pour ce qui est de la stabilisation de ses valeurs, elle est un peu plus aléatoire par rapport aux autres matériaux.

Il a été noté que le calcaire et la dolomie connaissent une stabilisation de la valeur de leurs potentiels d'oxydo-réduction après 16h avec cependant quelques variations, tandis que les valeurs de la dolomie calcinée se stabilisent après 24h là où les cendres de bois ont connu une légère stabilisation après 1h.

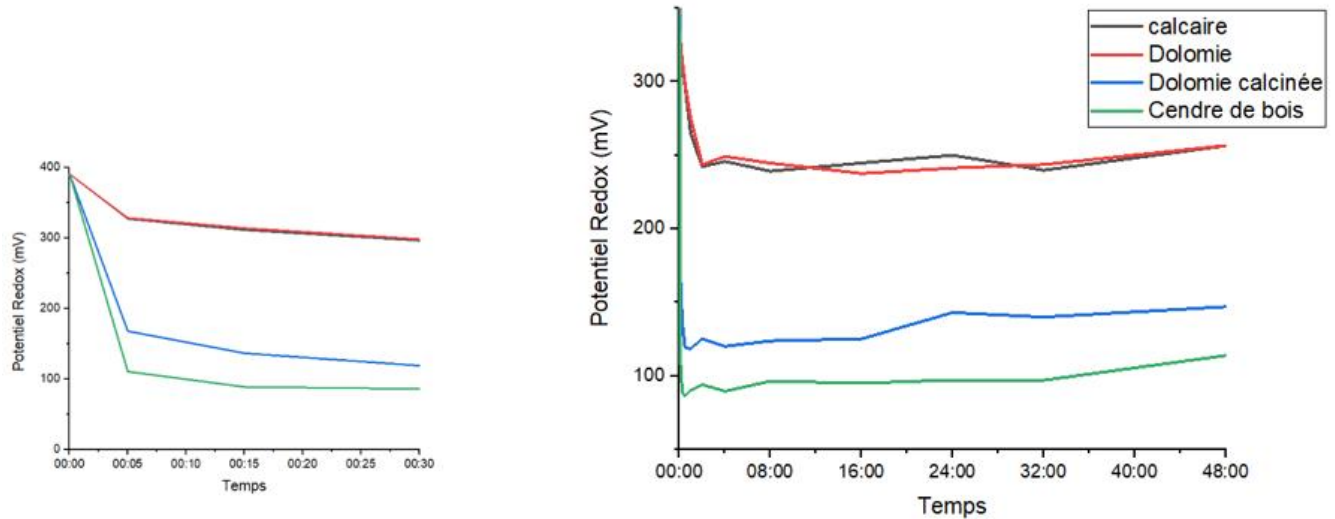


Figure 3.8: Variation du potentiel Redox des lixiviats (à gauche zoom sur les 30 premières minutes)

Discussion des résultats

Afin de discuter de ces résultats, nous nous intéresserons aux mécanismes de rétention des métaux qui sont nombreux, et ce sont ces derniers qui permettent l'élimination des traces métalliques d'un sol ou d'un échantillon, Ils incluent la complexation, la substitution, la précipitation, l'adsorption de surface et bien d'autres procédés de rétention [20]. Ces processus peuvent avoir lieu simultanément, rendant alors la description du phénomène difficile. Nous nous intéresserons dans la discussion de nos résultats seulement à certains de ces mécanismes.

- 1- **L'adsorption physique** : ce phénomène ne peut être observé dans la neutralisation de notre DMA synthétique, car les minéraux naturels alcalins utilisés dans ce travail ne sont pas connus pour leurs propriétés de sorption contrairement à un charbon actif ou à des argiles par exemple, et cela au vu de leurs faibles capacités d'échanges cationiques (CEC) et surfaces spécifiques (Ss).
- 2- **L'adsorption chimique ou complexation** : peut être observée et cela au vu de la forte 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 qui seront toujours en solution à des valeurs de pH élevées
- 3- **La précipitation** : C'est le phénomène qui est le plus observé durant ce travail et le principal procédé de rétention présent. C'est le passage d'une espèce de l'état dissout à l'état solide. Les métaux précipitent principalement sous forme d'hydroxydes où d'oxydes c'est notamment le cas du fer et du zinc.

Effet de la variation du pH et du potentiel Redox sur la rétention des métaux

En plus des mécanismes de rétention, il serait aussi judicieux de s'intéresser à la mobilité des métaux présents dans notre DMA synthétique, le tableau 3.22 donne la mobilité relative de certains métaux lourds en fonction du pH et du potentiel redox du milieu [11] :

Tableau 3.22 : Effet du pH sur la mobilité des métaux

Mobilité relative	pH		Potentiel Redox	
	Neutre/Alcalin	Acide	Oxydant	Réducteur
Très haute	Se, Mo	B	B	/
Haute	As	Zn, Cd, Hg, Co, Ni	Se, Mo	/
Moyenne	Mn	Cu, Al, Pb, Cr	Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Zn	Mn
Basse	Pn, Fe, Zn, Cd	Fe(III)	Pb, Tic	Fe, Co, Ni, Ti, Zn
Très basse	Al, Cr, Hg, Cu, Ni, Co	Mo, Se, As	Al, Cr Fe, Mn	Al, B, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Pb, Se

Nous rappelons que les métaux qui constituent notre DMA synthétiques sont le : Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Pb, et le Zn, nous remarquons qu'ils ont tous une mobilité très basse ou basse dans un milieu alcalin/neutre à l'exception du Manganèse et du Plomb qui ont une mobilité moyenne, le même constat est valable pour le potentiel d'oxydo-réduction ou tous les métaux présents dans notre DMA synthétique ont une mobilité très basse où basse dans un milieu réducteur à l'exception du manganèse et du plomb.

Enfin nous nous intéressons à la relation qui lie le pH et potentiel Redox ainsi que l'impact de leurs variations sur la rétention des métaux. Il a été constaté que souvent une augmentation du pH est accompagnée par une diminution du potentiel Redox, ceci est dû aux réactions de réduction des métaux qui se produisent lors de la neutralisation des effluents acides qui sont provoqués par l'ajout d'un matériau alcalin. Les diagrammes E-pH des différents métaux présents dans le DMA synthétique nous permettent de déterminer à quelle valeur du pH et du potentiel redox, ces métaux précipiteront sous forme d'oxyde ou d'hydroxydes. Leur étude a ainsi démontré que la plupart des métaux présents dans le DMA synthétiques précipitent à des valeurs de pH variant entre 5 et 8 et à des valeurs du potentiel Redox variant entre 0 et 800mV, à l'exception de certains cas, en effet il a été observé que le manganèse et le plomb requièrent un pH supérieur à 8 pour précipiter, là où le magnésium et le métal nécessitant le milieu le plus alcalin pour précipiter c'est-à-dire à partir de 9.5 de pH.

Il est aussi à noter que dans certains cas rare la concentration en certains métaux après traitement du DMA soit plus grande qu'elle ne l'était avant le traitement, comme ce fut le cas dans l'étude menée par Rebecca Pelletier-Allard [24] sur la neutralisation des DMA par une dolomie de haute pureté où les concentrations en Cadmium étaient plus grande après le traitement. Cela était supposé dû à la présence de Cadmium en faible concentration non détectable par la MEB dans la dolomie utilisée dans la neutralisation qui une fois dissoute l'a libéré dans le lixiviat.

