

Université du Québec
Institut National de la Recherche Scientifique
Centre Eau Terre Environnement

**Optimisation des procédés minéralurgiques de traitement des sols contaminés
par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques et établissement
de modèles et d'outils de prédiction du rendement**

Par
Ikbel Mouedhen

Thèse présentée pour l'obtention du grade de *Philosophiae doctor (Ph.D.)*
en sciences de la terre

Jury d'évaluation

Président du jury et examineur interne	Monsieur Mario Bergeron INRS-ETE, Université du Québec
Examineur externe	Monsieur Jean-Sébastien Dubé École de Technologie Supérieur ETS
Examineur externe	Monsieur Gérald J. Zagury Polytechnique Montréal
Directeur de recherche	Monsieur Guy Mercier INRS-ETE
Codirecteur de recherche	Monsieur Jean-François Blais INRS-ETE
Codirecteur de recherche	Madame Lucie Coudert UQAT-IRME

REMERCIEMENTS

C'est aussi bien un plaisir qu'un devoir d'exprimer mes remerciements les plus respectueux à tous ceux qui ont contribué à ma formation académique dans le domaine de la recherche.

Ce projet de recherche intitulé “**Optimisation des procédés minéralurgiques de traitement des sols contaminés par des cendres d’incinération et des résidus métallurgiques et établissement de modèles et d’outils de prédiction du rendement**” a été accompli au sein de l'**Institut National de la Recherche Scientifique – Département Eau, Terre et Environnement (INRS-ETE)**, sous la supervision des professeurs chercheurs, **Mr. Guy Mercier & Mr. Jean François Blais** et la codirection de la professeure chercheuse, **Mme. Lucie Coudert**.

J'aimerais commencer à exprimer ma gratitude la plus profonde aux **professeurs, Guy Mercier & Jean-François Blais**. Merci d'avoir accepté ma candidature et de m'offrir cette chance précieuse d'intégrer votre équipe de recherche. Merci de votre confiance et d'avoir contribué à la sculpture de mon profil de jeune chercheuse, de m'ouvrir cette porte me permettant de découvrir de près le monde des chercheurs et d'accomplir un objectif majeur dans ma vie professionnelle. Merci de m'avoir illuminée par votre savoir et votre savoir-faire. Vous êtes mon modèle à suivre et je continuerai sur vos pas ma persévérance pour pouvoir exceller dans ma carrière future. Je suis le fruit de votre équipe...

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à la **professeure, Lucie Coudert**. Merci de tous les efforts fournis pour m'aider à mener à bien ce projet de recherche. Merci de la disponibilité, des conseils, du professionnalisme, des encouragements et du soutien moral que vous m'aviez consacrée tout au long de ma présence dans notre équipe de recherche. Peu sont les mots quand la gratitude déborde... Merci Lucie d'avoir énormément contribué à l'enrichissement de mon expérience scientifique...

Je tiens à exprimer mes remerciements à **Mme. Myriam Chartier**. Merci de votre présence dans ma vie professionnelle. Merci de la confiance. Merci de votre aide au laboratoire, merci de votre sourire et votre énergie que vous dégagez m'ayant permis de savourer à chaque jour mon travail...

J'aimerais remercier aussi tous les membres de notre équipe, je spécifie, la docteure chercheuse, **Mme. Lan Tran**. Merci d'avoir contribué à ma supervision au laboratoire. Merci de votre patience, de votre écoute et d'avoir apporté votre aide pour que je puisse travailler dans des conditions confortables au laboratoire. Je spécifie aussi ma collègue, mon amie et ma sœur **Mme. Sabrina Metahni** présentant un brin indispensable de ma famille spirituelle au Canada. Merci Sabine...

Merci à ma famille, merci à ma **Mère Khadija Ben Hammouda**, ma voix intérieure, mon essence. Merci de m'avoir appris à croire en ses efforts, de m'avoir appris à s'auto-construire une vie selon ses aspirations et ses rêves les plus impossibles, merci de m'avoir appris à accepter ses échecs, s'armer d'optimisme et retrouver toujours la force pour continuer avec courage dans le chemin de la vie...Merci Maman.

Sans oublier mon **cher frère**, et mes **sœurs, Mohamed, Ghada et Yafa**...vous êtes mon ciel étoilé, ma porte chance...

Je remercie mon père **Hassen Mouedhen**, mon idole, mon symbole de la réussite et de la persévérance...

Finalement, je tiens aussi à remercier les membres de Jury, les **professeurs chercheurs, Mr. Mario Bergeron, Mr. Jean Sébastien Dubé et Mr. Gérald J. Zagury**. Merci d'avoir accepté de réviser ma thèse de doctorat et de me donner la chance de pouvoir bénéficier de vos recommandations et de votre expérience scientifique.

 *Hkbel Mouedhen*

AVANT-PROPOS

Ce projet de recherche intitulé « **Optimisation des procédés minéralurgiques de traitement des sols contaminés par des cendres d’incinération et des résidus métallurgiques et établissement de modèle et d’outils de prédiction du rendement** », s’est intéressé à la modélisation mathématique du fonctionnement de la table à secousses à travers l’utilisation de plan d’expériences en surface de réponses de type ‘‘Box–Behnken’’. Des modèles mathématiques de prédiction de l’efficacité de l’appareil de séparation gravimétrique à séparer les métaux lourds d’un sol moyennement contaminé par des cendres d’incinération ont été ainsi générés. Ces modèles permettent d’évaluer l’effet des paramètres opératoires de la table à secousses sur l’enlèvement de la masse du concentré métallique et sur l’enlèvement du plomb (Pb), du cuivre (Cu) et de l’étain (Sn). Le travail offre par ailleurs une caractérisation exhaustive de la contamination inorganique causée par des cendres d’incinération et des résidus métallurgiques. D’une part, la caractérisation densimétrique a permis de prédire le rendement maximal du traitement gravimétrique. D’autre part, la caractérisation minéralogique a permis de classer les particules lourdes en groupes minéralogiques, d’étudier leurs masses volumiques moyennes et de prédire leur comportement lors de l’application d’une force gravimétrique (traitement par la table à secousses ou par le jig). Une stratégie simple d’optimisation de l’efficacité de la table à secousses et du jig, basée sur la caractérisation densimétrique, a également été établie. Celle-ci a permis de maximiser l’efficacité de la table à secousses et du jig à séparer les métaux lourds de différents sols aux prises avec des natures et des niveaux variés de contamination inorganique. Finalement, ce travail de recherche offre une proposition de filière de traitement physique de la fraction supérieure à 0,250 mm de sols faiblement, moyennement et fortement contaminés par des cendres d’incinération et de sol contaminé par des résidus métallurgiques. Ce mémoire de thèse de doctorat, présenté par article, est subdivisé en quatre chapitres principaux :

Le **Chapitre 1** permet la mise en contexte de ce travail de recherche à travers une revue de littérature regroupant les principales notions fondamentales et quelques travaux relatifs au sujet des sols contaminés par des métaux lourds. Ce chapitre présente également un résumé détaillé de la méthodologie suivie par l’auteur, des résultats obtenus les plus pertinents ainsi qu’une conclusion générale qui ouvre sur des perspectives pour d’autres volets de recherche inexploités dans le cadre de ce projet.

Le **Chapitre 2**, présenté sous la forme d'un article publié et intitulé « **Study of factors involved in the gravimetric separation process to treat soil contaminated by municipal solid waste** », s'intéresse à l'optimisation de l'efficacité de séparation des métaux lourds à partir d'un sol moyennement contaminé par des cendres d'incinération par modélisation mathématique du fonctionnement de la table à secousses.

Le **Chapitre 3**, présenté sous la forme d'un article en préparation et intitulé « **A new methodology for predicting and improving the performance of wet shaking tables for treating contaminated soils by municipal solid waste ashes and metallurgical residues** », s'intéresse à l'évaluation de la robustesse de l'approche méthodologique d'optimisation des performances de la table à secousses pour traiter des sols contaminés à des niveaux variés par des cendres d'incinération et d'un sol contaminé par des résidus métallurgique. L'approche est basée principalement sur l'outil de prédiction par caractérisation densimétrique et sur l'exploitation du modèle mathématique de prédiction établi et discuté au [Chapitre 2](#).

Finalement, le **Chapitre 4**, présenté sous la forme d'un article en préparation et intitulé « **Physical separation of metals from contaminated soils by municipal solid waste ashes and metallurgical residues involving the use of prediction tools** », s'intéresse à la prédiction qualitative, à travers l'analyse minéralogique, des scénarios existants quant au comportement des particules contaminées provenant de cendres d'incinération et de résidus métallurgiques, sous l'action de la force gravitationnelle. Par ailleurs, ce chapitre discute l'exploitation d'outils de prédiction pour maximiser l'efficacité du traitement par le jig de la fraction 2-4 mm et de la table à secousse de la fraction 0,250-2 mm. Ce chapitre discute, d'autre part, la filière proposée de traitement physique pour traiter la fraction supérieure à 0,250 mm des sols problématiques étudiés en tenant compte des performances du traitement.

RÉSUMÉ

Les législations environnementales sévères du Québec exigent l'instauration de plans de gestion des volumes importants des sols contaminés par des composés organiques et/ou inorganiques. Les sols aux prises avec une contamination par des métaux lourds sont souvent destinés à l'enfouissement sécuritaire en raison de l'absence des techniques de traitement concurrentes en termes de coûts, permettant d'enlever efficacement ce type de contamination et de stratégies de valorisation des terrains traités ou du résidu concentré en métaux générés. Dans un esprit de développement durable de « traitement-valorisation », l'intégration de la séparation physique dans la filière de remédiation permet d'extraire efficacement les métaux lourds des matrices contaminées au plus faible coût. Cependant, le défi majeur du traitement consiste à l'hétérogénéité de la pollution sur les sites, résultante de la diversité des sources de contamination et de l'évolution physico-chimique et minéralogique des métaux au cours du temps. Les conditions de traitement de chaque sol sont ainsi uniques. Chaque cas problématique requiert un lourd travail d'optimisation des conditions opératoires de traitement. L'objectif majeur de ce travail de recherche est de réduire l'effort dépensé à l'étape d'optimisation à travers l'établissement et l'exploitation d'outils de prévision et de conduire ainsi à une meilleure application des procédés de séparation physique quelque soit le niveau et le type de la pollution inorganique. Pour ce faire, les fractions 0,250-4 mm de trois sols, caractérisés par des niveaux de contamination avec des résidus d'incinération variés (MSW1, MSW2 et MSW3) et d'un sol contaminé par des résidus de fonderie (MR1), ont subi une caractérisation densimétrique et minéralogique permettant de déterminer le contenu total en métaux lourds séparables, les minéralogies des particules de Pb, Cu, Sn et de Zn, leur masse volumique (MV) moyenne et le critère de concentration (CC) correspondant. Les résultats de caractérisation ont confirmé l'utilité de l'application du jig et de la table à secousses pour séparer les métaux des particules non contaminées. Ces résultats de caractérisation densimétrique et minéralogique ont été utilisés afin de prédire l'efficacité maximale des procédés gravimétriques (jig et table à secousses) et leurs éventuelles limites. La méthodologie des plans de surface de réponses de type Box-Behnken a permis à travers 29 expériences l'établissement d'un modèle de prévision de l'efficacité d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn de la fraction 1-2 mm d'un sol moyennement contaminé par des cendres d'incinération (MSW2) par la table à secousses. Le modèle est tributaire des paramètres opératoires de l'appareil indiquant que,

l'inclinaison et le débit d'eau de lavage sont les paramètres d'influence majeure sur le processus de séparation des particules contaminées. Sous les conditions optimales, déterminées à travers l'exploitation du modèle de prévision, la majorité de la fraction lourde séparable, identifiée lors de la caractérisation densimétrique, a été enlevée par un seul passage à travers l'appareil. Le taux d'enlèvement du concentré métallique représente 21% de la masse initiale du sol à traiter et les rendements d'enlèvements du Pb, du Cu et du Sn obtenus sont supérieurs à 54,6%. Le modèle de prévision préétabli, a été exploité à travers cinq conditions, permettant des enlèvements graduels des particules contaminées de la fraction 1-2 mm du MSW2. Ces conditions ont, en effet, conduit au traitement de la fraction fine (0,250-1 mm) de MSW2 et des fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW3 et de MR1. L'effet de ces conditions, couplé aux outils de prédiction par caractérisation densimétrique, ont permis l'établissement d'une démarche d'optimisation du processus de traitement par la table à secousses. Sous les conditions optimales déterminées, les taux d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn de la fraction 1-2 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération varie de 48,5 à 77,7%. L'enlèvement de la masse du concentré métallique ($MV > 3 \text{ g.cm}^{-3}$) varie, quant-à-elle, de 14 à 45%, dépendamment du niveau de la contamination initiale. D'autre part, le taux d'enlèvement du Cu et du Zn de la fraction 1-2 mm du sol MR1 est de 73,8 et 78,9%, respectivement, avec un enlèvement du concentré métallique de 38,4%. Des taux d'enlèvements satisfaisants (compris entre 23,0 et 54,8%) du Cu, du Pb et du Sn ont également été obtenus lors du traitement de la fraction 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2 et de MSW3. La masse enlevée du concentré métallique varie de 10 à 25%, dépendamment du niveau de la contamination initiale. Les taux d'enlèvement du Cu et du Zn de la fraction 0,250-1 mm de MR1 varient de 47,1 à 63,9% et la masse du concentré métallique enlevée est de 17,1% de la masse initiale.

Par ailleurs, l'utilisation des outils de prédiction par caractérisation densimétrique a permis d'optimiser le fonctionnement du jig et de déterminer les limites de traitement pour décontaminer la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1. Selon de simples comparaisons entre la masse du concentré métallique enlevée par le jig et la masse du concentré métallique enlevée par la liqueur dense, il a été possible d'estimer que 3, 5, 10 et 20 passages à travers l'appareil sont requis pour enlever la majorité de la partie des métaux séparables des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1.

Globalement, la filière de traitement physique proposée pour décontaminer la fraction > 0,250 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération et par des résidus métallurgiques, comprend une étape de lavage à l'eau combinée à la séparation magnétique (fraction > 4 mm), d'attrition combinée au jig (fraction 2-4 mm) et, d'attrition combinée à la table à secousses (fraction 0,250-2 mm). Cette filière de traitement a permis d'enlever 42,1 à 83,4% du Ba, du Cu, du Pb, du Sn et du Zn de la fraction > 0,250 mm de sols contaminés par des cendres d'incinération. La masse traitée récupérée de la fraction > 0,250 mm varie de 57 à 73%. L'application de ces procédés gravimétriques et minéralurgique a conduit à un enlèvement de plus de 57,5% du Cu et du Zn initialement présents dans la fraction > 0,250 mm de MR1. La masse traitée récupérée de fraction > 0,250 mm est de 64,8%. Le coût estimatif du procédé de traitement physique du sol moyennement contaminé par des cendres (MSW2) d'incinération (comprenant la main d'œuvre d'opération, l'électricité, l'eau du procédé, les frais d'excavation et de transport, la disposition des extrants contaminés, l'entretien et la réparation, les frais de laboratoires, les frais indirects...etc. et considérant le revenu de valorisation du Fe) est de 64,0 \$ par tonne sèche du sol.

Mots-clés : Métaux, caractérisation minéralogique, caractérisation densimétrique, outils de prédiction, modèle de prédiction, optimisation, procédés physiques, étude technico-économique.

ABSTRACT

Severe environmental legislations in Quebec force polluters to develop efficient and long-term satisfactory solutions for treating soils contaminated by inorganic and/or organic contaminants. Heavy metals contaminated soils are generally intended for safe landfill owing to the lack of low-cost and effective remediation alternatives. As well, no valorization plan is generally available for both treated matrix and metallic concentrate emerging from gravimetric processes. Under a green management context, mineralurgical techniques such as physical separation processes, can show high efficiencies for heavy metal removals and are economically competitive compared to actual options available to manage contaminated soils. However, physical separation processes must address challenge related to the large heterogeneity of inorganic pollution relative to the diversity of pollution sources and the physical, chemical and mineralogical transformations in soil. Specific settings of physical treatment parameters are required for each case of soil contaminated by inorganic compounds, making hence, the workload of pre-treatment and optimization heavy and time consuming. The major objective of the current research is to lighten the effort devoted to the optimization step. It aims to establish and exploit prevision tools in order to enhance the application of physical processes for several types and levels of inorganic contamination. At first, densimetric and mineralogical characterization of the 0.250-4 mm fraction of soils contaminated by municipal solid waste ashes (MSW1, MSW2, MSW3) and metallurgical residues (MR1) was performed. The total content of separable metals, the approximate mineralogy of Pb, Cu, Sn and of Zn, their estimated mean density and the corresponding concentration criterion, were determined. The exhaustive characterization supported the usefulness of the jig and wet shaking table for treating these soils and predicted their efficiency and limits in separating metals from uncontaminated particles.

According to wet shaking table trials (29 assays), the response surface methodology (Box-Behnken) allowed for the establishment of prevision model about Cu, Pb and Sn removals from the 1-2 mm fraction of MSW2. The mathematical model developed, which is dependent on operating parameters of the gravimetric device, showed that metal separation is mostly affected by the tilt and washing water flow. Under optimal conditions, defined using the mathematical model, the concentrate removal rate and the Cu, Pb and Sn removal yields corresponded to 21% (w.w⁻¹)

and were higher to 54.6%, respectively. In fact, the wet shaking table removed an important part of the separable metals content identified by the dense media separation method.

Five conditions defined according the pre-established model and permitting for a gradual separation of the concentrate from the 1-2 mm fraction of MSW2 were performed to treat the 1-2 mm of MSW1, MSW3, MR1 and, the 0.250-1 mm of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1. The selected conditions, coupled to prediction tools, specifically dense media separation data, led for the establishment of a methodology for predicting and improving the performance of wet shaking table for treating these different contaminated matrix. Consequently, under the optimal setting, Cu, Pb and Sn removals from the 1-2 mm fraction of MSW1 and MSW3 varied from 48.5 to 77.7%. The mass of concentrate removed varied from 14 to 45%, depending on the level of the inorganic contamination in soils. Cu and Zn removals from the 1-2 mm fraction of MR1 varied from 73.8 to 78.9%. The mass of concentrate separated corresponded to 38% (w.w⁻¹). In the other hand, satisfactory removals of Cu, Pb and Sn were achieved when treating the 0.250-1 mm fraction of MSW1, MSW2 and MSW3. The mass of concentrate removed varies from 10 to 25% (w.w⁻¹). The removal rate of Cu and Zn removals when treating the 0.250-1 mm of MR1 were estimated at 17.1% (w.w⁻¹).

In the other side, the prediction tools, based on densimetric characterization, allowed for optimizing the jig operation to remove most part of the separable metals from the 2-4 mm fraction of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1. Based on these results, approximately 3, 5, 10 and 20 passages through the jig were required for MSW1, MSW2, MSW3 and MR1, respectively.

Finally, the global decontamination scheme proposed to treat the > 0.250 mm fraction of soils using water washing and magnetic separation (> 4 mm soil fraction), attrition scrubbing and jig (2-4 mm soil fraction) and wet shaking table (0.250-2 mm soil fraction). The whole process allowed to remove between 42.1 and 83.4% of Ba, Cu, Pb, Sn and Zn when treating MSW1, MSW2 and MSW3. The treated mass recovered from the > 0.250 mm fraction varied from 57 to 73% (w.w⁻¹). Up to 57.5% of Cu and Zn removal yields were obtained when treating the > 0.250 mm fraction of MR1. The treated mass recovered corresponds to 65% (w.w⁻¹) of the initial soil to be treated.

The estimated cost relative to the whole treatment process of the soil MSW2 (including operating labor, electricity, water, excavation and transportation, landfilling of contaminated outputs,

maintenance and repair, laboratory costs, overhead...etc. and considering the valuation income of Fe) is equivalent to 64.0 \$ CAN per ton of dry soil.

Keywords: Inorganic contamination, mineralogical characterization, densimetric characterization, prediction tools, prediction model, optimization, physical separation, cost study.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	III
AVANT-PROPOS	V
RÉSUMÉ	VII
ABSTRACT	XI
TABLE DES MATIÈRES.....	XV
LISTE DES TABLEAUX.....	XIX
LISTE DES FIGURES.....	XXI
LISTE DES ÉQUATIONS.....	XXIII
LISTE DES ABRÉVIATIONS.....	XXV
INTRODUCTION	1
1 CHAPITRE 1 : SYNTHÈSE	5
1.1 REVUE DE LITTÉRATURE	5
1.1.1 <i>Situation des terrains contaminés et cadre juridique</i>	5
1.1.2 <i>Contamination inorganique</i>	7
1.1.3 <i>Techniques de remédiation des terrains contaminés par les métaux lourds</i>	10
1.2 HYPOTHÈSE, ORIGINALITÉ ET OBJECTIFS DE RECHERCHE.....	21
1.3 DÉMARCHE MÉTHODOLOGIQUE.....	27
1.3.1 <i>Conditionnement et analyse granulo-chimique des échantillons des sols</i>	27
1.3.2 <i>Caractérisation densimétrique par les liqueurs denses en présence de tétrabromoéthane</i>	28
1.3.3 <i>Optimisation du fonctionnement de la table à secousses</i>	30
1.3.4 <i>Optimisation du fonctionnement du jig</i>	33
1.3.5 <i>Étude technico-économique</i>	33
1.4 DISCUSSION DES PRINCIPAUX RESULTATS	35
1.4.1 <i>Caractérisation des sols à des fins de prédiction de la faisabilité des procédés physiques de remédiation</i>	35
1.4.2 <i>Tables à secousses</i>	47
1.4.3 <i>Rôle de la caractérisation densimétrique dans l'optimisation du jig</i>	59
1.4.4 <i>Processus de séparation physique global et coût de traitement</i>	60
1.5 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	66
1.6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	70
2 CHAPITRE 2	77

2.1	RESUME	79
2.2	ABSTRACT.....	80
2.3	INTRODUCTION	81
2.4	MATERIAL AND METHODS	85
2.4.1	<i>Feedstock treatment</i>	85
2.4.2	<i>Dense media separation and mineralogical characterization</i>	85
2.4.3	<i>Gravimetric separation</i>	86
2.4.4	<i>Analytical method</i>	89
2.4.5	<i>Calculations</i>	89
2.5	RESULTS AND DISCUSSION	91
2.5.1	<i>Characterization of soil fractions treated by attrition scrubbing</i>	91
2.5.2	<i>Contaminant removal performance of dense media separation from treated soil fractions by attrition scrubbing</i>	98
2.5.3	<i>Gravimetric treatment of the 1-2 mm fraction</i>	100
2.5.4	<i>Movement study and gravimetric treatment of the fine soil fraction (0.250-1 mm)</i>	111
2.6	CONCLUSIONS.....	115
2.7	ACKNOWLEDGEMENTS	116
2.8	REFERENCES	117
	APPENDIX A. SUPPLEMENTARY DATA.....	121
3	CHAPITRE 3	129
3.1	RESUME	130
3.2	ABSTRACT.....	131
3.3	INTRODUCTION	133
3.4	MATERIALS AND METHODS.....	136
3.4.1	<i>Sample preparation</i>	136
3.4.2	<i>Gravimetric separation</i>	136
3.4.3	<i>Calculations</i>	140
3.5	RESULTS AND DISCUSSION	141
3.5.1	<i>Step 1 – Dense media separation as indicator of optimal gravimetric separation processes</i>	141
3.5.2	<i>Step 2 - Prediction of shaking table behavior</i>	144
3.5.3	<i>Step 3 - Optimization of operating conditions</i>	147
3.5.4	<i>Step 4 - Validation of optimal operating conditions</i>	151
3.6	CONCLUSION.....	156
3.7	ACKNOWLEDGEMENTS	156
3.8	REFERENCES	157
4	CHAPITRE 4	159

4.1	RESUME	160
4.2	ABSTRACT.....	161
4.3	INTRODUCTION	162
4.4	MATERIALS AND METHODS	166
4.4.1	<i>Sampling sites</i>	166
4.4.2	<i>Preparation and characterization of contaminated soils</i>	166
4.4.3	<i>Mineral processing</i>	170
4.5	RESULTS AND DISCUSSION	172
4.5.1	<i>Chemical characterization</i>	172
4.5.2	<i>Mineralogical characterization:</i>	174
4.5.3	<i>Performances of the DMS (optimal scenario) to remove inorganic contaminants</i>	182
4.5.4	<i>Mineral processing technology efficiency</i>	183
4.5.5	<i>Conclusion</i>	194
4.5.6	<i>Acknowledgments</i>	195
4.6	REFERENCES	196
	APENDIX A SUPPLEMENTARY DATA.....	199
	ANNEXE 1	203
	ANNEXE 2	211
	ANNEXE 3	215
	ANNEXE 4	219

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1	Grille des critères génériques présentant les contaminants problématiques dans les sols à l'étude (MDDELCC, 2017).....	6
Tableau 1-2	Travaux antérieurs de séparation physique.....	13
Tableau 1-3	Concentration des contaminants inorganiques présents dans les sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 suite au traitement par réduction du volume de la fraction inférieure à 0,250 mm	36
Tableau 1-4	Effet de l'attrition sur la concentration des contaminants présents dans les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1.....	38
Tableau 1-5	Effet de l'attrition sur la concentration des contaminants présents dans les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm du sol MR1.....	39
Tableau 1-6	Résultats prédits et expérimentaux du traitement par la table à secousses de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 sous les conditions opératoires optimales déduites par les modèles développés	52
Tableau 1-7	Résultats de séparation des métaux lourds de la fraction 1-2 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 sous les conditions optimales présélectionnées	55
Tableau 1-8	Résultats de MV du concentré métallique obtenu dans les différentes zones de concentration lors du traitement de la fraction 1-2 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 par la table à secousses sous les conditions optimales présélectionnées	56
Tableau 1-9	Résultats de séparation des métaux lourds de la fraction 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 sous les conditions optimales présélectionnées.....	56
Tableau 1-10	Résultats de MV du concentré métallique obtenu dans les différentes zones de concentration lors du traitement de la fraction 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 par la table à secousses sous les conditions optimales présélectionnées	57
Tableau 1-11	Résultats du traitement final de la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 par le jig.....	60
Tableau 1-12	Bilan des coûts d'exploitation du procédé de traitement physique du sol MSW2.....	64
Table 2-1	Range of selected factors	88
Table 2-2	Mineralogical characterization of selected particles of contaminated soils by municipal solid waste.....	94
Table 2-3	Densimetric analysis of the feedstock by using tetrabromoethane	98
Table 2-4	Main results of the ANOVA performed on the mathematical models.....	103
Table 2-5	Comparison of the predicted values and the experimental values using optimal conditions defined using Expert Design 8.0	111
Table 2-6	Physical and chemical results of the treatment of fine particles under condition 4	113
Table 3-1	Operating conditions for performing primary experiments of wet shaking table on 1-2 mm of MSW2 (solid flow: 100 g.min ⁻¹ and feed water flow: 2 L.min ⁻¹)	137

Table 3-2	Operating conditions of wet shaking table used to predict and optimize the performances of metals removal (solid flow: 100 g.min ⁻¹ and feed water flow: 2 L.min ⁻¹)	139
Table 3-3	Chemical and densimetric analysis of the 1-2 mm soil fraction of the different soils studied.....	142
Table 3-4	Chemical and densimetric analysis of the 0.250-1 mm soil fraction of the different soils studied....	143
Table 3-5	Effect of shaking table settings on mass removals for the 1-2 mm of MSW1, MSW3 and MR1. C _{removal} is the total mass proportion of concentrate removed and R _E is the mass removal efficiency ratio.....	148
Table 3-6	Effect of shaking table settings on mass removals for the 0.250-1 mm of MSW1, MSW3 and MR1. C _{removal} is the total mass proportion of concentrate removed and R _E is the mass removal efficiency ratio.....	149
Table 3-7	Metal removal efficiency ratio for the 1-2 mm of MSW1, MSW3 and MR1	152
Table 3-8	Metal removal efficiency ratio for the 0.250-1 mm of MSW1, MSW3 and MR1	153
Table 4-1	Relative ease of separating minerals using gravity techniques	164
Table 4-2	Partitioning of inorganic contaminants present in different particle size fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1	173
Table 4-3	Mineralogical examination of a mix of contaminated particles derived from the heavy fraction of the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm of soils contaminated by MSW ashes (MSW2 and MSW3). N-P= Identifier of the particle examined; P= Phase; ()= % surface; d = density; CC = Concentration criterion	175
Table 4-4	Mineralogical examination of contaminated particles derived from the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm of soil contaminated by metallurgical residues). N-P= Identifier of the particle examined; P= Phase; ()= % surface; d = density; CC = Concentration criterion.....	178
Table 4-5	Densimetric characterization of the 2-4 mm fraction of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1	183
Table 4-6	Physical and chemical results of jigging treatment of 2-4 mm fractions derived from MSW1, MSW2, MSW3 and MR1	187
Table 4-7	Physical process efficiency in treating MSW1	189
Table 4-8	Physical process efficiency in treating MSW2	190
Table 4-9	Physical process efficiency in treating MSW3	191
Table 4-10	Physical process efficiency in treating MR1	192
Supplementary table 2-1	Analysis of variance for quadratic model of R _E , of the density of the concentrate ..	123
Supplementary table 4-1	Operating conditions of wet shaking table used in preliminary tests to optimize the performances of metals removal (solid flow= 100 g.min ⁻¹ and feed water flow= 2 L.min ⁻¹).....	199
Supplementary table 4-2	Densimetric analysis of the 1-2 mm and 0.250-1 mm preconditioned fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 by using TBE.....	200

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1	Mécanismes impliqués dans la séparation des particules denses par le jig (Bouchard, 2001).....	16
Figure 1-2	Mécanismes physiques impliqués dans la séparation d'une particule dense par la table à secousses, f_p = poussée du liquide sur la particule, f_a = poussée d'Archimède, F_n = force normale, F_f = force de frottement, F_g = force gravitationnelle (Bouchard, 2001).....	17
Figure 1-3	Modèle de caractérisation minéralogique des particules de Pb (Duchesne <i>et al.</i> , 2003).....	20
Figure 1-4	Schéma de la filière de prétraitement des sols contaminés par des cendres d'incinérateurs et des résidus métallurgiques.....	24
Figure 1-5	Schéma de la méthodologie suivie pour développer un modèle prédictif et optimiser les performances de traitement de la fraction 0,250-2 mm par la table à secousses.....	25
Figure 1-6	Schéma de la méthodologie suivie pour optimiser les performances de traitement de la fraction 2-4 mm par le jig en se basant sur les outils de prédiction (R_E : Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré, Equation 1-1).....	26
Figure 1-7	Micrographes de particules contaminées par du Cu et du Zn provenant du sol MR1 : a. : Particule de taille comprise entre 2 et 4 mm, blanc : Sulfate/carbonate de Cu, gris : Matrice silicatée présentant des inclusions de Zn ; b. : Particule de taille comprise entre 1 et 2 mm, blanc : Oxyde de Sn et de Cu, gris : Matrice silicatée ; c. : Particule de taille comprise entre 0,250 et 1 mm, blanc : Carbonate/sulfate de Cu avec des impuretés de phase silicatée, gris : Matrice silicatée présentant des inclusions de Zn.....	42
Figure 2-1	Schematic illustration of the shaking table.....	86
Figure 2-2	Examples of the mineralogical classes of particles and their approximate compositions. 2-2-a: Totally liberated contaminant, W: Oxide of Pb; 2-2-b: Contaminant associated with a heavy mineralogical phase, W: Alloy of Fe and Sn and Fe-Sn oxide, G: Oxide of Fe; 2-2-c: Contaminant associated with a light mineralogical phase; W: Oxide of Sn, and G: Oxide of Ca.....	97
Figure 2-3	Results of primary tests conducted under the following conditions. Tilt: 14°, feed water flow: 2 L.min ⁻¹ , washing water flow: 6 L.min ⁻¹ , stroke frequency: 500 strokes·min ⁻¹ , and stroke length: 11 mm. 2-3a: Effect of the solid throughput on the obtained mass of particles at E1, E(2,3), and E(4,5,6,7), 2-3b: Effect of the solid throughput on the density of particles at E1, E(2:3), and E(4,5,6,7). 2-3c: Relationship between stroke length and stroke frequency.....	101
Figure 2-4	Effect of tilt and washing water flow on R_E , density of the concentrate, $R_M(Pb)$, $R_M(Cu)$, and $R_M(Sn)$	107
Figure 2-5	Effect of washing water flow and stroke frequency on R_E . 5-b, 5-c, and 5-d: Effect of stroke length and stroke frequency on $R_M(Pb)$, $R_M(Cu)$, and $R_M(Sn)$ respectively.....	110
Figure 2-6	Effect of selected conditions on the motion of medium- and fine-sized particles.....	112
Figure 3-1	Masses of heavy fraction removed from the 1-2 mm of MSW2 by wet shaking table versus densities of the concentrate.....	145

Figure 3-2	Masses of heavy fraction removed by wet shaking table versus metal removals for Cu (a), Pb (b) and Sn (c). R^2 is the coefficient of determination of the linear regression	146
Figure 3-3	Metals removal from the 1-2 mm of MSW1 (a), MSW3 (b) and MR1 (c), resulting from the application of optimal selected conditions. M_{removal} is metals removal (error threshold = 5%).....	151
Figure 3-4	Metals removal from the 0.250-1 mm of MSW1 (a), MSW3 (b) and MR1 (c), resulting from the application of optimal selected conditions. M_{removal} is metals removal (error threshold = 5%).....	153
Figure 4-1	The proposed physical treatment process	169
Figure 4-2	The mass of concentrate removed from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 during each jigging batch and after ‘n’ jigging batches	186
Supplementary figure 2-1	Relationship between experimental and predicted results of R_E , density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$	122
Supplementary figure 4-1	Micrographs of Cu and Zn contaminated particles derived from MR1. White: Cu Sulfate/carbonate or Cu-Sn oxide, grey : Si matrix or Si matrix with Zn inclusions	201

LISTE DES ÉQUATIONS

Équation 1-1	Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré	28
Équation 1-2	Efficacité d'enlèvement du métal « M ».....	28
Équation 1-3	MV moyenne d'une particule contaminée 'P'	29
Équation 1-4	Modèles de prévision de l'efficacité de la table à secousses pour traiter la fraction 1-2 mm du sol MSW2. a. : Efficacité d'enlèvement du concentré ; b. : MV du concentré ; c. : Efficacité d'enlèvement du Pb ; d. : Efficacité d'enlèvement du Cu ; e. : Efficacité d'enlèvement du Sn	50
Equation 2-1	Second-order polynomial model	87
Equation 2-2	Coded variable calculation	88
Equation 2-3	The number of experiments required for the Box-Behnken design.....	88
Equation 2-4	Mass removal efficiency ratio	89
Equation 2-5	Metal removal efficiency ratio	90
Equation 2-6	Total mass proportion of concentrate removed from the 0.250-1 mm soil fraction by the shaking table	91
Equation 2-7	Metal removal from the 0.250-1 mm by the shaking table.....	91
Equation 2-8	Mathematical models expressed in terms of coded factors	104
Equation 2-9	Drag force of the liquid calculated for spherical particle	114
Equation 3-1	Efficacy in removing the concentrate from the 1-2 mm of MSW2	138
Equation 3-2	Total mass proportion of concentrate removed by the wet shaking table/dense media separation	140
Equation 3-3	Mass removal efficiency ratio	140
Equation 3-4	Metal removal by the wet shaking table/dense media separation	140
Equation 3-5	Metal removal efficiency ratio	141
Equation 3-6	Relationship of the mass of the concentrate removed and the density of the heavy fraction	145
Equation 4-1	Concentration criterion calculation	164
Equation 4-2	Mass removal efficiency ratio	170
Equation 4-3	Total mass proportion of concentrate removed by dense media separation or jig (%)	170
Equation 4-4	Metal removal efficiency ratio	171
Equation 4-5	The mass of metal "M" removed by dense media separation or jig (%)	171

LISTE DES ABRÉVIATIONS

Al	Aluminium
ACC	Arséniate de cuivre chromaté
Ba	Barium
BaSO ₄	Barytine
Ba ₂ Mn ₈ O ₁₆	Hollandite
BaCO ₃ ,	Whitérine
CEC	Capacité d'échange cationique
CC	Critère de concentration
Cu	Cuivre
CuFeS ₂	Chalcopyrite
Cu ₃ FeS ₄	Bornite
Cu ₂ S	Chalcocite
CuS	Covellite
Cu ₂ O	Cuprite
CuO	Ténorite
Cu ₂ CO ₃ (OH) ₂	Malachite
Cu ₃ (CO ₃) ₂ (OH) ₂	Azurite
CuSO ₄	Sulfate de Cuivre
Cu ₂ SnFeS ₄	Stannite
Ca ₂ Al ₂ SiO ₇	Gehlenite
Ca ₂ SiO ₄	Larnite
CaSiO ₃	Pseudowollastonite
CaO	Chaux
Ca(OH) ₂	Portlandite
CaCO ₃	Calcite
CaO	Lime
CaAl ₂ Si ₂ O ₈	Anorthite
Ca ₂ Al ₂ SiO ₇	Gehlenite
[CaNa] ₂ [AlMgFe ²⁺][AlSi]SiO ₇	Melilite
MDS	Dense media separation
CaAl ₂ Si ₂ O ₈	Anorthite
E1, E2, E3, E4, E5, E6, E7	Sorties des particules dans la table à secousses
EtOH – C ₂ H ₆ O	Éthanol
Fe	Fer
F _g	Force gravitationnelle
F _m	Force magnétique
F _p	Poussée du liquide sur la particule
f _a	Poussée d'Archimède
F _n	Force normale
F _f	Force de frottement
Fe ₂ O ₃	Hématite
Fe ₃ O ₄	Magnétite
FeO	Wüstite

ICP-AES	Spectrophotométrie d'émission atomique couplée à un plasma induit
LCPE	Loi canadienne sur la protection de l'environnement
LQE	Loi sur la qualité de l'environnement
MSW1	Sol faiblement contaminé par des cendres d'incinération
MSW2	Sol moyennement contaminé par des cendres d'incinération
MSW3	Sol fortement contaminé par des résidus d'incinération
MR1	Sol contaminé par des résidus métallurgiques
MV	Masse volumique
Mn	Manganèse
PPRTC	Politique de protection et de réhabilitation des terrains contaminés
POR	Potentiel d'oxydo-réduction
Pb	Plomb
PbS	Galène
PbSO ₄	Anglésite
PbCO ₃	Céruosite
Pb ₃ O ₃	Minium
Pb ₅ (PbO ₄) ₃ Cl	Pyromorphite
Pb ₅ (AsO ₄) ₃ Cl,	Mimétite
PbHAsO ₄	Triméthylplomb chlorure et le diéthylplomb dichlorure
Pb _a C _b O _c	Cerussite
PbSnS ₂	Teallite
PP	Phase porteuse
Pb ₄ Al ₂ (SiO ₃) ₇	Plumasite
R _E	Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré
R _M (M)	Efficacité d'enlèvement du métal
Sn	Étain
SiN ₄	Nitriles
SiO ₂	Quartz
SnO ₂ ,	Cassitérite
TBE (C ₂ H ₂ Br ₄)	Tétrabromoéthane
Zn	Zinc
αZnS,	Sphalérite
βZnS	Wurtzite
ZnO	Zincite
ZnCO ₃	Smithsonite
Zn ₂ SiO ₄	Willémite
Zn ₄ Si ₂ O ₇ (OH) ₂ H ₂ O	Hémimorphite
Zn ₂ SiO ₄	Silicates de Zn
ZnAl ₂ O ₄	Aluminate de Zn
w·w ⁻¹	Weight*weight ⁻¹

INTRODUCTION

L'éclosion et l'expansion des activités industrielles au début du 19^{ème} siècle sont responsables d'une multitude de dégâts environnementaux. En effet, l'époque industrielle est caractérisée par le manque de programmes rigoureux de gestion environnementale et de politiques qui encadrent et contrôlent les actions des entreprises. Les polluants provenant des émissions atmosphériques, des déversements pendant les opérations de production/transport des matières chimiques sont emmagasinés dans les divers compartiments environnementaux, spécifiquement dans les sols environnants (Hébert *et al.*, 2013, Zmirou *et al.*, 2003). Au Québec, le système de gestion des terrains contaminés renferme 8 334 inscriptions de terrains contaminés dont 12% sont aux prises avec une contamination par des métaux lourds et 15% sont aux prises avec une contamination mixte (MDDELCC, 2010). Les métaux lourds sont persistants dans le sol et présentent une menace potentielle pour l'écosystème vivant et la santé humaine (OEGC, 2012).

Aujourd'hui, les cadres responsables sont assujettis à une législation sévère les incitant à entreprendre des démarches sérieuses concernant la gestion de ces terres. En effet, dans le cas d'une contamination importante, la politique de protection et de réhabilitation des terrains contaminés (PPRTC) exige la réhabilitation du sol et l'atteinte des normes gouvernementales du Québec (MDDELCC, 2017). De plus, la valorisation des terrains urbains pourrait améliorer les possibilités des profits économiques et sociaux des quartiers voisins. Cependant, les coûts associés aux techniques de décontamination sont, souvent, astronomiques et découragent les gestionnaires. À titre d'exemple, les coûts de solidification/stabilisation sont estimés à 190-248 \$US m⁻³ et les coûts d'extraction chimique sont estimés de 272 à 1 305 \$US m⁻³ (FRTR, 2016b, Gill *et al.*, 2012, Lavallée, 2006). Dans ce contexte, l'intérêt d'intégration des procédés physiques dans la filière de décontamination émerge afin de réduire les coûts de traitement. Le principal défi rencontré lors du traitement des sols est l'hétérogénéité de la contamination sur un même site, ou d'un site à un autre. Cette hétérogénéité est le résultat de la diversité des sources de contamination (déchets d'incinération, déchets de l'industrie métallurgique, déchets de construction, activités minières, produits agricoles, dépôts atmosphériques, etc.) et de l'évolution physico-chimique et minéralogique de la pollution au cours du temps. Par conséquent, chaque type de sol requière des conditions de traitement qui lui sont spécifiques. Par conséquent, des tests "essais-erreur" sont généralement effectués pour identifier les paramètres optimaux de traitement physique et, ainsi,

prédire l'efficacité des procédés, augmentant les coûts de réhabilitation. Des travaux de recherche antérieurs ont permis l'établissement de modèle de caractérisation minéralogique de particules de Pb provenant des cendres d'incinération et l'établissement de différentes relations linéaires entre les caractéristiques physique, chimique et minéralogique des métaux lourds et l'enlèvement des contaminants, permettant ainsi la prédiction du rendement des procédés minéralurgiques de décontamination. Ces travaux se sont intéressés aux sols contaminés par la mauvaise gestion des cendres d'incinérateur de déchets municipaux (contamination par le plomb (Pb)) (Mercier, 2000).

La présente étude de recherche se situe dans un cadre similaire de prédiction et de meilleure gestion des sols contaminés par la mise en place d'outils permettant de prédire les performances de procédés minéralurgiques. Les principaux objectifs consistent à :

- Exploiter les données de caractérisation exhaustive des sols contaminés par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques pour prédire l'efficacité maximale de séparation gravimétrique et établir une modélisation qualitative du comportement des particules de Pb, de Cu, de Sn et de Zn lors de l'application d'une force gravimétrique ;
- Démontrer la possibilité de modélisation mathématique du fonctionnement des appareils de séparation gravimétrique à travers l'exemple de la table à secousses à des fins de prévision de l'efficacité et des limites de traitement de sol moyennement contaminé par des cendres d'incinération et présentant une contamination hétérogène en Pb, Cu, Sn et Zn ;
- Exploiter les outils de caractérisation densimétrique et minéralogique et le modèle établi à des fins de prédiction de l'efficacité maximale et des limites de la table à secousses à traiter d'autres matrices contaminées par des niveaux variés de cendres d'incinération et des matrices contaminées par des résidus métallurgiques et, à des fins d'établissement de stratégie expérimentale d'optimisation du traitement de ces matrices avec un nombre d'expériences moindre ;
- Exploiter les outils de prédiction (caractérisation densimétrique et minéralogique) à des fins d'établissement de stratégie simple d'optimisation du jig pour traiter des matrices présentant des niveaux variés de contamination par des cendres d'incinération et par des résidus métallurgiques ;
- Proposer une filière de traitement physique, compétitive à l'opération d'enfouissement sécuritaire, des sols présentant une contamination inorganique hétérogène par des niveaux

variés de résidus d'incinération et par des résidus métallurgique, discuter l'intérêt et les limites de la filière et les différents volets à améliorer.

1 CHAPITRE 1 : SYNTHÈSE

1.1 Revue de littérature

1.1.1 Situation des terrains contaminés et cadre juridique

Le volume important de terrains contaminés est parmi les problématiques majeures des pays industrialisés. Le nombre estimatif de sites potentiellement contaminés aux États-Unis dépasse les 530 000 sites (EPA, 2018). En Europe, le chiffre estimatif des terrains potentiellement contaminés est de 2,5 millions de sites. Au Canada, entre 20 000 et 30 000 sites sont en mesure de révéler la présence d'une contamination (EAA, 2018, Sousa, 2001). L'historique de la contamination est intimement lié au développement des technologies industrielles, sources de rejets atmosphériques et de déchets, dont la gestion était pratiquement incontrôlée. Parmi les sources de contamination environnementale, il est possible de citer le secteur agricole, le secteur minier, les bases militaires, les fonderies, les industries de raffinage et de finition des métaux, les industries de pâtes et papiers, les tanneries, le secteur de l'entreposage et de la distribution du pétrole et autres, etc. L'absence de cadre juridique et de normes a fortement contribué à l'expansion de la contamination de l'environnement et notamment, des sols urbains et agricoles. La reconnaissance de l'existence des terrains contaminés a commencé en 1970 à cause de la médiatisation massive de certains cas catastrophiques qui menaçaient la santé publique. Il s'agit des exemples des cas de Love Canal et de Woburn aux États-Unis, du cas de Lekkerkerk aux Pays-Bas et de Lasalle au Canada (De Sousa, 2008, Lavallée, 2006, Zmirou *et al.*, 2003). Par conséquent, ces événements ont été le premier stimulus de l'expansion des services de remédiation dans le monde et de la mise en place d'arsenal juridique exigeant une gestion appropriée des sites contaminés, la valorisation de ces espaces et, qui assigne les responsabilités quant aux coûts de la remédiation (politique du pollueur-payeur aux États-Unis, en Europe et au Canada). Des politiques, des lois, des règlements et des directives ont ainsi été instaurés. Ceux-ci permettent de limiter la propagation de la contamination et d'encourager les programmes de réhabilitation des sites contaminés. Au Canada, c'est la *Loi canadienne sur la protection de l'environnement* (LCPE), mise en vigueur depuis 1988, qui assure la prévention de la pollution, le développement durable et la gestion des écosystèmes. À l'échelle provinciale, les mesures environnementales du Québec sont soumises à la *Loi sur la qualité de l'environnement* (LQE), adoptée en 1972 (Landry *et al.*, 1997). En matière de sols contaminés, les efforts de protection de l'environnement se sont concrétisés à travers l'élaboration du projet de

Loi 65. Celui-ci repose sur l'évaluation de la pollution, la mise en place de stratégies de décontamination et d'actions de restauration des sites contaminés (Landry *et al.*, 1997). La LQE est, entre autre, appuyée par le projet de Loi 72, entré en vigueur en 2003, contenant de nouvelles règles relatives à la protection et à la réhabilitation des terrains contaminés. Les terrains pollués sont assujettis à différents règlements incluant le *Règlement sur l'évaluation et l'examen des impacts sur l'environnement*, le *Règlement sur le stockage et les centres de transfert des terrains contaminés*, le *Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés* (entré en vigueur en 2001) et le *Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains contaminés* (entré en vigueur en 2003). Ce dernier règlement précise les concentrations seuils des contaminants jugées acceptables en fonction de la vocation du terrain. Dans le cadre de ce règlement, une grille de critères génériques a été établie pour les contaminants inorganiques et organiques pour lesquels le critère A est attribué à un usage agricole, le critère B est associé à un terrain résidentiel, récréatif, institutionnel ou commercial (localisation dans un secteur résidentiel) et le critère C est relatif à un terrain à vocation commerciale ou industrielle (MDDELCC, 2017). Les critères génériques relatifs aux contaminants inorganiques problématiques, étudiés dans le cadre de ce travail de recherche, sont présentés dans le [Tableau 1-1](#).

Tableau 1-1 Grille des critères génériques présentant les contaminants problématiques dans les sols à l'étude (MDDELCC, 2017)

Contaminants problématiques	Critères des sols (mg.kg ⁻¹ matière sèche, ppm)		
	A	B ^a	C ^b
Ba	340	500	2 000
Cu	50	100	500
Sn	5	50	300
Pb	50	500	1 000
Zn	140	500	1 500

^a et ^b Critères B et C = Valeurs limites réglementaires de l'Annexe I et l'Annexe II du Règlement sur la Protection et la Réhabilitation des terrains contaminés

Les contaminants inorganiques sont des éléments potentiellement toxiques dont la gestion industrielle passée a engendré des dégâts dramatiques en terme de volumes de terrains contaminés (Khalid *et al.*, 2017). Aux États-Unis, 600 000 ha de surface sont identifiés comme contenant des contaminants inorganiques. En Europe, près de 37,3% des sols contaminés recensés sont aux prises avec ce type de contaminants (EAA, 2018, Raskin *et al.*, 2000). Pour le cas du Canada, 7 348 sites fédéraux sont potentiellement contaminés par des métaux lourds. Dans le cas spécifique du Québec, le système de gestion des terrains contaminés (SGTC) recense 1 000 sites contaminés par des métaux lourds correspondant à 12% de la totalité des sites inventoriés et 1 250 sites aux prises avec une contamination mixte (métaux lourds et contaminants organiques) (MDDELCC, 2010).

