

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

## Thème :

Pertinence des essais de lixiviation dans la prédiction du comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi Kamber

### Réalisé par :

Fatima KABACHI et Roumaïssa SADAOUÏ

Sous la direction de Mme Merchichi Amira

Présenté(e) et soutenu(e) publiquement le (09/07/2019)

### **Composition du Jury :**

Président	M. Malek Ould Hamou	M.C.A	ENP
Rapporteur	Mme, Merchichi Amira	M.A.A	ENP
Examineur	M. Rezki Akkal	M.C.A	ENP

ENP 2019



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Minier

## Thème :

Pertinence des essais de lixiviation dans la prédiction du comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi Kamber

### Réalisé par :

Fatima KABACHI et Roumaïssa SADAOUÏ

Sous la direction de Mme Merchichi Amira

Présenté(e) et soutenue publiquement le (09/07/2019)

### **Composition du Jury :**

Président	M. Malek Ould Hamou	M.C.A	ENP
Rapporteur	Mme, Merchichi Amira	M.A.A	ENP
Examineur	M. Rezki Akkal	M.C.A	ENP

ENP 2019

## REMERCIEMENTS

Avant tout, nous tenons à remercier ALLAH, le tout puissant, qui nous a donné le courage, la volonté et la patience pour mener à terme ce travail, également, nous remercions infiniment nos parents pour leur soutien, aide, encouragement et surtout pour la confiance qu'ils nous ont porté durant ces années.

Nos plus grands remerciement vont à notre promotrice Madame **Merchichi Amira**, pour son encadrement qui a suscité notre profond respect, pour le temps qu'elle nous a accordé, pour son accueil et les conseils qu'elle nous a prodigué pour l'élaboration de notre projet de fin d'études.

Nous remercions profondément Monsieur **Ould Hamou Malek**, notre Chef de département de génie minier, d'avoir accepté de juger ce travail et d'en être le président de jury.

Nous remercions vivement Monsieur **AKKAL Rezki**, de nous avoir honorés en acceptant d'être membre de jury.

Nos remerciements à l'ensemble des enseignants de département de Génie Minier, qui ont contribué à notre formation d'ingénieur.

Nous voulons exprimer notre reconnaissance envers, nos proches, nos camarades de classe tous nos amis qui nous ont apporté leurs support moral, intellectuel tout au long de cette démarche et leurs soutiens inconditionnels.

Nous exprimons aussi notre profonde reconnaissance aux personnels des organismes pour leur précieuse aide :

- Entreprise National des Produits de l'électrochimie (ENPEC, Sétif)
- L'Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux (AGENOR, Alger)

## **Dédicace**

*Je dédie ce modeste travail à tous les gens que j'aime et qui m'aiment :*

*A celle qui m'a transmis la vie, l'amour, le courage, à toi chère **Maman** toutes mes joies, mon amour et ma reconnaissance.*

*Du moment que tu es là maman je n'ai besoin de rien. Tu es la lanterne qui éclaire mon chemin et m'illumine de douceur et d'amour, tu es le vrai quand je suis dans le faux, tu es le bon quand tout est mauvais. Pour te décrire il me faudra quelque chose de plus que des mots, car rien ne saura te tracer à mes yeux telle que mon cœur te voit et t'aperçois.*

*Maman, tu es la seule personne au monde à toujours être là pour moi. Tu me pardonnes, tu me tends les bras même quand j'ai tort. Si je suis heureuse tu te réjouis avec moi. Quand je suis triste tu ne souris pas tant que je n'ai pas ri. Merci d'être aussi mon ami !*

*A toi chère **Papa***

*Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir.*

*Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.*

*A ma très chère sœur **RANDA***

*En souvenir d'une enfance dont nous avons partagé les meilleurs et les plus agréables moments. Pour toute la complicité et l'entente qui nous unissent. Je te dédie ce travail.*

*Puisse Dieu le tout puissant exhausser tous tes vœux.*

***A la mémoire de ma grand-mère.***

*Qui m'a toujours accompagné par ses prières, Qui a été toujours dans mon esprit et dans mon cœur.*

*Que Dieu, le miséricordieux, vous accueille dans son éternel paradis.*

*À mes chère oncles, tantes, leurs époux et épouses*

*A mes chers cousins et cousines*

*Veillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère.*

*A mes très chers amis avec lesquels j'ai vécu les meilleurs moments de ma vie et qui mon beaucoup soutenue :*

***DJAZIA ; WAHIBA ; BOUTHAINA ; NESRINE ; KENZA ; HADJER ; LINDA et FARIDA.***

*A mes camarades de promotion Génie minier 2019*

*A l'une des plus belles personnes que j'ai rencontré, ma binôme **ROUMAÏSSA** avec qui j'ai passé des moments inoubliables, et surmonté beaucoup de difficultés et à toute sa famille.*

***Fatima***

## **Dédicace**

*Du fond de mon cœur, je dédie ce travail À tout ceux qui me sont chers*

*A l'éternel, mon dieu, le tout puissant de m'avoir aidée à arriver au bout de mes études en ingénierie, lui qui ma accompagnée dès le début jusqu'à la fin.*

### **À MES TRÈS CHÈRE PARENTS**

*Aucune dédicace ne serait être assez éloquente pour exprimer la profondeur des sentiments d'affections, d'estime et de respect que je vous porte, pour l'amour dont vous m'avez toujours comblé, l'éducation et le bien être que vous m'assurez, pour vos soutiens, vos sacrifices et vos prières.*

*Que ce modeste travail soit exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrable sacrifices. Puisse dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.*

### **A MA TRÈS CHÈRE MÈRE**

*Quoi que je fasse ou que je dise, je ne serais assez te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles*

### **A MON TRÈS CHER PÈRE MUSTAPHA**

*Pour être le bon exemple de père par son soutien, ses encouragements et aides dès mes premiers pas d'études jusqu'à ce jour. Tu as toujours été à mes côtés.*

### **A MON TRÈS CHER MARI ABD ELLAH**

*Qui ma aidé et supporté dans les moments difficiles, merci pour ton grand cœur, toutes tes qualités qui seraient trop longue à énumérer, ma vie ne serait pas aussi magique sans ta présence et ton amour*

*A mes sœurs Asma, Meriem, Sirine et mon frère Said pour leurs patience, soutiens et leur sentiment d'amour aux moments les plus difficiles. Je vous souhaite plein de succès, de joie et de bonheur. Que dieu vous garde et illumine vos chemin.*

*A toute ma familles Sadaoui et Louni ,a ma belle famille Lagab*

*A mes meilleurs amies, à ma chère binome Amel, merci pour ta patience, ta tolérance et pour les bons moments qu'on a partagé, à fin de donner naissance à ce projet*

*À la mémoire de mon grand-père ismail*

*J'espère qu'il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de ça petite poupée.*

**Roumaissa**

## ملخص

يعرض هذا العمل نتائج دراسة أجريت على الكيمياء الجيولوجية لمخلفات التعدين في منجم سيدي كامبر المهجور (سكيدة).

هذه المخلفات هي بقايا عمليات تصريف خام المعادن التي تحتوي على نسبة ملحوظة من المعادن السامة الناتجة عن تصريف المناجم الحمضي، والسبب الرئيسي لتدهور البيئة وتلوث التربة والمياه الجوفية. الهدف من هذا المشروع هو وصف السلوك الجيوكيميائي لمخلفات منجم سيدي كامبر في الظروف العادية (المخبر) من خلال طرق مختلفة وهي: اختبارات التنبؤ الثابتة والاختبارات الحركية واختبارات الاستخراج. نحن نهدف إلى فهم أفضل للظواهر التي ينطوي عليها تشكل أو تخفيف تلوث محتمل. تؤكد النتائج التي تم الحصول عليها خلال الاختبارات أن بقايا سيدي كامبر لها تأثير على البيئة من خلال إطلاق العناصر المعدنية مثل: الكاديوم والحديد والنحاس والزنك.

الكلمات الرئيسية: مخلفات التعدين ، تصريف المناجم الحمضي ، الترشيح ، الجيوكيمياء ، بيئة التعدين ، منجم سيدي كامبر.

## ABSTRACT

This work presents the results of a study conducted on the geochemistry of tailings from the abandoned Sidi Kamber mine (Skikda).

These tailings are ore processing discharges from the mine with a remarkable percentage of toxic metals from acid mine drainage, the main cause of environmental degradation and soil and groundwater pollution.

The objective of this project is to characterize the geochemical behaviour of discharges from the Sidi Kamber mine, under normal (laboratory) conditions by various methods, namely: Static Prediction Tests, kinetic testing and extraction testing. Aim to better understand the phenomena involved in the generation or mitigation of potential contamination.

**Keywords:** Mining residues, Acid mine drainage, Leaching, Geochemistry, Mining environment, Sidi Kamber mine.

## RESUME :

Ce travail présente les résultats d'une étude menée sur la géochimie des résidus miniers de la mine abandonnée de Sidi Kamber (Skikda).

Ces résidus sont les rejets de traitement des minerais de la mine qui présentent un pourcentage remarquable en métaux toxiques issus du phénomène du drainage minier acide, la principale cause de dégradation de l'environnement et de pollution des sols et des eaux souterraines.

L'objectif de ce projet est de caractériser le comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi Kamber, en conditions normales (de laboratoire) par différentes méthodes à savoir : Essais statiques de prédiction, essais cinétiques et des tests d'extraction. On vise à mieux connaître les phénomènes impliqués dans la génération ou l'atténuation d'une éventuelle contamination. Les résultats obtenus lors des essais confirment que les résidus de Sidi Kamber ont un impact sur l'environnement par le relargage des Eléments Traces Métalliques tels que : le cadmium, le fer, le cuivre, le zinc..

**Mots clés :** Résidus miniers, Drainage minier acide, Lixiviation, Géochimie, Environnement minier, mine de Sidi Kamber.

# TABLE DES MATIERES

Liste des figures  
Liste des tableaux  
Liste des abréviations

## Introduction générale

### Partie I : Synthèse bibliographique

#### Chapitre 1 : Les rejets dans l'environnement minier

1.1	Introduction .....	15
1.2	Les défis environnementaux de l'industrie minière .....	15
1.3	Les rejets miniers .....	15
1.4	Gestion des rejets .....	17
1.4.1	Gestion des rejets solides .....	17
1.4.2	Gestion des rejets liquides .....	19
1.5	Drainage minier acide .....	19
1.5.1	Oxydation des minéraux sulfureux .....	20
1.5.2	Processus de neutralisation dans les rejets miniers .....	22
1.5.3	Les impacts du drainage minier acide .....	23
1.6	Drainage neutre contaminé .....	24

#### Chapitre 2 : Revue De littérature dur les essais de lixiviation et description du site d'étude

2.1	Introduction .....	27
2.2	Présentation de la zone d'étude .....	27
2.2.1	Localisation géographique .....	27
2.2.2	Historique de la mine .....	28
2.2.3	Aspect géologique .....	28
2.2.4	Aspect climatique .....	30
2.2.5	Aspect hydrogéologie .....	30
2.3	Prédiction du drainage minier acide .....	31
2.3.1	Tests statiques .....	31
2.3.2	Essai cinétique .....	36
2.3.3	Les essais de lixiviation : .....	39
2.3.4	Paramètres influençant sur les résultats des essais de lixiviation : .....	41
2.3.5	Les mécanismes contrôlant le relargage des métaux .....	42

#### Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



3.1	Introduction .....	46
3.2	Echantillonnage .....	46
3.3	Préparation des échantillons .....	47
3.3.1	Homogénéisation et brasage.....	47
3.3.2	Quartage .....	47
3.3.3	Diviseurs rotatif.....	48
3.4	Caractérisation physique.....	48
3.4.1	Analyse granulométrique .....	48
3.4.2	Mesure de masse volumique des grains solides .....	50
3.4.3	Détermination du poids volumique apparent .....	51
3.4.4	Détermination de la teneur en eau pondérale :.....	52
3.4.5	Test d'acidité .....	53
3.5	Caractérisation chimique .....	54
3.6	Evaluation du comportement géochimique .....	55
3.6.1	Potentiel de neutralisation (Lawrence).....	55
3.6.2	Essai de lixiviation en batch (SPLP, CTEU9, TCLP).....	58
3.6.3	Essais de lixiviation en batch (extraction simple).....	62
3.6.4	Essai de lixiviation en mini-cellules d'altération .....	65

## **Chapitre 4 : Résultats et interprétations**

4.1	Résultats de l'analyse granulométrique.....	69
4.2	Résultats de l'analyse chimique par fluorescence X .....	71
4.3	Résultats des essais statiques .....	71
4.4	Résultats des essais de lixiviation en batch .....	72
4.5	Résultats des essais cinétiques (mini cellules d'altération).....	75
	Résultats des analyses chimiques des métaux .....	83
4.6	Résultats des essais de l'extraction simple .....	86
	<b>Conclusion générale</b>	98
	<b>Références</b>	99

## Liste des figures

<b>Fig 1.1</b> Différents types de déchets miniers (BRGM, 1997)	16
<b>Fig 1.2</b> Etapes d'exploitation d'un gisement métallique et les résidus miniers correspondants.	17
<b>Fig 1.3</b> Étapes de la formation de DMA (tirée d'Aubertin et al., 2002a, d'après Kleinman et al., 1981)	22
<b>Fig 1.4</b> Effets majeurs du DMA sur un système lotique (Gray, 1997).	24
<b>Fig 2.1 a)</b> Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber <b>b)</b> Vue générale de la mine de Sidi Kamber <b>c)</b> Résidus miniers	28
<b>Fig 2.2</b> Pyrite (Py) altérée entourée d'oxyde de fer (FeO) secondaire, associée au quartz (Qtz) (Issaad, 2019).	29
<b>Fig 2.3</b> Galène (Ga) altérée, entourée d'anglésite (Ang) (Issaad,2019).	29
<b>Fig 2.4</b> Hématite (Hem) résultante de l'oxydation de la pyrite (Py), dans une gangue de quartz (Qtz) (Issaad, 2019).	30
<b>Fig 2.5</b> Localisation de l'oued Essouk	31
<b>Fig 2.6</b> Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du NPR (PN/PA)	36
<b>Fig 3.1</b> Localisation des points d'échantillonnage (Issaad et al., 2019)	46
<b>Fig 3.2</b> Tranché d'échantillonnage des rejets grossiers	47
<b>Fig 3.3</b> Homogénéisation de l'échantillon de la mine de Sidi Kamber	47
<b>Fig 3.4</b> Homogénéisation et quartage de l'échantillon de Sidi Kamber	48
<b>Fig 3.5</b> Diviseur rotatif	48
<b>Fig 3.6</b> Tamiseuse de type Retch	49
<b>Fig 3.7</b> Mesure du poids volumique des grains solides	51
<b>Fig 3.8</b> Remplissage du bécher jusqu'au débordement	52
<b>Fig 3.9</b> Séchage à 105°C pendant 24 h	53
<b>Fig 3.10</b> pH de l'échantillon	53
<b>Fig 3.11</b> L'analyseur Niton XL2	54
<b>Fig 3.12</b> Principe de fonctionnement de l'appareil de fluorescence aux rayons X	55
<b>Fig 3.13</b> Test d'effervescence	56
<b>Fig 3.14</b> Etapes de l'essai Lawrence (détermination du pouvoir neutralisant)	57
<b>Fig 3.15</b> pH de la solution d'HCl	57
<b>Fig 3.16</b> Suite de l'essai de Lawrence (Titrage se la solution avec le NaOH)	58
<b>Fig 3.17</b> Etapes du prétest	59
<b>Fig 3.18</b> Mesure du pH (pH 2.85)	60
<b>Fig 3.19</b> pH mesuré de la solution	60
<b>Fig 3.20</b> Système de filtration utilisé lors des essais	61
<b>Fig 3.21</b> Solution de lixiviation de l'essai SPLP	61
<b>Fig 3.22</b> Solutions de CaCl <sub>2</sub> , d'EDTA et de NaNO <sub>3</sub>	63
<b>Fig 3.23</b> Agitation des solutions à l'aide d'un agitateur mécanique.	64
<b>Fig 3.24</b> Centrifugation et Filtration des solutions	64
<b>Fig 3.25</b> Solutions finales après filtration	65
<b>Fig 3.26</b> Schéma résumant les essais en mini-cellule d'altération (Bussière et al., 2005, adapté de Cruz et al., 2001).	66
<b>Fig 3.27 a,b,c</b> Etapes de la réalisation des mini-cellules d'altération.	67
<b>Fig 3.28</b> Essai de lixiviation en Mini-cellules d'altération	67
<b>Fig 4.1</b> Courbe granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber	70
<b>Fig 4.2</b> Caractérisation environnementale des résidus de la mine de Sidi Kamber	72
<b>Fig 4.3</b> Concentrations des métaux dans le lixiviat de l'essai SPLP	73
<b>Fig 4.4</b> Concentrations des métaux dans le lixiviat de l'essai TCLP	73

## Liste des figures

<b>Fig 4.5</b> Concentrations des métaux dans le lixiviat de l'essai CTEU-9	74
<b>Fig 4.6</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats des essais SPLP, TCLP et CTEU-9	75
<b>Fig 4.7</b> Variation du volume dans les quatre classes	77
<b>Fig 4.8</b> Résultats du pH dans les lixiviats issus des essais en mini-cellules d'altération	79
<b>Fig 4.9</b> Variation du pH dans les quatre classes	80
<b>Fig 4.10</b> Résultats de la conductivité dans les eaux issues des essais en mini-cellules	82
<b>Fig 4.11</b> Variation de la conductivité dans les quatre classes	83
<b>Fig 4.12</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-250 +160]	84
<b>Fig 4.13</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-160 +100]	84
<b>Fig 4.14</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-100 +80]	85
<b>Fig 4.15</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour l'échantillon composite	85
<b>Fig 4.16</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO <sub>4</sub> pour la fraction	88
<b>Fig 4.17</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO <sub>4</sub> pour la fraction	89
<b>Fig 4.18</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO <sub>4</sub> pour la fraction	89
<b>Fig 4.19</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation CaCl <sub>2</sub> pour la fraction	90
<b>Fig 4.20</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation CaCl <sub>2</sub> pour la fraction	91
<b>Fig 4.21</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation CaCl <sub>2</sub> pour la fraction	91
<b>Fig 4.22</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation NaNO <sub>3</sub> pour la fraction	92
<b>Fig 4.23</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation NaNO <sub>3</sub> pour la fraction	93
<b>Fig 4.24</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation NaNO <sub>3</sub> pour la fraction	93
<b>Fig 4.25</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction	94
<b>Fig 4.26</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction	95
<b>Fig 4.27</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction	95
<b>Fig 4.28</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO <sub>4</sub> pour toutes les fractions et les ratios S/L	96
<b>Fig 4.29</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation CaCl <sub>2</sub> pour toutes les fractions et les ratios S/L	96
<b>Fig 4.30</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation NaNO <sub>3</sub> pour toutes les fractions et les ratios S/L	97
<b>Fig 4.31</b> Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour toutes les fractions et les ratios S/L	97

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.1</b> Différents types de déchets miniers	16
<b>Tableau 1.2</b> Les principaux minéraux associés au DMA	20
<b>Tableau 1.3</b> Principaux minéraux neutralisants susceptibles d'être retrouvés dans les rejets miniers	23
<b>Tableau 2.1</b> Liste des différents tests statiques chimiques avec leurs détails. Tous les potentiels d'acidification et de neutralisation	32
<b>Tableau 2.2</b> Liste de quelques tests statiques minéralogiques.	34
<b>Tableau 2.3</b> Synthèse des objectifs, avantages et inconvénients de certains cellules humides (MC : Mini-cellule d'altération, CH : cellule humide, Col : colonne, Cel-Col : Cellule-Colonne de terrain in situ).	37
<b>Tableau 2.4</b> Objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch.	39
<b>Tableau 2.5</b> Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple	41
<b>Tableau 3.1</b> Résultats de l'essai de détermination du poids volumique apparent	51
<b>Tableau 3.2</b> Résultats de l'essai de détermination de la teneur en eau pondérale	52
<b>Tableau 3.3</b> Volume d'HCl ajouté pour différents degrés d'effervescence (Lawrence) (de Lawrence et Wang 1997)	55
<b>Tableau 4.1</b> Analyse granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber	69
<b>Tableau 4.2</b> Caractéristiques de la courbe granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber	70
<b>Tableau 4.3</b> Résultats d'analyse chimique par fluorescence X	71
<b>Tableau 4.4</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats des essais SPLP, TCLP et CTEU.9 en mg/l	72
<b>Tableau 4.5</b> Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la première semaine	76
<b>Tableau 4.6</b> Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la deuxième semaine	76
<b>Tableau 4.7</b> Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la troisième semaine	76
<b>Tableau 4.8</b> Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la quatrième semaine	76
<b>Tableau 4.9</b> Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la cinquième semaine	77
<b>Tableau 4.10</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine en mg/l	83
<b>Tableau 4.11</b> Comparaison entre les normes algériennes et les concentrations moyennes des métaux dans les lixiviats de la première semaine.	86
<b>Tableau 4.12</b> Concentrations des métaux dans les lixiviats en mg/l	87

## Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation

Cc : Coefficient de courbure

Cel-Col : Cellule-Colonne

CH : Cellule Humide

Col : Colonne

Cu : Coefficient d'uniformité

DMA : Drainage Minier Acide

DNC : Drainage Neutre Contaminé

DRX : Diffraction aux rayons x

Eh : Potentiel redox

L/S : Rapport liquide – solide

MCA : Mini Cellule d'Altération

NAG : Net Acid Generation

NNP : potentiel net de neutralisation

NP : potentiel de neutralisation

NPR : PN/PA

ORGM : Office National de Recherche Géologique et Minière

PA : Potentiel d'Acidité

PGA : Potential Generation Acid

pH : potentiel d'hydrogène

PN : Potentien de Neutralisation

PNN : Potentiel Net de Neutralisation

SAA : Spectrophotométrie d'Absorption Atomique

SONAREM : Société Nationale de Recherche et d'Exploitation Minière

USGS : United States Geological Survey

## Introduction générale

L'Algérie possède un potentiel géologique intéressant pour l'investissement et le partenariat visant l'exploration minière, le développement et la production de certaines substances minérales. Elle dispose de richesses minières dont une grande partie n'est pas encore exploitée. Le potentiel minier algérien est équivalent à ceux des grands pays miniers comme l'Australie, l'Afrique du Sud, la Russie, la Chine ou le Brésil. De l'extraction jusqu'à la fabrication de produits et les équipements finis, la filière des mines pourrait permettre de contribuer efficacement au développement durable des activités économiques au même titre que les hydrocarbures.

Pour subvenir à ses besoins vitaux en matières premières, l'Algérie exploite ses ressources naturelles via des travaux miniers à ciel ouvert ou souterrains. Chacune des étapes de l'exploitation minière peut être génératrice de différents types de résidus miniers, généralement de caractéristiques physiques et chimiques assez différentes et donc d'impacts environnementaux différents.

Les principaux problèmes environnementaux liés à la gestion des rejets miniers sont la production du drainage minier acide (DMA), du drainage neutre contaminé (DNC) et le relargage des métaux. Afin de maîtriser ces problèmes environnementaux, plusieurs essais ont été proposés pour prédire la génération du DMA et permettre une planification de la disposition des rejets (Kitobo, 2009 ; Merchichi, 2013).

Nous avons mené la présente étude afin d'évaluer la pertinence des essais de lixiviation en batch pour la prédiction du comportement géochimique des rejets miniers de la mine abandonnée de Sidi Kamber dans la wilaya de Skikda à l'Est de l'Algérie.

Notre projet a pour objectifs :

- La détermination des caractéristiques physiques et chimiques des rejets de la mine de Sidi Kamber.
- L'évaluation du comportement géochimique des rejets miniers à partir des essais statiques (PN, PA), des essais de lixiviation en batch (CTEU-9, TCLP, SPLP) et des essais cinétiques (mini cellule d'altération)
- La réalisation des essais d'extraction simple afin d'étudier l'extractibilité des espèces chimiques contenues dans les échantillons.

Dans le présent travail, nous avons développé les parties suivantes :

Le premier chapitre présente les rejets miniers, leur impact sur l'environnement (notamment le DMA) et leur gestion. Le deuxième concerne la région d'étude et une synthèse bibliographique sur les différents essais de lixiviation.

Le troisième chapitre comprend les matériels et les méthodes utilisées pour les essais.

Et enfin le quatrième chapitre est consacré aux résultats et discussions.

# **Partie 1**

## **Synthèse bibliographique**

# **Chapitre 1**

## **Généralités sur les rejets miniers**



# Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

## 1.1 Introduction

L'activité minière fournit une source majeure de croissance économique du développement de plusieurs pays. Elle est essentielle à presque toutes les facettes de nos vies, de la construction aux innovations technologiques qui améliorent l'existence. Malgré les profits économiques, les opérations minières génèrent des déchets qui peuvent être nocifs pour l'environnement s'ils sont éliminés sans avoir subi le traitement adéquat. Pour l'empêcher, les sociétés minières doivent caractériser, prédire, contrôler et traiter leurs déchets.

## 1.2 Les défis environnementaux de l'industrie minière

Un site minier est défini comme le lieu d'extraction de minéraux à valeur commerciale. Les matières résiduelles sont déposées dans les zones de stockage sous forme broyée ou simplement concassées. La gestion de chaque type de rejet est en fonction de ses propriétés, des caractéristiques de l'exploitation minière et des particularités du site.

Les dimensions des composants d'une mine sont toujours différentes d'une exploitation à l'autre.

Les effets sur l'environnement seront différents, ils dépendent des composants et des caractéristiques des matériaux traités (Aubertin et al., 2002).

## 1.3 Les rejets miniers

Les résidus peuvent être définis comme tout produit ou dépôt résultant de la recherche et de l'exploitation minière ou du traitement du minerai; ces résidus peuvent être des produits naturels (stériles francs, produits minéralisés non exploitables) ou artificiels, plus ou moins transformés, issus des phases de traitement et d'enrichissement du minerai (rejet de laverie, scories) contenant d'éventuels additifs chimiques, minéraux ou organiques.

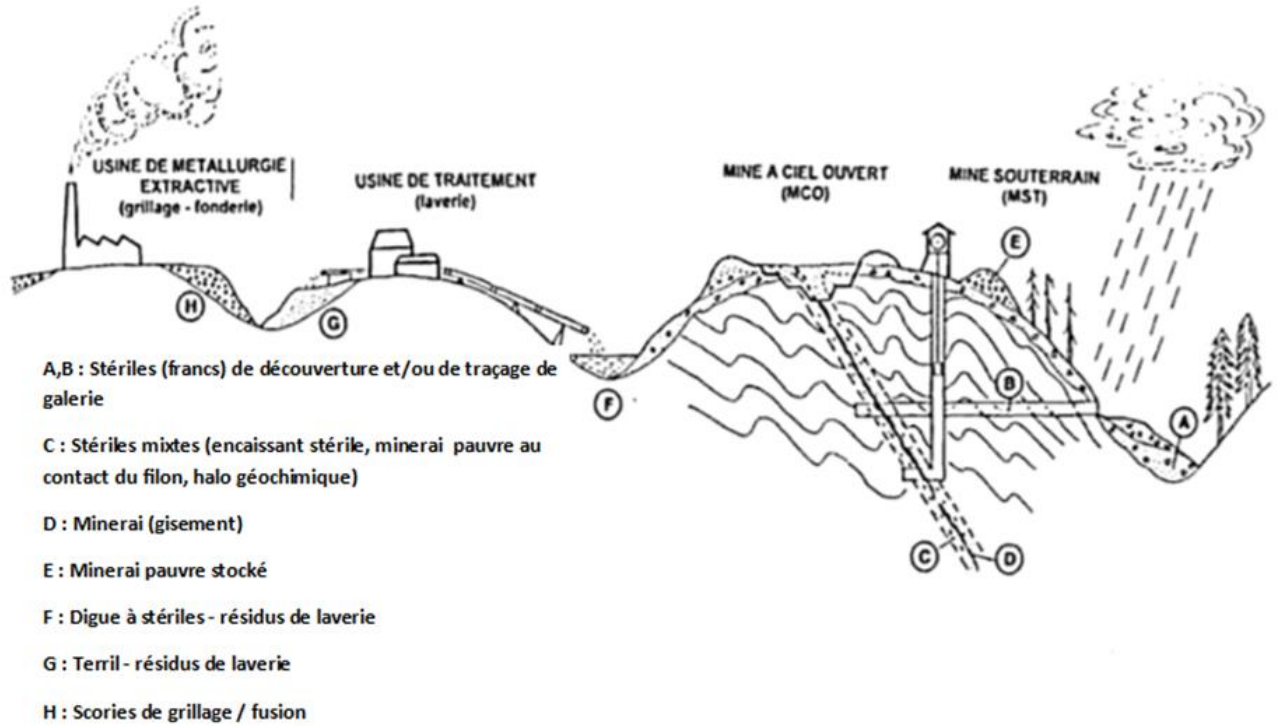
La nature et l'étendue des impacts d'un rejet minier sur l'environnement dépendront de : (Merchichi, 2013).

- Sa quantité totale.
- Sa composition chimique et minéralogique.
- Ses caractéristiques physiques.
- La méthode de stockage et sa localisation dans un contexte environnemental particulier.

Ces différents aspects sont fortement influencés par les caractéristiques de la mine : (Merchichi, 2013).

- la substance exploitée.
- la nature du gisement.
- sa taille et le mode d'exploitation utilisé.
- les processus de traitement des minerais utilisés.
- sa localisation dans un contexte environnemental particulier (Merchichi, 2013).

# Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers



**Fig 1.1** Différents types de déchets miniers (BRGM, 1997)

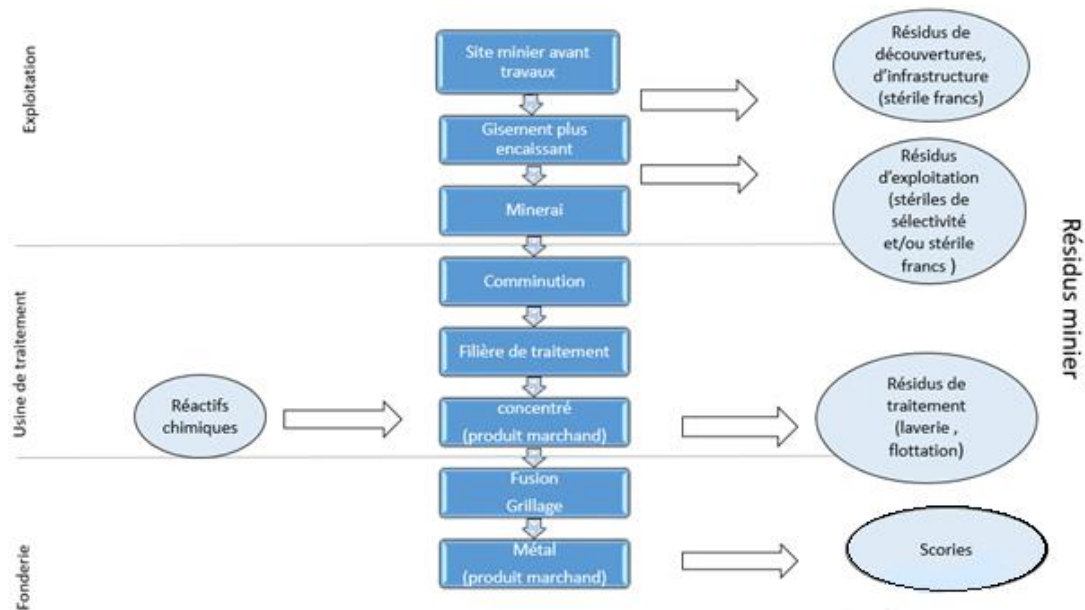
Nous pouvons classer les principaux types de résidus en quatre groupes principaux : (BRGM, 1997).

- Les stériles francs de découverte et /ou de traçage de galerie.
- Les résidus d'exploitation (stériles francs et/ou stériles de sélectivité minéralisés).
- Les résidus de traitement (rejets de l'usine de concentration).
- Les autres résidus (scories de grillage ou de fusion du minerai).

**Tableau 1.1** Différents types de déchets miniers

Types du déchet minier	Description
Stériles francs de découverte	Ce sont les sols et morts terrains qui recouvrent le minerai, issus du décapage de la surface. ils contiennent, en règle générale, des teneurs faibles en métaux.
Résidus d'exploitation (stériles de sélectivité)	Ils présentent le minerai pauvre non économiquement rentable
Résidus de traitement (tailings)	C'est la gangue qui représente les résidus appauvris en substances valorisables
Autres types de rejet	Les scories de grillage ou de fusion du minerai, les boues provenant du traitement chimique des eaux.

# Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers



**Fig 1.2** Etapes d'exploitation d'un gisement métallique et les résidus miniers correspondants.

Comme le montre la figure 1.2, les opérations mises en œuvre sur un site minier pour exploiter un gisement peuvent être divisées en trois (ou parfois quatre) étapes principales : (BRGM, 1997).

- Les travaux nécessaires pour donner accès au gisement : l'ampleur de ces travaux de déblaiement (ou de découvertures) dans le cas de mine à ciel ouvert et de percement de galeries, puits ou descenderies pour une mine souterraine varient énormément en fonction des caractéristiques du gisement. Les mines à ciel ouvert produisent en général beaucoup plus de stériles (en moyenne, de l'ordre de 10 fois plus) que les mines souterraines davantage sélectives.
- Les travaux liés à l'extraction du minerai « tout venant » à son tri préliminaire (éventuellement nécessaire pour minimiser la quantité de roches stériles, ou « gangue » présents dans le minerai)
- Un ensemble de filières de traitement regroupées dans une usine d'enrichissement utilisée pour séparer les phases minérales porteuses des éléments valorisables de la gangue stériles ; le produit de l'usine, enrichi en éléments valorisables, s'appelle « le concentré ». dans la plupart des cas, ce dernier constitue le produit marchand de la mine.
- Dans certains cas, lors des exploitations anciennes, une fonderie ou une usine de grillage pouvait être érigée à proximité de un ou plusieurs sites miniers voisins pour transformer l'élément valorisable du concentré en forme métallique

## 1.4 Gestion des rejets

La gestion des rejets miniers doit comporter des actions à toutes les étapes du cycle de vie d'une mine et après sa fermeture. Cette gestion adapte des stratégies visant à minimiser les impacts négatifs des rejets sur l'environnement et permettant de faciliter la restauration des aires d'accumulation de ces derniers.

### 1.4.1 Gestion des rejets solides

Le stockage requis en raison du volume de résidus dépasse souvent le volume total in situ du minerai exploité et traité. Le stockage des résidus exige non seulement une importante quantité de terre, mais a également le potentiel de causer la pollution de l'air et des rivières.

## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

Historiquement, les résidus étaient régulièrement évacués directement dans le cours d'eau le plus proche et est toujours pratiqué dans certaines parties du monde. Ce type d'élimination des résidus crée de vastes passifs environnementaux et les coûts associés à l'assainissement et remise en état (Reid et al., 2009).

Actuellement, les résidus sont utilisés comme remblai souterrain, stocké dans des fosses à ciel ouvert, séché et empilés ou pompés dans des bassins de résidus (Edward et al., 2011)

### 1.4.1.1 Gestion des stériles miniers

Les stériles miniers mis en tas constituent des empilements de matériaux rocheux, de taille souvent grossière et avec un indice de vide élevé. Les haldes (décharges) sont souvent des ouvrages de grande envergure pouvant atteindre plusieurs dizaines de mètres de hauteur. Ils sont déposés de façon que les stériles présentent une ségrégation des matériaux grossiers et des matériaux fins. Cette hétérogénéité complique le comportement mécanique, hydraulique et géochimique global de l'ouvrage. Les principales préoccupations liées aux empilements de stériles sont leur stabilité physique et chimique. (Aubertin et al., 2002).