5.3. Étude de la variation de l'alcalinité

Le tableau 3.23 recense les valeurs de l'alcalinité en mg/L CaCO₃ mesurées à différents intervalles de temps lors des essais en batch pour les 4 matériaux testés, sa variation est représentée dans la Figure 3.9 :

Tableau 3.23: Variation de l'alcalinité des matériaux en fonction du temps

Matériaux/Temps (h:min)	Calcaire (mg/L CaCO ₃)	Dolomie (mg/L CaCO ₃)	Dolomie calcinée (mg/L CaCO ₃)	Cendre de bois (mg/L CaCO ₃)
00:00	0	0	0	0
00:05	32	16	35,2	120
00:30	40	24	26	158
02:00	37,2	20	30	196
04:00	47,6	16	43,2	374
16:00	47,2	34	88	402,4
24:00	29,2	19,6	84,8	406,25
32:00	51,6	36	152	412
48:00	56	60	184	548

La valeur de l'alcalinité à t=0 est nulle pour les 4 matériaux, car il n'y a aucune réaction entre le DMA synthétique et les matériaux neutralisants. Après un temps de contact qui dure cinq minutes, l'alcalinité augmente à 16 mg/L CaCO₃ pour la dolomie et à des valeurs de 32 et 35,2 mg/L CaCO₃ pour le calcaire et la dolomie calcinée (respectivement), allant jusqu'à 120 mg/L CaCO₃ pour les cendres de bois. Cette augmentation est due à la dissolution de la calcite (Eq.1) ou de la dolomite (Eq.2) selon les mécanismes suivants :



Il est aussi à noter que la dolomite réagit plus lentement avec le DMA que la calcite, quant aux carbonates présents dans la réaction ; ils diffèrent suivant la valeur du pH ; à une valeur inférieure à 6.35 le carbonate dominant est le H₂CO₃, à une valeur comprise entre 6.35 et 10.33 le carbonate prédominant est le HCO₃⁻ (Eq.3)., enfin à des valeurs supérieures à 10.33 c'est le CO₃²⁻ qui est prédominant (Eq.4)

Les valeurs de l'alcalinité augmentent ensuite à des valeurs de 40, 24, 158 mg/L CaCO₃ pour le calcaire, la dolomie et les cendres de bois (respectivement), et baisse à 26 mg/L CaCO₃ pour la dolomie calcinée après 30 minutes. Par la suite les valeurs de l'alcalinité augmentent progressivement avec le temps pour tous les matériaux avec parfois quelques baisses. Ces valeurs commencent à se stabiliser à partir de t=4h pour le calcaire, mais cette tendance n'est observée qu'à partir de 16h pour la dolomie et dolomie calcinée ; à noter qu'une stabilisation des valeurs peut signifier que le matériau neutralisateur est totalement dissout. Quant aux cendres de bois l'évolution des valeurs de leur alcalinité présente la même allure que les autres matériaux mais avec des valeurs significativement plus grandes que les autres échantillons et une faible stabilisation à partir de 4h, ceci est dû au fait que ce soit un matériau fortement alcalin avec une phase de calcite dans sa composition minéralogique avec de forte proportion (63.8%)

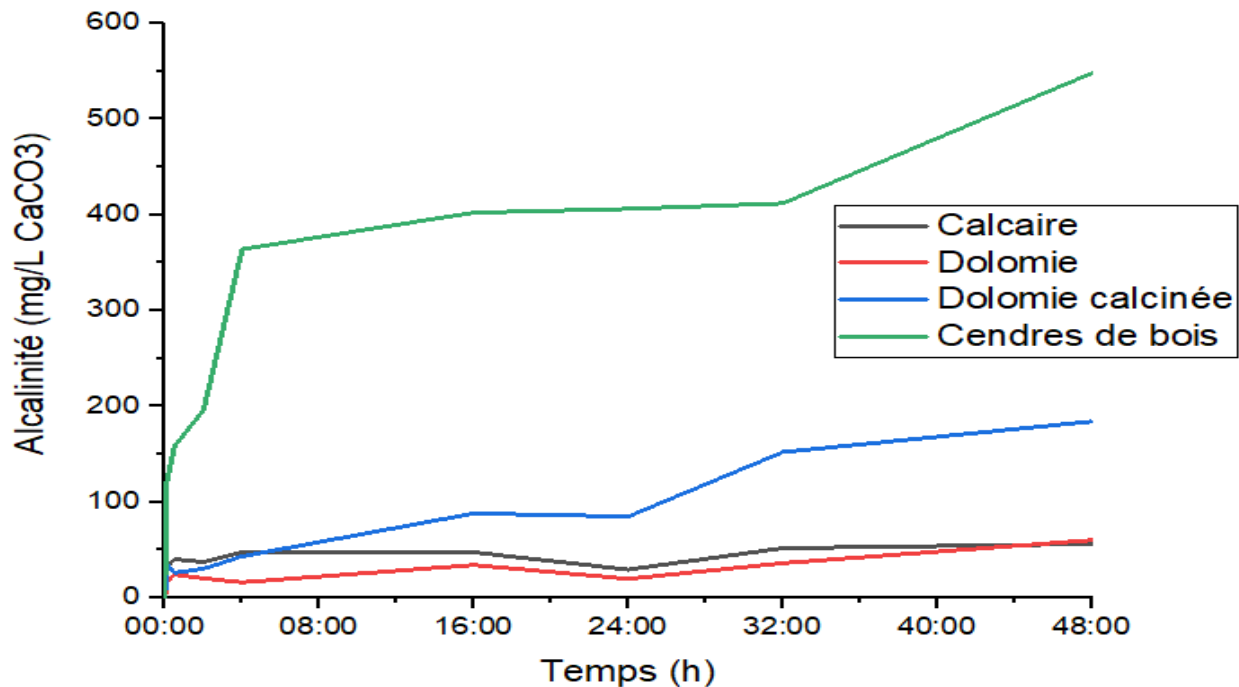


Figure 3.9 : Variation de l'alcalinité des matériaux naturels

5.4. Analyse chimique des lixiviats

Le suivi de la concentration de 5 métaux dans les lixiviats obtenus dans les essais en Batch a été effectué par SAA et cela pour évaluer le taux d'élimination de ces derniers. Afin de déterminer l'efficacité du traitement par les matériaux naturels, le pourcentage d'élimination des métaux a été calculé.

$$R_{(\%)} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

Où : R est le taux d'élimination du métal, C_i et C_f sont respectivement les concentrations initiales et finales des ions métalliques.

Les résultats obtenus pour ces métaux sont recensés ci-dessous :

5.4.1. Plomb

Tableau 3.24: Variation de la concentration du plomb en mg/L dans les lixiviats à travers le temps

Matériau/Temps	Calcaire	Dolomie	Dolomie calcinée	Cendre de bois
0min	0,41	0,41	0,41	0,41
5min	0,0434	0,0685	0,0645	0,122
1h	0,0642	0,0752	0,07	0,11
2h	0,0685	0,0567	0,0419	0,0766
4h	0,06	0,051	0,05	0,072
8h	0,0604	0,0406	0,0428	0,073
24h	0,0408	0,0551	0,045	0,135
48h	0,0491	0,0507	0,0532	0,143

La courbe de variation de la concentration du plomb dans les lixiviats contenant le calcaire, la dolomie et la dolomie calcinée connaissent une tendance descendante à partir d'une concentration initiale de 0.41mg/L dans le DMA, ces matériaux ont su ramener la concentration du Pb a des valeurs inférieures aux normes environnementales qui sont fixées à une concentration de 0.12 mg/L

, et ceci avec des concentrations finales proches de 0.05mg/L et des rendement d'élimination avoisinant les 90% pour les trois matériaux, quant aux cendres de bois, elles n'ont pas pu éliminer efficacement le plomb du lixiviats avec un rendement finale de seulement 65%