1.1.2 Contamination inorganique

1.1.2.1 Définition et répartition géochimique

L'augmentation de la concentration des métaux dans le sol est le résultat de facteurs géogéniques (altération des roches sédimentaires ou ignés) et anthropiques (activités industrielles). Dans ce dernier cas, les espèces chimiques générées sont généralement mobiles et bio-disponibles (Bolan *et al.*, 2014). La minéralogie des métaux anthropiques est largement tributaire de la nature de la source émettrice. À titre d'exemple, les métaux issus des dépôts atmosphériques sont présents sous forme d'oxydes, de silicates, de carbonates, de sulfates et de sulfures. Ceux issus d'un processus de combustion se présentent sous une structure vitreuse, soit un métal amorphe. La contamination inorganique est persistante dans le sol et la réduction des quantités de métaux de la matrice solide n'est possible que par leur lessivage ou leur absorption par la végétation présente (Kabata-Pendias, 2000). Les formes sous lesquelles les métaux se trouvent évoluent en fonction des paramètres physico-chimiques du sol soient, sa composition, son pH, sa capacité d'échange cationique (CEC) et son potentiel d'oxydo-réduction (POR). La distribution géochimique reflète alors un état d'équilibre établi entre la contamination métallique et le milieu impliquant différents mécanismes comme les mécanismes d'adsorption physique (échange cationique) ou chimique (chimisorption). Ceux-ci impliquent la présence d'oxy-hydroxydes de Fe, d'Al ou de Mn, de minéraux argileux ou de matière organique. Les mécanismes de complexation, favorisés par la présence de ligands organiques (acides humiques et fulviques) et les mécanismes de précipitation pure ou hybride (co-précipitation), dépendamment du nombre de ligands inorganiques impliqués dans la réaction chimique jouent également un rôle important dans la fixation des métaux aux composantes intrinsèques du sol (Galvez-Cloutier *et al.*, 2005a, Kabata-Pendias, 2000).

1.1.2.2 Baryum

Le baryum est un métal alcalino-terreux de couleur argentée, caractérisé par un seul état d'oxydation de +2 et de MV égale à $3,62 \text{ g.cm}^{-3}$. La concentration moyenne naturelle du Ba dans les sols est comprise entre 362 et 580 mg.kg^{-1} (Kabata-Pendias, 2000). Une exposition aiguë au Ba pourrait provoquer des complications vasculaires, des convulsions et la paralysie chez les humains. La maladie de "Pa-Ping", caractérisée par une paralysie périodique chez l'humain, a été d'ailleurs corrélée à une exposition répétée au chlorure de baryum (GC, 2018a). Les minéraux les plus rencontrés de Ba sont la barytine (BaSO_4 , $\text{MV} = 4,48 \text{ g.cm}^{-3}$), la hollandite ($\text{Ba}_2\text{Mn}_8\text{O}_{16}$, $\text{MV} = 4,84 \text{ g.cm}^{-3}$) et la whitérite (BaCO_3 , $\text{MV} = 4,3 \text{ g.cm}^{-3}$). Le Ba se trouve également sous la forme d'impuretés dans certaines structures silicatées (Kabata-Pendias, 2011). Cet élément chimique contamine l'environnement à travers les émissions des activités de combustion du charbon et de l'huile diesel et de l'incinération des déchets. Le baryum est utilisé dans les industries de textile, de plastiques et du caoutchouc et dans l'industrie électronique. Il sert d'additif dans la fabrication de la céramique du verre, du papier, des produits pharmaceutiques et des produits cosmétiques. La barytine (BaSO_4) est largement utilisée dans l'industrie pétrolière et gazière. La whitérite (BaCO_3) est employée dans la production du verre optique, dans l'industrie de la briqueterie et dans la cémentation de l'acier (GC, 2018a, INRS, 2012).

1.1.2.3 Cuivre

Le cuivre (Cu) est un métal monétaire, de couleur rouge brunâtre, caractérisé par deux états d'oxydation majoritaire, +1 et +2 (Mulligan *et al.*, 2001, Pichard *et al.*, 2003). L'élément chimique présente une MV de $8,93 \text{ g.cm}^{-3}$. Le métal est indispensable au métabolisme de l'organisme vivant. Le Cu intervient en effet dans le transport d'oxygène dans le sang (pieuvres et arthropodes) et est présent dans les enzymes impliquées dans la santé des nerfs et du tissu conjonctif (mammifères). Cependant, les répercussions négatives d'une surconsommation en Cu sont l'anémie et des maladies du système digestif (Alloway, 2013, Atkins *et al.*, 2007, Wuana *et al.*, 2011). Les concentrations typiques en Cu mesurées dans les sols sont aux alentours de $38,9 \text{ mg.kg}^{-1}$. Les principaux minéraux sont la chalcopryrite (CuFeS_2 , $\text{MV} = 4,19 \text{ g.cm}^{-3}$), le bornite (Cu_3FeS_4 , $\text{MV} = 5,09 \text{ g.cm}^{-3}$), la chalcocite (Cu_2S , $\text{MV} = 5,65 \text{ g.cm}^{-3}$) et la covellite (CuS , $\text{MV} = 4,68 \text{ g.cm}^{-3}$). L'altération de ces minéraux engendre le développement de la cuprite (Cu_2O , $\text{MV} = 6,1 \text{ g.cm}^{-3}$), de la ténorite (CuO , $\text{MV} = 6,5 \text{ g.cm}^{-3}$), de la malachite ($\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$, $\text{MV} = 3,8 \text{ g.cm}^{-3}$) et de l'azurite ($\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$, $\text{MV} = 3,83 \text{ g.cm}^{-3}$) (Kabata-Pendias, 2011). Les sources de

contamination inorganique de l'environnement par le Cu sont les activités minières, les fonderies, les industries de traitement du bois (CuSO_4 , Arséniate de cuivre chromaté (ACC)), les fongicides (mélange de CuSO_4 et de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, Cu_2O), les fertilisants phosphatés, les déchets municipaux, les matériaux de construction (laiton, bronze) et les fils électriques (Atkins *et al.*, 2007, Kabata-Pendias, 2000).

1.1.2.4 Plomb

Le plomb (Pb) est un métal brillant bleu-blanc d'états d'oxydation de +2 (prépondérante) et +4 (Atkins *et al.*, 2007, Pichard *et al.*, 2003). La MV du Pb est de $11,4 \text{ g.cm}^{-3}$ (Wuana *et al.*, 2011). Les concentrations moyennes naturelles mesurées dans les sols sont aux alentours de 17 mg.kg^{-1} (Alloway, 2013). Le Pb n'intervient pas dans le fonctionnement de l'organisme vivant. Sa haute toxicité pour l'être humain est prouvée. En effet, une exposition chronique par inhalation ou ingestion affecte le système gastro-intestinal, les reins et le système nerveux central. Le saturnisme, engendré par ce métal, est répandu chez les enfants. La maladie s'exprime surtout par une détérioration mentale et un affaiblissement du quotient intellectuel (QI) (Wuana *et al.*, 2011). Les principaux minéraux du Pb sont la galène (PbS , $\text{MV} = 7,4 \text{ g.cm}^{-3}$), l'anglésite (PbSO_4 , $\text{MV} = 6,3 \text{ g.cm}^{-3}$), la cérusite (PbCO_3 , $\text{MV} = 6,58 \text{ g.cm}^{-3}$), le minium (Pb_3O_3 , $\text{MV} = 8,2 \text{ g.cm}^{-3}$), la pyromorphite ($\text{Pb}_5(\text{PbO}_4)_3\text{Cl}$, $\text{MV} = 6,85 \text{ g.cm}^{-3}$) et la mimétite ($\text{Pb}_5(\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$, $\text{MV} = 7,17 \text{ g.cm}^{-3}$) (Kabata-Pendias, 2011, Wuana *et al.*, 2011). L'exploitation minière, les fonderies, les gaz d'échappement des automobiles, la fabrication de munition, la production de plastique et de caoutchouc, les insecticides (PbHAsO_4), les batteries des voitures, la peinture, les produits électroniques sont des sources de contamination des sols par le Pb (Asrari, 2014, Mercier, 2000, Wuana *et al.*, 2011). D'autres composés organiques synthétiques sont une source de contamination par le Pb tels que le diméthyl-diéthylplomb, le chlorure de triméthylplomb et le dichlorure de diéthylplomb (Mercier, 2000, Wuana *et al.*, 2011).

1.1.2.5 Étain

L'étain (Sn) est caractérisé par deux états d'oxydation (+2 et +4), de MV égale à $6,95 \text{ g.cm}^{-3}$, (Atkins *et al.*, 2007, Kabata-Pendias, 2000). La concentration naturelle moyenne en Sn, mesurée dans les sols, est très faible ($2,5 \text{ mg.kg}^{-1}$). Cet élément métallique provient de quelques minéraux dont la cassitérite (SnO_2 , $\text{MV} = 6,9 \text{ g.cm}^{-3}$). En s'associant à d'autres éléments chimiques, la formation de la stannite ($\text{Cu}_2\text{SnFeS}_4$, $\text{MV} = 4,4 \text{ g.cm}^{-3}$) et de la teallite (PbSnS_2 , $\text{MV} = 6,4 \text{ g.cm}^{-3}$)

est possible. L'émission anthropique de Sn dans l'environnement est liée à son utilisation dans la fabrication du verre, des pesticides, de la peinture et des stabilisateurs du PVC. Les cendres d'incinération sont, aussi, une importante source de contamination des sols par Sn (Hoch, 2001; Kabata-Pendias, 2011). La toxicité des composés organiques de Sn sur les animaux a été démontrée à partir d'un seuil de concentration supérieur à 1 mg.kg^{-1} (Glass *et al.*, 1942).

1.1.2.6 Zinc

Le zinc (Zn) est un métal tendre, blanc à teinte bleuâtre (Atkins *et al.*, 2007, Mulligan *et al.*, 2001) caractérisé par un seul état d'oxydation de +2 et une MV de $7,14 \text{ g.cm}^{-3}$ (Atkins *et al.*, 2007, Pichard *et al.*, 2003). C'est un élément chimique indispensable à la vie humaine, incorporé dans diverses enzymes et qui intervient dans l'expression de l'ADN et dans la croissance d'organismes vivants. Naturellement, le Zn se trouve dans les sols à des concentrations proches de 70 mg.kg^{-1} et l'augmentation de celles-ci au-delà de 400 mg.kg^{-1} est potentiellement toxique (Atkins *et al.*, 2007, Mulligan *et al.*, 2001, Wuana *et al.*, 2011). Parmi les minéraux riches en Zn, nous pouvons citer la sphalérite (αZnS , MV = $4,05 \text{ g.cm}^{-3}$), la wurtzite (βZnS , MV = $4,03 \text{ g.cm}^{-3}$), la zincite (ZnO , MV = $5,56 \text{ g.cm}^{-3}$), la smithsonite (ZnCO_3 , MV = $4,45 \text{ g.cm}^{-3}$), la willémite (Zn_2SiO_4 , MV = $4,05 \text{ g.cm}^{-3}$) et l'hémimorphite ($\text{Zn}_4\text{Si}_2\text{O}_7(\text{OH})_2\text{H}_2\text{O}$, MV = $3,45 \text{ g.cm}^{-3}$) (Kabata-Pendias, 2011). Les principales sources de présence de Zn dans l'environnement sont l'exploitation minière, la combustion des déchets et l'industrie de transformation de l'acier (Wuana *et al.*, 2011). D'autres sources potentielles sont l'utilisation de Zn dans la peinture, dans les pneus des voitures (ZnO), dans les agents de fertilisation et dans le processus de galvanisation du fer ($\text{Zn}(\text{OH})_2\text{CO}_3$) (Alloway, 2013, Louis *et al.*, 1958, Louis *et al.*, 1985).

1.1.3 Techniques de remédiation des terrains contaminés par les métaux lourds

L'encadrement juridique concernant la gestion et la réhabilitation des terrains contaminés dans les pays industrialisés, a encouragé le développement et la production de diverses alternatives de remédiation des sols contaminés. Les méthodes de décontamination sont largement documentées et sont classées selon leur mode d'application ou leur nature. Par conséquent, il existe des méthodes de traitement *in-situ*, appliquées généralement dans le cas d'une contamination inaccessible, soit par exemple, très profonde ou située sous un bâtiment (Hébert *et al.*, 2013). Il existe également des méthodes de traitement *ex-situ* qui nécessitent l'excavation du sol. Le temps d'opération de ces méthodes de traitement est moins long et le sol est homogénéisé, ce qui permet

d'assurer une meilleure efficacité de traitement. Cependant, les frais d'équipements et de transport liés à ces méthodes de traitement peuvent en limiter la rentabilité (FRTR, 2016b). Concernant les méthodes de traitement *ex-situ* des sites contaminés par des métaux lourds, plusieurs procédés biologiques, physiques et/ou chimiques de décontamination des sols pollués ont été développés au cours de ces dernières années (FRTR, 2016c). La biorestauration (30-100 \$US.m⁻³) des sols affectés par une contamination inorganique s'intéresse aux plantes vertes qui limitent l'impact des métaux lourds sur l'environnement à travers des mécanismes de phyto-extraction ou de phyto-stabilisation (Galvez-Cloutier *et al.*, 2005b, Yao *et al.*, 2012). Sauf que, ces processus sont longs et seulement applicables sur des sites peu à moyennement contaminés et capables de supporter un couvert végétal (Galvez-Cloutier *et al.*, 2005b). Les techniques physiques et chimiques de traitement des sols contaminés renferment les procédés d'extraction chimique (coûts variant de 272 à 1 305 \$US.m⁻³), d'oxydo-réduction, de séparation physique, de stabilisation/solidification (coûts allant de 190 à 248 \$US.m⁻³) et de lavage du sol (coûts variant de 70 à 187 \$US.m⁻³) (FRTR, 2016b, FRTR, 2016c).

La stabilisation/solidification implique des réactions chimiques spécifiques qui réduisent la mobilité des contaminants inorganiques et le confinement de ce dernier à travers son emprisonnement dans une structure monolithique (béton) pour limiter son exposition aux mécanismes de lixiviation (Suthersan, 1996). Bien que largement utilisée au niveau industriel, cette méthode présente certains inconvénients tels que la nécessité d'élaboration d'essais de faisabilité étant donné l'hétérogénéité de la contamination présente dans les déchets à disposer, mais surtout, l'importance du volume à gérer à la fin du traitement. De grandes surfaces de disposition sont, en effet, requises pour l'exploitation de ce procédé, ce qui suscite des interrogations liées à la durabilité de cette méthode de traitement et à ses répercussions sur les générations futures (FRTR, 2016a, Mulligan *et al.*, 2001).

Quant à la séparation physique, celle-ci fait appel à différents types de procédés incluant le tamisage, les classificateurs hydrodynamiques, les procédés de concentration gravimétriques (applicables pour des tailles de particules allant de 150 à 3 000 µm), les procédés magnétiques et la flottation (applicable pour des tailles de particules allant de 5 à 500 µm). Ces procédés favorisent l'enlèvement de la contamination par concentration des éléments métalliques dans un volume de sol le plus faible possible et l'obtention d'un sol propre. La valorisation du rejet obtenu ou sa disposition dans des sites de stockage sécurisés sont requises (FRTR, 2016d). Cette technique est

appliquée lorsque la pollution inorganique existe sous forme particulaire, lorsque le métal est adsorbé aux autres particules du sol, lorsque la pollution concerne une tranche granulométrique spécifique ou comme prétraitement pour améliorer les performances du traitement chimique (USEPA, 1995).

1.1.3.1 Séparation magnétique

La technique de séparation magnétique utilise la force générée par un système magnétique pour permettre la répartition des particules selon leurs propriétés magnétiques (Gérard, 1991). En effet, tout matériau placé dans un champ magnétique, engendré par un aimant permanent, un électro-aimant ou un solénoïde, se comporte comme un dipôle magnétique. Il est possible de distinguer des matériaux ferromagnétiques et paramagnétiques de susceptibilités spécifiques positives qui permettent l'augmentation de la densité du flux magnétique. Il existe également des matériaux diamagnétiques, de susceptibilités spécifiques négatives; ceux-ci neutralisent une partie de l'intensité du champ magnétique (Fauduet, 2011). Lors du processus de séparation, la force gravitationnelle (F_g) et la force magnétique (F_m) sont impliquées. Lorsque $F_g < F_m$, les particules sont retenues par l'appareil (Bouchard, 2001). Les performances de la séparation magnétique sont tributaires des caractéristiques magnétiques des métaux lourds à enlever (ferromagnétique/paramagnétique) et du degré de libération des contaminants (Gérard, 1991).

1.1.3.2 Séparation gravimétrique

Comme cité précédemment, l'opération de classification gravimétrique exploite principalement la différence de la MV entre les matériaux qui, doit être supérieure ou égale à 1 g cm^{-3} (à l'exception des liqueurs denses) (Dermont *et al.*, 2008). Certains travaux de séparation par gravité sont présentés dans le [Tableau 1-2](#).

Tableau 1-2 Travaux antérieurs de séparation physique

Source	Contamination par fraction	Équipement et conditions opératoires	Enlèvement (%)	Autres
Munitions d'armes (Laporte-Saumure, 2010)	Fraction (µm) : 53 à 500 [M]^a (mg.kg⁻¹) : Pb : 1 779 à 8 163 Cu : 366 à 885 Zn : 63 à 193	Table à secousses I ^b (°) : NM ^h LS ^c (mm) : NM ^h VS ^d (rpm) : NM ^h QS ^e (g.min ⁻¹) : NM ^h QEA ^f (L.min ⁻¹) : 3,5 QEL ^g (L.min ⁻¹) : 3,5 Autres : Alimentation humide, 70% solides totaux	Pb > 94 Cu > 84 Zn > 69	<ul style="list-style-type: none"> • Seuils législatifs atteints pour la majorité des sols traités ; Pb < D, mais reste problématique • Observations microscopiques : <ul style="list-style-type: none"> ○ Haut degré de libération des contaminants ○ Association entre Pb et Sb ○ Association entre Cu et Zn ○ Contaminants essentiellement sous la forme de carbonates et d'oxydes de Cu, de Pb, de Sb et de Zn ○ Minéralogie : hydrocérusite (Pb₃(CO₃)₂(OH)₂), cérusite (PbCO₃), massicot (or litharge, PbO), anglésite (PbSO₄) et hydroxypyromorphite (Pb₁₀(PO₄)₆(OH)₂). ○ Très rare association de Pb avec Fe
Munitions d'armes (Laporte-Saumure, 2010)	Fraction (µm) : 250 à 1 000 [M]^a (ppm) : Pb : 24 805 Cu : 1 576 Sb : 450 Zn : 146	Table de secousses Idem aux conditions précédentes	Pb : 96 Cu : 91 Sb : 95 Zn : 60	<ul style="list-style-type: none"> • Critères législatifs atteints ; Pb << D mais reste problématique • Observations microscopiques : Idem précédemment
Résidus miniers (sédiments) (Veetil, 2013)	Fraction (µm) : 250 à 2 000 µm [M] (ppm) : Pb : 906 Zn : 127 Cu : 304	Table de secousses I (°) : 20 LS (mm) : NM VS (rpm) : NM QS (g.min ⁻¹) : 200 QEA (L.min ⁻¹) : 3,5 QEL (L.min ⁻¹) : 3,5 Autres : Alimentation humide, 20% solides totaux, deux passages de traitement	Pb : 19 Zn : 24 Cu : 26	
Résidus miniers (sédiments) (Veetil, 2013)	Fraction (µm) : 250 à 2 000 [M]^a (ppm) : Cu : 463 Pb : 160 Zn : 345	Table de secousses I (°) : 20 LS (mm) : NM VS (rpm) : NM QS (g.min ⁻¹) : 200 QEA (L.min ⁻¹) : 3,5 QEL (L.min ⁻¹) : 3,5 Autres : Alimentation humide, 20% solides totaux	Cu : 13 Pb : 26 Zn : 4	

Source	Contamination par fraction	Équipement et conditions opératoires	Enlèvement (%)	Autres
Scories et produits de fonderies issus d'activités métallurgiques (Bisone, 2012)	Fraction (µm) : 250 à 1 000 µm [M]^a (mg.kg⁻¹) : Cu : 540 à 3 030 Zn : 620 à 1 880	Table de secousses I (°) : NM LS (mm) : NM VS (rpm) : 360 QS (g.min ⁻¹) : NM QEA (L.min ⁻¹) : 6 QEL (L.min ⁻¹) : 3,5	Cu : 44 à 68 Zn : 30 à 44	<ul style="list-style-type: none"> Observations microscopiques : <ul style="list-style-type: none"> Petites particules libérées de Cu sous la forme de Cu métallique ou CuS Zn est finement dispersé dans le volume de la particule avec une phase porteuse hétérogène, essentiellement ferrique (contient Cu, Al, Sb)
Résidus d'incinération (Mercier, 2000)	Fraction (µm) : 63 à 850 µm [M]^a (mg.kg⁻¹) : Pb : 865 à 3 497 Cu : 218 à 6 088 Zn : 357 à 2 912 Sn : 100 à 1 047	Table de secousses I (°) : 0,59 à 1,04 LS (mm) : NM VS (rpm) : 500 QS (g.min ⁻¹) : NM QE. (L.min ⁻¹) : minimum QEL (L.min ⁻¹) : minimum Autres : Inclinaison calculée à partir de la pente soit : 1 :55 et 1 :96, alimentation humide, 10 % solide totaux	Pb : 27,5 à 61,2 Cu : 30,6 à 78 Zn : 24,5 à 58,2 Sn : 0 à 73,4	<ul style="list-style-type: none"> Traitement chimique nécessaire pour les sols fortement contaminés Observations microscopiques : <ul style="list-style-type: none"> Pb est généralement en surface Carbonates et oxydes de Sn et de Pb (peu de carbonates de Pb) Pb est lié majoritairement aux silicates et aussi lié au Cu et aux oxydes de Fe Cu sous la forme élémentaire ou sous la forme de carbonates de Cu
Résidus d'incinération (Jobin, 2016)	Fraction (µm) : 250 à 1 000 µm [M]^a (mg.kg⁻¹) : As : 47 ppm Cu : 1 637 Pb : 5 087 Sb : 73 Sn : 1 292 Zn : 3 211	Table de secousses I (°) : 10° LS (mm) : NM VS (rpm) : 500 QS (g.min ⁻¹) : 100 QEA (L.min ⁻¹) : 4 QEL (L.min ⁻¹) : 4	As : 35 Cu : 44 Pb : 69 Sb : 66 Sn : 51 Zn : 37	<ul style="list-style-type: none"> Observations microscopiques : <ul style="list-style-type: none"> La majorité des particules de Pb sont libérées Minéralogie : Pb_aSn_bO_c(CO₃)_d, oxydes de Pb Sn est rarement libéré ou lié au Pb Sn est généralement lié aux oxydes de Fe Cu est sous la forme métallique DRX : Magnétite est le plus important minéral ferreux présent
Résidus d'incinération 90% (Jobin, 2016)	Fraction (µm) : 1 000 à 2 000 [M]^a (mg.kg⁻¹) : As : 43 Cu : 2 053 Pb : 5 893 Sb : 95 Sn : 1 330 Zn : 2 533	Table de secousses I (°) : 10° LS (mm) : NM VS (rpm) : 500 QS (g.min ⁻¹) : 100 QEA (L.min ⁻¹) : 5 QEL (L.min ⁻¹) : 5	As : 57 Cu : 61 Pb : 80 Sb : 75 Sn : 70 Zn : 49	<ul style="list-style-type: none"> Critères législatifs non atteints pour Cu, Pb, Sn et Zn (Sol fortement contaminé) DRX : Magnétite est le plus important minéral ferreux présent
Résidus d'incinération (Jobin, 2016)	Fraction (µm) : 2 000 à 4 000 [M]^a (mg.kg⁻¹) : As : 35 Cu : 1 791 Pb : 2 716 Sb : 39 Sn : 835 Zn : 2 059	Jig Billes de nitrure de silicium avec un diamètre = 5,60 mm et de MV = 3,20 g.cm ⁻³ QE : 2,2 L.min ⁻¹ QS : 50g.min ⁻¹ Fréquence : NM Amplitude : NM Autres : V _{billes} /V _{total} = 15 %	As : 23 Cu : 39 Pb : 47 Sb : 43 Sn : 44 Zn : 17	<ul style="list-style-type: none"> Critères législatifs non atteints pour Cu, Pb, Sn et Zn (Sol fortement contaminés avec > 90% de résidus d'incinération)

Source de la pollution	Contamination par fraction	Équipement et conditions opératoires	Enlèvement (%)	Autres
Munitions d'armes (Laporte-Saumure, 2010)	Fraction (µm) : 500 à 3 000 [M]^a (mg.kg⁻¹) : Pb : 30 867 à 150 457 Cu : 13 531 à 77 937 Sb : 813 à 8 136 Zn : 1 610 à 9 587	Jig Bille de nitrure de silicium (40 g) avec un diamètre = 5,5 mm et de MV = 3,20 g.cm ⁻³ Billes en scier (300 g) avec d= 7,14 mm et MV= 7,90 g.cm ⁻³ QE : 2,5 L.min ⁻¹ QS: NM Fréquence et amplitude : NM Autres : 100 g de sol	Pb : 94 Cu : 98 Sb : 96 Zn : 97	<ul style="list-style-type: none"> • Critères législatifs atteints pour Zn • Critères législatifs globalement atteints pour Cu (excepté un seul sol) • Pb reste problématique (> C et < D)
Munitions d'armes (Laporte-Saumure, 2010)	Fraction (µm) : 1 000 à 4 000 [M]^a (mg.kg⁻¹) : Pb: 108 883 Cu: 68 345 Zn: 8 820	Jig Billes en acier de diamètre (mm) = 4,6 et de MV (g.cm ⁻³) = 7,9 QS: 180 g.min ⁻¹ QE : 10 à 20 L.min ⁻¹ Fréquence (pulsations.min ⁻¹) : 430 Amplitude : NM Autres : temps = 10 à 12 min	Pb: 99 Cu : 99 Zn : 99	<ul style="list-style-type: none"> • Critères législatifs atteints, Pb << D mais reste problématique
Résidus d'incinération (Mercier, 2000)	Fraction (µm) : 850 à 2 000 [M]^a (mg.kg⁻¹) : Pb: 1 386 à 2 894 Cu: 154 à 11 088 Zn : 747 à 2 512 Sn : 167 à 947	Jig Billes en nitrure de silicium (419 g) avec MV = 3,20 g.cm ⁻³ Billes en acier (536 g) avec MV = 7,90 g.cm ⁻³ QE : 1,5 L.min ⁻¹ QS : 53-69 g.min ⁻¹ Fréquence : 425 pulsations. min ⁻¹ Amplitude : 7,1 mm	Pb : 47,1 à 82,7 Cu : 22,7 à 89,0 Sn : 2,7 à 73,8 Zn : 0,0 à 53,7	<ul style="list-style-type: none"> • Grandement efficace • Cu reste problématique dans certains sols ([Cu] > C; procédé chimique nécessaire) • Observations microscopiques : <ul style="list-style-type: none"> ○ Pb en surface ou dans le volume de la particule ○ 9% de la surface des particules est occupée par le Pb mais la PP est lourde (oxyde de Fe) ○ Pb lié surtout aux silicates mais aussi au FeO

^a [M]= Concentration en métaux. ^b I= Inclinaison. ^c LS= Longueur de la course. ^d VS= Vitesse de la course. ^e QS= Débit du solide. ^f QEA= Débit d'eau d'appoint. ^g QEL= Débit d'Eau de lavage. ^h NM= Non mentionné

Le **jig** permet de traiter une large gamme de tailles des particules comprises entre 100 et 10 000 μm . Le lit des particules est soumis à un mouvement sinusoïdal permettant la formation d'une couche de sol caractérisée par une MV faible et une autre, en dessous de la première, caractérisée par une MV élevée. L'action combinée de la pulsion et de la dilatation du sol engendre ce type de stratification. L'accélération différentielle, la sédimentation entravée et la stratification assistée sont les mécanismes fondamentaux du fonctionnement de cet équipement (Figure 1-1). Les paramètres opératoires influençant les performances de séparation sont la forme des particules, le pourcentage de solides, le débit d'eau, l'amplitude et la fréquence des cycles de pulsion/succion (Bouchard, 2001).

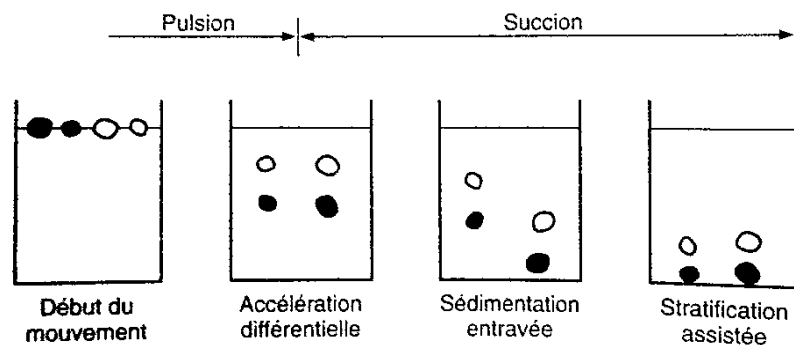


Figure 1-1 Mécanismes impliqués dans la séparation des particules denses par le jig (Bouchard, 2001)

La **table à secousses** permet une séparation des particules contaminées ayant des tailles de particules comprises entre 75 et 3 000 μm suivant le principe de percolation interstitielle à travers une nappe de particules en mouvement. L'inclinaison de la table et les secousses permettent l'obtention d'une strate supérieure composée de particules de faible MV, d'une strate inférieure composée de particules de MV élevée et d'une strate intermédiaire composée de particules mixtes. Les grandeurs physiques impliquées sont la poussée du liquide sur la particule, la force d'Archimède et la force de friction (Figure 1-2). Comme le cas du jig, la sphéricité des matériaux à séparer joue un rôle important sur les performances de l'opération de séparation (Bouchard, 2001,

Jobin *et al.*, 2015). Les principaux paramètres opératoires importants à contrôler sont le pourcentage de solides (pulpe), le débit d'eau, l'inclinaison de la table, l'amplitude et la fréquence de secousses (Bouchard, 2001, Gosselin *et al.*, 1999, Jordão *et al.*, 2016, Tripathy *et al.*, 2012, Youssef *et al.*, 2009). Le degré de libération des particules métalliques est un critère hautement important dans l'efficacité d'une méthode de séparation gravimétrique. Les particules libérées sont caractérisées par une seule composition chimique et représentées ainsi par un seul minéral. Les particules non libérées ou mixtes sont représentées par le minéral utile (le contaminant) et des minéraux de gangue (phases porteuses du contaminant) (Bouchard, 2001).

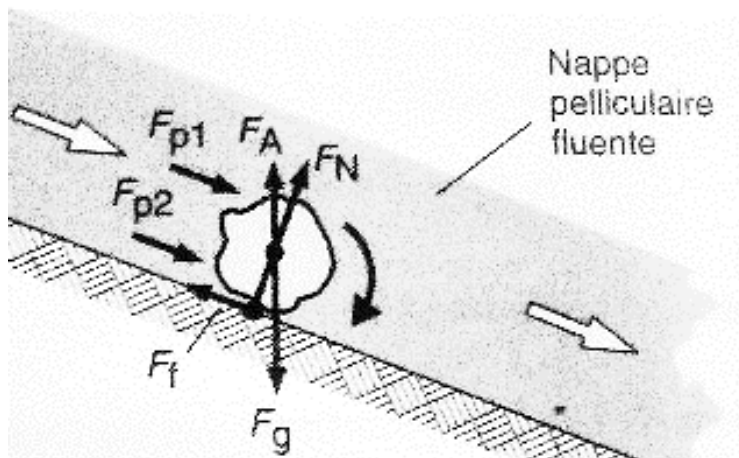


Figure 1-2 Mécanismes physiques impliqués dans la séparation d'une particule dense par la table à secousses, f_p = poussée du liquide sur la particule, f_a = poussée d'Archimède, F_n = force normale, F_f = force de frottement, F_g = force gravitationnelle (Bouchard, 2001)

L'**attrition** joue un rôle clé pour traiter une partie de la contamination inorganique et maximiser la performance des méthodes de séparation physique à travers la libération des contaminants métalliques emprisonnés dans les agrégats (Bisone *et al.*, 2013, Dermont *et al.*, 2008, Gosselin *et al.*, 1999, Jobin *et al.*, 2015, Veetil *et al.*, 2014). L'attrition consiste en une agitation à forte vitesse qui permet l'éclatement des agrégats et l'enlèvement de la couche d'oxydation qui enrobe les graines du sol (Marino *et al.*, 1997, Neil *et al.*, 1999, Stražičar *et al.*, 1999). Jobin *et al.* (2015) ont mis en évidence que l'attrition permet d'améliorer la sphéricité des particules, effet apprécié pour le traitement gravimétrique.

1.1.3.3 Efficacité des procédés de traitement physique

L'efficacité des procédés de traitement des sols contaminés est tributaire des propriétés physiques et minéralogiques de la contamination ainsi que de la concentration initiale de celle-ci dans le sol. Entre autre, une bonne gestion des équipements et un choix adéquat des conditions de traitement sont indispensables à la réussite du traitement. La prédiction de l'enlèvement de la contamination contribue à la réduction des coûts des méthodes physiques de remédiation à travers l'allègement des efforts demandés en phase de prétraitement des sols inconnus n'ayant jamais bénéficié d'un traitement dans le passé (Mercier, 2000, Mercier *et al.*, 2001). La prédiction se base en grande partie sur la collecte et l'exploitation d'un maximum de renseignements sur la contamination étudiée à cause de l'hétérogénéité de celle-ci au sein d'un même sol ou en passant d'un sol à un autre et la variabilité de sa distribution dans les différentes fractions granulométriques, sa variabilité physico-chimique et sa variabilité minéralogique. Les outils de caractérisation de la contamination inorganique et les méthodes de prédiction de l'efficacité du traitement physique sont cités comme suit :

- Les **liqueurs denses** sont des outils de caractérisation densimétrique et présentent la méthode de séparation gravimétrique la plus efficace et la plus précise des contaminants inorganiques. Le concept de cette technologie repose sur la séparation des particules de sols plongées dans un liquide, de MV connue, en une fraction de MV supérieure et/ou inférieure à celle du liquide. Des solutions organiques sont utilisées à l'échelle laboratoire (dibromométhane, $2,49 \text{ g.cm}^{-3}$; diiodométhane, $3,33 \text{ g cm}^{-3}$, etc.) et des suspensions aqueuses sont utilisées à l'échelle industrielle (magnétite, ferrosilicium, etc.) (Fauduet, 2011). La force gravitationnelle et la force d'Archimède sont les principales grandeurs physiques intervenant dans l'opération de séparation (Bouchard, 2001, Houot *et al.*, 1991) ;
- Le calcul du **critère de concentration (CC)** détermine l'applicabilité d'une technologie donnée et permet de prédire le degré de difficulté rencontré lors du traitement en fonction de la granulométrie de l'échantillon à traiter ([Chapitre 4, Section 4.1](#)) (USEPA, 1995) ;
- La **microscopie électronique**, associée à la **spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie**, génère des informations sur la minéralogie approximative, la taille de la contamination métallique et son degré de libération par rapport à sa phase porteuse (PP). La libération totale et moyenne du métal autorise l'application des procédés gravimétriques. La nature et la MV

de la phase porteuse sont en mesure de favoriser ou non la séparation de la particule (Dermont *et al.*, 2008, Duchesne *et al.*, 2003, Grobler *et al.*, 2011). Duchesne *et al.* (2003) ont établi un modèle de référence de caractérisation minéralogique des sols contaminés par le Pb à travers les différentes micrographies de ce métal. Ce modèle permet de prédire l'orientation générale du Pb lors d'une séparation physique. D'après ces auteurs, la présence de particules de Pb parfaitement libérées ou attachées à une PP composée de Fe ou de Cu favorise l'enlèvement par gravimétrie. Cependant, une PP silicatée qui occupe majoritairement le volume des grains peut limiter l'efficacité de la séparation par gravimétrie (Figure 1-3) (Mercier, 2000).

- **L'analyse statistique** des différentes informations collectées permet de renforcer la démarche de prévision et de déceler des équations simples et utiles pour la procédure de décontamination. Dans le cas d'application de procédés minéralurgiques, Mercier (2000) a exploité les différentes données chimiques, physiques et minéralogiques des métaux et a établi des régressions linéaires permettant de prédire l'enlèvement du Cu, du Pb, du Sn et du Zn. L'étude de diverses corrélations a permis de mettre en évidence les paramètres majeurs influençant le rendement d'enlèvement des métaux. Par exemple, le pourcentage d'apparition du Pb sous forme de carbonates et/ou d'oxydes permet de prédire son enlèvement avec la table à secousses. Entre autre, des corrélations entre l'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn et l'enlèvement du Fe par la table à secousses ont été trouvées. Les concentrations initiales en métaux sont des estimateurs primordiaux de leur taux d'enlèvement.

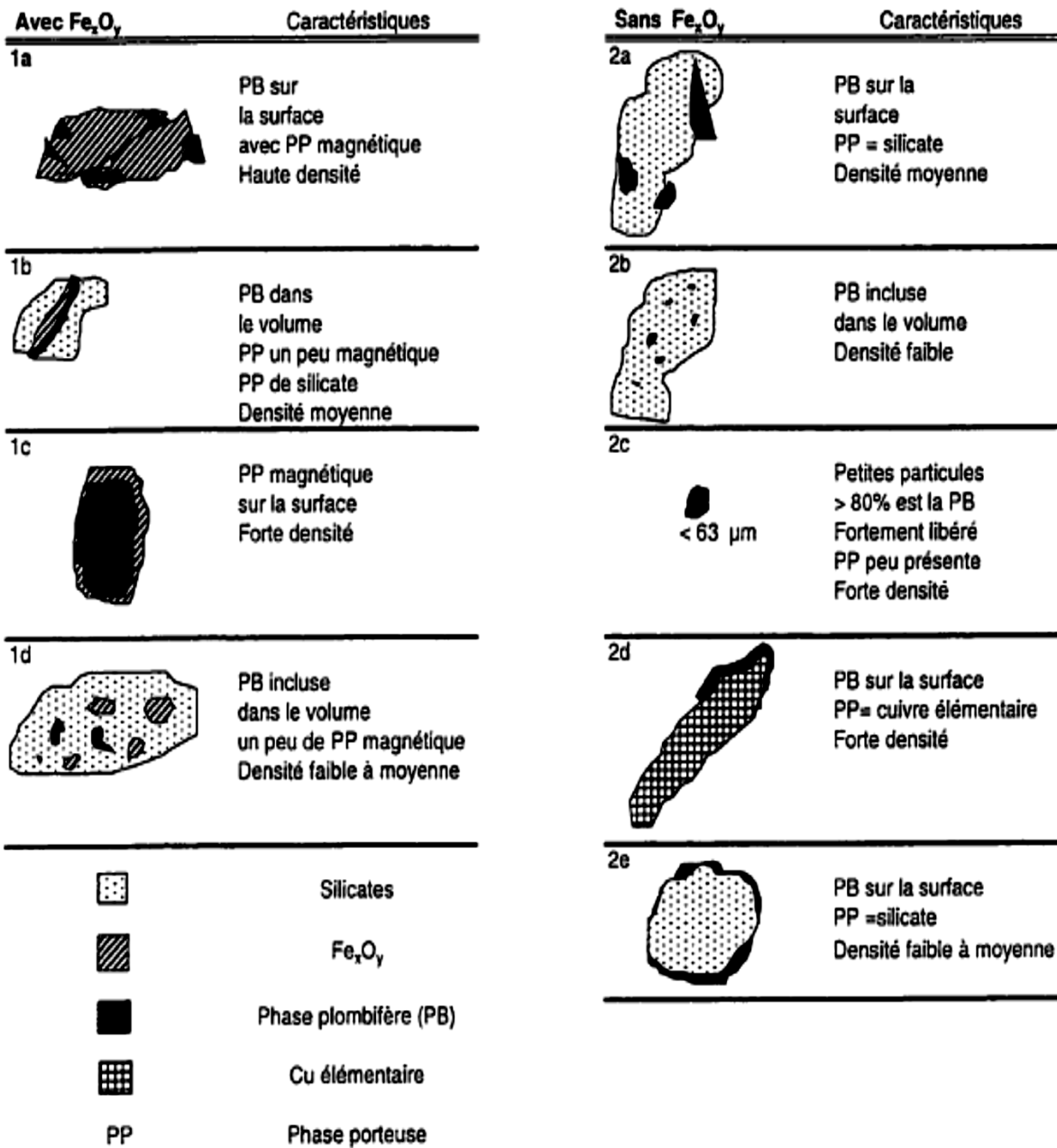


Figure 1-3 Modèle de caractérisation minéralogique des particules de Pb (Duchesne *et al.*, 2003)

1.2 Hypothèse, originalité et objectifs de recherche

L'**hypothèse** de ce projet de recherche est, qu'il est possible de développer des outils de prédiction et d'aide à la décision concernant les performances des procédés physiques de traitement des sols contaminés par des métaux lourds. Spécifiquement, un modèle de prévision, basé sur la caractérisation densimétrique de la contamination inorganique et sur l'étude des variables d'un appareil de séparation gravimétrique sélectionné (table à secousses dans le cas de cette étude), pourrait être élaboré afin de prédire l'efficacité et les limites d'enlèvement des contaminants inorganiques présents dans des sols moyennement pollués par des cendres d'incinération. Par ailleurs, ce travail de recherche repose sur l'hypothèse qu'il est possible de mettre en place une stratégie d'optimisation simple, unique et efficace du fonctionnement des appareils de séparation gravimétrique (table à secousses et jig) à travers l'exploitation du modèle de prévision élaboré et l'exploitation des données de caractérisation pour le traitement de cas variés des sols aux prises avec les métaux lourds. Si l'hypothèse s'avère exacte, une meilleure gestion des outils de séparation physique pourrait être accomplie permettant de réduire le nombre d'«essais-erreur» et une filière générale de traitement physique de sols contaminés par des métaux serait proposée pour réduire le coût de réhabilitation.

Au cours de ces dernières années, certains procédés physiques et chimiques ont été développés afin de décontaminer efficacement les sols aux prises avec une contamination inorganique. Cependant, ces procédés sont peu utilisés à une échelle industrielle en raison de l'hétérogénéité de la contamination et du manque de connaissances liées aux performances des procédés en fonction de la nature du sol et du niveau de contamination. Par ailleurs, l'étape d'optimisation est souvent basée sur des expériences aléatoires et est lente. L'étude de l'influence des paramètres opératoires des procédés physiques (table à secousses) sur les performances d'enlèvement des contaminants et l'exploitation d'outils de prédiction consistant en une caractérisation approfondie de la contamination en question pour mettre en place une méthodologie d'optimisation, permettraient d'adapter au mieux la filière de traitement pour traiter différents types de sites contaminés.

L'**originalité** consiste à développer des outils de prédiction permettant de relier les conditions opératoires d'une méthode de traitement physique sélectionnée (table de secousse) et les performances d'enlèvement des contaminants inorganiques présents dans un sol contaminé par des résidus d'incinération. La mise en place de régressions permet, alors, une compréhension

mathématique et scientifique du fonctionnement de la table à secousses permettant d'alléger le travail requis pour l'optimisation du traitement d'autres types de matrices contaminées. En outre, les données de caractérisation, exploitées comme outils de prédiction, sont utilisées pour établir une stratégie simple d'optimisation de la table à secousses et du jig, applicable à une variété de matrices contaminées et permettant de définir la limite maximale du traitement.

Par conséquent, l'**objectif principal** est de développer des méthodes de prédiction de l'efficacité du traitement des procédés de séparation gravimétrique permettant un maximum d'enlèvement de métaux lourds de sols présentant des niveaux et des types de contamination variables.

Les **objectifs spécifiques** de ce projet de recherche sont :

- **La caractérisation exhaustive des différents types de sols à étudier**
 - Caractérisation physico-chimique des différents sols contaminés (granulochimie et caractéristiques physiques) ;
 - Détermination de la composition minéralogique des particules contaminées, calcul des MV moyennes de celles-ci et des critères de concentration (CC) correspondant.

Les données de caractérisation seraient utiles pour la prédiction de la faisabilité et de l'efficacité maximale des outils de séparation gravimétrique. Par ailleurs, ces données permettraient une prédiction qualitative des scénarios éventuellement rencontrés lors de l'application d'une force gravimétrique sur une particule contaminée.

- **L'étude des performances des procédés de traitement physique**
 - Mise en place de modèles mathématiques de prédiction des performances de la table à secousses et de l'efficacité maximale de traitement pour décontaminer un sol moyennement contaminé par des cendres d'incinération ;
 - Établissement de méthodologie d'optimisation du traitement par la table à secousses et par le jig de différentes matrices présentant des niveaux variés de contamination par des cendres d'incinération et par des résidus métallurgiques. La méthodologie d'optimisation est basée sur l'exploitation d'un modèle préétabli et des outils de prédiction faisant appel à une caractérisation densimétrique.
- **La mise en place d'une filière générale de traitement physique pour séparer une partie de la contamination inorganique des sols contaminés par des cendres d'incinération et de résidus métallurgiques**

La méthodologie suivie pour l'atteinte de ces objectifs de recherche est illustrée aux [Figures 1-4 à 1-6](#).