La stabilité physique des haldes dépend de leur configuration géométrique, de la topographie du site, des propriétés des matériaux de fondation et des matériaux de la halde (y compris leur durabilité), du procédé et de la séquence de construction, des conditions climatiques et hydrologiques, les pressions d'eau ainsi que l'ampleur et la nature des forces dynamiques (Aubertin et al., 2002).

Lorsque les stériles contiennent des sulfures minéraux générant un drainage minier acide, la stabilité chimique des empilements de stériles miniers, peut être particulièrement compromise (Aubertin et al., 2002).

### 1.4.1.2 Gestion des rejets du concentrateur

Les rejets du concentrateur sont généralement transportés sous forme de pulpe vers le site de stockage, qui est entouré de digues (bassins de résidus). La stabilité physique des structures de retenue et de confinement et la stabilité chimique des rejets sont Les principaux problèmes environnementaux liés aux rejets du concentrateur (Aubertin et al., 2002).

Le rejet du concentrateur saturé se consolide lentement à cause de son mode de placement, sa teneur en eau initiale et sa faible conductivité ce qui affecte sa stabilité physique (Aubertin et al., 2002).

Cette stabilité dépend du type de matériau de retenu utilisé pour les rejets du concentrateur et notamment de la méthode de construction utilisée (en aval, en amont, sur l'axe central ou autre). Les digues de retenue doivent être conçues pour résister aux combinaisons de charges les plus défavorables prévues. A cet égard, le facteur de sécurité acceptable peut varier en fonction de la nature des structures, du mode de rupture, du type de contrainte et de la probabilité d'occurrence de l'événement (Aubertin et al., 2002).

La stabilité chimique des rejets de concentrateur est également importante (Bernier et Li, Belem et al., 1999)

En effet, la résistance de la digue est affectée par la composition minéralogique et chimique du rejet de concentrateur. Dans certains cas, il peut y avoir une perte de force du remblayage au fil du temps en raison des altérations chimiques (Aubertin et al., 2002).

## **Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers**

### **1.4.1.3 Gestion des boues de traitement**

Les méthodes de traitement du DMA sont de plus en plus développées notamment en ce qui concerne l'élimination des boues issues de la décontamination d'eau acide. Cependant, des questions liées au comportement hydromécanique des boues pendant les phases de suspension, de sédimentation / clarification et de consolidation n'ont pas eu des réponses (Aubertin et al., 2002).

### **1.4.2 Gestion des rejets liquides**

L'utilisation de l'eau dans la mine est primordiale car certaines opérations minières ne peuvent s'effectuer qu'en présence d'eau. Plusieurs facteurs influent sur la qualité de l'eau de mine, le type de minéralisation et d'exploitation sont les plus importants. L'eau de mine contient différents types de contaminants pouvant être classés comme solubles, non solubles et radioactifs (Aubertin et al., 2002).

Les contaminants insolubles sont constitués de particules solides en suspension dans l'eau, ce qui entraîne une turbidité accrue ou des effets d'envasement résultant de leur sédimentation. Les contaminants solubles produits par l'industrie minière comprennent à la fois les acides générés par l'exposition des sulfures à l'oxygène de l'atmosphère, les métaux lourds (Cu, Pb, Zn, Hg, etc.) et les contaminants résultant de procédés de traitement du minerai. Ce type de contamination est généralement associé au drainage minier acide (DMA) (Aubertin et al., 2002).

## **1.5 Drainage minier acide**

Le drainage minier acide (DMA) résulte de l'oxydation des sulfures contenus dans les déchets produits lors de l'exploitation minière. Cette oxydation engendre la production d'acide sulfurique et la dissolution de métaux lourds.

Cet effluent acide possède ainsi la capacité de mobiliser les métaux lourds contenus dans la roche. [2] Il est caractérisé par un pH faible ( $\text{pH} < 6$ ), une acidité élevée de même que des teneurs élevées en métaux et en sulfates dans l'eau. [3]

Le DMA résultant a un impact environnemental sur les eaux de surface ou souterraines s'il n'est pas neutralisé.

Plusieurs sulfures sont rencontrés dans les gisements et les rejets miniers, mais le sulfure le plus abondant est la pyrite (Aubertin, 2002 ; Bassolé, 2016)

Certains des minéraux sulfurés les plus importants sont énumérés dans le tableau (Pastore, 2003)

## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

**Tableau 1.2** Les principaux minéraux associés au DMA

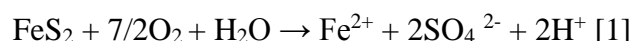
Minéral	Composition
Arsénopyrite	FeS <sub>2</sub> 7FeAs
Bornite	CuFeS <sub>4</sub>
Chalcocite	Cu <sub>2</sub> S
Chalcopyrite	CuFeS <sub>2</sub>
Covellite	CuS
Galène	PbS
Molybdénite	MoS <sub>2</sub>
Pyrite	FeS <sub>2</sub>
Sphalérite	ZnS

Différents phénomènes affectent la qualité du drainage minier dans les sites abandonnés (tout comme pour les sites miniers en opération), notamment l'oxydation des minéraux sulfureux, la neutralisation par les minéraux acidivores, la précipitation de minéraux secondaires, et la solubilisation des éléments les plus mobiles. Dans le cas de rejets sulfureux, lorsque le pouvoir neutralisant d'un rejet minier ne permet pas de neutraliser tout l'acide qui est produit par l'oxydation des minéraux réactifs, on parle à ce moment de génération de DMA. Ce phénomène de génération d'acide favorise la mise en solution de divers éléments, qui deviennent plus solubles à bas pH. L'acidité, combinée à la présence de contaminants potentiellement toxiques, comme divers métaux (ex. : Fe, Al, Mn, Zn, Cu, Cd, Hg, Pb, Co, Ni, Ta, As), peut affecter sérieusement les écosystèmes, qui reçoivent les effluents contaminés (voir Down et Stock, 1977 ; Ritcey, 1989 ; Ripley et al., 1996 ; Marcus, 1997 ; Morin et Hutt, 1997 ; Aubertin et al., 2002a).

### 1.5.1 Oxydation des minéraux sulfureux

Le DMA résulte de l'oxydation naturelle de minéraux sulfureux, que l'on retrouve dans les matériaux rocheux, lorsque ceux-ci sont exposés à l'air et à l'eau. Les deux minéraux sulfureux les plus fréquemment rencontrés sont la pyrite et la pyrrotite ; d'autres minéraux sulfureux tels que la chalcopyrite, la sphalérite, l'arsénopyrite et la galène peuvent également être présents (Bussière et al., 2014)

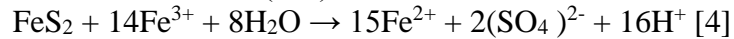
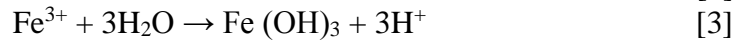
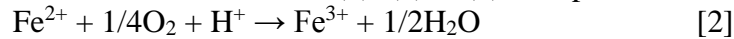
Les minéraux sulfureux peuvent subir l'oxydation de façon directe par l'eau et l'oxygène, tel qu'illustré à l'équation suivante (cas de la pyrite) ; (Kleinman et al., 1981) : (Bussière et al., 2014)



Dans l'équation 1 l'oxydation de la pyrite peut se produire en présence de d'eau et à pH près de 7. L'oxydation initiale de la pyrite produit du fer ferreux, des sulfates et/ou du soufre libre, ainsi que de l'acide sous forme d'ions hydrogène (équation 2). Ensuite, dans l'équation 2, le fer ferreux va réagir à son tour avec l'oxygène et l'acide présent pour produire de l'eau et du fer ferrique. Ce dernier, dans des conditions de solutions basiques, peut se précipiter sous forme

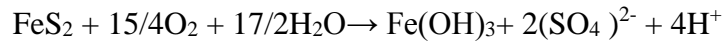
## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

d'hydroxyde de fer ou d'oxyde de fer (équation 3), abaissant par conséquent encore plus le pH. En conditions de solutions acides, il va oxyder encore plus les sulfures métalliques de manière encore plus efficace que l'oxygène comme indiqué dans l'équation 4. La réaction produit de nouveau du fer ferreux, des sulfates et/ou du soufre libre et plus d'ions hydrogène, réduisant le pH aux valeurs des solutions très acides (<3.5). Le fer ferreux ainsi produit pourra s'oxyder selon la deuxième réaction et ainsi de suite. Bien que la réaction d'oxydation de la pyrite est lente à démarrer, une fois que cela est fait, l'activité du fer ferrique augmente et accélère la réaction selon la boucle notée des réactions (2), (3) et (4) et le pH chute en bas de 3.5. [2]

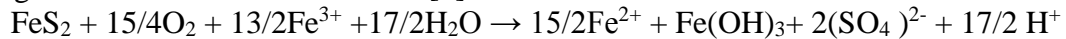


Les différentes phases de formation du DMA décrites par les équations 1 à 4 se développent normalement selon une séquence en trois phases (Kleinman et al., 1981).

En se basant sur la première et la troisième équation simplifiée, la génération de l'acide qui produit du fer qui précipite par la suite sous forme de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  se présente par la réaction suivante : [4]

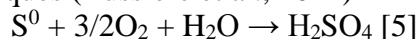


Équation globale de formation du DMA : [4]



La figure 1.3 illustre ces différentes phases de formation du DMA, pour le cas de la génération d'acide par l'oxydation de la pyrite. Les deux premières phases de formation du DMA ont lieu à des pH suffisamment élevés, de sorte que le fer ferrique précipite sous forme d'hydroxyde et n'agit pratiquement pas comme oxydant de la pyrite. Après un certain temps, il y a assez d'acidité pour que le pH soit abaissé, engendrant ainsi l'oxydation indirecte de la pyrite par le fer ferrique. On peut aussi remarquer que les premières phases de formation du DMA génèrent globalement quatre ions  $\text{H}^+$  par mole de pyrite oxydée (équation 1), alors qu'en phase 3 (oxydation indirecte), une mole de pyrite génère seize moles d'ions  $\text{H}^+$ . La génération de DMA est donc un phénomène qui commence lentement, et dont l'intensité s'accélère à mesure que les conditions s'approchent de la troisième phase. À ce moment, le phénomène de production d'acide devient très rapide (Bussière et al., 2014)

Un autre facteur important dans la production de DMA est la présence de bactéries, qui peuvent accélérer les mécanismes de génération d'acide. Par exemple, les bactéries Acidithiobacillus ferrooxidans ont la capacité de catalyser la réaction d'oxydation du fer ferreux en fer ferrique (équation 2). Dans la littérature, on parle d'une accélération de la réaction par un facteur de  $10^3$  à  $10^6$  (voir Singer et Stumm, 1970 ; SRK, 1989 ; Nordstrom, 2000). Comme l'équation 2 est souvent considérée comme l'équation limitante au niveau de la génération d'acide, l'action des bactéries a donc un impact direct sur le taux de production d'acide. Certaines bactéries peuvent aussi oxyder le soufre produit lors de l'oxydation des minéraux sulfureux et oxyder directement certains sulfures métalliques (Bussière et al., 2014)



En effet, des bactéries oxydantes du fer peuvent accélérer l'oxydation des sulfures lorsque le pH du milieu est fortement acide. Ces bactéries viennent chercher leur énergie en oxydant directement la pyrite et le fer ferreux en fer ferrique nécessaire pour l'oxydation indirecte de la pyrite à de bas pH. Cependant, la population bactérienne variera selon les conditions d'acidité (Guay, 1999).

Plusieurs facteurs peuvent influencer sur l'apport biologique à l'oxydation de la pyrite, principalement le pH, la température, la surface spécifique, la morphologie des sulfures et la concentration en oxygène (Bussière et al., 2014) [2]

## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

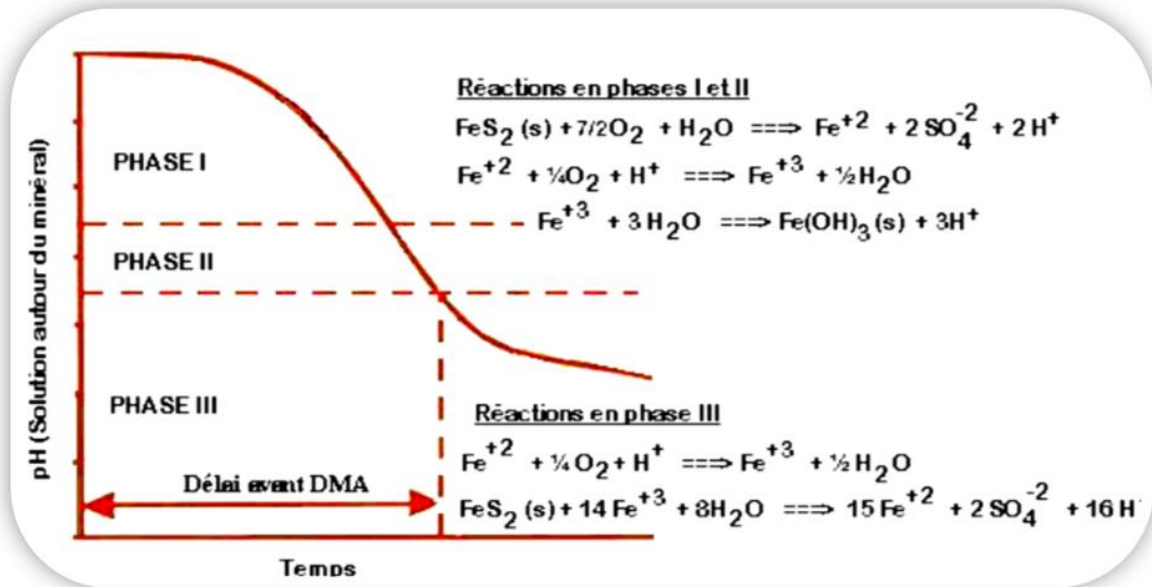
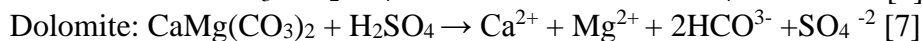
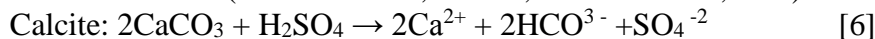


Fig 1.3 Étapes de la formation de DMA (tirée d'Aubertin et al., 2002a, d'après Kleinman et al., 1981)

### 1.5.2 Processus de neutralisation dans les rejets miniers

Un autre aspect important, concernant la qualité du drainage minier, est la présence ou non de minéraux acidivores dans l'environnement immédiat ; le tableau 3 présente les principaux minéraux neutralisant pouvant être retrouvés dans les rejets miniers. Les minéraux neutralisants les plus efficaces sont les carbonates, plus particulièrement la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), la dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) et l'ankérite ( $(\text{Ca}_x\text{Mg}_y\text{Mn}_z)\text{CO}_3$ , où  $x+y+z=1$ ). Les mécanismes de neutralisation de l'acide sulfurique (issu du DMA) par la calcite et la dolomite sont illustrés dans les équations suivantes (Aubertin et al., 2002a ; Bussière et al., 2014).



Ces équations montrent que l'acide sulfurique produit par l'oxydation des minéraux sulfureux est neutralisé par le carbonate, pour produire des ions bicarbonates, des sulfates et des ions calcium (et magnésium pour la dolomite). D'autres carbonates (voir tableau 1.3), en plus de ceux déjà mentionnés, peuvent aussi contribuer à neutraliser l'acide généré par l'oxydation des minéraux sulfureux (Bussière et al., 2014)

L'autre principale famille de minéraux pouvant neutraliser l'acide produit par l'oxydation des minéraux sulfureux est celle des silicates. Les principaux silicates que l'on retrouve dans la gangue des minerais sont, par ordre d'importance (e.g. Aubertin et al., 1996) : quartz, chlorite, micas (biotite et muscovite), plagioclases, amphiboles et tourmaline. À part le quartz, qui est considéré comme inerte géochimiquement (Lawrence et Scheske., 1997), les autres minéraux peuvent avoir un effet sur la qualité de l'eau venant de parcs à résidus générateurs de DMA (Bussière et al., 2014).

Il est toutefois reconnu que les minéraux carbonatés sont nettement plus réactifs que les silicates ; parmi ces familles de minéraux, on retrouve différents niveaux de réactivité. La hiérarchie suivante de la réactivité relative des carbonates a été proposée par Blowes et Ptacek (1994) : calcite  $\geq$  dolomite > ankérite magnésienne > ankérite > sidérite (Bussière et al., 2014)

D'autres réactions chimiques peuvent se produire dans les rejets miniers et elles sont susceptibles de modifier le comportement géochimique du système. Par exemple, Une précipitation de minéraux secondaires dans les rejets (tel le gypse) peut avoir lieu si les



## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

concentrations des ions sulfates provenant de l'oxydation des minéraux sulfurés et des ions calcium provenant de la neutralisation par les carbonates sont suffisamment élevées.

Ces précipitations ont un effet sur la qualité de l'eau (en réduisant les concentrations de ces deux éléments et en produisant certains autres éléments) et également sur les propriétés des rejets (baisse de la porosité, par exemple). L'accumulation des minéraux secondaires peut diminuer la diffusion de l'oxygène en profondeur (voir Blowes et al., 1991 ; Aubertin et al., 2002a) en formant localement une interface moins perméable entre les résidus oxydés et les résidus frais. La compréhension des processus géochimiques, contribuant à la formation des minéraux secondaires, est primordiale si on veut pouvoir prédire l'évolution du DMA dans un site minier (Bussière et al., 2014).

**Tableau 1.3** Principaux minéraux neutralisants susceptibles d'être retrouvés dans les rejets miniers

Famille	Minéral	Composition
Carbonates	Calcite	$\text{CaCO}_3$
	Aragonite	$\text{CaCO}_3$
	Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
	Magnésite	$\text{MgCO}_3$
	Ankérite	$\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg})(\text{CO}_3)_2$
	Kutnohorite	$\text{CaMn}(\text{CO}_3)_2$
	Sidérite	$\text{FeCO}_3$
	Smithsonite	$\text{ZnCO}_3$
	Cérusite	$\text{PbCO}_3$
Hydroxydes	Gibbsite	$\text{Al}(\text{OH})_3$
	Manganite	$\text{MnOOH}$
	Goethite	$\text{FeOOH}$
	Brucite	$\text{Mg}(\text{OH})_2$
Silicates	Chlorite	$(\text{MgFe})_5\text{Al}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
	Orthose	$\text{KAlSi}_3\text{O}_8$
	Albite	$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$
	Anorthite	$\text{CaNaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$
	Muscovite	$\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
	biotite	$\text{K}(\text{Fe},\text{Mg})_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

### 1.5.3 Les impacts du drainage minier acide

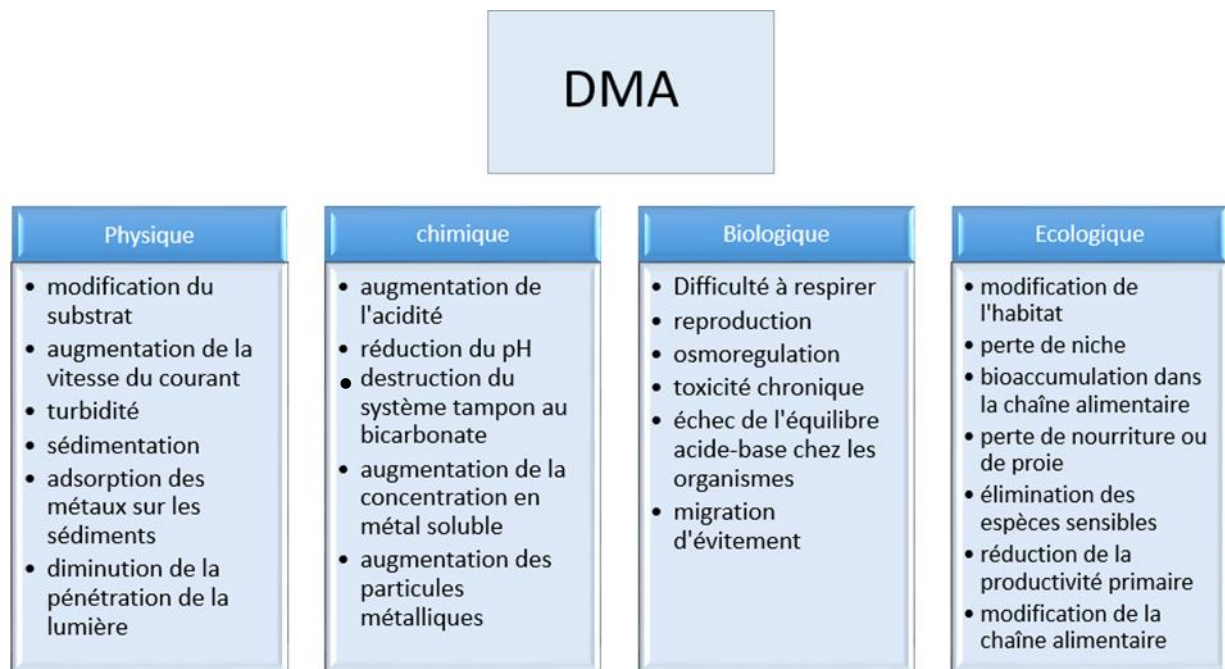
Le drainage minier acide affecte les systèmes lotiques de nombreuses façons. Il en résulte des pressions multiples, directes et indirectes, sur les organismes constituant la structure communautaire de l'écosystème. Ces effets peuvent être vaguement classés comme chimiques, physiques, biologiques et écologiques, bien que l'impact global sur la structure de la communauté soit l'élimination des espèces, simplifiant la chaîne alimentaire et donc réduire de manière significative la stabilité écologique (Gray, 1997).

Le drainage minier acide est reconnu comme un polluant multifactoriel et l'importance de chaque facteur varie au sein des systèmes affectés et entre ceux-ci. Les principaux facteurs sont l'acidité elle-même, la salinisation, la toxicité des métaux et les processus de sédimentation. L'impact global est très largement contrôlé, moins par la nature du lixiviat s'écoulant des entrées de la mine, mais en fonction de la capacité tampon de l'eau de réception et de la dilution disponible. Les rivières douces faiblement tamponnées sont plus gravement touchées que les systèmes durs bien tamponnés, où l'impact peut être plus limité, la sédimentation étant le principal facteur mode d'impact (Gray, 1997).

## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

L'impact du DMA est très difficile à prévoir en raison de la variabilité des débits provenant des rivières, de la variation de la force et de la composition des rivières en fonction des saisons, effet de l'écoulement de surface dans les zones exposées des mines lors de fortes précipitations, et l'effet des caractéristiques de décharge de drainage affectant la dilution et la concentration de matières organiques dans l'eau chélatant les métaux solubles présents.

Il n'existe pas d'espèce indicatrice spécifique du DMA dans les rivières touchées, bien que les oligochètes et les diptères, et en particulier les chironomes, soient généralement les principaux macro-invertébrés trouvés en aval des rejets du DMA (Gray, 1997).



**Fig 1.4** Effets majeurs du DMA sur un système lotique (Gray, 1997).

### 1.6 Drainage neutre contaminé

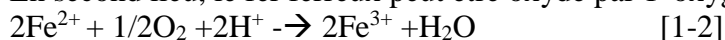
Le drainage neutre contaminé (DNC) peut être défini comme un drainage contaminé par la circulation de l'eau dans des rejets miniers et ce, malgré que le pH des eaux de drainage soit dans la zone de neutralité (6 à 9,5). Pour être considérées comme du DNC, ces eaux doivent contenir des éléments à des concentrations plus élevées que celles imposées par les normes environnementales. Les contaminants retrouvés dans le DNC sont généralement les métaux et métalloïdes solubles à des pH près de la neutralité.

La solubilité des métaux à pH près de la neutralité est généralement faible par rapport aux solubilités aux pH acides rencontrés dans les cas de DMA.

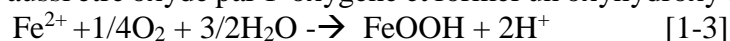
L'oxydation de la pyrite à pH neutre se produit en plusieurs étapes (e.g. Evangelou, 1995 ; MEND, 1995 ; Blowes et al., 2003). Premièrement, la pyrite est oxydée par l'oxygène en produisant du fer ferreux (Fe<sup>2+</sup>), des ions sulfate (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) et de l'acidité (H<sup>+</sup>) : (Aubertin et al., 2002).



En second lieu, le fer ferreux peut être oxydé par l'oxygène en fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) :

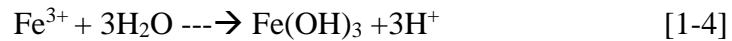


Le fer ferreux peut aussi être oxydé par l'oxygène et former un oxyhydroxyde de fer insoluble :



## Chapitre 1 : Généralités sur les rejets miniers

Le fer ferrique étant très peu soluble aux pH près de la neutralité, il précipite en hydroxyde de fer :



En combinant les équations 1-1, 1-2 et 1-4, on obtient la réaction globale de la pyrite générant un hydroxyde de fer ferrique et de l'acide sulfurique : (Aubertin et al., 2002).



Le taux d'oxydation des sulfures est fonction de plusieurs facteurs, dont la présence d'oxygène, la température, le pH, la présence de bactéries, la surface disponible et la cristallographie des minéraux (MEND, 1995). La précipitation de minéraux secondaires, la diffusion, la nucléation, les phénomènes de sorption et les réactions galvaniques sont autant de phénomènes susceptibles de modifier les taux d'oxydation (MEND, 1995 ; Aubertin et al., 2002).

## **Chapitre 2**

# **Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude**

## **Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude**

### **2.1 Introduction**

L'activité minière génère malheureusement de très grandes quantités de rejets liquides et solides. Les rejets solides, seuls considérés dans cette partie, sont principalement constitués de stériles et de rejets de concentrateur. Les stériles contiennent généralement de faibles teneurs en métaux et sont entreposés sous forme d'empilements appelés haldes à stériles.

Les rejets de concentrateur (tailings) sortant des usines d'enrichissement du minerai sont habituellement acheminés sous forme de pulpe vers un bassin de décantation appelé parc à résidus où les rejets sont confinés à l'aide de la topographie et de digues de retenue étanches. Les rejets générés par l'industrie minière constituent souvent une source de contamination environnementale. Cette dernière est liée à leur instabilité physique (cas des haldes à stériles et les digues de retenue des parcs à résidus), mais aussi à leur instabilité chimique suite à leurs interactions avec l'atmosphère, en particulier avec l'eau et l'air. En effet, les rejets miniers solides peuvent contenir des quantités parfois non négligeables en minéraux métalliques non exploitables, tels que la pyrite.

Les rejets miniers sulfurés, comme les stériles et les résidus de concentrateurs, lorsqu'ils sont soumis à l'action de l'eau et de l'oxygène atmosphériques peuvent générer du drainage minier acide (DMA) suite à l'oxydation des minéraux sulfurés qu'ils contiennent. Le DMA est considéré comme le plus important problème environnemental auquel l'industrie minière fait face, et vue la gravité des dommages que ce phénomène peut avoir sur l'environnement, sa prédiction est d'importance capitale. Une prédiction fiable est capable de déterminer le type et les coûts liés à la restauration des sites miniers générateurs de DMA. Elle se fait à l'aide des tests statiques et des essais cinétiques.

### **2.2 Présentation de la zone d'étude**

#### **2.2.1 Localisation géographique**

La mine Sidi Kamber (zinc – plomb – baryum), d'une superficie de 3 km<sup>2</sup>, est située sur le littoral méditerranéen de l'Algérie à environ 34 km au Sud-Ouest de Skikda et à 28 km de l'est de Mila. En outre, le site minier est situé dans le sous-bassin hydrographique d'Oued Es-Essouk (12,49 km<sup>2</sup>), qui alimente le barrage de Guenitra (ORGM, 1991; Isaad, 2019).

Les effluents provenant de la mine Sidi Kamber pourraient affecter la qualité de l'eau du barrage de Guenitra, qui sert à la consommation et à l'irrigation dans la ville de Skikda (Boukhalfa et Chaguer., 2012).

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude



**Fig 2.1 a)** Localisation géographique de la mine de Sidi Kamber **b)** Vue générale de la mine de Sidi Kamber **c)** Résidus miniers

### 2.2.2 Historique de la mine

La mine de Sidi Kamber est composée par des gisements d'une série de filons à minéralisation sulfurée, les grandes parties minéralogiques de leur composition sont la galène (PbS), la blende (ZnS) et la baryte (Brunet et Coste, 2000) . Elle possède une longue histoire minière qui commence à l'époque Romaine. En 1879 le gisement a été de nouveau découvert. Les travaux d'exploitation moderne ont débuté en 1890 aux filons Dar el Hanout, avec une production très faible. C'est à partir de 1913, que son exploitation est devenue régulière (Melanson, 2006).

En 1966, la société nationale SONAREM relance l'activité minière (actuellement ORGM). Au cours de cette période, l'usine de traitement a produit du concentré de minerai contenant jusqu'à 60% de zinc et 83% de plomb. Les concentrations de Pb et de Zn dans les minerais étaient respectivement de 17,66% et 18,88% (ORGM, 1971; Issaad, 2019).

Le minerai a été traité par concassage et broyage, suivi d'une séparation gravimétrique de la galène, tandis que la sphalérite était extraite par le procédé de flottation (36 000 t / an). En 1976, l'exploitation du gisement de plomb et zinc est arrêtée, depuis, la baryte est exploitée à ciel ouvert jusqu'à 1984, date de fermeture de la mine (Collon, 2003 ; Boutaleb, 2017).

### 2.2.3 Aspect géologique

Le gisement de Sidi Kamber se trouve dans le champ minier du même nom, occupant une superficie d'environ 75 Km<sup>2</sup>. Ce dernier renferme toute une série d'indices et de gisements filoniens hydrothermaux de Pb-Zn, du même âge et présentant des particularités minéralogéochimiques et structuro-géologiques nettement semblables (ORGM ,1971).

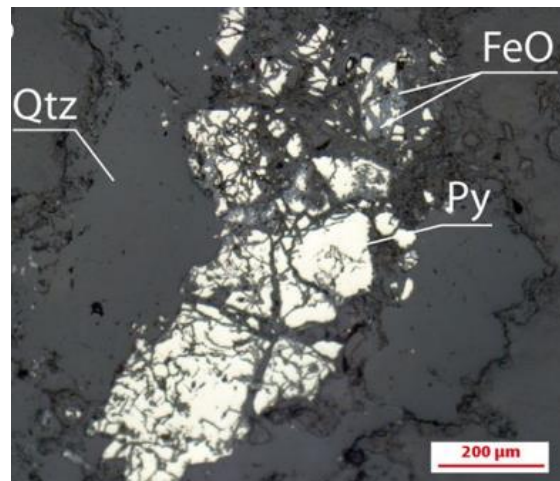
Les roches les plus anciennes sont granito-gneiss et les micaschistes à quartz-séricite-muscovite, ainsi qu'à quartz-biotite. Ces roches sont couvertes transgressivement avec une discordance angulaire par des chloritoschistes quartzeux (ORGM, 1971).

Le gisement minier exploité est composé de huit veines de quartz, principalement encaissées dans des formations de gneiss et de granulites du socle métamorphique du kabyle précambrien

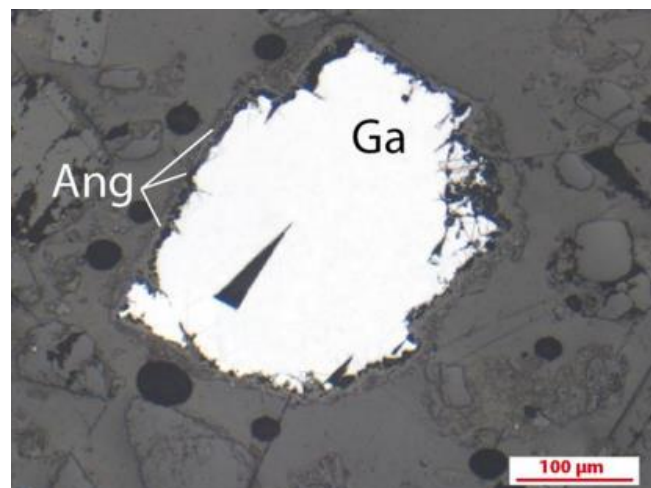
## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

méthanier (Mahdjoub et al., 1997; Aubouin et al., 2018). La minéralisation est constituée de minéraux sulfurés tels que la pyrite, la pyrrhotite, la marcassite, la sphalérite et la galène, tandis que les minéraux de gangue sont constitués de magnétite et de baryte (Bolfa, 1948; Issaad, 2019).

La caractérisation minéralogique réalisée par microscopie optique révèle la présence de plusieurs minéraux sulfurés, tels que la pyrite, la galène, la sphalérite et la chalcoppyrite avec de petites quantités d'hématite sous forme d'oxydes de fer dans une gangue composée de quartz, albite, chlorite et muscovite (Issaad, 2019).



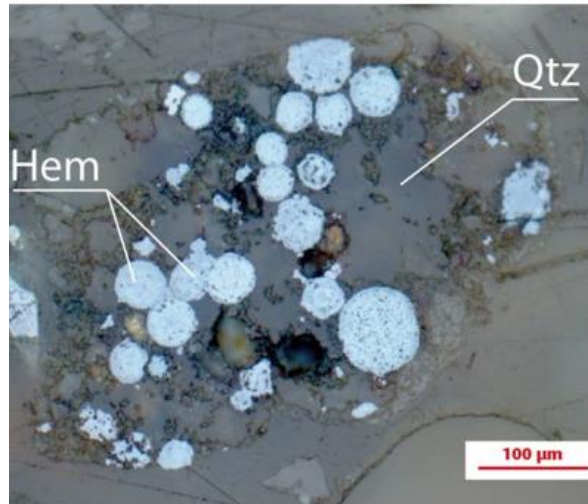
**Fig 2.2** Pyrite (Py) altérée entourée d'oxyde de fer (FeO) secondaire, associée au quartz (Qtz) (Issaad, 2019).



**Fig 2.3** Galène (Ga) altérée, entourée d'anglésite (Ang) (Issaad, 2019).



## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude



**Fig 2.4** Hématite (Hem) résultante de l'oxydation de la pyrite (Py), dans une gangue de quartz (Qtz) (Issaad, 2019).

### 2.2.4 Aspect climatique

Le climat de la région est de type méditerranéen, faisant opposer un hiver doux et humide à un été sec et chaud. Les températures ont une grande variation annuelle, avec des températures inférieures à 20°C de Décembre à Mars et des températures qui dépassent 36°C de Juin à Septembre. Les précipitations sont plus importantes de Novembre à Février, avec plus de 70 mm par mois. La saison sèche correspond à la période Juin-Aout, avec moins de 10mm par mois. La période d'évaporation la plus importante s'étale du mois de Mai au mois de Septembre.

### 2.2.5 Aspect hydrogéologie

Oued Essouk, se situe dans le nord Est Algérien à moins de 30 km de la côte méditerranéenne entre les villes de Skikda et Constantine (Collon, 2003 ; Brunet et Coste, 2000). Il parcourt la zone minière de Sidi-Kamber. C'est l'un des oueds qui alimentent le barrage de Guénitra (Figure 2.5).