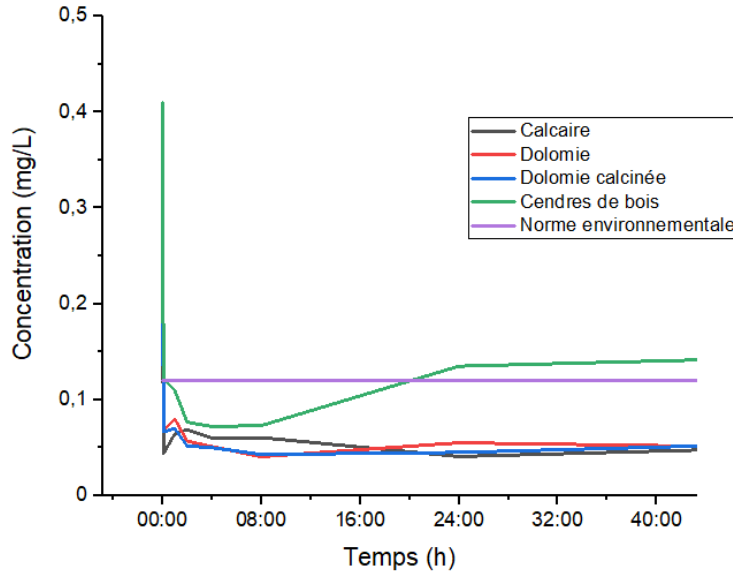


Figure 3.10: Variation de la concentration du Plomb dans les lixiviats

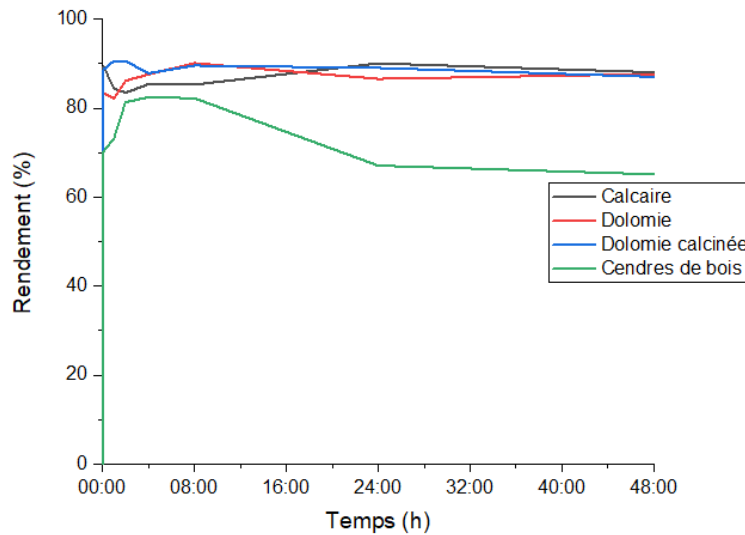


Figure 3.11: Variation du rendement d'élimination du Plomb

5.4.2. Zinc

Tableau 3.25 :Variation de la concentration du zinc en mg/L dans les lixiviats à travers le temps

Matériau/Temps	Calcaire	Dolomie	Dolomie Calcinée	Cendre de bois
0min	2,7	2,7	2,7	2,7
5min	0,0885	0,0732	0,0401	0,0977
1h	0,1992	0,2084	0,0679	0,1269
2h	0,111	0,0909	0,0514	0,0891
4h	0,105	0,0853	0,0445	0,0652
8h	0,119	0,0289	0,0392	0,0469
24h	0,0599	0,0851	0,0658	0,117
48h	0,0934	0,0647	0,0777	0,0811

La variation des concentrations du zinc dans les lixiviats montre qu'il a été facilement éliminé par les quatre matériaux naturels avec des concentrations finales ne dépassant pas les 0.12 mg/L et des rendements dépassants les 95%, d'autant plus que la norme environnementale exige des concentrations inférieures à 3mg/L pour les effluents.

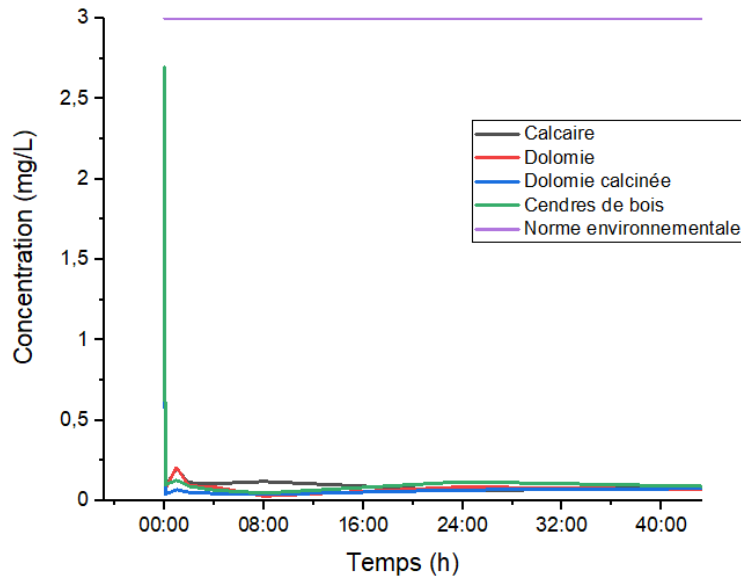


Figure 3.12 :Variation de la concentration du Zinc dans les lixiviats

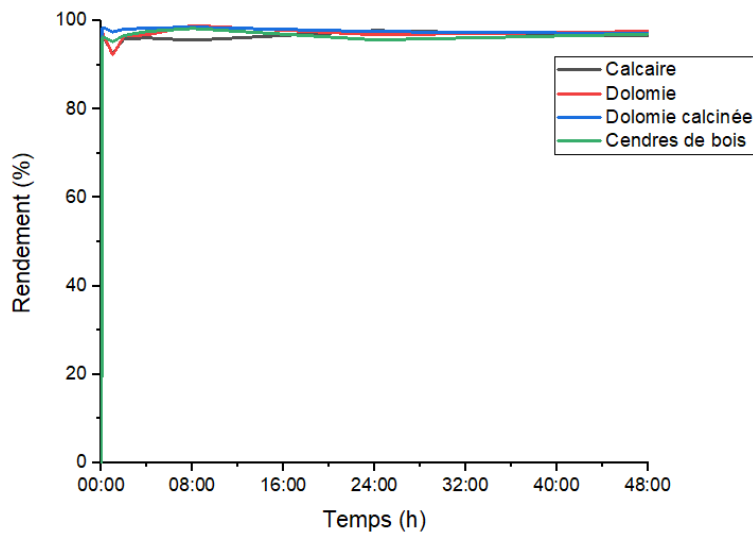


Figure 3.13:Variation du rendement d'élimination du Zinc

5.4.3. Cuivre

Tableau 3.26 : Variation de la concentration du cuivre en mg/L dans les lixiviats à travers le temps

Matériau/Temps	Calcaire	Dolomie	Dolomie Calcinée	Cendre de bois
0min	5,25	5,25	5,25	5,25
5m	0,844	0,626	0,024	0,06
1h	0,45	0,333	0,109	0,372
2h	0,303	0,391	0,094	0,129
4h	0,2713	0,377	0,069	0,151
8h	0,412	0,35	0,26	0,061
24h	0,451	0,392	0,529	0,017
48h	3,06	4,93	0,137	0,033

Le cuivre a été le métal le plus difficile à éliminer pour les matériaux naturels, seulement deux des quatre matériaux ont pu obtenir des résultats satisfaisants : la dolomie calcinée et les cendres de bois avec des concentrations finales de 0.137mg/L et 0.033mg/L respectivement donc inférieures aux 1.5mg/L imposé par les normes environnementales, quant au calcaire et à la dolomie, de bons résultats ont été enregistrés mais les concentrations de cuivre ont connu une hausse à t=24h supposément du à une présence de ce métal dans ces matériaux naturels en trace et qui s'est libéré faisant augmenté sa concentration dans le lixiviat.