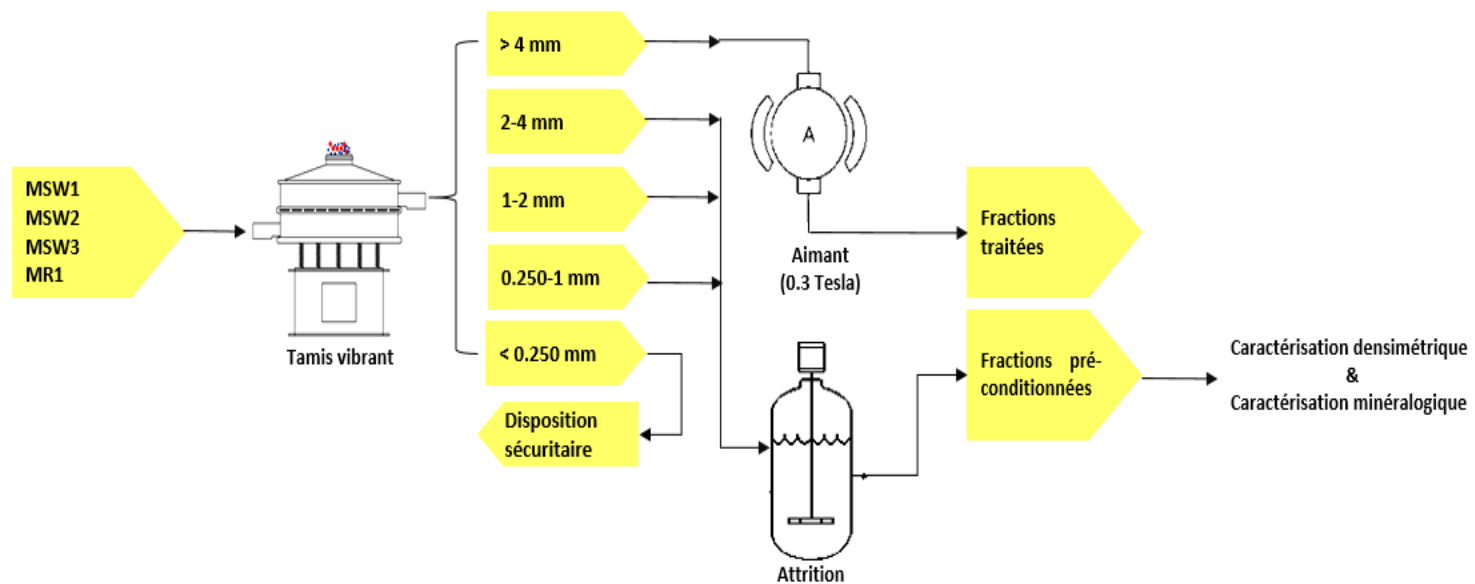


Figure 1-4 Schéma de la filière de prétraitement des sols contaminés par des cendres d'incinérateurs et des résidus métallurgiques

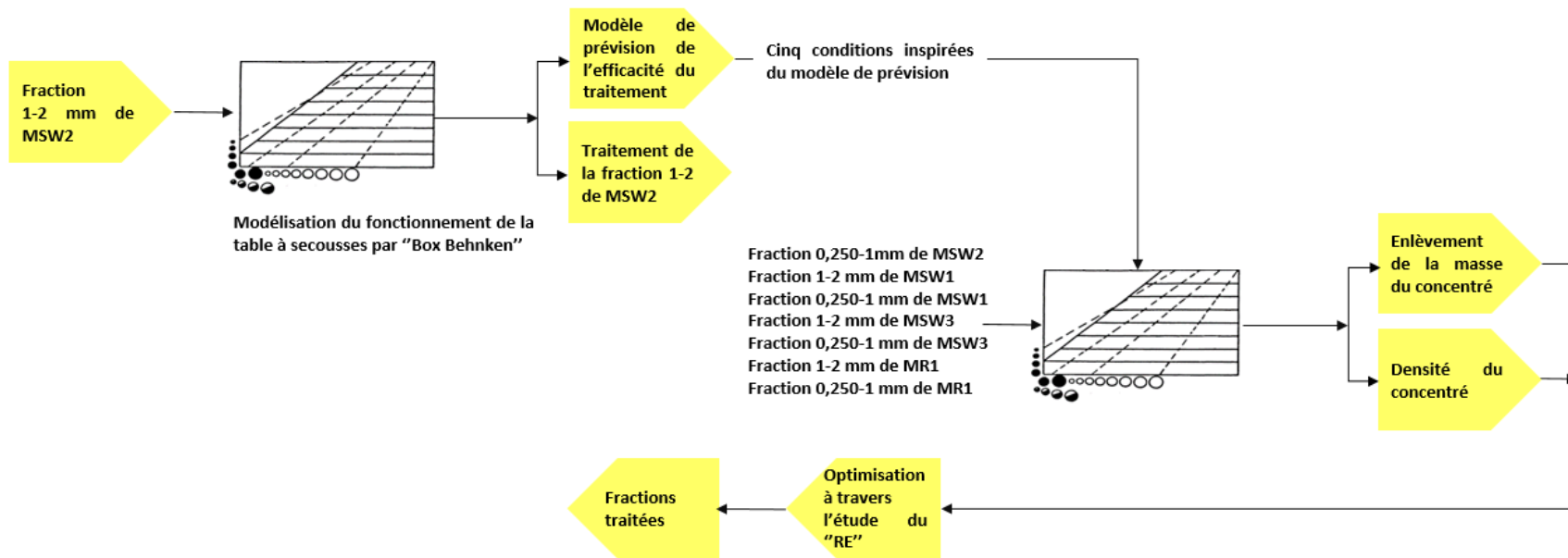


Figure 1-5 Schéma de la méthodologie suivie pour développer un modèle prédictif et optimiser les performances de traitement de la fraction 0,250-2 mm par la table à secousses

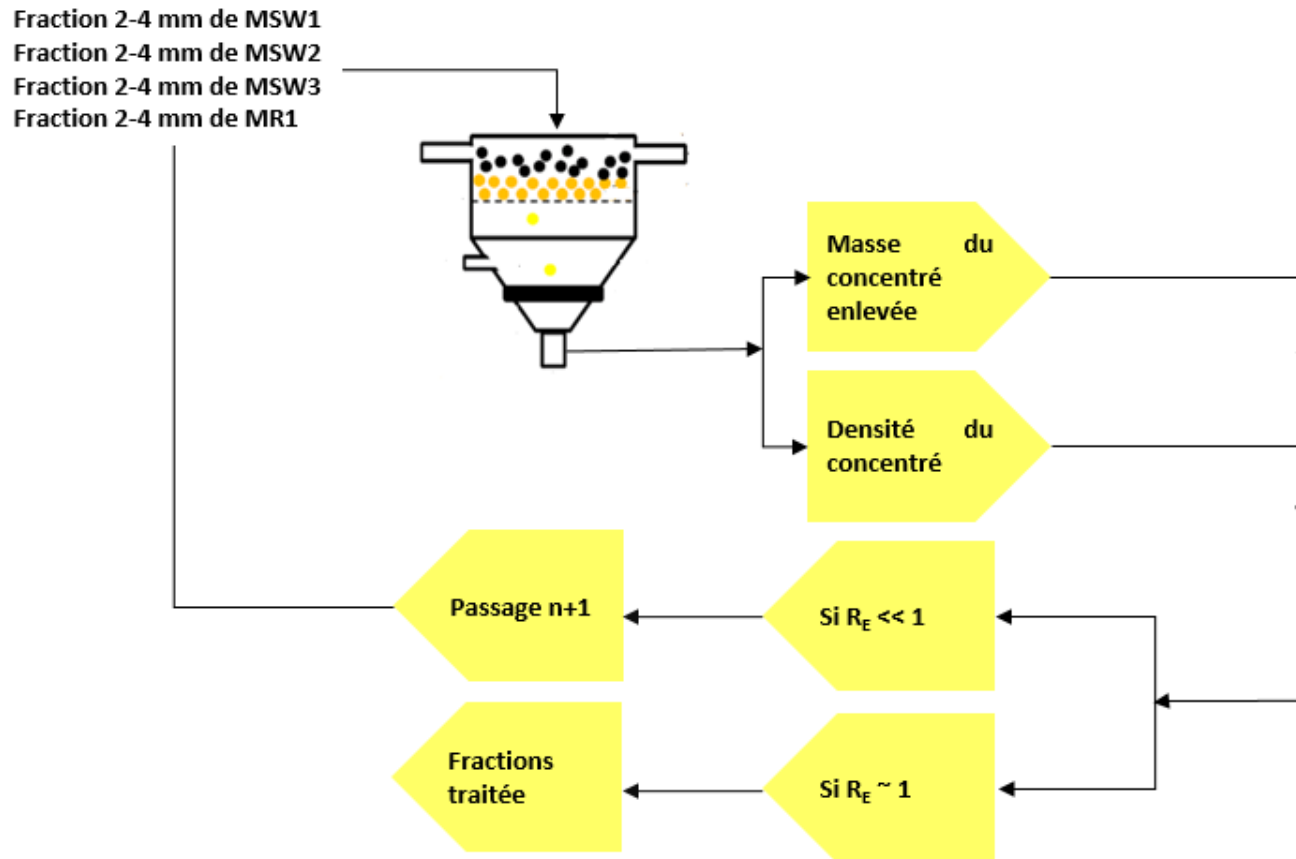


Figure 1-6 Schéma de la méthodologie suivie pour optimiser les performances de traitement de la fraction 2-4 mm par le jig en se basant sur les outils de prédiction (R_E : Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré, [Equation 1-1](#))

1.3 Démarche méthodologique

1.3.1 Conditionnement et analyse granulo-chimique des échantillons des sols

Quatre sols présentant des sources et des niveaux variés de contamination inorganique ont été sélectionnés pour la conduite des essais de séparation physique. Les échantillons des sols ont été collectés à une profondeur qui ne dépasse pas 200 cm. Les trois premiers sols ont été échantillonnés dans le secteur de Pointe-aux-Lièvres, sur le site Cardinal Maurice Roy (Québec, Canada). La pollution de ces sols est principalement liée à l'activité passée de deux incinérateurs entre 1939 et 1970. Au cours des années 70, le site servait également de dépotoir à neige et de déchets de nature hétérogène (matériaux secs, déchets domestiques et industriels) (Mercier, 2000). Selon la caractérisation primaire, ces sols sont faiblement (MSW1), moyennement (MSW2) et fortement (MSW3) contaminés par des métaux lourds (Ba, Cu, Pb, Sn et Zn). Le quatrième sol MR1 a été échantillonné sur le site Cintube-Stelfill du Parc Canal Lachine à Montréal (Canada). Ce site a connu un essor industriel au milieu du 19^{ème} siècle. Une cascade de plus de 600 industries comprenant des industries métallurgiques (fonderie, production de fer et d'acier) occupaient le terrain (GC, 2018b). Par conséquent, les échantillons de sol collectés sur ce site sont caractérisés par la présence massive de déchets métallurgiques et de scories.

Le pré-traitement des sols étudiés a consisté en une étape de dégrossissage suivie d'un tri granulométrique avec un tamis vibrant de type Sweco™ de 75 cm de diamètre. Les fractions supérieures à 4 mm, de 2 à 4 mm, de 1 à 2 mm, de 0,250 à 1 mm et inférieures à 0,250 mm ont été collectées séparément. Les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 ont subi une attrition selon les conditions proposées par Mouton (2008), à savoir, une vitesse d'agitation de 1 500 rpm pendant 10 min, avec un pourcentage en solides totaux fixé à 30%. Les teneurs en contaminants présents dans les différentes fractions du sol et dans les produits d'attrition (boues d'attrition) ont été déterminées par spectrophotométrie d'émission atomique couplée à un plasma induit (ICP-AES) en utilisant un appareil de type Varian et ce, après une étape de minéralisation des échantillons de sol suivant le protocole *aqua regia* method (MA. 100 – Lix.com.1.1) (CEAEQ, 2010). Des échantillons certifiés SC0063618, LKSD-2 et LKSD-4 ont permis de suivre la traçabilité de la méthode de minéralisation.

1.3.2 Caractérisation densimétrique par les liqueurs denses en présence de tétrabromoéthane

Dans le but de vérifier l'utilité d'appliquer une méthode de séparation gravimétrique sur les sols échantillonnés, de prédire l'efficacité des outils de traitement sélectionnés (table à secousses et jig) et d'optimiser leurs modes opératoires correspondant, les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm, traitées par attrition, ont subi une séparation gravimétrique en présence de tétrabromoéthane [TBE – C₂H₂B₄, MV vérifiée = 2,89 g.cm⁻³]. Près de 200 g de la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 ont été échantillonnés à l'aide d'un riffleur puis traités pendant 30 min dans une ampoule de décantation en présence d'une solution de TBE. Pour les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm, 100 g ont été échantillonnés à l'aide d'un riffleur et traités similairement à la fraction 2-4 mm en présence d'une solution de TBE. Cette première étape permet de séparer les particules du sol ayant une MV supérieure ou inférieure à 2,89 g.cm⁻³.

Tous les produits de séparation obtenus ont été analysés chimiquement par ICP-AES. Les résultats de ces essais ont par ailleurs été exploités et comparés aux résultats des outils de traitement gravimétrique pour faire des calculs d'efficacité d'enlèvement de la masse du concentré (R_E) (Équation 1-1) et d'enlèvement du métal « M » ($R_M(M)$) (Équations 1-2).

Équation 1-1 Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré

$$R_E = \frac{\text{Taux d'enlèvement}^a \text{ de la masse du concentré par le jig ou la table à secousses}}{\text{Taux d'enlèvement}^a \text{ de la masse du concentré par la liqueur dense}}$$

Équation 1-2 Efficacité d'enlèvement du métal « M »

$$R_M = \frac{\text{Taux d'enlèvement}^a \text{ du métal "M" par le jig ou la table à secousses}}{\text{Taux d'enlèvement}^a \text{ du métal "M" par la liqueur dense}}$$

^a Les taux d'enlèvement sont calculés à partir des bilans massiques.

1.3.2.1 Caractérisation minéralogique

Afin d'examiner les phases constitutives des particules contaminées et de déterminer les minéralogies approximatives des contaminants inorganiques, des échantillons à surfaces polies ont été préparés dans un laboratoire spécialisé. Les grains du sol, parfaitement secs, ont été sélectionnés, montés sur une plaque de verre (50 x 75 mm), coulés dans une pastille d'époxyde pour y être meulés et polis. Ces grains ont été échantillonnés à partir des concentrés métalliques récupérés des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération et du sol contaminé par des résidus métallurgiques. Les concentrés métalliques sont le produit de séparation gravimétrique en présence de TBE. Avant de procéder à l'observation microscopique, la surface des échantillons a été pulvérisée d'or afin de lui conférer une conductivité électrique nécessaire à l'analyse (SPITTM - *sputter coater module*). L'analyse élémentaire des surfaces explorées a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB - Carl Zeiss, modèle EVO®50) équipé d'un spectromètre des rayons X (Oxford Instrument, INCAx-sight EDS Detectors). Au cours de l'observation, le voltage d'accélération des électrons et le courant de la sonde étaient maintenus à 20 Kv et 100 µA, respectivement. Pour chaque particule détectée, la surface totale a été notée. La composition chimique et la surface de la phase contaminée et de la phase porteuse de la contamination ont été déterminées. Les différents paramètres notés ont permis d'effectuer des estimations minéralogiques des phases identifiées, d'estimer la MV moyenne des particules contaminées (Équation 1-3) et de calculer les critères de concentration correspondant (Section 4.3, Chapitre 4). La valeur de ce dernier a permis de juger de la pertinence d'exploiter les propriétés gravimétriques des particules pour traiter les fractions contaminées des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1.

Équation 1-3 MV moyenne d'une particule contaminée 'P'

$$MV (g.cm^{-3}) = \frac{S_1}{S_T} * MV_{P1} + \frac{S_2}{S_T} * MV_{P2} + \dots + \frac{S_n}{S_T} * MV_{Pn}$$

Avec, S_n = Surface élémentaire de la phase minéralogique identifiée dans la particule P, S_T = Surface totale de la particule P et MV = Masse volumique (exprimée en $g.cm^{-3}$).

1.3.2.2 Lavage à l'eau et extraction du matériel ferromagnétique

Afin d'extraire le matériel ferri/ferromagnétique des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, 4 kg de la fraction > 12 mm et 3 kg de la fraction 4-12 mm ont été échantillonnés aléatoirement. Ces fractions ont été préalablement lavées abondamment avec un jet d'eau pour enlever les contaminants adsorbés sur les particules fines et s'affranchir en partie de l'hétérogénéité de la fraction grossière. La fraction grossière a été exposée au faible champs magnétique d'un aimant permanent composé de néodyme (intensité du champs ~ 0,3 Tesla). Par la suite, la masse récupérée de la fraction non magnétique a été concassée à l'aide d'un concasseur à mâchoires de la marque Fritsch (model Pulverisette 1) et analysée par ICP-AES afin d'évaluer une éventuelle diminution de la concentration des contaminants métalliques.

1.3.3 Optimisation du fonctionnement de la table à secousses

Dans le but de maximiser la séparation des métaux lourds des fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des différents sols étudiés, deux approches d'optimisation ont été adoptées à savoir, une approche par modélisation mathématique du fonctionnement de la table à secousses et une approche par utilisation d'expériences aléatoires dirigées. La deuxième approche se base principalement sur l'utilisation de conditions présélectionnées et sur de simples comparaisons des résultats de séparation de la masse du concentré métallique par la table à secousses avec ceux issus de la séparation de la masse du concentré métallique par le TBE.

1.3.3.1 Approche d'optimisation par modélisation mathématique du fonctionnement de la table à secousses

Un plan d'expériences en surface de réponses de type Box-Behnken a été utilisé pour répondre aux objectifs d'optimisation des paramètres opératoires de la table à secousses et pour la mise en place d'un modèle empirique qui permet d'exprimer l'efficacité d'enlèvement du concentré métallique, l'efficacité d'enlèvement des métaux et la MV du concentré, en fonction des différents paramètres opératoires étudiés. D'une manière générale, le modèle mathématique généré est un polynôme de second degré qui met en évidence les relations linéaires et quadratiques entre les variables aléatoires impliquées ([Section 2.4.3, Chapitre 2](#)). Le manque d'ajustement et l'erreur expérimentale sont analysés et assurent une expression réelle de la réponse (Goupy *et al.*, 2006). Une table à secousses Outokumpu Technology (modèle 13A-SA), équipée d'un pont de table de 1,02 m de long et de 0,46 m de large, a été utilisée pour le déroulement des essais. Le solide sec a

été alimenté par un convoyeur à vitesse réglable. Six paramètres sont impliqués dans le processus de séparation, à savoir, le débit d'eau d'appoint, le débit d'eau de lavage, l'angle d'inclinaison, la longueur de la course, la vitesse de la course et le débit de solide. Les essais préliminaires ont permis de hiérarchiser les facteurs impliqués et de réduire le nombre de variables d'entrée menant à des simplifications du plan expérimental. Le débit de solide a été ainsi fixé à $100 \text{ g}\cdot\text{min}^{-1}$ pour la totalité des expériences. Comme le débit d'eau d'appoint et le débit d'eau de lavage ne sont pas des paramètres indépendants, le débit d'eau d'appoint a été fixé à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ durant toute l'étude. Quatre facteurs (débit d'eau de lavage, angle d'inclinaison, longueur de la course, vitesse de la course) ont été retenus, conduisant à un plan expérimental composé de 29 expériences dont cinq points sont réalisés au centre du domaine pour l'estimation de l'erreur aléatoire. Par ailleurs, pour réaliser ces différents essais, 14 kg de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 (pré-conditionné par attrition) ont été riflés et partagés en 29 échantillons représentatifs, de 400 g chacun. Pour chaque variable impliquée dans le processus de séparation gravimétrique, le domaine d'étude a été défini. Celui-ci s'étale de 8 à 14° pour l'angle d'inclinaison, de 4 à $8 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ pour le débit d'eau de lavage, de 11 à 14 mm pour la longueur de la course et de 300 à $500 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ pour la vitesse de la course.

Suite aux expériences et à l'analyse statistique du modèle établi, des essais de validation ont été conduits en triplicata sous les conditions optimales prédites soient, un angle d'inclinaison de $10,5^\circ$, une longueur de la course de 11 mm , une fréquence de la course de $432 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $6 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.

Les quantités de sol récoltées dans les différentes zones de la table (E1, E2, E3, E4 et E5, E6, E7) (Figure 2-1, Section 2.4.3, Chapitre 2) ont été pesées. Les MV ont été mesurées à l'aide d'un pycnomètre (Accupyc 1330, Micromeritics) et les concentrations en métaux lourds ont été déterminées par ICP-AES. En tenant compte que, E4, E5, E6 et E7, représentent les zones de concentration, les rendements massiques d'enlèvement du concentré métallique et d'enlèvement des métaux ont été calculés. L'efficacité de la masse du rejet métallique obtenue (R_E) et l'efficacité d'enlèvement des métaux (R_M) ont également été déterminées.

1.3.3.2 Approche d'optimisation de la table à secousses par expériences aléatoires dirigées et exploitation des outils de prédiction

Les essais de la séparation des métaux lourds de la fraction 0,250-1 mm du sol MSW2 et des fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW3 et MR1 ont été dirigés à travers cinq conditions inspirées des modèles mathématiques préétablis. Les conditions sont caractérisées par l'application de niveaux de forces différents sur les particules 1-2 mm du sol MSW2, permettant un enlèvement graduel de la masse des particules lourdes. Durant la totalité des expériences, le débit du solide et le débit d'eau d'appoint ont été fixés à $100 \text{ g}\cdot\text{min}^{-1}$ et $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, respectivement.

- La condition 1 présente une inclinaison de 12° , une longueur de la course de 12 mm, une fréquence de la course de $375 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $5,5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
- La condition 2 présente une inclinaison de 11° , une longueur de la course de 11 mm, une fréquence de la course de $300 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $6 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
- La condition 3 est caractérisée par une inclinaison de $10,5^\circ$, une longueur de la course de 11 mm, une fréquence de la course de $432 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $6 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
- La condition 4 présente une inclinaison de 11° , une longueur de la course de 11 mm, une fréquence de la course de $352 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
- Et, la condition 5 présente une inclinaison de 11° , une longueur de la course de 12,5 mm, une fréquence de la course de $300 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ et un débit d'eau de lavage de $4 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.

Les masses de sol récoltées à chaque sortie de la table à secousses (E1 à E7) ont été pesées et les MV ont été mesurées. Par la suite, l'optimisation a été réalisée en trois étapes :

- La localisation des zones de concentration. En effet, pour chaque échantillon traité et pour chaque condition, les zones de concentration ont été identifiées par l'opérateur à travers l'examen de la MV des particules du sol. Par conséquent, une $MV > 2,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ du sol récupéré dans les collecteurs de la table à secousses a servi d'indicateur d'une zone de concentration donnée au niveau de l'appareil ;
- L'exploitation de la valeur du ratio R_E permettant de comparer l'enlèvement de la masse du concentré métallique par la table à secousses avec celui obtenu par le TBE ;
- La sélection de la condition optimale caractérisée par une MV du concentré métallique $> 2,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ et un R_E proche de 1. Uniquement pour cette condition, les masses traitées du

sol ont été analysées chimiquement dans le but de vérifier la fiabilité des outils de prédiction (R_E et MV) et de valider le protocole d'optimisation.

1.3.4 Optimisation du fonctionnement du jig

Un jig de laboratoire de la marque Denver présentant un volume de chambre de traitement de 140 cm^3 a été utilisé pour concentrer les métaux présents dans la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1. En se basant sur la documentation consultée et sur une série d'essais préliminaires, le débit du solide, le débit d'eau et la masse du lit des billes (billes de nitriles SiN_4 ; diamètre = 5,6 mm ; $MV = 3,2 \text{ g.cm}^{-3}$) ont été ajustés à 100 g.min^{-1} , $3,5 \text{ L.min}^{-1}$ et 15 g, respectivement. Pour chaque sol étudié, 800 g de la fraction 2-4 mm (pré-conditionnée par une attrition) ont alimenté le jig à l'aide d'un convoyeur à vitesse réglable. À la fin de chaque passage à travers l'appareil, la masse du concentré récupérée et sa MV ont été notées. Afin de répondre à l'objectif de traitement, l'opérateur s'est basé sur les résultats de séparation avec la liqueur dense pour définir le nombre de passages requis. Comme décrit dans l'approche d'optimisation de la table à secousses, le ratio R_E a permis de comparer la masse cumulative du concentré séparée après n passages à travers l'appareil et la masse du concentré séparée par la liqueur dense. La fin du traitement a été marquée par une valeur de R_E proche de 1 et une MV du concentré maintenue élevée ($> 2,9 \text{ g.cm}^{-3}$). À ce stade, la fraction traitée du sol a été analysée à des fins de validation du protocole d'optimisation du jig et de détermination de l'efficacité maximale de séparation des métaux atteinte par l'appareil (R_M).

1.3.5 Étude technico-économique

Le sol MSW2, moyennement contaminé par des résidus d'incinération a été sélectionné afin de fournir un exemple d'estimé du coût, valide dans un contexte canadien, de la filière de traitement physique proposée. Le schéma de traitement comprend le tamisage humide des sols (Enlèvement de la fraction $< 0,250 \text{ mm}$, séparation du sol en différentes fractions et séparation des boues d'attrition), la séparation magnétique (fraction $> 4 \text{ mm}$) et la séparation gravimétrique par la table à secousses ($0,250\text{-}2 \text{ mm}$) et par le jig ($2\text{-}4 \text{ mm}$). Les intrants comprenant la matrice du sol contaminée par les métaux lourds et les eaux de procédé et les extrants renferment la matrice du sol traitée, les sous-produits de traitement (concentré métallique valorisable et boue d'attrition) et les effluents finaux (eau), ont permis l'établissement des bilans massiques et volumiques. En vue d'une simulation du réel industriel, les étapes de décantation, de la séparation solide-liquide et de

recirculation de l'eau ont été considérées. L'étude économique tient compte des paramètres de marché et des paramètres d'exploitation. La capacité de traitement de l'usine a ainsi été fixée à 240 tonnes sèches*jour⁻¹. Le traitement s'étale sur une période d'un an (350 jours) où l'usine est en opération 24 h*jour⁻¹. Considérant un facteur d'efficacité de 90% et un facteur de sécurité sur le dimensionnement des équipements de 20%, le total traité du sol est de 75 600 tonnes sèche*an⁻¹. L'étude économique considère également les paramètres de capitalisation (amortissement, durée de vie des équipements, coûts directs liés aux équipements et coûts indirects liés à l'ingénierie et à la supervision) et les coûts d'opération. Ces derniers renferment le coût de la main d'œuvre fixé à 25 \$.CAN*h⁻¹, de l'électricité (0,07 \$CAN*kWh⁻¹), du carburant (3,5 \$ CAN*M Btu⁻¹) et de l'eau de procédé (0,5 \$ CAN*m⁻³). 100 % du sol a été excavé et transporté à l'usine de traitement rajoutant une charge supplémentaire estimée de 2,5 \$*t⁻¹ sèche du sol et de 0,15 \$*t⁻¹ sèche du sol*km⁻¹. Le coût de gestion des extrants contaminés du procédé (fraction < 0,250 mm et boues d'attrition) a été fixé à une valeur de 75 \$*t⁻¹ sèche du sol. Cette dernière correspond à une moyenne du coût d'enfouissement dans un site spécialisé distant de l'usine de traitement de 50 km. D'autres frais liés à l'entretien et à la réparation (2% de la valeur des coûts fixes en capitaux), aux frais de laboratoire (10% du coût annuel de la main d'œuvre d'opération) et aux brevets et redevances (5% du montant total des revenus de l'exploitation de la technologie) sont également considérés dans l'établissement du bilan économique. Dans la présente étude le sol traité est retourné au site de départ et le Fe récupéré est valorisé, permettant un faible revenu fixé à 10 \$*t⁻¹ à cause de l'impureté du sous-produit généré

1.4 Discussion des principaux résultats

1.4.1 Caractérisation des sols à des fins de prédiction de la faisabilité des procédés physiques de remédiation

1.4.1.1 Granulochimie

Les teneurs en métaux présents dans les fractions granulométriques des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 sont présentées dans la [Section 4.5](#) du [Chapitre 4](#). En comparant la concentration totale des métaux analysés avec les valeurs limites définies par la *Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés* au Québec (MDDELCC, 2017), il est possible de remarquer que le sol MSW1 est moyennement contaminé (concentrations en Ba, Cu, Pb et Zn inférieures au critère générique C). Le sol MSW2, quant-à-lui, est fortement contaminé en Cu, Pb et Sn ($[Cu]$, $[Pb]$ et $[Sn] > C$) alors que le sol MSW3 est fortement contaminé en Cu, Pb, Sn et Zn ($[Cu]$, $[Pb]$, $[Sn]$ et $[Zn] > C$). D'autre part, les concentrations en Cu et en Zn présents dans le sol MR1 sont excessivement élevées ($[Cu] \sim 4 * C$). Pour les sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, de 15,9% à 43,7% des contaminants sont concentrés dans la fraction $< 0,250$ mm. La séparation de la fraction $< 0,250$ mm des sols à l'étude permet ainsi de réduire une partie de la contamination inorganique ([Tableau 1-3](#)).

La réduction du volume des sols contaminés par des cendres d'incinération, en éliminant la fraction inférieure à 0,250 mm qui sera gérée de manière sécuritaire, induit à des enlèvements de 35,2-43,7% de Ba, de 15,9 -27,2% de Cu, de 27,2-43,5% de Pb, de 20,8-34,9% de Sn et de 34,0 à 37,1% de Zn. D'autre part, pour le sol MR1, l'enlèvement de la fraction fine permet de séparer 26,0% du Cu et 15,2% du Zn initialement présents.

Tableau 1-3 Concentration des contaminants inorganiques présents dans les sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 suite au traitement par réduction du volume de la fraction inférieure à 0,250 mm

	Masse (%)	Contaminants inorganiques				
		Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1 complet	100	550	341	852	199	932
Fraction > 0,250 mm de MSW1	76,8	403	328	627	168	788
Enlèvement^a (%)		43,7	26,2	43,5	34,9	35,0
MSW2 complet	100	572	569	1 080	416	1 200
Fraction > 0,250 mm de MSW2	80,2	427	518	984	366	941
Enlèvement (%)		40,3	27,2	27,2	29,6	37,1
MSW3 complet	100	1 000	1 160	2 010	784	1 630
Fraction > 0,250 mm de MSW3	82,8	785	1176	1 750	750	1 300
Enlèvement (%)		35,2	15,9	27,7	20,8	34,0
MR1 complet	100		3 060			3 110
Fraction > 0,250 mm de MR1	82,0		2 750			3 210
Enlèvement (%)			26,0			15,2

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

En observant les bilans massiques ([Section 4.5, Chapitre 4](#)), la distribution des contaminants inorganiques est hétérogène dans les différentes fractions granulométriques des sols. En excluant les fractions < 0,250 mm, les autres fractions problématiques ont été identifiées. Dans le cas de MSW1, la fraction granulométrique 1-12 mm présente des concentrations importantes en Cu et/ou en Pb et Sn. Les particules comprises entre 0,250 et 4 mm du sol MSW2 sont les plus contaminées en Pb et en Sn. Une forte concentration en Cu est aussi observée dans la fraction 1-4 mm. Dans le cas du sol MSW3, une forte concentration en Cu est détectée dans la totalité des fractions > 0,250 mm. Par ailleurs, les concentrations en Pb, Sn et Zn sont également élevées dans certaines fractions de ce sol, à savoir celles comprises entre 0,250 et 12 mm. Quant au sol MR1, similairement à MSW3, l'analyse granulo-chimique montre de fortes concentrations en Cu et en Zn dans la totalité des fractions examinées. Les résultats présents révèlent que dans ces types de sols, la contamination ne se limite pas à la fraction fine. Ceci confirme ce qui a été trouvé antérieurement lors de l'étude de la répartition granulochimique des composés inorganiques présents dans sols contaminés par des cendres d'incinération (Jobin *et al.*, 2016, Mercier *et al.*, 2002). L'hétérogénéité des propriétés physico-chimiques est une caractéristique des sols contaminés par des résidus d'incinération où par exemple, dans les travaux de Mercier *et al.* (2002), le Cu a été trouvé en très fortes concentrations dans les fractions grossières (Mercier *et al.*, 2002). Par conséquent, la séparation de la fraction < 0,250 mm est insuffisante pour permettre de donner une nouvelle vie à ces matrices contaminées (MSW2, MSW3 et MR1). Un traitement approprié s'avère ainsi nécessaire pour chaque fraction de ces sols.

1.4.1.2 Caractérisation chimique des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm pré-conditionnées par attrition

Avant de procéder à la caractérisation et au traitement physique des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols à l'étude, une étape d'attrition selon les conditions déterminées par Mouton (2008) a été effectuée. L'attrition a été appliquée pour favoriser la sphéricité des particules contaminées et contribuer à la libération des contaminants inorganiques (Dermont *et al.*, 2008, Jobin *et al.*, 2015). Les résultats de la caractérisation chimique des fractions pré-conditionnées sont présentés aux [Tableaux 1-4](#) et [1-5](#).

Tableau 1-4 Effet de l'attrition sur la concentration des contaminants présents dans les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1

Sol	Fraction (mm)	Paramètre	Masse (%)	Contaminants inorganiques				
				Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	2 à 4	Avant attrition	100	489	589	783	284	935
		Après attrition	57,1	360	599	487	176	486
		Enlèvement^a (%)	42,9	57,9	41,8	64,5	64,5	70,3
	1 à 2	Avant attrition	100	529	458	1 210	332	953
		Après attrition	78,1	434	576	929	279	786
		Enlèvement (%)	21,9	36,0	1,69	40,1	34,3	35,6
	0,250 à 1	Avant attrition	100	324	183	942	175	514
		Après attrition	83,9	303	201	710	199	518
		Enlèvement (%)	16,1	21,5	8,06	36,8	4,58	15,5
MSW2	2 à 4	Avant attrition	100	726	918	1 740	474	1 360
		Après attrition	63,0	601	759	1 170	383	926
		Enlèvement (%)	37,0	47,8	48,0	57,6	49,0	57,0
	1 à 2	Avant attrition	100	643	727	1 640	596	1 290
		Après attrition	82,0	547	658	1 930	551	1 020
		Enlèvement (%)		30,0	25,6	3,52	24,0	35,0
	0,250 à 1	Avant attrition	100	445	463	1 660	628	1 200
		Après attrition	83,7	413	343	1 040	609	955
		Enlèvement (%)	16,3	22,3	38,0	47,6	18,8	33,3
MSW3	2 à 4	Avant attrition	100	700	1 120	1 820	703	1 440
		Après attrition	57,2	619	810	1 945	539	797
		Enlèvement (%)	42,8	49,4	58,7	38,8	56,1	68,4
	1 à 2	Avant attrition	100	1 090	1 120	3 030	1 170	1 810
		Après attrition	69,5	614	781	2 032	776	1 032
		Enlèvement (%)	30,5	60,7	51,7	53,0	54,0	60,4
	0,250 à 1	Avant attrition	100	1 050	702	2 000	716	1 510
		Après attrition	79	668	451	1 428	564	1 019
		Enlèvement (%)	21,4	50,1	49,5	43,8	38,1	47,0

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

Tableau 1-5 Effet de l'attrition sur la concentration des contaminants présents dans les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm du sol MR1

Sol	Fraction (mm)	Paramètre	Masse (%)	Contaminants inorganiques	
				Cu (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MR1	2 à 4	Avant attrition	100	2 940	4 850
		Après attrition	73	3 540	5 480
		Enlèvement^a (%)	26,6	11,6	17,0
	1 à 2	Avant attrition	100	4 190	5 390
		Après attrition	86	3 810	5 720
		Enlèvement (%)	14,3	22,2	9,04
	0,250 à 1	Avant attrition	100	3 300	2 100
		Après attrition	83	3 200	2 150
		Enlèvement (%)	17,0	19,4	14,8

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

Le traitement par attrition affecte différemment les matrices contaminées, dépendamment de la nature de la contamination, du niveau de celle-ci et de la granulométrie des fractions pré-conditionnées. Globalement, les résultats montrent une diminution faible à moyenne des concentrations en Ba, Cu, Pb, Sn et de Zn présents dans les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm de MSW1 et MSW2, où les taux d'enlèvements varient de 1,69 à 47,6%. À un seuil d'erreur de 5%, la diminution de Pb et de Sn est significative dans la fraction 1-2 mm du sol MSW1, induisant une réduction satisfaisante de la concentration de ces deux contaminants ($[Pb]$ et $[Sn] < C$). La diminution de Cu, Pb et de Sn dans la fraction 1-2 mm et de Pb dans la fraction 0,250-1 mm du sol MSW2 est significative. Cependant, la concentration de ces contaminants reste élevée ($[Cu]$, $[Pb]$ et $[Sn] > C$). Les enlèvements de Ba, Cu, Pb, Sn et de Zn présents dans les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm de MSW3 sont plus importants, où les taux d'enlèvements varient de 38,1 à 60,7%. La diminution de la concentration de tous ces contaminants est significative (seuil d'erreur de 5%). Cependant, la concentration de Cu, Pb et de Sn et de Pb et Sn, reste élevées ($[Cu]$, $[Pb]$ et $[Sn] > C$) dans la fraction 1-2 mm et 0,250-1 mm, successivement. Par ailleurs, les taux d'enlèvements sont élevés ($> 38,8\%$) pour la fraction 2-4 mm des différents sols à l'étude, contaminés par des cendres d'incinération. Cet aspect est expliqué par le volume élevé de la boue contaminée séparée (37 à 42,8%). Celle-ci augmente généralement avec l'augmentation de la granulométrie de l'échantillon traité (Jobin *et al.*, 2015). D'autre part, les propriétés mécaniques de la contamination, prédisposée à l'effritement mécanique, pourrait expliquer davantage le volume élevé de boue générée à partir de la fraction 2-4 mm des sols. En dépit des enlèvements élevés, la concentration en Cu, en Cu et Sn et en Cu, Pb et Sn restent élevées ($[Cu]$, $[Pb]$ et $[Sn] > C$) dans les fractions 1-2 mm des sols MSW1, MSW2 et MSW3, successivement.

Dans le cas des sols contaminés par des cendres d'incinération, l'attrition s'est montrée efficace à traiter une partie de la contamination inorganique. Les contaminants enlevés des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm sont concentrés dans les boues d'attrition de taille granulométrique inférieure à 2 mm. Cependant un traitement complémentaire est requis pour répondre aux objectifs de la décontamination ($[métal] < C$).

Des enlèvements minimes de Cu et de Zn ont été observés pour les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm du sol MR1 (enlèvements < 19,4%). L'attrition s'est avérée inefficace en terme de réduction de la concentration de ces contaminants dans le sol. La présence de Cu et de Zn piégés et dispersés dans des matrices silicatées comme le montre les micrographes présentés dans la [Figure 1-7](#) pourrait justifier en partie ces résultats. Une investigation future sur le processus d'attrition selon les spécificités de la contamination, définies par la source et le niveau de celle-ci ainsi que la granulométrie de l'échantillon à traiter, est recommandée.

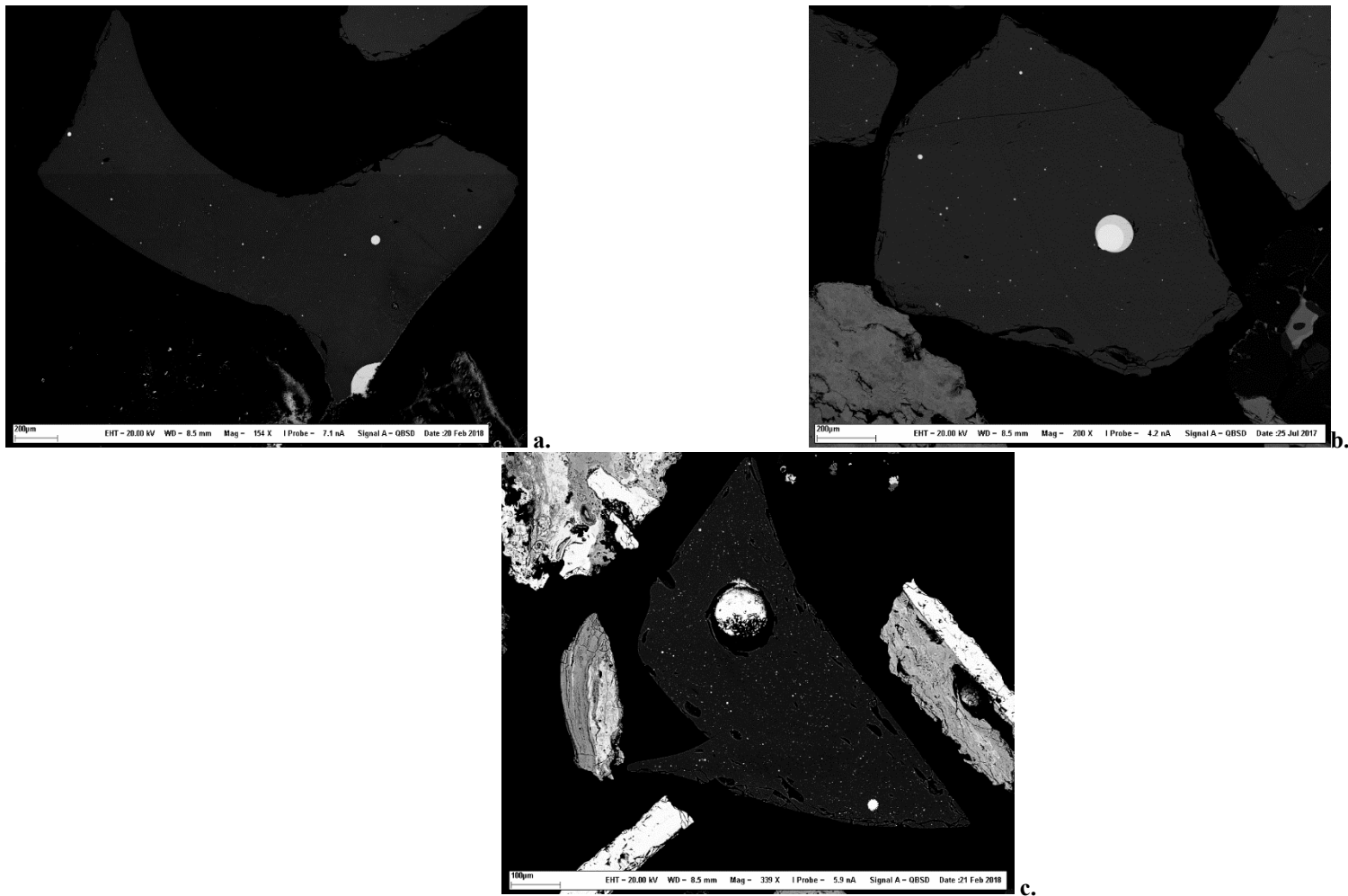


Figure 1-7 Micrographes de particules contaminées par du Cu et du Zn provenant du sol MR1 : a. : Particule de taille comprise entre 2 et 4 mm, blanc : Sulfate/carbonate de Cu, gris : Matrice silicatée présentant des inclusions de Zn ; b. : Particule de taille comprise entre 1 et 2 mm, blanc : Oxyde de Sn et de Cu, gris : Matrice silicatée ; c. : Particule de taille comprise entre 0,250 et 1 mm, blanc : Carbonate/sulfate de Cu avec des impuretés de phase silicatée, gris : Matrice silicatée présentant des inclusions de Zn

1.4.1.3 Caractérisation minéralogique

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) des particules contaminées a permis d'identifier les différentes phases minéralogiques existantes au sein de la particule, d'estimer la surface de la phase contaminée et de la phase porteuse en vue de calculer la MV moyenne de la particule et le critère de concentration (CC) correspondant. Le CC est un rapport critique de masses volumiques d'une particule lourde et d'une particule légère. Ce rapport permet de prédire l'applicabilité d'un procédé de séparation gravimétrique en tenant compte de la taille minimale des particules à séparer (USEPA, 1995). Les données ont conduit à classifier les particules observées en groupes et prédire les scénarios de séparation sous l'action de la force gravimétrique (Section 4.5.2, Chapitre 4). D'abord, les particules lourdes échantillonnées des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols pollués par des cendres d'incinération montrent une composition minéralogique complexe et hétérogène. Des particules monophasées et multiphasées ont été détectées. Cette caractéristique typique des cendres d'incinération est expliquée par la nature multivariée de la source de contamination ainsi que d'éventuelles transformations des métaux lourds sous l'action de la chaleur et des transformations de ceux-ci dans le sol (Kabata-Pendias, 2011, Kowalski *et al.*, 2017, Shen *et al.*, 2003). Trois classes majeures ont été déterminées et décrites à savoir, des particules de Pb, Sn et de Cu monophasées ou à très haut degré de libération qui existent principalement sous la forme d'oxydes/carbonates. Pour les différentes fractions granulométriques examinées, des exemples d'images micrographiques de Pb, Sn et de Cu, totalement libérés sont présentés à l'Annexe 1. Ces particules sont caractérisées par des MV variables allant de 3,90 à 9,00 g.cm⁻³ et des CC élevés indiquant une réponse positive à la classification au jig ou à la table à secousses (CC = 1,76-4,88). La deuxième classe regroupe les particules de Pb, Sn et de Cu, trouvées sous la forme élémentaire, alliés avec d'autres métaux ou sous la forme d'oxydes. Le contaminant est associée à une (des) phase(s) porteuse(s) métallique(s) lourde(s), de MV élevée, telle(s) que l'oxyde de fer ou d'aluminium (AlO₂, MV = 4,05 g.cm⁻³) (Annexe 1). Des travaux antérieurs orientés sur la caractérisation des cendres d'incinération ont mentionné la présence de minéraux du groupe du spinelle tels que l'hématite, la magnétite et la wüstite (Fe₂O₃, Fe₃ O₄ , FeO, MV ~ 5 g.cm⁻³) (Chandler *et al.*, 1997, Chimenos *et al.*, 1999, Wei *et al.*, 2011). Pour ce deuxième groupe de particules, indépendamment du volume occupé par la phase porteuse, la MV correspondante est élevée variant de 3,90 à 9,00 g.cm⁻³ et conduit à un CC calculé élevé (CC > 1,76). Par conséquent, la gravimétrie permettrait la séparation des particules

contaminées de ce groupe des particules non contaminées. Il est à noter que la présence de Sn associé aux oxydes de fer a été discutée antérieurement. Ce métal est utilisé comme film antioxydant dans les boîtes de conserves justifiant ce type d'association. Par ailleurs, outre la gravimétrie, les propriétés magnétiques des particules de Sn pourraient être exploitées pour les extraire efficacement des sols (Jobin *et al.*, 2016, Mercier *et al.*, 2001).

La troisième classe montre des particules associées à une phase porteuse de faible MV. D'autres contaminants de la troisième classe se trouvent sous la forme d'inclusions dans une matrice de nature silicatée (Annexe 2). Des travaux antérieurs ont mis en évidence la présence de la plumasite ($\text{Pb}_4\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_7$ ou $3\text{PbO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), autrefois utilisée comme pigment (Mercier, 2000). Lors de la caractérisation des cendres d'incinération, des études passées ont identifié la présence de silice vitreuse, d'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, $\text{MV} = 2,73 \text{ g.cm}^{-3}$), de quartz (SiO_2 , $\text{MV} = 2,62 \text{ g.cm}^{-3}$), de gehlenite ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$, $\text{MV} = 2,98 \text{ g.cm}^{-3}$), de larnite (Ca_2SiO_4 , $\text{MV} = 3,28 \text{ g.cm}^{-3}$), de pseudowollastonite (CaSiO_3 , $\text{MV} = 2,84 \text{ g.cm}^{-3}$), de chaux (CaO , $\text{MV} = 3,35 \text{ g.cm}^{-3}$), de portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{MV} = 2,23 \text{ g.cm}^{-3}$) et de calcite (CaCO_3 , $\text{MV} = 2,71$) qui pourraient potentiellement s'associer aux contaminants (Chandler *et al.*, 1997, Wei *et al.*, 2011). Dans la présente étude, parmi les exemples de particules associées à une phase légère, il est possible de citer l'exemple du carbonate-Pb trouvé associé à une matrice silicatée et à la sidérite ($\text{Pb}_a\text{C}_b\text{O}_c - \text{Al}_a\text{C}_b\text{Si}_c\text{O}_d - \text{Fe}_a\text{C}_b\text{O}_c$) et l'exemple d'oxyde de Sn associé à la calcite (CaCO_3 , $\text{MV} = 2,54 \text{ g.cm}^{-3}$). L'efficacité du jig et de la table à secousses à enlever cette troisième classe est fortement tributaire du volume occupé par la phase légère au sein de la particule, de la nature de celle-ci et de la distribution massique correspondante de cette classe dans l'échantillon du sol à traiter. Par conséquent, des pertes d'efficacité sont à prévoir dans le cas où la phase légère est majoritaire dans la particule.

Pareillement aux cendres d'incinération, les scénarios minéralogiques relatifs aux particules lourdes extraites des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols contaminés par des résidus métallurgiques (MR1) sont multiples. La minéralogie des contaminants est dépendante de la composition initiale de la roche, du processus métallurgique et des transformations de la pollution métallique dans le sol (Kabata-Pendias, 2011, Piatak *et al.*, 2015).

Des particules totalement libres d'oxydes/carbonates de Cu ou de Zn ont été observées. Le Cu et le Zn ont également été trouvés associés à une phase lourde d'oxyde/carbonate de fer. Ces deux groupes sont caractérisés par des masses volumiques estimées entre $3,90$ et $6,50 \text{ g.cm}^{-3}$, menant à

des CC calculés supérieurs à 1,76 ([Annexe 3](#)). La séparation gravimétrique de ces deux groupes de particules serait possible. Le Zn et le Cu ont également été identifiés sous forme d'inclusions dans une matrice de nature silicatée, liée ou non à une phase métallique comme la sidérite. Des carbonates/oxydes et sulfates de Cu associés à une matrice importante de nature silicatée ou à une phase de calcite ont également été identifiés ([Annexe 4](#)). Les MV estimées et les CC calculés pour ce dernier groupe de particules varient de 2,66 à 5,11 g.cm⁻³ et de 1,01 à 2,49, respectivement. Le comportement de ces particules lors de l'application d'une opération de séparation gravimétrique est contrôlé essentiellement par la nature et le volume occupé par chaque phase citée et la MV résultante de la contribution des différentes phases minéralogiques existantes. Dans le cas de ce sol, le Cu et le Zn sont coprésents dans la majorité des particules examinées, permettant de prédire des comportements similaires des deux éléments inorganiques lors du traitement appliqué.

En conclusion, à travers les deux premiers groupes identifiés, les sols contaminés par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques présentent un bon potentiel de remédiation lors de l'utilisation d'outils de séparation gravimétrique. Cependant, des limites dans l'efficacité de séparation peuvent être prédites dépendamment du degré de dominance (faible/fort) de la troisième classe de particules.

1.4.1.4 Caractérisation densimétrique

Les résultats de séparation des métaux lourds par la liqueur dense à partir des fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des différents sols étudiés sont détaillés dans la [Section 4.5.3, Chapitre 4](#). En ce qui concerne la fraction 2-4 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération, un taux d'enlèvement de la masse du concentré métallique compris entre 6,67 et 28,1% a été obtenu. Par ailleurs, les rendements d'enlèvement du Cu, Pb et de Sn sont supérieurs à 51,9%. Pareillement, près de 11 à 34% de la masse de concentré métallique a été enlevée à partir de la fraction 1-2 mm de ces sols. Les enlèvements de Cu, Pb et de Sn correspondant dépassent un taux de 67%. Entre 7 et 22 % de la masse de concentré métallique a été récupéré à partir des fractions 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2 et MSW3 avec des taux d'enlèvement de Cu, Pb et de Sn supérieurs à 47,5%. Premièrement, les résultats montrent le degré de contamination de chaque sol. Comme mentionné précédemment, MSW3 présente la contamination métallique la plus élevée, suivi de MSW2 et de MSW1. Pour la totalité des sols, le Cu, le Pb et le Sn sont majoritairement concentrés dans la fraction lourde des échantillons de granulométrie comprise entre 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm.

Ces échantillons sont par conséquent efficacement décontaminés par des procédés de séparation gravimétrique tels que les milieux denses. Cette haute efficacité de la liqueur dense à isoler le Pb, le Cu et le Sn à partir des sols pollués par des cendres d'incinération a été antérieurement discutée par Mercier *et al.* (2001), où des taux d'enlèvement de 80% ont été atteints. Ceci s'explique par le fait que les particules contaminées immergées dans la liqueur dense sont soumises uniquement à la force de gravité et à la poussée d'Archimède (Drzymała *et al.*, 2007). Par ailleurs, l'efficacité élevée de séparation est justifiée par la présence de contaminants libres (degré de libération de 100%) ou à des degrés de libération élevée par rapport aux phases porteuses légères et/ou par la présence de contaminants associés à des phases porteuses lourdes de nature métallique.

Ces données associées à la caractérisation minéralogique, permettent de prédire des taux d'enlèvements potentiellement élevés du Cu, du Pb et du Sn présents dans les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 de MSW1, MSW2 et de MSW3 en utilisant des procédés de séparation gravimétrique.

Cependant, les contaminants Zn et Ba se sont avérés faiblement à moyennement séparés des particules non contaminées des sols. Leurs concentrations résiduelles sont restées relativement élevées dans les échantillons traités. Le mécanisme de séparation gravimétrique est en effet fortement contrôlé par la minéralogie du contaminant, la minéralogie de sa phase porteuse et des proportions de surface occupées par les différentes phases minéralogiques identifiées dans la particule contaminée (Dermont *et al.*, 2008, Mercier *et al.*, 2001). L'efficacité limitée dans la séparation de Zn peut être expliquée par la présence de ce contaminant sous la forme de silicates de Zn (MV de $Zn_2SiO_4 = 4,05 \text{ g.cm}^{-3}$) et d'aluminate de Zn (MV de $ZnAl_2O_4 = 4,30 \text{ g.cm}^{-3}$) (Abanades *et al.*, 2002) ou sous la forme de Zn emprisonné dans de la silice vitreuse (MV = $2,64 \text{ g.cm}^{-3}$) (Wei *et al.*, 2011) qui pourrait être associée à une phase porteuse de faible MV comme la calcite (identifiée dans la présente étude). Ces scénarios induiraient une faible MV moyenne résultante de la particule de Zn, ce qui limite sa séparation par des procédés gravimétriques tels que les milieux denses.