En remontant son cours d'eau jusqu'à la zone minière de Sidi Kamber, on constate durant la période d'été qu'il est sec en amont de celle-ci et que l'eau provient principalement d'une source débouchant en face de la mine. Les effluents miniers entrent dans l'oued à travers différentes fuites et infiltrations, notamment par temps sec où le débit de base de la rivière provient en grande partie de ces eaux souterraines (Chager, 2013)



## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

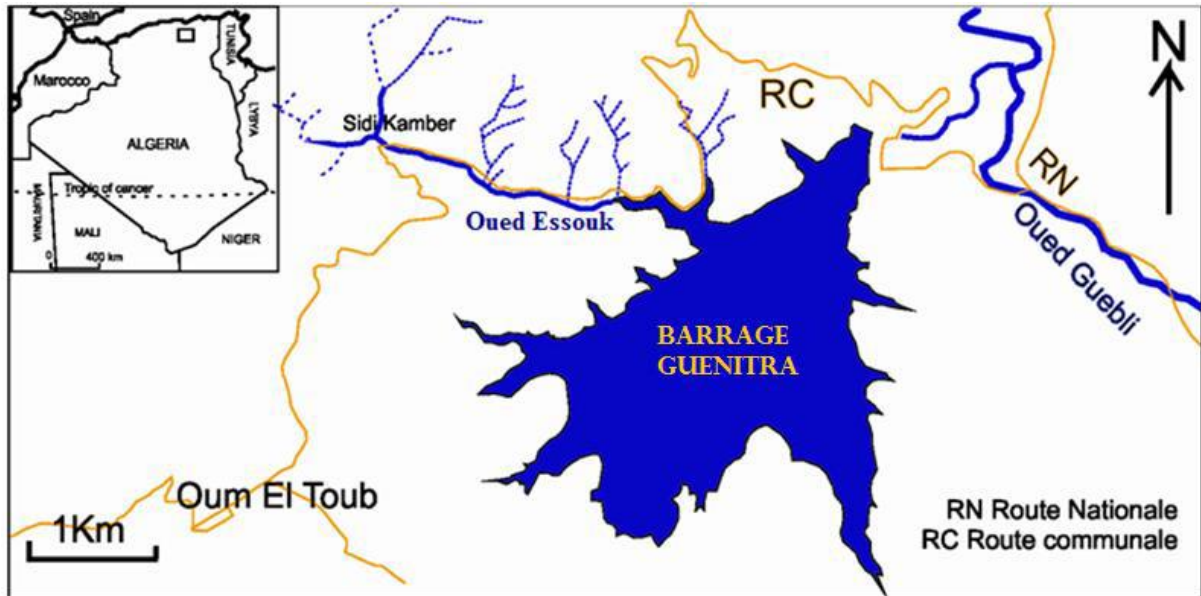


Fig 2.5 Localisation de l'oued Essouk

### 2.3 Prédiction du drainage minier acide

Les exploitations minières peuvent perturber de manière significative l'environnement si des mesures de contrôle strictes ne sont pas mises en place. Ces perturbations peuvent être de natures physiques (modification des paysages) et chimiques suite à la déstabilisation des minéraux sulfurés déplacés de leur emplacement initial dans les gisements profonds et ramenés en surface causant ainsi la formation du DMA. Le stockage des rejets miniers de façon à contrôler le DMA, constitue un véritable défi environnemental pour les compagnies minières ce qui les pousse à statuer sur la réelle capacité de leurs rejets à générer de l'acidité afin de les gérer de manière sécuritaire et de restaurer leurs sites après la cessation de leurs activités. Les coûts et les méthodes de gestion, de stockage des rejets, ainsi que les méthodes de restauration des sites miniers dépendent de leur capacité à générer du DMA. Les coûts de restauration de sites générateurs d'acidité sont beaucoup plus grands que pour ceux non générateurs ce qui exige une prédiction précise et fiable du DMA. Afin de guider l'industrie minière dans le choix des méthodes de stockage des rejets miniers et de restauration de leurs sites en fonction de leur nature relative à la production du DMA, plusieurs outils de prédiction sont disponibles. Les plus utilisés sont les tests statiques et les essais cinétiques (Plante, 2004; Benzaazoua et al., 2001 ; Plante et al., 2012). Les tests statiques dressent le bilan entre le potentiel d'un rejet à produire de l'acidité (PA) et son potentiel à la neutraliser (PN) (Sobek et al., 1978 ; Lawrence et Wang., 1997; MEND, 2009). Ces essais sont très rapides. Cependant, les tests statiques ne sont pas capables d'informer sur le comportement environnemental que peut avoir les rejets dans les conditions in situ. Pour se faire, on fait appel aux essais cinétiques qui simulent une altération naturelle plus ou moins accélérée des rejets miniers dans des conditions contrôlées en laboratoire, ou sur le terrain (pour considérer les effets climatiques tels que la température, les précipitations, et le gel-dégel, etc.) (Bouzahzah et al., 2014).

#### 2.3.1 Tests statiques

Il existe trois principaux types de tests statiques qui sont généralement utilisés par l'industrie minière: les essais NAG (Net Acid Generation tests), les tests statiques chimiques et minéralogiques.

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

### 2.3.1.1 Les essais NAG

Les tests NAG se déroulent en une seule étape qui renseigne simultanément sur le PA et le PN. L'addition de peroxyde d'hydrogène permet l'oxydation des sulfures présents dans l'échantillon, et l'acide produit (le cas échéant) est neutralisé par les minéraux neutralisants également présents dans l'échantillon. Le pH final renseigne sur le potentiel de génération d'acide de l'échantillon testé : si le pH <4,5, l'échantillon est potentiellement générateur d'acide. Plusieurs variantes des essais NAG ont été développées : l'essai NAG statique (une seule addition de peroxyde), l'essai NAG séquentiel (plusieurs additions consécutives de peroxyde) et l'essai NAG cinétique, où le pH et la température sont enregistrés durant les réactions d'oxydation et de neutralisation (Bouzahzah et al., 2014).

Dans un essai NAG cinétique, il est possible d'obtenir des informations sur :

- 1- les cinétiques d'oxydation et de neutralisation des échantillons en mesurant le pH et la température.
- 2- les produits d'oxydation et de neutralisation en analysant les solutions finales de cet essai.

### 2.3.1.2 Tests statiques chimiques

Le premier test statique chimique qui a été développé pour l'industrie minière comme moyen de prédiction du DMA est le test de Sobek (Sobek et al., 1978; Miller et al., 1991 ; Lawrence et Wang, 1997; Skousen et al., 1997; Jambor et al., 2003). Pour la détermination du PN, la méthode de Sobek et al. (1978) commence par un test préliminaire appelé test de Fizz. Ce test consiste à ajouter quelques gouttes d'HCl et d'évaluer visuellement l'effervescence. Après le test de Fizz, l'échantillon est mis dans un erlenmeyer avec de l'eau déionisée et titrée avec du NaOH (0.1N) jusqu'à un pH final de 7.0 ( $\pm 0.02$ ) afin de déterminer le PN. Le PA est calculé plus facilement en utilisant le soufre total de l'échantillon et en le multipliant par un coefficient stœchiométrique de 31,25 (Tableau 2.1). Lawrence et Wang (1997) ont suggéré une modification du test de Sobek et al. (1978) en utilisant la même méthodologie sans toutefois bouillir l'échantillon ce qui éviterait une surestimation du PN causée par le chauffage de l'échantillon et qui ferait réagir des minéraux relativement réfractaires (silicates comme les plagioclases, les pyroxènes et les olivines, Lapakko 1994 ; Frostad et al 2003) qui ne réagiraient pas dans les conditions naturelles comme sur un site minier (Bouzahzah et al., 2014).

**Tableau 2.1** Liste des différents tests statiques chimiques avec leurs détails. Tous les potentiels d'acidification et de neutralisation

Tests statiques	Equations de calculs	Détails
Sobek et al. (1978)	$PN = (50a [x-y (b/a)]) / C \quad (2.1)$ $PA = 31,25\% S_{total} \quad (2.2)$	Volume HCL d'après Fizz : - Fizz Nul: 20mL HCl, 0.1N - Fizz Faible: 40mL HCl, 0.1N - Fizz Modéré: 40mL HCl, 0.5N - Fizz Fort: 80mL HCl, 0.5N - Normalité NaOH : 0.1N

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

<p>Sobek et al. (1978) modifiée par Lawrence et Wang (1997)</p>	<p>-PN= formule pareille que celle de Sobek et al. mais procédure différente</p> <p style="text-align: center;"><math>PA = 31,25\% S_{\text{sulfate}}</math> <b>(2.3)</b></p> <p style="text-align: center;"><math>\% S_{\text{sulfure}} = \% S_{\text{total}} - \% S_{\text{sulfate}}</math> <b>(2.4)</b></p>	<p>Volume HCL d'après Fizz :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Fizz Nul: 2mL HCl, 1N</li> <li>- Fizz Faible: 3mL HCl, 1N</li> <li>- Fizz Modéré: 4mL HCl, 1N</li> <li>- Fizz Fort: 5mL HCl, 5N</li> <li>- Normalité NaOH : 0.1N</li> </ul>
<p>Sobek et al. (1978) modifié par : Jambor et al. 2003 Skoussen et al. 1997 Steawart et al. 2003</p>	<p>- PN identique à celui de Sobek et al. (1978) original</p> <p>- PA identique à Sobek et al. (1978) modifié par Lawrence et Wang (1997)</p>	<p>- Test de Fizz et ajout de HCl identique à la méthode de Sobek et al. (1978) original -Titration avec du NaOH et du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pour l'oxydation et/ou l'hydrolyse du Fe, Al, Mn</p>
<p>Sobek et al. (1978) modifié par Bouzahzah (2013)</p>	$V_{\text{HCL}} = \sum_{i=1}^k \left( \frac{2 \times \left( \frac{mi \times \frac{Xi}{100}}{PMi} \right)}{NHCL} \cdot 1000 \right)$ <p style="text-align: center;"><b>(2.5)</b></p> $V_{\text{HCL}} = \frac{2 \times \left( \frac{ms \times \frac{C}{100}}{PM_{\text{calcite}}} \right)}{NHCL} \cdot 1000$ <p style="text-align: center;"><b>(2.6)</b></p>	<p>V<sub>HCL</sub> : représente le Fizz quantitative pour déterminer la quantité d'HCl nécessaire à la digestion de l'échantillon en fonction de sa minéralogie (équation 2.4) ou en fonction de sa teneur en carbone inorganique total (équation 2.5). La digestion doit se faire avec ajustement du pH (Bouzahzah 2013)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Le PN est calculé par l'équation (1.6) avec une titration au NaOH et du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pour l'oxydation et/ou l'hydrolyse du Fe, Al, Mn</li> <li>- Le PA est calculé par l'équation (1.8)</li> </ul>

sont exprimés en kg CaCO<sub>3</sub>/t (Plante, 2004; Plante et al., 2012).

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

### Légende :

50	facteur de conversion
a et b	normalités du HCl et du NaOH respectivement (N)
x et y	volumes des solutions de HCl et NaOH respectivement (ml)
C	masse de l'échantillon
S <sub>total</sub>	soufre total (%massique)
S <sub>sulfure</sub>	soufre sous forme sulfure
S <sub>sulfate</sub>	soufre sous forme sulfate
V <sub>HCl</sub>	volume calculé de HCl pour dissoudre 1 g d'échantillon (ml)
m <sub>i</sub>	masse du minéral carbonaté i
X <sub>i</sub>	pourcentage du minéral carbonaté i dans l'échantillon (wt.%)
PM <sub>i</sub>	poils moléculaire du minéral carbonaté i
N <sub>HCl</sub>	Concentration du HCl
1000	facteur de conversion
K	nombre des minéraux carbonatés

### 2.3.1.3 Test statiques minéralogiques

Afin d'améliorer la prédiction obtenue à l'aide des tests statiques, certains auteurs ont proposé la prise en considération de la minéralogie de l'échantillon dans la détermination du PA et du PN. Le Tableau 2.2 résume les principales approches. Kwong (1993), Lapakko (1994), Li (1997), Lawrence et Scheske (1997), et Paktunc (1999a, b) et Bouzahzah (2013a) proposent des calculs basés sur la somme des contributions individuelles de chaque minéral dans la production de l'acidité et sa neutralisation donnant ainsi, selon ces auteurs, une estimation plus juste des PA et PN.

**Tableau 2.2** Liste de quelques tests statiques minéralogiques.

Tests statiques	Equations de calculs
Kwong (1993)	$M=2x(1-r+p)-2 \sum_{n=1}^6 (XmnWn)$ (2.7)
Lawrence et Scheske (1997)	$PN=1000kg/t \cdot M_{CaCO_3} \sum_{i=1}^n (CmiRi/MMi)$ (2.8)
Paktunc (1999ab) modifié par Bouzahzah et al. (2013, 2013a)	$PA=\sum_{i=1}^k ((10. nM, a \cdot Xi. \omega a)/\omega i) * ri$ (2.9)

sont exprimés en kg CaCO<sub>3</sub>/t sauf pour la méthode de Kwong (1993), (Plante 2004, Plante et al. 2012).

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

### Légende :

M	indice minéralogique, si $M > 0$ , le résidu est générateur de DMA, et non générateur si $M < 0$ .
x	fraction molaire de chaque sulfure.
r	rapport mol
p	proportion de $Fe^{2+}$ dans le minéral sulfuré
$X_{mn}$	proportion molaire des minéraux dans le groupe n.
$W_n$	réactivité relative des minéraux dans le groupe n.
$M_{CaCO_3}$	masse molaire de la calcite.
$M_{mi}$	masse molaire du minéral i.
$C_{mi}$	concentration du minéral i (wt%)w.
$R_i$	facteur de réactivité.
10	facteur de conversion.
$n_{ma}$	nombre de mole de $H_2SO_4$ formée par l'oxydation d'une mole de sulfure i.
$X_i$	concentration du minéral i (% massique).
$\omega_a$ et $\omega_i$	masse molaire de $H_2SO_4$ et du minerai i (g/mol).
$r_i$	facteur de réactivité relative des minéraux sulfurés
r	0.23 pour la chalcopryrite, 0.26 pour la sphalérite, 2.54 pour l'arsénopyrite et 0.06 pour la galène.
K	nombre de minéraux neutralisants ou générateurs d'acide.

### Interprétation des résultats des tests statiques :

La classification des rejets miniers est basée sur une comparaison entre le PA et le PN obtenus par les tests statiques. On distingue deux critères pour classifier les rejets miniers, à avoir : le pouvoir net de neutralisation ( $PNN = PN - PA$ ) et le NPR (rapport  $PN/PA$ ) (Fig 2.6).

Il existe deux zones pour lesquelles la nature des rejets miniers est bien classifiée en termes de PGA (Potentiel Generation Acid). Les rejets sont classifiés avec une bonne certitude comme non générateurs d'acidité. Ces derniers comprennent une plus faible quantité de minéraux acidogènes (sulfures) par rapport à la quantité de minéraux neutralisants. Dans le cas contraire, les rejets sont classifiés comme générateurs d'acidité. Ce sont ceux qui contiennent nettement plus de minéraux acidogènes que neutralisants.

Dans ces deux cas extrêmes, le PNN sera respectivement très positif (et un  $NPR \gg 1$ ) ou très négatif ( $NPR$  près de 0). Pour les rejets ayant un faible écart entre les teneurs en minéraux acidogènes et neutralisants, le PNN est proche de zéro (et le NPR proche de 1). Pour de tels rejets, il existe une zone, appelée zone d'incertitude, où la nature du matériel est difficile à définir par rapport à son potentiel de génération d'acide. Pour le PNN, la zone d'incertitude est généralement comprise en  $-20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  et  $+20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  (Ferguson et Morin, 1991; Miller et al, 1991). Cependant, un rejet ayant un  $PNN > 20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  est considéré comme non générateur d'acidité, alors que si son  $PNN < 20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ , il est considéré comme générateur d'acidité. Morin et Hutt (1994), Adam et al. (1997) et Price et al. (1997) proposent des valeurs de classifications des rejets en se basant sur le rapport NPR. La classification basée sur ce rapport comprend aussi une zone d'incertitude dont les limites sont assez variables selon les auteurs (Fig 2.3). Tous les auteurs s'accordent pour dire que pour un rapport  $NPR < 1$ , les rejets sont générateurs d'acidité.

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

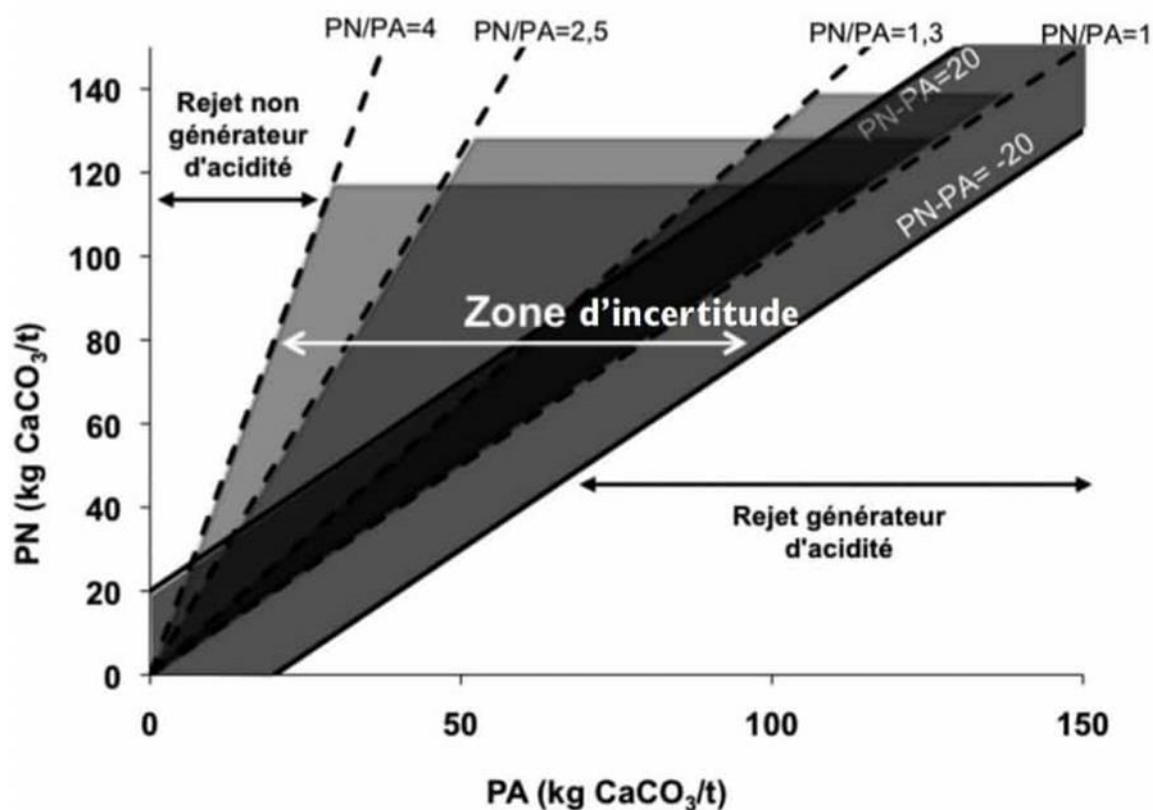


Fig 2.6 Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du NPR (PN/PA)

### 2.3.2 Essai cinétique

Les critères de classification des tests statiques sont caractérisés par une zone où il est difficile de classer avec certitude les rejets miniers en termes de leurs pouvoirs de génération d'acide. Pour les rejets dont la nature génératrice de l'acidité est moins évidente, et sachant les erreurs de prédiction qui peuvent être liées aux protocoles des tests statiques eux-mêmes, les essais cinétiques sont recommandés pour compléter la prédiction du PGA. Les essais cinétiques permettent de statuer avec plus de certitude si un rejet est générateur d'acide ou non en prenant en considération le rôle des minéraux neutralisants tel que les silicates

Les essais cinétiques fournissent une prédiction plus précise du DMA et constituent un outil de grande importance pour guider le choix des scénarios de restauration des sites miniers qui dépendent fortement de leur PGA. Contrairement aux tests statiques qui sont rapides, faciles à mettre en œuvre et considérés comme qualitatifs n'informant pas sur le comportement environnemental dynamique du matériau tel qu'il réagirait sur le terrain avec le temps, les essais cinétiques sont plus coûteux et s'étalent sur une relative longue période (jusqu'à 2 ans, voire plus selon le type d'essai cinétique et les objectifs recherchés). Les essais cinétiques simulent une altération naturelle et accélérée des rejets miniers dans des conditions contrôlées en laboratoire. Ils apportent plus d'informations que les tests statiques.

#### 2.3.2.1 L'essai cinétique en cellule humide

L'essai cinétique en cellule humide (CH), normé par l'ASTM (American Society for Testing and Materials, ASTM D 5744-96, 1998 ; 2007), est l'essai cinétique le plus utilisé dans l'industrie minière. Il a été développé dans le but de fournir des conditions de réactions bien

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

contrôlées et des résultats reproductibles (Villeneuve, 2004). L'essai cinétique en CH nécessite environ 1 kg d'échantillon sec. Il est relativement facile à mettre en œuvre, mais demande plus d'interventions du manipulateur que les autres essais cinétiques. Lors de l'essai, l'échantillon est rincé une fois par semaine avec 500 ml (ou 1 L) d'eau déionisée suivant des cycles hebdomadaires répétés

### 2.3.2.2 Essai cinétique en mini-cellule d'altération

L'essai cinétique en mini-cellule d'altération (MCA) est une version réduite de l'essai cinétique en cellule-humide (Cruz et al, 2001). Il est facile à mettre en œuvre, nécessite très peu de manipulation et une faible quantité d'échantillon. C'est un essai assez agressif, peu coûteux en équipements et en suivi et permet de donner des résultats assez rapidement dans le temps très comparables à ceux de l'essai en cellule humide (Benzaazoua et al, 2001; Bouzahzah, 2013 ; Bouzahzah et al, 2013b ; Villeneuve, 2004 ; Villeneuve et al, 2009).

Lors de l'essai cinétique en mini-cellule d'altération, Deux lixiviations par semaine sont effectuées (à tous les 3 et 6 jours en alternance). Au cours de celles-ci, un volume d'eau distillée est introduit dans la mini-cellule et demeurent en contact avec les stériles. L'eau est ensuite retirée sous vide de la cellule pour être récupérée dans l'erenmeyer.

### 2.3.2.3 Essai cinétique en colonne

Les essais en colonne au laboratoire ne sont pas normalisés et peuvent donc être adaptés selon les objectifs visés. Ces essais sont utilisés depuis le début des années 1990 à partir des travaux de Marchant et Lawrence (1991). Les essais en colonne peuvent être réalisés à divers degrés de complexité technique, entre la simple déposition des stériles sur une plaque perforée surmontée d'un géotextile, jusqu'à la mise en place d'une céramique poreuse en pied de colonne permettant de contrôler le niveau phréatique dans la colonne. Comme pour les essais en cellule humide et en mini-cellule, les essais en colonne soumettent les matériaux à des cycles successifs de lixiviation avec de l'eau déionisée, en utilisant des volumes variables en fonction des objectifs de l'étude.

### 2.3.2.4 Essai cinétique en parcelles expérimentales de terrain

Dans le cadre de l'étude du comportement géochimique des rejets miniers, des essais cinétiques construits in situ appelés les parcelles ou cellules expérimentales de terrain sont mise en place dans le but d'assurer les conditions les plus ou moins proches de celles d'entreposage. Le dépôt d'une grande quantité de rejets nécessite de la machinerie lourde et couteuse ce qui rend ces essais difficiles à exécuter (Bussière et al., 2007 ; Pépin, 2009 ; Plante, 2010)

**Tableau 2.3** Synthèse des objectifs, avantages et inconvénients de certains cellules humides (MC : Mini-cellule d'altération, CH : cellule humide, Col : colonne, Cel-Col : Cellule-Colonne de terrain in situ).

Objectifs	MCA	CH	Col	Cel-Col
Prédiction du comportement géochimique global des rejets	*	*	*	*
Détermination du taux de production et de neutralisation d'acide dans les conditions de l'essai et leur variabilité dans le temps	*	*	*	*

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

détermination de la qualité de l'eau de drainage par mesure du pH, Eh, conductivité, acidité/alcalinité, ions dissouts	*	*	*	*
Vérifier et valider les résultats des essais statiques	*	*	*	*
Simulation des conditions naturelles d'oxydation (cycles séchage/mouillage)	*	*	*	*
<b>Avantages</b>				
Facilité de mise en œuvre	*	*	*	
Essai reconnu au Canada		*	*	*
Données pouvant servir aux modèles géochimiques	*	*	*	*
Facilité de produire des essais sur un grand nombre d'échantillons	*	*		
Les effets microbiologiques peuvent être pris en compte par inoculation et suivi des populations	*	*	*	
Permet de faire le test sur une granulométrie étalée de l'échantillon		*	*	*
simuler des scénarios de restauration : recouvrement, amendement, ennoiement			*	*
Accélération des taux de réaction	*	*	*	
Respecte les conditions de dépôt in situ		*	*	*
l'essai nécessite peu d'échantillon	*	*		
<b>Inconvénients</b>				
Interprétation complexe	*	*	*	*
Long délai d'exécution de l'essai		*	*	*
Coûts élevés		*	*	*
Complexité de mise en œuvre			*	*
Méthode peu utilisée ou documentée	*			
Les taux de production d'acidité et d'alcalinité peuvent être influencés par la passivation et la précipitation de minéraux secondaires		*	*	*
Permet d'évaluer les changements chimiques et minéralogiques en fonction de la profondeur (profil)			*	



## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

Essai non recommandé pour un grand nombre d'échantillons		*	*	*
--	--	---	---	---

### 2.3.3 Les essais de lixiviation :

La lixiviation est le processus d'extraction des composants solubles d'une matrice solide (Kim, 2003). Les résultats des essais de lixiviation sont utilisés dans plusieurs buts comme (1) l'évaluation de la quantité totale des éléments relargués dans les processus de lixiviation, (2) l'évaluation de la dépendance au temps du relargage des métaux, (3) l'évaluation des changements subis dans le temps par les matériaux dus aux impacts atmosphériques ou aux variations de la géochimie, (4) l'évaluation de l'impact de la variation du pH et du potentiel redox sur la lixiviation des métaux, et (5) pour évaluer la dépendance au temps de la lixiviation en fonction des techniques d'utilisation ou de stockage des rejets (Fällman et Aurell, 1996 ; Kim, 2003). Le choix et les conditions de réalisation de l'essai de lixiviation dépendent du but de l'étude (Kim, 2003). Les essais de lixiviation diffèrent entre eux par la quantité et la taille des particules de l'échantillon, par le type et le volume de la solution d'extraction utilisée, par le temps de réalisation de l'essai et par d'autres conditions comme la température (Kim, 2003). Les essais de lixiviation sont généralement classés en deux catégories : (1) les essais de lixiviation statiques (en batch) avec ajout d'une seule solution et (2) les essais de lixiviation dynamiques avec renouvellement de la solution d'extraction (Kim, 2003 ; Washington State Department of Ecology, 2003).

#### 2.3.3.1 Les essais de lixiviation en batch :

Dans les essais de lixiviation en batch, l'échantillon est mis en contact avec un volume défini de la solution d'extraction, dépendamment du ratio L/S, pour une durée déterminée et sans renouvellement de la solution (Kim, 2003 ; Washington State Department of Ecology, 2003). Ces essais requièrent un système d'agitation pour maintenir le contact entre l'échantillon et la solution d'extraction (Kim, 2003).

**Tableau 2.4** Objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch.

Essais	Paramètres de réalisation	Objectif de l'essai
TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Test)  (USEPA Method 1311 1990)	Solution 1 à pH : 2,88 ou solution 2 à pH : 4,93 Ratio L/S : 20 L/kg Durée : 18 heures, Granulométrie : < 9,5 mm	Simuler le comportement de rejets en co-disposition avec des rejets municipaux
SPLP (Synthetic Precipitation Leaching Procedure) (USEPA Method 1312 1994)	Solution : solution H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et HNO <sub>3</sub> (pH 4,2) Ratio L/S : 20 L/kg  Durée : 18 heures,  Granulométrie : < 9,5 mm	Simuler la lixiviation des rejets exposés aux pluies acides

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

CTEU-9 (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991b)	Solution : Tampon à pH 7 Ratio L/S : 4 L/kg Durée : 7 jours Granulométrie : < 150 µm	Déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviés en contact avec l'eau
CTEU-10 (ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA 1991a)	Solution : Solution d'acide acétique à pH 5,1 ou 9 Ratio L/S : 20 L/kg Durée : 48 heures Granulométrie : < 150 µm	Déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviés en milieu acide acétique
USGS FLT (Field Leach Test) (Hageman and Brigg 2000)	Solution : Eau déionisée Ratio L/S : 20 Durée : 5 minutes Granulométrie : < 2 mm	Test développé par l'USGS pour évaluer les constituants facilement solubles d'un rejet minier
CA WET (California Waste Extraction Test) (CA WET 1984)	Solution : solution citrate de sodium 0,2 M (pH 5) Ratio L/S : 10 Durée : 48 heures Granulométrie : < 2 mm	Essai standardisé de l'état de Californie utilisé pour évaluer le comportement de rejets organiques en décharge
KSLT (Korean Standard Leaching Test) (Lim et al. 2009)	Solution : Solution HCl (pH 5,8 – 6,3) Ratio L/S : 10 Durée : 6 heures	Évaluer le comportement de rejets industriels stockés en décharge
CDMG (Colorado division of minerals and geology Leaching test) (Hageman et al. 2005)	Solution : eau Ratio L/S : 20 Durée : 15 secondes Granulométrie : en l'état	Évaluer les éléments solubles de matériaux géologiques en contact avec de l'eau naturelle

### 2.3.3.2 Les essais de lixiviation dynamiques :

Dans les essais de lixiviation dynamiques, des quantités spécifiques de la solution d'extraction et de l'échantillon sont mélangées et la solution d'extraction est périodiquement ou continuellement renouvelée (Cappuyns et Swennen, 2008). En tenant compte de cette

## Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude

définition, les essais cinétiques (essai en colonne, essai en cellule humide, essai en mini-cellule d'altération) pourraient être assimilés aux essais de lixiviation dynamiques. Le Tableau 2.5 donne les objectifs et les conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple

**Tableau 2.5** Objectifs et conditions de réalisation de quelques essais de lixiviation en batch multiple

Essais	Paramètres de réalisation	Objectifs de l'essai
Test de disponibilité en condition oxydante (NT ENVIR 006 1999)	-Solution : Contrôle du pH à 7 et 4 pour la deuxième extraction avec du HNO <sub>3</sub> ; -Ratio L/S : 100 L/kg -Durée : 3 H. et 18 H; -Granulométrie : 95 % < 125 µm	Deux étapes d'extraction ; développées pour évaluer le maximum extractible en condition oxydante pour les cendres et scories
Test de lixiviation Suisse (Swiss TVA) (Heasman et al. 1997)	-Solution : Eau déionisée avec injection de CO <sub>2</sub> -Ratio L/S : 2 * 10 L/kg -Durée : 24 heures -Granulométrie : n.d	Évaluer la lixiviation à long terme de matériaux granulaires ou monolithiques
Essai de lixiviation du Royaume-Uni (WRU Leaching Test) (Heasman et al. 1997)	-Solution: HNO <sub>3</sub> (pH 5). -Ratio L/S : 5 * 5 L/kg et 10 L/kg -Durée : entre 2 et 80 h; -Granulométrie : < 10 mm	Test développé pour évaluer la lixiviabilité de rejets granulaires dans des conditions de co-disposition avec des rejets domestiques ou de mono-disposition
USEPA Method 1316 (2012a)	-Solution : Eau -Ratio L/S entre 0,5 et 10 L/kg -La durée et la quantité de rejet sont déterminées selon la granulométrie du rejet.	Évaluer la lixiviation des contaminants en fonction du ratio L/S avec des batch multiple
Test de lixiviation en fonction du pH (US EPA Method 1313 2012b)	-Solution : Eau avec ajout de KOH et HNO <sub>3</sub> -Le temps de contact et le ratio L/S dépendent de la granulométrie du rejet.	Permet de déterminer la lixiviation en fonction du pH

### 2.3.4 Paramètres influençant sur les résultats des essais de lixiviation :

La lixiviation est un phénomène complexe où de nombreux facteurs peuvent influencer sur l'extraction des métaux, et donc sur les résultats des essais. Ces facteurs peuvent être soit physiques, chimiques ou biologiques (Washington State Department of Ecology 2003)

## **Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude**

### **2.3.4.1 Influence du temps de contact, de la solution d'extraction et de la vitesse d'agitation**

Le temps de contact entre la solution d'extraction et l'échantillon varie d'un essai à l'autre et peut influencer la concentration du lixiviat final. Le temps de contact influence la quantité de métal lixivié (Al-Abed et al., 2006) : plus le temps de contact entre la solution d'extraction et les rejets augmente, plus la quantité lixiviée augmente (Janusa et al., 1998). La lixiviation des métaux évolue pour atteindre un équilibre après un certain temps (Tabelin et al., 2013).

Les essais de lixiviation sont réalisés soit dans des conditions statiques ou dynamiques, dépendamment de la fréquence de renouvellement de la solution d'extraction. Dans les essais de lixiviation statiques (essais en batch), la solution d'extraction n'est pas remplacée alors qu'elle est périodiquement renouvelée dans les essais dynamiques (Chang et al., 2001). La nature de la solution dépend du type d'essai : tandis que les essais de lixiviations dynamiques sont réalisés avec de l'eau, des solutions particulières sont utilisées durant les essais de lixiviation statiques. Des concentrations plus élevées en cuivre et en zinc sont obtenues avec les essais TCLP et EP (Extraction procedure) dû à l'utilisation de l'acide acétique dans les solutions de lixiviations durant ces essais (Chang et al., 2001). Les propriétés de ces solutions (pH, composition chimique) influencent donc les quantités de métaux lixiviés.

Les systèmes d'agitation et les vitesses d'agitation durant les essais en batch peuvent différer d'un essai à un autre. La vitesse d'agitation influence la lixivabilité des métaux. Une vitesse élevée tend à augmenter la lixiviation des éléments en trace. Il faut cependant tenir compte de l'effet de broyage dû à l'abrasion particule-particule à de hautes vitesses d'agitation (Tabelin et al., 2003)

### **2.3.4.2 Influence du ratio liquide/solide et de la taille des grains**

Al-Abed et al. (2008) démontrent qu'une variation du ratio liquide/solide affecte la quantité de métaux disponible à la lixiviation. En augmentant le ratio, l'augmentation du volume de liquide résulte en une dilution de la concentration des métaux induisant une diminution de la concentration des lixiviats.

La lixiviation est aussi dépendante de la surface des grains exposée à la solution d'extraction. Une petite taille des grains donne de grandes surfaces exposées, augmentant ainsi le contact entre le matériel et la solution d'extraction et donc augmentant la quantité lixiviée (Fällman et Aurell, 1996 ; Janusa et al., 1998 ; Washington State Department of Ecology, 2003 ; Al-Abed et al., 2006 ; Stiernström et al., 2013). La diminution de la taille des grains permet d'atteindre plus vite l'équilibre avec l'augmentation de la surface de réaction.

### **2.3.4.3 Influence du pH et du potentiel redox**

L'influence du pH et du potentiel redox sur la lixiviation des métaux a été démontrée par plusieurs études. Les métaux lourds sont plus solubles à pH faible, tandis que les métaux formant des oxyanions le sont à pH élevé (Kim., 2003). Des essais de terrain sur les résidus miniers ont démontré que la mobilité des métaux dépend du pH et du potentiel redox dû au fait qu'ils contrôlent la spéciation et l'association des métaux dans les résidus. Des métaux immobilisés (par précipitation secondaire ou par adsorption) peuvent passer en solution s'il y a un changement du pH et/ou du potentiel redox. En fonction du pH, certains métaux présentent un comportement amphotérique avec une lixiviation élevée aux pH acide et alcalin, et faible à pH neutre.