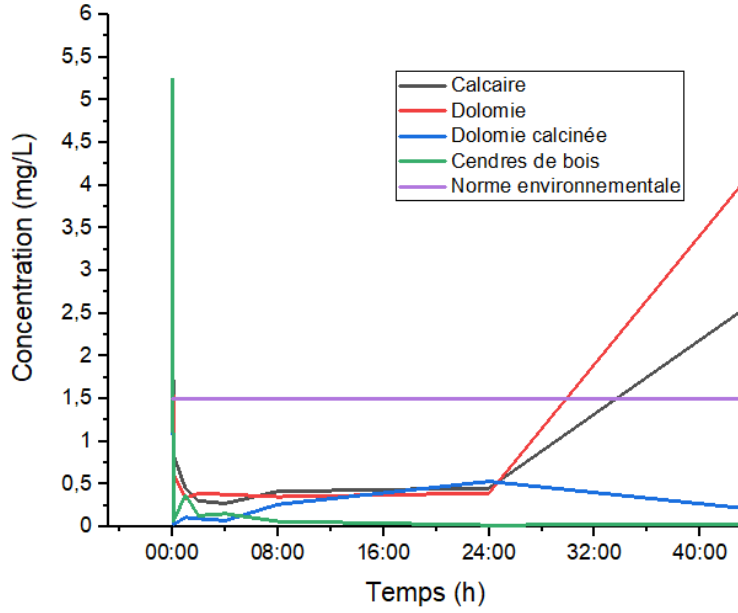


Figure 3.14 : Variation de la concentration du Cuivre dans les lixiviats

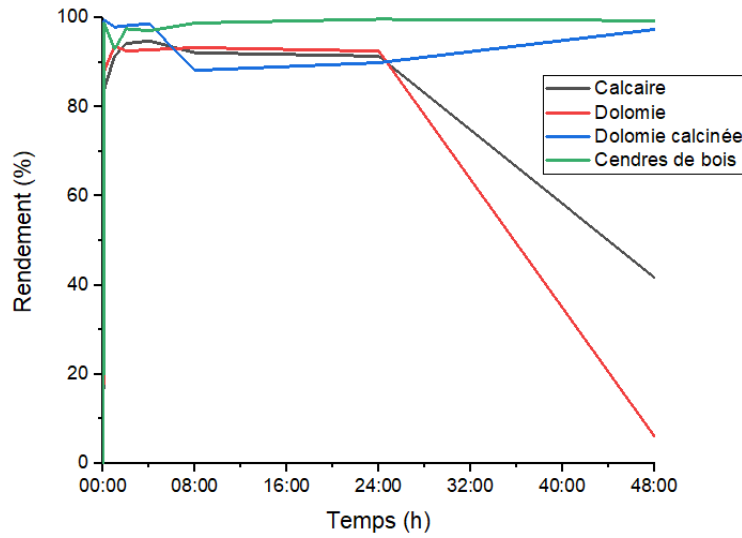


Figure 3.15: Variation du rendement d'élimination du Cuivre

5.4.4. Fer

Tableau 3.27 : Variation de la concentration du fer en mg/L dans les lixiviats à travers le temps

Matériau/Temps	Calcaire	Dolomie	Dolomie Calcinée	Cendre de bois
0min	19,28	19,28	19,28	19,28
5min	0,829	0,53	0,207	0,682
1h	0,012	0,045	0,046	0,223
2h	0,146	0,146	0,074	0,689
4h	0,111	0	0,204	0,629
8h	0,171	0,045	0	0,19
24h	0,314	0,315	0,362	0,736
48h	0,68	0,269	0,93	0,583

La concentration initiale du fer dans le DMA était de 19.28mg/L, sa variation dans les lixiviats indique qu'il a été facilement éliminé par les quatre matériaux naturels avec des concentrations finales ne dépassant pas les 1 mg/L et des rendements d'élimination avoisinant les 100% alors que les normes exigent des concentrations inférieures à 5mg/L.

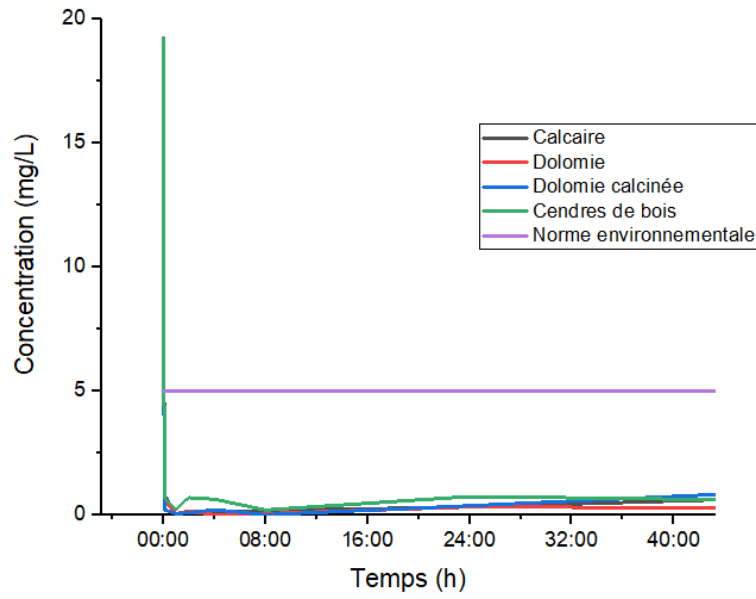


Figure 3.16 : Variation de la concentration du Fer dans les lixiviats

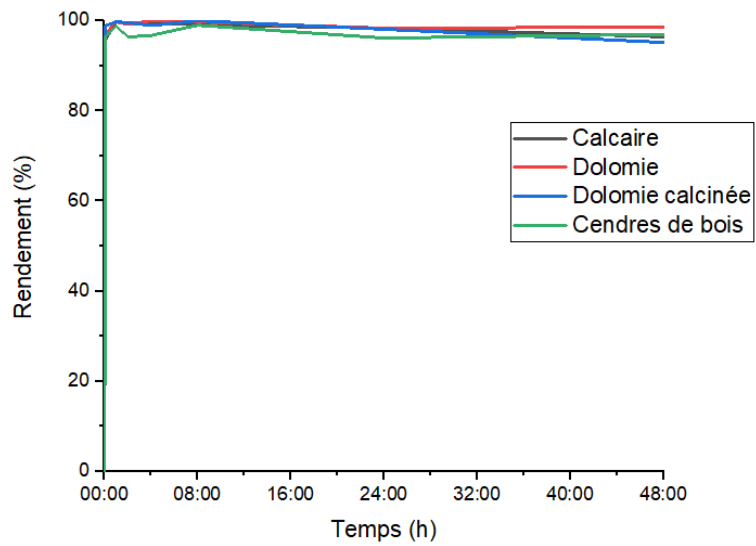


Figure 3.17 : Variation du rendement d'élimination du Fer

5.4.5. Cadmium

Tableau 3.28 : Variation de la concentration du Cadmium en mg/L dans les lixiviats à travers le temps

Matériau/Temps	Calcaire	Dolomie	Dolomie Calcinée	Cendre de bois
0min	0,977	0,977	0,977	0,977
5min	0,4	0,38	0,004	0,014
1h	0,38	0,383	0,001	0,005
2h	0,352	0,363	0,006	0,013
4h	0,065	0,333	0	0,002
8h	0,075	0,157	0,018	0,009
24h	0,046	0,102	0,006	0,01
48h	0,056	0,069	0,003	0,001

La variation des concentrations du cadmium dans les lixiviats indique qu'il a été presque totalement éliminé avec des concentrations finales très faibles ne dépassant pas 0.07mg/L, la dolomie a eu le plus de mal pour son élimination avec une concentration finale de 0.069 mg/L qui est tout juste inférieure à la norme environnementale qui l'a fixé à 0.07 mg/L. Tous les matériaux naturels ont été donc efficaces dans son élimination.