L'analyse densimétrique du sol MR1 montre que les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm renferment des volumes importants de résidus métallurgiques. En effet, le taux d'enlèvement des concentrés métalliques varie de 17,6 à 52,3%, dépendamment de la fraction examinée. Pour les différentes fractions à l'étude, les enlèvements obtenus de Cu et de Zn sont élevés, excédant 80,4%.

La séparation par liqueur dense permet de réduire fortement les concentrations en Cu et en Zn, permettant la dépollution totale en Zn de la fraction 1-2 mm et en moindre degré de la fraction 0,250-1 mm. La fraction 0,250-1 mm est totalement dépolluée en Cu. Néanmoins, ce dernier reste élevé dans la fraction 1-2 mm. D'autre part, en dépit des taux d'enlèvement élevés, la fraction 2-4 mm est restée fortement contaminée en Cu et en Zn. Comme discuté dans le cas de la contamination par des cendres d'incinération, la présence de la pollution métallique encapsulée dans de la silice vitreuse ou adsorbée à une phase calcique engendrerait une diminution de la MV moyenne de la particule contaminée et par conséquent une diminution de l'efficacité de séparation par gravimétrie (Bisone *et al.*, 2013, Chandler *et al.*, 1997, Wei *et al.*, 2011). En conclusion générale, la séparation gravimétrique permettrait alors d'obtenir des taux d'enlèvements potentiellement satisfaisants de Cu et de Zn présents dans les différentes fractions du sol MR1, diminuant fortement la pollution inorganique, en considérant certaines limites.

1.4.2 Tables à secousses

1.4.2.1 Rôle de la modélisation mathématique dans la prédiction et l'optimisation de l'efficacité de traitement par la table à secousses

L'utilisation de la méthodologie des plans d'expériences en surface de réponses a permis l'acquisition d'informations quant au mode de fonctionnement de la table à secousses. Pour la fraction 1-2 mm du sol MSW2 contaminé par des cendres d'incinération, l'action des différentes variables opératoires de l'appareil sur l'efficacité d'enlèvement des métaux lourds, sur l'efficacité de séparation de la masse du concentré métallique et sur la MV de celui-ci a été déterminée (Section 2.5.3, Chapitre 2). L'étude du « Prob > F » a permis de déterminer la significativité statistique de l'effet des différents facteurs de la table à secousses au sein des modèles mathématiques établis. L'effet d'un paramètre opératoire de la table à secousses est significatif lorsque « Prob > F » est inférieur à 0,05. Dans le cas où « Prob>F » est supérieur à 0,1, l'effet du paramètre opératoire est statistiquement non significatif (Mocellin et al., 2015). Pour chaque modèle établi, les facteurs significatifs de la table à secousses sont présentés dans le [Tableau 1-6](#).

Tableau 1-6 Facteurs à effet statistiquement significatif, impliqués dans le processus de séparation gravimétrique par la table à secousses

Réponses étudiées	Effets significatifs	Prob > F
Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré (R _E)	Inclinaison	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage X Fréquence de la course	0,015
	Inclinaison ²	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage ²	< 0,0001
Masse volumique de la masse du concentré (MV)	Inclinaison	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage	< 0,0001
	Inclinaison X Débit d'eau de lavage	0,002
	Longueur de la course X Fréquence de la course	0,010
Efficacité d'enlèvement du Pb (R _M (Pb))	Inclinaison	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage	< 0,0001
	Longueur de la course	0,002
	Débit d'eau de lavage X Fréquence de la course	0,043
	Inclinaison ²	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage ²	0,024
Efficacité d'enlèvement du Cu (R _M (Cu))	Inclinaison	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage	< 0,0001
	Longueur de la course	0,006
	Inclinaison ²	0,002
Efficacité d'enlèvement du Sn (R _M (Sn))	Inclinaison	< 0,0001
	Débit d'eau de lavage	< 0,0001
	Longueur de la course X Fréquence de la course	0,004
	Inclinaison ²	0,002
	Débit d'eau de lavage ²	0,031

Selon les résultats obtenus, l'inclinaison et le débit d'eau de lavage montrent un effet significatif sur les réponses étudiées. La longueur de la course montre un effet significatif sur l'efficacité d'enlèvement du Pb ($R_M(\text{Pb})$) et du Cu ($R_M(\text{Cu})$). L'interaction entre le débit d'eau de lavage et la fréquence de la course montre un effet significatif sur l'efficacité d'enlèvement de la masse du concentré métallique (R_E) et sur l'efficacité d'enlèvement du Pb ($R_M(\text{Pb})$). L'interaction entre la longueur de la course et la fréquence de la course ont un effet significatif sur la masse volumique du concentré métallique (MV) et sur l'efficacité d'enlèvement du Sn ($R_M(\text{Sn})$).

D'une part, l'inclinaison et le débit d'eau de lavage affectent négativement l'efficacité de séparation de la masse du concentré ainsi que l'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn. Leurs effets sont, par contre, positifs sur la MV du rejet métallique récupéré. En effet, une diminution de l'inclinaison de la table est conseillée pour augmenter l'efficacité d'enlèvement des métaux problématiques étudiés. Cependant, la diminution excessive de l'inclinaison pourrait induire l'augmentation de l'entraînement particulaire soit, l'entraînement des particules propres vers la zone de récupération du concentré. La diminution du débit d'eau de lavage est également conseillée pour améliorer l'efficacité d'enlèvement des métaux. D'autre part, une diminution de la longueur de la course engendre une augmentation de la masse du concentré métallique récupérée. La diminution de la longueur de la course et l'augmentation de la fréquence de la course sont requises pour atteindre des rendements d'enlèvement du Cu et de Sn proches de ceux obtenus par les liqueurs denses. La diminution de la longueur de la course et de la fréquence de la course est nécessaire pour assurer un enlèvement efficace du Pb de la fraction du sol étudiée. D'une manière générale, pour garantir des résultats de traitement par la table à secousses proches de ceux obtenus par les liqueurs denses, les intervalles d'action des facteurs recommandés sont : une inclinaison comprise entre 10,5 et 12°, un débit d'eau de lavage compris entre 5 et 8 L.min⁻¹, une longueur de la course comprise entre 11 et 12 mm et une vitesse de la course comprise entre 300 et 400 strokes.min⁻¹. Les modèles mathématiques significatifs générés, présentés en termes de facteurs réels, sont exprimés par les [Équations 1-4a. à 1-4e.](#) Alors que les équations en terme de facteurs codés sont présentés à la [Section 2.5.3](#) du [Chapitre 2.](#)

Équation 1-4 Modèles de prévision de l'efficacité de la table à secousses pour traiter la fraction 1-2 mm du sol MSW2. a. : Efficacité d'enlèvement du concentré ; b. : MV du concentré ; c. : Efficacité d'enlèvement du Pb ; d. : Efficacité d'enlèvement du Cu ; e. : Efficacité d'enlèvement du Sn

a.

$$R_E = 60,8 - 6,95 * \text{Inclinaison} - 3,91 * \text{Débit d'eau de lavage} - 0,587 * \text{Longueur de la course} + 0,002 * \text{Fréquence de la course} + 0,051 * \text{Inclinaison} * \text{Longueur de la course} + 0,001 * \text{Inclinaison} * \text{Fréquence de la course} - 0,003 * \text{Débit d'eau de lavage} * \text{Fréquence de la course} + 0,229 * \text{Inclinaison}^2 + 0,345 * \text{Débit d'eau de lavage}^2$$

b.

MV du concentré ($g \cdot cm^{-3}$)

$$= 31,3 - 1,18 * \text{Inclinaison} - 1,13 * \text{Débit d'eau de lavage} - 2,00 * \text{Longueur de la course} - 0,049 * \text{Fréquence de la course} + 0,153 * \text{Inclinaison} * \text{Débit d'eau de lavage} + 0,052 * \text{Inclinaison} * \text{Longueur de la course} + 0,004 * \text{Longueur de la course} * \text{Fréquence de la course}$$

c.

$$R_M(\text{Pb}) = 4,12 - 0,563 * \text{Inclinaison} + 0,038 * \text{Débit d'eau de lavage} + 0,034 * \text{Longueur de la course} + 0,003 * \text{Fréquence de la course} - 0,016 * \text{Débit d'eau de lavage} * \text{Longueur de la course} - 0,0005 * \text{Débit d'eau de lavage} * \text{Fréquence de la course} + 0,022 * \text{Inclinaison}^2 + 0,021 * \text{Débit d'eau de lavage}^2$$

d.

$$R_M(\text{Cu}) = 3,62 - 0,616 * \text{Inclinaison} - 0,538 * \text{Débit d'eau de lavage} + 0,257 * \text{Longueur de la course} + 0,010 * \text{Fréquence de la course} - 0,001 * \text{Longueur de la course} * \text{Fréquence de la course} + 0,022 * \text{Inclinaison}^2 + 0,034 * \text{Débit d'eau de lavage}^2$$

e.

$$R_M(\text{Sn}) = 4,07 - 0,555 * \text{Inclinaison} - 0,341 * \text{Débit d'eau de lavage} - 0,282 * \text{Longueur de la course} + 0,019 * \text{Fréquence de la course} - 0,0003 * \text{Débit d'eau de lavage} * \text{Fréquence de la course} - 0,001 * \text{Longueur de la course} * \text{Fréquence de la course} + 0,019 * \text{Inclinaison}^2 + 0,028 * \text{Débit d'eau de lavage}^2 + 0,031 * \text{Longueur de la course}^2$$

Le [Tableau 1-7](#) présente une comparaison des résultats prédits et obtenus expérimentalement sous l'action des conditions optimales, déterminées par l'étude de la fonction de désirabilité, à savoir, une inclinaison de $10,5^\circ$, un débit d'eau de lavage de $6,10 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, une longueur de la course de 11 mm et une fréquence de la course de $432 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$.

Les résultats expérimentaux se manifestent par un rendement d'enlèvement du concentré métallique de 20,8%, une MV du concentré métallique élevée, mettant en évidence la pureté acceptable de ce dernier ($3,32 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) et des rendements d'enlèvements du Cu, du Pb et du Sn supérieurs à 54,5%. L'examen des valeurs de R_E ($R_E \sim 1$), de $R_M(\text{Cu})$, $R_M(\text{Pb})$ et de $R_M(\text{Sn})$ ($R_M(\text{M}) > 0,62$) montre que les résultats de traitement obtenus à l'aide de la table à secousses sont proches de ceux obtenus lors de la séparation par la liqueur dense. Ceci reflète ainsi l'atteinte d'une efficacité maximale de traitement par la table à secousses. Par ailleurs, en tenant compte de la variation, ces résultats sont proches des résultats prédits par les modèles mathématiques établis dans la présente étude reflétant ainsi l'utilité de la modélisation pour maximiser la performance du processus de séparation par la table à secousses.

Tableau 1-7 Résultats prédits et expérimentaux du traitement par la table à secousses de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 sous les conditions opératoires optimales déduites par les modèles développés

	Valeurs prédites	Valeurs expérimentales	Variation relative (%)
R_E^a	1,00	1,19	15,9
Enlèvement^b de la masse du concentré (%)	17,5	20,8	Idem
MV (g.cm⁻³)	3,50	3,32	5,14
R_M^c (Pb)	0,8	0,84	16,6
Enlèvement de Pb (%)	80,6	67,2	Idem
R_M(Cu)	0,8	0,73	15,5
Enlèvement de Cu (%)	75,1	60,1	Idem
R_M(Sn)	0,80	0,62	38,5
Enlèvement de Sn (%)	88,6	54,5	Idem

^a R_E = Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré calculée selon l'Équation 1-1

^b L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

^c R_M = Efficacité d'enlèvement du métal 'M' calculée selon l'Équation 1-2

1.4.2.2 Rôle de la caractérisation densimétrique dans l'instauration d'une méthodologie de prédiction et d'optimisation expérimentale des performances de la table à secousses

Les principaux résultats issus de l'approche d'optimisation de la table à secousses par comparaison avec les résultats de caractérisation densimétrique, sont présentés aux Tableaux 1-8 à 1-11. L'effet de cinq conditions présélectionnées sur le traitement de la fraction 0,250-1 mm du sol MSW2 et sur le traitement des fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW3 et MR1 est détaillé dans la Section 2.5.4 du Chapitre 2 et dans la Section 3.5.3 et 3-5-4 du Chapitre 3.

D'abord, l'exploitation des modèles développés pour le traitement de la fraction fine (0,250-1 mm) à travers cinq conditions opératoires permettant des enlèvements graduels du concentré de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 montre que, pour les deux fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm, les tendances en termes d'enlèvement du concentré métallique se suivent (Figure 2-6, Section 2.5.4, Chapitre 2). Cependant, pour la fraction fine, de la condition 1 à la condition 4, les taux d'enlèvement de la masse du concentré métallique sont de moindre importance que ceux prédits

pour la fraction 1-2 mm. D'ailleurs, les conditions optimales définies pour traiter efficacement la fraction 1-2 mm ne permettent pas la dépollution de la fraction 0,250-1 mm, avec une efficacité maximale. En effet, les modèles mathématiques développés pour prédire l'efficacité du traitement de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 ne peuvent être appliqués pour prédire celle de la fraction 0,250-1 mm. Ces résultats sont expliqués par différents facteurs comme la différence de la minéralogie des particules contaminées et de la distribution de leurs densités d'un échantillon à un autre et la différence morphologique (volume et forme) entre les particules de la fraction 1-2 mm et celles de la fraction 0,250-1 mm. En effet, le processus de séparation par la table à secousses est régi par deux principaux mécanismes, la pénétration des particules à travers la nappe pelliculaire et l'entraînement de la particule par la nappe pelliculaire en mouvement. Le premier processus est tributaire de la vitesse de sédimentation d'une particule donnée. Celle-ci est exprimée par la loi de Stokes (Équation 1-5).

Équation 1-5 Loi de Stokes

$$v = \frac{2(\rho_p - \rho_f)}{9\mu} * g * r^2$$

Avec, v= vitesse limite de chute (m.s⁻¹), r= rayon de la sphère (m), g= accélération de la pesanteur (m.s⁻²), ρ_p = masse volumique de la particule sphérique, ρ_f = masse volumique du fluide, μ = viscosité dynamique du fluide (Pa.s)

Par conséquent, sous les mêmes conditions opératoires de la table à secousses, les particules de la fraction 0,250-1 mm sont caractérisées par une vitesse terminale de chute plus faible que les particules de la fraction 1-2 mm. Ces premières ont ainsi une moindre aptitude à traverser la nappe d'eau et à atteindre la surface de la table. Pour cette fraction fine, la condition 4 est privilégiée pour le traitement, à savoir, des ajustements de l'inclinaison, du débit d'eau de lavage, de la longueur de la course et de la fréquence de la course équivalents à 11°, 5 L.min⁻¹, 11 mm et 352 strokes.min⁻¹, respectivement. En comparant avec la fraction 1-2 mm, la diminution de la fréquence de la course et du débit d'eau de lavage sont nécessaires pour améliorer l'enlèvement de la contamination inorganique. La réduction de l'action de ces deux facteurs permet de diminuer

la turbulence au niveau de la nappe pelliculaire et de réduire la force de résistance du fluide permettant ainsi aux particules fines (0,250-1 mm) de traverser la nappe d'eau, d'atteindre la surface de la table et de progresser vers la zone de concentration. Cette condition 4 conduit à un taux d'enlèvement de la masse du concentré métallique de 10%, ce qui est proche de celui obtenu à travers la séparation par la liqueur dense (13%). La condition 4 engendre également des enlèvements satisfaisants du Cu, du Pb et du Sn, variant de 23,6 à 42,7% ($R_M(\text{Cu})$, $R_M(\text{Pb})$ et $R_M(\text{Sn})$ varient de 0,37 à 0,74). Par conséquent, dans le but de traiter la fraction fine, une diminution de la turbulence causée par la fréquence de la course et le débit d'eau de lavage, est requise comparativement au traitement de la fraction 1-2 mm.

Tableau 1-8 Résultats de séparation des métaux lourds de la fraction 1-2 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 sous les conditions optimales présélectionnées

Sol	Condition optimale	Paramètre	Masse (%)	Contaminants inorganiques				
				Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	1	Entrée	100	434	576	929	279	786
		Fraction traitée	85,6	451	240	559	129	687
		Enlèvement ^a (%)	14,4	11,1	64,4	48,5	60,4	25,3
		R _E ^b	1,33	-	-	-	-	-
		R _M ^c	-	0,20	0,77	0,72	0,70	0,97
MSW3	2	Entrée	100	619	810	1 950	539	797
		Fraction traitée	58,5	713	355	996	386	1 100
		Enlèvement (%)	41,5	32,0	73,4	71,3	70,9	37,6
		R _E	1,24	-	-	-	-	-
		R _M	-	0,69	0,94	0,89	0,77	0,71
MSW3	3	Entrée	100	619	810	1 950	539	797
		Fraction traitée	55,1	785	480	1 140	314	1 290
		Enlèvement (%)	44,9	29,6	66,2	69,1	77,7	31,4
		R _E	1,34	-	-	-	-	-
		R _M	-	0,64	0,85	0,86	0,84	0,60
MSW3	4	Entrée	100	619	810	1 950	539	797
		Fraction traitée	66,8	598	414	944	339	1 020
		Enlèvement (%)	33,2	34,9	64,6	68,9	70,8	33,7
		R _E	0,99	-	-	-	-	-
		R _M	-	0,75	0,83	0,86	0,77	0,64
MSW3	5	Entrée	100	619	810	1 950	539	797
		Fraction traitée	65	530	364	961	340	849
		Enlèvement (%)	35	43,9	69,7	69,2	71,5	46,5
		R _E	1,04	-	-	-	-	-
		R _M	-	0,95	0,90	0,86	0,77	0,88
MR1	1	Entrée	100	-	3 810	-	-	5 720
		Fraction traitée	61,6	-	1 590	-	-	1 970
		Enlèvement (%)	38,4	-	74,4	-	-	78,9
		R _E	1,15	-	-	-	-	-
		R _M	-	-	0,93	-	0,92	0,97
MR1	4	Entrée	100	-	3 810	-	-	5 720
		Fraction traitée	65,2	-	1 580	-	-	2 300
		Enlèvement (%)	34,8	-	72,9	-	-	73,8
		R _E	1,04	-	-	-	-	-
		R _M	-	-	0,91	-	-	0,90

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

^b R_E = Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré calculée selon l'Équation 1-1

^c R_M = Efficacité d'enlèvement du métal 'M' calculée selon l'Équation 1-2

Tableau 1-9 Résultats de MV du concentré métallique obtenu dans les différentes zones de concentration lors du traitement de la fraction 1-2 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 par la table à secousses sous les conditions optimales présélectionnées

Sol	MSW1	MSW3	MSW3	MSW3	MSW3	MR1	MR1
Condition	1	2	3	4	5	1	4
MV (g.cm ⁻³)	3,14	3,47	3,43	3,56	3,58	3,20	3,18
Zone de concentration	E4, E5, E6, E7	E3, E4, E5, E6, E7	E3, E4, E5, E6, E7	E5, E6, E7	E5, E6, E7	E5, E6, E7	E5, E6, E7

Tableau 1-10 Résultats de séparation des métaux lourds de la fraction 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 sous les conditions optimales présélectionnées

Sol	Condition optimale	Paramètre	Masse (%)	Contaminants inorganiques				
				Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	4	Entrée	100	303	201	710	199	518
		Fraction traitée	87,3	229	168	466	111	480
		Enlèvement ^a (%)	12,7	28,6	27,0	42,7	51,3	19,2
		RE ^b	1,84	-	-	-	-	-
		RM ^c	-	0,90	0,54	0,78	0,65	-1,13
MSW2	4	Entrée	100	413	343	1 040	609	955
		Fraction traitée	79,1	384	291	662	438	780
		Enlèvement (%)	20,9	16,4	23,6	42,7	35,2	26,5
		RE	0,76	-	-	-	-	-
		RM	-	0,49	0,50	0,74	0,37	0,57
MSW3	3	Entrée	100	668	451	1 428	564	1019
		Fraction traitée	75,0	620	318	889	362	934
		Enlèvement (%)	25,0	30,4	47,1	53,3	51,9	31,2
		RE	1,14	-	-	-	-	-
		RM	-	0,60	0,73	0,80	0,58	0,71
MSW3	5	Entrée	100	668	451	1 428	564	1019
		Fraction traitée	77,3	646	378	1 040	330	1 110
		Enlèvement (%)	22,7	25,3	35,2	43,8	54,8	15,7
		RE	1,03	-	-	-	-	-
		RM ^c	-	0,50	0,55	0,66	0,61	0,36
MR1	4	Entrée	100	-	3 200	-	-	2 150
		Fraction traitée	82,9	-	1 395	-	-	1 370
		Enlèvement (%)	17,1	-	63,9	-	-	47,1
		RE	0,97	-	-	-	-	-
		RM ^c	-	-	0,73	-	-	0,54

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

^b RE= Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré calculée selon l'Équation 1-1

^c RM= Efficacité d'Enlèvement du métal "M" calculée selon l'Équation 1-2

Tableau 1-11 Résultats de MV du concentré métallique obtenu dans les différentes zones de concentration lors du traitement de la fraction 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2 et MR1 par la table à secousses sous les conditions optimales présélectionnées

Sol	MSW1	MSW2	MSW3	MSW3	MR1
Condition	4	4	3	5	4
MV g.cm ⁻³	2,90	3,63	3,22	3,22	3,14
Zone de concentration	E5, E6, E7	E4, E5, E6, E7	E3, E4, E5, E6, E7	E4, E5, E6, E7	E4, E5, E6, E7

En second lieu, pour les sols MSW1, MSW3 et MR1, à travers l'exploitation du ratio R_E (permettant une comparaison du taux d'enlèvement de la masse du concentré obtenu par la table à secousses avec celui obtenu par la liqueur dense) et à travers l'exploitation des données de MV, une ou plusieurs conditions optimales de traitement par fraction du sol ont été identifiées. D'abord, les zones de concentration des métaux lourds au niveau de l'appareil étaient variables d'une matrice contaminée à une autre. D'une manière générale, les conditions optimales choisies pour traiter les différentes fractions étudiées ont conduit à des rendements d'enlèvement de la masse du concentré métallique proches de ceux obtenus par la méthode de séparation avec la liqueur dense ($R_E \sim 1$). Les MV des concentrés récupérés étaient supérieures à 2,9 g.cm⁻³.

Parmi les cinq conditions expérimentales étudiées, une seule condition optimale a été sélectionnée pour traiter la fraction 1-2 mm du sol MSW1 (condition 1). Les rendements d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn variaient de 48,5 à 64,4%. Pour la fraction 0,250-1 mm du sol MSW 1, les rendements d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn variaient de 27,0 à 51,3%, sous l'action de la condition optimale sélectionnée numéro 4 (Inclinaison= 11°, longueur de la course= 11 mm, fréquence de la course= 352 strokes.min⁻¹, débit d'eau de lavage= 5 L.min⁻¹.)

Pour la fraction 1-2 mm de MSW3, quatre conditions optimales ont été définies (conditions 2, 3, 4 et 5). Les rendements d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn étaient relativement élevés, variant de 64,6 à 77,7%. En ce qui concerne la fraction 0,250-1 mm de ce même sol, les conditions 3 et 5 ont été déterminées comme optimales, conduisant à des enlèvements du Cu, du Pb et du Sn qui variaient de 35,2 à 51,9%. Comme le cas du sol MSW3, pour la fraction 1-2 mm de MR1, deux conditions optimales ont été déterminées à savoir, la condition 1 et la condition 4. Les enlèvements du Cu et du Zn obtenus étaient supérieurs à 72,9 %. Pour la fraction 0,250-1 mm de ce sol, la

condition 3 sélectionnée a conduit à des enlèvements du Cu et du Zn de 46,1 et 63,9%, respectivement.

Pour conclure, ces résultats montrent qu'un ou plusieurs ajustement(s) des paramètres de la table à secousses sont nécessaires pour chaque matrice contaminée, menant à une performance d'enlèvement maximale de la contamination métallique et ce, en se basant sur la comparaison avec les résultats prédictifs de la caractérisation densimétrique (liqueur dense). D'autre part, les données de caractérisation, les données de masse du concentré récupéré à partir de la table à secousses et sa MV sont suffisants pour sélectionner les conditions opératoires optimales du traitement. En outre, bien que les modèles mathématiques développés pour prédire la performance du traitement de la fraction 1-2 mm du sol MSW2 ne peuvent être appliqués pour prédire l'efficacité de traitement d'autres matrices contaminées, seules cinq conditions dérivées de ces modèles couplées aux choix des zones de concentration et aux comparaisons avec les résultats de séparation par la liqueur dense, semblent suffisants à l'optimisation des paramètres opératoires. La méthode suggérée, validée à travers son application sur des matrices contaminées de nature et de niveaux différents, permet de réduire ainsi le nombre d'expériences requis (5 essais) ainsi que le nombre d'analyses chimiques pour définir les conditions de traitement dites optimales.

En outre, comme prédit à travers les résultats de séparation avec la liqueur dense et à travers l'examen microscopique des échantillons de sols contaminés par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques, la table à secousses permet de concentrer efficacement une masse satisfaisante de contaminants inorganiques dans des volumes restreints (12,7 à 44,9% du volume initial), caractérisés par une masse volumique élevée ($MV > 2,9 \text{ g.cm}^{-3}$). Quelque soit l'approche d'optimisation considérée à savoir, l'approche de modélisation, de prédiction et d'optimisation (plan de surface de réponse) ou la stratégie expérimentale basée sur la prédiction par caractérisation densimétrique, il est possible de maximiser la performance de la table à secousses pour séparer la majorité des métaux lourds en un seul passage et de mimer au mieux le traitement par liqueur dense. L'utilité de ces deux approches a été vérifiée pour des sols fortement contaminés (MSW3 et MR1), pour un sol moyennement contaminé (MSW2) et pour un sol faiblement contaminé (MSW1).

Il est à noter que la table à secousses a été moins efficace pour traiter la fraction fine (0,250-1 mm) et a montré de limites moyennes à importantes pour séparer le Ba et le Zn initialement présents dans les sols contaminés par des cendres d'incinération, confirmant ainsi les prédictions antérieures de la caractérisation densimétrique.

1.4.3 Rôle de la caractérisation densimétrique dans l'optimisation du jig

Comme pour le cas de la table à secousses, la caractérisation densimétrique a été exploitée pour prédire l'efficacité du jig et optimiser sa performance à séparer les métaux lourds de la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1. Les principaux résultats du traitement sont regroupés dans le [Tableau 1-12](#).

Le nombre de passages requis pour traiter les échantillons des sols contaminés est tributaire de leur contenu en métaux lourds. Selon les résultats obtenus, près de 3, 5, 10 et 20 passages à travers l'appareil ont été nécessaires pour remédier la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, respectivement. La fin des passages a été marquée par une masse cumulative du concentré enlevé proche de celle obtenue à travers la séparation par liqueur dense ($RE \sim 1$). La MV du produit généré a été maintenue élevée indiquant une pureté appréciée du produit séparé ($MV > 2,9 \text{ g.cm}^{-3}$). L'analyse chimique effectuée uniquement à la fin de la série des passages a montré des enlèvements du Cu, du Pb et du Sn variables, allant de 25,6 à 70,8% pour les sols MSW1, MSW2 et MSW3 ($R_M(M)$ variait de 0,62 à 0,88). L'enlèvement de Cu et de Zn sont de 65,3 et 70,1%, respectivement pour le sol MR1 ($R_M(M)$ de 0,72). Ces enlèvements s'avèrent très satisfaisants si nous tenons compte des résultats obtenus par liqueur dense. Le jig confirme les résultats de la caractérisation densimétrique et minéralogique et permet de séparer efficacement le Cu, le Pb et le Sn de la fraction 2-4 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération ainsi que le Cu et le Zn des sols contaminés par des résidus métallurgiques. Cependant, comme prévu, une séparation relativement limitée du Zn et du Ba a été observée pour le cas des sols MSW1, MSW2 et MSW3.

Tableau 1-12 Résultats du traitement final de la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 par le jig

Sol	N-passage	Paramètre	Masse (%)	Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	3	Entrée	100	360	599	487	176	486
		Traité	89,4	392	196	385	107	620
		Enlèvement ^a %	10,6	2,60	70,8	29,3	45,9	0,00
		R _E ^b	1,59	-	-	-	-	-
		R _M ^c	-	0,25	0,89	0,54	0,58	-
MSW2	5	Entrée	100	601	759	1 170	383	926
		Traité	87,1	549	406	815	327	993
		Enlèvement %	12,9	20,5	53,4	39,4	25,6	6,55
		R _E	0,89	-	-	-	-	-
		R _M	-	0,57	0,76	0,73	0,49	0,23
MSW3	10	Entrée	100	619	810	1 950	539	797
		Traité	70,0	695	575	897	432	1 120
		Enlèvement %	30,0	21,4	50,3	67,7	44,0	1,83
		R _E	1,07	-	-	-	-	-
		R _M	-	1,40	0,63	0,90	0,53	0,08
MSW3	20	Entrée	100	-	3 540	-	-	5 480
		Traité	56,9	-	2 160	-	-	2 880
		Enlèvement %	43,1	-	65,3	-	-	70,1
		R _E	0,83	-	-	-	-	-
		R _M	-	-	0,72	-	-	0,72

^a L'enlèvement est calculé à partir des bilans massiques

^b R_E= Efficacité d'enlèvement de la masse du concentré calculée selon l'Équation 1-1

^c R_M= Efficacité d'Enlèvement du métal 'M' calculée selon l'Équation 1-2

Il faut mentionner que, dans le cas des deux appareils de séparation gravimétrique (table à secousse et jig), la légère/moyenne perte d'efficacité observée quant à la séparation des métaux problématiques comparativement à la liqueur dense (exprimée par un R_M(M) ~ < 1) est expliquée par les mécanismes complexes impliqués dans l'action de la table à secousses (poussée du liquide sur la particule, poussée d'Archimède, force de frottement, force gravitationnelle) et du jig (accélération différentielle, sédimentation entravée, stratification assistée) (Wills, 2011) et par le degré de contribution du troisième groupe de particules, de faible/moyenne MV.

1.4.4 Processus de séparation physique global et coût de traitement

Dans le but d'étudier l'intérêt de privilégier les outils de séparation physique dans la filière de remédiation des sols contaminés par des métaux lourds, le schéma de traitement global suivi pour décontaminer les sols MSW1, MSW2, MSW3 et le sol MR1, est discuté. Les résultats générés lors des différentes branches de traitement sont présentés dans la [Section 4.5.4, Chapitre 4](#). Le procédé

global comporte une simple étape de lavage à l'eau et de séparation magnétique de la fraction > 4 mm. La fraction 2-4 mm des sols étudiés a été traitée par une attrition et n passages à travers le jig. Les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm ont été traitées par une attrition suivie d'un passage à travers la table à secousses. La fraction < 0,250 mm a été amenée à une disposition sécuritaire.

En premier lieu, pour les différents sols contaminés par des cendres d'incinération, procéder à un simple lavage à l'eau associé au traitement magnétique a permis de diminuer considérablement les concentrations en Pb, en Sn et en Zn initialement présents dans la fraction > 4 mm, les enlèvements correspondant de ces contaminants varient de 36,6 à 93,7%, dépendamment du sol et du contaminant inorganique en question. Le rendement d'enlèvement de la fraction ferro/ferrimagnétique et de la boue de lavage varie de 19,5 à 32,8%. Il est important de rappeler que la fraction grossière n'est pas classée parmi les fractions les plus problématiques, excepté pour le cas du sol MSW3. Bien que diminuée, la concentration en Cu est restée relativement élevée (> C) dans la fraction > 4 mm de ce sol. Cet élément se trouve généralement sous forme particulière, à propriété diamagnétique limitant ainsi son enlèvement par l'application d'une force magnétique (Mercier *et al.*, 2002). Dans le cas de MSW1 et de MSW2, le lavage couplé à la séparation magnétique pourrait alors satisfaire aux objectifs de l'opérateur. Dans le cas du sol MR1, le lavage à l'eau couplé à la séparation magnétique a conduit à un enlèvement du Cu et du Zn de 9,97 et 48,4%, respectivement, avec un taux de concentré généré équivalent à 18%. Bien qu'une partie du Cu ait été éliminée, le traitement est complètement inefficace pour traiter la fraction grossière et diminuer suffisamment les concentrations en Cu et en Zn. Ceci pourrait être expliqué par l'existence de la contamination inorganique piégée dans de grosses particules de nature silicatée, tel qu'observé lors de la caractérisation minéralogique de la fraction 2-4 mm de ce sol.

D'une manière générale, l'attrition et le jig ont permis de séparer efficacement le Cu, le Pb et le Sn des différents sols contaminés par des cendres d'incinération. Les concentrations de ces contaminants ont diminué considérablement dans la fraction 2-4 mm traitée des sols MSW1, MSW2 et MSW3. Les rendements d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn obtenus varient de 48 à 79%, de 68 à 80% et de 62 à 75%, respectivement. Entre autre, le Zn a été efficacement enlevé de la fraction 2-4 mm du sol MR1 avec un taux d'enlèvement de 75%. L'enlèvement du Cu est élevé (69%), néanmoins, sa concentration reste importante dans la fraction traitée. D'autre part, pour tous les sols à l'étude, la masse séparée du concentré a été importante (taux d'enlèvement allant

de 49 à 59%). Ceci est expliqué par l'effet combiné du contenu initial en métaux (sols MSW3 et MR1) et de l'attrition. En effet, la masse de la boue contaminée générée augmente avec l'augmentation de la taille des particules. Jobin *et al.* (2015) ont mis en évidence des taux de séparation de boue contaminée correspondant à 7, 10 et 20% des fractions granulométriques 0,250-1 mm, 1-2 mm et 2-4 mm, respectivement.

Similairement au jig, l'attrition et la table à secousses ont séparé efficacement le Cu, le Pb et le Sn présents dans les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW2 et MSW3. Dans le cas de la fraction 1-2 mm, les enlèvements du Cu, du Pb et du Sn varient de 65 à 85%, de 69 à 86% et de 66 à 86%, respectivement. Ceux-ci varient de 33 à 51% pour Cu, de 64 à 74% pour Pb et de 43 à 70% pour Sn dans le cas de la fraction 0,250-1 mm. Il est à noter que pour ces sols, l'appareil est plus efficace pour traiter la fraction 1-2 mm que la fraction 0,250-1 mm. L'attrition et le traitement par la table à secousses ont permis de réduire considérablement les concentrations en Cu et en Zn du sol MR1 grâce à des taux d'enlèvement variant de 55 à 81%. Comparativement au jig, cette filière de traitement permet un moindre entraînement particulaire où, pour les sols étudiés, la masse du concentré métallique séparée varie de 27,8 à 45,1%. Les sols les plus contaminés, soient MSW3 et MR1 sont caractérisés par le contenu en métaux le plus élevé et par conséquent par une masse de concentré métallique enlevée plus importante. Selon l'auteur, l'optimisation de l'attrition selon l'évolution de la fraction granulométrique serait recommandée afin d'améliorer le schéma du procédé en terme de quantité de concentré métallique à gérer.

En observant les bilans de masse et la répartition de la masse des contaminants après le traitement physique de la fraction $> 0,250$ mm des sols contaminés par des cendres d'incinération, les pourcentages massiques résiduels de Ba, de Cu, de Pb, de Sn et de Zn varient de 35,3 à 49,2%, de 28,1 à 59,9%, de 16,6 à 33,3% et de 30,8 à 34,6%, dépendamment du degré de contamination. Ceci reflète le rôle des outils de séparation physique à diminuer de manière importante la concentration des métaux lourds dans ces types de sols avec un recouvrement de masse traitée à partir de la fraction $> 0,250$ mm allant de 57,1 à 80,1%. Pareillement, pour le sol MR1, le contenu restant en Cu et en Zn dans la fraction $> 0,250$ mm est de 34,5 à 42,4%, respectivement. Le recouvrement de la masse traitée correspond à 64,8% de la fraction $> 0,250$ mm. Ce travail de recherche se rejoint ainsi à d'autres qui confirment l'intérêt des méthodes physiques et leur large applicabilité à traiter des sols variés à contamination hétérogène par les métaux lourds. Par exemple, à travers l'utilisation de la table à secousses et du jig, Laporte-Saumure *et al.* (2010) ont

mis en évidence des enlèvements de Pb, de Cu et de Zn supérieurs à 66% à partir de sols de buttes de tirs. De son côté, Jobin *et al.* (2016) ont montré des enlèvements de Pb, de Cu et de Sn variant de 28 à 64% lors de l'utilisation de l'attrition couplée à la séparation gravimétrique (jig et table à secousses) pour traiter en partie les sols contaminés par des cendres d'incinération. Et, l'attrition et la table à secousses ont permis un enlèvement du Cu et du Zn variant de 30 à 68% à partir d'échantillons de sols contaminés par des résidus métallurgiques (Bisone *et al.*, 2013).

Le sol MSW2 a été le sujet d'une étude économique permettant de fournir un estimé du coût d'exploitation du procédé développé pour une usine de capacité annuelle de traitement de 75 600 tonnes sèches*an⁻¹. Le bilan des coûts d'exploitation est présenté dans le [Tableau 1-13](#).

Tableau 1-13 Bilan des coûts d'exploitation du procédé de traitement physique du sol MSW2

Paramètres	Coûts/Revenus	
	(\$Can.tst ⁻¹)	(\$Can.an ⁻¹)
Investissement		
Total des coûts fixes en capitaux	6 686 219	\$Can
Fonds de roulement	1 002 933	\$Can
Investissement total	7 689 152	\$Can
Coûts directs d'opération		
A. Main-d'œuvre d'opération		
Opération	9,11 \$	689 016 \$
Supervision	1,82 \$	137 803 \$
B. Utilités		
Électricité	1,52 \$	114 818 \$
Eau de procédé	0,02 \$	1 748 \$
Chargement et transport des résidus		
Sol (B-C)	1,48 \$	111 941 \$
Sol (C-D)	3,17 \$	239 400 \$
Disposition des résidus		
Sol (C-D)	23,8 \$	1 795 500 \$
Entretien et réparation	1,77 \$	133 724 \$
Matériaux courants	0,66 \$	50 147 \$
Frais de laboratoire	0,91 \$	68 902 \$
Brevets et redevances	5,00 \$	378 000 \$
Sous-total	49,2 \$	3 720 544 \$
Coûts indirects et généraux		
Avantages sociaux et marginaux	2,41 \$	181 900 \$
Amortissement	5,07 \$	383 637 \$
Financement (remboursement des intérêts)	8,39 \$	634 267 \$
Sous-total	15,9 \$	1 199 805 \$
Coûts totaux d'exploitation	65,1 \$	4 920 349 \$
Revenus d'exploitation		
Revenus de valorisation de composés métalliques		
Fer	1,05 \$	79 737 \$
Sous-total	1,05 \$	79 737 \$
Revenus totaux d'exploitation	1,05 \$	79 737 \$
Bilan d'exploitation du procédé	64,0 \$	4 840 612 \$

Le coût est estimé à 64 \$ par tonne sèche du sol, soit près de 5 M\$CAN*an⁻¹. La disposition sécuritaire de la fraction fine (< 0,250 mm) récupérée du tamisage (19,8% du sol en entier), du lavage de la fraction grossière (2,6% du sol en entier) et des boues d'attrition (7,9% du sol en

entier) impacte considérablement les coûts totaux d'exploitation avec un pourcentage de 36,5%. Les autres paramètres importants influençant le coût sont le coût de la main d'œuvre d'opération (16,8% des coûts totaux d'exploitation) et le paiement d'intérêts (13,4% des coûts totaux d'exploitation). Près de 105 kg de Fe par tonne sèche du sol ont pu être valorisées en exploitant la masse du concentré issue de la séparation magnétique (12,3% du sol en entier), du jig (0,89% du sol en entier) et de la table à secousses (2,56% du sol en entier). Cependant, le revenu total provenant de la valorisation du Fe est faible et estimé à près de 80 K\$CAN.an⁻¹, soit 1,6 % des coûts totaux d'exploitation. Le coût du procédé est encourageant, dans les marges des coûts du traitement physique et reflète un procédé potentiellement compétitif au traitement par enfouissement (estimé moyenne du coût = 75 \$CAN par tonne de sol).

1.5 Conclusion et recommandations

La décontamination des sols aux prises avec des métaux lourds peut s'avérer complexe à cause de la large hétérogénéité de la contamination inorganique. La recherche est avancée dans le développement des techniques de remédiation de ce type de contamination. Cependant, ces dernières sont souvent économiquement non viables, ce qui laisse la solidification/stabilisation et l'enfouissement sécuritaire prépondérants sur le marché de la réhabilitation de sites contaminés. Tout progrès réalisé dans le développement/optimisation des techniques de séparation physique est d'une importance majeure, permettant d'apporter des solutions concurrentes aux procédés existants en termes de coûts d'opération et de durabilité. Dans ce contexte, ce travail de recherche a permis de démontrer qu'il est possible de développer un modèle de prévision de l'efficacité des appareils de séparation physique, traitant l'exemple de la table à secousses, pour une utilisation scientifique de l'appareil. Par ailleurs, à travers l'exploitation des outils de prévision, une méthodologie d'optimisation de la table à secousses a pu être établie et adaptée à différentes matrices contaminées, de tailles granulométriques différentes, présentant des niveaux variés de contamination par des cendres d'incinération des déchets municipaux et des résidus de fonderie. D'autre part, l'importance d'outils de prévision comme la caractérisation densimétrique et la caractérisation minéralogique dans l'optimisation des performances de la table à secousses et du jig, la détermination de leurs efficacités et de leurs éventuelles limites a été mise en avant tout au long de ce projet.

D'abord, la caractérisation chimique a permis de montrer la distribution hétérogène de la contamination inorganique dans les différentes fractions des sols à l'étude MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, justifiant la complexité de développement de procédés de décontamination. Cependant, à travers la caractérisation densimétrique par la liqueur dense, les fractions 2-4 mm, 1-2 mm et 0,250-1 mm des différents sols ont montré une réponse potentielle positive au traitement par le jig et la table à secousses. Les enlèvements prédits du Cu, du Pb et du Sn initialement présents dans les sols MSW1, MSW2 et MSW3 ont été atteints expérimentalement, conduisant à une décontamination maximale de ces fractions. D'autre part, la caractérisation densimétrique a permis de prédire des enlèvements satisfaisants pour le Cu et le Zn présents dans les différentes fractions du sol MR1.

À travers l'examen minéralogique, il a été possible d'établir les différents scénarios permettant de prédire et d'expliquer le comportement des particules contaminées, dérivées des résidus d'incinération et de fonderie, sous l'action de la force gravimétrique. Trois groupes majeurs ont été identifiés. Le premier et le deuxième groupe, caractérisés par une MV moyenne relativement élevée ($MV > 3,9 \text{ g.cm}^{-3}$) et un critère de concentration (CC) supérieur à 1,76, ont été représentés par des contaminants totalement libres ou liés à une phase porteuse de nature métallique. La présence de ces deux groupes favorise ainsi la séparation par le jig ou par la table à secousses. Le troisième groupe a renfermé les contaminants présents sous la forme d'inclusions dans une matrice de nature silicatée ou liés à une phase porteuse de faible MV (matrice silicatée ou calcite). Dépendamment de la minéralogie exacte de la phase porteuse, du volume occupé par celle-ci dans la particule et de la distribution de ce groupe dans la fraction du sol contaminé, une réduction de l'efficacité du processus de séparation gravimétrique est prédite.

Le plan en surface de réponses de type Box-Behnken a permis l'établissement de modèles mathématiques quadratiques de prédiction de l'efficacité d'enlèvement de la masse du concentré, de la MV du concentré et de l'efficacité d'enlèvement du Pb, du Cu et du Sn par la table à secousses de la fraction 1-2 mm du sol MSW2. Ces modèles, impliquant les paramètres opératoires de la table à secousses, ont contribué à la détermination des conditions optimales de traitement, menant à des résultats de séparation proches de ceux obtenus par la séparation avec la liqueur dense (R_E , $R_M(\text{Cu})$, $R_M(\text{Pb})$ et $R_M(\text{Sn}) \sim 1$). Les métaux ont été concentrés dans un volume restreint correspondant à 20,8% du volume initial de la fraction 1-2 mm de MSW2 et les taux d'enlèvement du Cu, du Pb et du Sn ont été supérieurs à 54,5%.

Les cinq conditions sélectionnées, permettant des enlèvements graduels du concentré métallique de la fraction 1-2 mm du sol MSW2, ont été suffisants pour traiter efficacement la fraction 0,250-1 mm du sol MSW2 et les fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm des sols MSW1, MSW3 et MR1. La méthodologie générale de prédiction et d'optimisation des performances de la table à secousses pour traiter des matrices contaminées variées a été basée sur l'utilisation de ces conditions et sur des comparaisons entre les résultats de la table à secousses et ceux de séparation par liqueur dense. Tenant compte du changement de la zone de concentration des métaux, à chaque matrice contaminée, une condition optimale différente a été déterminée, permettant une séparation satisfaisante du Cu, du Pb et du Sn des échantillons contaminés par des résidus d'incinération et du Cu et du Zn des échantillons contaminés par des résidus métallurgiques. Plus qu'une condition

de traitement a montré un enlèvement efficace des métaux des échantillons fortement contaminés. La table à secousses a montré une meilleure performance à traiter la fraction 1-2 mm des sols que la fraction 0,250-1 mm et a montré des limites de traitement comparativement à la séparation densimétrique et des limites de séparation pour le Ba et le Zn présents dans les sols contaminés par des résidus d'incinération.

Comme pour le cas de la table à secousses, la caractérisation densimétrique a permis d'optimiser le traitement par un jig de la fraction 2-4 mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1 à travers de simples comparaisons de la masse du cumulatif du concentré enlevé au fur et à mesure des passages à travers l'appareil. Près de 3, 5, 10 et 20 passages ont été requis pour enlever efficacement le concentré des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, respectivement ($R_{E \sim 1}$ et $R_M(M) \sim 1$).

Finalement, la filière de traitement physique, proposée pour le traitement de la fraction $> 0,250$ mm des sols MSW1, MSW2, MSW3 et MR1, composée d'une étape de lavage à l'eau et de séparation magnétique, destinée à la fraction grossière, et d'une étape d'attrition couplée aux méthodes de séparation physique, a permis de diminuer de plus de 50% le contenu total en métaux lourds dans la fraction $> 0,250$ mm. Ceci a confirmé ainsi l'utilité d'intégration des méthodes physiques dans la chaîne de traitement pour traiter des cas complexes de contamination comme ceux par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques.

L'auteur propose une amélioration de certains volets de l'étude et d'approfondir les recherches relatives aux sujets suivants :

- Optimisation de l'étape de pré-conditionnement par attrition du matériel à traiter afin de réduire le volume du concentré à disposer.
- Étude de l'influence du prétraitement par attrition sur l'efficacité de séparation gravimétrique de la contamination inorganique en fonction de la taille des particules.
- Recherche de méthodes alternatives de caractérisation du contenu total en métaux lourds séparables par gravimétrie, comme la tomodynamométrie, applicable à grande échelle, permettant d'identifier la distribution du troisième groupe minéralogique dans l'échantillon à traiter et permettant de s'affranchir des problèmes liés à la représentativité des échantillons.

- Recherche de techniques complémentaires d'analyse minéralogique permettant d'apporter une précision sur l'identification des phases minéralogiques existantes comme la microsonde et la diffractométrie de rayons X.
- Évaluation de la forme des particules du sol et de la contribution de celle-ci dans le processus de séparation gravimétrique.
- Application de la modélisation par plan de surface de réponses à d'autres matrices contaminées à des fins de comparaisons entre les modèles développés et la génération de modèle général de prédiction du rendement de la table à secousses.
- Application de l'approche d'optimisation de la table à secousses par expériences aléatoires dirigées à d'autres types de contamination comme la contamination par des résidus miniers ou la contamination par des munitions d'armes légères pour vérifier sa validité et déterminer ses limites.