### **2.3.5 Les mécanismes contrôlant le relargage des métaux**

Les mécanismes de rétention des éléments traces métalliques (ETM) sont nombreux. Ils incluent la complexation, la substitution, la précipitation, l'adsorption de surface et l'inclusion (également dénommé co-précipitation) (Manceau et al., 2002). Ces processus peuvent avoir

## **Chapitre 2 : Revue de littérature sur les essais de lixiviation et description du site d'étude**

lieu simultanément, rendant alors la description du phénomène difficile. Cela nécessite une approche multi-outils combinant des échelles d'observations différentes (potentiométrie, spectroscopies des rayons X).

### **2.3.5.1 Adsorption**

Phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules se fixent sur la surface solide d'un substrat selon divers processus. Certains minéraux, comme les argiles ou les zéolites, sont d'excellents adsorbants. On appelle désorption la transformation inverse de l'adsorption, par laquelle les molécules ou les atomes adsorbés se détachent du substrat.

- Adsorption physique (ou physisorption) :

Elle est attribuable à l'attraction électrostatique d'un soluté par une surface polarisée, afin de maintenir l'électroneutralité. Les énergies de liaisons mises en jeu sont relativement faibles, du type force de Van der Waals. Les espèces ainsi adsorbées gardent les molécules d'eau qui leur sont associées. Plusieurs couches d'atomes ou de molécules peuvent se déposer de cette manière.

La faculté d'un matériau à retenir des cations par adsorption physique est appelée C.E.C. (capacité d'échange cationique).

- Adsorption chimique (ou chimisorption) :

Dans ce cas, la molécule adhère à la surface par des liaisons ioniques ou covalentes. Elle est souvent difficilement réversible et engendre une couche mono-moléculaire. Cette liaison est spécifique.

On parle de complexation de surface lorsqu'un ion métallique réagit avec un groupement anionique qui fonctionne comme un ligand inorganique (comme OH<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) ; ainsi ces sites de surface forment des liaisons chimiques avec les ions en solution.

### **2.3.5.2 Complexation**

Le phénomène de complexation apparaît lorsqu'un cation métallique réagit avec un anion qui fonctionne comme un ligand inorganique. Les complexes formés entre les ions métalliques et les ligands inorganiques sont beaucoup plus faibles que ceux formés par les ligands organiques (Blanchard, 2000). Les ligands qui complexent les ions métalliques sont généralement des éléments non métalliques, électronégatifs et donneurs d'électrons comme O, N et S. Ainsi, la formation de complexes conditionne pour une grande part l'état chimique sous lequel se trouvent les ions en solution et en particulier les cations métalliques (Chatain, 2004).

### **2.3.5.3 Précipitation et co-précipitation**

C'est le passage d'une espèce de l'état dissout à l'état solide. Les métaux peuvent précipiter dans l'eau des pores ou à la surface des particules solides. Dans un milieu naturel, les métaux précipitent principalement sous forme d'hydroxyde, de carbonates, de phosphates ou de sulfures.

### **2.3.5.4 Substitution dans le réseau cristallin :**

Un atome peut se substituer à un autre dans le réseau cristallin ; sa charge et sa taille doivent alors être similaires. C'est, par exemple, le cas d'un ion métallique incorporé dans le réseau cristallin lors de sa précipitation, ou bien qui diffuse dans le solide pour combler un vide ou remplacer un atome du solide.

**Partie 2**  
**Partie expérimentale**

**Chapitre 3**  
**Méthodologie et protocoles**  
**analytiques**

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

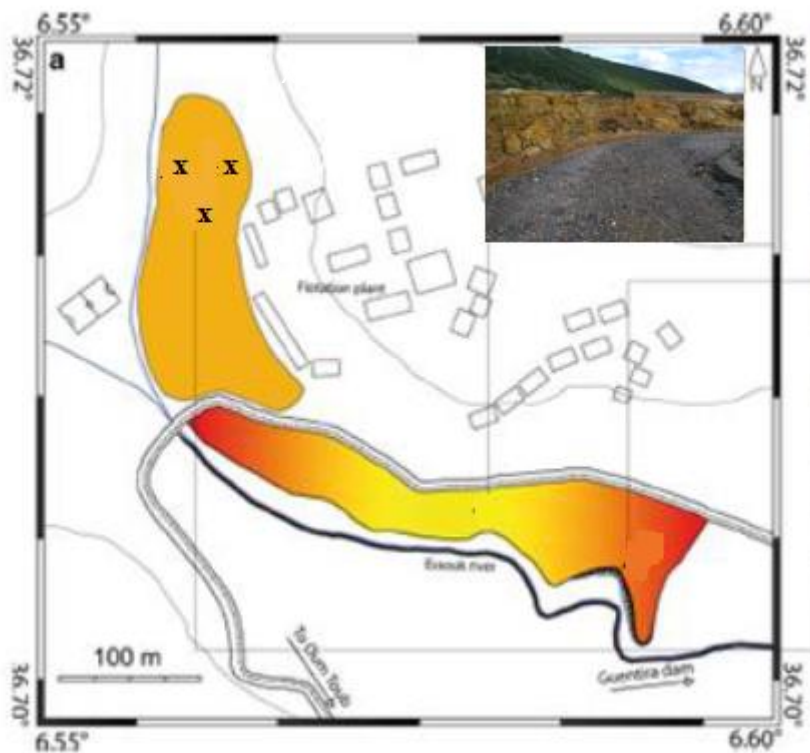
### 3.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'étude en laboratoire des propriétés physiques (densité, granulométrie, taux d'humidité), chimiques et minéralogiques des résidus de la mine abandonnée de Sidi Kamber. L'objectif est d'établir les corrélations entre ces propriétés, et surtout d'expliquer certains comportements de ces roches.

### 3.2 Echantillonnage

Une campagne d'échantillonnage a été effectuée pendant le mois de mars 2019, au niveau du site de Sidi Kamber. Nous avons prélevé manuellement trois échantillons représentatifs de la digue jusqu'à une profondeur de 30 cm environ.

Au niveau du laboratoire, les échantillons ont été mélangés pour former un seul échantillon composite, séchés à l'air libre pendant deux jours et stockés.



**Fig 3.1** Localisation des points d'échantillonnage (Isaad et al., 2019)



## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.2** Tranché d'échantillonnage des rejets grossiers

### 3.3 Préparation des échantillons

#### 3.3.1 Homogénéisation et brasage

Afin de diminuer l'erreur résultant de l'hétérogénéité, l'échantillon global a été homogénéisé pendant 20 min.



**Fig 3.3** Homogénéisation de l'échantillon de la mine de Sidi Kamar

#### 3.3.2 Quartage

Pour que l'échantillon soit représentatif, on procède à une opération de quartage. L'échantillon est disposé sur une surface plane sous forme de pyramide de faible épaisseur. Il est divisé en quatre quarts équitables, les deux quarts opposés sont pris pour les différentes analyses et essais de géochimie et les deux autres sont utilisés comme témoin.

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



Fig 3.4 Homogénéisation et quartage de l'échantillon de Sidi Kamber

### 3.3.3 Diviseurs rotatif

Dans le but de minimiser les risques d'erreur sur la composition des sols liés à leur hétérogénéité et pour obtenir la masse de résidus nécessaire pour les analyses et tests, un échantillonnage intermédiaire s'est effectué à l'aide d'un diviseur d'échantillons à cône rotatif qui permet de diviser facilement en (huit) parties représentatives la totalité d'un échantillon initial, chaque partie étant recueillie dans un flacon de manière séparée, en répétant cette initiative, le résidu résultant des sols est ainsi préparé aux traitements. Ceci nous permettra d'obtenir, à la fin, des échantillons homogènes et représentatifs utilisés pour les différentes étapes de caractérisation, d'analyse et d'évaluation géochimique que nous décrirons par la suite.



Fig 3.5 Diviseur rotatif

## 3.4 Caractérisation physique

Les principales caractéristiques physiques déterminées à partir des essais de laboratoire sont :

### 3.4.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique est la recherche du pourcentage des grains ayant une grosseur inférieure ou égale au diamètre du tamis. Elle a pour but la détermination quantitative de la distribution des particules de sol par classes de diamètres et la formation des fractions granulométriques qui serviront aux prochaines étapes de caractérisation (granulo-chimie,

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

minéralogie,...), La taille des particules a une influence sur de nombreuses caractéristiques du sol (surface spécifique, perméabilité...) et donc sur le comportement des polluants par les phénomènes d'infiltration et de rétention des éléments traces métalliques.

### • Protocole expérimental

L'analyse granulométrique de l'échantillon a été réalisée au moyen d'une série de tamis de dimensions comprises entre 10mm et 40 $\mu$ m. Le tamisage à sec a été préféré au tamisage humide. Cette analyse a été opérée selon la norme européenne EN 933-1. Les tamis sont empilés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et les classements des grains s'obtiennent par vibration de la colonne de tamis.

### • Matériels utilisés

- Plateau.
- Balance électronique précise à  $\pm 0.1\%$  de la masse de la prise d'essai.
- Echantillon à analyser (1000 g).
- Une série de tamis de la norme AFNOR en acier inox et dont les diamètres varient comme suit : 10 mm, 8mm, 5mm, 3.15mm, 2mm, 1mm, 800 $\mu$ m, 630 $\mu$ m, 400 $\mu$ m, 315 $\mu$ m, 250 $\mu$ m, 160 $\mu$ m, 100 $\mu$ m, 80 $\mu$ m, 63 $\mu$ m, 40 $\mu$ m. Le choix des tamis s'est fait selon la norme AFNOR : chaque dimension de maille d'un tamis correspond à la dimension du précédent multipliée par  $\sqrt{2}$ .
- Tamiseuse de type Retsch AS200



**Fig 3.6** Tamiseuse de type Retsch

### • Description de l'essai

On emboîte les tamis les uns sur les autres, dans un ordre tel que la progression des ouvertures soit croissante du bas de la colonne vers le haut. En partie inférieure, on dispose d'un fond étanche qui permettra de récupérer les fillers pour une analyse complémentaire. Un couvercle sera disposé en haut de la colonne afin d'interdire toute perte de matériau pendant le tamisage. On appellera tamisât le poids du matériau passant à travers un tamis donné et refus le poids de matériau retenu par ce même tamis. Le matériau étudié est versé en haut de la colonne de tamis

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

et celle-ci entre en vibration à l'aide de la tamiseuse électrique. Le temps de tamisage varie avec le type de machine utilisé mais dépend également de la charge de matériau présente sur le tamis et son ouverture ( $t = \text{nombre de tamis} \times 3 \text{ min}$ ). Nous avons effectué, après chaque tamisage successif, une pesée du refus de chaque tamis, chaque pesée correspond à la masse d'une classe granulométrique. Les modules dimensionnels (D80) sont compris entre 400 et 350  $\mu\text{m}$ .

### 3.4.2 Mesure de masse volumique des grains solides

L'essai consiste à mesurer le volume des grains solides, constituant l'échantillon de sol. La mesure est réalisée à l'aide du pycnomètre

La détermination de la masse volumique absolue est liée à la détermination du volume de la phase solide (sans les vides) occupée par une masse sèche  $M$  du matériau. Le volume absolu est lié à la mise en communication des pores intragranulaires avec l'extérieur. Il s'agit donc de réduire le matériau en une poudre très fine, donc chaque grain est compact, sans aucun vide, et l'on mesure ainsi le volume du liquide déplacé par une masse  $M$  de cette poudre.

Le pycnomètre qu'on utilise dans notre manipulation est un pycnomètre à verre s'assemblant précisément par un joint en verre rodé, celui-ci est constitué de deux parties :

- Une fiole de 50 ml
- un bouchon percé par un tube capillaire contenant un petit entonnoir

Lorsque l'on ajuste le bouchon sur la fiole, le trop-plein de liquide s'échappe par l'extrémité supérieure du tube et, dans la mesure où ce tube est très fin, le volume de liquide est déterminé avec une grande précision.

Pour procéder à la manipulation, on réalise les trois pesées suivantes :

- pycnomètre vide avec son bouchon  $M_1$
- pycnomètre rempli d'échantillon réduit en poudre  $M_2$
- pycnomètre rempli d'eau et d'échantillon  $M_3$
- pycnomètre rempli d'eau distillée  $M_4$

Pour la réalisation de cette essai un ensemble de pesés a été effectué :

$$m_1 = \text{masse du pycnomètre vide} = 30.85 \text{ gr}$$

$$m_2 = \text{masse du pycnomètre} + \text{échantillon} = 60.25 \text{ gr}$$

$$m_3 = \text{masse du pycnomètre} + \text{échantillon} + \text{eau} = 103.73 \text{ gr}$$

$$m_4 = \text{masse du pycnomètre} + \text{eau} = 83.2 \text{ gr}$$

- **Expression du résultat**

$$d = \frac{Q_s}{Q_w} = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_4 - m_1 - m_3 + m_2)} = 3.31 \quad (3.1)$$



## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.7** Mesure du poids volumique des grains solides

### 3.4.3 Détermination du poids volumique apparent

La détermination du poids volumique apparent a été faite par la méthode du moule, elle consiste à prendre un échantillon préparé selon un processus bien défini, on remplit le moule jusqu'au débordement ensuite on l'arase à l'aide d'une règle.

$$(\rho = m/ v) [\text{kg}/\text{dm}^3] \text{ (Norme NF P 94-093) (3.2)}$$

**Tableau 3.1** Résultats de l'essai de détermination du poids volumique apparent

Essais	M échantillon (g)	V bécher (ml)	$\rho$ apparente ( $\text{kg}/\text{dm}^3$ )	$\rho$ apparente moyenne ( $\text{kg}/\text{dm}^3$ )
Essai 1	208	105	1.98	1.953
Essai 2	205		1.95	
Essai 3	203		1.93	

Les valeurs du poids volumique apparent montrent que les échantillons ont une masse volumique apparente égale à  $1.953 \text{ kg}/\text{dm}^3$ .

On constate que la valeur du poids volumique des grains solides est égale à  $3.31 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.8** Remplissage du bécher jusqu'au débordement

### 3.4.4 Détermination de la teneur en eau pondérale :

On détermine la teneur en eau pondérale par l'intermédiaire de deux pesées selon la norme NF P 94-050. On effectue une première pesée de notre échantillon à l'état humide. Ensuite on le passe à l'étuve à une température de 105°C pendant 24 heures. Après le passage à l'étuve, on effectue une deuxième pesée qui constitue la masse sèche de notre échantillon.

$$W(\%) = (m_w / m_s) * 100 \text{ tel que } m_w = m_E - m_s \text{ (3.4)}$$

Avec :

- $m_E$  : masse de l'échantillon avant le séchage.
- $m_s$  : masse de l'échantillon après le séchage.
- $m_w$  : masse de l'eau évaporée
- $w$  : la teneur en eau dans l'échantillon

**Tableau 3.2** Résultats de l'essai de détermination de la teneur en eau pondérale

Essais	$m_E$ (g)	$m_s$ (g)	$m_w$ (g)	W(%)	$W_{moyenne}$ (%)
Essai 1	60	59.0584	0.9416	1.57	2.05
Essai 2	60	58.0688	1.9312	3.22	
Essai 3	60	59.1905	0.8095	1.35	

L'échantillon montre un taux très faible en humidité.

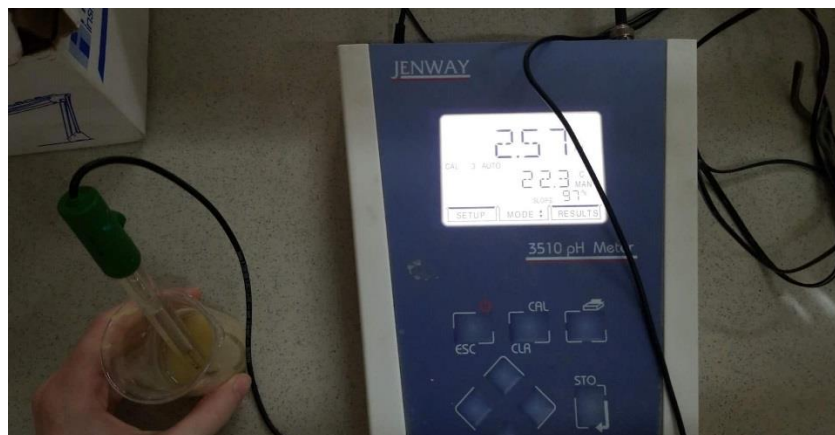
## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.9** Séchage à 105°C pendant 24 h

### 3.4.5 Test d'acidité

Pour déterminer le pH du rejet de la mine de Sidi Kamar, nous effectuons un test d'acidité. Une suspension du solide-eau est réalisée en introduisant dans un bécher un volume d'eau déminéralisée avec 10 grammes d'échantillon (solide/liquide =1/2).

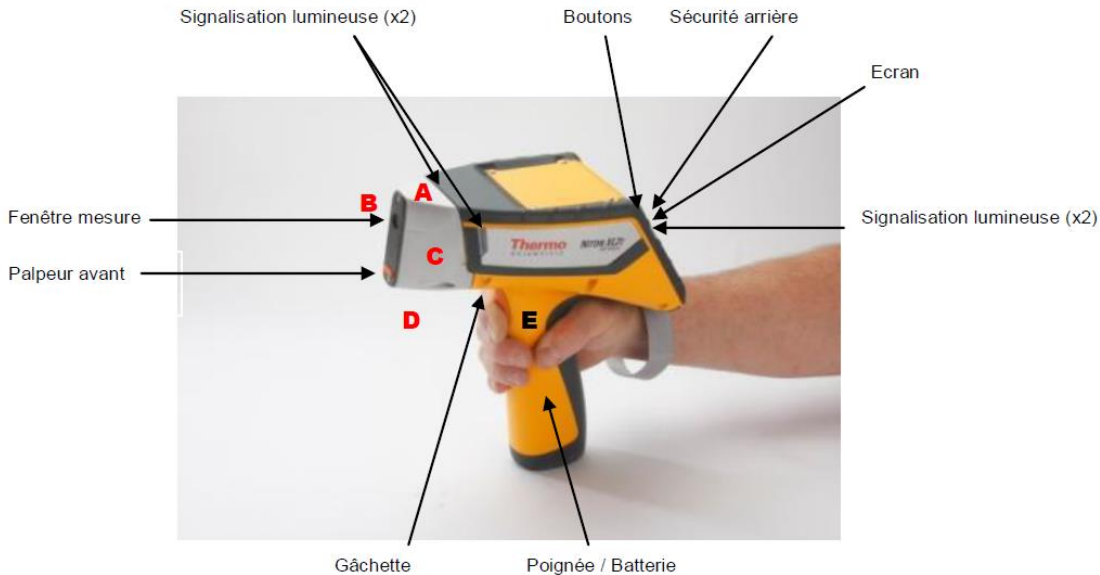


**Fig 3.10** pH de l'échantillon

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

### 3.5 Caractérisation chimique

Les analyses XRF sont réalisées à l'aide de l'appareil Niton XL2 du laboratoire de l'AGENOR (Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux) pour déterminer la composition élémentaire des échantillons.



**Fig 3.11** L'analyseur Niton XL2

A, B, C, D, E : Emplacement des mesures de débit de dose équivalente dessus, côté droit, côté gauche, dessous et doigts opérateur (gâchette).

L'échantillon est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propre. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique.



## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

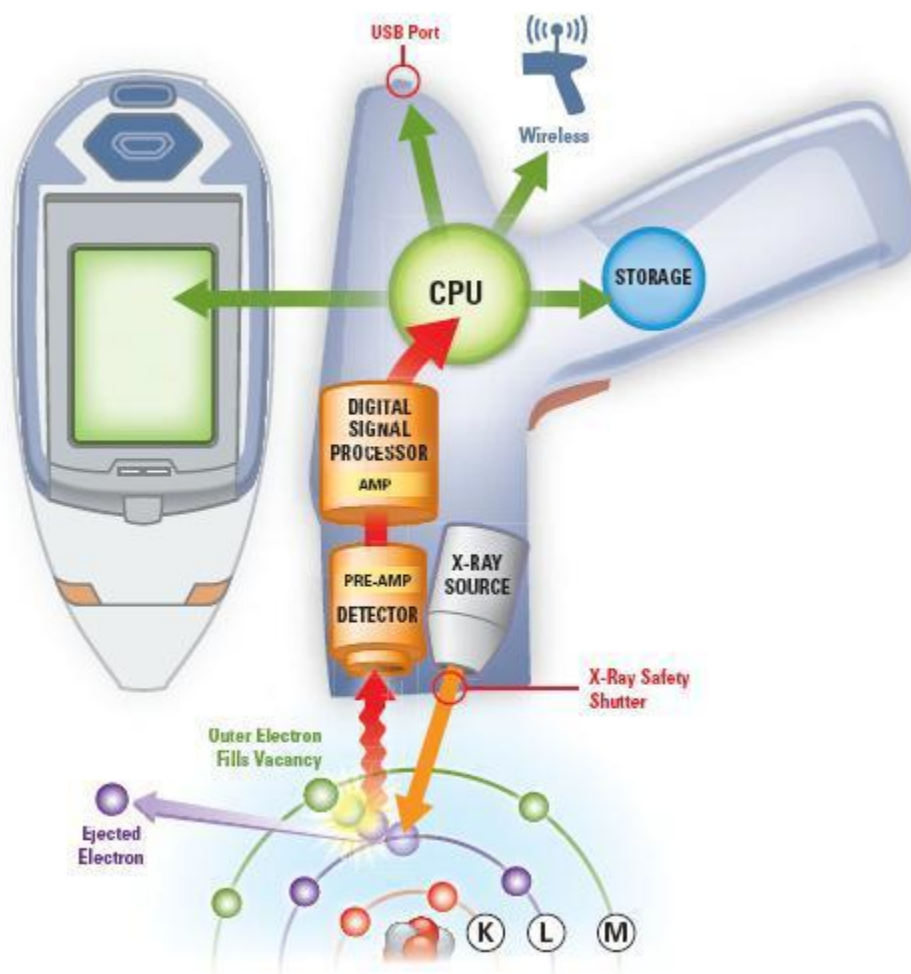


Fig 3.12 Principe de fonctionnement de l'appareil de fluorescence aux rayons X

### 3.6 Evaluation du comportement géochimique

#### 3.6.1 Potentiel de neutralisation (Lawrence)

L'effervescence a été observée en ajoutant quelques gouttes d'HCl dans 1 à 2 g d'échantillon. Une masse de 2,00 g d'échantillon en poudre est mise en solution avec 90 ml d'eau distillée. A  $t=0$  un volume d'HCl a été ajouté en fonction de la valeur d'effervescence comme suit:

**Tableau 3.3** Volume d'HCl ajouté pour différents degrés d'effervescence (Lawrence) (de Lawrence et Wang 1997)

Degré d'effervescence	Volume de HCl 1,0 N (ml)	
	à l'heure = 0 heure	à l'heure = 2 heure
aucune	1.0	1.0
légère	2.0	1.0
modérée	2.0	2.0
forte	3.0	2.0

La fiole est placée ensuite sur un appareil d'agitation, maintenu à la température ambiante. Après 2 heures, une deuxième quantité d'acide est rajoutée comme indiqué dans le tableau ci-

### Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

dessus. Après environ 22 heures, on ajoute un volume de HCl 1,0 N pour amener le pH entre 2,0 et 2,5.

Après 24 h un volume d'eau distillée a été ajouté pour ramener le volume de la solution à 125 ml. Cette dernière a été titrée avec une solution de NaOH de 0.1 N pour ramener le pH à 8.3.

Le PN de l'échantillon est calculé comme suit :

$$PN \text{ (kg CaCO}_3 \text{ /l)} = [50(x-y*(b/a))]/c \quad (3.5)$$

Tel que :

a : normalité de HCl

b : normalité de NaOH

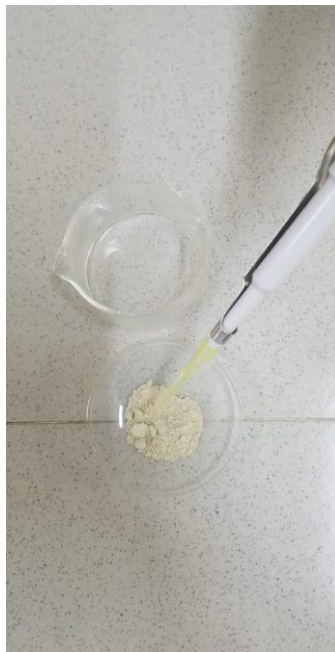
x : volume de HCl

y : volume de NaOH

c : masse de l'échantillon.

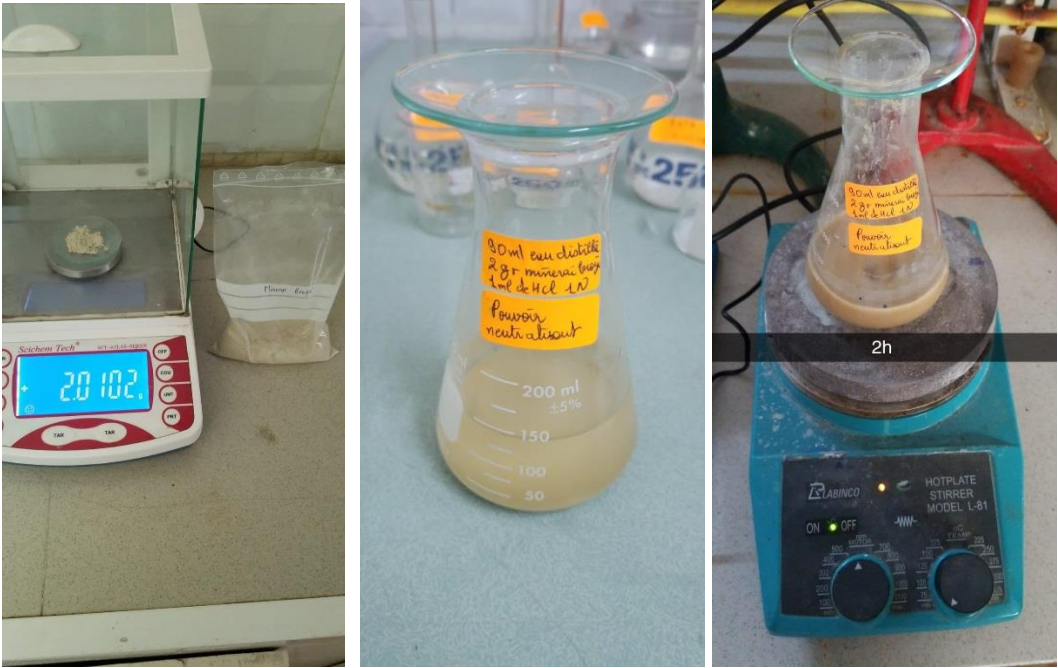
Le volume utilisé d'HCl 1 N pour ramener le pH entre 2.0 et 2.5 = 0.234 ml

Le volume utilisé de NaOH 0.5 N lors du dosage pour ramener le pH a 8.3 = 14,126 ml

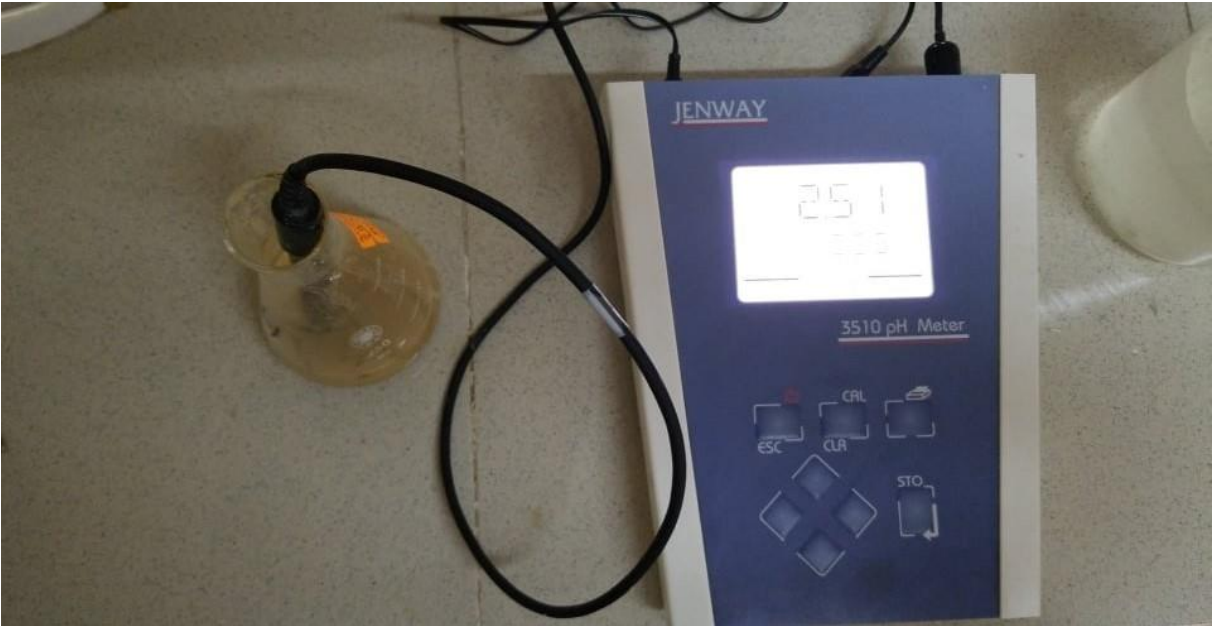


**Fig 3.13** Test d'effervescence

**Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques**



**Fig 3.14** Etapes de l'essai Lawrence (détermination du pouvoir neutralisant)



**Fig 3.15** pH de la solution d'HCl

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.16** Suite de l'essai de Lawrence (Titration de la solution avec le NaOH)

### 3.6.2 Essai de lixiviation en batch (SPLP, CTEU9, TCLP)

Une première classification des essais a été proposée par Kosson et al. (2002)

-Les essais de caractérisations ont pour objectif l'obtention d'information sur le comportement à la lixiviation et les propriétés caractéristiques des déchets à court et à long terme

-Les essais de conformité servent à déterminer si le déchet respecte des seuils de références spécifiques.

Il existe différents protocoles de lixiviation pour évaluer les caractéristiques d'un échantillon solide.

**Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)** : C'est un essai utilisé pour la classification des déchets, il vise à caractériser le comportement du déchet au court du temps. Il peut être considéré comme un essai de conformité.

**Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP)** : Cet essai est utilisé lorsqu'un risque de lixiviation vers les eaux de surface ou souterraine est envisageable. Les résultats obtenus sont comparés aux valeurs de références utilisées dans la législation relative à l'eau potable.

**Centre Technique des Eaux Usées - Méthode 9 (CTEU-9)** : L'essai CTEU-9 consiste à évaluer la lixivabilité des contaminants au contact de l'eau.

#### 3.6.2.1 Préparation des réactifs et étalons

- **Solution de NaOH**

Peser précisément environ 2,0 g de NaOH et le dissoudre dans environ 300 ml d'eau. Compléter à 500 ml avec de l'eau

- **Solution d'HCl**

Dans une fiole de 1 000 ml, ajouter 83 ml d'acide chlorhydrique dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.



## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

- **Solution mère du tampon pour la lixiviation pour simuler les pluies acides**

Dans un bécher, mélanger 14 ml d'acide nitrique et verser lentement 16 ml d'acide sulfurique.

- **Tampon à pH 4,20 pour simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312)**

Dans un bécher de 2 litres, verser 950 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte la solution mère du tampon pour la lixiviation pour simuler les pluies acides jusqu'à ce que le pH soit de  $4,20 \pm 0,05$ . Compléter à 1 litre avec de l'eau.

- **Tampon d'eau à pH 7,0 pour la lixiviation à l'eau (CTEU-9)**

Dans un bécher de 1 litre, verser 995 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N jusqu'à ce que le pH soit de  $7,00 \pm 0,50$ . Verser dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter à 1 litre avec de l'eau.

- **Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide (prétest pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques seulement) (TCLP, EPA 1311)**

Une masse de 5 gr d'échantillon de granulométrie inférieur à 9.5 mm a été mise en solution avec un volume de 96.5 ml d'eau. La solution a été agitée vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 5 minutes.

Après ajout de 3,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique, la solution a été chauffée à  $50 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$  pendant 10 minutes en agitant.

Le ph de la solution mesuré après refroidissement est de 2.85 ( $\text{pH} < 5.0$ ) donc pour réaliser le test TCLP il faut utiliser la solution de lixiviation 1.



**Fig 3.17** Etapes du prétest

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

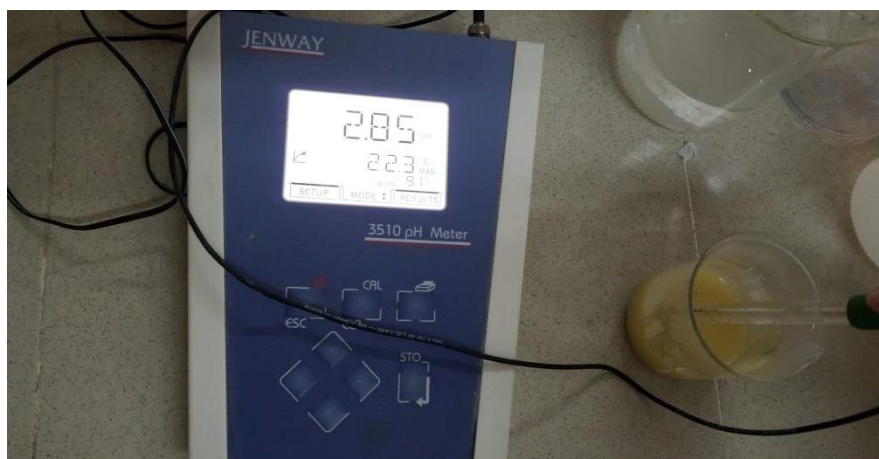


Fig 3.18 Mesure du pH (pH 2.85)

- **Préparation de la solution de lixiviation 1**

On dissout environ 2,572 g de NaOH dans une fiole de 1 l qui contient un mélange de 5.7 ml d'acide acétique et 500 ml d'eau. Le volume a été complété au trait de jauge avec de l'eau. Le pH de cette solution est de  $4,93 \pm 0,05$ .



Fig 3.19 pH mesuré de la solution

### 3.6.2.2 Préparation des solutions pour la lixiviation

#### a) Lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Les échantillons solides sont lixiviés avec la solution de lixiviation dans un rapport solide-tampon de 1 : 20.

Dans une bouteille de 1 l en plastique, 20 gr d'échantillon solide préalablement broyé à 9,5 mm a été mélangé avec 400 ml de la solution de lixiviation 1. Après une agitation de 18 heures  $\pm$  2 heures au moyen d'un agitateur mécanique, la solution a été filtrée à l'aide d'un appareil de filtration.

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

### b) Lixiviation par les pluies acides (SPLP, EPA 1312)

Dans une bouteille de 1 l en plastique, 20 gr d'échantillon préalablement broyé, à 9,5mm, le tampon acide a été ajouté de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 20 ( 20 g de solide et 400 ml de tampon)

Après une agitation de 18 heures  $\pm$  2 heures au moyen d'un agitateur mécanique à une vitesse de rotation d'environ  $30 \pm 2$  tr/min, la solution a été filtrée à l'aide d'un appareil de filtration.



Fig 3.20 Système de filtration utilisé lors des essais



Fig 3.21 Solution de lixiviation de l'essai SPLP

### c) Lixiviation à l'eau (CTEU-9)

## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

Dans une bouteille de 1 l en plastique, 40 g d'échantillon préalablement séché à 60 °C et broyé à 100 Mesh (150 µm) a été mélangé avec le tampon d'eau à pH de 7,0 de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 4 (ex. : 40 g de solide et 160 ml d'eau).