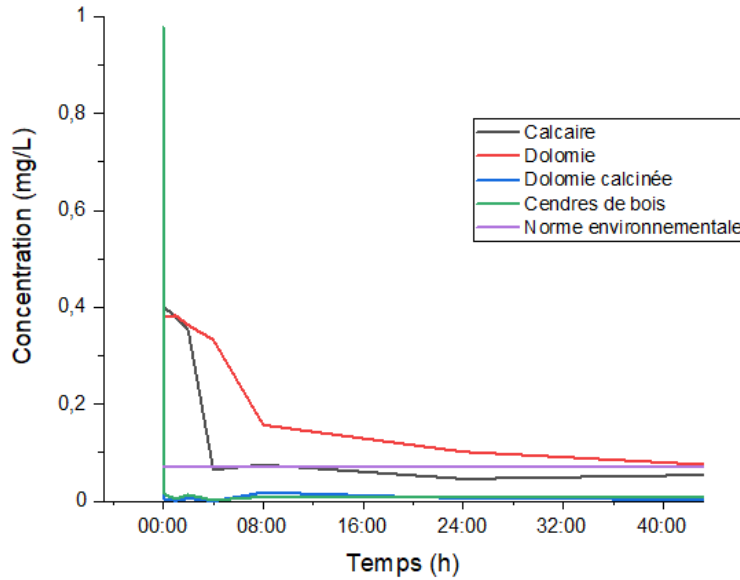


Figure 3.18: Variation de la concentration du Cadmium dans les lixiviats

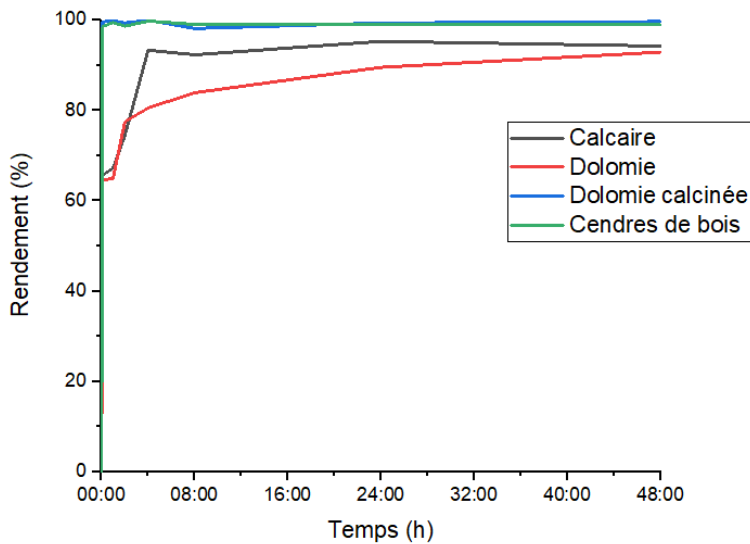


Figure 3.19 : Variation du rendement d'élimination du Cadmium

A noter que les lixiviats ont aussi subi un suivi de la concentration du chrome, mais sa concentration initiale dans le DMA était faible avec seulement 0,052mg/L, cette concentration a totalement disparu au bout de 5 minutes dans tous les lixiviats contenant chacun des quatre matériaux naturels.

5.5. Discussion des résultats

Nous analyserons dans cette discussion l'efficacité de chacun des matériaux naturels à part pour pouvoir tirer des conclusions quant à leurs efficacités.

5.5.1. Calcaire

L'histogramme suivant met en évidence les rendements d'élimination de chacun des cinq métaux lourds par le calcaire à différents instants t :

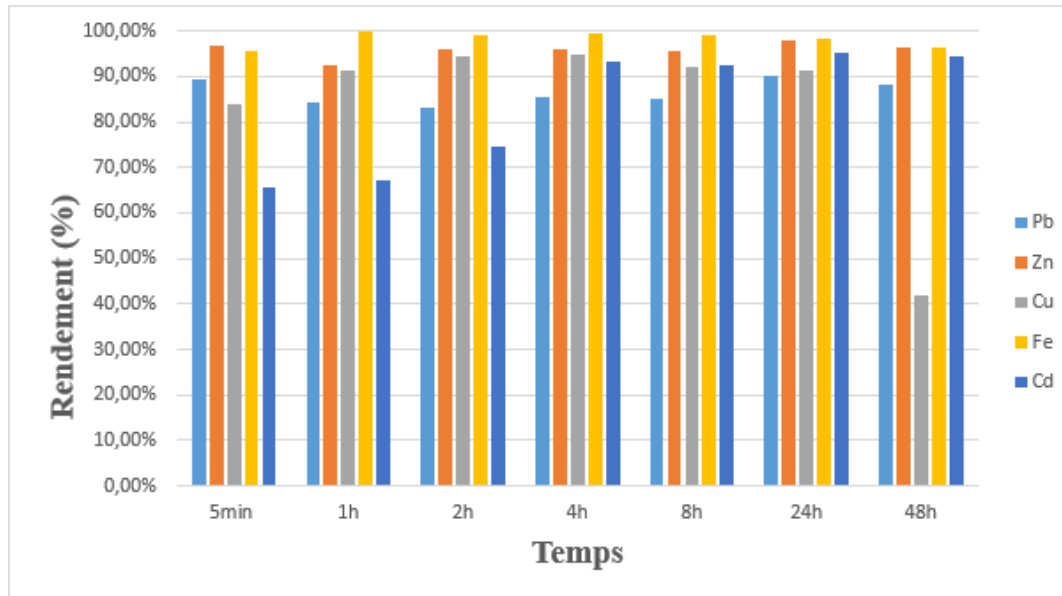


Figure 3.20: Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traités par le calcaire

Le calcaire s'est montré comme étant le meilleur matériau naturel pour le traitement des DMA riche en plomb. En effet, les meilleurs résultats dans les concentrations du plomb ont été enregistrés dans les lixiviats traités par le calcaire avec des concentrations finales de seulement 0.0491 mg/L. Le calcaire s'est montré aussi efficace dans le traitement du zinc, fer et cadmium avec à chaque fois des concentrations finales inférieures aux normes environnementales imposés par l'état Algérien sur les effluents industriels, mais ce matériau a eu plus de mal avec le cuivre n'arrivant pas à obtenir des résultats répondant aux normes aux bout de 48 heures.

5.5.2. Dolomie

L'histogramme suivant met en évidence les rendements d'élimination de chacun des cinq métaux lourds par la dolomie à différents instants t :

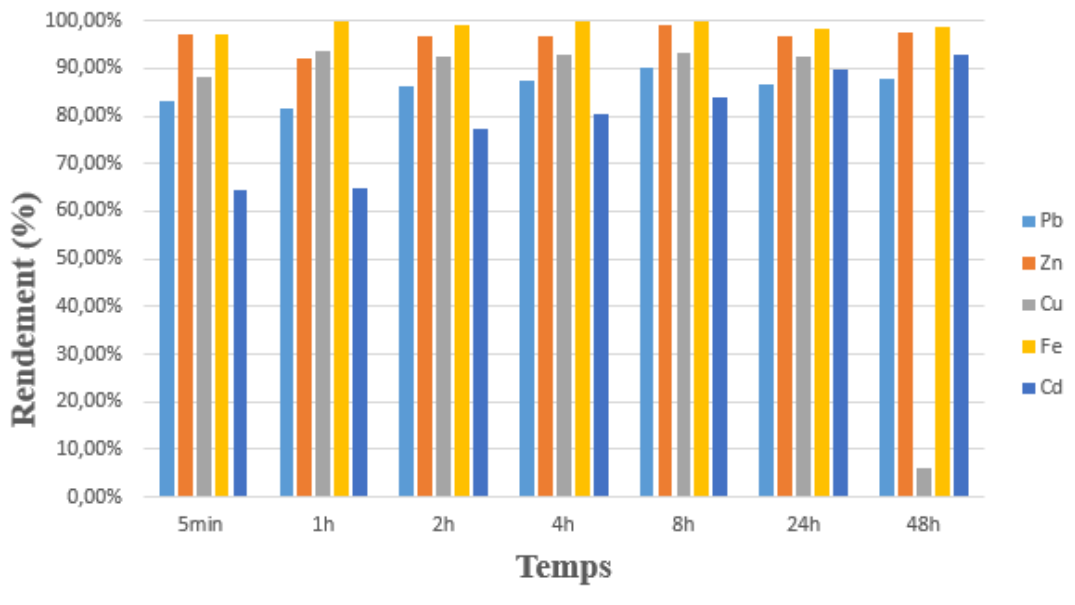


Figure 3.21: Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traités par la dolomie