1.6 Références bibliographiques

- Abanades S, Flamant G, Gagnepain B & Gauthier D (2002) Fate of heavy metals during municipal solid waste incineration. *Waste Manage. Res.* 20(1):55-68.
- Alloway B (2013) *Heavy metals in soils. Trace metals and metalloids in soils and their bioavailability*. Springer science & business media, Netherlands, Third. 615 p
- Asrari E (2014) *Heavy metal contamination of water and soil: analysis, assessment, and remediation strategies*. CRC Press, Taylor and francis group, Toronto, New Jersey. 386 p
- Atkins P, Jones L & Laverman L (2007) *Principes de chimie*. W.H Freeman and compagny, U.S, Third. 1120 p
- Bisone S (2012) *Décontamination de sols contaminés par du cuivre du zinc et des HAP provenant de déchets métallurgiques*. Doctorat (Institut national de la recherche scientifique, Québec). 254 p
- Bisone S, Mercier G & Blais J (2013) Decontamination of metals and polycyclic aromatic hydrocarbons from slag-polluted soil. *Environe. Tech.* 34(18):2633-2648.
- Bolan N, Kunhikrishnan A, Thangarajan R, Kumpiene J, Park J, Makino T, Kirkham M & Scheckel K (2014) Remediation of heavy metal(loid)s contaminated soils – To mobilize or to immobilize? *J. Hazard. Mater.* 266:141-166.
- Bouchard S (2001) *Traitement du minerai: Flottation. Méthodes physiques. Le Griffon d'argile*, Québec (Canada). 373 p
- Chandler A, Eighmy T, Hjelmar O, Kosson D, Sawell S, Vehlow J, Van der Sloot H & Hartlén J (1997) *Municipal solid waste incinerator residues*. Elsevier, Netherlands, First, 973 p
- Chimenos J, Segarra M, Fernández M & Espiell F (1999) Characterization of the bottom ash in municipal solid waste incinerator. *J. Hazard. Mater.* 64(3):211-222.
- De Sousa C (2008) *Brownfields redevelopment and the quest for sustainability*. Elsevier, Amsterdam, First. 304 p
- Dermont G, Bergeron M, Mercier G & Richer-Lafèche M (2008) Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. *J. Hazard. Mater.* 152(1):1-31.
- Drzymala J & Swatek A (2007) *Mineral processing: foundations of theory and practice of minerallurgy*. University of Technology, Wroclaw, First. 507 p
- Duchesne J & Mercier G (2003) Établissement d'une méthode de caractérisation minéralogique décrivant les sols contaminés par le plomb. *Canadian Geotechnical Journal* 40(4):731-741.
- EAA (2018) *Progress in management of contaminated sites*. European environment agency), [HTTPS://WWW.EEA.EUROPA.EU/DATA-AND-MAPS/INDICATORS/PROGRESS-IN-MANAGEMENT-OF-CONTAMINATED-SITES-3/ASSESSMENT](https://www.eea.europa.eu/data-and-maps/indicators/progress-in-management-of-contaminated-sites-3/assessment) (Consulté le 01 Janvier)
- EPA (2018) *Contaminated Land. What are the trends in contaminated land and their effects on human health and the environment?* United States environmental protection agency, U.S),

- [HTTPS://CFPUB.EPA.GOV/ROE/CHAPTER/LAND/CONTAMINATED.CFM#TYPES](https://cfpub.epa.gov/roe/chapter/land/contaminated.cfm#types) (Consulté le 01 Janvier)
- Fauduet H (2011) *Mécanique des fluides et des solides appliquée à la chimie*. Paris, Tec & Doc, France. 691 p
- FRTR (2016a) *Ex Situ Physical/Chemical Treatment (assuming excavation), Solidification/Stabilization*. Federal Remediation Technologies Roundtable, USA), [HTTPS://FRTR.GOV/MATRIX2/SECTION4/4-21.HTML](https://frtr.gov/matrix2/section4/4-21.html) (Consulté le 12 Janvier)
- FRTR (2016b) *Ex Situ Physical/Chemical Treatment for Soil, Sediment, Bedrock and Sludge*. Federal remediation technologies roundtable, USA), [HTTPS://FRTR.GOV/MATRIX2/SECTION3/3_5.HTML](https://frtr.gov/matrix2/section3/3_5.html) (Consulté le 05-Mai)
- FRTR (2016c) *Table of content*. Federal Remediation Technologies Roundtable, USA), [HTTPS://FRTR.GOV/MATRIX2/SECTION1/TOC.HTML#SEC4](https://frtr.gov/matrix2/section1/toc.html#sec4) (Consulté le 12 Janvier)
- FRTR (2016d) *Technology: Soil, Sediment, Bedrock and Sludge, Ex Situ Physical/Chemical Treatment, Separation*. Federal remediation technologies roundtable, USA), [HTTPS://FRTR.GOV/MATRIX2/SECTION4/4-18.HTML](https://frtr.gov/matrix2/section4/4-18.html) (Consulté le 12 Janvier)
- Galvez-Cloutier R & Lefrancois P (2005a) Les sols contaminés par des métaux lourds: Distribution géochimique et techniques de restauration (Première partie). *Vecteur environnement* 38 (3):38.
- Galvez-Cloutier R & Lefrancois P (2005b) Les sols contaminés par des métaux lourds: Distribution géochimique et techniques de restauration (Seconde partie). *Vecteur environnement* 38 (3):38.
- GC (2018a) Gouvernement Canada- Santé Canada, Canada), [HTTPS://WWW.CANADA.CA/FR/SANTE-CANADA/SERVICES/PUBLICATIONS/VIE-SAINE/RECOMMANDATIONS-POUR-QUALITE-EAU-POTABLE-CANADA-DOCUMENT-TECHNIQUE-BARYUM.HTML](https://www.canada.ca/fr/sante-canada/services/publications/vie-saine/recommandations-pour-qualite-eau-potable-canada-document-technique-baryum.html) (Consulté le 05 Mai)
- GC (2018b) *Lachine canal national historic site. The cradle of industrialization*. Government of Canada. Parks Canada, Canada), [HTTPS://WWW.PC.GC.CA/EN/LHN-NHS/QC/CANALLACHINE/DECOUVRIR-DISCOVER/CONSTRUCTION/INDUSTRIALISATION](https://www.pc.gc.ca/en/lhn-nhs/qc/canallachine/decouvrir-discover/construction/industrialisation) (Consulté le 07 Mai)
- Gérard G (1991) Séparation magnétique. in *Techniques de l'ingénieur, traité génie des procédés*, Paris), p 30.
- Gill D, Meloche J, Negron P & Méthot J (2012) Étude sur la réhabilitation des sites urbains contaminés. (Institut d'urbanisme de l'Université de Montréal, CEMRS, Institut d'urbanisme de l'Université de Montréal, Canada), p 98.
- Glass HG, Coon JM, Lushbaugh CC & Last J (1942) Toxicity and Vesicant Action of Various Organic Tin Compounds. Report No. NIOSH/00059838. United States Environmental Protection Agency, USA.
- Gosselin A, Blackburn D & Bergeron M (1999) Assessment protocol of the applicability of ore-processing technology to treat contaminated soils, sediments and sludges. (Environment and climate change Canada, Canada), p 142.

- Goupy J & Creighton L (2006) *Introduction aux plans d'expériences* Paris, France. 336 p
- Grobler J & Bosman J (2011) Gravity separator performance evaluation using Qemscan® particle mineral analysis *Journal of the southern african institute of mining and metallurgy* 111(6):401-408
- Hébert J & Bernard J (2013) Bilan sur la gestion des terrains contaminés au 31 décembre 2010. (Ministère du développement durable, de l'environnement, de la faune et des parcs, Québec), p 31.
- Hoch M (2001) Organotin compounds in the environment — an overview. *Appl. Geochem.* 16(7):719-743.
- Houot R & Joussemet R (1991) Concentration gravimétrique. in *Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés*, Paris), p 26.
- INRS (2012) Baryum et composés. Fiche toxicologique n°125. (INRS- Santé et sécurité au travail), p 11.
- Jobin P (2016) *Traitement des sols pollués par les cendres d'incinération de déchets municipaux*. Doctorat (Institut national de la recherche scientifique, Québec). 152 p
- Jobin P, Mercier G & Blais J (2016) Magnetic and density characteristics of a heavily polluted soil with municipal solid waste incinerator residues: Significance for remediation strategies. *Int. J. of Mineral Proc.* 149:119-126.
- Jobin P, Mercier G, Blais J & Taillard V (2015) Understanding the Effect of Attrition Scrubbing on the Efficiency of Gravity Separation of Six Inorganic Contaminants. *Water, Air, & Soil Pollut.* 226(5):162.
- Jordão H, Sousa A & Carvalho M (2016) Optimization of wet shaking table process using response surface methodology applied to the separation of copper and aluminum from the fine fraction of shredder ELVs. *Waste Manage.* 48(Supplement C):366-373.
- Kabata-Pendias A (2000) *Trace Elements in Soils and Plants*. Boca Raton, London, New York, Third. 413 p
- Kabata-Pendias A (2011) *Trace elements in soils and plants*. CRC Press, Boca Raton, FL, USA, Fourth. 534 p
- Khalid S, Shahid M, Niazi N, Murtaza B, Bibi I & Dumat C (2017) A comparison of technologies for remediation of heavy metal contaminated soils. *J. Geochem. Explor.* 182(Part B):247-268.
- Kowalski P, Kasina M & Michalik M (2017) Metallic Elements Occurrences in The Municipal Waste Incineration Bottom Ash. *Energy Procedia* 125:56-62.
- Landry B, Ccddd d & Cd S (1997) *Génie et environnement*. Québec. 540 p
- Laporte-Saumure M (2010) *Caractérisation de sites de tir à l'arme légère militaires canadiens, enlèvement des métaux et suivi hydrogéologique des contaminants*. Doctorat (Institut national de la recherche scientifique, Québec). 251 p
- Laporte-Saumure M, Martel R & Mercier G (2010) Evaluation of physicochemical methods for treatment of Cu, Pb, Sb, and Zn in Canadian small arm firing ranges backstop soils. *Water, Air, & Soil Pollut.* 213(1):171-189.

- Lavallée S (2006) Les terrains contaminés au Québec: Quels sont les risques pour les prêteurs? . (Centre interuniversitaire de recherche et analyse des organisations (CIRANO) et Université Laval, Canada), p 54.
- Louis H, Jean B & Albert H (1958) *Chimie minérale: Famille du bore, métaux alcalino-terreux et alcalins, éléments de transition.* . France. 884 p
- Louis H, Jean B & Albert H (1985) *Chimie minérale: Famille du bore, métaux alcalino-terreux et alcalins, éléments de transition.* Presses universitaires de France, France, 1012 p.
- Marino M, Brica R & Neale C (1997) Heavy metal soil remediation: The effects of attrition scrubbing on a wet gravity concentration process. *Env. Progress* 16(3):208-214.
- MDDELCC (2010) Bilan sur la gestion des terrains contaminés. (Ministère du développement durable, de l'environnement, de la faune et des parcs, Québec), p 37.
- MDDELCC (2017) *Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés - Loi et règlements.* Ministère du développement durable, de l'environnement et de la lutte contre les changements climatiques, Québec), [HTTP://WWW.MDDELCC.GOUV.QC.CA/SOL/TERRAINS/LOI-REG.HTM](http://www.mdDELCC.gouv.qc.ca/sol/terrains/loi-reg.htm) (Consulté le 04 Décembre)
- Mercier G (2000) *Disponibilité des métaux dans les sols et prévision du rendement d'enlèvement par des techniques minéralurgiques.* Doctorat (Université Laval, Québec (Canada)). 293 p
- Mercier G, Duchesne J & Blackburn D (2001) Prediction of metal removal efficiency from contaminated soils by physical methods. *J. Env. Eng.* 127(4):348-358.
- Mercier G, Duchesne J & Blackburn D (2002) Removal of Metals from Contaminated Soils by Mineral Processing Techniques Followed by Chemical Leaching. *Water Air Soil Pollut.* 135(1):105-130.
- Mouton J (2008) *Développement d'un procédé de lavage de sol pour le traitement simultané des HAP et du plomb.* Doctorat (Institut national de la recherche scientifique, Québec (Canada)). 274 p
- Mocellin, J., Mercier, G., Morel, J.L., Blais, J., Simonnot, M.-O., 2015. Factors influencing the Zn and Mn extraction from pyrometallurgical sludge in the steel manufacturing industry. *J. Env. Manag.* 158, 48-54.
- Mulligan C, Yong R & Gibbs B (2001) Remediation technologies for metal-contaminated soils and groundwater: an evaluation. *J. Eng. Geol.* 60(1):193-207.
- Neil A & Bridgwater J (1999) Towards a parameter characterising attrition. *Powder Technology* 106(1):37-44.
- OEGC (2012) *2012 Spring Report of the Commissioner of the Environment and Sustainable Development. Chapter 3—Federal Contaminated Sites and Their Impacts.* Office of the editor general of Canada, Canada), [HTTP://WWW.OAG-BVG.GC.CA/INTERNET/ENGLISH/PARL_CESD_201205_03_E_36775.HTML](http://www.oag-bvg.gc.ca/internet/english/parl_cesd_201205_03_e_36775.html) (Consulté le 05 Mai)
- Piatak NM, Parsons MB & Seal RR (2015) Characteristics and environmental aspects of slag: A review. *J. Appl. Geochem.* 57:236-266.

- Pichard A, Bisson M, Hulot C, Lacroix G, Lefèvre J, Magaud H, Oberson-Geneste D, Morin A & Pépin G (2003) Plomb et ses dérivés, Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques (INERIS, France), p 90.
- Raskin I & Ensley B (2000) *Phytoremediation of Toxic Metals: Using Plants to Clean Up the Environment*. Wiley and Sons, New York, 300 p
- Shen H & Forssberg E (2003) An overview of recovery of metals from slags. *J. Waste Manage.* 23(10):933-949.
- Sousa CD (2001) Contaminated sites: The Canadian situation in an international context. *J. Environ. Manage.* 62(2):131-154.
- Stražičar J & Sešelj A (1999) Attrition as a process of comminution and separation. *Powder Tech.* 105(1–3):205-209.
- Suthersan S (1996) Stabilization and Solidification. *Remediation Engineering: Design, concepts*. Lewis Publishers. Boca Raton, New York, London, Washington. 384 p.
- Tripathy S & Rama Murthy M (2012) Modeling and optimization of spiral concentrator for separation of ultrafine chromite. *Powder Technology* 221:387-394.
- USEPA (1995) Contaminants and Remedial Options at Selected Metal-Contaminated Sites. Report No. EPA/540/R-95/512. Washington DC), p 268.
- Veetil D (2013) *Développement d'un procédé de traitement pour l'enlèvement simultané des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des métaux des sédiments contaminés*. Doctorat (Institut national de la recherche scientifique, Québec (Canada)). 228 p
- Veetil D, Mercier G, Blais J, Chartier M, Tran L & Taillard V (2014) Remediation of contaminated dredged sediments using physical separation techniques. *Soil Sediment Contam.* 23(8):932-953.
- Wei Y, Shimaoka T, Saffarzadeh A & Takahashi F (2011) Mineralogical characterization of municipal solid waste incineration bottom ash with an emphasis on heavy metal-bearing phases. *J. Hazard. Mater.* 187(1–3):534-543.
- Wills B (2011) *Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery*. Butterworth, Amsterdam, Boston, Heidelberg, London, New York, Oxford, Paris, San Diego, San Francisco, Singapore, Sydney, Tokyo, seventh, 456 p
- Wuana R & Okieimen F (2011) Heavy metals in contaminated soils: a review of sources, chemistry, risks and best available strategies for remediation. *ISRN Ecology*. 2011: 20.
- Yao Z, Li J, Xie H & Yu C (2012) Review on Remediation Technologies of Soil Contaminated by Heavy Metals. *Procedia Environ. Sci.* 16(Supplement C):722-729.
- Youssef M, Abd El-Rahman K, Helal N, El-Rabiei M & Elsaïdy S (2009) Optimization of Shaking Table and Dry Magnetic Separation on Recovery of Egyptian Placer Cassiterite Using Experimental Design Technique. *J. Ore Dressing* 11 (22):9.
- Zmirou D, Beausoleil M, De Coninck P, Déportes I, Dor F, Empereur-Bissonnet P, Hours M, Keck G, Lefebvre L & Rouisse L (2003) Déchets et sols pollués. Environnement et santé

publique, Fondements et pratiques, Gerin M, Gosselin P, Cordier S, Viau C, Quénel P, Dewailly É & Rédacteurs (Édit.) Paris, Edisem/ Tec et Doc, Acton Vale Ed. p 45.).

2 CHAPITRE 2

Study of factors involved in the gravimetric separation process to treat soil contaminated by municipal solid waste ashes

Étude des facteurs impliqués dans le processus de séparation gravimétrique pour traiter un sol contaminé par des cendres d'incinération des déchets municipaux

Revue : Environmental Management

Soumis le 18 Mai 2017, accepté le 08 Décembre 2017, publié le 01 Mars 2018 Vol 209, pp 23-36.

Auteurs

Ikbel Mouedhen Étudiante au doctorat, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 Rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-4677, Télécopieur: (418) 654-2600, courriel: ikbel.mouedhen@ete.inrs.ca

Lucie Coudert Professeure, Institut de recherche en mines et en environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 445 Boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, QC, Canada, J9X 5E4, Téléphone : (819) 762-0971 poste 2572, Télécopieur : (819) 797-4727, Courriel : lucie.coudert@uqat.ca

Jean-François Blais, Professeur, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2575, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: blaisjf@ete.inrs.ca

Guy Mercier, Professeur, Institut national de la recherche Scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2633, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: guy.mercier@ete.inrs.ca

Note

L'étudiante est le premier auteur de cet article. Les expériences, la rédaction et le traitement des données ont été réalisés par l'étudiante en tenant compte des recommandations des différents auteurs.

Modifications exigées par le comité de lecture de la revue

L'article a été accepté avec des corrections majeures. La version incluant les modifications requises est incluse dans cette thèse. Les principales recommandations consistaient en une précision de l'innovation apportée par le présent article, en un enrichissement de l'introduction et un éclaircissement des ratios R_E et R_M . Une meilleure explication de la partie relative à l'analyse

statistique a également été demandée. Les réviseurs ont demandé par ailleurs de donner des justifications quant au non-suivi du contaminant Zn.

2.1 Résumé

Cette recherche scientifique étudie la performance de la table à secousses dans la remédiation d'un sol contaminé par des cendres d'incinération de déchets municipaux. Une caractérisation exhaustive de la contamination inorganique suivie de la concentration gravimétrique des métaux lourds dans un volume restreint du sol ont été élaborées. La caractérisation densimétrique des fractions 1-2 mm et 0,250-1 mm du sol a montré que le Pb, le Cu et le Sn sont majoritairement concentrés dans la fraction lourde. La séparation de ces métaux par milieux denses était supérieure à 50%. L'analyse multi-élémentaire des particules contaminées avec un microscope électronique à balayage équipé d'un spectromètre des rayons X a confirmé l'utilité d'exploiter les propriétés gravimétriques des particules contaminées pour les séparer des particules non contaminées. Le plan d'expériences en surface de réponses de type Box-Behnken a mis en évidence l'effet des variables opératoires de la table à secousses sur la séparation des métaux. L'inclinaison de la table et l'eau de lavage contrôlaient de manière significative le mouvement des particules de taille comprise entre 1 et 2 mm et par conséquent, l'enlèvement du Pb, du Cu et du Sn. Sous les conditions optimales définies par le plan d'expériences Box-Behnken, les résultats de traitement de la fraction 1-2 mm par la table à secousses étaient proches des résultats de séparation par le milieu dense. La masse de concentré métallique généré correspondait à 20,8% de la masse totale du sol. L'enlèvement du Pb, du Cu et du Sn était de 67,3, 54,5 et 54,6%, respectivement.

Sous certaines conditions présélectionnées de la table à secousses, la distribution de masse de la fraction fine du sol (0,250-1 mm) présentait une tendance similaire à celle de la fraction moyenne (1-2 mm). Cependant, la diminution des forces induites par le débit d'eau et de l'action des secousses était requise pour traiter efficacement la fraction fine contaminée du sol. Par conséquent, la masse enlevée du concentré métallique correspondait à 10% de la masse totale de la fraction 0,250-1 mm. Celle-ci était légèrement inférieure à la masse séparée par le milieu dense (13%). Cependant, des enlèvements satisfaisants de 42,7% pour Pb, 23,6% pour Cu et 35,2% pour Sn ont été obtenus.

Mots clés: Contaminants inorganiques; remédiation du sol; processus gravimétrique; table à secousses; milieu dense; plan d'expériences Box-Behnken.

2.2 Abstract

The current research investigated the effectiveness of a gravimetric process (shaking table) to treat soil contaminated by municipal solid waste ashes. A detailed characterization of the inorganic pollutants was performed, followed by concentrating the metals within smaller volumes using the shaking table technology. The densimetric examination of the 1-2 mm and 0.250-1 mm fractions of the contaminated soil showed that lead (Pb), copper (Cu), and tin (Sn) were mostly concentrated in the heavy fraction (metal removals > 50%). Scanning electron microscopy coupled with elemental analysis indicated the relevance of using gravimetric processes to treat this soil sample. The influence of shaking table parameters was determined using a Box–Behnken design. The tilt and washing water flow demonstrated significant effects on the motion of the 1-2 mm soil fraction and on the removal of Pb, Cu, and Sn. The results obtained under the optimal settings of the shaking table defined using the Box–Behnken methodology when treating the 1-2 mm fraction were close to those obtained when using dense media separation. The recovered mass of the concentrate was approximately 20.8% (w.w⁻¹) of the total mass. The removals of Pb, Cu, and Sn were estimated to be 67.3%, 54.5% and 54.6% respectively. The predicted and experimental mass distributions of the medium (1-2 mm) and fine-sized (0.250-1 mm) particles were compared successively under some selected conditions. The mass distribution of both fractions showed similar tendencies in response to the forces applied by each condition. However, lowering the forces induced by the bumping action and the flowing film was recommended so as to efficiently treat the fine fraction (0.250-1 mm). The recovered mass of the concentrate (10%) was slightly lower than that obtained by dense media separation (13%). However, satisfactory removal yields were obtained for Pb, Cu, and Sn (42.7%, 23.6%, and 35.2% respectively).

Keywords: Inorganic contaminants; soil remediation; gravimetric process; shaking table; dense media separation; Box–Behnken design

2.3 Introduction

Industrial expansion and population growth densities led to the establishment of municipal solid waste management strategies (Collett *et al.*, 1998). Waste combustion is commonly used to reduce the total volume of solid waste that should be disposed of by 80-90% (Prasad *et al.*, 2016) The first such device was developed in England in 1870. Thereafter, incinerators began to appear in many industrialized countries to treat domestic, commercial, and industrial solid wastes (Chandler *et al.*, 1997). Prior to the Second World War, the absence of serious environmental regulations promoted the discharge of toxic chemicals and ashes into the environment (Santoleri *et al.*, 2000). Therefore, the inadequate management of waste has contributed to the contamination of urban soils (Hutton *et al.*, 1988, Thornton, 2009). The contamination of soil by metals presents a potential risk for the exposed population and fauna (Olawoyin *et al.*, 2012). The management of contaminated sites has become of a major concern in developed countries. Remediation technologies available to treat sites contaminated by inorganic compounds are classified into physical, chemical and biological techniques. Rehabilitation costs involved are usually the major challenge defining the practical application of such remediation technologies (Khalid *et al.*, 2017). Solidification/Stabilization is the most relevant technology and the most commonly used method to manage soil contaminated by inorganic compounds (Iskandar, 2000, ITRC, 2011). It aims to reduce the mobility of the hazardous materials. In a second step, the contaminated soil is mixed with ordinary Portland cement to ensure a subsequent safe landfilling (Ucaroglu *et al.*, 2012) The costs related to the management range from \$US190-248·m⁻³ of treated soil (FRTR, 2016). Solidification/stabilization technique requires the maintenance of the secured systems and is deemed to be an unsustainable treatment technology (Guemiza *et al.*, 2017). Hence, alternative and environmentally friendly solutions are necessary to treat soil contaminated by metals. For instance, bioremediation is a simple and economical treatment solution which involves plants, microorganisms and organic amendments to detoxify/remove the inorganic compounds from soils. The effectiveness of the biological techniques depends generally on the bioavailability of metals in the soil and concerns low to moderate polluted mediums (Khalid *et al.*, 2017, Park *et al.*, 2011). In the other hand, soil washing uses physical and chemical approaches to extract effectively metals from soil (Benschoten *et al.*, 1997). Chemical agents such as chelating agents, acids and salt chloride solution are used to transfer the metals from the soils into an aqueous solution (Guo *et al.*, 2016, Yao *et al.*, 2012) Mineral processing technologies, such as gravimetric separation, are

frequently implemented to reduce the use of chemicals. Moreover, the volume of soil to be safely managed is considerably reduced, which decreases the operating costs of the decontamination process (ranging from \$US70-187·m⁻³ of soil) (Dermont *et al.*, 2008). Gravimetric processes are based on the motion of the soil particles in response to gravity and other forces, such as the resistance to the motion offered by the fluid. Specific gravity, weight, particle size, and shape are the key factors determining the effectiveness of the separation of contaminated particles from uncontaminated soil (Burt, 1999) A significant difference in the density between the soil particles and the particles bearing the inorganic contaminants is necessary to produce a satisfactory decontamination performance (Gosselin *et al.*, 1999). Several works highlighted the suitability of gravimetric processes to efficiently decontaminate soils polluted by incinerator residues. (Jobin *et al.*, 2016a, Mercier *et al.*, 2001). These studies reported high levels of Pb and Cu liberation degree according to a pollutant characterization of the municipal solid waste ashes. According to these authors, iron oxides were widely or occasionally involved in the carrying phase of Sn, Cu, and Pb, indicating that gravimetric processes would be a very promising treatment option (Jobin *et al.*, 2016b, Mercier *et al.*, 2001). Unit operations such as soil sizing and attrition scrubbing are usually involved prior to gravimetric treatment. Indeed, the application of a shaking table to treat contaminated soil is restricted to medium and coarse fractions (0.063-2 mm). Finer and coarser particles undergo further treatment such as chemical extraction or other physical treatments (flotation, jig, and magnetic separators, among others) (Dermont *et al.*, 2008). Among the gravimetric processes, the most common equipment available to isolate these contaminated particles from uncontaminated soil are jigs, spirals, heavy-medium techniques, and shaking tables (USEPA, 1995). If used correctly, shaking tables demonstrate high selectivity and satisfactory metal recovery efficiencies, allowing the treatment of contaminated soil and mining ore. Particles introduced to the table are displaced by the forces of the washing water and the longitudinal stroke of the deck. Depending on the density of the particles, the stratification mechanism near the riffles of the deck is also involved in the concentration process. Hence, operational and design variables (characteristics of the deck) affect the treatment performance. Frequent operator attention and adjustment of the shaking table parameters are therefore needed to optimize the separation performance of contaminated particles from the uncontaminated fraction (Falconer, 2003) The principal operational parameters are the throughput of the solid, length and frequency of strokes, tilt of the deck, and water flow (Fitzpatrick *et al.*, 2016). The shaking table has been used to treat

a large range of soils, including those polluted by weapon ammunition, mining residues, slags or foundry residues, and municipal solid waste ashes. The chemical and mineralogical heterogeneities of soils induce large variability in the observed performance. For instance, in the case of soils moderately contaminated by mining residues, the removal of Zn, Pb, and Cu ranged from 19%-26%. The required adjustments to enhance the decontamination of these soils were defined as follows: 20° tilt, feed water flow of 3.5 L·min⁻¹, washing water flow of 8 L·min⁻¹, and feed pulp composition of 20% total solids (w·w⁻¹). For a soil highly contaminated by Pb, Zn, Cu, and Sb found in military shooting grounds, the removals ranged from 60%-96% under a feed water flow of 3.5 L·min⁻¹, a washing water flow of 8 L·min⁻¹, and a pulp comprising 70% total solids (w·w⁻¹) (Laporte-Saumure *et al.*, 2010). The research of (Bisone *et al.*, 2013) focused on the treatment of the 0.125-1 mm fraction of a soil contaminated by slags and foundry residues. These samples contained high levels of Cu and Zn. The tilt was adjusted to the maximum level. The principal and secondary water flows were fixed at 6 L·min⁻¹, and 3.5 L·min⁻¹, successively. The stroke frequency was adjusted to 360 Strokes·min⁻¹. The shaking table treatment allowed the removal of 44 to 68% of Cu. The removal of Zn varied from 30 to 44%. In the case of a soil highly contaminated by municipal solid waste ashes, the removals of Pb, Zn, Cu, Sn, and As ranged from 49%-80% under a 11° tilt, a stroke frequency of 500 strokes·min⁻¹, a feed water flow of 5 L·min⁻¹, a washing water flow of 5 L·min⁻¹, and a solid throughput of 100 g·min⁻¹ (Jobin *et al.*, 2015). Another study, which investigated the decontamination of soil polluted by municipal solid waste ashes, reported that the removal yields of Pb, Zn, Cu, and Sn varied from 0-61.2%. The soil was dry fed and the optimal settings comprised a slope ratio ranging from 1:55-1:96, a stroke frequency of 500 strokes·min⁻¹, and a pulp composition of 10% total solids (w·w⁻¹) (Mercier, 2000, Mercier *et al.*, 2001). Consequently, optimal settings vary according to the nature and/or the level of contamination. Modeling the mechanism of the shaking table can help to improve our understanding of the concentration process occurring during the treatment. Previous work investigated the possibility of modeling the performance of the shaking table to recover cassiterite from ore using the Box–Behnken response surface methodology. The statistical design was helpful for finding the optimal parameters of Sn recovery (Youssef *et al.*, 2009).

Hence, a Box–Behnken design was used in the present study to evaluate the influence of operational parameters on the performance of the shaking table, which removed metals from soil

contaminated by municipal solid waste ashes. Moreover, the specific characteristics of the contamination and the operational settings involved in the separation process were investigated.

2.4 Material and methods

2.4.1 Feedstock treatment

Experiments were carried out with soil samples contaminated by municipal solid waste ashes. More specifically, soil samples were collected from inorganic contaminated land, located in the site of Pointe au Lièvre in Quebec City (Canada). According to the history of the site, the contamination is old and mainly caused by the successive operation of two incinerators from 1939 until 1970. Samples were wet-sieved to produce several fractions, using a vibrating screen (Sweco™) and different sieves. Fractions ranging from 1-2 mm and 0.250-1 mm were generated. Then, these soil fractions were put through a scrubbing attrition step performed at 1,500 rpm for a duration of 10 min with a solid-liquid ratio fixed at 30% (w·w⁻¹). Attrition disintegrates agglomerates and liberates particles from slim coatings, enhancing the performance of a gravimetric process train (Marino *et al.*, 1997)

2.4.2 Dense media separation and mineralogical characterization

Tetrabromoethane (TBE – C₂H₂Br₄) was used to characterize the density distribution of each soil fraction used in this study. The liquid density was adjusted to 1.5 g·cm⁻³ using ethanol (EtOH – C₂H₆O). Dense media separation was performed on 100 g of each soil sample collected from the entire soil fraction using Riffle-type Sample Splitters. Experiments were performed in triplicate. For the 1-2 mm soil fraction, the densities of the different products obtained were lower than 1.5 g·cm⁻³, between 1.5 and 2.9 g·cm⁻³, and higher than 2.9 g·cm⁻³ (pure TBE). The lightest fraction (< 1.5 g·cm⁻³) corresponds to the organic matter whereas the heaviest fraction (> 2.9 g·cm⁻³) corresponds to the concentrate. For the 0.250-1 mm soil fraction, the densities of the different products obtained were lower than 2.9 g·cm⁻³ and higher than 2.9 g·cm⁻³.

The scanning electron microscopy coupled with the qualitative chemical analysis were performed on thin sections (0.05 µm) of concentrates (d > 2.9 g·cm⁻³) in order to identify the mineralogical properties of contaminants. A Carl Zeiss scanning electron microscope (model EVO®50) equipped with an X-ray energy dispersion spectrometer (Oxford Instrument, INCAx-sight EDS Detectors) has been used. The accelerating voltage and the beam current were fixed at 20 kV and 100 µA, respectively.

2.4.3 Gravimetric separation

2.4.3.1 Experimental method

A Laboratory Wilfley Table (Outokumpu Technology, model 13A-SA) with a rectangular shape (1.02 m length and 0.46 m width) was used to treat contaminated soil fractions (Figure 2-1). For each experiment, the solid flow was adjusted. The dry feedstock was introduced using a vibratory feeder. Three exits were selected (Figure 2-1):

- Exit E1, which collected the light output mass;
- Exits E4, E5, E6, and E7, which received the concentrate (metal enriched product); and
- Exits E2 and E3, which received the treated soil.

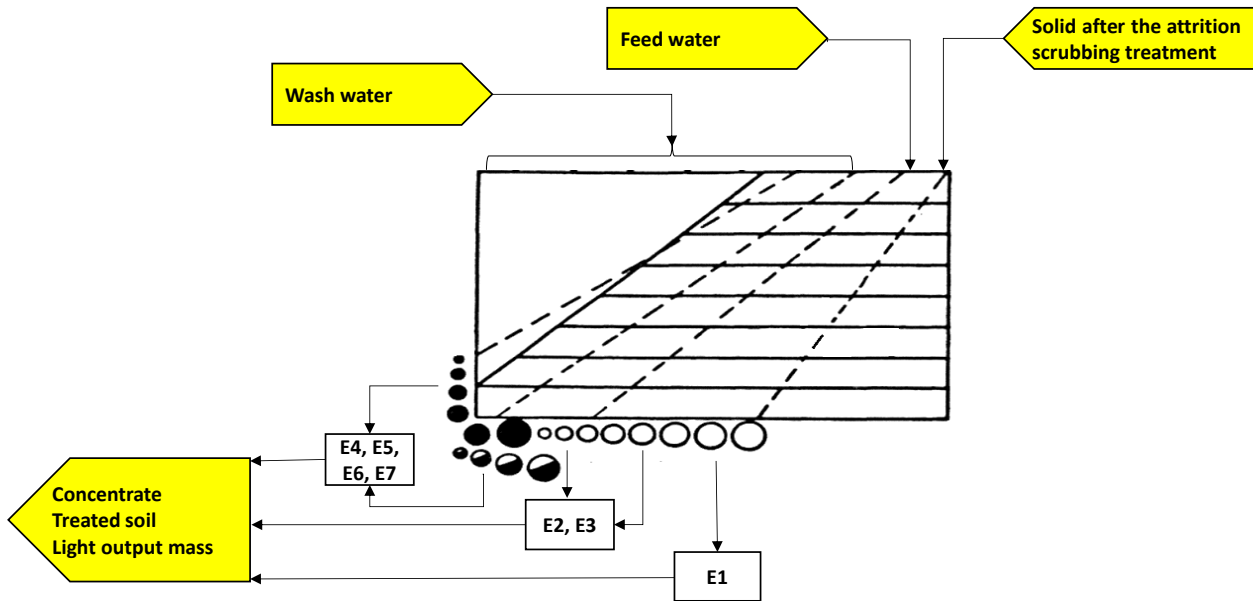


Figure 2-1 Schematic illustration of the shaking table

All generated shaking table exits were weighed. Their densities were determined using a Pycnometer (AccuPyc 1330, Micromeritics).

2.4.3.2 Preliminary assays

The influence of six variables (tilt, feed water flow, washing water flow, stroke frequency, stroke length, and solid throughput) affecting the gravimetric separation process was studied on the 1-2 mm soil fraction. All the experiments were performed in triplicate. Preliminary tests conducted with a control soil showed that physical separation was not affected by solid throughput. The independence of stroke length and stroke frequency was verified to determine whether their influence can be studied using a response surface methodology. However, feed water flow and washing water flow are dependent factors.

2.4.3.3 Box–Behnken design

A response surface methodology (Box–Behnken design) was used to evaluate the effect of some variables and their interactions on the performance of the shaking table with regard to contaminated particle separation from uncontaminated soil. The Box–Behnken design is a statistical method that can be used to optimize operating parameters using the minimum number of experiments. According to the Box–Behnken design, the response can be estimated using second-order prediction models (Equation 2-1) (Govarathanan *et al.*, 2014, Mocellin *et al.*, 2015).

Equation 2-1 Second-order polynomial model

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^K \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum_i \sum_{<j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j + e_i$$

where Y is the response; β_j , β_{jj} , and β_{ij} are the coefficients of the main effects, the quadratic effects, and the interaction between the main effects; and e_i is the random error.

For this series of experiments, the solid flow was set at 100 g·min⁻¹ and the feed water flow was fixed at 2 L·min⁻¹. Four relevant factors (tilt, washing water flow, stroke length, and stroke frequency) were considered in this study. Their effects on the mass and density of the concentrate, as well as metal removal yields, were studied. The real and coded levels of each variable are

presented in [Table 2-1](#). The values of coded variables vary over the same range (from -1 to +1), allowing the comparison of the effects of each variable. They were calculated using [Equation 2-2](#).

Equation 2-2 Coded variable calculation

$$x_i = \frac{(x_i - x_0)}{\Delta x}$$

where x_i is the coded value, x_0 is the value of the variable at the center point, and Δx is the step change.

Table 2-1 Range of selected factors

Parameters	Unit	Range		
		-1	0	1
Tilt	°	8	11	14
Washing water flow	l.min ⁻¹	4	6	8
Stroke length	mm	11.0	12.5	14.0
Stroke frequency	rpm	300	400	500

A total of 29 tests were conducted using [Equation 2-3](#) (Ferreira *et al.*, 2007).

Equation 2-3 The number of experiments required for the Box-Behnken design

$$N = n * (2 * k * (k - 1) + C_0)$$

where k and C_0 correspond to the number of numeric factors and the center point respectively ($k = 4$ and $C_0 = 5$ in the present study), and n is the number of categorical factors.

Following the experiments and the statistical analysis, a validation test under the optimal predicted conditions was performed in triplicate.

Secondly, the effect of the shaking table parameters on the motion of medium-sized particles (1-2 mm) was exploited to treat the finer fraction (0.250-1 mm) of the contaminated soil.

2.4.4 Analytical method

The concentrations of Al, Fe, Cu, Pb, Sn and Zn were followed during all assays of attrition, dense media separation and shaking table separation. Regarding the limits values for various contaminants fixed by the Land Protection and Rehabilitation Regulation in the Province of Quebec (Canada), Cu, Pb, Sn and Zn were considered as the most problematic inorganic compounds. Each soil sample was finely ground and digested using the *aqua regia* method (MA. 100 – Lix.com.1.1) (CEAEQ, 2010). Certified soil samples (SC0063618, LKSD-2 and LKSD-4) were used to ensure the quality of the digestion method. Metal concentrations in liquid samples obtained from the digestion method were determined using ICP-AES. Certified solutions (multi-element standard 900-Q30-002, SCP Science) were used to ensure the conformity of the measures.

2.4.5 Calculations

Dense media ensures a high efficiency of separation. It offers an ideal separation of contaminants from uncontaminated particles (Wills, 2011). Accordingly, practical comparison between the performance of dense media separation and the treatment of contaminated soil fractions using the shaking table was considered. Hence, the mass removal efficiency and metal removal efficiency ratios (R_E and $R_M(M)$) were calculated during the treatment of the 1-2 mm soil fraction according to the [Equations 2-4](#) and [2-5](#).

Equation 2-4 Mass removal efficiency ratio

a.

$$R_E = \frac{\text{Total mass proportion of concentrate removed by the shaking table (\%)}}{\text{Total mass proportion of concentrate removed by dense media separation (\%)}}$$

b.

$$\text{Total mass proportion of concentrate removed by the shaking table (\%)} = 100 * \left(1 - \frac{\text{Mass collected at E2 and E3 (g)}}{\text{Total mass (g)}} \right)$$

Equation 2-5 Metal removal efficiency ratio

a.

$$R_M(M) = \frac{\text{Metal removal by shaking table (\%)}}{\text{Metal removal by dense media separation (\%)}}$$

b.

$$\text{Metal removal (\%)} = 100 * \left(1 - \frac{\text{Mass of metal obtained at E2 and E3 (g)}}{\text{Total mass of metal (g)}} \right)$$

Theoretically, the R_E ratio may vary from 0 to values higher than 1. When R_E is lower than 1, this reflects that the mass separated and collected in exists E4, E5, E6 and E7 of the shaking table is lower than the mass separated by the dense media. These results indicate that a proportion of the contamination is concentrated in the exits E2 and E3 instead of the desired outputs (E4, E5, E6 and 7). Therefore, the forces involved in the separation process promote the motion of a proportion of the contaminated particles until the middling of the deck instead of the concentrate zone. In this case, the separation by shaking table is less efficient than that of dense media. When R_E values are higher than 1, this indicates that the mass removed by shaking table is higher than that removed by dense media. The forces on the deck promote the motion of both heavy and uncontaminated particles to the concentrate zone (E4, E5, E6 and E7). When the R_E ratio is equal to 1, ideal settings of the gravimetric device are reached, regarding only the mass removal parameter. The performance of the shaking table is similar to that of dense media separation.

When R_E varies from 0 to 1, the values of $R_M(M)$ may vary also from 0 to 1. The threshold 1 reflects a maximum removal of the metal 'M' with the shaking table technology.

For the experiments performed on the 0.250-1 mm soil fraction, the total removed mass of the concentrate as well as the metal removal, were calculated according the [Equations 2-6](#) and [2-7](#).

Equation 2-6 Total mass proportion of concentrate removed from the 0.250-1 mm soil fraction by the shaking table

Total mass proportion of concentrate removed by the shaking table (%) =

$$100 * \left(1 - \frac{\text{Mass collected at E1, E2 and E3 (g)}}{\text{Total mass (g)}} \right)$$

Equation 2-7 Metal removal from the 0.250-1 mm by the shaking table

$$\text{Metal removal (\%)} = 100 * \left(1 - \frac{\text{Mass of metal obtained at E1, E2 and E3 (g)}}{\text{Total mass of metal (g)}} \right)$$

2.5 Results and discussion

2.5.1 Characterization of soil fractions treated by attrition scrubbing

The chemical analysis of the total content of inorganic compounds in the bulk soil revealed high concentrations of Cu (705 mg.kg⁻¹), Pb (1,494 mg.kg⁻¹), Sn (484 mg.kg⁻¹) and Zn (1,339 mg.kg⁻¹). As well, high levels of Fe (75,729 mg.kg⁻¹) and Al (8,470 mg.kg⁻¹) were determined. These latter largely contributed to the composition of the carrying phases with which the heavy metal can be associated. The fine fraction (< 0.250 mm) represented 19.8% (w.w⁻¹) of the total soil. The 0.250-2 mm and the fraction > 2mm represented 23.1% and 57% (w.w⁻¹) of the total soil, respectively. All the fractions were highly contaminated by Pb, Cu, Sn and Zn. Therefore, each soil fraction required a specific treatment in order to ensure a safe use of the soil. Since the shaking table concerns to treat particles sized from 0.100 mm to 3 mm (Wills, 2011), the current study focused on the 0.250-1 mm and 1-2 mm fractions of the soil. The shape of bottom and fly ash particles emerging from municipal solid waste incineration is usually irregular (Chang *et al.*, 1999). Hence, attrition scrubbing is often necessary to enhance their sphericity and promote their separation from the uncontaminated soil, thereby removing some portion of the contaminants (Jobin *et al.*, 2015). As mentioned previously, wet screening and attrition scrubbing were necessary to prepare the soil fractions for the gravimetric treatment and to allow for better treatment performance. According to the study carried out by Jobin *et al.* (2015), approximately 10% of highly contaminated sludge was produced during the preconditioning step of the 1-2 mm and 0.250-1 mm soil fractions respectively. In the present study, the 1-2 mm soil fraction initially contained 727 mg.kg⁻¹ of Cu, 1,640 mg.kg⁻¹ of Pb, 596 mg.kg⁻¹ of Sn, and 1,290 mg.kg⁻¹ of Zn. The concentrations of Cu, Pb,

Sn, and Zn in the 0.250-1 mm fraction were 463 mg·kg⁻¹, 1,663 mg·kg⁻¹, 628 mg·kg⁻¹, and 1,200 mg·kg⁻¹ respectively. The large presence of Cu, Pb, Sn, and Zn in the soil is a result of combustion of batteries, printed circuit boards, drink and food containers, pigments in paint, plastics, glass, and pesticides; (Chandler *et al.*, 1997, Harrison *et al.*, 1994, Wei *et al.*, 2011). Following the attrition scrubbing treatment, the measured concentrations of metals in the 1-2 mm fraction were 658 mg·kg⁻¹ of Cu, 1,925 mg·kg⁻¹ of Pb, 551 mg·kg⁻¹ of Sn, and 1,020 mg·kg⁻¹ of Zn. The concentrations of inorganic contaminants in the 0.250-1 mm soil fraction were slightly lower, with 343 mg·kg⁻¹ of Cu, 1,040 mg·kg⁻¹ of Pb, 609 mg·kg⁻¹ of Sn, and 955 mg·kg⁻¹ of Zn. According to the mass balance of the 1-2 mm fraction, low to moderate removals of metals were obtained. They varied from 3.47 to 35.0% depending on the contaminant. The concentrations of Cu, Pb and Sn were maintained close to those determined before the treatment (error threshold of 5%). Consequently, the attrition scrubbing had no significant effect on the removal of these contaminants. Only the concentration of Zn significantly decreased following this treatment. The generated sludge represented 17.8% of the total mass of the 1-2 mm soil fraction. In the other hand, the attrition scrubbing treatment allowed the removal of 16.3% (w.w⁻¹) of the total mass of the 0.250-1 mm fraction. The heavy metals removal varied from 18.8 to 47.6%. A significant decrease of Cu, Pb and Zn were achieved. However, the attrition scrubbing had no significant effect on the concentration of Sn (error threshold of 5%). The concentrations were still higher than the mean natural background of Cu (38.9 mg·kg⁻¹), Pb (17 mg·kg⁻¹), Sn (2.5 mg·kg⁻¹), and Zn (70 mg·kg⁻¹) determined for uncontaminated soils around the world (European countries, United States, Japan and Brazil) (Alloway, 2013, Burt *et al.*, 2003, Erikssonv, 2001, FOREG, 2005, Kabata-Pendias, 2004, Kabata-Pendias, 2011, Kabata-Pendias *et al.*, 1991, Lado *et al.*, 2008, Shacklette *et al.*, 1984, Takeda *et al.*, 2004)

Table 2-2 presents the elemental composition of pollutants according to the microscopic analysis performed on numerous particles of the concentrates obtained by dense media separation. The examined particles exhibited numerous phases with large mineralogical heterogeneity. For example, particles containing Pb were identified as oxides of Pb, *M*-Pb oxides, Pb carbonates, and Pb silicates. This contaminant was highly liberated and associated to one or more carrying phases like Fe oxides, Ba sulfates, and Ca carbonates/oxides. According to these results, Sn was identified as Sn oxides, *M*-Sn oxides, and alloys of Sn and other metals. Cu was also found to exist as oxides, *M*-Cu oxides, and as a native element alloyed with other metals. All the Pb, Sn, and Cu were totally

liberated or carried by one or a mix of phases. The microscopic analysis revealed the presence of Zn in heavy particles, in the form of *M*-Zn oxides and Zn silicates. Zn was generally associated with other phases such as Ti-Ba oxides or a combination of Fe and Ca carbonates. This wide mineralogical variation is primarily explained by the source of contamination. Indeed, municipal solid waste comprises the waste of households, public areas, shops, and markets, and can sometimes contain industrial non-hazardous waste too (Weidemann, 2014). The elemental composition of particles is also affected by the fate of metals during the incineration process and inside the soil after municipal solid waste incinerator residues are disposed of to the landfill. The following factors are able to affect the mineralogical properties: characteristics of the incineration system, redox atmosphere, temperature, pH, and presence of alkalis and mineral substances. Volatilization and condensation phenomena are involved during the incineration process. Adsorption, precipitation, organometallic reaction, and incrustation in the crystalline lattices of minerals can occur when the ashes are in contact with the soil (Dong *et al.*, 2015, Horowitz, 1991, Iskandar, 2000)

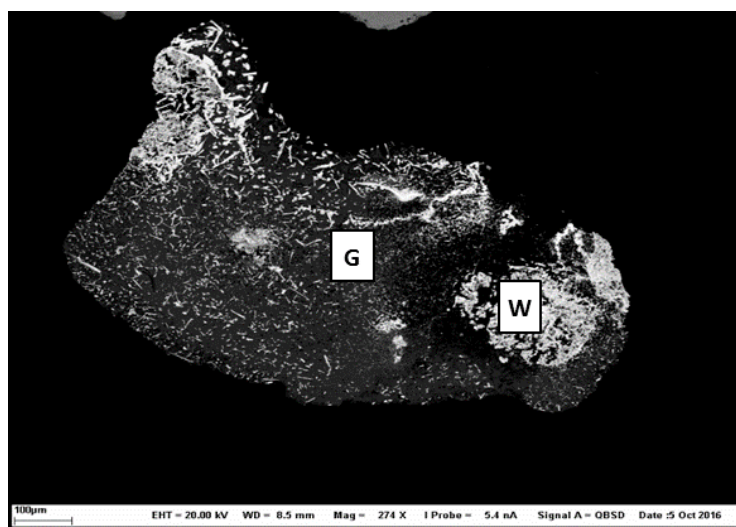
Table 2-2 Mineralogical characterization of selected particles of contaminated soils by municipal solid waste ashes

Number of the particle examined	Phase containing the contaminant		Carrying phase of the contaminant			
1	Pb _a O _b					
2	Pb _a C _b O _c		-			
3	Sn _a Pb _b O _c		-			
4	Pb _a Al _b O _c C _d		-			
5	Pb _a Fe _b Si _c O _d		-			
6	Cu _a Pb _b Sn _c O _d		-			
7	1: Pb _a O _b	2: Pb _a Ca _b O _c	-			
8	1: Pb _a O _b	2: Sn _a Pb _b O _c	-			
9	1: Pb _a Ba _b S _c O _d	2: Pb _a Ba _b Fe _c O _d	-			
10	1: Pb _a O _b	2: Pb _a Ba _b Fe _c O _d	3: Pb _a Br _b Fe _c O _d	-		
11	1: Pb _a C _b O _c	2: Pb _a Sn _b O _c C _d	3: Sn _a C _b O _c	-		
12	1: Pb _a Sn _b O _c C _d	2: Sn _a O _b	3: Pb _a Sn _b C _c O _d	-		
13	1: Sn _a O _b	2: Sn _a Fe _b O _c	-			
14	1: Cu _a O _b	2: Cu _a Fe _b O _c	-			
15	Pb _a Fe _b O _c		Fe _a O _b			
16	Pb _a C _b O _c		Ba _a Ba _b S _c C _d O _e			
17	Sn _a O _b		Fe _a C _b O _c			
18	Sn-Fe		Fe _a O _b			
19	Ti _a Zn _b O _c		1: Ba _a Cr _b O _c	2: Ba _a Ti _b O _c		
20	1: Sn _a Fe _b O _c	2: Sn-Cu-Fe	Fe _a O _b			
21	1: Sn-Fe	2: Sn _a Fe _b O _c	Fe _a O _b			
22	1: Sn _a Br _b Fe _c O _d	2: Sn _a Fe _b O _c	Fe _a O _b			
23	1: Sn _a Cu _b Ni _c Fe _d O _e	2: Sn _a Fe _b O _c	Fe _a O _b			
24	1: Sn-Fe	2: SnFeO _c	Fe _a C _b O _c			
25	1: Sn _a Fe _b O _c	2: Sn-Fe	Fe _a O _b			
26	1: Sn _a O _b	2: Sn _a Fe _b O _c	Fe _a C _b O _c			
27	1: Pb _a O _b	2: Pb _a Ca _b Si _c O _d	3: Ca _a Pb _b Fe _c O _d	Ba _a Si _b O _c		
28	Pb _a Si _b O _c		1: Al _a Si _b O _c	2: Fe _a Ca _b Si _c O _d	3: Mg _a Al _b Si _c O _d	
29	Pb _a Sb _b C _c O _d		1: Br _a Si _b O _c	2: K _a Na _b Al _c Si _d O _e		
30	Sn _a Fe _b O _c		1: Fe _a O _b	2: Ca _a P _b O _c	3: Ca _a O _b	4: Ca _a Fe _b O _c
31	Sn _a Fe _b O _c		1: Fe _a O _b	2: Fe _a Al _b Si _c O _d		
32	Zn _a Fe _b C _c O _d		1: Fe _a C _b O _c	2: Ca _a C _b O _c		

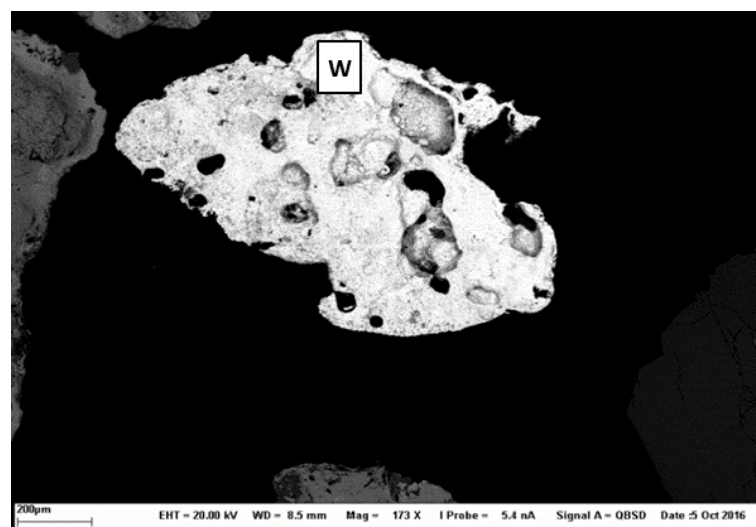
Number of the particle examined	Phase containing the contaminant			Carrying phase of the contaminant	
33	1: Zn _a Fe _b O _c	2: Sn _a Fe _b O _c		1: Fe _a O _b	2: Na _a Al _b Si _c O _d
34	1: Sn _a O _b	2: Sn _a Ca _b O _c	3: Sn _a Fe _b O _c	1: Ca _a O _b	2: Fe _a O _b
35	1: Cu _a O _b	2: Zn _a Si _b Ca _c O _d		1: Ca _a P _b O _c	2: K _a Si _b O _c
36	1: Pb _a C _b O _c	2: Pb _a Sb _b Sn _c O _d C _e		K _a Na _b Al _c Si _d O _e	
37	1: Pb _a C _b O _c	2: Pb _a Fe _b O _c C _d		1: Ca _a Al _b Si _c O _d	2: Na _a Al _b Si _c O _d
38	1: Sn _a Fe _b C _c O _d	2: Sn _a Fe _b O _c		1: Fe _a O _b	2: Ca _a C _b O _c

1, 2, 3 and 4: Number of mineralogical phases

The nature of the carrying phase with which metals are embedded or adsorbed controls the fate of contaminants during the gravimetric treatment (Dermont *et al.*, 2008). Therefore, according to the [Table 2-2](#), the examined particles can be classified into three classes (totally liberated phase, associated to heavy phase, and associated to light phase). [Figure 2-2](#) presents an example of each defined class. Firstly, totally liberated particles have high densities and can be easily removed using gravimetric processes ([Figure 2-2-a](#)). In the present study, some percent of the Cu, Pb, and Sn were totally liberated. The second class concerned particles that were associated with the heavy phase, such as iron oxides ([Figure 2-2-b](#)). In the present study, this mainly involved Pb, Sn, and Cu. High concentrations of Fe were noted, varying from 64,270 mg·kg⁻¹ to 103,100 mg·kg⁻¹ for the 0.250-1 mm and 1-2 mm soil fractions respectively. As for the first class, the particles associated with the heavy phase can be easily removed by gravimetric treatments. The third class concerned particles that were associated with a light phase or a mix of light and heavy phases ([Figure 2-2-c](#)). The density of this class can be affected by the volume of the light phase, which can reduce the effectiveness of the gravimetric processes. Prior studies classified the numerous carrying phases into the melt glass phase, silicate mineral phase (especially melilite: [CaNa]₂[AlMgFe²⁺][AlSi]SiO₇], and pseudowollastonite: CaSiO₃), and calcium-rich mineral phases (Lime: CaO, Portlandite: Ca(OH)₂, and Calcite: CaCO₃). They are characterized by low densities, which vary from 2.3 g·cm⁻³-2.9 g·cm⁻³. The presence of heavy phases, such as metal alloys and magnetic spinels (e.g., magnetite), was also reported (Chandler *et al.*, 1997, Wei *et al.*, 2011).



a.



b.