Après une agitation de 7 jours au moyen d'un agitateur mécanique, la solution a été filtrée à l'aide d'un appareil de filtration.

### 3.6.3 Essais de lixiviation en batch (extraction simple)

Les essais d'extraction en batch sont des essais permettant d'extraire les constituantes lixiviables dans les conditions auxquelles on soumet les échantillons. Généralement, ces essais consistent à exposer l'échantillon à un liquide d'extraction durant un certain temps (quelques secondes à quelques jours, avec ou sans agitation), puis à analyser les espèces chimiques extraites du solide (Benzaazoua et al, 2015). Il existe plusieurs méthodes d'extraction, mises au point pour dissoudre et mesurer les métaux traces du sol et des rejets miniers (Mehlich, 1984 ; Black et al. 1965). Elles visent toutes à intégrer en une seule extraction la fraction labile, contribuant aux équilibres sol-solution. Les extractions ont été réalisées sur des échantillons séchés et broyés. Les solutions d'extraction utilisées sont (l'EDTA, CaCl<sub>2</sub>, NaNO<sub>3</sub>, FeSO<sub>4</sub>). Des volumes de solution d'extraction préalablement défini (10 ml, 20ml, 30ml) ont donc été additionnés à une quantité de minerai préalablement pesée (1g) dans des tubes falquons. Les solutions sont maintenues sous agitation mécanique pendant 2 heures. Ensuite, une séparation liquide-solide a été effectuée au moyen d'une centrifugeuse et un filtre seringue à 0.45 µm.

Les lixiviats résultant des opérations d'extractions avec différents réactifs sont analysés par spectrophotomètre DR 2800 de Hach après étalonnage de l'appareil avec des étalons préparés et les concentrations de cuivre ont été mesurées avec la SAA.

- **Instruments, matériels et réactifs**

- Fioles jaugées de 250 ml.
- Falquons gradués.
- Entonnoir.
- Balance.
- Récipient (spatule, verre de montre).
- Eprouvette graduée.
- Réactifs : EDTA, CaCl<sub>2</sub>, NaNO<sub>3</sub>, FeSO<sub>4</sub>.
- Agitateur mécanique.
- Echantillons à analyser : (rejet de la mine de Sidi Kamar).
- Centrifugeuse de marque sigma.

- **Préparations des solutions**

- Solution de CaCl<sub>2</sub> (C: 0.01mol/l ; V: 250ml).
- Solution d'EDTA (C : 0.05mol/l ; V : 250ml).
- Solution de NaNO<sub>3</sub> (C : 0.05mol/l ; V : 250ml).
- Solution de FeSO<sub>4</sub> (C : 0.05 mol/l ; V : 250 ml).

- **Mode opératoire**

A titre d'exemple : la solution d'EDTA :

Une solution d'EDTA a été préparée dans une fiole de 250 ml en ajoutant 3.65 g d'EDTA.

Refaire les mêmes étapes pour les autres solutions. Les masses à prélever :

- 0.37 g de CaCl<sub>2</sub>
- 1.06 g de NaNO<sub>3</sub>



## Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

– 3.48 g de  $\text{FeSO}_4$

### • Préparation de l'échantillon solide

Une quantité du rejet préalablement homogénéisé est séchée à  $105^\circ\text{C}$  pendant 2 h, ensuite broyée et tamisée sur une série de tamis dont les ouvertures sont :  $250\ \mu\text{m}$ ,  $160\ \mu\text{m}$ ,  $100\ \mu\text{m}$ ,  $80\ \mu\text{m}$ , afin d'obtenir les fractions suivantes:  $[-250\ \mu\text{m}, +160\ \mu\text{m}]$  ;  $[-160\ \mu\text{m}, +100\ \mu\text{m}]$  ;  $[-100\ \mu\text{m}, +80\ \mu\text{m}]$ .

### • Préparation des mélanges de lixiviation

Exemple : solution d'extraction EDTA

Pour un rapport solide/liquide de 1/10, un échantillon de 01g de rejet est introduit dans un falcon de 50 ml dans lequel 10 ml de solution d'EDTA à 0.05 mol/l (solution de 250 ml préparée avec 3.65 g d'EDTA). On procède à une agitation pendant 2h à température ambiante ( $20$  à  $25^\circ\text{C}$ ) et on analyse par la suite les extraits.

Les paramètres à varier sont :

- les rapports liquide/solide : 1/10, 1/20, 1/30
- les fractions :  $[-250\ \mu\text{m}, +160\ \mu\text{m}]$  ;  $[-160\ \mu\text{m}, +100\ \mu\text{m}]$  ;  $[-100\ \mu\text{m}, +80\ \mu\text{m}]$ .
- le type de réactif : EDTA,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{FeSO}_4$



**Fig 3.22** Solutions de  $\text{CaCl}_2$ , d'EDTA et de  $\text{NaNO}_3$

### Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques



**Fig 3.23** Agitation des solutions à l'aide d'un agitateur mécanique.



**Fig 3.24** Centrifugation et Filtration des solutions



**Fig 3.25** Solutions finales après filtration

### 3.6.4 Essai de lixiviation en mini-cellules d'altération

Des essais cinétiques ont été effectués à petite échelle dans le but d'évaluer le comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi kamar. Nous avons jugé que la mini-cellule était l'outil le plus approprié, car les essais sont plus facile à mettre en place et permettent d'amplifier les réactions (Villeneuve, 2004), ce qui permet de mieux les percevoir.

- **Préparation des échantillons**

Les résidus contenus dans les mini-cellules sont de composition et de dimension différente :

- Mini-cellule 01 : échantillon broyé de fraction  $[-250\mu\text{m}, +160\mu\text{m}]$
- Mini-cellule 02 : échantillon broyé de fraction  $[-160\mu\text{m}, +100\mu\text{m}]$
- Mini-cellule 03 : échantillon broyé de fraction  $[-100\mu\text{m}, +80\mu\text{m}]$
- Mini-cellule 04 : échantillon composite des 3 fractions.

Après avoir été séchés et broyés, une masse de 67 g de chaque fraction du matériau a été pesée et ensuite ajoutée dans chaque mini-cellule.

- **Méthode de l'essai en mini-cellule d'altération**

L'essai cinétique en mini-cellule d'altération (MCA) est une version réduite de l'essai cinétique en cellule-humide (Cruz et al. 2001). Il est facile à mettre en œuvre, nécessite très peu de manipulation et une faible quantité d'échantillon (67g). C'est un essai assez agressif, peu coûteux en équipements et en suivi, il permet de donner des résultats assez rapidement dans le temps très comparables à ceux de l'essai en cellule humide (Benzaazoua et al. 2001, 2004; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al. 2013b; Villeneuve 2004; Villeneuve et al. 2009). Au montage des mini-cellules, la quantité du solide est introduite dans un entonnoir Büchner de 9 cm de diamètre interne, sur un papier filtre à  $0,45\mu\text{m}$ . Le Büchner est placé sur un support sous lequel est placé un erlenmeyer à vide de 1 litre pour récupérer l'eau de lixiviation, tel que montré aux Figures ci-après.

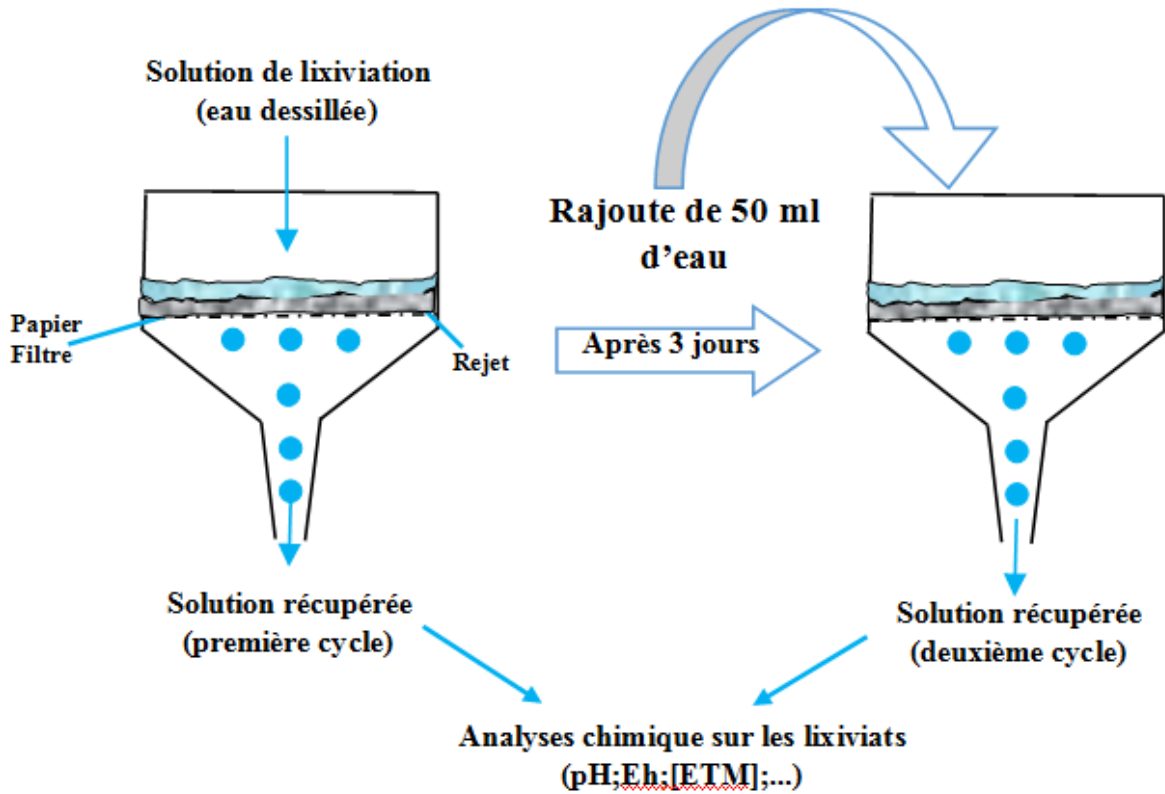
Lors de l'essai cinétique en mini-cellule d'altération, l'échantillon est rincé deux fois par semaine. Le premier rinçage (typiquement lundi) est suivi par deux jours où l'échantillon est laissé à l'air ambiant, puis rincé le quatrième jour (jeudi) et laissé à l'air ambiant pendant trois jours, puis le cycle reprend de nouveau (le lundi d'après).



### Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

Au cours de chaque rinçage, 50 ml d'eau distillée sont introduits dans la mini-cellule et demeurent en contact avec les stériles. L'eau est ensuite récupérée pour mesurer le pH, la conductivité électrique, le contenu en éléments chimiques.

Le schéma présenté à la figure 3.19 résume le matériel utilisé et les manipulations effectuées.



**Fig 3.26** Schéma résumant les essais en mini-cellule d'altération (Bussi re et al., 2005, adapt  de Cruz et al., 2001).



### Chapitre 3 : Méthodologie et protocoles analytiques

Fig 3.27 a,b,c Etapes de la réalisation des mini-cellules d'altération.

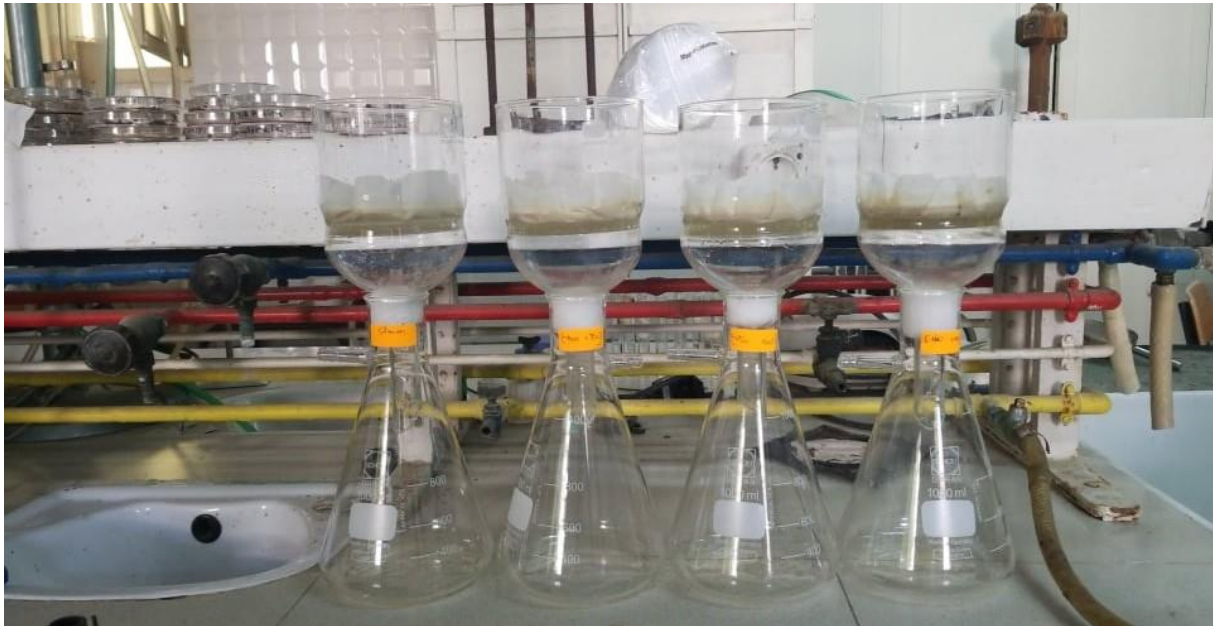
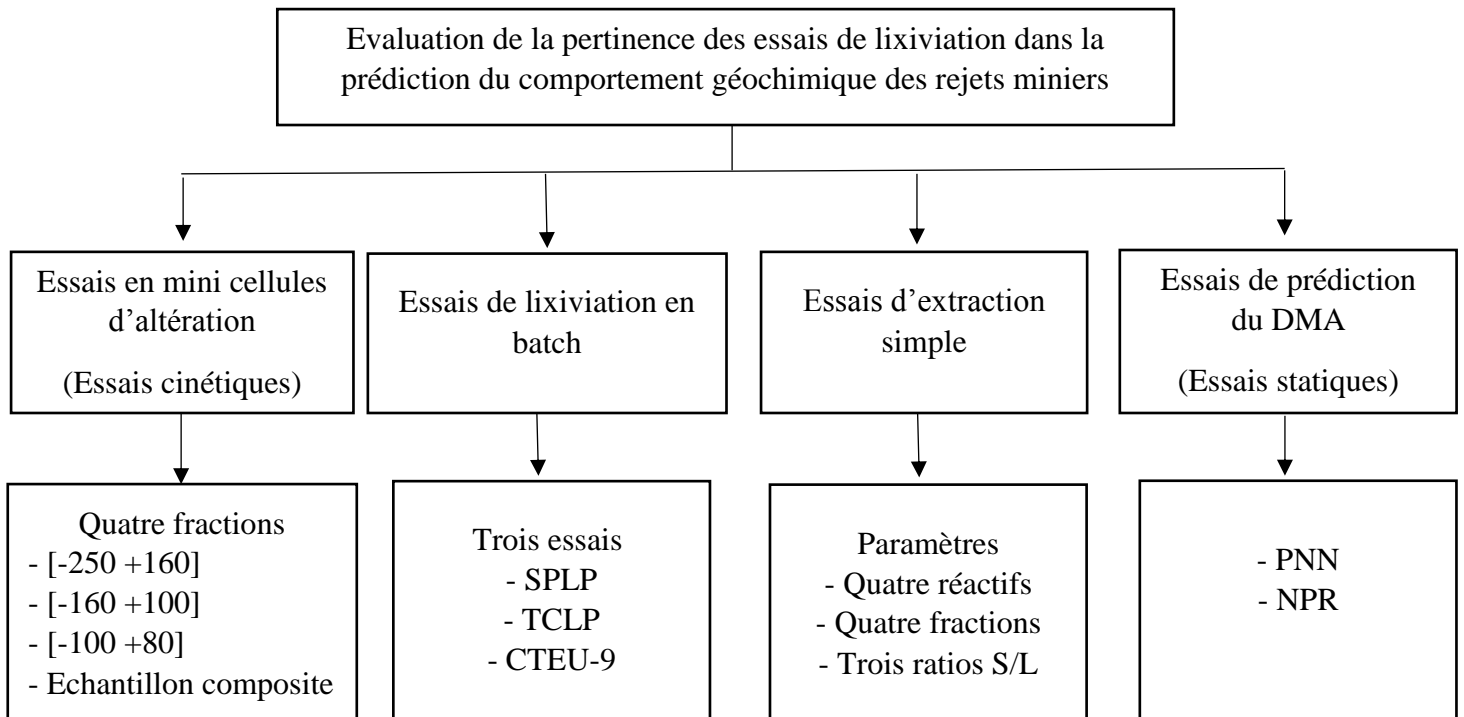


Fig 3.28 Essai de lixiviation en Mini-cellules d'altération

Au cours de ce chapitre, nous avons décrit le matériel et les méthodes utilisés pour évaluer le comportement géochimique des rejets de la mine de Sidi Kamber. Cette étude comporte deux volets : le premier concerne la préparation et la caractérisation des échantillons prélevés et les différents essais de lixiviation au cours du deuxième volet. Le schéma suivant récapitule toutes les étapes.



# **Chapitre 4**

## **Résultats et interprétations**

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Les résultats de la caractérisation physique et chimique des échantillons, des essais statiques, des essais de lixiviation en batch et des essais d'extraction sont donnés dans les sections ci-dessous.

### 4.1 Résultats de l'analyse granulométrique

Les masses des différents refus et tamisats sont rapportées à la masse initiale du matériau. Les pourcentages des refus cumulés, ou ceux des tamisats cumulés, sont représentés sous la forme d'une courbe granulométrique semi-logarithmique en portant les ouvertures des tamis en abscisse et les pourcentages en ordonnée. Le tableau 4.1 résume les résultats de l'analyse granulométrique.

**Tableau 4.1** Analyse granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber

<b>Diamètre du tamis (mm)</b>	<b>Refus de chaque tamis en (g)</b>	<b>Refus cumulés en (g)</b>	<b>Refus cumulés en (%)</b>	<b>Tamisats cumulés en (%)</b>
<b>+10</b>	30.11	30.11	3.00	96.99
<b>-10 +8</b>	50.98	81.09	8.10	91.89
<b>-8 +5</b>	109.78	190.87	19.08	80.91
<b>-5 +3.15</b>	123.77	314.64	31.46	68.53
<b>-3.15 +2</b>	125.09	439.73	43.97	56.02
<b>-2 +1</b>	160.05	599.78	59.97	40.02
<b>-1 +0.8</b>	49.27	649.05	64.90	35.09
<b>-0.1 +0.63</b>	41.25	690.30	69.03	30.97
<b>-0.63 +0.4</b>	85.25	775.55	77.55	22.44
<b>-0.4 +0.35</b>	45.38	820.93	82.09	17.90
<b>-0.35 +0.25</b>	37.10	858.03	85.80	14.19
<b>-0.25 +0.16</b>	92.70	950.73	95.07	4.92
<b>-0.16 +0.1</b>	35.66	986.39	98.64	1.36
<b>-0.1 +0.08</b>	7.39	993.78	99.37	0.62
<b>-0.08 +0.063</b>	2.33	996.11	99.61	0.38
<b>-0.063 +0.04</b>	1.42	997.53	99.73	0.26
<b>Fond des tamis</b>	2.00	999.53	99.95	0.04

Les résultats montrent que l'échantillon présente 82 % des particules de dimension supérieure à 350  $\mu\text{m}$  et environ 0,62 % de particules de dimension inférieure à 80  $\mu\text{m}$ . Nous constatons que la classe dominante coïncide avec la classe (-2 +1 mm).

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

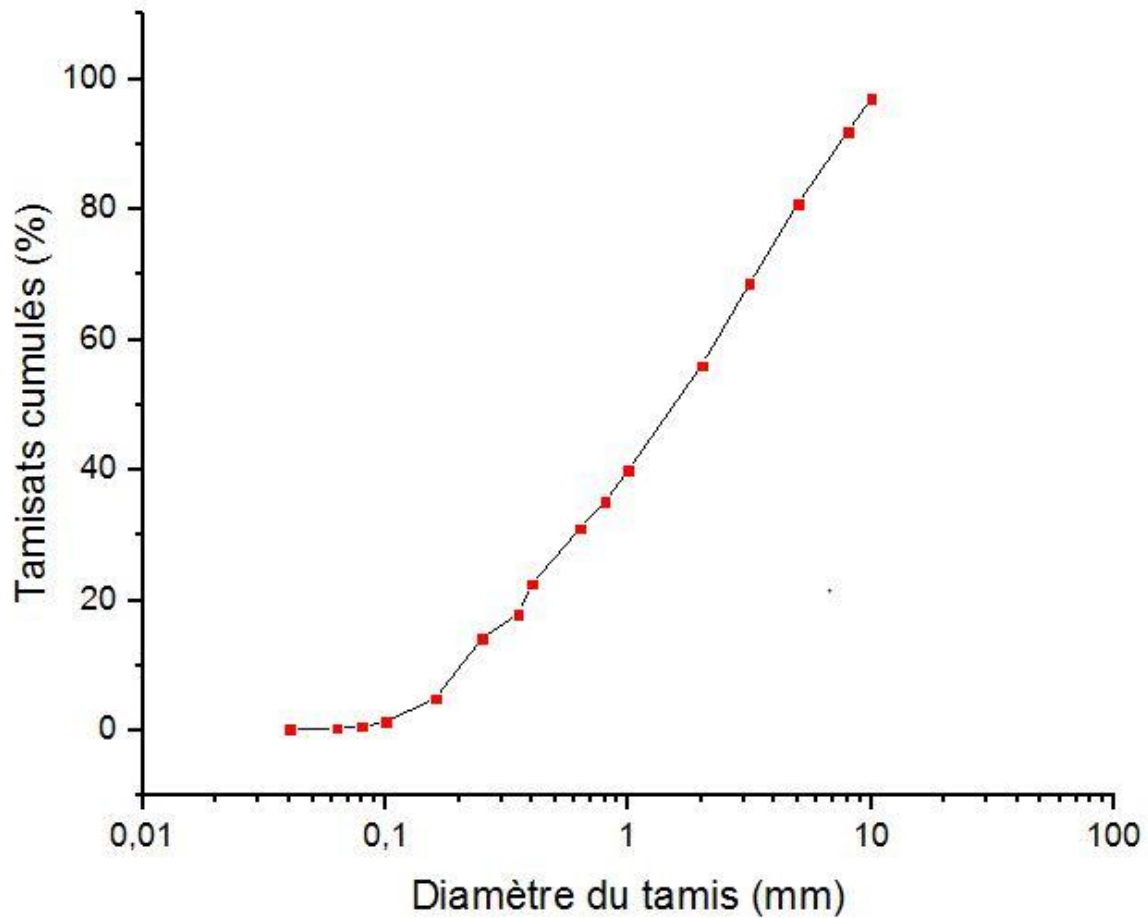


Fig 4.1 Courbe granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber

Tableau 4.2 Caractéristiques de la courbe granulométrique de l'échantillon de Sidi Kamber

Diamètre efficace (mm)			Coefficient d'uniformité (Hazen) Cu	Coefficient de courbure Cc	Interprétation
D <sub>10</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>60</sub>			
0.20	0.65	2.50	12.5	0.85	Résidu mal gradué et granulométrie étalée

La forme de la courbe granulométrique est aussi extrêmement importante, elle est caractérisée par deux coefficients qui permettent de classer notre échantillon (serré, étalé, peu de particules fine, ...). Ces coefficients sont : **Cu**, **Cc**.

Avec :

- Cu coefficient d'uniformité  $D_{60}/D_{10}$  (dit de Hazen) ;
- Cc coefficient de courbure  $(D_{30})^2/D_{60} \times D_{10}$ .

Coefficient d'uniformité (Hazen)

Ce coefficient permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée.

$Cu > 2 \rightarrow$  granulométrie étalée

$Cu < 2 \rightarrow$  granulométrie uniforme ou serrée

Coefficient de courbure :

Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée ou mal graduée (un sol est mal gradué si une fraction de grains prédomine)



## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Si  $1 < C_c < 3$  : La continuité est bien répartie ou sol bien gradué

Si  $C_c < 1$  ou  $C_c > 3$  : La continuité est mal répartie ou sol mal gradué.

A la lumière des résultats de Cu et Cc, le rejet présente une continuité mal répartie avec une granulométrie étalée.

### 4.2 Résultats de l'analyse chimique par fluorescence X

L'analyse chimique de l'échantillon étudié a donné les résultats représentés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.3** Résultats d'analyse chimique par fluorescence X

Métaux	Pourcentage %	Erreur
Cd	0.129	0.062
Pb	8.473	0.167
Zn	2.244	0.084
Cu	0.330	0.054
Fe	44.759	0.476
Mn	1.739	0.163
Cr	4.865	0.225

Les résultats rapportés dans le tableau 4.3, montrent que le pourcentage du plomb et du fer prédominent dans l'échantillon. Les teneurs des autres métaux comme le cadmium, le zinc, le manganèse, le chrome et le cuivre sont relativement faibles.

Ainsi, ces résultats concordent avec ceux de la composition minéralogique.

### 4.3 Résultats des essais statiques

Calcul du PA et PN :

Le PN de l'échantillon est calculé comme suit :

$$\text{PN modifié (kg CaCO}_3 \text{ /l)} = \text{NP modifié (kg CaCO}_3 \text{ /l)} = [50(x-y*(b/a))]/c \quad (3.5)$$

Avec :

a : normalité de HCl

b : normalité de NaOH

x : volume de HCl

y : volume de NaOH

c : masse de l'échantillon.

Le volume utilisé de HCl 1 N pour amener le pH entre 2.0 et 2.5 = 0.234 ml

Le volume utilisé de NaOH 0.1 N los du dosage pour amener le pH à 8.3 = 14,126 ml

Donc PN=  $[50(1-0.1x(0.234/14.13))]/2= 24.96 \text{ kg CaCO}_3 \text{ /l}$

Nous avons S% = 5.11 %

Le soufre total a été analysé au niveau du CRNA (Centre de Recherche Nucléaire d'Alger). Au cours de cette analyse, le soufre contenu dans l'échantillon est converti en dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>), qui peut ensuite être mesuré par détecteurs infrarouges (IR).

$$\text{PA} = \text{S\%} \times 31.25 \quad (3.6)$$

$$\text{PA} = 5 \times 31.25 = 159.69 \text{ kg CaCO}_3 \text{ /l}$$

Calcul du PNN et NPR:

$$\text{PNN} = \text{PN} - \text{PA} \quad (3.7)$$

$$\text{PNN} = 24.96 - 159.69 = -135.73 \text{ kg CaCO}_3 \text{ /l}$$

$$\text{NPR} = \text{PA} / \text{PN} \quad (3.8)$$

$$\text{NPR} = 24.96 / 159.69 = 0.156$$

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Les résultats montrent que les rejets de la mine de Sidi Kamber ont un très faible pouvoir neutralisant qui correspond à  $PN = 24.96$  (kg  $\text{CaCO}_3$  / t). Le pouvoir d'acidité donne une valeur très élevée,  $PA = 159.69$  kg  $\text{CaCO}_3$ /t. En conséquence, Le PNN est négatif et le NPR est proche de 0 donc le rejet de Sidi Kamber est générateur d'acidité. Cela implique que ces rejets contiennent une très faible quantité de minéraux neutralisants.

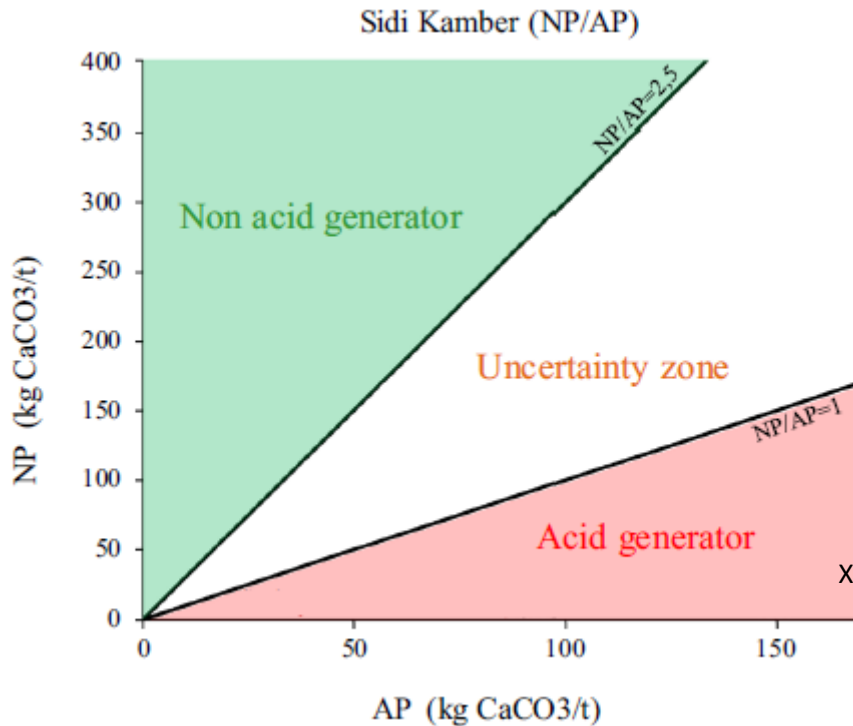


Fig 4.2 Caractérisation environnementale des résidus de la mine de Sidi Kamber

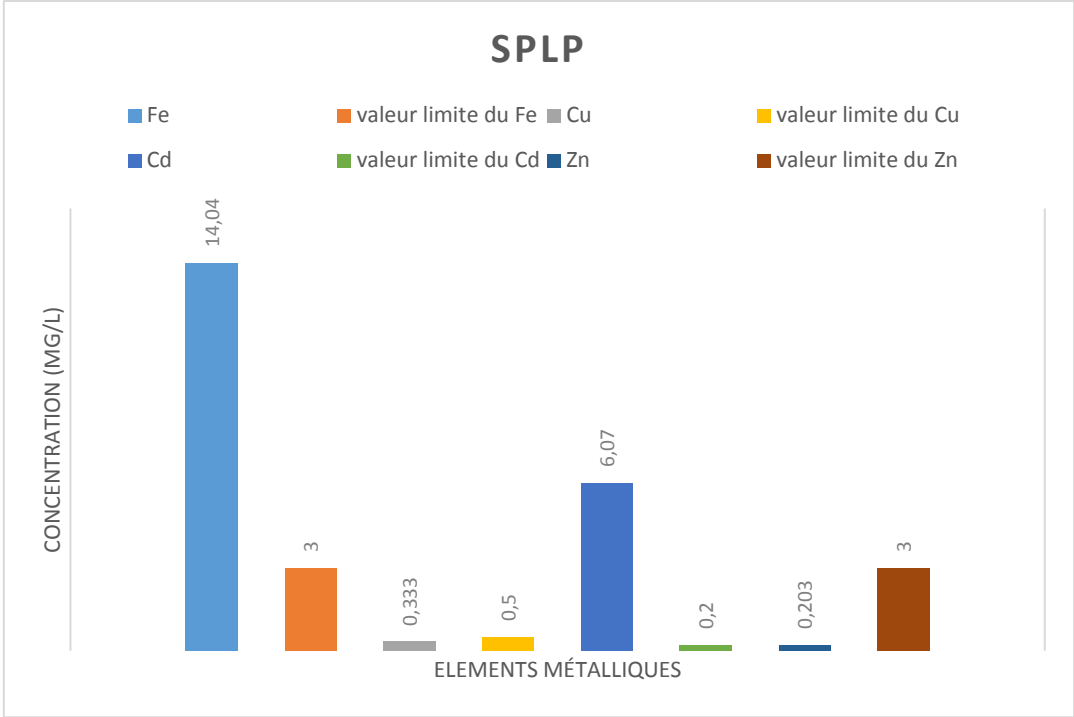
### 4.4 Résultats des essais de lixiviation en batch

Les valeurs mesurées des concentrations en Fe, Cu, Cd et Zn ont été représentées en fonction des tests utilisés dans le tableau et figures ci-après.

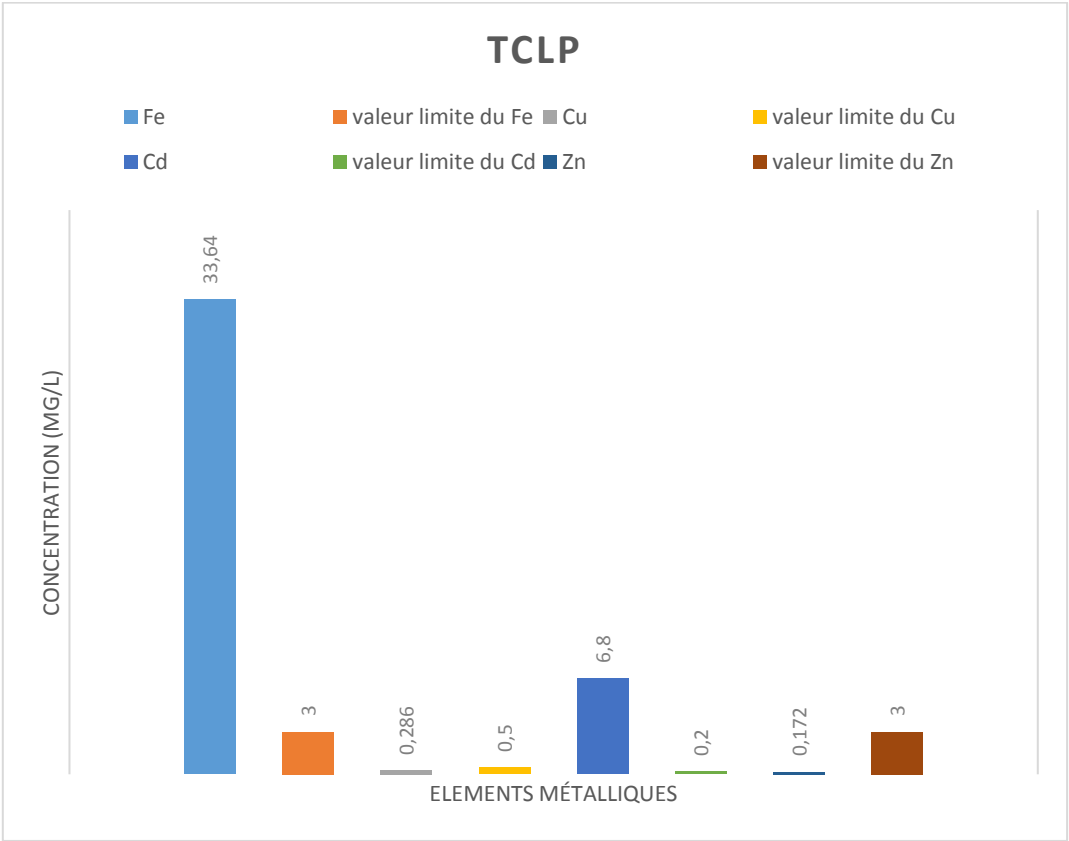
**Tableau 4.4** Concentrations des métaux dans les lixiviats des essais SPLP, TCLP et CTEU.9 en mg/l

essais	Fe	Cu	Cd	Zn
SPLP	14.04	0.333	6.07	0.203
TCLP	33.64	0.286	6.80	0.172
CTEU-9	48.52	0.308	6.31	1.484

# Chapitre 4 : Résultats et interprétations

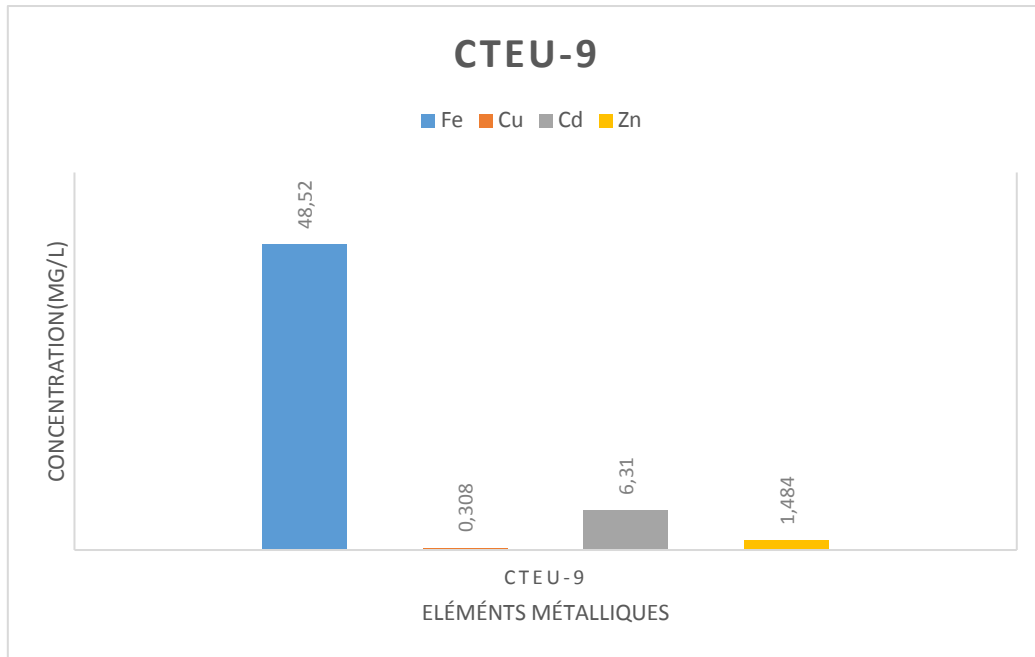


**Fig 4.3** Concentrations des métaux dans le lixiviat de l’essai SPLP



**Fig 4.4** Concentrations des métaux dans le lixiviat de l’essai TCLP

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.5** Concentrations des métaux dans le lixiviat de l'essai CTEU-9

Comme le montrent les figures, on remarque que :

Les résultats du test **TCLP** sont mis en évidence à la fig 4.4 et montrent des concentrations élevées en Fe (33.64 mg/l) et en Cd (6.8 mg/l) contrairement aux autres éléments (Cu et Zn). La présence de fer est liée à l'oxydation de la pyrite ainsi qu'à la dissolution d'hydroxydes de fer tels que l'hématite et la goéthite.