Comme pour les autres tests effectués, la dolomie a obtenu des résultats assez similaires à ceux du calcaire, elle s'est distinguée comme étant le meilleur matériau dans le traitement du Zinc et du Fer, avec des concentrations finales de respectivement 0.0647mg/L et 0.269mg/L, elle est aussi envisageable pour le traitement des effluents riche en Plomb et dans une moindre mesure le Cadmium, mais tout comme pour le calcaire ; la dolomie n'a pas pu faire baisser la concentration du cuivre dans les lixiviats après 48 heures.

5.5.3. Dolomie calcinée

L'histogramme suivant met en évidence les rendements d'élimination de chacun des cinq métaux lourds par la dolomie calcinée à différents instants t :

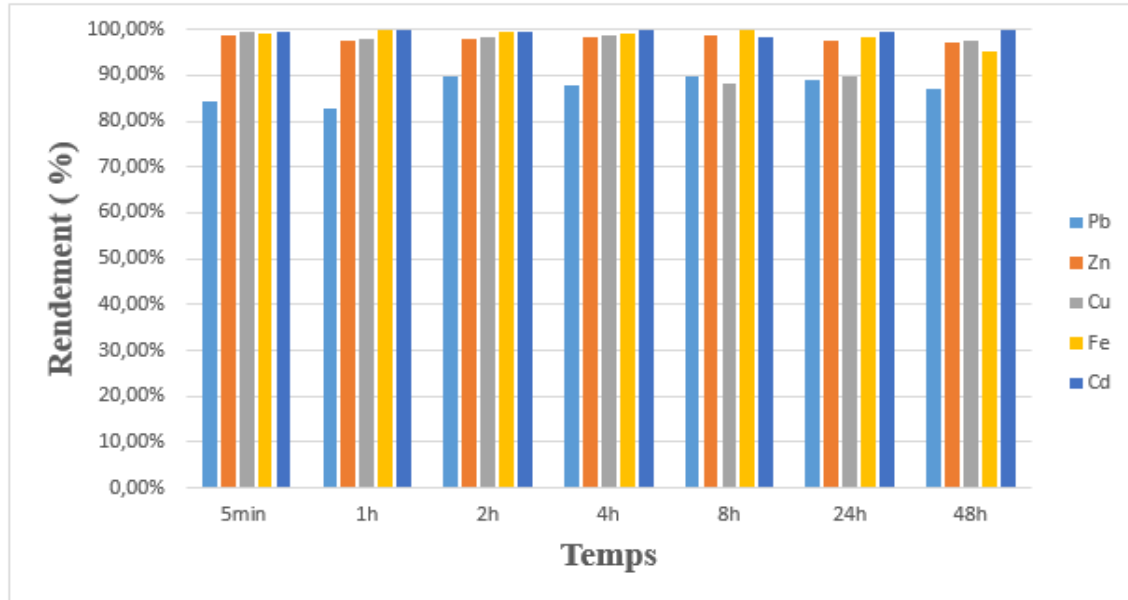


Figure 3.22: Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traités par la dolomie calcinée

L'histogramme de variation des différentes concentrations des métaux lourds dans les lixiviats traités par la dolomie calcinée démontre que c'est un très bon neutralisant des DMA et confirme que la calcination de la dolomie lui permet d'augmenter son efficacité. Cette dernière lui a permis de pouvoir faire baisser la concentration du cuivre à 0.137mg/L et être ainsi sous les normes environnementales, alors que la dolomie non calcinée avait du mal avec le cuivre. La calcination a aussi permis à la dolomie d'obtenir de bons résultats pour les concentrations de Cadmium avec une concentration de seulement 0.03mg/L qui est considéré comme étant le plus dangereux des métaux lourds que nous essayons de neutraliser. La dolomie calcinée a aussi obtenu de très bons résultats avec les concentrations de fer, plomb et zinc.

5.5.4. Cendres de bois

L'histogramme suivant met en évidence les rendements d'élimination de chacun des cinq métaux lourds par les cendres de bois à différents instants t :

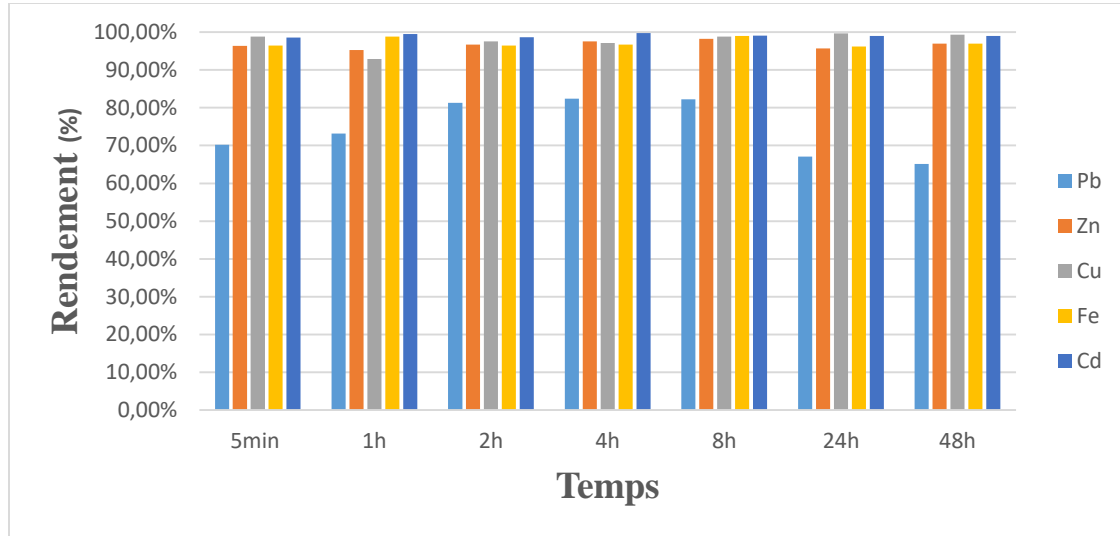


Figure 3.23 : Histogramme de variation des rendements d'éliminations des métaux dans les lixiviats traités par les cendres de bois

L'histogramme de variation des différentes concentrations des métaux lourds dans les lixiviats traités par les cendres de bois démontre qu'il a pu obtenir les meilleurs résultats dans le traitement du cadmium et du cuivre avec des concentrations de respectivement 0.001mg/L et 0.033mg/L, ainsi que des résultats satisfaisants pour le fer et le zinc, mais a eu un peu de mal avec le traitement des concentrations en plomb avec un rendement final de seulement 65%.