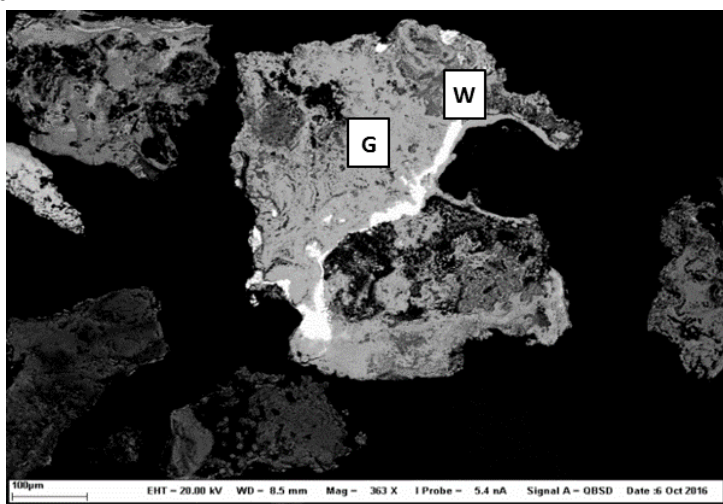


Figure 2-2 Examples of the mineralogical classes of particles and their approximate compositions. 2-2-a: Totally liberated contaminant, W: Oxide of Pb; 2-2-b: Contaminant associated with a heavy mineralogical phase, W: Alloy of Fe and Sn and Fe-Sn oxide, G: Oxide of Fe; 2-2-c: Contaminant associated with a light mineralogical phase; W: Oxide of Sn, and G: Oxide of Ca

2.5.2 Contaminant removal performance of dense media separation from treated soil fractions by attrition scrubbing

The mass proportions and concentrations of the different inorganic contaminants present at each dense media separation exit are presented in Table 2-3. According to these results, 17.5% and 13.1% of metallic concentrates were removed from the 1-2 mm and the 0.250-1 mm attrition scrubbed soil fractions respectively.

Table 2-3 Densimetric analysis of the feedstock by using tetrabromoethane

Parameter	Mass (%)	Metallic contaminants (mg.kg ⁻¹)			
		Cu	Pb	Sn	Zn
Fraction 1-2 mm					
Initial	100				
< 1.50 g.cm ⁻³	0.65 ± 0.5	721 ± 113	886 ± 151	91.5 ± 12.2	1 205 ± 240
Between 1.50 and 2.89 g.cm ⁻³	82.5 ± 0.3	198 ± 15	453 ± 40	76.5 ± 15.6	702 ± 54
> 2.89 g.cm ⁻³	16.0 ± 1.5	3 510 ± 750	8 290 ± 1 070	2 360 ± 510	3 630 ± 580
Massic removal (%)	17.5	75.1	80.6	88.6	43.1
Fraction 0.250-1 mm					
Initial	100				
< 2.89 g.cm ⁻³	86.9 ± 1.9	208 ± 18	509 ± 25	37.2 ± 10.4	593 ± 51
> 2.89 g.cm ⁻³	14.9 ± 1.4	1 180 ± 185	7 290 ± 100	1 930 ± 780	2 300 ± 150
Massic removal (%)	13.1	47.5	57.8	94.7	46.3

For the 1-2 mm soil fraction, it can be observed that Pb, Cu, and Sn were highly concentrated in the heaviest fraction. The final concentration measured in the concentrate was 3,510 ± 750 mg·kg⁻¹ for Cu, 8,290 ± 1,070 mg·kg⁻¹ for Pb and 2,360 ± 510 mg·kg⁻¹ for Sn,. High metal removals were realized when using dense media separation, varying from 75% to 89%, depending on the contaminant. However, the efficiency in isolating Zn from uncontaminated particles was slightly limited. The analysis of the light fraction (between 1.5 and 2.9 g.cm⁻³) generated by dense media separation method showed that the concentration of Zn remained relatively high (702 ± 54 mg.kg⁻¹). Dense media separation allowed the removal of 43.1% of Zn from the 1-2 mm fraction of the soil. The removal percent was considered low compared to that obtained for Cu, Pb and Sn

(> 75.1%). The same behavior was observed in another study performed on soil contaminated by municipal solid waste incinerator residues (Jobin *et al.*, 2016b). As discussed in the [section 3-1](#), contaminated particles have a very heterogeneous mineralogy. The mineralogy of both heavy metal and carrying phase with which the metal is embedded or adsorbed controls the fate of the contaminated particle during the gravimetric separation process (Dermont *et al.*, 2008, Mercier *et al.*, 2001). Likewise, the surface percentage of each mineralogical phase present in the particle defines the mean density of this latter and consequently its response to the force of gravity (Mercier *et al.*, 2001). The loss of efficiency in separating Zn by using dense media separation reflects the fact that a large proportion of Zn-particles is distributed in a range of a mean density inferior to 2.9 g.cm^{-3} . This can be explained by the fact than Zn is for instance in silicate (Zn_2SiO_4) or Zn-aluminate (ZnAl_2O_4) forms, as reported in another study (Abanades *et al.*, 2002) and adsorbed to a light matrix (for example silicate glass matrix with a mean density of 2.64 g.cm^{-3}) (Wei *et al.*, 2011). If the matrix occupies a large area of the particle, the mean density of the contaminated particle will be consequently reduced. This negatively affects the response of Zn to the gravimetric separation. It must be noted that the presence of such matrix ($\text{Na}_a\text{Al}_b\text{Si}_c\text{O}_d$, $\text{K}_a\text{Si}_b\text{O}_c$) was found among heavy particles (density > 2.9 g.cm^{-3}) ([Table 2-2](#)). However, these particles were separated by the dense media method since this mineralogical phase was associated to other heavy phases (for example, Fe_aO_b or $\text{Sn}_a\text{Fe}_b\text{O}_c$).

For the 0.250-1 mm soil fraction, dense media separation allowed for high concentrations of Pb, Cu, and Sn in the heaviest fraction. Metal removal yields varied from 47.5% to 94.7%, depending on the contaminant considered. Zn was less concentrated in the light fraction. However, as observed for the 1-2 mm fraction, the Zn concentration remained relatively high ($593 \pm 51 \text{ mg.kg}^{-1}$). The metal was moderately removed (46.3%) from the 0.250-1 mm fraction. The good efficiency of dense media separation in removing Pb, Cu and Sn was reported in previous studies. Pb, Cu, and Sn removals were higher than 80% (Mercier *et al.*, 2001). Indeed, the dense media separation method is known for its separation accuracy since only the forces of gravity and buoyancy affect the sedimentation of each soil particle (Drzymala *et al.*, 2007). To conclude, the presence of the two first classes (totally liberated particles and contaminants associated with the heavy phase) and the high-to-medium release availability of the contamination according to the light carrying phase, coupled with the dense media separation results, supported the selection of

gravimetric technology to treat soil fractions contaminated by Pb, Cu, and Sn. However, the gravimetric treatment of Zn was not conducted in the remaining part of the study.

2.5.3 Gravimetric treatment of the 1-2 mm fraction

2.5.3.1 Preliminary assays

As mentioned in [Section 2.4.2](#), preliminary assays were conducted using a control soil in order to select the main variables affecting the gravimetric treatment with the shaking table device. [Figure 2-3-a](#) shows the effect of the solid throughput on the mass collected at several exits of the table. The corresponding densities of each collected mass appear in [Figure 2-3-b](#). Varying the throughput of the solid from 50- 300 g·m⁻¹ increased the solid-liquid ratio from 0.6%-4.0%. Increasing the proportion of the solid is known to hinder the settling effect, and consequently, the density classification (Wills, 2011). However, as the collected masses and densities were similar for the different assays, no significant effect was observed when the throughput of the solid was varied. The solid throughput was consequently fixed while studying the effects of the shaking table variables.

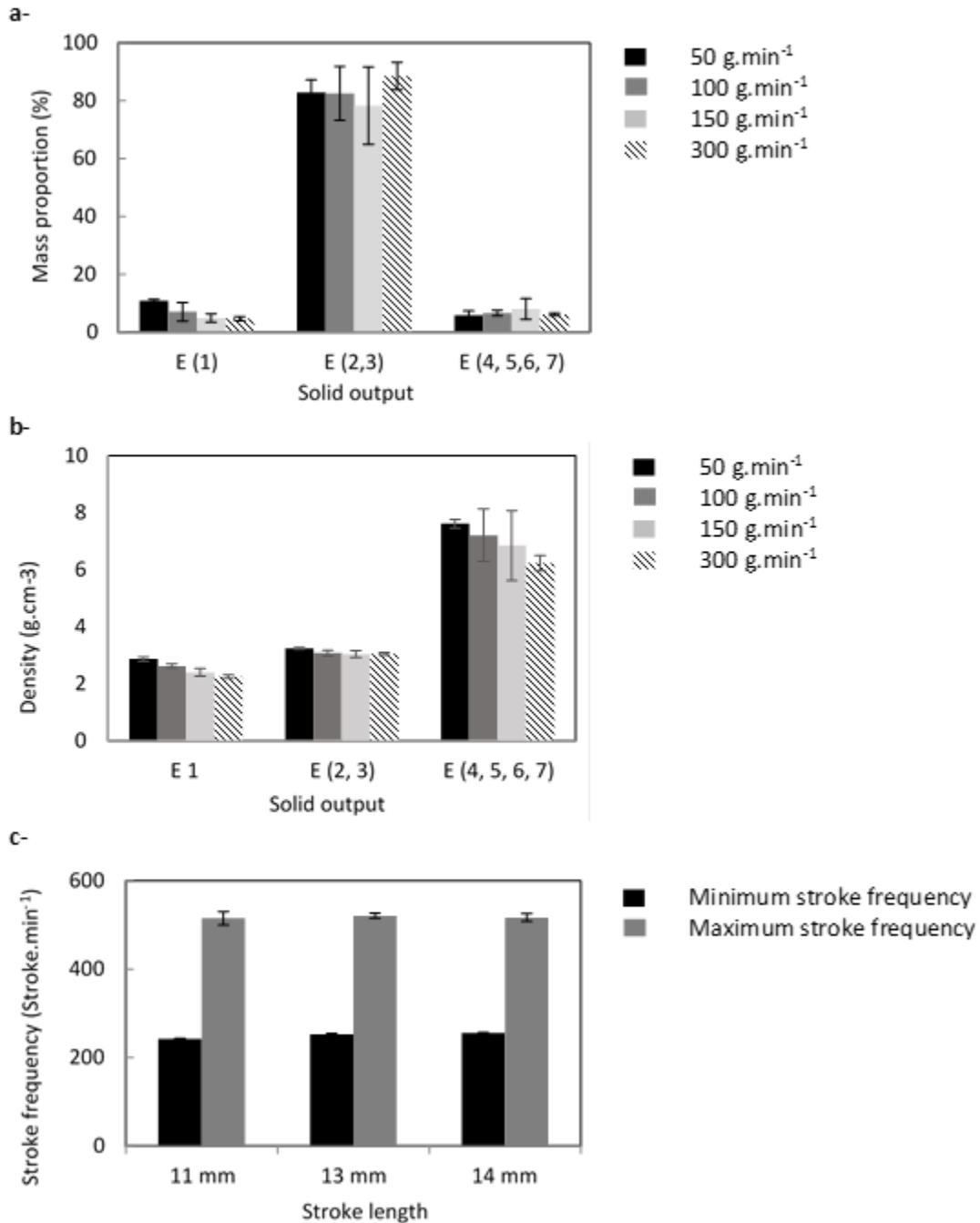


Figure 2-3 Results of primary tests conducted under the following conditions. Tilt: 14°, feed water flow: 2 L.min⁻¹, washing water flow: 6 L.min⁻¹, stroke frequency: 500 strokes·min⁻¹, and stroke length: 11 mm. 2-3a: Effect of the solid throughput on the obtained mass of particles at E1, E(2,3), and E(4,5,6,7), 2-3b: Effect of the solid throughput on the density of particles at E1, E(2:3), and E(4,5,6,7). 2-3c: Relationship between stroke length and stroke frequency

On the other hand, [Figure 2-3-c](#) shows the relationship between the stroke frequency and stroke length. For the tests conducted at the maximum and minimum stroke frequencies (500 strokes·min⁻¹ and 250 strokes·min⁻¹ respectively), the variables remained constant when the stroke length varied from 11 mm-14 mm. Therefore, the stroke frequency and stroke length are independent parameters, and their effects on the motion of the particles in the deck can be studied using a Box–Behnken methodology.

2.5.3.2 Box–Behnken statistical analysis (ANOVA)

The fitness of the mathematical models developed was assessed using the analysis of variance (ANOVA). Graphical examinations of the plot of the normal probability of residuals, the plot of residuals versus the experimental run order and the plot of residuals versus predicted verified the assumptions of normal distribution of residues and their independency with a constant variance. The ANOVA provided information about the contribution of the tilt (A), the washing water flow (B), the stroke length (C) and the stroke frequency (D) or of their factorial interaction to the variation in each response (R_E , density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$ and $R_M(\text{Sn})$). The significance of this contribution was tested according the F-test within a 95% confidence interval. The different results of ANOVA are detailed in [Supplementary Table 2-1](#). The sum of square, the degree of freedom, the mean square, the F-value and the p -value were calculated for each model and for each factor of the statistical model. [Table 2-4](#) highlights the main results obtained. The developed models and the factors of the shaking table are significant if the value of “Prob > F” is lower than 0.05. The fit summary of the output indicated that all the established models were statistically significant (p -values < 0.0001). The adequacy of models was also checked by the analysis of the regression coefficients (R^2) and the adequate precision. The adjusted R^2 indicates the amount of the variation explained by the models after the adjustment of their terms. The predicted R^2 indicates how well models predict new observations (Jordão *et al.*, 2016). The adequate precision is a signal to noise ratio. It compares the range of the predicted values to the average prediction error (Mocellin *et al.*, 2015). Consequently, a high adjusted R^2 , a low difference between adjusted and predicted R^2 and an adequate precision higher than 4 are favored (Tanong *et al.*, 2016). The adjusted R^2 and the predicted R^2 were superior than 0.84, indicating that less than 16% of the 29 experimental values could not be explained using the mathematical models. The coefficient of variance ranged from 10.7% to 21.6%, which pointed to the models reliability being either high or acceptable. The adequate precision of each proposed model was desirable (the

signal to noise ratio was higher than 4). In addition, the lack of fit was not significant, indicating that the mathematical models established a good fit with the experimental values. [Supplementary Figure 2-1](#) illustrates the relationship between the predicted and experimental values. The diagnostic of the predicted versus experimental values supports that models were suitable for predicting R_E , the density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$ and $R_M(\text{Sn})$ in the experimental field studied.

Table 2-4 Main results of the ANOVA performed on the mathematical models

Sources	R_E^a	Density of the concentrate	$R_M^b(\text{Pb})$	$R_M(\text{Cu})$	$R_M(\text{Sn})$
p-value	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
R^2					
Adjusted R^2	0.96	0.84	0.86	0.84	0.88
Predicted R^2	0.89	0.78	0.79	0.72	0.75
CV	21.3	10.7	10.5	19.5	19.7
Adequate precision	23.4	13.3	16.4	15.2	16.1

^a R_E = Mass removal efficiency

^b R_M = Metal Removal efficiency

As observed in [supplementary tables 2-1-a, 2-1-b, 2-1-c, 2-1-d, 2-1-e](#), the calculation of p -values demonstrates that factors A, B, BD, A^2 and B^2 had a significant influence on the response R_E . The factors A, B, AB, and CD had a significant influence on the density of the concentrate. The factors A, B, C, BD, A^2 and B^2 had a significant effect on $R_M(\text{Pb})$. The factors A, B, C, and A^2 were statically significant for $R_M(\text{Cu})$. Finally, A, B, CD, A^2 and B^2 had a significant influence on $R_M(\text{Sn})$.

[Equations 2-8-a to 2-8-e](#) show, for each response, the mathematical model expressed in terms of coded factors. The comparison of the coefficients of each factor highlighted that tilt (A) and washing water flow (B) had the highest impact on R_E , the density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$. The signs of these coefficients revealed whether each factor increases (positive sign) or decreases (negative sign) the studied response (Jin *et al.*, 2014). According to [Equations 2-8-a to 2-8-e](#), both tilt (A) and washing water flow (B) had a positive influence on the

density of the concentrate and a negative influence on R_E . This indicated that increasing tilt and/or washing water flow will lead to a decrease in R_E and an increase in the density of the concentrate.

Equation 2-8 Mathematical models expressed in terms of coded factors

a.

$$R_E = 0.63 - 2.30 * A - 1.65 * B - 0.03 * C - 0.05 * D + 0.23 * A * C + 0.37 * A * D - 0.53 * B * D + 2.06 * A^2 + 1.38 * B^2$$

b.

$$\text{Density of concentrate (g.cm}^{-3}\text{)} = 4.01 + 1.17 * A + 1.10 * B + 0.23 * C + 0.05 * D + 0.92 * A * B + 0.23 * A * C + 0.59 * C * D$$

c.

$$R_M(\text{Pb}) = 0.72 - 0.26 * A - 0.19 * B - 0.09 * C - 0.01 * D - 0.05 * B * C - 0.09 * B * D + 0.20 * A^2 + 0.08 * B^2$$

d.

$$R_M(\text{Cu}) = 0.58 - 0.42 * A - 0.26 * B - 0.12 * C - 0.03 * D - 0.13 * C * D + 0.20 * A^2 + 0.14 * B^2$$

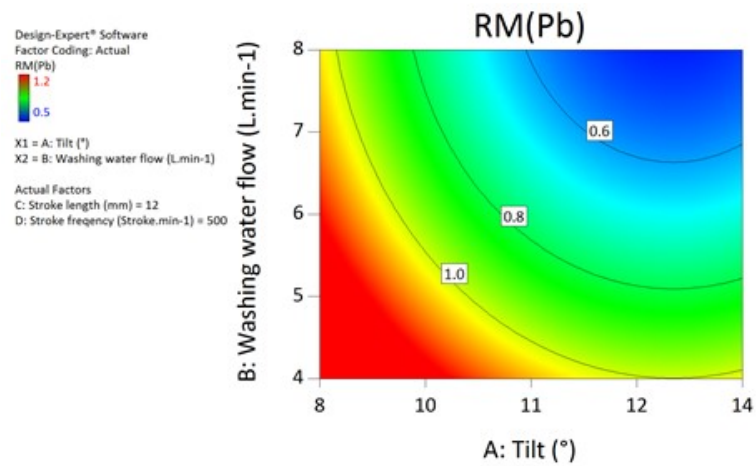
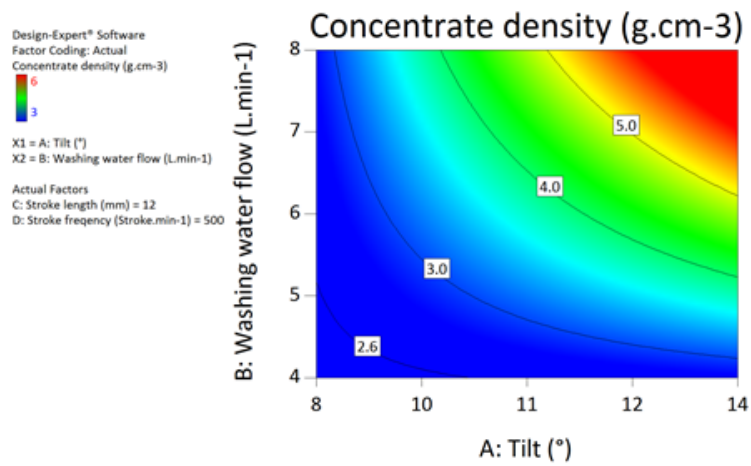
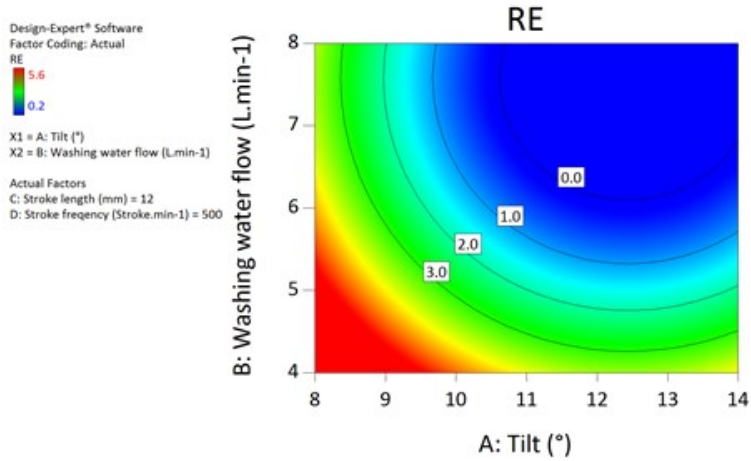
e.

$$R_M(\text{Sn}) = 0.49 - 0.42 * A - 0.28 * B - 0.07 * C + 0.001 * D - 0.07 * B * D - 0.20 * C * D + 0.17 * A^2 + 0.11 * B^2 + 0.07 * C^2$$

2.5.3.3 Effect of shaking table factors on the treatment of the 1-2 mm soil fraction

Contour plots, presented in [Figure 2-4](#), were constructed to demonstrate the effect of tilt (A) and washing water flow (B) on R_E , $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, $R_M(\text{Sn})$, and on the density of the concentrate. As mentioned previously, both tilt and washing water flow are the main factors influencing the various responses studied. The influence of these parameters on the mass of the concentrate as well as metal removal efficiencies ($R_M(\text{M})$) seemed to be negative. However, these parameters had positive effects on the density of the concentrate, which was indicative of the degree of the concentrate's purity. Lowering the tilt levels led to results close to those obtained by dense media separation in terms of metal removal efficiencies, where $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$ tended

towards 1. Lowering the tilt generally ensures a good distribution of material on the shaking table and maximizes the separation process (Mehrotra *et al.*, 2000). However, according to the R_E plot, decreasing the tilt to beyond 10° can promote the particle mass to move excessively to exits E4, E5, E6, and E7 ($R_E > 1$). Consequently, the density of the collected mass at the concentrate zone decreases to less than $3.5 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Therefore, to ensure removal of the mass of the concentrate similar to that obtained by dense media separation, a slight loss of metal removal efficiencies ($R_M(M)$) has to be tolerated. In fact, a particle density difference greater than $1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ is theoretically required for the separation process, and several factors are involved, including particle size distribution and shape (Dermont *et al.*, 2008). Additionally, the acting forces that occur during the operation of the shaking table are more complex than those occurring during dense media separation. In addition to the gravity and buoyancy forces, forces due to the table motion and the flowing film of water play an important role on the motion of particles through the deck (Wills, 2011). In order to reach good separation at low tilt levels, higher washing water flows are necessary. Hence, tilting the deck to between 10.5° and 12° and setting the washing water flow to between 5 and $8 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ led to an R_E close to 1. Under these conditions, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$ are higher than 0.6. An acceptable purity of the concentrate can be also obtained with a density exceeding $3.5 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Therefore, the concentration of metals can be maximized at the lowest volume of concentrate.



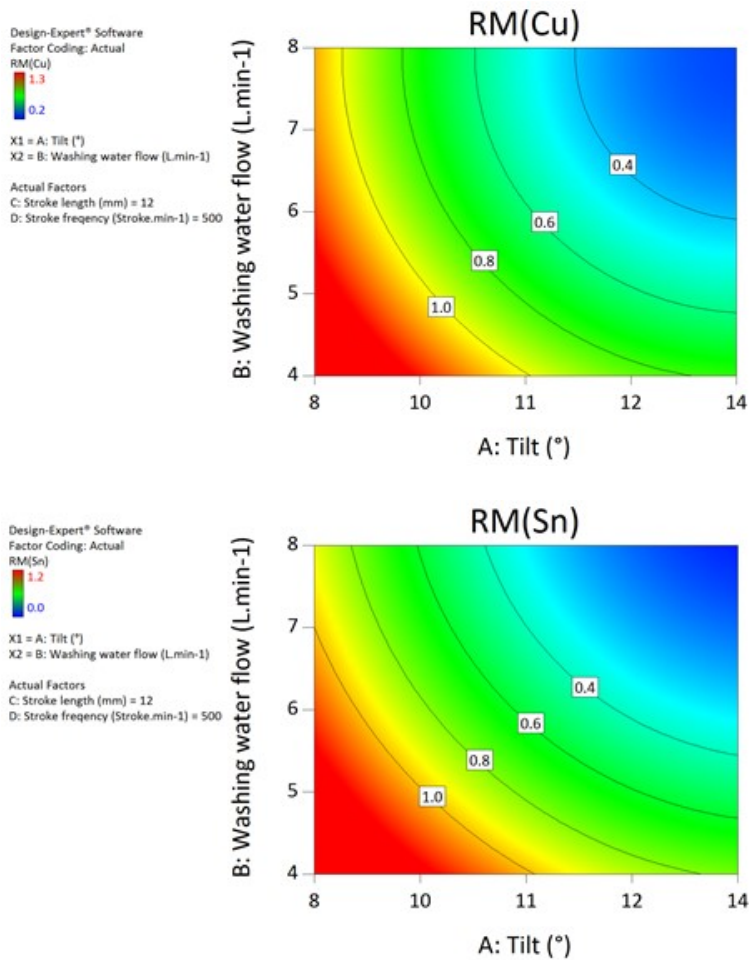
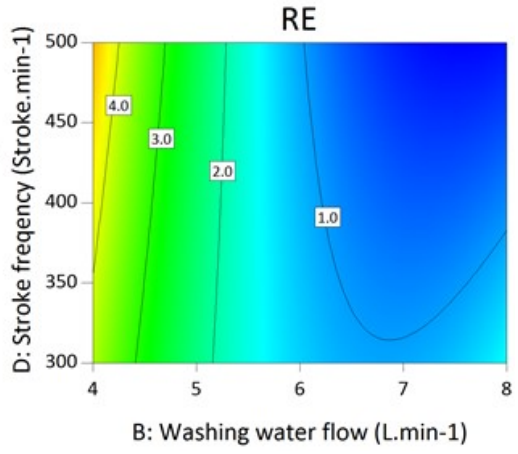


Figure 2-4 Effect of tilt and washing water flow on R_E , density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$

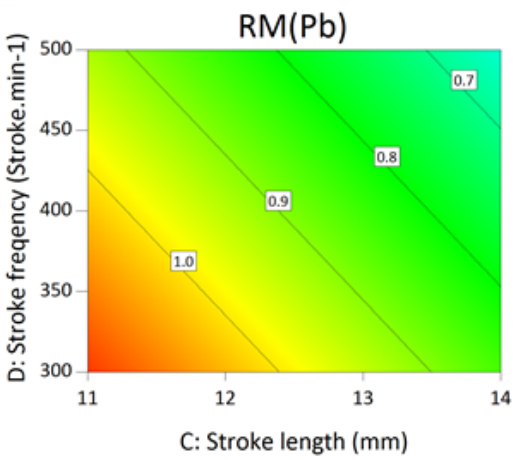
Figure 2-5 illustrates the effect of both stroke length (C) and frequency (D) on $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$. Stroke length and frequency are generally involved in selective particle motion, by bed dilation and stratification (Mehrotra *et al.*, 2000). According to these results, the stroke length appeared to have a negative impact on $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$. Lowering the stroke length led to an increase in metal removal efficiencies. The operating conditions of stroke length must vary from 11-12 mm to produce results close to those obtained by dense media separation. The interaction between stroke length and stroke frequency has also been studied. A decrease of the stroke length and an increase of the stroke frequency are required to raise the shaking table's efficiency of Cu and Sn removal from uncontaminated particles and to obtain results similar to

dense media separation ($R_M(\text{Cu})$ and $R_M(\text{Sn})$ should be close to 1). Observations of the effect of stroke frequency on mass removal of the concentrate highlighted that a very large decrease in stroke length can significantly promote the exit of particles of the concentrate zone ($R_E > 1$). It appeared that lowering the stroke length and frequency is necessary for the removal of Pb from uncontaminated particles. $R_M(\text{Pb})$ tended to 1 under such operating conditions. In summary, according to the results presented in [Figure 2-5](#), the recommended operating conditions of stroke frequency should be between 350 and 400 strokes·min⁻¹ to maximize Cu and Sn removals, whereas these values should be between 300 and 400 strokes·min⁻¹ to maximize the removal of Pb.

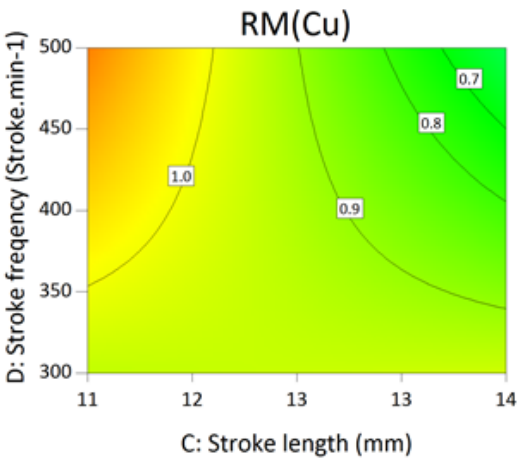
Design-Expert® Software
 Factor Coding: Actual
 RE
 5.56
 0.16
 X1 = B: Washing water flow (L.min-1)
 X2 = D: Stroke frequency (Stroke.min-1)
 Actual Factors
 A: Tilt (°) = 10
 C: Stroke length (mm) = 12



Design-Expert® Software
 Factor Coding: Actual
 RM(Pb)
 1.2
 0.5
 X1 = C: Stroke length (mm)
 X2 = D: Stroke frequency (Stroke.min-1)
 Actual Factors
 A: Tilt (°) = 9
 B: Washing water flow (L.min-1) = 8



Design-Expert® Software
 Factor Coding: Actual
 RM(Cu)
 1.29
 0.19
 X1 = C: Stroke length (mm)
 X2 = D: Stroke frequency (Stroke.min-1)
 Actual Factors
 A: Tilt (°) = 9
 B: Washing water flow (L.min-1) = 8



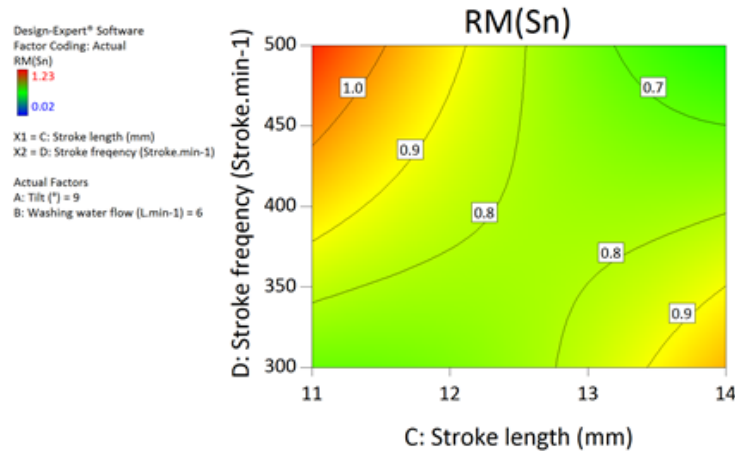


Figure 2-5 Effect of washing water flow and stroke frequency on R_E . 5-b, 5-c, and 5-d: Effect of stroke length and stroke frequency on $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$ respectively

2.5.3.4 Process optimization

Polynomial equations use multiple linear regressions to identify which optimal operational parameters can improve the performance of the shaking table with regard to the removal of Cu, Pb, and Sn from uncontaminated particles and concentrating these contaminants within the smallest possible volume. Tilt, washing water flow, stroke length, and frequency were set at 10.5° , $6.1 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, 11 mm, and $432 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$ respectively. Table 2-5 presents the predicted and experimental results of R_E , density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$ obtained during the validation experiments performed under the optimal conditions described previously. Firstly, it can be observed that experimental R_E were close to 1, which reflected a satisfactory mass removal of the concentrate. It corresponded to 20.8% ($w\cdot w^{-1}$) of the total mass of the soil sample initially used for the experiment. The recovered concentrate was characterized by an acceptable purity, with a density of $3.32 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. The experimental results obtained for $R_M(\text{Pb})$ and $R_M(\text{Cu})$ were 0.8 for Pb and 0.7 for Cu, which corresponded to 67.3% and to 54.5% of Pb and Cu removals respectively. A lower R_M than those predicted was obtained ($R_M(\text{Sn})=0.6$) for the removal of Sn, corresponding to a removal of 54.5%. It must be noted that the experimental results were slightly lower than predicted. This reflected the impact of the experimental error relative to the predictive

models. For instance, as seen for the removal of Sn, the corresponding CV was around 20%, which may explain the difference between the experimental and predicted values. However, despite this difference, the mathematical models established were useful to predict the behavior of the shaking table and its performance, and to maximize the gravimetric separation when using the shaking table.

Table 2-5 Comparison of the predicted values and the experimental values using optimal conditions defined using Expert Design 8.0

	R_E	Density of concentrate	R_M (Pb)	R_M (Cu)	R_M (Sn)
Predicted data	1.00	3.50	0.80	0.80	0.80
CV-Model	21.3	10.7	10.5	19.5	19.7
Experimental data	1.19 ± 0.10	3.32 ± 0.03	0.84 ± 0.01	0.73 ± 0.08	0.62 ± 0.05

2.5.4 Movement study and gravimetric treatment of the fine soil fraction (0.250-1 mm)

As explained before, the reliability of the mathematical model regarding the mass movement of the concentrate was demonstrated (the predicted and experimental R_E values were similar). The model was then taken through five combinations of shaking table operating factors to check their effects on the motion of the fine-sized soil particles (0.250-1 mm) on the deck. The results obtained from the 0.250-1 mm soil fraction and the predicted values estimated by the mathematical models for the same fraction were compared for different settings of the operational conditions. Hence, [Figure 2-6](#) was plotted in order to understand if the observations made regarding the 1-2 mm soil fraction can be extrapolated to the 0.250-1 mm soil fraction. This figure presents the results (theoretical mass of medium-sized particles (1-2 mm) and experimental mass of the fine-sized particles (0.250-1 mm)) obtained from the concentrate collecting zone and under selected conditions. Details of the setting conditions are mentioned in [Figure 2-6](#). The conditions 1, 2, 3, 4, and 5 are detailed in the legend of the [Figure 2-6](#). They were selected according to the established statistical model, because they gradually allow for an increase of the mass of the concentrate collected from the 1-2 mm soil fraction. According to the [Figure 6](#), the conditions 1, 2, 3 and 5 ensured a gradual increase of the mass removed from the 1-2 mm fraction. Likewise, a similar tendency was observed in the case of the 0.250-1 mm soil fraction. The collected mass of 0.250-1 mm particles increased from 3.0 to 95% under the series of conditions 1 to 5. The optimal

condition (condition 3) was defined to effectively separate metals from uncontaminated particles for the 1-2 mm fraction. However, it led to a lower mass removal in the case of the 0.250-1 mm fraction of soil. Additionally, the condition 3 separated a lower mass of concentrate from the 0.250-1 mm fraction than that separated by using dense media separation ($R_E = 0.54$). The effective treatment of the fine fraction consequently needed other adjustments of the shaking table variables. Except for the condition 5, the conditions 1, 2, 3 and 4 led to a lower mass of concentrate for the 0.250-1 mm soil fraction compared to the results predicted for the 1-2 mm soil fraction. The condition 5 promoted the total feedstock to reach the end of the deck and move to exits E4, E5, E6, and E7, indicating the limit of the separation process. Consequently, the statistical model developed during this study is appropriate for one specific contaminated matrix with specific physical, chemical and mineralogical properties.

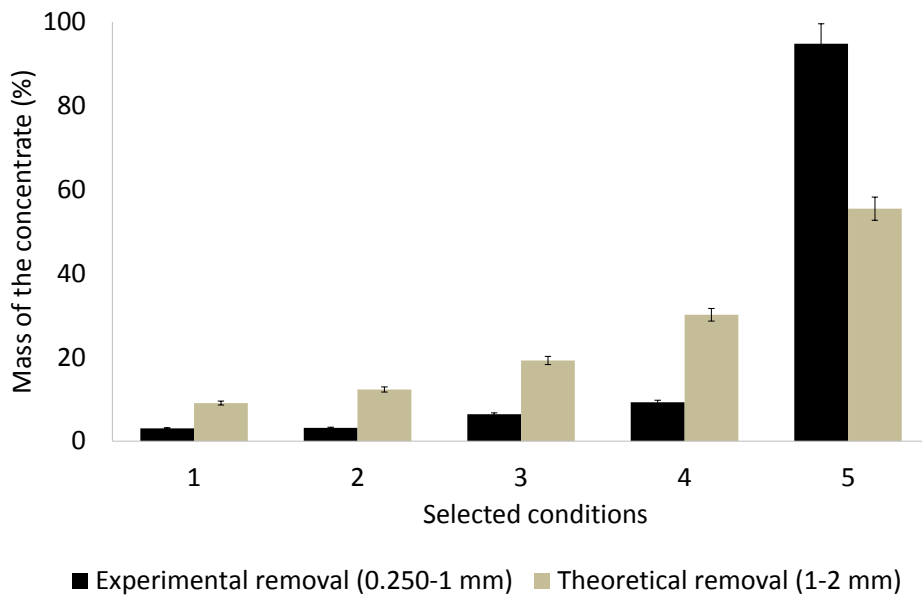


Figure 2-6 Effect of selected conditions on the motion of medium- and fine-sized particles.

According to the results presented [Table 2-6](#), condition 4 (tilt: 11°, stroke length: 11 mm, stroke frequency: 352 strokes·min⁻¹, and washing water flow: 5 L·min⁻¹) led to a satisfying mass removal of the concentrate, corresponding to 10% of the input mass of the 0.250-1 mm soil fraction, and it was slightly lower than that obtained by dense media separation (13.1%). The corresponding density was around 3.63 g·cm⁻³, reflecting the appreciated purity of the concentrate produced. This operating condition allowed for a removal of 23.6% of Cu, 42.7% of Pb, and 35.2% of Sn. These results were lower than those obtained by dense media separation (47.5% of Cu, 57.8% of Pb, and 94.7% of Sn). Through these results, the treatment of Sn was more efficient for the 1-2 mm soil fraction than for the 0.250-1 mm soil fraction. This loss of efficiency observed for the removal of Sn from uncontaminated particles using a shaking table was previously reported by Jobin *et al.* (2016a) who observed that Sn removal from municipal solid waste ashes contaminated soils dropped from 70% to 51% when the size of the particles changed from medium to fine. According to the results presented in [Table 2-2](#), the presence of particles containing Sn associated with silicate and calcium oxide/carbonate phases can explain these results. Indeed, the mean density of such particles can be lowered, which may hinder their movement to the concentrate zone.

Table 2-6 Physical and chemical results of the treatment of fine particles under condition 4

Parameter	Density (g·cm ⁻³)	Mass (%)	Contaminants (mg·kg ⁻¹)		
			Cu	Pb	Sn
Input		100	343	1040	609
E1	2.35	1.92	806	1119	322
E2	2.64	40.9	384	870	384
E3	2.70	49.0	193	470	488
E4	3.20	2.74	729	2636	1701
E 567	3.84	6.91	890	10556	2336
Removal according to the mass balance (%)		10.0	23.6	42.7	35.2

Regarding the use of the shaking table, condition 4 (tilt of 11°, washing water flow of 5 L·min⁻¹, stroke length of 11 mm, and stroke frequency of 352.2 strokes·min⁻¹) appeared to be the optimal condition to separate Cu and Sn from uncontaminated particles of the 0.250-1 mm soil fraction. Compared with the 1-2 mm soil fraction, reductions in the stroke frequency and washing water flow are necessary to improve contaminant removal from the 0.250-1 mm soil fraction. In fact,

reducing the action of these factors induces lower turbulence inside the fluid, and therefore, decreases the coefficient of resistance of the liquid. Hence, according to Equation 2-9 (expressed for spherical particles), the drag force of the fluid is reduced (Peker *et al.*, 2011). Fine-sized particles can therefore cross the water film sheet more effectively and move slowly to the concentrate zone.

Equation 2-9 Drag force of the liquid calculated for spherical particle

$$\text{Drag force of the liquid} = \frac{\pi * d^2 * C * \rho_f * v^2}{8}$$

where d is the diameter of the particle, C is the coefficient of resistance of the fluid (depending on the Reynolds number), ρ_f is the volumetric mass density of the fluid, and v is the particle velocity.

Finally, improved understanding of the influence of operational factors and their interactions on the motion of particles from the 1-2 mm soil fraction allowed for the determination of the most favorable operational conditions to treat the fine-sized particles (0.250-1 mm) through a single pass on the shaking table. Only the mass of the concentrate and the density were used during the optimization step for the treatment of the 0.250-1 mm soil fraction, and the number of experiments was reduced from 29 to 5.

2.6 Conclusions

Densimetric and mineralogical characterization of soils contaminated by the inappropriate management of municipal solid waste incinerator residues revealed the utility and limitations of using gravimetric processes to treat this type of contamination. During the treatment of the soil using dense media separation, Pb, Cu, and Sn were highly concentrated in the heavy fraction. The concentration of Pb varied from 7,290 mg.kg⁻¹ (fraction 0.250-1 mm) to 8,290 mg.kg⁻¹ (fraction 1-2 mm). The concentration of Cu varied from 1,180 mg.kg⁻¹ (fraction 0.250-1 mm) to 3,510 mg.kg⁻¹ whereas the concentration of Sn varied from 1,930 (fraction 0.250-1 mm) to 2,360 mg.kg⁻¹ (fraction 1-2 mm). Whereas it was more difficult to recover Zn from the contaminated matrix. The microscopic investigation demonstrated the mineralogical heterogeneity of the contamination and allowed for the classification of particles into various classes according to their gravimetric response during separation. Completely liberated particles and associated contaminants with heavy phases promote the separation. However, associated contaminants with light phases may negatively affect the separation process and can explain the loss of efficiency observed during the treatment using the shaking table. The shaking table was efficiently used to treat soil contaminated by municipal solid waste incineration residues and to concentrate the contaminants into a smaller volume. For the treatment of the 1-2 mm soil fraction, R_E and R_M(M) ratios were calculated in order to define the best shaking table performance. A Box–Behnken methodology was used to establish quadratic mathematical models, to predict R_E, R_M(Pb), R_M(Cu), R_M(Sn), and the density of the concentrate depending on the operational conditions used. Tilt and washing water flow appeared to be the main parameters influencing the performance of the shaking table. The established mathematical model demonstrated satisfactory performance in predicting the desired responses (mass and metal removals as well as the density of the concentrate). The following were identified as optimal conditions to remove Cu, Pb, and Sn from the 1-2 mm soil fraction: tilt of 10.5°, washing water flow of 6.1 L·min⁻¹, stroke length of 11 mm, and stroke frequency of 432 strokes·min⁻¹. These optimal conditions achieved contaminant concentration within a small fraction (corresponding to 20.8% (w·w⁻¹) of the initial mass of soil to be treated), with a mean density of 3.32 g·cm⁻³. The removal yields under these optimal conditions were 67.3%, 54.5%, and 54.6% for Pb, Cu, and Sn respectively. Understanding the influence of the operational parameters and their interactions on the motion of the 1-2 mm particles was useful to determine

the most favorable conditions to treat the 0.250-1 mm soil fraction. The number of assays was also minimized from 29 to only 5. Indeed, it was necessary to reduce the forces of the table motion and flowing film of water to enhance the treatment of the 0.250-1 mm soil fraction. The most favorable conditions were identified as follows: tilt of 11° , washing water flow of $5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, stroke length of 11 mm, and stroke frequency of $352 \text{ strokes}\cdot\text{min}^{-1}$. The results obtained under these conditions were less efficient than those obtained by dense media separation for the mass of the concentrate and Pb, Cu, and Sn removals, reflecting the limits of the shaking table as compared to dense media separation.

2.7 Acknowledgements

The authors thank Foncer Mine de Savoie, the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada, and Tecosol Inc. for their financial support. They also acknowledge the research assistant Myriam Chartier who provided precious help for the advancement of the project.