De plus, les concentrations en Zn, résultent de la dissolution de la sphalérite.

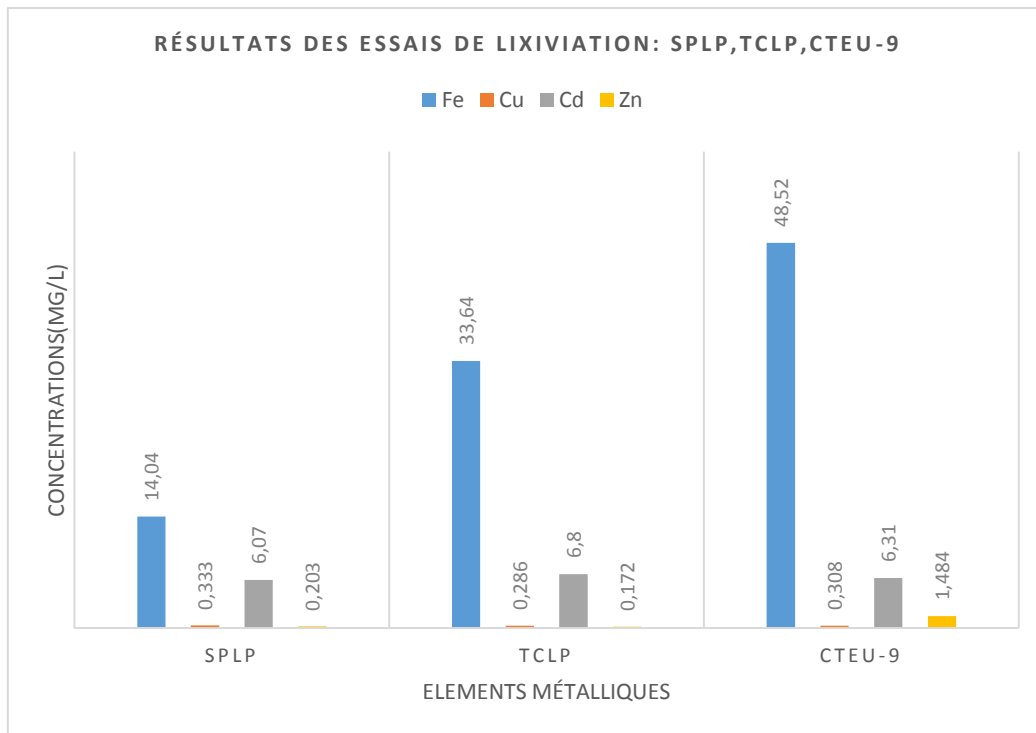
Il est à noter que les concentrations en fer et en cadmium dépassent largement les limites tolérées par la réglementation algérienne (3 mg/l et 0.2 mg/l respectivement). Les concentrations de Cu (0.28 mg/l) étaient en dessous des limites algériennes (0,5 mg/l).

L'essai **SPLP** montre des concentrations de l'ordre de 14.04 mg/l pour le fer et 6.07 mg/l pour le cadmium. Le cuivre et le zinc présentent de faibles teneurs.

Les résultats de l'essai **CTEU-9** indiquent des concentrations considérables en fer (48.52 mg/l). La dissolution dans ces conditions était fournie par la dissolution des sulfures.

Les concentrations de zinc étaient en dessous des limites considérées (3 mg/l) cela est lié à la passivation des grains de sphalérite et les concentrations de Cu sont relativement faibles en raison de la faible quantité de chalcopryrite présente dans les échantillons.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.6** Concentrations des métaux dans les lixiviats des essais SPLP, TCLP et CTEU-9

Nous constatons que le fer est plus abondant dans la solution CTEU-9 en raison des conditions opératoires de l'essai (un temps de contact de 7 jours). Aussi, la granulométrie fine crée plus de surfaces exposées à la solution de lixiviation.

La concentration du Fe diminue dans les autres solutions. Elle est plus importante dans la solution de TCLP (33.64 mg/l) que celle de SPLP (14.04 mg/l).

La concentration du Cu est plus élevée dans la solution la plus acide SPLP (0.333 mg/l), car le cuivre a une mobilité moyenne dans les pH acides.

Les concentrations du Cd dans les solutions sont proches. On remarque que la solution SPLP présente la teneur la plus élevée (6.8 mg/l). Tandis que le zinc est majoritaire dans la solution CTEU-9 avec une concentration de 1.48 mg/l environ.

D'après les résultats enregistrés, nous constatons que la mobilité du Fe et du Cd est importante par rapport aux autres éléments métalliques. Cependant, le comportement environnemental des échantillons étudiés est plus problématique, en raison de la faible présence de minéraux carbonatés (à titre d'exemple calcite, dolomite..).

### 4.5 Résultats des essais cinétiques (mini cellules d'altération)

Cette section regroupe les résultats des essais en mini-cellules d'altération réalisés à différentes granulométries. Globalement, les essais de lixiviation ont été effectués pendant cinq semaines. Les tableaux ci-après présentent un résumé des étapes, de leurs nombre de lixiviations et de leurs durées.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

**Tableau 4.5** Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la première semaine

Première semaine								
Jours	23/04/2019				26/04/2019			
Fractions	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm
Volume (ml)	16	17	16	/	33	45	41	41
pH	3.88	3.88	3.8	/	3.64	3.87	3.78	2.67
Conductivité (ms)	2.30	2.40	2.90	3.80	1.70	1.70	1.50	3.10

**Tableau 4.6** Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la deuxième semaine

Deuxième semaine								
Jours	29/04/2019				02/05/2019			
Fractions	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm
Volume (ml)	48.5	40	38	39	42	36	38	40
pH	3.32	3.64	3.49	2.35	3.33	3.63	3.54	2.57
Conductivité (ms)	1.40	1.20	1.00	1.70	1.20	0.70	0.70	1.20

**Tableau 4.7** Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la troisième semaine

Troisième semaine								
Jours	05/05/2019				08/05/2019			
Fractions	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm
Volume (ml)	38	34	36	40	38	33	37	40
pH	3.27	3.39	3.13	2.56	3.75	4.24	3.62	3.20
Conductivité (ms)	1.00	0.80	0.50	1.00	1.07	0.93	0.96	1.24

**Tableau 4.8** Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la quatrième semaine

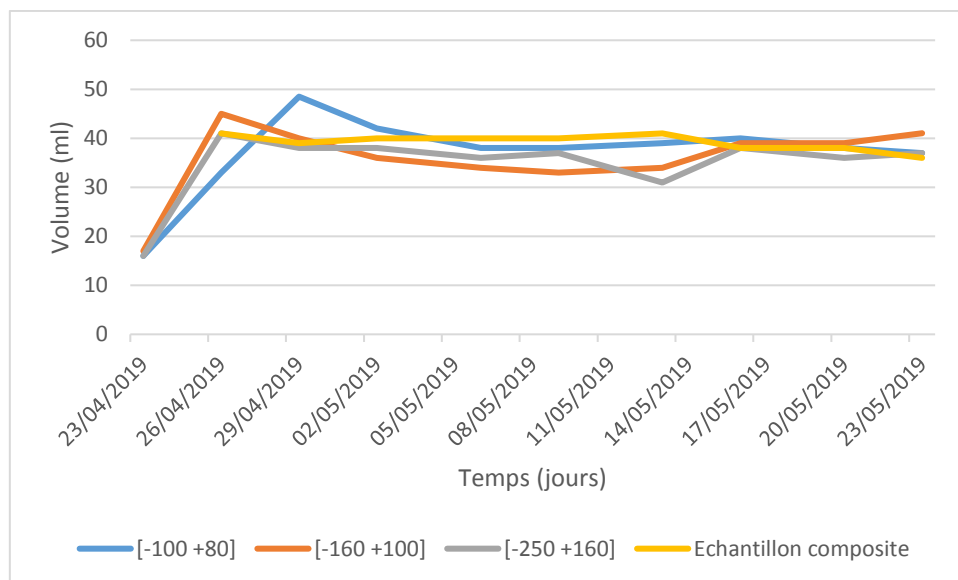
Quatrième semaine								
Jours	11/5/2019				14/5/2019			
Fractions	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm
Volume (ml)	39	34	31	41	40	39	38	38

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

pH	3.70	3.91	3.80	3.27	3.64	4.13	3.65	3.27
Conductivité (ms)	1.16	1.03	0.90	1.14	1.24	0.99	0.84	1.02

**Tableau 4.9** Résultats des mesures du volume, pH et conductivité de la cinquième semaine

Cinquième semaine								
Jours	17/5/2019				20/5/2019			
Fractions	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm	[-100 +80]	[-160 +100]	[-250 +160]	<2mm
Volume (ml)	38	39	36	38	37	41	37	36
pH	3.77	4.13	4.15	3.27	3.78	4.02	3.84	3.31
Conductivité (ms)	1.14	0.70	0.59	0.93	1.02	0.49	0.48	0.67



**Fig 4.7** Variation du volume dans les quatre classes

Il est à noter que le volume d'eau distillée utilisé pour le rinçage est de 50 ml.

Les courbes montrent une récupération plus au moins faible de lixiviats (16 et 17 ml) pour toutes les fractions après le premier rinçage.

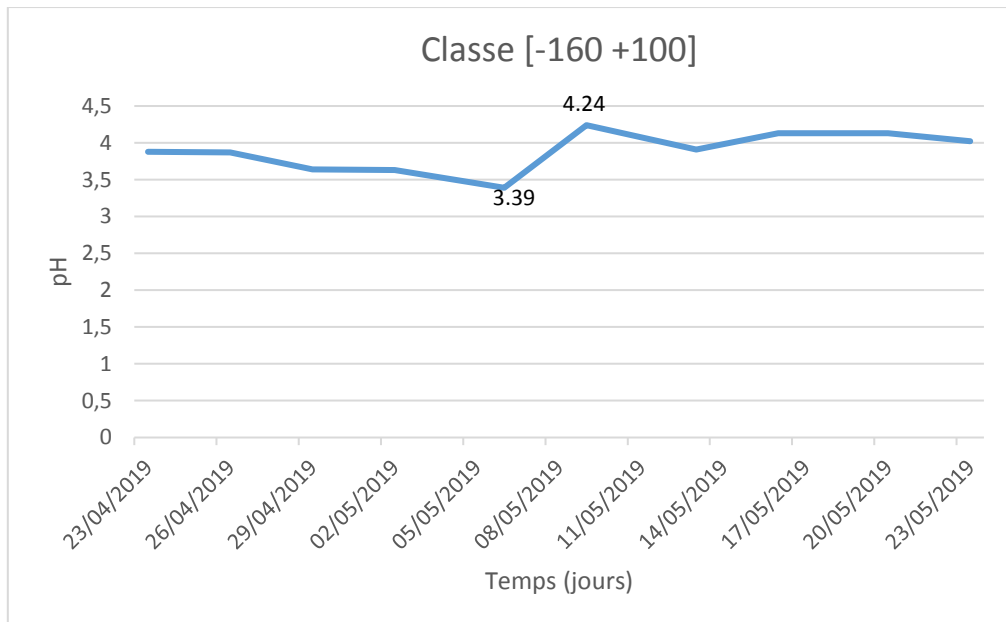
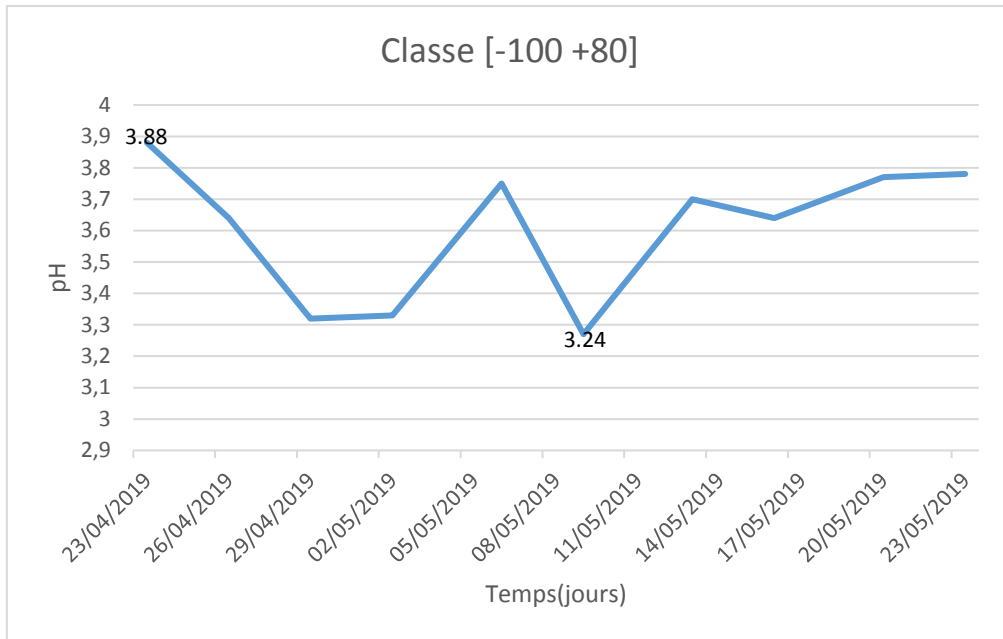
A partir du deuxième rinçage, les volumes de lixiviats sont plus importants et varient généralement entre 33 et 41 ml sauf pour la fraction [-100 +80] qui donne un volume remarquable de 48.5 ml lors du troisième rinçage.

Les volumes récupérés sont très proches pour toutes les fractions. La fraction [-100 +80] donne une meilleure récupération.

Les valeurs obtenues du volume s'expliquent par la grande perméabilité des résidus de la mine de Sidi Kamber.

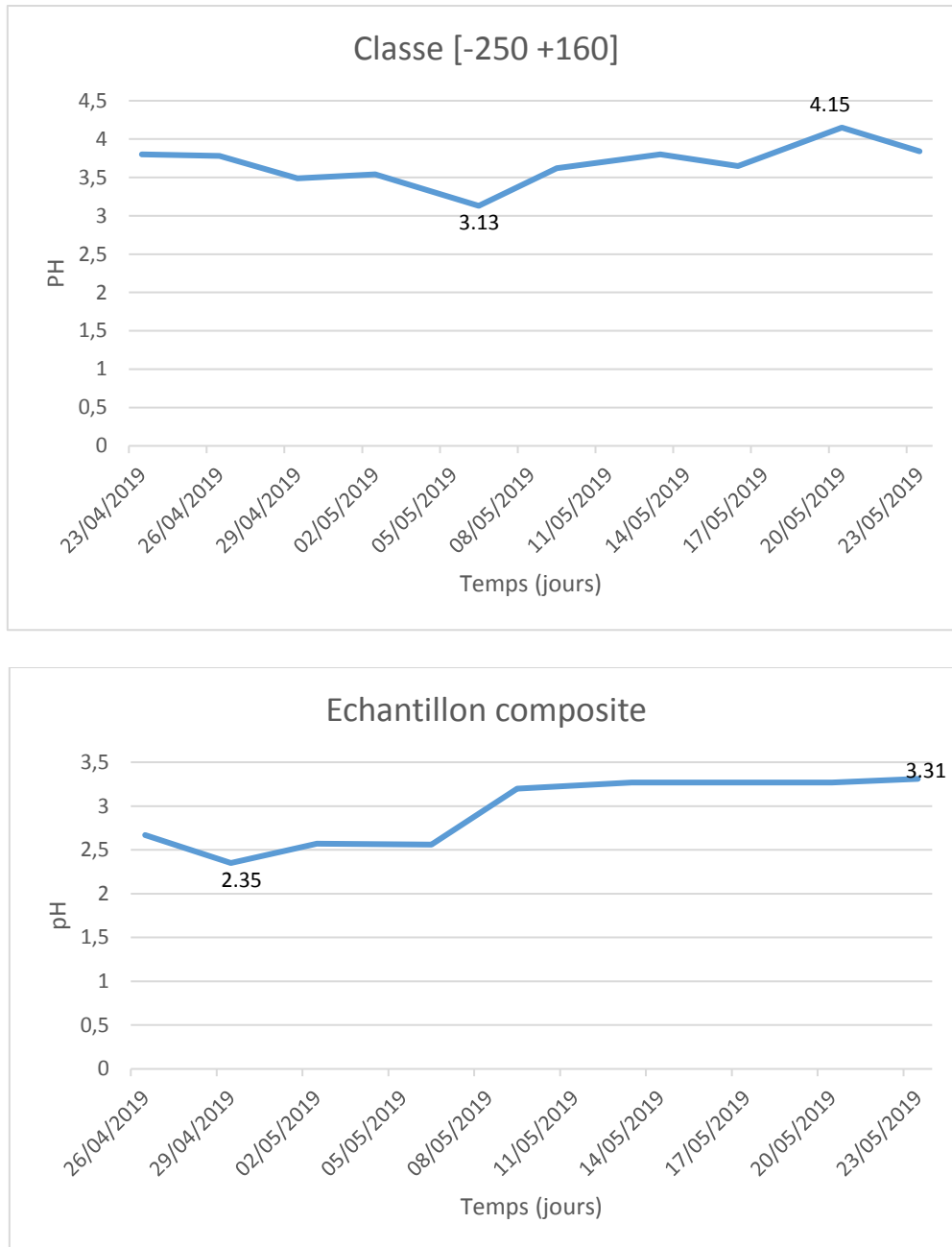
On présente dans les paragraphes suivants les caractéristiques des lixiviats récupérés des essais en mini-cellules d'altération, pour les différentes étapes successives.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations





## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

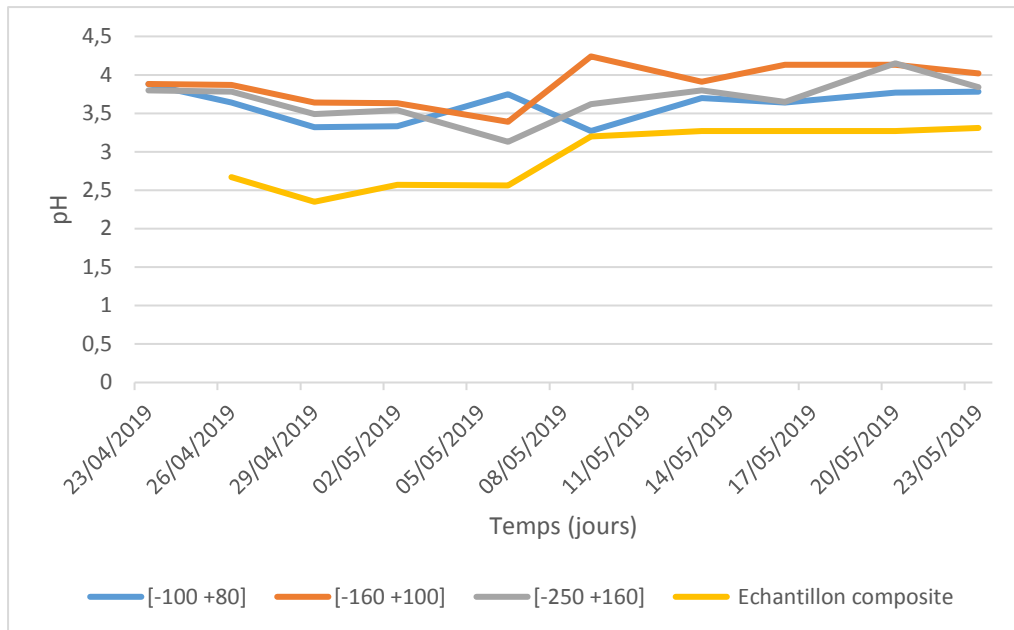


**Fig 4.8** Résultats du pH dans les lixiviats issus des essais en mini-cellules d'altération

On observe que les pH des lixiviats oscillent généralement entre 3.13 et 4.24 à l'exception de ceux de l'échantillon composite qui échappent légèrement de cette tendance et varient entre 2.35 et 3.31.

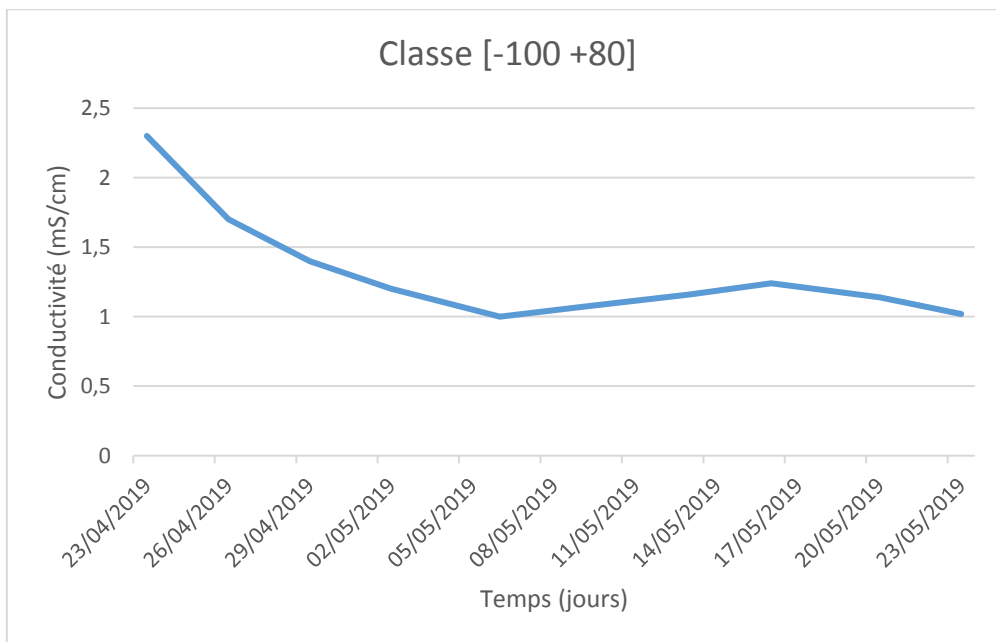
Nous constatons aussi que l'échantillon composite présente des pH plus faibles que ceux enregistrés au niveau des autres fractions dans les deux premières semaines (2.56, 2.6). Cela s'explique par la petite taille des grains ( $< 100 \mu\text{m}$ ) présents dans l'échantillon qui donne de grandes surfaces exposées et donc un taux d'oxydation plus élevé des minéraux sulfurés.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.9** Variation du pH dans les quatre classes

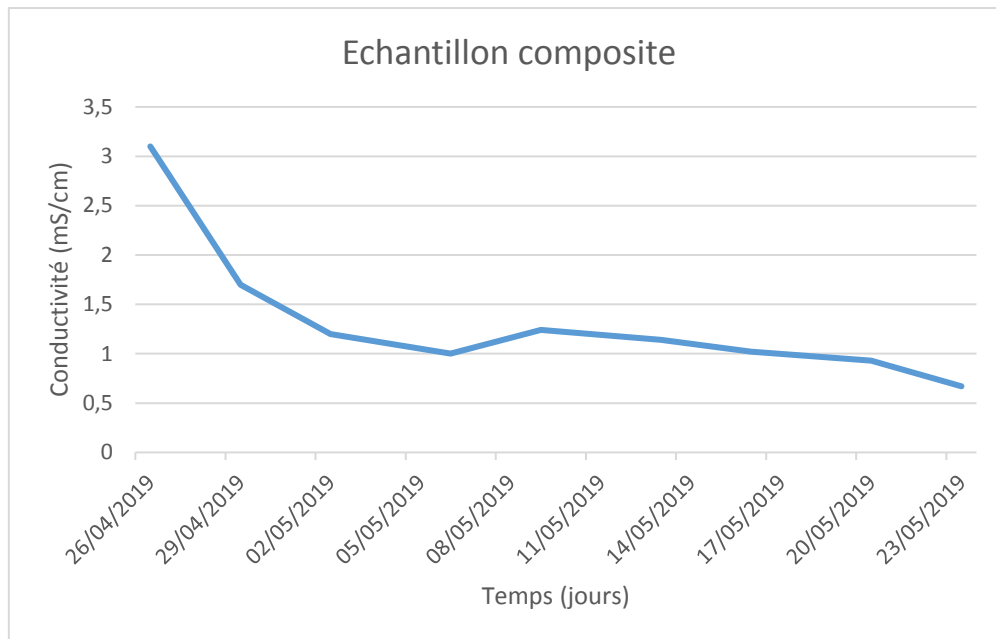
Les résultats enregistrés dans la cinquième semaine présentent des pH aussi acides que ceux observés dans les premières semaines à cause de l'absence des minéraux neutralisants tels que les carbonates.



# Chapitre 4 : Résultats et interprétations



## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

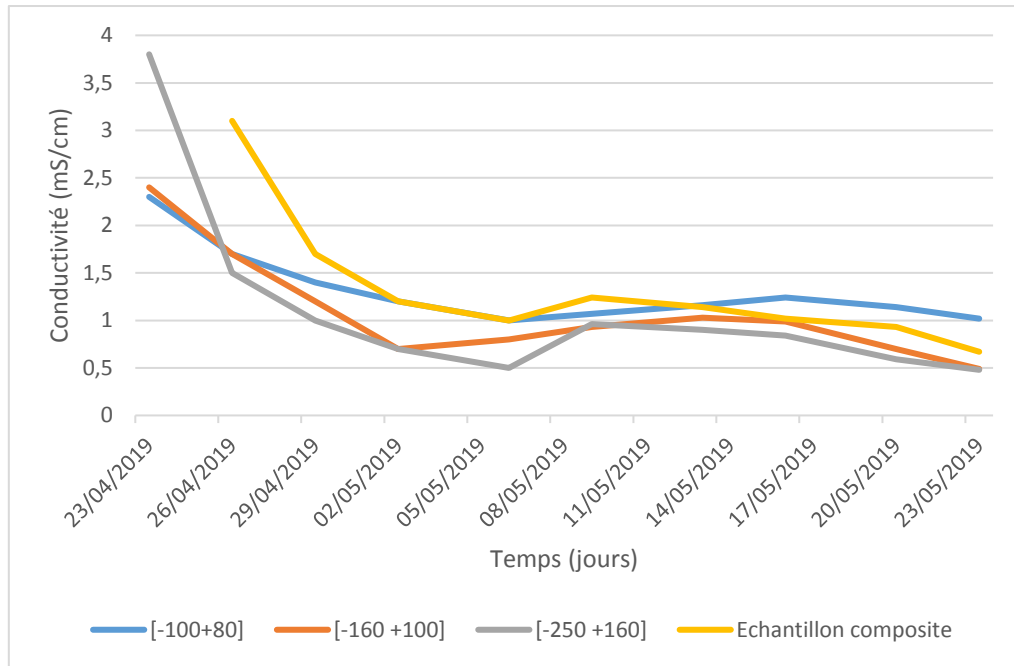


**Fig 4.10** Résultats de la conductivité dans les eaux issues des essais en mini-cellules d'altération

Les moyennes des conductivités électriques de l'ensemble des mini-cellules d'altération, exprimées en mS/cm, sont similaires pour l'ensemble des échantillons, sont de 0.48 mS/cm à 1.7 mS/cm à partir du deuxième rinçage. Les lixiviats de la classe (-250 +160 $\mu$ m) présentent les conductivités électriques les plus faibles (entre 1.5 et 0.48 mS/cm).

La Figure ci-dessous regroupe les résultats des analyses électrochimiques de conductivité effectuées sur les lixiviats.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.11** Variation de la conductivité dans les quatre classes

Les valeurs de conductivité mesurées dans les quatre lixiviats (de l'ordre de 1 mS/cm) indiquent la présence des ions chargés, notamment des ions métalliques. Ces valeurs traduisent les concentrations importantes des métaux dans les lixiviats qui sont proportionnelles aux quantités de solides dissous dans l'eau.

La diminution de la conductivité entre la première lixiviation et la quatrième (généralement) s'explique par la diminution des concentrations de certains éléments métalliques dans l'échantillon qui ont été lessivés en grandes quantités lors du premier rinçage.

La légère augmentation des conductivités après la deuxième semaine s'explique par la présence des éléments métalliques dont la dissolution était lente.

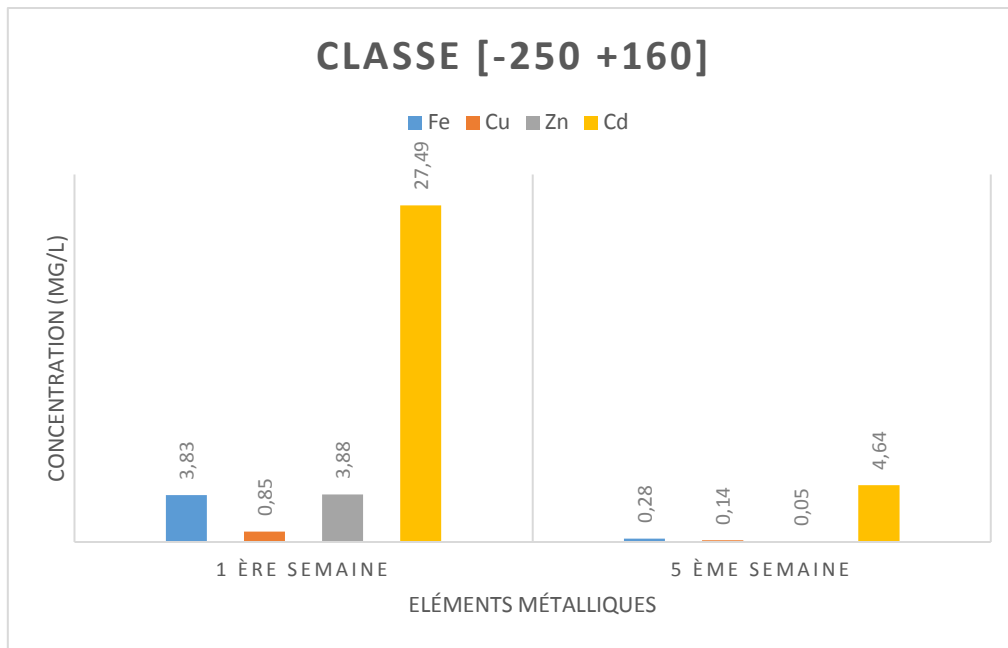
### Résultats des analyses chimiques des métaux

Les échantillons ont été analysés au niveau de l'AGENOR (L'Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux) par fluorescence aux rayons x type Niton XL2. Les quantités de métaux lixiviées par kilogramme de rejet à chaque étape sont présentées aux tableaux ci-après.