Plusieurs mécanismes peuvent être envisagés pour expliquer l'élimination des métaux [14, 22]. Après la dissolution des échantillons (calcaire, dolomie, dolomie calcinée et cendre de bois), un certain nombre de minéraux peuvent précipiter. Le mécanisme d'élimination du Fe est la précipitation sous forme d'oxyde-hydroxydes tels que $\text{Fe}_3(\text{OH})_8$, (FeOOH) , (Fe_2O_3) , $[(\text{H}_3\text{O})\text{Fe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2]$, (Fe_3O_4) ou sous forme de carbonates (FeCO_3) lorsque le bicarbonate produit par dissolution de la calcite réagit avec Fe^{+2} . De plus, l'élimination réussie du Fe est probablement due aux mécanismes de sorption et de co-précipitation qui peuvent également avoir lieu.

L'élimination du Zn, Cd et Pb dissous peut être attribuée à la capacité de sorption des matériaux testés. L'adsorption de ces métaux sur les phases minérales est liée à des réactions de complexation de surface ou de précipitation; elle dépend principalement des concentrations d'ions métalliques.

D'autres chercheurs [26] ont observé qu'à des valeurs de pH presque neutres, l'élimination des métaux pourrait être due à l'adsorption et à la co-précipitation de ces métaux dissous à la surface du fer nouvellement précipité.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Les résidus miniers présents dans les différentes phases de l'exploitation d'un site minier représentent un défi majeur pour les entreprises exploitant ces sites, riches en minéraux sulfurés et exposés à l'eau, à l'air et à moindre mesure à l'activité bactérienne, ils sont générateurs de drainage minier acide ; des effluents nocifs pour la faune, la flore et les réseaux hydrographiques. Au vu de cela, l'industrie n'a jamais cessé d'innover pour pouvoir trouver des solutions écologiques et économiques pour traiter ce problème ; parmi ces solutions les traitements passifs basés sur des matériaux naturels.

Le projet de recherche initié durant ce travail s'articule autour de cet axe et a permis d'évaluer l'efficacité du calcaire, de la dolomie, de la dolomie calcinée et des cendres de bois dans le traitement d'un DMA synthétique préparé au laboratoire de génie minier de l'Ecole nationale polytechnique, cela par la mise en place de tests de simulation de neutralisation des DMA par des essais statiques et en Batch sur les matériaux naturels après une caractérisation physico-chimique, chimique et minéralogique.

Les essais statiques ont permis l'évaluation du potentiel de neutralisation PN des différents matériaux naturels et nous a permis d'en conclure que le calcaire est le matériau avec le plus fort potentiel de neutralisation avec 655.7 5Kg CaCO₃/t suivi par la dolomie, la dolomie calcinée et les cendres de bois. Quant aux essais en Batch, ils ont été interprétés en faisant un suivi des valeurs de pH, potentiel Redox et de l'alcalinité à des intervalles de temps bien définis, leurs résultats ont permis de constater que les cendres de bois sont les matériaux qui offrent les meilleures valeurs d'alcalinité et qui remontent le mieux les valeurs du pH du DMA synthétique suivis de près par la dolomie calcinée puis ensuite le calcaire et la dolomie.

Une analyse chimique des lixiviats par SAA a ensuite été effectuée pour évaluer les taux d'éliminations et d'extractions des métaux lourds où tous les matériaux naturels ont su montrer leurs potentiels. Cependant tout comme lors des essais en Batch, les cendres de bois et la dolomie calcinée se sont hissées comme étant les meilleurs matériaux pour faire baisser les concentrations de métaux, là où le calcaire et la dolomie ont obtenus des résultats satisfaisants pour tous les métaux à part le cuivre.

Cependant, il est important de noter que même si les meilleurs résultats ont été obtenus avec la dolomie calcinée et les cendres de bois, ce sont des matériaux qui exigent un prétraitement ; une

calcination à 375°C pour la dolomie calcinée et une incinération pour les cendres de bois, ce qui fait que leurs coûts de traitement et d'utilisation peuvent s'avérer plus important qu'un traitement basé sur le calcaire et la dolomie, nous pouvons donc dire qu'avant d'utiliser un de ces matériaux, il est important de bien analyser le site et le drainage minier acide auquel nous avons à faire pour éviter un gaspillage des ressources financières de l'entreprise, c'est-à-dire que les cendres de bois et les dolomies calcinées conviendraient mieux à des sites abandonnées où les quantités d'effluents acides sont déjà importantes, là où le calcaire et la dolomie peuvent être utilisés dans des sites encore en activité pour diminuer l'activité des DMA, il serait d'ailleurs tout aussi intéressant de combiner l'utilisation des cendres de bois avec un autre matériaux pour allier leurs avantages et obtenir de résultats plus que satisfaisants a moindre coût.

Certaines recommandations peuvent être émises pour approfondir ce travail de recherche comme une utilisation d'un microscope électronique à balayage (MEB) pour analyser les différentes phases minéralogiques présentes dans les matériaux après traitement, une calcination plus poussée de la dolomie à 800°C pour faire apparaitre une phase d'oxyde de magnésium MgO, une étude avec encore plus de métaux tel que l'arsenic, l'aluminium ou le nickel où la mise en place d'un modèle numérique simulant les essais en Batch de laboratoire...etc.

Pour finir, nous dirons que peu de recherches ont été faites dans le domaine de traitement des DMA, et qu'il reste énormément à faire, dans une époque où les sites d'exploitation de ressources minérales se multiplient, beaucoup de sites abandonnés potentiellement générateurs de DMA verront le jour dans le futur et c'est maintenant qu'il faut agir pour éviter un drame écologique notamment en mettant à jour la législation qui les régit.

Références bibliographiques

- [1] **AKCIL.A et KOLDAS:** Acid mine drainage (AMD): causes, treatment and case studies, journal of cleaner production, 2006 p 1139-1145.
- [2] **AZAPAGIC.A:** Developing a framework for sustainable development indicators for the mining and minerals industry. Journal of cleaner production. 2004. p 639-662.
- [3] **BEATY et KERBER:** Concepts, instrumentation and techniques in atomic absorption spectroscopy. Perkin Elmer Corporation. 1993
- [4] **BRUNET.JF, COST.B:** Bibliographie préliminaire à la gestion des dma de Rosia Poieni (Roumanie). Rapport brgm50626. 2000. p116.
- [5] **BOUZHAAH et al:** Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests. Mine Water and the Environment.2014. p54-65
- [6] **DOLD:** Basic concepts in environmental geochemistry of sulphide mine waste management, in: e.s. Kumar (ed.). Waste management, in tech. Rijeka. 2010. p173–198.
- [7] **DUFFY.A, WALKER.G.M., ALLEN.S. J:** Investigations on the adsorption of acidic gases using activated dolomite. **Chem. Eng. J. 2006. p239–244**
- [8] **DUFRESNE Karine:** Traitement de polissage de drainage minier acide par marais épurateur. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi. 2015. p102
- [9] **EL GHALLIA:** Determination of the available acid-generating potential of waste rock, part II: Waste management involvement. Applied geochemistry. 2019. P316-325
- [10] **FONTAINE.R:** Restauration du site minier Lorraine. Rapport de surveillance des travaux 7209-700-02. Dessau-Soprin, Val d'Or. Québec. 1999. p33.
- [11] **FORSTENER.U:** Chemical methods for assessing bio-available metals in sludges and soils. Seminar. 1985
- [12] **GAZEA.B:** Comparison of Static Test Techniques for the Prediction of Acid Rock Drainage in Polymetallic Sulphide Mines. Solution for pollution prevention. 1995.