2.8 References

- Abanades, S., Flamant, G., Gagnepain, B., Gauthier, D., 2002. Fate of heavy metals during municipal solid waste incineration. *Waste Manag. & Res.* 20, 55-68.
- Alloway, B., 2013. Heavy metals in soils. Trace metals and metalloids in soils and their bioavailability, Third edition ed. Springer, Netherlands, Netherlands, 614 p.
- Benschoten, J.E.V., Matsumoto, M.R., Young, W.H., 1997. Evaluation and analysis of soil washing for seven lead-contaminated soils. *J. Env. Eng.* 123, 217-224.
- Bisone, S., Mercier, G., Blais, J.-F., 2013. Decontamination of metals and polycyclic aromatic hydrocarbons from slag-polluted soil. *Environ. Technol.* 34, 2633-2648.
- Burt, R., 1999. The role of gravity concentration in modern processing plants. *Minerals Eng.* 12, 1291-1300.
- Burt, R., Wilson, M.A., D Mays, M., W Lee, C., 2003. Major and trace elements of selected pedons in the USA. *J. Environ. Qual.* 32, 2109-2121.
- CEAEQ, 2010 Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques MA. 100 – Lix.com.1.1. . Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Quebec, Qc, Canada, 17 p.
- Chandler, A., Eighmy, T., Hjelm, O., Kosson, D., Sawell, S., Vehlow, J., Van der Sloot, H., Hartlén, J., 1997. Municipal solid waste incinerator residues, 1 ed. Elsevier, Netherlands, Netherlands, 973 p.
- Chang, N.-B., Wang, H.P., Huang, W.L., Lin, K.S., 1999. The assessment of reuse potential for municipal solid waste and refuse-derived fuel incineration ashes. *Res. Cons. Recyc.* 25, 255-270.
- Collett, R.S., Oduyemi, K., Lill, D.E., 1998. An investigation of environmental levels of cadmium and lead in airborne matter and surface soils within the locality of a municipal waste incinerator. *Sci. Total Env.* 209, 157-167.
- Daniel, W.W., Cross, C.L., 2012. Biostatistics: A Foundation for Analysis in the Health Sciences, 10th Edition: A Foundation for Analysis in the Health Sciences, Wiley Global Education, USA, 960 p.
- Dermont, G., Bergeron, M., Mercier, G., Richer-Lafleche, M., 2008. Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. *J. Hazard. Mater.* 152, 1-31.
- [Design-Expert, 2017. Diagnostics plots. Design-Expert- version 11.](#)
- Dong, J., Chi, Y., Tang, Y., Ni, M., Nzihou, A., Weiss-Hortala, E., Huang, Q., 2015. Partitioning of Heavy Metals in Municipal Solid Waste Pyrolysis, Gasification, and Incineration. *Energy & Fuels* 29, 7516-7525.
- Drzymala, J., Swatek, A., 2007. Mineral processing: foundations of theory and practice of mineralurgy, University of Technology, Wroclaw, Poland, 507 p.
- Eriksson, J., 2001. Concentrations of 61 trace elements in sewage sludge, farmyard manure, mineral fertiliser, precipitation and in oil and crops. Department of Soil Sciences, Swedish University of Agricultural Sciences, Swedish, 69 p.

Falconer, A., 2003. Gravity Separation: Old Technique/New Methods. *Phys. Sep. Sci. Eng.* 12, 31-48.

Ferreira, S.L.C., Bruns, R.E., Ferreira, H.S., Matos, G.D., David, J.M., Brandão, G.C., da Silva, E.G.P., Portugal, L.A., dos Reis, P.S., Souza, A.S., dos Santos, W.N.L., 2007. Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. *Anal. Chim.* 597, 179-186.

Fitzpatrick, R.S., Ghorbani, Y., Hegarty, P., G, R., 2016. Quantitative mineralogy for improved modelling of shaking tables, XXVIII International Mineral Processing Congress. Canadian institute of mining, metallurgy and petroleum, Quebec, Qc, Canada, 19 p.

FOREG, 2005. Forum of the european geological survey directors. *Geochemical Atlas Europe*, Geological survey of Finland, Espoo.

FRTR, 2016. Ex situ physical/chemical treatment (assuming excavation), USA, Accessible at the following adress: <https://frtr.gov/matrix2/section4/4-19.html>.

Gosselin, A., Blackburn, D., Bergeron, M., 1999. Assessment protocol of the applicability of ore-processing technology to treat contaminated soils, sediments and sludges. *Environment and climate change Canada*, Canada, 142 p.

Govarthanan, M., Lee, G.-W., Park, J.-H., Kim, J.S., Lim, S.-S., Seo, S.-K., Cho, M., Myung, H., Kamala-Kannan, S., Oh, B.-T., 2014. Bioleaching characteristics, influencing factors of Cu solubilization and survival of *Herbaspirillum* sp. GW103 in Cu contaminated mine soil. *Chemosphere* 109, 42-48.

Guemiza, K., Coudert, L., Metahni, S., Mercier, G., Besner, S., Blais, J.-F., 2017. Treatment technologies used for the removal of As, Cr, Cu, PCP and/or PCDD/F from contaminated soil: A review. *J. Hazard. Mater.* 333, 194-214.

Guo, X., Wei, Z., Wu, Q., Li, C., Qian, T., Zheng, W., 2016. Effect of soil washing with only chelators or combining with ferric chloride on soil heavy metal removal and phytoavailability: Field experiments. *Chemosphere* 147, 412-419.

Harrison, R., Hester, R., 1994. *Waste incineration and the environment*. The royal society of chemistry, Thomas graham house, Science park, Cambridge, 158 p.

Horowitz, A.J., 1991. *A primer on sediment-trace element chemistry*, 2 ed. US Geological Survey, USA, 142 p.

Hutton, M., Wadge, A., Milligan, P.J., 1988. Environmental levels of cadmium and lead in the vicinity of a major refuse incinerator. *Atmospheric Env.* 22, 411-416.

Iskandar, I., 2000. *Environmental restoration of metals-contaminated soils*. Lewis Publishers, Boca Raton, London, New York, Washington, 320 p.

Jin, Y., Wu, Y., Cao, J., Wu, Y., 2014. Optimizing decolorization of Methylene Blue and Methyl Orange dye by pulsed discharged plasma in water using response surface methodology. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 45, 589-595.

Jobin, P., Coudert, L., Taillard, V., Blais, J.-F., Mercier, G., 2016a. Remediation of inorganic contaminants and polycyclic aromatic hydrocarbons from soils polluted by municipal solid waste incineration residues. *Env. Tech.* 37, 1983-1995.

- Jobin, P., Mercier, G., Blais, J.-F., 2016b. Magnetic and density characteristics of a heavily polluted soil with municipal solid waste incinerator residues: Significance for remediation strategies. *Int. J. of Mineral Proc.* 149, 119-126.
- Jobin, P., Mercier, G., Blais, J.-F., Taillard, V., 2015. Understanding the Effect of Attrition Scrubbing on the Efficiency of Gravity Separation of Six Inorganic Contaminants. *Water, Air, & Soil Pollut.* 226, 162.
- Jordão, H., Sousa, A.J., Carvalho, M.T., 2016. Optimization of wet shaking table process using response surface methodology applied to the separation of copper and aluminum from the fine fraction of shredder ELVs. *Waste Manag.* 48, 366-373.
- Kabata-Pendias, A., 2004. Soil-plant transfer of trace elements—an environmental issue. *Geoderma* 122, 143-149.
- Kabata-Pendias, A., 2011. Trace elements in soils and plants, Fourth edition ed. CRC Press, Boca Raton, FL, USA, 534 p.
- Kabata-Pendias, A., Dudka, S., 1991. Baseline data for cadmium and lead in soils and some cereals of Poland. *Water, Air, and Soil Pollut.* 57, 723-731.
- Khalid, S., Shahid, M., Niazi, N.K., Murtaza, B., Bibi, I., Dumat, C., 2017. A comparison of technologies for remediation of heavy metal contaminated soils. *J. Geochem. Expl.* 182, 247-268.
- Lado, L.R., Hengl, T., Reuter, H.I., 2008. Heavy metals in European soils: A geostatistical analysis of the FOREGS Geochemical database. *Geoderma* 148, 189-199.
- Laporte-Saumure, M., Martel, R., Mercier, G., 2010. Evaluation of Physicochemical Methods for Treatment of Cu, Pb, Sb, and Zn in Canadian Small Arm Firing Ranges Backstop Soils. *Water, Air, & Soil Pollut.* 213, 171-189.
- Marino, M.A., Brica, R.M., Neale, C.N., 1997. Heavy metal soil remediation: The effects of attrition scrubbing on a wet gravity concentration process. *Env. Progress* 16, 208-214.
- Mehrotra, A.K., Singhal, R.K., 2000. Environmental issues and waste management in energy and mineral production, Illustrated ed. A.A. Balkema/ Rotterdam/ Brookfield, Calgary, Alberta, Canada, 806 p.
- Mercier, G., 2000. Disponibilité des métaux dans les sols et prévision du rendement d'enlèvement par des techniques minéralurgiques. PhD report, Department of geology and geological engineering, Laval University, Québec, Qc, Canada, 293 p.
- Mercier, G., Duchesne, J., Blackburn, D., 2001. Prediction of metal removal efficiency from contaminated soils by physical methods. *J. Env. Eng.* 127, 348-358.
- Mocellin, J., Mercier, G., Morel, J.L., Blais, J., Simonnot, M.-O., 2015. Factors influencing the Zn and Mn extraction from pyrometallurgical sludge in the steel manufacturing industry. *J. Env. Manag.* 158, 48-54.
- Olawoyin, R., Oyewole, S.A., Grayson, R.L., 2012. Potential risk effect from elevated levels of soil heavy metals on human health in the Niger delta. *Ecotox. and Env. Safety* 85, 120-130.
- Park, J.H., Lamb, D., Paneerselvam, P., Choppala, G., Bolan, N., Chung, J.-W., 2011. Role of organic amendments on enhanced bioremediation of heavy metal(loid) contaminated soils. *J. Hazard. Mater.* 185, 549-574.

Peker, S., Helvacı, S., 2011. Solid-Liquid Two Phase Flow. Elsevier Science, Netherlands, Netherlands, 534 p.

Prasad, M.N.V., Shih, K., 2016. Environmental materials and waste: Resource recovery and pollution prevention, 1 ed. Academic press, Amsterdam, Boston, 750 p.

Santolero, J., Theodore, L., Reynolds, J., 2000. Introduction to hazardous waste incineration, 2nd ed. Wiley, Canada, 656 p.

Stražičar, J., Sešelj, A., 1999. Attrition as a process of comminution and separation. Powder Tech. 105, 205-209.

Shacklette, H., Boerngen, J., 1984. Element Concentrations in Soils and Other Surficial Materials of the Conterminous United States. U.S. Department of the Interior, Geological Survey, United States.

Takeda, A., Kimura, K., Yamasaki, S., 2004. Analysis of 57 elements in Japanese soils, with special reference to soil group and agricultural use. Geoderma 119, 291-307.

Tanong, K., Coudert, L., Mercier, G., Blais, J.-F., 2016. Recovery of metals from a mixture of various spent batteries by a hydrometallurgical process. J. Environ. Manag. 181, 95-107.

Thornton, I., 2009. Metal contamination of soils in urban Areas, Soils in the Urban Environment. Blackwell Publishing Ltd., pp. 47-75.

Ucaroglu, S., Talinli, İ., 2012. Recovery and safer disposal of phosphate coating sludge by solidification/stabilization. J. Environ. Manag. 105, 131-137.

USEPA, 1995. Contaminants and remedial options at selected metal-contaminated sites. Environmental Protection Agency, USA, 268 p.

Veetil, D.P., Mercier, G., Blais, J.-F., Chartier, M., Tran, L.H., Taillard, V., 2014. Remediation of contaminated dredged sediments using physical separation techniques. Soil & Sediment Cont. 23, 932-953.

Wei, Y., Shimaoka, T., Saffarzadeh, A., Takahashi, F., 2011. Mineralogical characterization of municipal solid waste incineration bottom ash with an emphasis on heavy metal-bearing phases. J. Hazard. Mater. 187, 534-543.

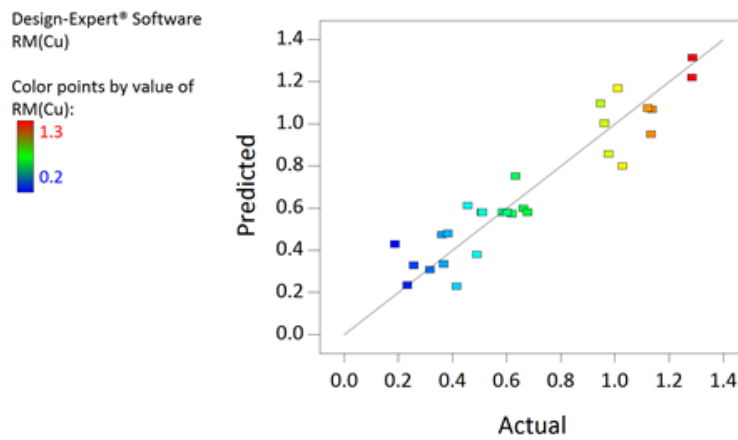
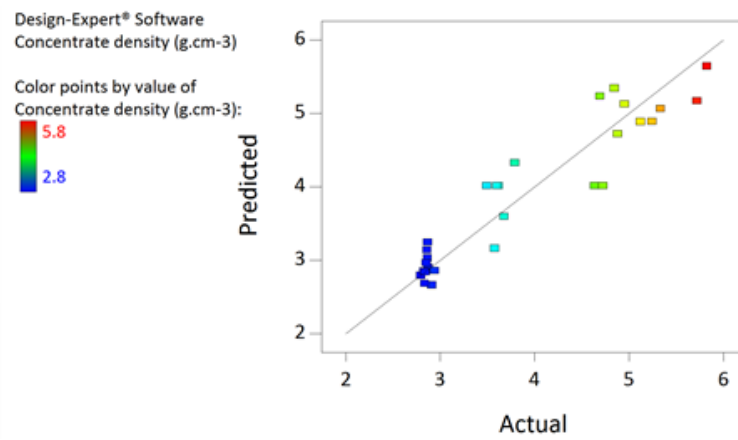
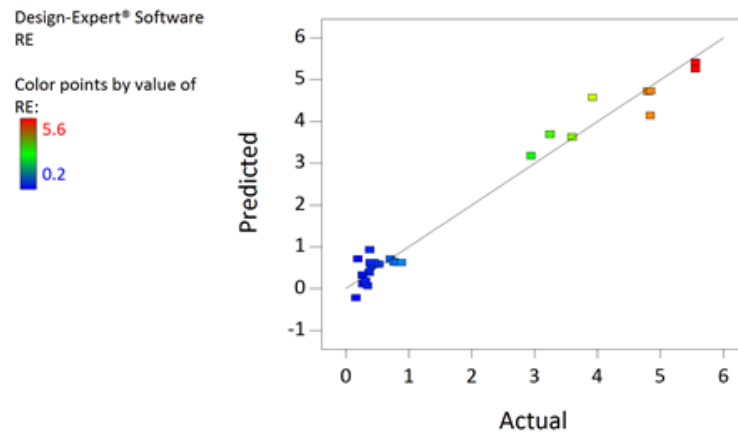
Weidemann, E., 2014. Waste incineration residues: Persistent organic pollutants in flue gas and fly ash from waste incineration. Ph.D. report. University of Amsterdam, Amsterdam, Netherlands, 92 p.

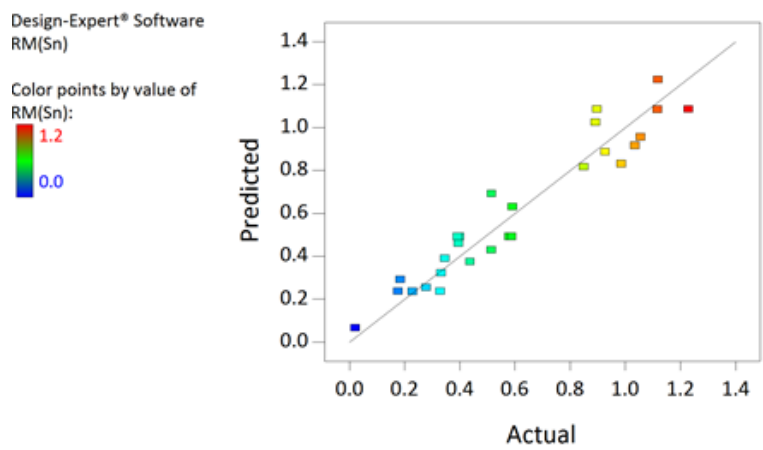
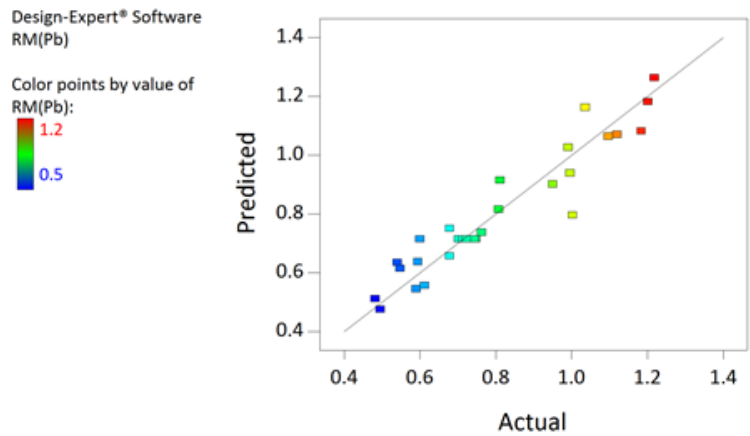
Wills, B.A., 2011. Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery, 7 ed. Butterworth, Amsterdam, Boston, Heidelberg, London, New York, Oxford, Paris, San Diego, San Francisco, Singapore, Sydney, Tokyo, 456 p.

Yao, Z., Li, J., Xie, H., Yu, C., 2012. Review on Remediation Technologies of Soil Contaminated by Heavy Metals. Procedia Environ. Sci. 16, 722-729.

Youssef, M., Abd El-Rahman, K., Helal, N., El-Rabiei, M., Elsaidy, S., 2009. Optimization of Shaking Table and Dry Magnetic Separation on Recovery of Egyptian Placer Cassiterite Using Experimental Design Technique. J. Ore Dressing 11 (22), 9

Appendix A. Supplementary data





Supplementary figure 2-1 Relationship between experimental and predicted results of R_E , density of the concentrate, $R_M(\text{Pb})$, $R_M(\text{Cu})$, and $R_M(\text{Sn})$.

Supplementary table 2-1 Analysis of variance for quadratic model of R_E , of the density of the concentrate

a.

Source	Sum of squares	Df	Mean square	F-Value	<i>p</i> -value (Prob > F)	Conclusion
R_E Model						
Model	95.1	9	10.6	70.3	< 0.0001	significant
A-Tilt (°)	53.0	1	53.0	352	< 0.0001	
B-Washing water flow (L.min ⁻¹)	24.9	1	24.9	166	< 0.0001	
C-Stroke length (mm)	0.012	1	0.012	0.080	0.781	
D-Stroke frequency (stroke.min ⁻¹)	0.024	1	0.024	0.161	0.694	
AC	0.214	1	0.214	1.42	0.250	
AD	0.547	1	0.547	3.64	0.075	
BD	1.11	1	1.11	7.41	0.015	
A ²	22.5	1	22.5	150	< 0.0001	
B ²	10.1	1	10.1	67.1	< 0.0001	
Residual	2.40	16	0.150			
Lack of Fit	2.19	12	0.183	3.43	0.122	not significant
Pure Error	0.213	4	0.053			
Cor Total	97.5	25				

b.

Source	Sum of squares	df	Mean square	F-Value	p-value (Prob > F)	Conclusion
Model concentrate density	26.1	7	3.72	21.3	< 0.0001	significant
A-Tilt (°)	14.2	1	14.2	81.3	< 0.0001	
B-Washing water flow (L.min ⁻¹)	12.7	1	12.7	72.5	< 0.0001	
C-Stroke length (mm)	0.62	1	0.62	3.55	0.074	
D-Stroke frequency (stroke.min ⁻¹)	0.03	1	0.03	0.191	0.667	
AB	2.31	1	2.31	13.2	0.002	
AC	0.22	1	0.22	1.24	0.278	
CD	1.40	1	1.40	8.04	0.010	
Residual	3.49	20	0.17			
Lack of Fit	2.01	16	0.13	0.337	0.948	not significant
Pure Error	1.49	4	0.37			
Cor Total	29.6	27				

c.

Source	Sum of squares	Df	Mean square	F-Value	p-value (Prob > F)	Conclusion
R_M(Cu) Model	2.73	7	0.390	21.8	< 0.0001	significant
A-Tilt (°)	1.89	1	1.886	105	< 0.0001	
B-Washing water flow (L.min ⁻¹)	0.729	1	0.729	40.8	< 0.0001	
C-Stroke length (mm)	0.171	1	0.171	9.56	0.006	
D-Stroke frequency (stroke.min ⁻¹)	0.008	1	0.008	0.433	0.518	
CD	0.064	1	0.064	3.57	0.073	
A ²	0.239	1	0.239	13.4	0.002	
B ²	0.117	1	0.117	6.52	0.019	
Residual	0.358	20	0.018			
Lack of Fit	0.338	16	0.021	4.23	0.086	not significant
Pure Error	0.020	4	0.005			
Cor Total	3.09	27				

d.

Source	Sum of squares	Df	Mean square	F-Value	p-value (Prob > F)	Conclusion
R_M(Pb) Model	1.28	8	0.160	22.3	< 0.0001	significant
A-Tilt (°)	0.737	1	0.737	103	< 0.0001	
B-Washing water flow (L.min ⁻¹)	0.365	1	0.365	51.0	< 0.0001	
C-Stroke length (mm)	0.098	1	0.098	13.7	0.002	
D-Stroke frequency (stroke.min ⁻¹)	0.001	1	0.001	0.168	0.687	
BC	0.009	1	0.009	1.23	0.281	
BD	0.034	1	0.034	4.68	0.043	
A ²	0.239	1	0.239	33.4	< 0.0001	
B ²	0.043	1	0.043	6.05	0.024	
Residual	0.136	19	0.007			
Lack of Fit	0.121	15	0.008	2.19	0.2335	not significant
Pure Error	0.015	4	0.004			
Cor Total	1.41	27				

e.

Source	Sum of squares	Df	Mean square	F-Value	p-value (Prob > F)	Conclusion
R_M(S_n) Model	2.87	9	0.319	22.4	< 0.0001	significant
A-Tilt (°)	1.93	1	1.93	135	< 0.0001	
B-Washing water flow (L.min ⁻¹)	0.851	1	0.851	59.8	< 0.0001	
C-Stroke length (mm)	0.057	1	0.057	4.01	0.061	
D-Stroke frequency (stroke.min ⁻¹)	0.000004	1	0.000004	0.0003	0.986	
BD	0.019	1	0.019	1.31	0.267	
CD	0.161	1	0.161	11.3	0.004	
A ²	0.178	1	0.178	12.5	0.002	
B ²	0.078	1	0.078	5.51	0.031	
C ²	0.032	1	0.032	2.25	0.151	
Residual	0.256	18	0.014			
Lack of Fit	0.215	14	0.015	1.47	0.384	not significant
Pure Error	0.042	4	0.010			
Cor Total	3.12	27				

3 CHAPITRE 3

A new methodology for predicting and improving the performance of wet shaking table for treating contaminated soils by municipal solid waste ashes and metallurgical residues

Développement d'une nouvelle approche méthodologique de prédiction et d'optimisation des performances de la table à secousses pour traiter des sols contaminés par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques

Revue: Water, Air and Soil Pollution

Article soumis le 13 Septembre 2018

Auteurs

Ikbel Mouedhen Étudiante au doctorat, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 Rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-4677, Télécopieur: (418) 654-2600, courriel: ikbel.mouedhen@ete.inrs.ca

Lucie Coudert Professeure, Institut de recherche en mines et en environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 445 Boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, QC, Canada, J9X 5E4, Téléphone : (819) 762-0971 poste 2572, Télécopieur : (819) 797-4727, Courriel : lucie.coudert@uqat.ca

Jean-François Blais, Professeur, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2575, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: blaisjf@ete.inrs.ca

Guy Mercier, Professeur, Institut national de la recherche Scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2633, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: guy.mercier@ete.inrs.ca

Note

L'étudiante est le premier auteur de cet article. Les expériences, la rédaction et le traitement des données ont été réalisés par l'étudiante en tenant compte des recommandations des différents auteurs.

3.1 Résumé

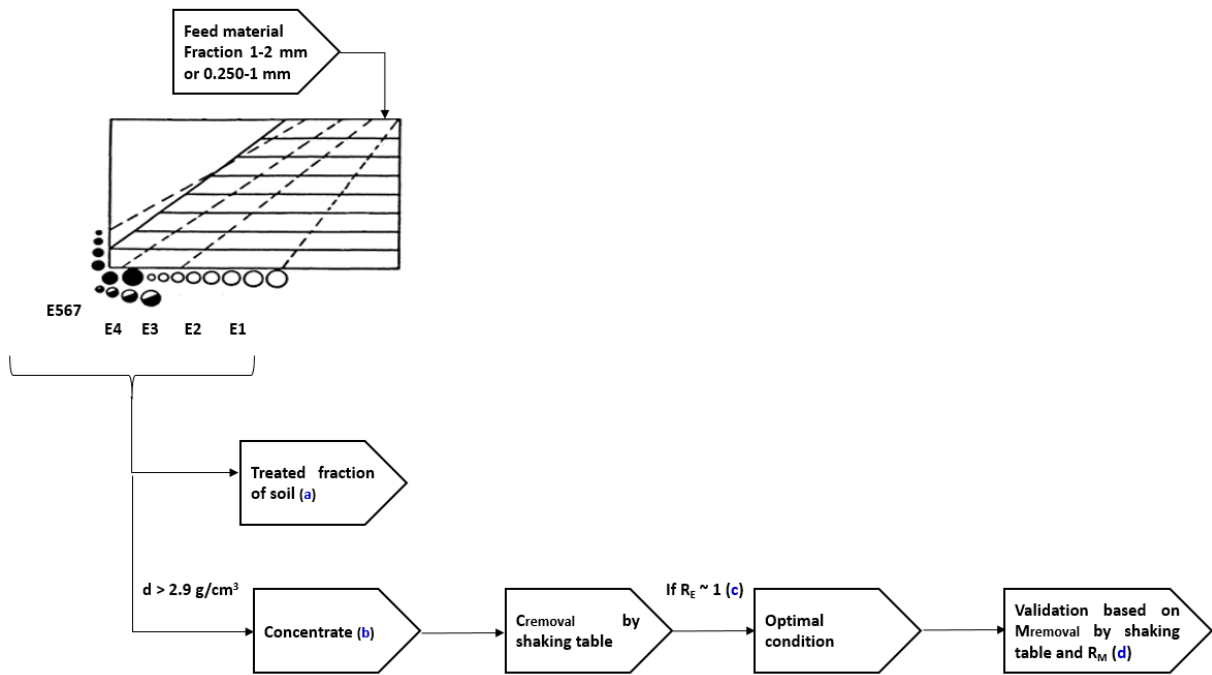
La table à secousses sépare efficacement les métaux lourds des sols contaminés. Celle-ci est optimisée à travers des essais-erreurs et la sélection des conditions aléatoires basées sur l'intuition et l'expertise de l'opérateur. Dépendamment de la complexité de la pollution inorganique, l'étape d'optimisation peut être longue augmentant ainsi les coûts de remédiation. Une stratégie efficace de prédiction des performances de l'outil de traitement gravimétrique et une démarche précise d'optimisation des conditions opératoires sont requises. Celles-ci conduisent à atteindre une efficacité maximale de séparation des métaux des matrices solides contaminées. En premier lieu, une caractérisation densimétrique a permis de déterminer le contenu total en métaux lourds dans huit fractions granulométriques de sols caractérisés par des niveaux et des sources variés de contamination. Cinq conditions opératoires présélectionnées ont été utilisées afin de définir le traitement optimal pour traiter ces huit fractions, soient les fractions 0,250-1 mm et 1-2 mm de quatre types de sols différents. L'optimisation s'est basée sur l'examen des masses volumiques des concentrés métalliques et de la valeur du ratio R_E (estimateur de performance de la table à secousses à enlever la masse du concentré) permettant de comparer les données de masses obtenues lors de la caractérisation densimétrique avec celles obtenues après chaque traitement à travers la table à secousses. Pour chaque condition optimale prédite, l'efficacité de séparation des métaux lourds était vérifiée à travers l'analyse chimique de la fraction traitée du sol en question. Sous les conditions opératoires sélectionnées, la fraction 1-2 mm de la majorité des sols étudiés a pu être efficacement traitée. L'enlèvement du Pb, du Cu, du Sn et du Zn a atteint jusqu'à 82,9%. Une moindre efficacité de la table à secousses à traiter ces contaminants à partir des fractions 0,250-1 mm a été remarquée. L'enlèvement de ceux-ci a varié de 15,7 à 75,6%.

Mots clés : Sols contaminés ; pollution inorganique; table à secousses; milieu dense; performance de prédiction; conditions optimales

3.2 Abstract

Mineralogical processes involving the use of wet shaking table are useful for extracting metals from contaminated soils. Systematic randomized experiments are required to optimize operational parameters. This aspect requires considerable intuition and expertise on part of the operator. Moreover, the optimization can be very time consuming and costly. The establishment of a relevant strategy to predict and optimize the operating conditions allows the achievement of maximum treatment efficiency. Densimetric characterization of six fractions of soils with different levels and types of contamination was performed. Five different conditions were established for using the wet shaking table on each soil fraction (0.250–1 and 1–2 mm fractions for three soil types) to determine the best operating conditions. According to data on density and outgoing mass, the optimal settings required for the separation of the concentrates were defined. In fact, a calculated ratio “ R_E ” (estimator of the performance of shaking table in removing the mass of concentrate) was used to compare the results of wet shaking table separation and those of dense media (optimal conditions). Results from chemical analyses were used to validate the choice of predicted conditions identified for efficient separation of inorganic contaminants from uncontaminated soil particles. Maximum efficiencies of metal removal from the 1–2 mm fraction of most soils were noted. Using optimal operating conditions, up to 82.9% of lead, copper, tin, and zinc were removed. Lower efficiencies were obtained for the 0.250–1 mm fractions (15.7–75.6%). The most important contribution of this work is the establishment of an approach for predicting shaking table performance in removing inorganic contaminants from soils, while reducing costs related to laboratory assays required to determine optimal settings.

Key words: Contaminated soils; Inorganic compounds; Wet shaking table; Dense media; Performance prediction; Optimal settings



Graphical abstract 3-1 Schematic illustration of the wet shaking table optimization process.

C_{removal} is the mass of concentrate removed and M_{removal} is metals removal. **(a)** Treated fraction of the soil = Mass of soil collected from sites (E1, E2) or (E1, E2, E3) or (E1, E2, E3, E4), depending on the feed material. **(b)** Concentrate = Heavy fraction collected from (E3, E4, E567) or (E4, E567) or (E567), depending on the feed material. **(c)** R_E = Mass removal efficiency ratio (Equation 3-3). **(d)** R_M = Metal removal efficiency ratio (Equation 3-5)

3.3 Introduction

Contamination of soil by heavy metals has been identified as a major environmental concern in several industrialized countries around the world. Mining activities, metallurgical industries, incinerators, and military activities are among the largest sources of soil pollution by metals such as lead (Pb), copper (Cu), tin (Sn), barium (Ba), and zinc (Zn) (Bisone et al., 2013a, EPA. et al., 1997, Khalid et al., 2017, Van liedekerke et al., 2013). Handling the damage from industrialization has become a priority in developed societies. In recent decades, reforms in legislation have allowed the expansion of soil cleaning industries and pushed for sustainable management of cleanable contaminated soils (Rikers *et al.*, 1998, Sousa, 2001). Detailed characterization of contaminated sites is usually required to assess the type and the level of heavy metal contamination. This allows correct selection of remedial alternatives.

Physical separation techniques usually use mining technologies to extract minerals of interest from the gangue. The operation of physical separation techniques on contaminated soils depends largely on particle size of material to treat. Specifically, gravity concentrators are performed on particles larger than 63 μm in diameter and particulate forms of metals with high degree of liberation of the mineralogical phase containing heavy metals (Benschoten *et al.*, 1997, Wills, 2011, Mercier *et al.*, 2002). In fact, gravimetric processes are based on the difference in densities of contaminated particles and uncontaminated soil particles. The density difference must be greater than 1 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ for effective separation (Dermont *et al.*, 2008). Among gravity concentrators, wet shaking tables have been widely used in coal cleaning operations (Wills, 2011). A wet shaking table is an environment-friendly, simple technology that is also inexpensive to operate (Carvalho et al., 2007). Wide applications of such tables are known for isolating heterogeneous inorganic pollutants from soils contaminated by mining residues, municipal solid waste incinerator ashes, metallurgical industry wastes, and ammunition for weapons (Bisone *et al.*, 2013b, Jobin *et al.*, 2015, Laporte-Saumure *et al.*, 2010, Mercier *et al.*, 2002, Veetil *et al.*, 2014). Progress in optimizing the performance of wet shaking tables could be so of major importance. Indeed, despite the simple design of wet shaking tables, the processes for separation of particles contaminated by heavy metals from uncontaminated particle of soil is quite complex. The operation efficiency does not depend only on the specific gravity of the contaminated particles. The morphological characteristics of the particles (grain size and shape), operating parameters (stroke length and

stroke frequency, tilt of the table, feed and wash water flow, position of cutters), and specific features of the apparatus design (table shape, riffle patterns, and composition of the deck surface), have major effects during the treatment process (Carvalho et al., 2007, Jordão et al., 2016, Manser et al., 1991).

In recent years, randomized tests have been done to evaluate the potential of using shaking tables to remove inorganic contaminants from contaminated soils. However, many tests and numerous runs through the shaking table are required, increasing the costs for rehabilitation of contaminated sites, and therefore reducing the frequency with which such technologies will be used. Indeed, optimal settings change when the medium to be treated changes (e.g., the nature and level of contamination) (Bisone *et al.*, 2013b, Laporte-Saumure *et al.*, 2010, Veetil *et al.*, 2014). Modelling the wet shaking table device can contribute so in predicting, enhancing the performance of removing inorganic compounds from the solid matrix and limiting the number of optimization trials. Several mineralogical methods, along with factorial and central composite designs, Box–Behnken designs, and artificial neural network modelling approaches have been used to simulate the recovery of metals from wastes or mining residues and then to optimize the treatment by the wet shaking table (Bergmann et al., 2016, Carvalho et al., 2007, Panda et al., 2014, Youssef et al., 2009). For instance, through 36 wet shaking table trials, a second order polynomial equation was developed to describe the physical separation process and to predict the efficiency of Cu recovery from the waste in end-of-life vehicles. According to the results, tilt, feed water flow, and wash water flow most influenced the process (Jordão et al., 2016). In a similar study, according to 29 trials performed with a wet shaking table, a polynomial equation was established to predict the recovery of cassiterite (SnO_2) from Egyptian ore where the water flow rate, the tilt, and the stroke length exhibited major effects on the separation process (Youssef et al., 2009). In the same context of prediction-optimization and according to exhaustive characterization of soils contaminated by municipal solid waste ashes, Mercier et al. (2001) proved that, the density of fraction being removed is the most significant factor predicting the performance of the wet shaking table. On the other side, according to 29 trials performed with a wet shaking table and based on comparisons between the wet shaking table and dense media separation results, polynomial equations were established to predict and optimize the recovery of Cu, Pb and Sn from the 1-2 mm of soil contaminated by municipal solid waste ashes (Mouedhen et al., 2018).

Dealing with the same topic, the current research offers a simple strategy to maximize the efficiency of a wet shaking table using only a few experimental trials (five assays). It aims to show that besides prediction, knowing the mass and density of fraction being removed allows for optimizing the device to treat various contaminated matrix of soil. Besides, through works cited above, each prediction model is specific for each case of the feed matrix leading for unique conditions of treatment. In order to challenge this fact, the current research offers a methodology of optimization that can be adapted and used for various scenarios of inorganic contamination. The methodology for removing inorganic contaminants was based on a complete densimetric characterization of soil samples to determine optimal conditions of treatment. The effectiveness of the developed methodology for predicting optimal settings for isolating inorganic compounds from different kinds of solid matrix is discussed.

3.4 Materials and methods

3.4.1 Sample preparation

Four soils were sampled from a site contaminated by land disposal of bottom ashes generated in a municipal solid waste incinerator (MSW1, MSW2, and MSW3) and from a site previously used for metallurgical activities (MR1). Soil samples were sieved on a Sweco™ sieve. Different sieves were used to extract both 1–2 and 0.250–1 mm soil fractions. The 0.250–2 mm soil fraction constituted $25 \pm 3\%$ (w.w⁻¹) of MSW1, MSW2 and MSW3 and 38% (w.w⁻¹) of MR1. Particles of each generated fraction were scrubbed prior to gravimetric separation tests. Indeed, for each fraction of soil, an attrition scrubbing process was performed at 1,500 rpm, for 10 min with a solid/liquid ratio fixed at 30% (w.w⁻¹). Sub-samples were finely ground before undergoing chemical analysis. They were partially digested using the aqua regia protocol according to the following standard method: MA. 100 – Lix.com.1.1 (CEAEQ, 2010). The concentrations of Pb, Cu, Sn, Ba, and Zn were determined using an inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES, Varian) (limit of detection of Pb = $1 \mu\text{g.L}^{-1}$, of Cu = $0.3 \mu\text{g.L}^{-1}$, of Ba = $0.04 \mu\text{g.L}^{-1}$ and of Zn = $0.10 \mu\text{g.L}^{-1}$). Certified soil samples were also analyzed as control samples for each series of experiments to ensure the quality of the results obtained (SC0063618, LKSD-2 and LKSD-4). Moreover, certified solutions were analyzed every 20 samples to ensure that there was no deviation in the accuracy of the analytical apparatus.

3.4.2 Gravimetric separation

3.4.2.1 Preliminary tests

26 assays were carried out under randomized conditions using a laboratory wet shaking table (Outokumpu Technology, model 13A-SA). These tests concerned Cu, Pb and Sn separation from the 1–2 mm soil fraction of MSW2. According to the data obtained, the initial level of Cu, Pb and Sn corresponded to 658 mg.kg^{-1} , $1,925 \text{ mg.kg}^{-1}$ and 551 mg.kg^{-1} , respectively. The solid and the feed water flows were adjusted to 100 g.min^{-1} and 2 L.min^{-1} , respectively. As detailed in [Table 3-1](#), the tilt varied from 8° to 14° . The washing water flow ranged from 4 to 6 L.min^{-1} . The stroke frequency and the stroke length varied from 300 to $500 \text{ stroke.min}^{-1}$ and from 11 to 14 mm, respectively. A Micromeritics AccuPyc 1330 Pycnometer was used to determine the density of the outgoing products. The masses generated in each test were determined. The different fractions

emerging from the shaking table were ground and subjected to mineralization. The chemical analysis was performed as mentioned above.

Table 3-1 Operating conditions for performing primary experiments of wet shaking table on 1-2 mm of MSW2 (solid flow: 100 g.min⁻¹ and feed water flow: 2 L.min⁻¹)

Tilt (°)	Wash water flow (L.min⁻¹)	Stroke length (mm)	Stroke frequency (stroke.min⁻¹)
11	6	11.0	500
14	6	12.5	300
11	4	11.0	400
14	4	12.5	400
11	6	12.5	400
11	8	14.0	400
11	6	14.0	500
11	4	12.5	300
11	8	12.5	300
8	8	12.5	400
11	8	11.0	400
8	6	12.5	300
8	6	14.0	400
11	4	14.0	400
8	6	11.0	400
14	6	11.0	400
11	8	12.5	500
11	6	11.0	300
14	6	12.5	500
8	4	12.5	400
8	6	12.5	500
11	4	12.5	500
11	6	14.0	300
11	6	12.5	400
14	8	12.5	400
14	6	14.0	400

3.4.2.2 Dense media separation

The 1–2 mm and 0.250–1 mm fractions of each soil type (MSW1, MSW3, and MR1) were characterized using dense media separation in the presence of tetrabromoethane (TBE: C₂H₂Br₄). Dense media separation usually indicates the proportion contaminated soil that could be isolated from the uncontaminated soil using gravimetric processes ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$, because the majority of soil is silicates, which have density around 2.7 g.cm^{-3}). The residual concentration of metals measured in the light fraction ($d < 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) indicates the separation limit of gravimetric technologies. A mass of 100 g was obtained from each soil fraction using the riffle-type sample splitters. It was mixed into a separating funnel with 250 mL of TBE for 30 min. Settled particles were then collected using a 25 μm paper filter (P8, Fisher Scientific, PA, USA). The outgoing samples, including the light ($d < 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) and heavy ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) fraction were washed with ethanol and dried at 60°C for one week. Thereafter, they were weighed and their corresponding densities were measured. They were finely ground and digested. The metal concentrations were then determined using ICP-AES.

3.4.2.3 Wet shaking table separation

In previous research of Mouedhen *et al.* (2018), mathematical model regarding the efficacy in removing the concentrate from the 1-2 mm of MSW2 was established (Equation 3-1, expressed in terms of real factors).

Equation 3-1 Efficacy in removing the concentrate from the 1-2 mm of MSW2

$$R_E = 60.8 - 6.95I - 3.91 * QL - 0.587 * SL + 0.002 * SF + 0.051 * I * SL + 0.001 * I * SF - 0.003 * QL * SF + 0.229 * I^2 + 0.345 * QL^2$$

Where R_E is an estimator of the performance of shaking table in removing the mass of concentrate when comparing with dense media separation, I is the inclination ($^\circ$), QL is the wash water flow (L.min^{-1}), SL is the stroke length (mm) and SF is the stroke frequency (stroke.min^{-1}).

According to this study, the model was taken through five combinations of shaking table operating factors to separate metals from the fine-sized MSW2 particles (0.250–1 mm). It must be mentioned

that, based on the statistical developed model, these conditions gradually allow for an increase of the mass of the concentrate collected from the 1–2 mm MSW2 fraction.

Accordingly, in order to check the effectiveness of these conditions in optimizing further contaminated matrix, experiments were performed on fractions 1–2 mm and 0.250–1 mm of the soil samples MSW1, MSW3 and MR1. As for the preliminary tests carried out, solid and feed water flows were fixed at 100 g.min⁻¹ and 2 L.min⁻¹, respectively. The other variables (tilt, stroke length, stroke frequency, and wash water flow) were changed, as illustrated in [Table 3-2](#).

Table 3-2 Operating conditions of wet shaking table used to predict and optimize the performances of metals removal (solid flow: 100 g.min⁻¹ and feed water flow: 2 L.min⁻¹)

Conditions	Unit	1	2	3	4	5
Tilt	°	12.0	11.0	10.5	11.0	11.0
Stroke length	mm	12.0	11.0	11.0	11.0	12.5
Stroke frequency	stroke.min ⁻¹	375	300	432	352	300
Wash water flow	L.min ⁻¹	5.5	6.0	6.0	5.0	4.0

The wet shaking table had seven different outputs, E1–E7. The masses collected from each exit were weighed and their corresponding densities were determined. The results of the wet shaking table were compared to those obtained from dense media separation to define the efficiency of the gravimetric apparatus under each setting. The term R_E was calculated ([Equation 3-3](#)) and corresponds to the ratio of the mass of concentrate removed using the wet shaking table (%) and the mass removed using TBE (%) ([Equation 3-2](#)). R_E and the density were key parameters for pointing out the optimal conditions for treatment ($R_E \sim 1$ and $d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$). In fact, when R_E ratio is equal to 1, the performance of the shaking table is similar to that of dense media separation. However, when R_E is lower or higher than 1, this reflects that separation of the mass of concentrate by the shaking table is less efficient than that by the dense media.

Chemical analyzes were performed on the outputs generated under the selected settings to confirm that the operating conditions identified were indeed optimal. R_M was calculated ([Equation 3-5](#)) and corresponds to the ratio of metal removal by the wet shaking table (%) and metal separation by

TBE (%) (Equation 3-4). R_M was used to check the reliability of both R_E and density values to predict optimal operating conditions.

3.4.3 Calculations

The force of gravity, asymmetric accelerations, static friction, and resistance to the water flow induced diagonal movement of particles across the deck. Particles attain different exit positions depending on their density, size, and shape (Carvalho *et al.*, 2007). The exits of the wet shaking table receiving the greatest portions of heavy particles represent the sites of concentration. These latter were defined according to the data on measured densities and R_E ($R_E \sim 1$ and $d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$). Thereafter, the mass of the concentrate removed by the wet shaking table, the mass removal efficiency ratio (R_E), metal removals and metal removal efficiency ratio (R_M) were calculated (Equations 3-2, 3-3, 3-4 and 3-5, respectively).

Equation 3-2 Total mass proportion of concentrate removed by the wet shaking table/dense media separation

$$C_{removal} (\%) = 100 \times \left(1 - \frac{\text{Mass collected of the concentrate (g)}}{\text{Total mass (g)}} \right)$$

Equation 3-3 Mass removal efficiency ratio

$$R_E = \frac{C_{removal \text{ by Shaking table}} (\%)}{C_{removal \text{ by TBE}} (\%)}$$

Equation 3-4 Metal removal by the wet shaking table/dense media separation

$$M_{removal} (\%) = 100 \times \left(1 - \frac{\text{Mass of metal collected (g)}}{\text{Total mass of metal (g)}} \right)$$

Equation 3-5 Metal removal efficiency ratio

$$R_M = \frac{M_{\text{removal by Shaking table}}(\%)}{M_{\text{removal by TBE}}(\%)}$$

With, C_{removal} is the total mass proportion of concentrate removed by wet shaking table or by dense media separation (TBE), M_{removal} is metal removal by wet shaking table or by dense media separation (TBE). Both of C_{removal} and M_{removal} are calculated according to the mass balance.

3.5 Results and discussion

3.5.1 Step 1 – Dense media separation as indicator of optimal gravimetric separation processes

Physical and chemical compositions of the preconditioned soil samples are detailed in [Table 3-3](#) for the 1–2 mm soil fraction and in [Table 3-4](#) for the 0.250–1 mm soil fraction. Dense media tests were performed as indicators of the highest limit of contaminant separation that could be achieved using gravimetric separation processes. The method offers accurate separation of particles and works with density differences as low as 0.1 g.cm⁻³ (Gill, 1991, Mercier *et al.*, 2001).

Table 3-3 Chemical and densimetric analysis of the 1-2 mm soil fraction of the different soils studied

Parameters	Mass (%)	Density (g.cm ⁻³)	Inorganic contaminant (mg.kg ⁻¹)				
			Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
MSW1							
Input (a)	100		434	576	929	279	786
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	89.2	2.53	222	108	343	43.9	651
Mass removal (%)	10.8	4.04	54.4	83.3	67.1	86.0	26.1
MSW3							
Input	100		614	781	2,030	776	1,030
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	66.2	2.62	500	261	603	89.6	738
Mass removal (%)	33.8	4.12	46.2	77.9	80.4	92.4	52.7
MR1							
Input	100		LC (b)	3 810	517	212	5 720
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	66.5	2.39	-	1 120	137	33.1	1 580
Mass removal (%)	33.5	3.43	-	80.4	82.4	89.6	81.6

(a) Input = Corresponds to the pre-conditioned soil fraction by attrition scrubbing

(b) LC = Low concentration

Table 3-4 Chemical and densimetric analysis of the 0.250-1 mm soil fraction of the different soils studied

Parameter	Mass (%)	Density (g.cm ⁻³)	Inorganic contaminant (mg.kg ⁻¹)				
			Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
MSW1							
Input (a)	100		303	201	710	199	518
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	93.1	2.60	222	108	343	43.9	651
Mass removal (%)	6.92	4.00	31.9	50.1	55.0	79.5	-
MSW3							
Input	100		668	451	1 430	564	1 020
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	78.0	2.62	421	204	615	75	733
Mass removal (%)	22.0	3.89	50.9	64.7	66.4	89.6	43.8
MR1							
Input	100		LC(a)	3 200	290	76.2	2 150
Light fraction (d < 2.9 g.cm ⁻³)	82.4	2.48	-	464	108	6	316
Mass removal (%)	17.6	3.65	-	88.1	69.2	93.5	87.9

(a) Input = Corresponds to the pre-conditioned soil fraction by attrition scrubbing

(b) LC = Low concentration

Practical comparison with limits values for heavy metals fixed by the land protection and rehabilitation regulation in the province of Quebec (Canada) (The soil can not be used when the concentration of Ba, Cu, Pb, Sn and Zn exceed 2,000 mg.kg⁻¹, 500 mg.kg⁻¹, 1,000 mg.kg⁻¹, 300 mg.kg⁻¹ and 1,500 mg.kg⁻¹, successively, which is the limit of commercial or industrial use) showed that the 1-2 mm fraction of soils contaminated by municipal solid waste (MSW1 and MSW3) was weakly to moderately contaminated by Ba (432–614 mg.kg⁻¹), highly contaminated by Cu (576–781 mg.kg⁻¹), moderately to highly contaminated by Pb (929–2,030 mg.kg⁻¹) and Sn (279–776 mg.kg⁻¹), and moderately contaminated by Zn (786–1,030 mg.kg⁻¹). The 0.250–1 mm fraction was weakly to moderately contaminated by Ba (303–668 mg.kg⁻¹), moderately contaminated by Cu (201–451 mg.kg⁻¹), Sn (199–564 mg.kg⁻¹) and Zn (518–10,20 mg.kg⁻¹) and, moderately to highly contaminated by Pb (710–1,430 mg.kg⁻¹). The mass of the metals recovered using the dense media ranged from 11 to 34% (w.w⁻¹) in the case of the 1–2 mm fraction, and varied from 6.92 to 22% (w.w⁻¹) for the 0.250–1 mm fraction. As observed for MSW3, both the 1–2 and 0.250–1 mm soil fractions of MR1 contained high levels of metals. The most important

contaminants were Cu (3,200–3,810 mg.kg⁻¹) and Zn (2,150–5,720 mg.kg⁻¹). Both of 1-2 mm and 0.250-1 mm fractions of MR1 were moderately contaminated by Pb and Sn. According to the characterization of the light fraction ($d < 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) presented in [Table 3-3](#) and [3-4](#), mineral sorting processes such as the wet shaking table can be useful for extracting heavy metals from the 0.250–1 and 1–2 mm fractions of MSW1, MSW3, and MR1. Indeed, up to 80.4% of Pb, 83.0% of Cu, and 96.2% of Sn could easily be removed from soil samples contaminated by municipal solid waste incinerator ashes and concentrated in a reasonable amount of residues (6.9–34% of the total mass of the soil to be treated). However, the removal of both Zn and Ba was quite inefficient. Indeed, their concentrations remained relatively high in the light fraction ($d < 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$). According to the results obtained for the soil polluted by industrial residues (MR1), gravimetric processes seemed to be more efficient for removing the most significant portion of Cu and Zn. Indeed, dense media separation allowed removal of 88.1% of Cu and 87.9% of Zn. However, according to chemical analysis, the light fraction was still contaminated by Cu (1,120 mg.kg⁻¹ for MR1) and Zn (1,580 mg.kg⁻¹ for MR1). This can be explained by the fact that some contaminants can become embedded in a slag matrix or adsorbed to silicate or calcium-rich mineral phases that consequently reduce the density of the particles and therefore the effectiveness of physical separation (Bisone *et al.*, 2013b, Chandler *et al.*, 1997, Wei *et al.*, 2011). Additional methods of treatment must be investigated to improve the removal of these inorganic contaminants.