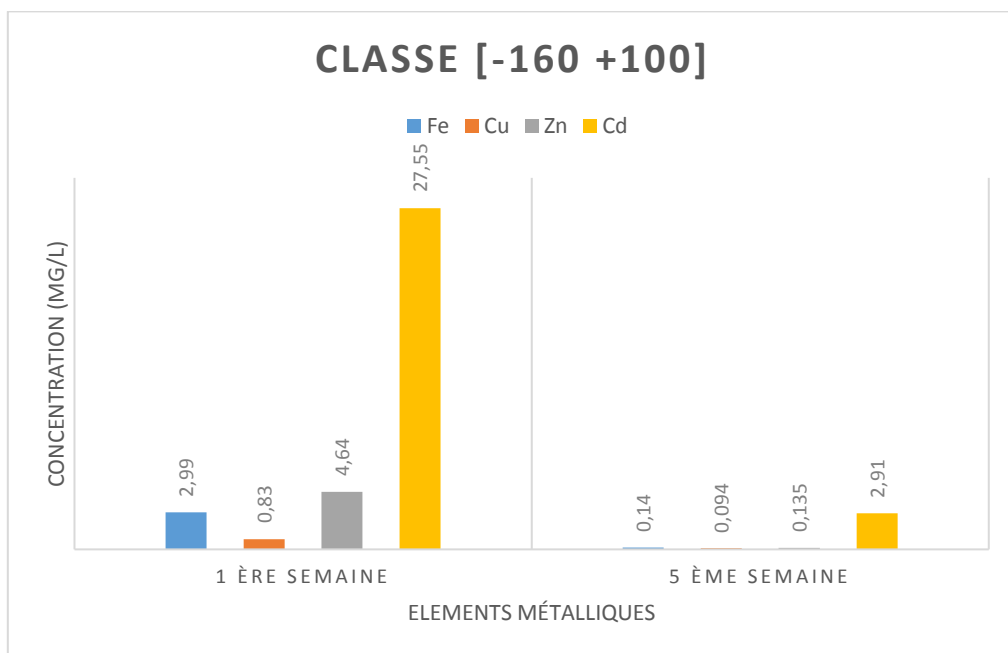
**Tableau 4.10** Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine en mg/l

Semaines	Première semaine				Cinquième semaine			
	[-250+160]	[-160+100]	[-100+80]	Echantillon composite	[-250+160]	[-160+100]	[-100+80]	Echantillon composite
Fe	3.830	2.992	3.140	5.03	0.276	0.140	0.200	0.218
Cd	27.497	27.552	13.72	47.53	4.642	2.912	4.161	4.44
Cu	0.8454	0.830	0.738	1.983	0.141	0.094	0.131	0.152
Zn	3.883	4.638	5.50	16.590	0.054	0.135	LOD	/

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

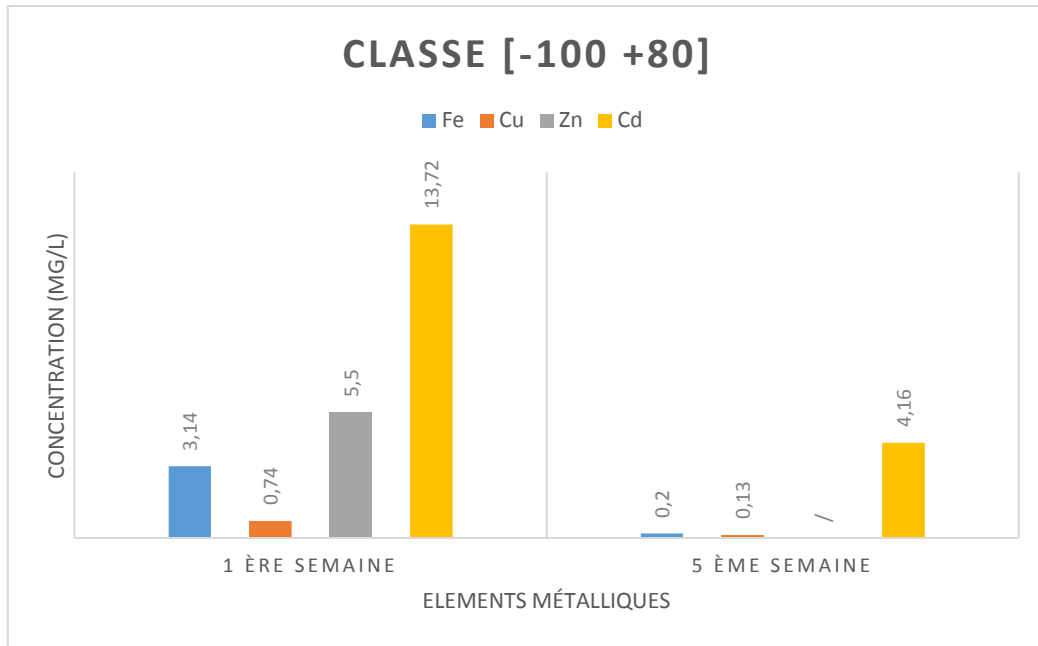


**Fig 4.12** Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-250 +160]

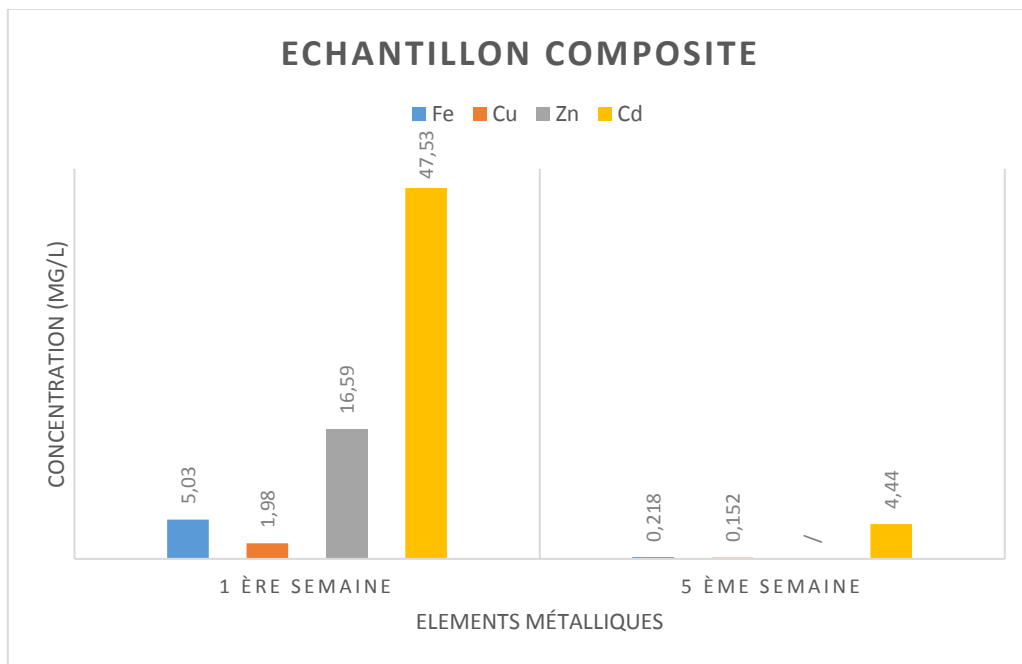


**Fig 4.13** Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-160 +100]

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.14** Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour la fraction [-100 +80]



**Fig 4.15** Concentrations des métaux dans les lixiviats de la première et la cinquième semaine pour l'échantillon composite

Nous remarquons que toutes les classes granulométriques donnent des teneurs très élevées en Cd qui peuvent atteindre 20 mg/l (pour les fractions [-250 +160], [-160 +100]) dans la première semaine, suivi par des teneurs importantes en Zn et Fe respectivement, à l'exception du Cu qui est présent en faible teneur. Ces teneurs indiquent une forte diminution dans la cinquième semaine.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

En comparant les teneurs en métaux dans les différentes fractions, on constate que l'échantillon composite présente les valeurs les plus élevées lors des deux premiers rinçages (première semaine).

De plus, nous remarquons durant la première semaine, les concentrations des deux métaux Cd et Cu diminuent en fonction de la diminution de la taille des grains, ils sont plus abondants dans les lixiviats issus de la fraction [-250 +160] que ceux issus de la fraction [-100 +80], contrairement au Zn qui est majoritaire dans le lixiviat de la fraction [-100 +80].

En ce qui concerne le fer, il ne présente aucun ordre de concentration, il est abondant dans le lixiviat qui correspond à la classe [-250 +160], puis il diminue dans celui des classes [-160 +100] et [-100 +80].

Dans la dernière semaine, les teneurs en métaux sont plus élevées dans les lixiviats de la fraction [-250 +160], et moins importantes dans ceux de la fraction [-160 +100], contrairement au Zn.

Toutefois, on constate que les teneurs élevées en métaux ont confirmé la mobilité des ETM (éléments traces métalliques) dans les résidus ce qui engendre la contamination de la zone de Sidi Kamber par ces métaux mais particulièrement le Cd qui est très toxique.

Aussi, nous remarquons que les valeurs mesurées pendant la première semaine d'essais dépassent largement les limites de rejets d'effluents liquides industriels tolérées par l'état algérien. (Décret exécutif n° 06-141 du 20 Rabie El Aouel 1427 correspondant au 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels).

Lors de la cinquième semaine, les concentrations des métaux diminuent à l'exception du cadmium (valeurs supérieures aux limites).

**Tableau 4.11** Comparaison entre les normes algériennes et les concentrations moyennes des métaux dans les lixiviats de la première semaine.

Eléments	Normes algériennes (mg/l)	Concentrations moyennes des métaux dans les lixiviats de la première semaine
Fe	3	3.75
Cu	0.5	1.1
Cd	0.2	29.07
Zn	3	7.65

### 4.6 Résultats des essais de l'extraction simple

On présente dans la partie suivante les caractéristiques des lixiviats récupérés des essais d'extraction simple. Plusieurs paramètres ont été étudié à savoir : la granulométrie, le type de réactifs chimiques et le rapport solide /liquide. Les tableaux ci-dessous résument les concentrations en métaux dans les lixiviats.



## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

**Tableau 4.12** Concentrations des métaux dans les lixiviats en mg/l

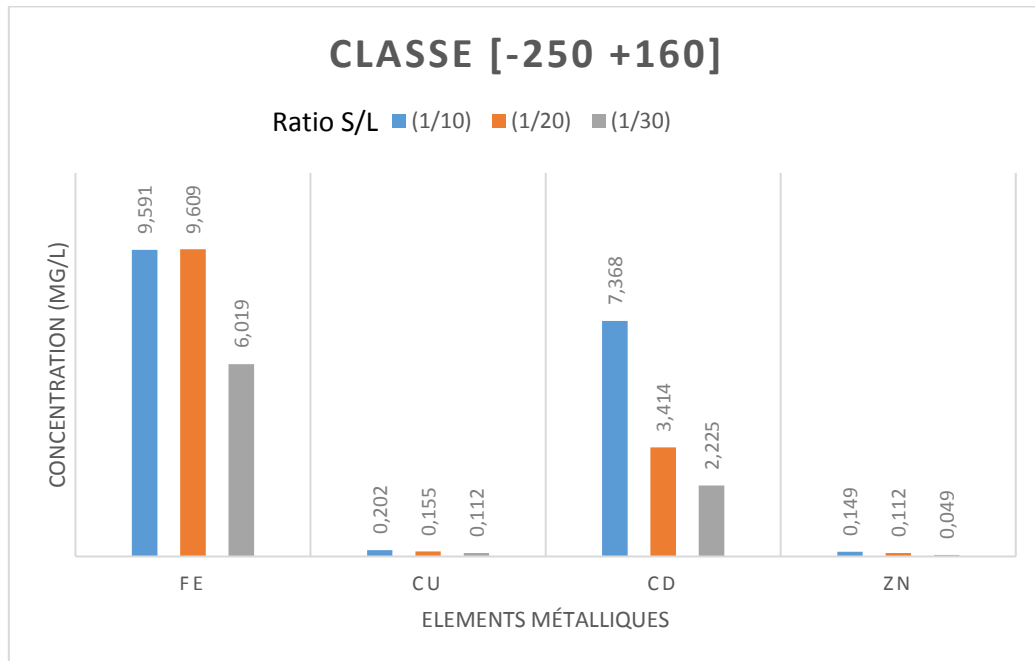
Type de réactif	Métaux	[-250 +160]			[-160 +100]			[-100 +80]		
FeSO <sub>4</sub>	Fe	1/10	1/20	1/30	1/10	1/20	1/30	1/10	1/20	1/30
		9.591	9.609	6.019	/	8.418	6.42	12.25	9.966	7.048
	Cu	0.202	0.155	0.112	0.197	0.155	0.112	0.221	0.193	0.141
	Cd	7.368	3.414	2.225	/	3.238	3.072	3.945	3.605	2.229
	Zn	0.149	0.112	0.049	/	0.092	0.052	0.335	0.165	0.053
CaCl <sub>2</sub>	Fe	0.800	0.21	0.176	1.431	0.366	0.582	0.782	0.383	/
	Cu	0.309	0.214	0.195	0.440	0.188	0.257	0.298	0.241	/
	Cd	10.805	5.9	9.216	17.94	6.885	7.768	10.37	6.76	/
	Zn	0.516	0.105	0.053	0.755	0.168	0.142	0.510	0.139	/
NaNO <sub>3</sub>	Fe	0.187	0.165	0.165	0.156	0.147	0.349	0.660	0.416	/
	Cu	0.176	0.144	0.162	0.244	0.200	0.163	0.379	0.229	0.192
	Cd	1.812	2.417	2.417	6.99	6.4	7.11	10.649	7.567	7.332
	Zn	0.097	0.097	0.098	0.312	0.294	0.123	0.513	0.208	0.118
EDTA	Fe	0.787	0.694	1.055	25.968	21.581	3.898	2.129	1.084	0.879
	Cu	0.276	0.269	0.276	1.385	1.090	0.241	0.379	0.276	0.257
	Cd	0.954	5.4	8.014	35.847	37.53	6.898	11.935	5.953	6.772
	Zn	0.700	0.175	0.131	2.005	1.302	0.186	0.751	0.224	0.167

### Interprétation des résultats

Les résultats des analyses des lixiviats échantillonnés lors des essais d'extraction sont présentés ici sous forme d'histogrammes. Les éléments métalliques suivants ont été analysés : Cd, Cu, Zn et Fe. Ces derniers sont présentés en milligrammes d'élément lixivié par un litre.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

### Résultats des concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO<sub>4</sub>

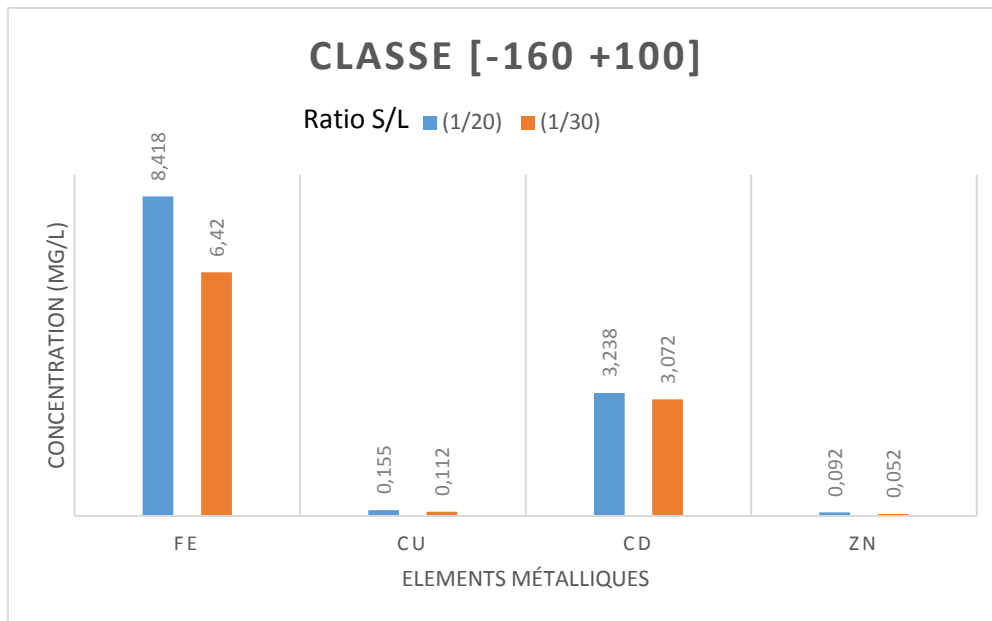


**Fig 4.16** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation FeSO<sub>4</sub> pour la fraction [-250 +160]

Les résultats des concentrations obtenus de la distribution des teneurs montrent que les échantillons de la classe (-250 +160  $\mu\text{m}$ ) présentent des quantités importantes en fer dont les teneurs peuvent atteindre 9.6 mg/l avec un rapport solide/liquide de 1/10. Cela est lié au type de réactif utilisé (FeSO<sub>4</sub>).

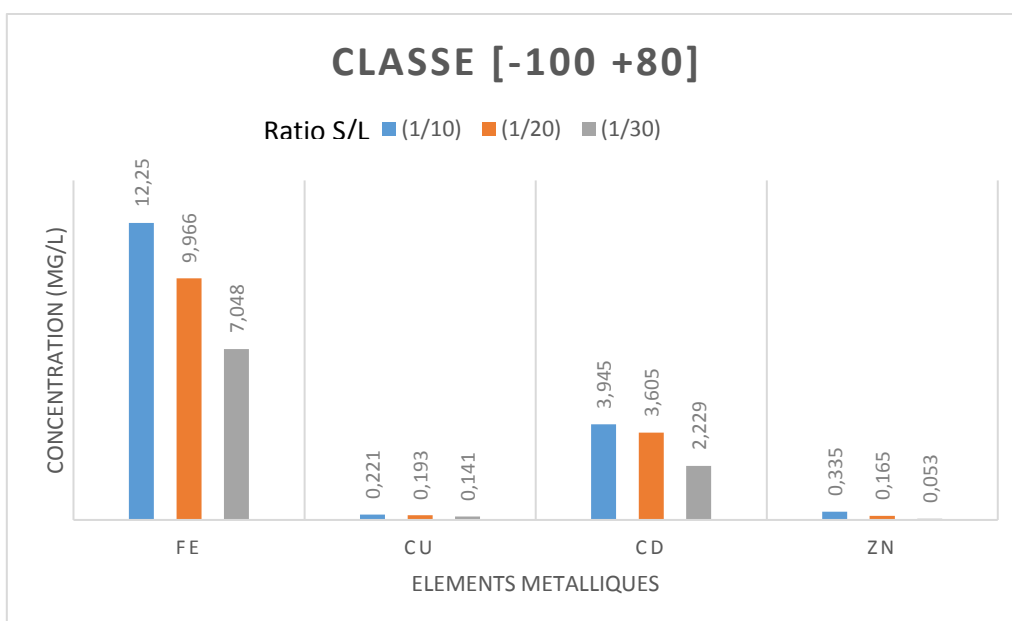
De plus, on constate que les teneurs en cadmium sont supérieures à celles des autres échantillons, elles varient entre 2.22 et 7.36 mg/l. Ceci était prévisible en raison de la forte solubilité du Cd en utilisant le sulfate ferrique comme agent d'extraction.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.17** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{FeSO}_4$  pour la fraction [-160 +100]

Pour la classe granulométrique (-160 +100 $\mu\text{m}$ ), nous remarquons que les valeurs de fer sont élevées par rapport aux autres éléments métalliques. Les teneurs en Zn et Cu présentent des valeurs faibles, elles ne dépassent pas 0.09 mg/l et 0.15 mg/l respectivement.



**Fig 4.18** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{FeSO}_4$  pour la fraction [-100 +80]

La répartition des teneurs en fer se trouvent en quantité importante dans les échantillons, avec une teneur égale à 12.2 mg/l pour l'échantillon dont le rapport solide/liquide est de 1/10. En revanche, les autres éléments (Cd, Zn et Cu) indiquent des quantités faibles (3.94 mg/l, 0.33 mg/l et 0.22 mg/l respectivement).

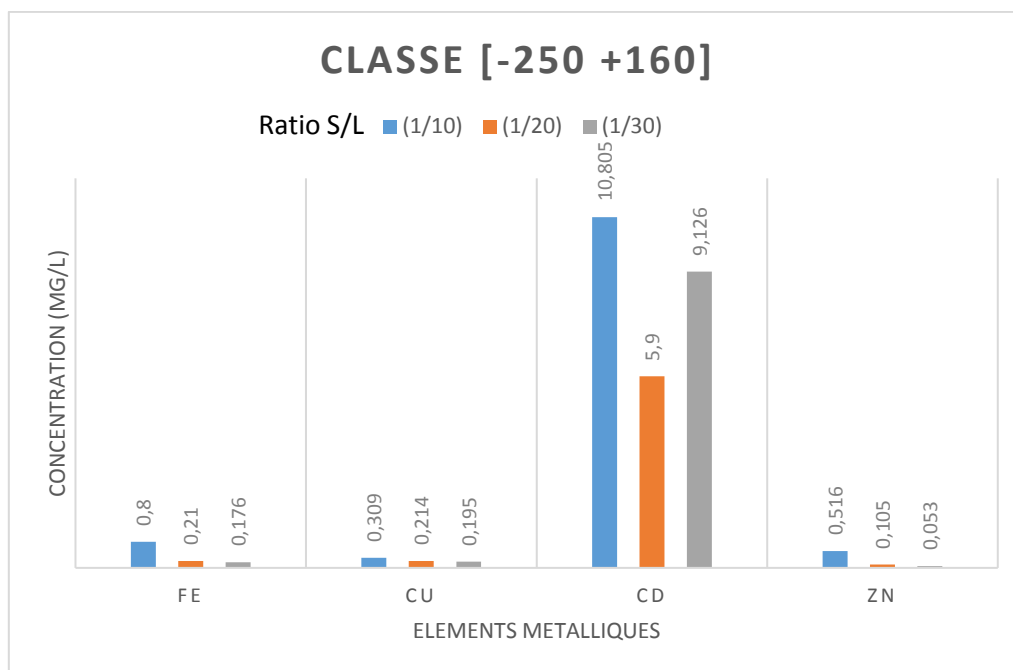
En comparant les résultats de toutes les classes granulométriques, nous constatons que les teneurs élevées en métaux sont marquées dans le ratio 1/10, ensuite elles diminuent en fonction

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

de l'augmentation du volume du réactif  $\text{FeSO}_4$ . Cela revient à une dilution de la solution d'extraction en augmentant le volume induisant à une diminution de la concentration des métaux dans les lixiviats.

On remarque aussi que la classe [-100 +80] révèle des concentrations élevées en (12.25 mg/l, 9.966 mg/l) tandis que la classe [-250 +160] présentent des teneurs élevées en Cd (7.368 mg/l). L'utilisation du  $\text{FeSO}_4$  comme agent d'extraction donne une bonne récupération de Fe et de Cd. Le Zinc et Cuivre sont présents en faibles teneurs.

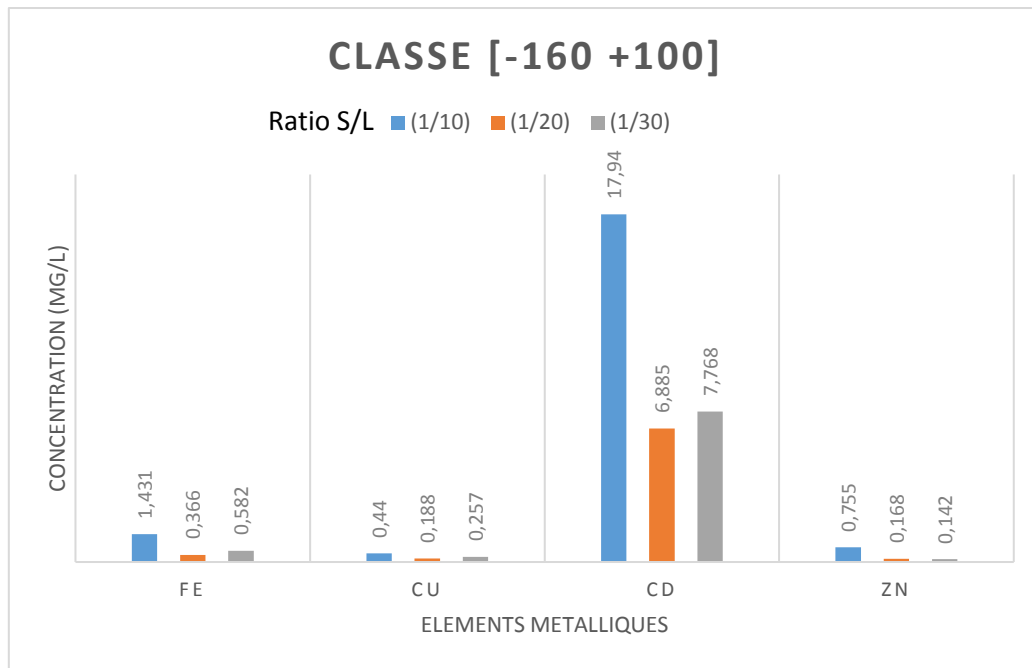
### Résultats des concentrations des métaux dans la solution de lixiviation $\text{CaCl}_2$



**Fig 4.19** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{CaCl}_2$  pour la fraction [-250 +160]

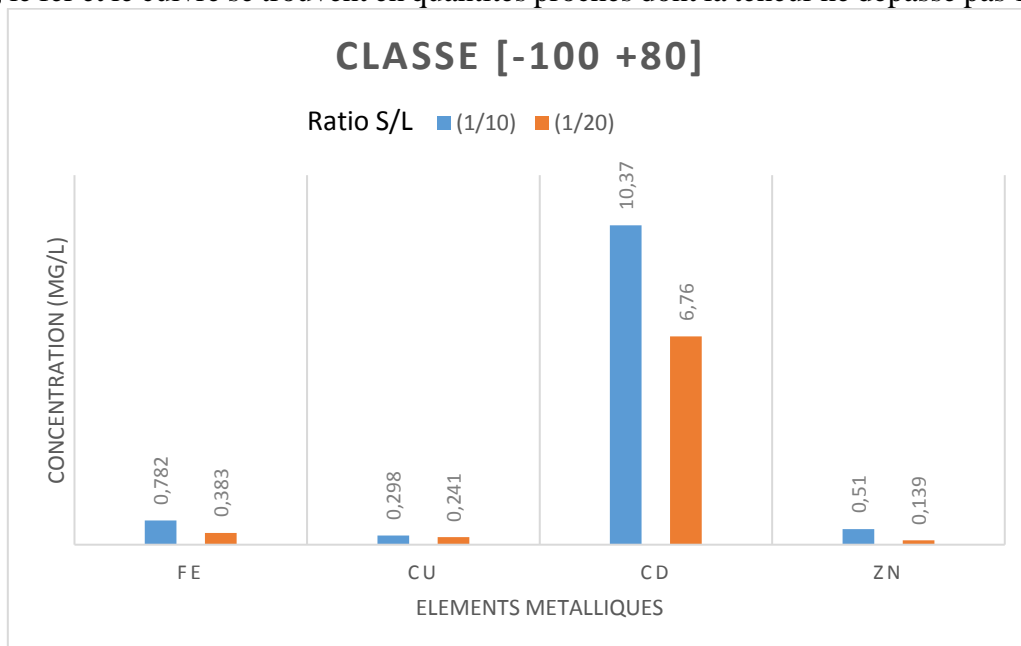
D'après les résultats enregistrés, nous constatons la présence du cadmium en quantités très élevées dans les échantillons tandis que les autres éléments métalliques présentent des teneurs faibles. Pour la classe (-250 +160  $\mu\text{m}$ ), la concentration en cadmium la plus élevée est égale à 10.8 mg/l.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.20** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{CaCl}_2$  pour la fraction [-160 +100]

En comparant les concentrations des quatre métaux (Fe, Cu, Cd et Zn) dans les lixiviats, nous remarquons que le cadmium présente des teneurs très élevées (17.9 mg/l pour un rapport de 1/10). Les teneurs en Fe, Cu et Zn sont très faibles. En outre, avec le rapport solide/liquide égal à 1/10, le fer et le cuivre se trouvent en quantités proches dont la teneur ne dépasse pas 1.5 mg/l.



**Fig 4.21** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{CaCl}_2$  pour la fraction [-100 +80]

La répartition des éléments métalliques dans les échantillons montre particulièrement des valeurs considérablement supérieures en cadmium avec des teneurs atteignant 10.37 mg/l. Les autres métaux Cu, Fe et Zn se trouvent en faibles quantités.

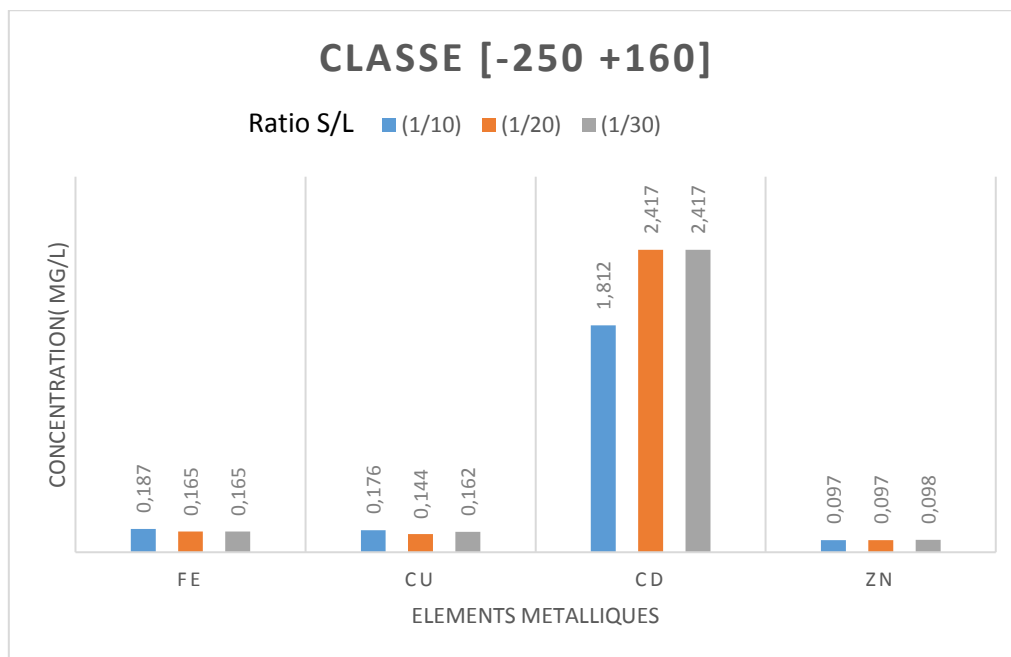
## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Dans le cas des métaux Fe, Cu, et Zn, on remarque que les concentrations diminuent lorsque le volume du réactif augmente, par contre dans le cas du Cd, les teneurs élevées sont enregistrées dans le ratio 1/10, suivi de 1/30.

Le passage des métaux en solution est plus important dans la fraction [-160 +100].

L'agent  $\text{CaCl}_2$  montre une bonne récupération du Cd dans toutes les fractions.

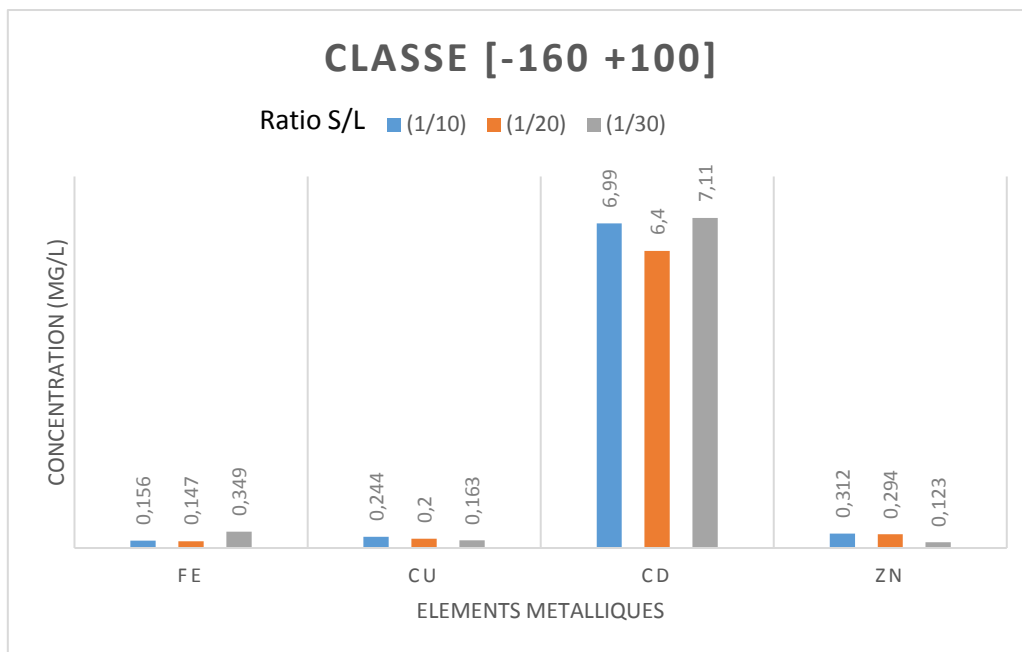
### Résultats des concentrations des métaux dans la solution de lixiviation $\text{NaNO}_3$



**Fig 4.22** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{NaNO}_3$  pour la fraction [-250 +160]

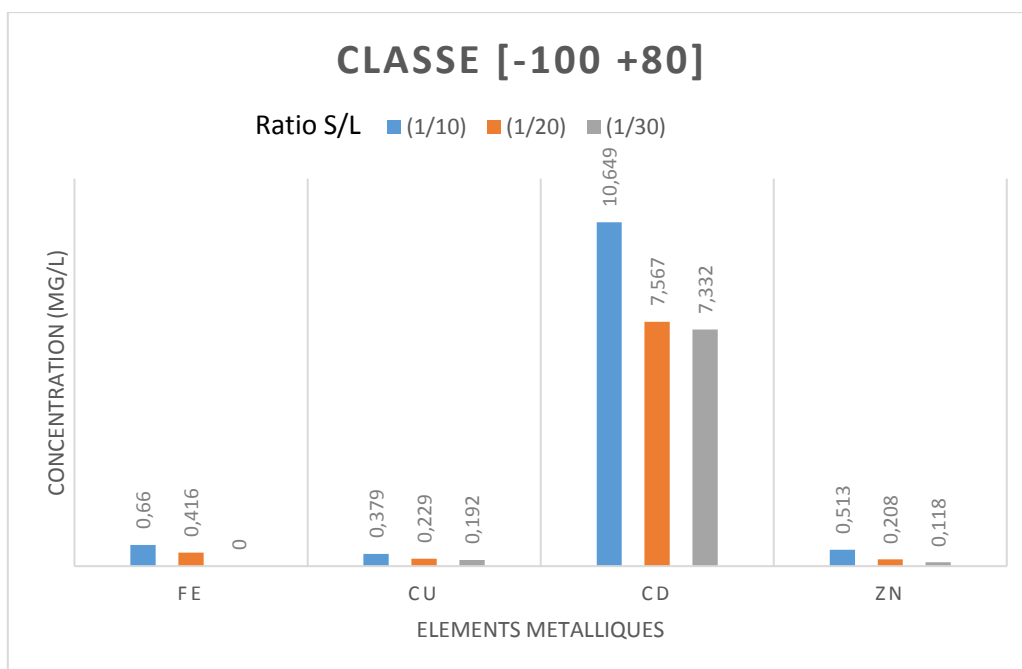
Les résultats enregistrés dans l'ensemble des échantillons montrent une distribution inégale des éléments métalliques (Fe, Cu, Cd et Zn). Les teneurs en cuivre et en fer indiquent des valeurs similaires ne dépassant pas 0.19 mg/l et cela quelque soit le rapport solide/liquide utilisé. Aussi, la teneur la plus élevée en cadmium est enregistrée avec le rapport solide/liquide 1/30.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.23** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{NaNO}_3$  pour la fraction [-160 +100]

La classe granulométrique (-160+100  $\mu\text{m}$ ) indique des concentrations en cadmium très élevées et peuvent atteindre 7 mg/l.



**Fig 4.24** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{NaNO}_3$  pour la fraction [-100 +80]

Nous constatons que dans les échantillons de lixiviation de la classe granulométrique (-100+80  $\mu\text{m}$ ), des teneurs élevées en cadmium sont enregistrées. Le fer, cuivre et zinc montrent des valeurs plus ou moins faibles.

Les concentrations des métaux diminuent en augmentant le volume de la solution d'extraction, contrairement au Cd qui montre une variation différente, il est en grande concentration dans la

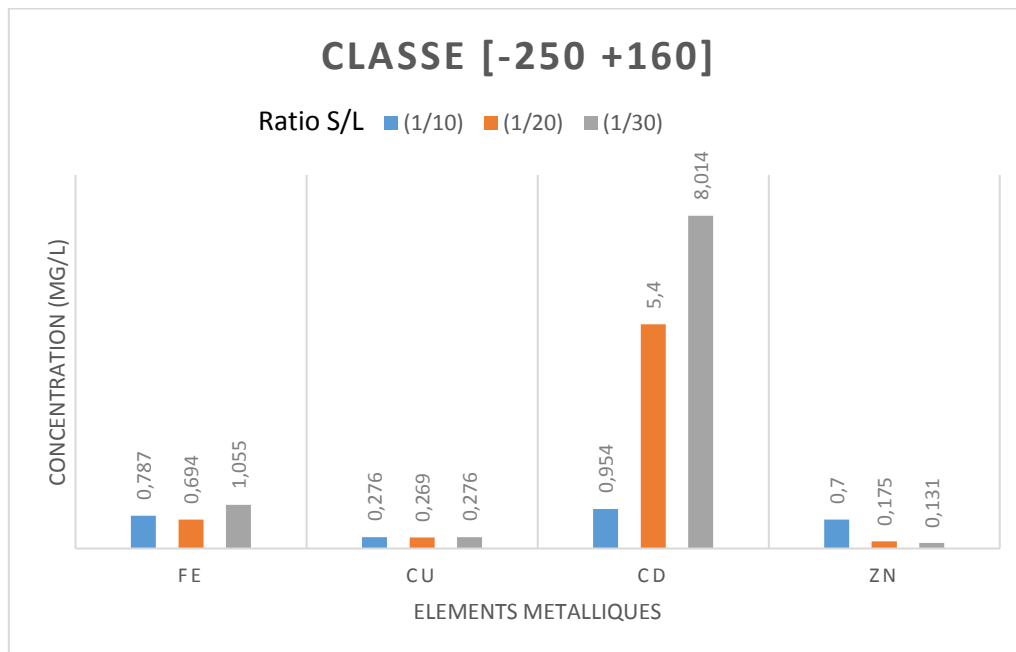
## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

solution ou le volume est de 30 ml dans les fractions  $[-250 +160]$  (2.42 mg/l) et  $[-160 +100]$  (7.11 mg/l).