- [13] **HALLBERG et DB JOHNSON**: Acid mine drainage remediation options: a review. *Science of the total environment*. 2005. p3–14. Disponible sur <http://dx.doi.org/10.1016/j>
- [14] **IAKOVLEVA, E., MÄKILÄB, E., SALONEN, J., SITARZ, M., WANG, S., SILLANPÄÄ, M**: Acid mine drainage (AMD) treatment: Neutralization and toxic elements removal with unmodified and modified limestone. *Ecological Engineering* 81. 2015 30–40. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.04.046>
- [15] **ILUANA Laura Calugaru**: Modification des matériaux naturels et des résidus industriels et application à la rétention des métaux du drainage mine. Mémoire de maîtrise en mine et géologie. Ecole polytechnique de Montreal. 2014. 135p.
- [16] **JEFFREY G Skousen, Paul Ziemkiewicz**: Open limestone channels for treating acid mine drainage: a new look at an old idea. *Green lands*. 1994. p36-41.
- [17] **JEFFREY G Skousen, Paul Ziemkiewicz**: Performance of 116 passive treatment systems for acid mine drainage. Presented in the National Meeting of the American Society of Mining and Reclamation, Breckenridge. 2005.
- [18] **JOUINLM, RAKOTONIMARO.T. V, NECULITA.C.M, GENTY.T, BENZAAZOUA.M**: Stability of metal-rich residues from laboratory multi-step treatment system for ferriferous acid mine drainage. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 26 (35), 35588–35601. 2019. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-04608-1>
- [19] **LAWRENCE et WANG**: A. Discussion of "A method to calculate the neutralization potential of mining wastes". *Environmental Geology* 38. 1998. p82-84 <https://doi.org/10.1007/s002540050404>
- [20] **MANCEAU et al**: Quantitative Speciation of Heavy Metals in Soils and Sediments by Synchrotron X-ray Techniques. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. 2002. P341-428.
- [21] **MEND**: Prediction Manual for Drainage Chemistry from Sulphidic Geologic Material, Report 1.20.1. 2009.

[22] **MILLER, A., FIGUEROA, L., WILDEMAN:** T. Zinc and nickel removal in simulated limestone treatment of mining influenced water. *Appl. Geochem.* 26, 2011 p125–132. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2010.11.009>

[23] **RAKOTONIMARO.T. V, NECULITA.C.M, BUSSIÈRE.B, BENZAAZOUA.M, ZAGURY.G.J:** Recovery and reuse of sludge from active and passive treatment of mine drainage-impacted waters: a review. *Environ SciPollutRes***24**, 73–91. 2017 <https://doi.org/10.1007/s11356-016-7733-7>

[24] **REBECCA Pelletier-Allard:** Caractérisation et neutralisation d'un dma par une dolomie a haute pureté. Thèse en vue d'obtenir le grade de maitre en environnement. Université de Sherbrooke. 2014.

[25] **ROBIN Potvin:** Évaluation à différentes échelles de la performance de systèmes de traitement passif pour des effluents fortement contaminés par le dma. Thèse de doctorat en science de l'environnement. Université du Québec en Abitibi. 2009. p336.

[26] **ROMERO, F.M., NUNEZ, L., GUTIERREZ, M.E., ARMIENTA, M.A., CENICEROZ, A.E,** 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. 2011 <https://doi.org/10.1007/s00244-010-9544-z> .

[27] **RUIUHA et al:** Phosphorus removal performance of acid mine drainage from wastewater, *j. hazard. mater.* 190. 2011 p669–676. Disponible sur dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.03.097

[28] **SERNA Frédéric, LAGNEAU Jean, CARPENTIER Jean-Marc :** « La diffraction des rayons X : une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques », *Chimie nouvelle* N° 116. 2014

[29] **SIMATE et al:** Acid mine drainage: challenges and opportunities. *journal of environmental chemical engineering.* 2014. p1785-1803

[30] **SINGH:** Mine water quality deterioration due to acid mine drainage.*int. j. mine water* 6. 1987 p49–61. Disponible sur:<http://dx.doi.org/10.1007/BF02498139>.

[31] **SOBEK et al:** Field and Laboratory Methods Applicable to Over burdens and Mines oils, 1978

[32] **THIRION-MERLE Valérie:** La spectrométrie à fluorescence X. Archives ouvertes HAL. 2016.

[33] **THOMAS Genty:** Comportement hydro-bio-géo-chimique de systèmes passifs de traitement du drainage minier acide fortement contaminé en fer. Thèse de doctorat en science de l'environnement. Université du Québec. Abitibi. 2012. p248. Disponible sur <https://depositum.uqat.ca/269/>

[34] **WOLKERSDORFER.C, QONYA.B:** Passive Mine Water Treatment with a full scale, containerized Vertical Flow Reactor at the abandoned Metsämonttu Mine Site, Finland. *IMWA 2017, Mine Water & Circular Economy*". Lappeenranta, Finland. 2017

[35] **ZDUN et al:** Modelling the hydrodynamics of collie mining void 5b. Thèse d'ingénieur. University of western Australia. 2001. 68p.

Annexe

Normes utilisées lors de la caractérisation physico-chimique :

NF P18-554 (Densité apparente)

Mesures des masses volumiques, de la porosité, du coefficient d'absorption et de la teneur en eau des gravillons et cailloux, La présente norme s'applique aux granulats d'origine naturelle ou artificielle utilisés dans le domaine du bâtiment et du génie civil.

NF P94-054 (densité absolue)

Méthode du pycnomètre à eau. La norme s'applique à tout échantillon de sol intact ou remanié dont la dimension des plus gros éléments est inférieure à 2 mm. L'essai détermine la masse volumique moyenne d'un échantillon composé de particules, parfois de nature différente. La masse volumique des particules solides d'un sol est utilisée pour connaître l'indice des vides, le degré de saturation et la porosité.

NF EN1097-5 (Teneur en eau)

La présente norme décrit la méthode de référence utilisée pour les essais de détermination de la teneur en eau des granulats par séchage en étuve ventilée. Pour d'autres objectifs, en particulier dans le cadre du contrôle de la production en usine, d'autres méthodes peuvent être employées si une corrélation avec la méthode de référence a été établie

NF EN15169 (Perte au feu)

La présente Norme européenne spécifie une méthode de détermination de la perte au feu. Ce mode opératoire est applicable à tous les types de déchets, boues et sédiments. La perte au feu est souvent utilisée afin d'évaluer la teneur des déchets, des boues et des sédiments en matière organique non volatile. Il convient de noter que la teneur en carbone élémentaire et la volatilisation de matériaux organiques ou des réactions chimiques au sein de composés inorganiques sont comprises, le cas échéant, dans la perte au feu.

NF P94-410-3 (Porosité)

Le présent document s'applique à la détermination de la porosité connectée ou totale et de la masse volumique de la matière solide d'un échantillon de roche dont le volume n'est pas susceptible de changer par gonflement en présence d'eau.

NF EN933-1 (Analyse granulométrique)

La présente Norme européenne décrit la méthode de référence servant au tamisage par voie sèche et au lavage utilisée pour les essais de type initiaux et, en cas de désaccord, à la détermination de la granularité des granulats. Pour les besoins du contrôle de la production en usine en particulier, d'autres méthodes peuvent être utilisées sous réserve qu'une corrélation appropriée avec la méthode de référence ait été établie. Elle s'applique à tous les granulats, dont les granulats légers, jusqu'à une taille nominale de 90 mm, mais en excluant les fillers.

NF P94-68 (Essai au bleu de Méthylène)

Le présent document a pour objet de préciser la méthode de détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux au moyen de l'essai au bleu de méthylène "à la tâche". La valeur de bleu de méthylène d'un sol (VBS) mesure la capacité d'adsorption d'un sol ou d'un matériau rocheux. Elle constitue un des paramètres d'identification de la classification des sols

ISO10 390-5 :2005 (pH)

L'ISO 10390: 2005 spécifie une méthode instrumentale de mesurage de routine du pH à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension de sol dilué à 1:5 (fraction volumique) dans de l'eau (pH de H₂O), dans une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l (pH de KCl) ou dans une solution de chlorure de calcium à 0,01 mol/l (pH de CaCl₂).