Les teneurs les plus importantes sont enregistrées dans la classe  $[-100 +80]$ .

Le réactif  $\text{NaNO}_3$  a une grande capacité d'extraire le Cd dans toutes les fractions.

### Résultats des concentrations des métaux dans la solution de lixiviation d'EDTA :

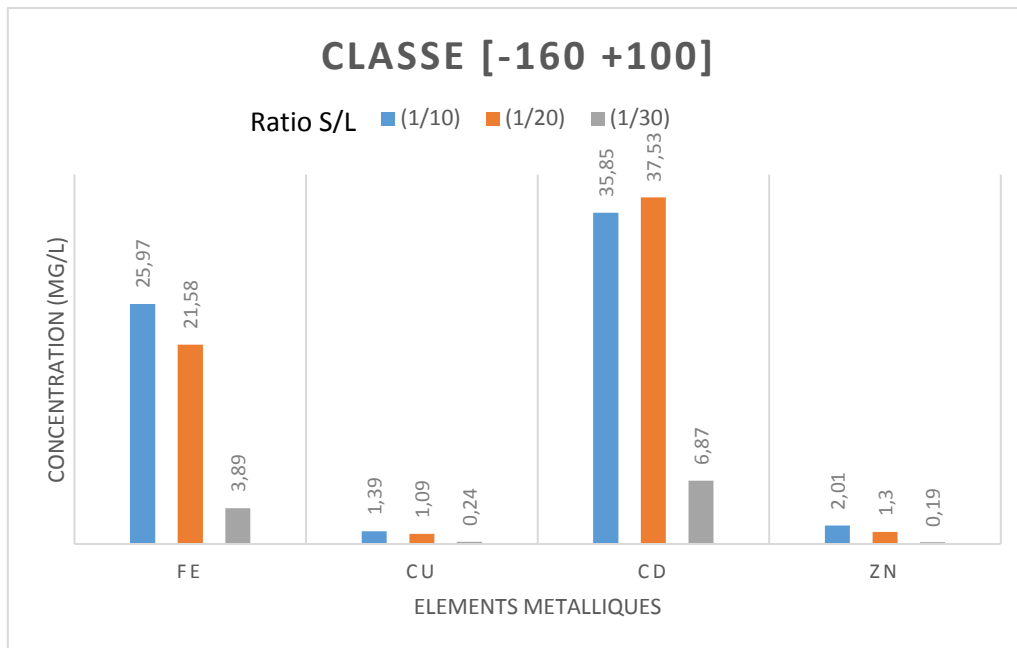


**Fig 4.25** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction  $[-250 +160]$

Les résultats obtenus montrent des teneurs en cadmium très élevées et nettement remarquables dont la teneur est 8.01 mg/l pour un rapport de 1/30, alors que les éléments métalliques Fe, Cu et Zn se distribuent dans les échantillons en quantités faibles.

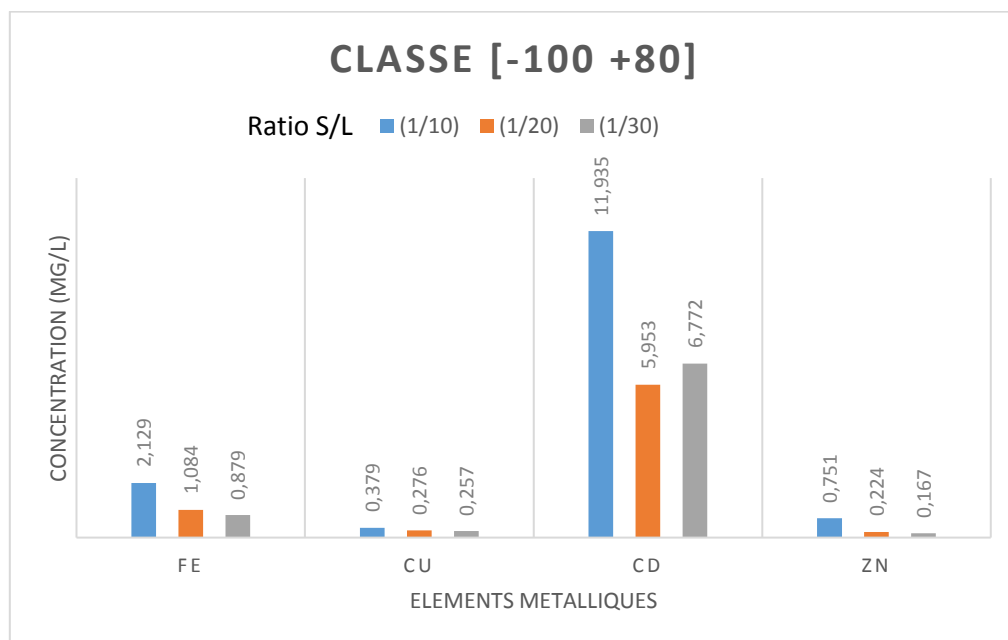


## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.26** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction [-160 +100]

Pour la classe granulométrique (-160 +100 $\mu$ m), nous remarquons que les valeurs de cadmium sont très élevées (37.5 mg/l environ) par rapport aux autres éléments métalliques. De plus, les teneurs en Fe présentent des valeurs importantes, elles dépassent 25 mg/l.



**Fig 4.27** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour la fraction [-100 +80]

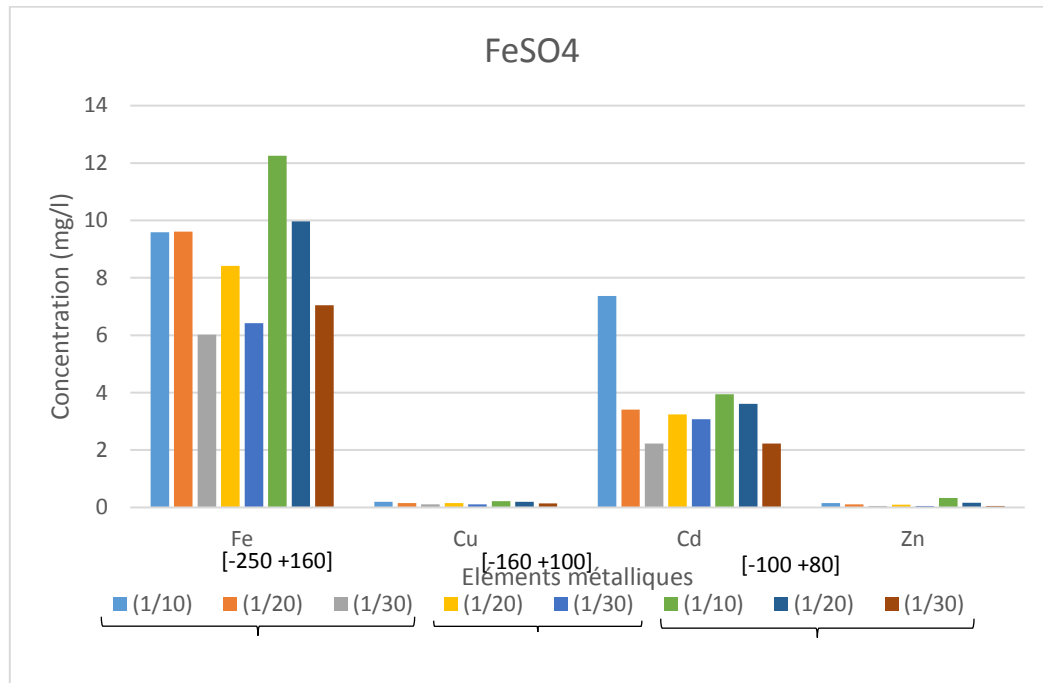
La répartition des éléments métalliques dans les échantillons montre particulièrement des valeurs considérablement en cadmium avec des teneurs atteignant 11.9 mg/l. Les autres métaux Cu, Fe et Zn se trouvent en faibles quantités.

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations

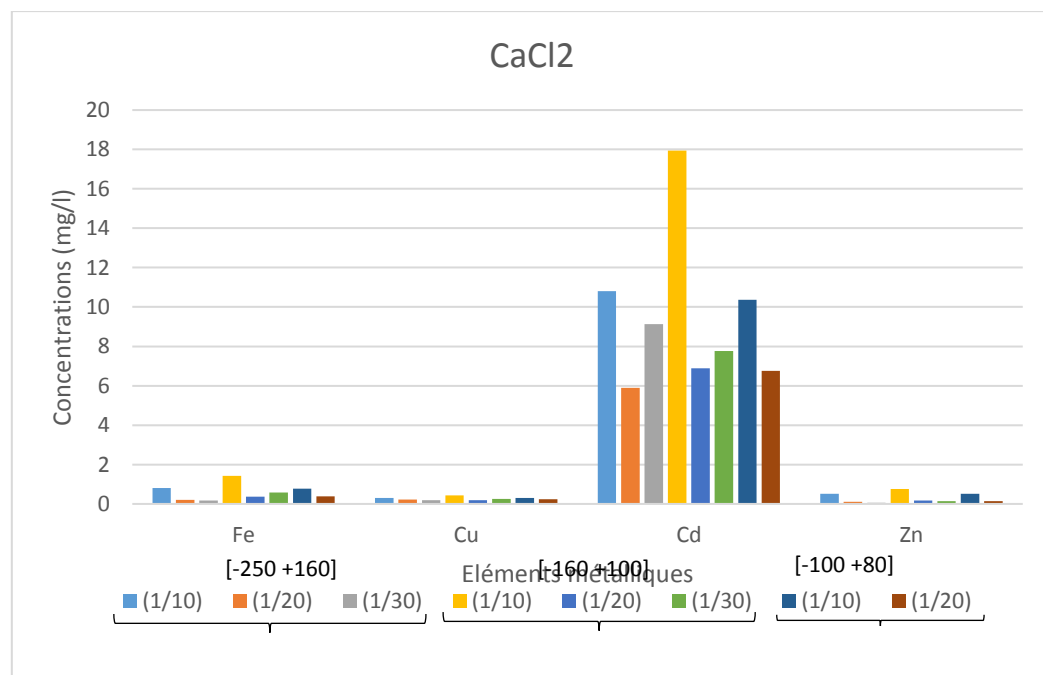
Les concentrations en métaux diminuent en fonction de l'augmentation du volume du réactif, à l'exception des concentrations du Cd dans les fractions [-250 +160] et [-100 +80] Et du Fe dans la fraction [-250 +160].

La classe [-160 +100] montre une meilleure récupération des métaux.

Comme dans les solutions de  $\text{CaCl}_2$  et  $\text{NaNO}_3$ , le Cd est le métal majoritaire. Le Fe est aussi présent en grandes concentrations dans la fraction [-160 +100].

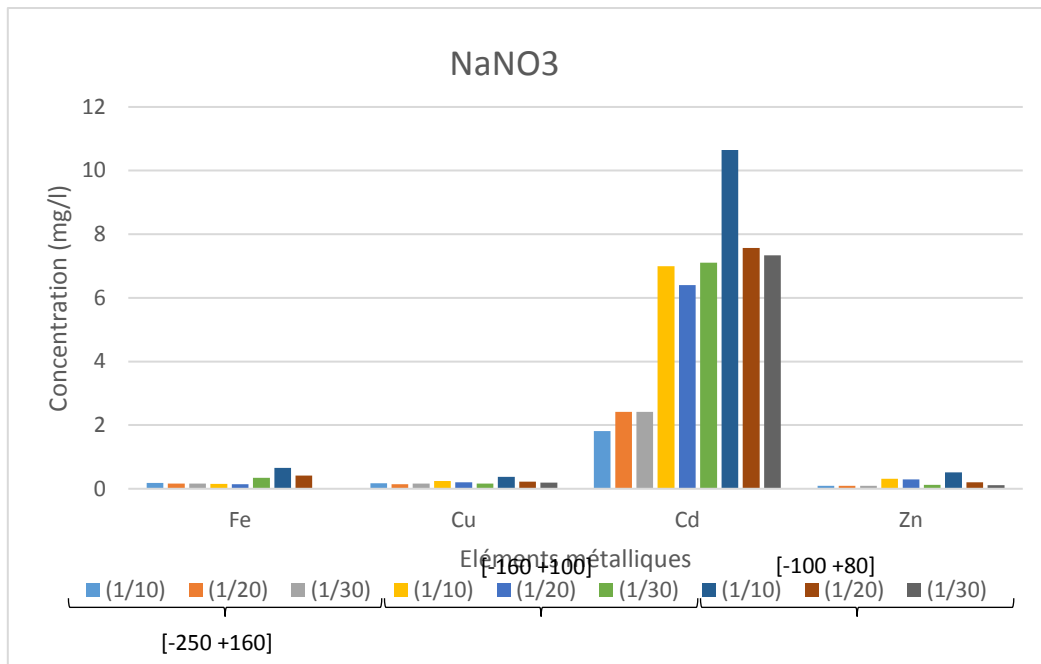


**Fig 4.28** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{FeSO}_4$  pour toutes les fractions et les ratios S/L

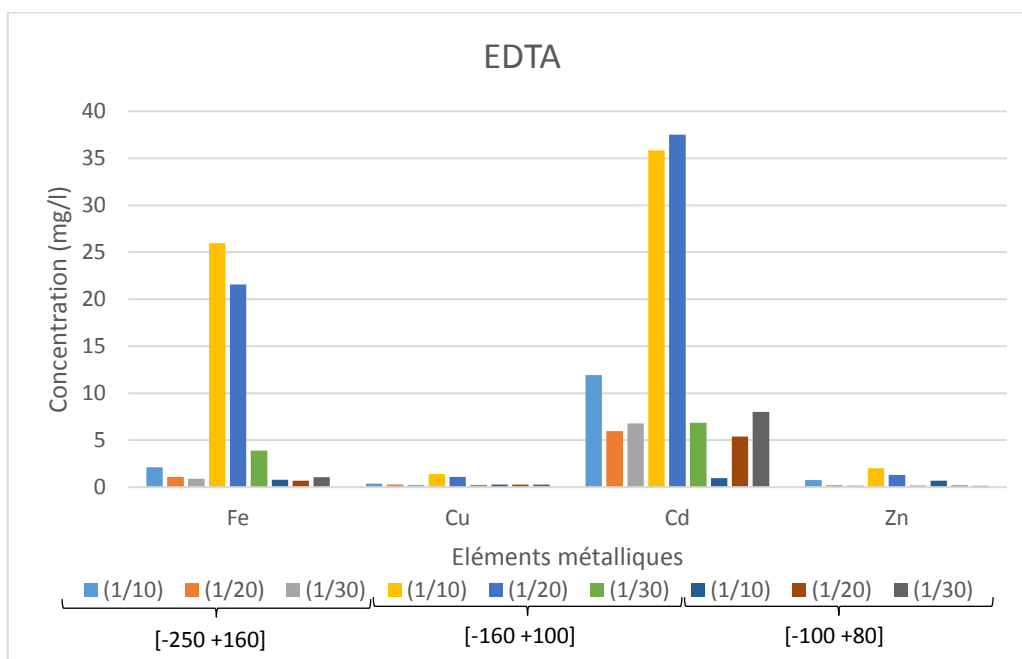


**Fig 4.29** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation  $\text{CaCl}_2$  pour toutes les fractions et les ratios S/L

## Chapitre 4 : Résultats et interprétations



**Fig 4.30** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation NaNO<sub>3</sub> pour toutes les fractions et les ratios S/L



**Fig 4.31** Concentrations des métaux dans la solution de lixiviation EDTA pour toutes les fractions et les ratios S/L

En comparant les concentrations des métaux dans les quatre réactifs, on peut constater que :

- L'EDTA est le meilleur réactif d'extraction pour les quatre métaux.
- Les concentrations les plus élevées ont été enregistrées avec le rapport 1/10 et cela quelque soit le réactif et la classe granulométrique.
- Les teneurs les plus importantes sont enregistrées dans la classe [-160 +100].

## Conclusion générale

Les objectifs de ce travail étaient : d'une part de contribuer à une meilleure compréhension du comportement géochimique des résidus de traitement de la mine abandonnée de Sidi Kamar. Ceci passe par une caractérisation physique, minéralogique et chimique.

Pour atteindre nos objectifs, nous avons préparé au laboratoire de Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique, les échantillons pour la caractérisation ainsi pour les essais statiques, de lixiviation en batch, en mini cellule d'altération et d'extraction simple.

En effet, dans l'étape de caractérisation, nous avons déterminé les propriétés physiques (densité, humidité, pH) et la composition chimique par fluorescence X.

L'étude granulométrique de l'échantillon, nous a permis de déterminer que la granulométrie des résidus est étalée et mal graduée.

En ce qui concerne les essais statiques de prédiction, l'essai du pouvoir neutralisant, nous a permis de déterminer que les résidus de la mine de Sidi Kamar sont générateurs d'acidité.

Pour les méthodes d'analyse utilisées sont principalement la fluorescence X et la spectrométrie d'Absorption Atomique SAA.

Les essais cinétiques en mini cellules, nous ont permis de constater que le pH de l'échantillon est acide (pH = 3 à 4) cela implique que les résidus de Sidi Kamar génèrent un drainage minier acide.

Les analyses chimiques par fluorescence X nous ont permis d'enregistrer des teneurs très élevées en Cd et en Fe. Ces résultats confirment que les résidus de Sidi Kamar ont un impact sur l'environnement par le relargage des Eléments Traces Métalliques tels que : le cadmium, le fer, le cuivre, le zinc..

La meilleure fraction pour l'extraction maximale des métaux est la fraction < 2 mm (échantillon composite).

Pour les essais de lixiviation en batch SPLP, TCLP et CTEU-9, les résultats ont montré de fortes concentrations en métaux (Fe, Cd, Cu, Zn). Ces concentrations sont dues à l'oxydation des sulfures et à la dissolution des hydroxydes de fer.

En utilisant quatre réactifs pour les essais d'extraction simple, nous avons constaté que l'EDTA, le ratio 1/10 et la classe [-160 +100] donnent les meilleurs résultats.

Au regard des résultats obtenus et en perspectives, il serait souhaitable de :

- réaliser les essais d'extraction séquentielle sur les matériaux post-démantèlement des mini-cellules d'altération et post-essais en batch. Le but est de caractériser les phases minérales lixiviées à chaque étape de l'essai avant et après la réalisation des différents essais.
- compléter cette étude par des analyses au microscope électronique à balayage afin de visualiser les différentes phases secondaires qui pourraient précipiter sous forme de jarosite et d'oxyde de fer

## Références bibliographiques

- 1-ADAM K., KOURTIS A., GAZEA B., KONTOPOULOS A. Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites. Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, section A, mining industry, 1997,106, A1-A8.
- 2-AL-ABED S.R., HAGEMAN P.L., JEGADEESAN G., MADHAVAN N., ALLEN D. Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. The Science of the total environment, 2006, 364(1-3), pp: 14-23.
- 3-AUBERTIN M., BUSSIÈRE B., CHAPUIS R. P. Hydraulic conductivity of homogenized tailings from hard rock mins. Canadian Geotechnical Journal, 1996, 33: pp : 470-482.
- 4-AUBERTIN M., BRUNO B., LOUIS B., ROBERT C., MICHEL J., RICHARD S., MAMERT M., BENZAAZOUA M., Li L. La gestion des rejets miniers dans un contexte de développement durable et de protection de l'environnement, 2002, s. d., 11.
- 5-BARRAUD S., EMMANUEL E., GERMAIN P., GRAILLOT D., MARTINS J., SZENKNECT S., WINIARSKI T. Impacts des eaux pluviales urbaines sur les eaux souterraines dans les pays en développement-Mécanismes de transfert des métaux lourds à travers un sol modèle de port au prince Haiti. 2010, 260
- 6-BASSOLE M.R. Pertinence des essais de lixiviation en batch dans la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers, 2016, s. d., 237.
- 7-BELEM T., BENZAAZOUA M., BUSSIÈRE B., DAGENAIS A.M. Effects of settlement and drainage on strength development within mine paste backfill. Tailings and Mine Waste, Fort Collins, Colorado, Balkema : Rotterdam, 2002, pp: 139-148.
- 8-BENZAAZOUA M., BUSSIER B., DAGENAIS A.M. Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. In: Tailings and Mine Waste 01. Fort Collins, Colorado. Balkema Ed., Rotterdam, 2001, pp : 263-272
- 9-BENZAAZOUA M., BUSSIERE B., DAGENAIS A.M., ARCHAMBAULT M. Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. Environmental Geology 46(8), 2004. pp : 1086-1101
- 10-BERNIER L., LI M., MORMAN A. Effects of tailings and binder geochemistry on the physical strength of paste backfill. Proceedings of Sudbury'99, Mining and the Environment, 1999, pp: 1113-1122.
- 11-BLANCHARD C. Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les sols pollués, 2000, 241 p.
- 12-BLOWES D.W., REARDON E.J., JAMBOR J.L., CHERRY J.A. The formation and potential importance of cemented layers in inactive sulfide mine tailings. Geochimica et Cosmochimica Acta, 1991,55: pp: 965-978,
- 13-BLOWES D.W., PTACEK C.J., JAMBOR J.L ., WEISNER C.G. The geochemistry of acid mine drainage, 149-204. In: Environmental Geochemistry (ed B.S. Lollar) Vol 9. Treatise on Geochemistry (eds. H.D. Holland and K.K. Turekian), Elsevier-Pergamon, Oxford, 2003.
- 14-BOURG A. C. M. Metal in aquatic and terrestrial systems : Sorption, Speciation and Mobilization. In: Salmons W., Forstener U. Chemistry and biology of solid waste. New York, NY, 1988, pp : 4-31.
- 15-BOUZAHZAH H. Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable et sécuritaire du drainage minier acide. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), 2013, 274 p.
- 16-BOUZAHZAH H., BENZAAZOUA M., BUSSIÈRE B. 2013a. Acid-generating potential calculation using mineralogical static test: modification of the Paktunc equation. 23rd World mining Congress, Held in conjunction with ISARC 2013. Track: Tailings, Water & Mine Site Rehabilitation. Montreal, Quebec, Canada. August ,2013,pp : 11-15.

- 17-BOUZAHZAH H., BENZAAZOUA M., BUSSIÈRE B.** 2013b. Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests Mine Water and the Environment. *Mine Water and the Environment*, 28 June 2013.
- 18-BOUZAHZAH H., BENZAAZOUA M., BUSSIERE B., BENOIT P.** Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. *Déchets, sciences et techniques*, no 66, 2014.
- 19-BRGM.** Les résidus miniers français : Typologie et principaux impacts, 1997.
- 20-BRUNET J.F., Coste B.** Bibliographie préliminaire à la gestion de drainage minier acide de Rosia Poieni (Roumanie), 2000.
- 21-BUSSIÈRE B., AUBERTIN M., MBONIMPA M., MOLSON J.W., CHAPUIS R.P.** Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical Journal*, 2007, 44(3), pp : 245–265.  
Rapport BRGM/50626 - FR, 116p.
- 22-BUSSIERE B., AUBERTIN M., ZAGURY G J., POTVIN R.** Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées », s. d., 30. environnements potentiels. Rap. R 39503 , 83p., 14fig. , 10 tab. , 1 ann
- 23-CHAIGNON V.,** Biodisponibilité du cuivre dans la rhizosphère de différentes plantes cultivées. Cas de sols viticoles contaminés par des fongicides. Thèse de Doctorat. Marseille: Université d'Aix- Marseille, 2001, 183 p.
- 24-CHANG E E., CHIANG PC., LU P H., KO Y W.** Comparisons of metal leachability for various wastes by extraction and leaching methods. *Chemosphere*, 2001, 45(1), 91-99. Tiré de <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11572596>
- 25-CHATAIN V.,** Caractérisation de la mobilisation potentielle de l'arsenic et d'autres constituants inorganiques présents dans les sols issus d'un site minier aurifère. Thèse de Doctorat. Lyon: INSA de Lyon, 2004, 189 p.
- 26-COLLON P.** Evolution de la qualité de l'eau dans les mines abandonnées du bassin ferrifère lorrain. De l'expérimentation en laboratoire à la modélisation *in situ*, Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Lorraine, 2003, 247 p.
- 27-CRUZ R., BERTRAND V., MONROY M., GONZALEZ, I.** Effect of sulphide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multitool approach. *Applied Geochemistry* (16), 2001, pp : 803-819.
- 28-EDWARDS H, JAMIESON H.E, LOTTERMOSER B.G.** Mine waste: past, present, future, 2011.
- 29-EVANS L.J.** Chemistry of metal retention by soils. *Environmental Science and Technology*, 1989, vol. 23, n° 9, pp: 1046-1056.
- 30-FÄLLMAN A.M., Aurell B.** Leaching tests for environmental assessment of inorganic substances in wastes , Sweden, 1996, 178 p.
- 31-FROSTAD S.R., PRICE W.A., BENT H.** Operational NP determination accounting for iron manganese carbonates and developing a site-specific fizz rating. In: Spiers, G., Beckett, P., Conroy, H. (Eds.), *Mining and the environment*, Sudbury. Laurentian University, Sudbury, Ontario, 2003, pp : 231–237.
- 32-GRAY N.F.** Environmental Impact and Remediation of Acid Mine Drainage: A Management Problem. *Environmental Geology* 30, no 1-2, 24 mars 1997, 62-7.
- 33-HLAVACKOVA P.,** Evaluation du comportement du cuivre et du zinc dans une matrice de type sol à l'aide de différentes méthodologies. Thèse de Doctorat. Lyon: INSA de Lyon, 2005, 207 p.
- 34-ILDEFONSE P., JUILLOT G.M., CALAS G., BUATIER M., BENEDETTI M., DUMAT C., CHEVALLIER P., POPULUS P., BROWN G.E.J., TRAINOR T., OSTERGREN J.** Approche intégrée de la spéciation des métaux dans les sols. In : *Spéciation des métaux dans le sol, Chap II - Les méthodes*. Association ECRIN. Paris, 1999.

- 35-ISAAD M., BOUTALEB A., KOLLI O., EDAHBI M., BENZAAZOUA M., HAKKOU R.** Environmental characterization of mine waste at the Pb–Zn Sidi Kamber abandoned mine (NE Algeria), 2019.
- 36-JAMBOR J.L., DUTRIZAC J.E., RAUDSEPP M., GROAT L.A.** Effect of Peroxide on Neutralization-Potential Values of Siderite and Other Carbonate Minerals. *Journal of Environmental Quality*. 32, 2003, pp : 2373–2378.
- 37-JANUSA M.A., BOURGEOIS J.C., HEARD G.E., KLIEBERT N.M., LANDRY A.A.** Effects of Particle Size and Contact Time on the Reliability of Toxicity Characteristic Leaching Procedure for Solidified/Stabilized Waste. *Microchemical Journal*, 1998, 59(2), pp: 326-332.
- 38-KIM A.G.** Leaching methods applied to the characterization of coal utilization by products, 2003, pp: 89-96.
- 39-KLEINMANN R.L.P., CRERAR D.A., PACELLIL R.R.** Biogeochemistry of acid mine drainage and a method to control acid formation. *Mining Engineering*, 1981, pp: 300-304.
- 40-KWONG Y.T.J.** Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective. MEND Report 1.32.1, CANMET, Ottawa), 1993, 47 p.
- 41-LAPAKKO K.** Evaluation of neutralization potential determination for metal waste and a proposed alternative. Conférence présentée à l'International Land Reclamation and Mine Drainage Conference and 3rd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburgh, 1, 1994, pp : 129-137
- 42-LAWRENCE R.W., SCHESKE M.** A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology*. (Berlin) 32, 1997, pp : 100-106.
- 43-LAWRENCE R.W., WANG Y.** Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage, 1997, pp: 451-464. In Proc. 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, Canada. 31 May-6 June 1997. Vol. 1. pp.449-464, Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON.
- 44-LAWRENCE R.W., SCHESKE, M.** A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology*, 32, 1997, pp: 100-106.
- 45-LI M.G.** Neutralization Potential Versus Observed Mineral Dissolution in Humidity Cell Tests for Louvicourt Tailings. Communication présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, Canada, 1997.
- 46-MARCUS J.J.** Mining Environmental Handbook : Effect of Mining on the Environment and American Environmental Controls on Mining. Imperial College Press. DOWN, C.G. et STOCKS, J. Environmental Impact of Mining. John Wiley & Sons, New York – Toronto, 1997.
- 47-MELANSON M.** Analyse d'un système de traitement passif pour le site de la mine Eustis ; centre universitaire de formation en environnement, université de Sherbrooke, Québec, Canada, 2006, 69 p.
- 48-MEND.** MEND report 1.20.1. Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geologic materials. By Price, W.A. CANMET, Natural resources Canada, Canada, 2009.
- 49-MEND.** Review of Water Quality Issues in Neutral pH Drainage: Examples and Emerging Priorities for the Mining Industry in Canada. Report 10.1. Ottawa, Canada, 2004.
- 50-MERCHICHI A.** Etude géochimique et traitement des rejets de la digue provenant de la mine de kherzet Youcef et chaabet el Hamra, Décembre 2013.
- 51-MILLER S.D., JEFFERY J.J., WONG J.W.C.** Use and misuse of the acidbase account for AMD prediction. 2ème Conférence Internationale sur la Réduction des Eaux de Drainage Acides, Montréal. Tome II, 1991, pp : 491-506
- 52-MORIN K.A., HUTT N.M.** Observed Preferential Depletion of Neutralization Potential Over Sulfide Minerals in Kinetic Tests: Site-Specific Criteria for Safe NP/AP ratios, presented at the international and Land Reclamation and Mine Drainage Conference and

- the 3rd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburg, USA, 1994, pp : 148-156
- 53-MORIN K. A., HUTT N.M.** Environmental Geochemistry of Minesite Drainage. Practical Theory and Case Studies. MDAG Publishing, Vancouver, Canada, 1997.
- 54-NICHOLSON R.** Overview of near neutral pH drainage and its mitigation: results of a Mend study. Communication présentée à MEND Ontario workshop, Sudbury, Canada, 2004.
- 55-NORDSTROM D. K.** Advances in the Hydrogeochemistry and Microbiology of Acid Mine Waters. International Geology Review, 2000, Vol.42, pp : 499-515.
- 56-PLANTE B.** Comparaison des essais statiques et évaluation de l'effet de l'altération pour des rejets de concentrateur à faible potentiel de génération d'acide. Mémoire de maîtrise inédit en sciences appliquées (Génie minéral) Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada, 2004.
- 57-PAKTUNC A.** Characterization of mine wastes for prediction of acid mine drainage, 1999, pp: 19-40. In J.M. Azcue (ed.) Environmental impacts of mining activities. Springer-Verlag, New York.
- 58-PARDO M. T., GUADALIX M. E.** Zinc sorption-desorption by two Andepts: effect of pH and support medium European Journal of Soil Science 1996, Vol. 47, pp: 257-263.
- 59-PÉPIN G.** Évaluation du comportement géochimique des stériles potentiellement générateurs de drainage neutre contaminé à l'aide de cellules expérimentales in situ. Mémoire de Maîtrise inédit, Génie minéral, Université de Montréal, Québec, Canada, 2009.
- 60-PITTER P.** Hydrogéochimie. 3e édition. VSCHT, 1999, 568 p.
- 61-PLANTE B.** Evaluation des principaux facteurs d'influence sur la prédiction du drainage neutre contaminé. Thèse de doctorat inédite, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada, 2010.
- 62-PLANTE B., BUSSIÈRE B., BENZAAZOUA M.** Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. Journal of Geochemical Exploration, March 2012, Vol. 114, pp : 57-69
- 63-PRICE W. A., MORIN K., HUTT N.** Guidelines for the Prediction of Acid Rock Drainage and Metal Leaching for Mines in British-Columbia: Part II - Recommended Procedures for Static and Kinetic Testing. Conférence présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, BC. liquid-to-solid ratio. The Science of the total environment, 1997, 472C, pp: 620-629.  
Rapport BRGM/50626 - FR. 116 p.
- 64-REID C., BÉCAERT V., AUBERTIN M., Rosenbaum RK., Deschênes L.** Life cycle assessment of mine tailings management in Canada , 2009.
- 65-REMON E.** Tolérance et accumulation des métaux lourds par la végétation spontanée des friches métallurgiques : vers de nouvelles méthodes de bio-dépollution. Thèse de Doctorat. Saint- Etienne: Université Jean Monnet, 2006, 166 p.
- 66-RIPLEY E.A., REDMANN R.E., Crowder A.A.** Environmental Effects of Mining, St. Lucie Press, Delray Beach, Florida, 1996.
- 67-RITCEY G.M.** Tailings Management, Problems and Solutions in the Mining Industries. Elsevier, New York, NY, USA, 1989.
- SIGG L., BEHRA P., STUMM W.** Chimie des milieux aquatiques - Chimie des eaux naturelles et des interfaces dans l'environnement. 3ème Edition, Paris, Dunod, 2000, 567 p.
- 68-SINGER P.C., STUMM, W.** Acidic mine drainage : the rate-determining step. Science, 1970, 167, p: 1121-1123.
- 69-SKOUSEN J., RENTON J., BROWN H., EVANS P., LEAVITT B., BRADY K., COHEN L., ZIEMKIEWICZ P.** Neutralization potential of overburden samples containing siderite. Journal of Environmental Quality, 1997. 26: pp : 673-681.



- 70-SOBEK A.A., SCHULLER W.A., FREEMAN J.R., SMITH R.M.** Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78- 054. U.S. Gov. Print. Office, Washington, DC, 1978.
- 71-SPOSITO G.** The chemistry of soils. Oxford University Press, USA, 1989, 304 p.
- 72-SRK (Steffen, Robertson and Kirsten).** Draft Acid Rock Technical Guide. BC AMD Task Force, 1989, Vol. 1.
- 73-STIERNSTRÖM S., ENELL A., Wik O., HEMSTRÖM K., BREITHOLTZ M.** Influence of leaching conditions for ecotoxicological classification of ash. Waste management (New York, N.Y.), 2013.
- 74-TABELIN C. B., HASHIMOTO A., IGARASHI T., YONEDA T.** Leaching of boron, arsenic and selenium from sedimentary rocks, 2013.
- 75-VILLENEUVE M.** Evaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîtrise en sciences appliquées (Génie minéral), Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada, 2004.
- 76-VILLENEUVE M., BUSSIÈRE B., BENZAAZOUA M., AUBERTIN M.** Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. Conférence présentée à la 8e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Skellefteå, Sweden, June 23-26, 2009.
- Washington State Department of Ecology, W. An Assessment of Laboratory Leaching Tests for Predicting the Impacts of Fill Material on Ground Water and Surface Water Quality. -- A Report to the Legislature--(03), 2003.
- Yong R. N., Mohamed A. M. O., Warkentin B. P. Principles of contaminant in soils. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1992, 327 p.

[1]"<https://btsgeologieapp.files.wordpress.com/2016/03/drainage-minier-acide.pdf>" consulté le 27/04/2019

[2]"<http://www.collectionscanada.gc.ca/obj/s4/f2/dsk3/ftp04/MQ60620.pdf>" consulté le 27/04/2019

[3]"[https://www.usherbrooke.ca/environnement/fileadmin/sites/environnement/documents/Essais\\_2014/Pelletier-Allard\\_R\\_\\_2014-07-11\\_.pdf](https://www.usherbrooke.ca/environnement/fileadmin/sites/environnement/documents/Essais_2014/Pelletier-Allard_R__2014-07-11_.pdf)" consulté le 27/04/2019