3.5.2 Step 2 - Prediction of shaking table behavior

As mentioned previously, preliminary experiments were carried out under numerous conditions. They aimed to determine the relationship between the proportions of the heavy fraction removed, the density and metals removal. At first, [Figure 3-1](#) depicts the mass of the heavy fraction removed under each condition of the preliminary experiment, performed on the 1-2 mm of the soil MSW2 by the shaking table, versus the corresponding density of the heavy fraction ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$).

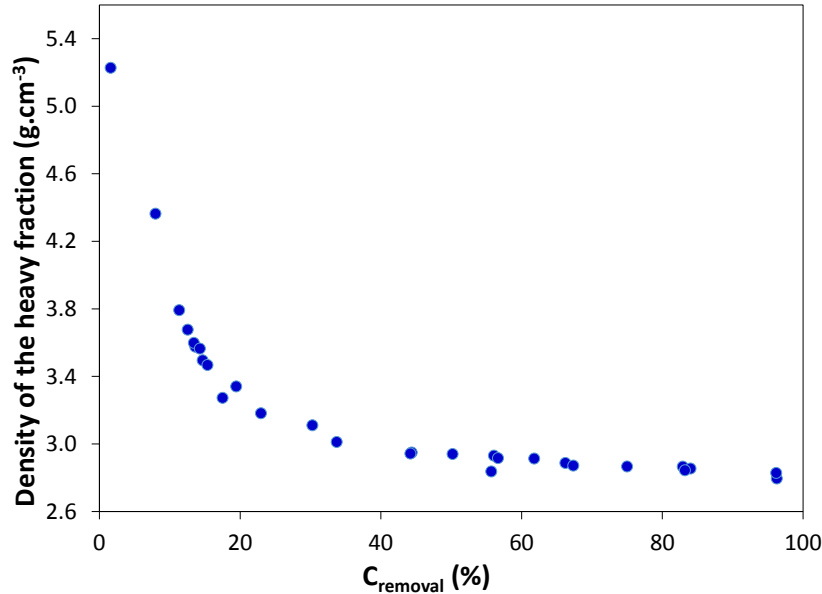


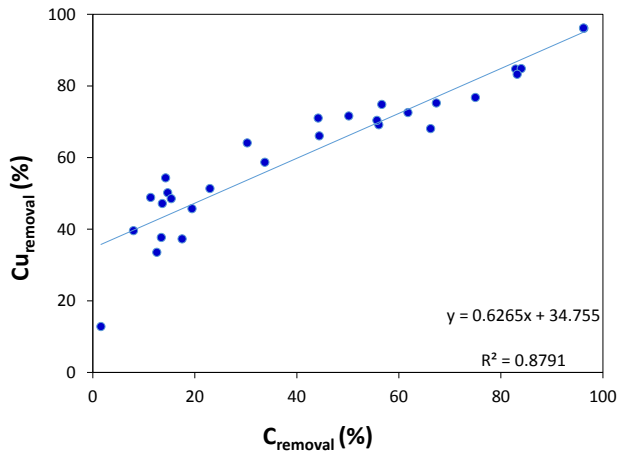
Figure 3-1 Masses of heavy fraction removed from the 1-2 mm of MSW2 by wet shaking table versus densities of the concentrate.

According to the shape of the curve, a monotonic function was detected. Spearman's rank correlation coefficient was negative (-0.976) and statistically significant at the 0.05 level of confidence ($p\text{-value} < 0.0001$). A strong correlation was detected between the mass removed by the shaking table and the corresponding density. The existing relationship is expressed by Equation 3-6 (determined using the application “Curve fitting”, Matlab R2017a). The density decreased when the mass removed increased. When a specific limit was exceeded, the density remained constant. The decrease of the density is explained by the removal of a mass of uncontaminated particles, which marks hence the limit of efficient separation of the heavy fraction.

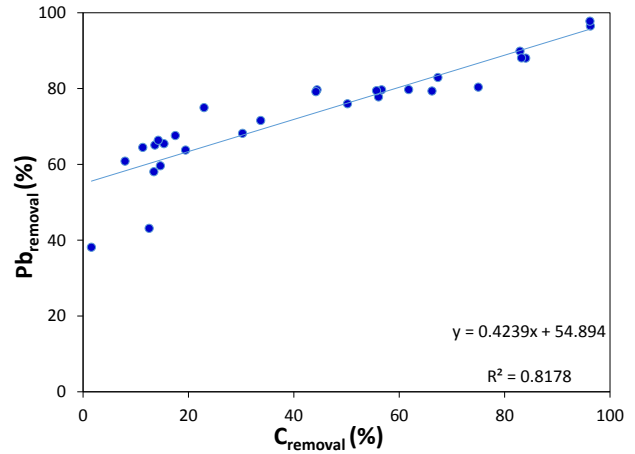
Equation 3-6 Relationship of the mass of the concentrate removed and the density of the heavy fraction

$$\text{Density of the heavy fraction (g.cm}^{-3}\text{)} = 2.80 * \exp(-9.71 * \text{Mass removal (\%)}) + 2.87$$

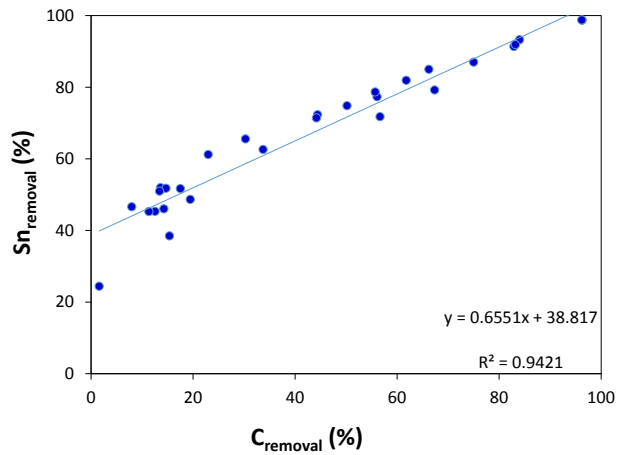
Figure 3-2 shows the relationship between the removal yields obtained for metals separable by gravimetry (Cu, Pb and Sn) and the mass of the concentrate recovered.



a.



b.



c.

Figure 3-2 Masses of heavy fraction removed by wet shaking table versus metal removals for Cu (a), Pb (b) and Sn (c). R^2 is the coefficient of determination of the linear regression

Metal removal increases positively with increasing mass of the concentrate recovered. Moreover, a visible positive linear relationship existed between the mass of the concentrate removed and metal removal. Mercier et al. (2001) reported that knowledge of the density allows prediction of the efficiency of the shaking table to remove inorganic contaminants from contaminated soils. The current study confirms previous observations. It showed that separating the heaviest parts of the soil while maintaining high density ($d > 3 \text{ g.cm}^{-3}$) of the heavy fraction, allowed low to satisfactory metal removal yields. For example, in the case of the MSW2 sample, removing 1.6–35% (w.w⁻¹) of the heaviest fraction of particles while keeping the density $> 3 \text{ g.cm}^{-3}$ allowed removal of 12.8–70% of metals initially present in the different soil samples studied. It must be noted that the response of heavy metals to the force of gravity changes according to the nature of the contaminant as well as to physical and mineralogical characteristics of the contaminated particles (Dermont *et al.*, 2008). Consequently, by using fixed adjustments that allowed isolation of small amounts of the concentrate, the limits of the device in treating all the contamination could be observed. An appropriate density difference between the contaminated and uncontaminated particles is necessary as well as optimal adjustment of the operating parameters of the wet shaking table are required to achieve the highest separation efficiency. In conclusion, the mass of the concentrate recovered combined with its density, are useful indicators for defining the required settings of the shaking table to remove inorganic contaminants from contaminated particles. However, the limits of the device that make it impossible to remove a part of the contamination must always be considered.

3.5.3 Step 3 - Optimization of operating conditions

Experiments were carried out using five different conditions in order to separate metals from the 1–2 mm and 0.250–1 mm soil fractions. As mentioned previously in [Table 3-2](#), the tilt, the stroke length, the stroke frequency, and the wash water flow were varied respectively from 10.5° to 12°, from 11 to 12.5 mm, from 300 to 432 stroke.min⁻¹ and from 4 to 6 L.min⁻¹, respectively. The first collected results concerned the mass removals as well as their corresponding densities, and these are shown in [Table 3-5](#) and [3-6](#).

Table 3-5 Effect of shaking table settings on mass removals for the 1-2 mm of MSW1, MSW3 and MR1. C_{removal} is the total mass proportion of concentrate removed and R_E is the mass removal efficiency ratio

Condition	Parameter	Units	Soil		
			MSW1	MSW3	MR1
1	Mass in E1	%	1.38	0.22	0.23
	Mass in E2	%	44.2	20.5	17.9
	Mass in E3	%	40.0	59.2	25.2
	Mass in E4	%	5.81	6.54	18.2
	Mass in E567	%	7.53	13.0	38.2
	Removal site		E4. E567	E4. E567	E567
	Density	g.cm ⁻³	3.14	4.20	3.20
	C_{removal}	%	14.4	20.1	38.4
	R_E		1.33	0.59	1.15
	2	Mass in E1	%	2.56	1.85
Mass in E2		%	22.9	56.7	33.4
Mass in E3		%	44.7	23.0	34.5
Mass in E4		%	13.0	3.48	9.22
Mass in E567		%	15.8	14.8	20.1
Removal site			E567	E3. E4. E567	E4. E567
Density		g.cm ⁻³	3.02	3.47	3.30
C_{removal}		%	16.8	41.5	29.7
R_E			1.55	1.22	0.89
3		Mass in E1	%	1.67	0.43
	Mass in E2	%	20.6	54.7	39.6
	Mass in E3	%	45.1	34.8	36.3
	Mass in E4	%	13.6	1.22	5.51
	Mass in E567	%	19.6	8.59	17.1
	Removal site		E567	E3. E4. E567	E4. E567
	Density	g.cm ⁻³	2.99	3.43	3.37
	C_{removal}	%	19.1	44.9	22.9
	R_E		1.76	1.33	0.68
	4	Mass in E1	%	1.63	0.30
Mass in E2		%	7.58	9.87	21.3
Mass in E3		%	13.7	20.5	15.3
Mass in E4		%	32.3	36.2	27.4
Mass in E567		%	44.4	33.2	34.6
Removal site			E567	E567	E567
Density		g.cm ⁻³	2.82	3.56	3.18
C_{removal}		%	44.7	33.2	34.8
R_E			4.13	0.98	1.04
5		Mass in E1	%	1.52	0.14
	Mass in E2	%	3.78	4.51	9.14
	Mass in E3	%	11.4	24.8	11.5
	Mass in E4	%	24.7	35.6	21.2
	Mass in E567	%	59.8	34.7	57.6
	Removal site		E567	E567	E567
	Density	g.cm ⁻³	2.79	3.5763	3.00
	C_{removal}	%	59.2	35.0	57.9
	R_E		5.48	1.03	1.73

Table 3-6 Effect of shaking table settings on mass removals for the 0.250-1 mm of MSW1, MSW3 and MR1. C_{removal} is the total mass proportion of concentrate removed and R_E is the mass removal efficiency ratio

Condition	Parameter	Units	Soils		
			MSW1	MSW3	MR1
1	Mass in E1	%	5.90	1.04	2.29
	Mass in E2	%	44.7	48.2	52.8
	Mass in E3	%	43.2	42.0	39.4
	Mass in E4	%	2.23	1.66	1.18
	Mass in E567	%	3.36	6.72x	4.17x
	Removal site		E4, E567	E4, E567	E4, E567
	Density	g.cm ⁻³	3.55	4.00	3.99
	C_{removal}	%	6.12	8.71	5.51
	R_E		0.88	0.40	0.31
	2	Mass in E1	%	5.45	3.25
Mass in E2		%	70.2	84.9	81.5
Mass in E3		%	20.2	7.80	11.9
Mass in E4		%	1.30	0.23	0.38
Mass in E567		%	2.69	3.21	2.64
Removal site			E4, E567	E3, E4, E567	E3, E4, E567
Density		g.cm ⁻³	3.83	3.65	3.17
C_{removal}		%	4.14	11.8	15.2
R_E			0.60	0.54	0.86
3		Mass in E1	%	6.54	2.41
	Mass in E2	%	14.7	72.6	55.9
	Mass in E3	%	47.9	18.6	34.8
	Mass in E4	%	13.8	0.43	0.94
	Mass in E567	%	14.2	3.59	4.55
	Removal site		E567	E3, E4, E567	E4, E567
	Density	g.cm ⁻³	2.88	3.22	3.96
	C_{removal}	%	17.0	25.0	6.01
	R_E		2.46	1.14	0.34
	4	Mass in E1	%	5.45	0.84
Mass in E2		%	23.9	47.8	32.2
Mass in E3		%	47.3	38.7	48.6
Mass in E4		%	10.7	2.63	4.34
Mass in E567		%	13.7	10.0	12.8
Removal site			E567	E4, E567	E4, E567
Density		g.cm ⁻³	2.9	3.55	3.14
C_{removal}		%	12.7	12.6	17.1
R_E			1.84	0.57	0.97
5		Mass in E1	%	3.26	0.59
	Mass in E2	%	6.21	23.4	20.3
	Mass in E3	%	28.3	53.3	52.6
	Mass in E4	%	37.9	6.08	7.78
	Mass in E567	%	26.6	16.0	17.1
	Removal site		E567	E4, E567	E4, E567
	Density	%	2.80	3.22	3.04
	C_{removal}	g.cm ⁻³	24.3	22.7	25.3
	R_E		3.51	1.03	1.44

For each experiment, the removal site (concentrate outputs) was determined according to the given data on density and the mass partition in the shaking table collectors. Under the same condition, the sites of concentration usually changed when the contaminated matrix was modified. They also changed from modification of the adjustments of the shaking table parameters. Generally, heavy particles were collected at exits E4–E7. However, a large band of concentrate was observed, especially for MSW3 under conditions 2 and 3. The concentrate was collected at exits E4–E7 and at exit E3. Some studies reported that the band position of the concentrate might be influenced by the operating variables of the shaking table as well as the feed characteristics (Manser *et al.*, 1991). This indicates the importance of spotting the concentration sites during the optimization step. In addition, under a specific adjustment of operating conditions, the mass removal of the concentrate also changed with variation from one matrix to another. Because the soils were derived from different industrial or commercial sites and were contaminated by different sources, the particles presented wide heterogeneity in their physical and mineralogical properties. Consequently, they behaved differently under the forces of the gravimetric device. Therefore, each fraction of soil requires specific operation settings to separate inorganic contaminants efficiently from contaminated particles (Veetil *et al.*, 2014). The ratio R_E and densities of the separated particles are interesting tools that can be used to compare the results of the shaking table with those obtained during densimetric characterization (dense media separation). Accordingly, in the case of soil MSW1, condition 1 applied to the 1–2 mm fraction generated a mass of metallic concentrate close to that obtained by dense media separation ($R_E = 1.33$). The corresponding density of the concentrate was high and equivalent to $3.14 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. This reflected a satisfactory level of purity for the separated product. Condition 1 was so selected to treat the 1-2 mm fraction of MSW1. On the other hand, condition 4 was selected to treat the 0.250–1 mm fraction. This condition 4 induced an improvement of the mass removed, a bit more than that generated using dense media separation ($R_E = 1.88$). However, the density of the separated mass was close to $3 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, thus justifying the selection of this condition. For MSW3, which was highly contaminated by municipal solid waste incinerator ashes, numerous adjustments of the shaking table led to satisfactory mass removal yields. In the case of the 1–2 mm fraction, conditions 2 ($R_E = 1.22$), 3 ($R_E = 1.32$), 4 ($R_E = 0.98$), and 5 ($R_E = 1.03$) led to results close to that obtained in the dense media test. The density of the concentrate was $> 3.43 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Condition 3 ($R_E = 1.14$) and 5 ($R_E = 1.03$) ensured good separation of the heavy fraction from the 0.250–1 mm soil fraction. As mentioned for MSW3, numerous

conditions allowed satisfactory separation of the metallic contaminants from soil MR1. Condition 1 ($R_E = 1.15$) and 4 ($R_E = 0.82$) can be quoted because they allowed the best treatment of the 1–2 mm fraction. Condition 4 ($R_E = 0.97$) was appropriate for separating metals from the 0.250–1 mm fraction of MR1.

3.5.4 Step 4 - Validation of optimal operating conditions

Chemical analyzes of the treated products were carried out to assess the reliability of R_E and the density, for predicting the adjustments of wet shaking table parameters required to separate metals from different soil samples. The metal removals as well as metals removal efficiencies (R_M), are presented in Figures 3-3 and 3-4 and Tables 3-7 and 3-8.

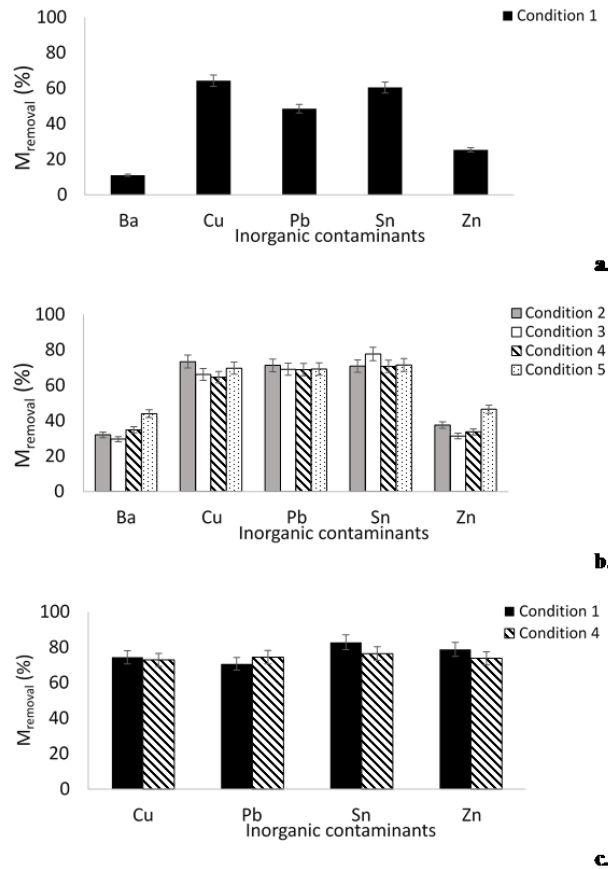
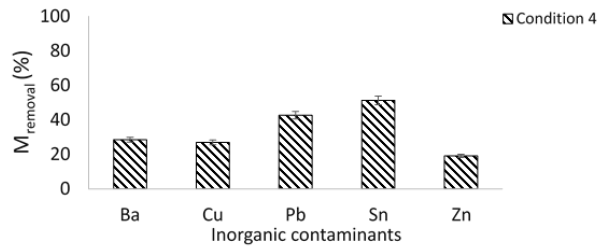


Figure 3-3 Metals removal from the 1-2 mm of MSW1 (a), MSW3 (b) and MR1 (c), resulting from the application of optimal selected conditions. $M_{removal}$ is metals removal (error threshold = 5%)

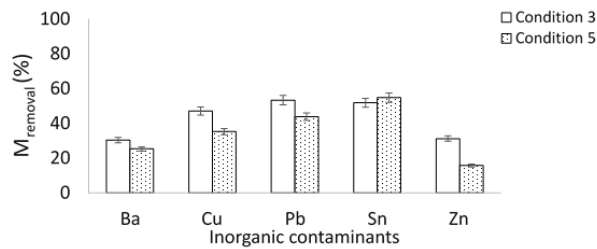
Table 3-7 Metal removal efficiency ratio for the 1-2 mm of MSW1, MSW3 and MR1

Soil	Condition (a)	R _M				
		Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
MSW1	1	0.20	0.77	0.72	0.70	0.97
MSW3	2	0.69	0.94	0.89	0.77	0.71
MSW3	3	0.64	0.85	0.86	0.84	0.60
MSW3	4	0.75	0.83	0.86	0.77	0.64
MSW3	5	0.95	0.90	0.86	0.77	0.88
MR1	1	-	0.93	0.86	0.92	0.97
MR1	4	-	0.91	0.90	0.85	0.90

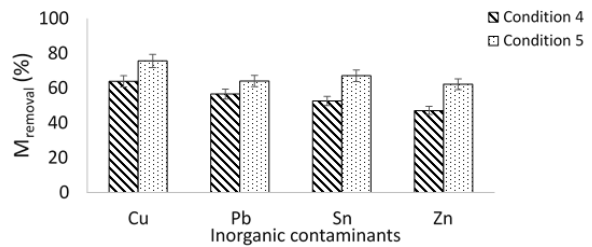
(a) Condition = The optimal condition selected for treating the 1-2 mm of soil based on the mass removal efficiency ratio ($R_E \sim 1$) and the density of the concentrate ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$)



a.



b.



c.

Figure 3-4 Metals removal from the 0.250-1 mm of MSW1 (a), MSW3 (b) and MR1 (c), resulting from the application of optimal selected conditions. M_{removal} is metals removal (error threshold = 5%)

Table 3-8 Metal removal efficiency ratio for the 0.250-1 mm of MSW1, MSW3 and MR1

Soil	Condition (a)	R_M				
		Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
MSW1	4	0.90	0.54	0.78	0.65	-
MSW3	3	0.60	0.73	0.80	0.58	0.71
MSW3	5	0.50	0.55	0.66	0.61	0.36
MR1	4	-	0.73	0.82	0.56	0.54
MR1	5	-	0.86	0.93	0.72	0.71

(a) Condition = The optimal condition selected for treating the 0.250-1 mm of soil based on the mass removal efficiency ratio ($R_E \sim 1$) and the density of the concentrate ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$)

In the case of the 1–2 mm fractions of MSW1 and MSW3, it can be seen that, under selected conditions, Cu, Pb, and Sn were moderately to mostly removed. Indeed, metal removals ranged from 48.5 to 77.7% corresponded to R_M ratios > 0.77 . This indicated that these removal yields were close to those obtained using the dense media separation. Moreover, the shaking table settings selected to treat the 1–2 mm fraction of MSW3, resulted in similar results regarding Cu, Pb, Sn, and Zn removals. These results highlighted that the shaking table can offer a variety of adjustments to treat effectively contaminated fractions of soils. Zn was weakly to moderately removed from MSW1 and MSW3. However, as observed for Cu, Pb, and Sn; high R_M (Zn) ratios were obtained (0.60–0.97). This indicated that the shaking table achieved maximum efficiency in treating this contaminant, even if only 25–47% of the contamination was removed. The same observation could be made for Ba, which was weakly to moderately separated from MSW1 and MSW3 (11–44%). The gravimetric device showed low efficiency in separating Ba from MSW1 (R_M (Ba) = 0.20). The efficiency of the gravimetric device was higher in the case of MSW3 (R_M (Ba) = 0.65–0.96), which can be explained by a higher initial concentration of Ba in the 1-2 mm fraction of MSW3.

The usefulness of dense media separation as a tool for predicting gravimetric separation performance and for optimizing metal removal by the shaking table was mentioned in prior work. The concern in those studies was about soils highly contaminated by metals derived from municipal solid waste incinerator ashes (47%, w.w⁻¹). High degrees of separation of Pb, Cu, Sn and Zn were also reported (49–80%) (Jobin *et al.*, 2015). Therefore, according to previous and current results, the R_E ratio was proved helpful for predicting efficiently the operating conditions optimal for metal separation from different solid matrixes with different levels of contamination. Furthermore, the analysis of the R_M ratio allowed determination of the limits of the wet shaking table in separating some metals from contaminated particles. In the case of 1–2 mm of MR1, high removals of Cu (72.9–74.4%), and Zn (78.9–73.8%) were obtained. For all contaminants (Cu, Pb, Sn and Zn), R_M ratios were higher than 0.86, confirming good efficiency of the shaking table for reproducing the results obtained by dense media. Consequently, R_E was also an interesting tool for prediction and an efficient optimization indicator when the nature of the contamination changed. On the other hand, chemical analysis of treated products obtained from the 0.250–1 mm fraction of MSW1 and MSW3, showed low to high removals of Cu (27–47%), Pb (43–53%), Sn (51–55%), Ba (29–30%), and Zn (16–31%). Generally, the R_M ratios were higher than 0.49, except for R_M (Zn) calculated for MSW1 (~ 0). Moderate to high separation of Cu (64%), Pb (58%), Sn

(53%), and Zn (47%) were also observed for the 0.250–1 mm fraction of MR1. A slightly lower efficiency was observed when treating the 0.250–1 mm fraction using the shaking table than when treating the 1–2 mm fraction. Indeed, the shaking table can induce variability in efficiency when changing from one range of grain size to another (Bisone *et al.*, 2013b, Dermont *et al.*, 2008). Previous experiments carried out using several passes of the gravimetric device allowed similar results in terms of removal of both Cu and Zn from concentrate (Bisone *et al.*, 2013b). Consequently, methodological use of the apparatus based on prediction tools (R_E and output density) allowed the shortening of the optimization trials.

Chemical analysis confirmed the usefulness of comparison between the masses of the concentrates obtained, their corresponding densities, and the results of dense media separation. The method led to the discovery of appropriate adjustments of the gravimetric device to treat different levels and kinds of contamination in different soil fractions, while reducing the number of laboratory assays to only five. The high values of R_E and R_M reflected satisfactory efficiencies of the wet shaking table in concentrating heavy metals in small volumes of soil. Some limits of the method were shown, especially in the case of the finest fraction (0.250–1 mm). In such situations, additional treatments must be investigated to increase the efficiency of extraction of recalcitrant inorganic compounds

3.6 Conclusion

A prediction and optimization approach was established to maximize the wet shaking table treatment of several soil fractions. Soils contaminated by heavy metals are usually randomly treated, which consumes a great deal of money and time. The current approach was based on densimetric characterization as well as density and mass removal data, to lighten the workload relative to the treatment. Using our prediction tools, five conditions were sufficient to underline the most efficient conditions in term of masses and metal removals. These conditions were selected according to the data on the ratio R_E . The latter allowed comparison of dense media separation and shaking table results. Each solid matrix required a specific treatment. The collection locations of the concentrates changed when the contaminated medium was changed. Some soil fractions that were highly contaminated revealed more than one optimal adjustment. Chemical analysis of treated media obtained under selected tests, showed satisfying gravimetric treatment of samples characterized by different levels and types of contamination. Chemical analysis also revealed the limits of the shaking table in separating some contaminants (Ba and Zn) from some soils. Analysis also highlighted the relative loss of efficiency in treating the 0.250–1 mm fraction. The proposed approach was useful for predicting the optimal settings required to separate metals from contaminated soils while reducing the amount of laboratory tests usually required to only five assays. The loss of efficiency of the shaking table comparing to the dense media separation must be considered. Further investigations about methods for solids characterization are suggested to support the industrial application of this approach. The use of computer-assisted tomography is proposed for revealing the percent of separable particles in representative samples. Moreover, because metals are known for their affinity to iron oxide, magnetic characterization could also be studied.

3.7 Acknowledgements

The authors acknowledge Foncer Mine de Savoie, the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (Project ID number: RDCPJ 418167-11), and Tecosol Inc., for their financial support

3.8 References

- Benschoten, JEV., Matsumoto, MR., & Young, WH., 1997. Evaluation and analysis of soil washing for seven lead-contaminated soils. *J. Env. Eng.* 123, 217-224.
- Bergmann, C., Govender, V., Corfield, A.A., 2016. Using mineralogical characterisation and process modelling to simulate the gravity recovery of ferrochrome fines. *J. Miner. eng.* 91, 2-15.
- Bisone, S., Blais, J.F., Mercier, G., 2013a. Counter-Current Metal Leaching and Precipitation for Soil Remediation. *J. Soil Sediment Contam.* 22, 856-875.
- Bisone, S., Mercier, G., Blais, J.F., 2013b. Decontamination of metals and polycyclic aromatic hydrocarbons from slag-polluted soil. *J. Environ. Technol.* 34, 2633-2648.
- Carvalho, M.T., Agante, E., Durão, F., 2007. Recovery of PET from packaging plastics mixtures by wet shaking table. *J. Waste Manag.* 27, 1747-1754.
- CEAEQ, 2010 Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques MA. 100 – Lix.com.1.1. . Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Quebec, Qc, Canada, 17 p.
- Chandler, A., Eighmy, T., Hjelmar, O., Kosson, D., Sawell, S., Vehlow, J., Van der Sloot, H., Hartlén, J., 1997. *Municipal solid waste incinerator residues*, first ed. Elsevier, Netherlands.
- Dermont, G., Bergeron, M., Mercier, G., Richer-Lafleche, M., 2008. Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. *J. Hazard. Mater.* 152, 1-31.
- EPA., OSWER., TIO., 1997. Recent developments for in situ treatment of metal contaminated soils. Environmental protection agency, office of solid waste and emergency response, technology innovation office, Washington, p. 64.
- Gill, C.B., 1991. *Materials beneficiation*, first ed. Springer-Verlag, New York.
- Jobin, P., Mercier, G., Blais, J.F., Taillard, V., 2015. Understanding the Effect of Attrition Scrubbing on the Efficiency of Gravity Separation of Six Inorganic Contaminants. *Water, Air, & Soil Pollut.* 226, 162.
- Jordão, H., Sousa, A.J., Carvalho, M.T., 2016. Optimization of wet shaking table process using response surface methodology applied to the separation of copper and aluminum from the fine fraction of shredder ELVs. *J. Waste Manag.* 48, 366-373.
- Khalid, S., Shahid, M., Niazi, N.K., Murtaza, B., Bibi, I., Dumat, C., 2017. A comparison of technologies for remediation of heavy metal contaminated soils. *J. Geochem. Explor.* 182, 247-268.
- Laporte-Saumure, M., Martel, R., Mercier, G., 2010. Evaluation of Physicochemical Methods for Treatment of Cu, Pb, Sb, and Zn in Canadian Small Arm Firing Ranges Backstop Soils. *Water, Air, & Soil Pollut.* 213, 171-189.
- Manser, R.J., Barley, R.W., Wills, B.A., 1991. The shaking table concentrator — The influence of operating conditions and table parameters on mineral separation — The development of a mathematical model for normal operating conditions. *J. Miner. Eng.* 4, 369-381.

- Mercier, G., Duchesne, J., Blackburn, D., 2001. Prediction of metal removal efficiency from contaminated soils by physical methods. *J. Env. Eng.* 127, 348-358.
- Mercier, G., Duchesne, J., Blackburn, D., 2002. Removal of Metals from Contaminated Soils by Mineral Processing Techniques Followed by Chemical Leaching. *Water, Air & Soil Pollut.* 135, 105-130.
- Mouedhen, I., Coudert, L., Blais, J.-F., Mercier, G., 2018. Study of factors involved in the gravimetric separation process to treat soil contaminated by municipal solid waste. *J. Environ. Manag.* 209, 23-36.
- Panda, L., Tripathy, S.K., 2014. Performance prediction of gravity concentrator by using artificial neural network-a case study. *International J. Mining Sci. Technol.* 24, 461-465.
- Rikers, R.A., Rem, P., Dalmijn, W.L., 1998. Improved method for prediction of heavy metal recoveries from soil using high intensity magnetic separation (HIMS). *J. of Miner. Process.* 54, 165-182.
- Sousa, C.D., 2001. Contaminated sites: The Canadian situation in an international context. *J. Environ. Manag.* 62, 131-154.
- Van liedekerke, M., Prokop, G., Rabl-berger, S., Kibblewhite, M., Louwagie, G., 2013. Progress in the management of contaminated sites in Europe. *Researchsedimenth centre of the european commission, Luxembourg*, p. 72.
- Veetil, D.P., Mercier, G., Blais, J.-F., Chartier, M., Tran, L.H., Taillard, V., 2014. Remediation of contaminated dredged sediments using physical separation techniques. *J. Soil Sediment Contam.* 23, 932-953.
- Wei, Y., Shimaoka, T., Saffarzadeh, A., Takahashi, F., 2011. Mineralogical characterization of municipal solid waste incineration bottom ash with an emphasis on heavy metal-bearing phases. *J. Soil Sediment Contam.* 187, 534-543.
- Wills, B.A., 2011. *Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery*, seventh ed. Butterworth, Amsterdam, Boston, Heidelberg, London, New York, Oxford, Paris, San Diego, San Francisco, Singapore, Sydney, Tokyo.
- Youssef, M., Abd El-Rahman, K., Helal, N., El-Rabiei, M., Elsaidy, S., 2009. Optimization of Shaking Table and Dry Magnetic Separation on Recovery of Egyptian Placer Cassiterite Using Experimental Design Technique. *J. Ore Dressing* 11 (22), 9.

4 CHAPITRE 4

Physical separation of metals from contaminated soils by municipal solid waste ashes and metallurgical residues involving the use of prediction tools

Séparation physique des métaux lourds des sols contaminés par des résidus d'incinération et par des résidus métallurgiques impliquant l'utilisation d'outils de prédiction

Revue: Waste management

Article prêt à la soumission

Auteurs

Ikbel Mouedhen Étudiante au doctorat, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 Rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-4677, Télécopieur: (418) 654-2600, courriel: ikbel.mouedhen@ete.inrs.ca

Lucie Coudert Professeure, Institut de recherche en mines et en environnement, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 445 Boulevard de l'Université, Rouyn-Noranda, QC, Canada, J9X 5E4, Téléphone : (819) 762-0971 poste 2572, Télécopieur : (819) 797-4727, Courriel : lucie.coudert@uqat.ca

Jean-François Blais, Professeur, Institut national de la recherche scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada, G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2575, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: blaisjf@ete.inrs.ca

Guy Mercier, Professeur, Institut national de la recherche Scientifique (Centre Eau Terre Environnement), Université du Québec, 490 rue de la Couronne, Québec, QC, Canada G1K 9A9, Téléphone: (418) 654-2633, Télécopieur: (418) 654-2600, Courriel: guy.mercier@ete.inrs.ca

Note

L'étudiante est le premier auteur de cet article. Les expériences, la rédaction et le traitement des données ont été réalisés par l'étudiante en tenant compte des recommandations des différents auteurs.

4.1 Résumé

Les nouvelles législations environnementales dans les pays développés exigent l'instauration de stratégies de gestion de larges volumes de sols contaminés. Des techniques de remédiation relativement coûteuses sont disponibles à l'échelle commerciale pour le traitement des métaux lourds, soient la solidification/stabilisation et l'enfouissement sécuritaire. Sous certaines conditions minéralogiques des contaminants inorganiques, le traitement physique est en mesure d'extraire efficacement ceux-ci de la matrice non contaminée, ce qui permet de réduire considérablement le coût de traitement. Dans le cadre de cette étude, une caractérisation densimétrique et minéralogique de la fraction 0,250-4 mm de sols contaminés par des cendres d'incinération et des résidus métallurgiques a été conduite. Celle-ci a permis de déterminer les minéralogies approximatives du Pb, du Cu, du Sn et du Zn, d'estimer la MV moyenne des particules identifiées et d'en calculer le critère de concentration. Les résultats de caractérisation ont confirmé l'utilité d'application du jig et de la table à secousses et ont permis de prédire leur efficacité et leurs éventuelles limites. Par ailleurs, pour chaque sol, l'opération du jig a été optimisée en se basant sur de simples comparaisons de la masse du concentré enlevée par le jig avec celle obtenue par liqueur dense. Le lavage à l'eau combiné à la séparation magnétique, l'attrition combinée au jig et l'attrition combinée à la table à secousses ont conduit à des taux de séparation du Ba, du Cu, du Pb, du Sn et du Zn compris entre 42,1 et 83,4% de la fraction > 0,250 mm des sols contaminés par des cendres d'incinération. La masse traitée récupérée de la fraction > 0,250 mm varie de 57,1 à 73,4%. Pour le sol contaminé par des résidus métallurgiques, l'enlèvement du Cu et du Zn de la fraction > 0,250 mm a été supérieur à 57,5%. La masse du sol traité, récupérée de la fraction > 0,250 mm, est de 64,8%.

Mots clefs : Métaux ; caractérisation ; prédiction ; jig ; table à secousses ; magnétisme

4.2 Abstract

Environmental legislations are forcing industrialized countries to rehabilitate contaminated lands. Costly solutions are available to manage soils contaminated by metals (solidification/stabilisation and landfilling). Physical remediation techniques, less expensive processes, are able to efficiently separate metals from uncontaminated particles under specific physical conditions. In the current study, densimetric and mineralogical characterization of the 0.250-4 mm fraction of soils contaminated by municipal solid waste (MSW) ashes and metallurgical waste was performed. This characterization sustained the choice of jig and wet shaking table to separate the metal contamination from contaminated soil. The mineralogical characterization allowed the prediction of treatment efficiencies and potential limits. Jig performances were optimized based on densimetric characterization. Water washing coupled with ferrous materials extraction using magnetic separation, attrition scrubbing coupled to the jig and to wet shaking table, led to 42.1% to 83.4% of Ba, Cu, Pb, Sn and Zn removals from the > 0.250 mm fraction of soils contaminated by MSW ashes. The recovered treated mass varied from 57.1% to 73.4% (w.w⁻¹). For the > 0.250 mm fraction of soil contaminated with metallurgical residues, Cu and Zn removal yields were higher than 57.5%. The recovered treated mass from the > 0.250 mm soil fraction corresponded to 64.8% (w.w⁻¹). Depending on the level and the leachability of contaminants, the <0,250 mm fractions were intended for appropriate treatment (solidification/stabilisation) or safe disposal in technical landfill.

Key words: Metals; characterization; prediction; jig; shaking table; magnetism

4.3 Introduction

Heavy metals generally refers to a group of toxic compounds, usually used in industries and in various modern technologies (Khalid *et al.*, 2017). The extent of the inorganic pollution in soils in industrialized countries is of a serious concern. Among the sources of metals in soils, municipal solid waste (MSW) ashes and slags generated during extractive metallurgical operations can be cited. Bottom and fly ashes are the main by-products of MSW combustion process (Forteza *et al.*, 2004). The two main categories of slags emerging from metal manufacturing processes are ferrous slags (e.g. iron slag, steel slag and alloy steel slag) and non ferrous slags (e.g. copper slag) (Piatak *et al.*, 2015a). The selection of the most appropriate soil remediation method depends on the concentration and the nature of pollutants to be removed (Mercier *et al.*, 2001). Physical and mineralogical properties of inorganic compounds derived from MSW ashes are mainly controlled by the characteristics of the incineration system such as the redox atmosphere, the thermal conditions during incineration and the composition of incinerated MSW (Dong *et al.*, 2015; Horowitz, 1991; Iskandar, 2000). And, those of inorganic compounds derived from metallurgical residues are controlled by different smelting conditions under which the slag formed and include the fuel source, the initial composition of the ore and flux, the type of blast (cold versus hot) (Piatak *et al.*, 2012a). Moreover, physical and chemical characteristics of soil (e.g. pH, cation exchange capacity, soil mineralogy and biological conditions) are involved in the evolution of these metals in soil (Kabata-Pendias, 2011, Kowalski *et al.*, 2017, Piatak *et al.*, 2012b, Shen *et al.*, 2003). Soils polluted by MSW ashes and metallurgical residues can show drastic concentrations of metals. For instance, Jobin *et al.* (2016b) quoted up to 1,797 mg.kg⁻¹, 2,775 mg.kg⁻¹, 879 mg.kg⁻¹ and 2,077 mg.kg⁻¹ of Cu, Pb, Sn and Zn, successively, in bulk soils contaminated by MSW ashes. On the other hand, Bisone *et al.* (2013c) quoted up to 2,500 mg.kg⁻¹ of Cu and up to 2,240 mg.kg⁻¹ of Zn in bulk soils contaminated by metallurgical residues. Such types of soils require an appropriate management to remove effectively inorganic contaminants and offer a second use to the treated medium. Physical separation is a non-destructive technique, generally assigned to the ore processing industry. It aims to concentrate metals into a small volume and involves for instance, particle size separation, attrition scrubbing, magnetic separation and gravimetric separation. A strong magnetic susceptibility of pollutants or a high liberation degree of the mineralogical phase containing heavy metals are highly sought to ensure satisfactory efficiency of heavy metal removal (Dermont *et al.*, 2008). Physical treatment (70 – 187 \$ per cubic meter of soil) represent a cost

effective and proactive alternative to solidification/stabilization (116 - 248 \$ per cubic meter of soil), landfilling (300 – 510 \$ per metric ton) and acid leaching (358 - 1,717 \$ per metric ton) treatments (FRTR, 2016c). Among physical processes, the shaking table concerns the treatment of a wide range of particles sizes varying from 0.100 to 3 mm . The effective treatment of particles of a size equal to 0.063 mm was also reported using shaking table for the rehabilitation of sites contaminated by MSW ashes (Mercier *et al.*, 2002, Wills, 2011).

The wet shaking table showed good potential in isolating inorganic contaminants from contaminated soils emerging from various sources of contamination. For instance, treating soils contaminated with weapon ammunition using shaking table removed up to 96% of Pb (Laporte-Saumure *et al.*, 2010). The removal of Cu by wet shaking table achieved 26% when treating a soil contaminated with mining residues (Veetil *et al.*, 2014). For a soil contaminated with slags and smelter residues, the gravimetric device removed up to 68% of Cu. Previous studies about soils polluted with MSW ashes reported removal yields of Pb reaching 61.2 to 80% (Jobin *et al.*, 2015, Mercier *et al.*, 2001). The separation process of contaminated particles from uncontaminated soil when using wet shaking table is generally optimized through numerous randomized trials, increasing treatment costs and rehabilitation time (Bisone *et al.*, 2013, Laporte-Saumure *et al.*, 2010, Veetil *et al.*, 2014). On the other hand, the jig is a gravimetric device, frequently used to handle coarse materials ranging for e.g. from 3 to 10 mm.. By means of a pulsating current water, the bed of particles is intermittently fluidized and compacted. The harmonic wave causes the stratification of particles in layers with increasing density from the top to the bottom. Heavy particles are thereby sorted. The main mechanisms involved are the differential acceleration, the hindered settling and the interstitial trickling (Wills, 2011). As same as wet shaking table, the jig is generally randomizly optimized leading to satisfying results. For instance, in the case of 0.5-3 mm and the 1-4 mm fractions of soil, sampled from an arm firing range, removal yields obtained for Pb, Cu, Sb, and Zn when using jig were up to 94% (Laporte-Saumure *et al.*, 2010). The jig has been used for treating the 2-4 mm and the 0.850-2 mm fractions of soils contaminated with ashes of MSW incinerator. Removals yields ranged from 47 to 67%, 39 to 89%, 27 to 74% and 17 to 53.7 % for Pb, Cu, Sn and Zn, respectively (Jobin *et al.*, 2015, Mercier *et al.*, 2002).

As mentioned above, the development and optimization of a process train including physical treatments (e.g. shaking table and jig) usually require numerous randomized trials, increasing both treatment costs and rehabilitation time. Previous papers mentioned the helpfulness of numerous

analysis tools in the choice of decontamination processes and the establishment of relevant strategies for the rehabilitation of contaminated sites. In fact, microscopic examination of contaminated particles coupled with energy dispersive spectrophotometer analysis provide substantial information about the dimension, the surface and the composition of both the pollutant-bearing phase and its carrying phase (Mercier *et al.*, 2001, Mouedhen *et al.*, 2018). According to an exhaustive mineralogical characterization, Pb- particles in soil contaminated by MSW ashes were well described and classified based on the corresponding mineralogy of both Pb-bearing and carrying phases. Moreover, by considering the mean surface ratio of the carrying phase and the Pb-bearing phase, the densities of particles were estimated. This allowed consequently the prediction of the adequate treatment train and the fate of Pb-particles when using physical separation processes including magnetic separation, jig and Wilfley table (Mercier *et al.*, 2001). In the same context, as can be shown in Table 4-1, the concentration criterion (CC) indicates the suitability of using gravimetric processes to separate heavy particles from uncontaminated ones. This parameter is calculated and defined as below (Equation 4-1) (USEPA, 1995).

Equation 4-1 Concentration criterion calculation

$$CC = \frac{\text{Density of heavy particle (g.cm}^{-3}\text{)} - \text{Density of fluid(g.cm}^{-3}\text{)}}{\text{Density of light particle(g.cm}^{-3}\text{)} - \text{Density of fluid(g.cm}^{-3}\text{)}}$$

Table 4-1 Relative ease of separating minerals using gravity techniques

CC	Separation	Minimum size of particles (µm) ^a
2.5	Relatively easy	75
1.75-2.5	Possible	150
1.5-1.75	Difficult	2,000
1.25-1.5	Very difficult	6,500
< 1.25	Not possible	

^a Minimum size of particles= Below the indicated value, gravimetric separation is not possible for the corresponding CC.

The estimation of heavy particles distribution in a soil sample through the use of dense media separation (DMS) using tetrabromoethane (TBE: C₂H₂Br₄) marks the limit of metals removal that can be achieved when using gravimetric devices (e.g. shaking table and Jig). The densimetric

characterization have also been exploited to maximize the performance of wet shaking table in separating metals from soil contaminated with ashes of MSW incinerator (Mouedhen *et al.*, 2018). The authors highlighted the usefulness of densimetric characterization coupled with the modeling of the shaking table mechanism using a statistical approach to both predict and optimize the treatment of soil contaminated with inorganic compounds, while minimizing the number of trials (Mouedhen *et al.*, 2018).

In the scope of the present paper, a complete mineralogical characterization of Pb, Sn, Cu and Zn-bearing phases found in the > 0.250 mm fraction of soil samples contaminated with MSW incinerator ashes and metallurgical residues was performed in order to predict the fate of different types of contaminated particle in gravimetric devices (shaking table and jig). In addition to complete previous works on the prediction of the performances of wet shaking table, this study exploit the densimetric characterization data to: i) decide about the applicability of gravimetric devices, ii) define the highest limit of separation and iii) optimize the performance of the laboratory jig used. Finally, the paper discuss the performance of the whole proposed process of physical treatment, performed on soils with different types and levels of inorganic pollution.

4.4 Materials and methods

4.4.1 Sampling sites

The studied abandoned industrial sites are located in the eastern of Canada, in the province of Quebec. Three soil samples (MSW1,MSW2, MSW3) were collected from the first site situated in Quebec city. According to the reported data, this latter was used for the landfilling of MSW ashes from 1940 to 1960. Besides, this site is an old snow dumping ground (Mercier *et al.*, 2002). The fourth soil sample (MR1) was collected from a site polluted with slags and smelter residues. This site, located in Montreal city, have known an important industrial expansion from 1848 to 1939 and have been occupied by metallurgical and steel production industries (GC, 2018).

4.4.2 Preparation and characterization of contaminated soils

Figure 4-1 illustrates the overall treatment process. The feedstock pre-treatment, the feedstock characterization as well as the use of mineral processing operations, are completely described below.

4.4.2.1 Feedstock pre-treatment

Prior to characterization and physical treatment steps, a grid was used to remove the following soil fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1: > 12 mm and the 4-12 mm. Remediation techniques are limited to treat such fractions. These latters are generally disposed off safely in technical landfill, treated by physical separation column, undergo an attrition scrubbing or a magnetic separation step or crushed and physically/chemically treated (Bisone *et al.*, 2013, Jobin *et al.*, 2016a, Veetil *et al.*, 2014). In the current study simple water washing and a low magnetic field were applied. Soils fractions > 4 mm were then treated using a magnet to separate the ferro/ferriagnetic fraction from the non-magnetic fraction. For each soil, the < 4 mm soil fraction was then wet sieved using a SwecoTM. The 2-4 mm, 1-2 mm, 0.250-1 mm and < 0.250 mm soils fractions were thereby generated. Fractions ranging from 2 to 4 mm, 1 to 2 mm and 0.250 to 1 mm have been treated by attrition scrubbing process. The treatment was performed at 1,500 rpm at room temperature for a duration of 10 min with a solid/liquid ratio fixed at 30% ($w \cdot w^{-1}$). Attrition sludge were removed from the contaminated soils using 10, 18, and 60 mesh sieves for the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm, respectively. The $< 0,250$ mm fractions of soils and the generated sludge was destined to safe landfilling. Pre-conditioned fractions were collected and exhaustively

characterized before to be submitted to wet shaking table (1-2 mm and 0.250-1 mm) or jig (2-4 mm) treatments.

4.4.2.2 Feedstock characterization

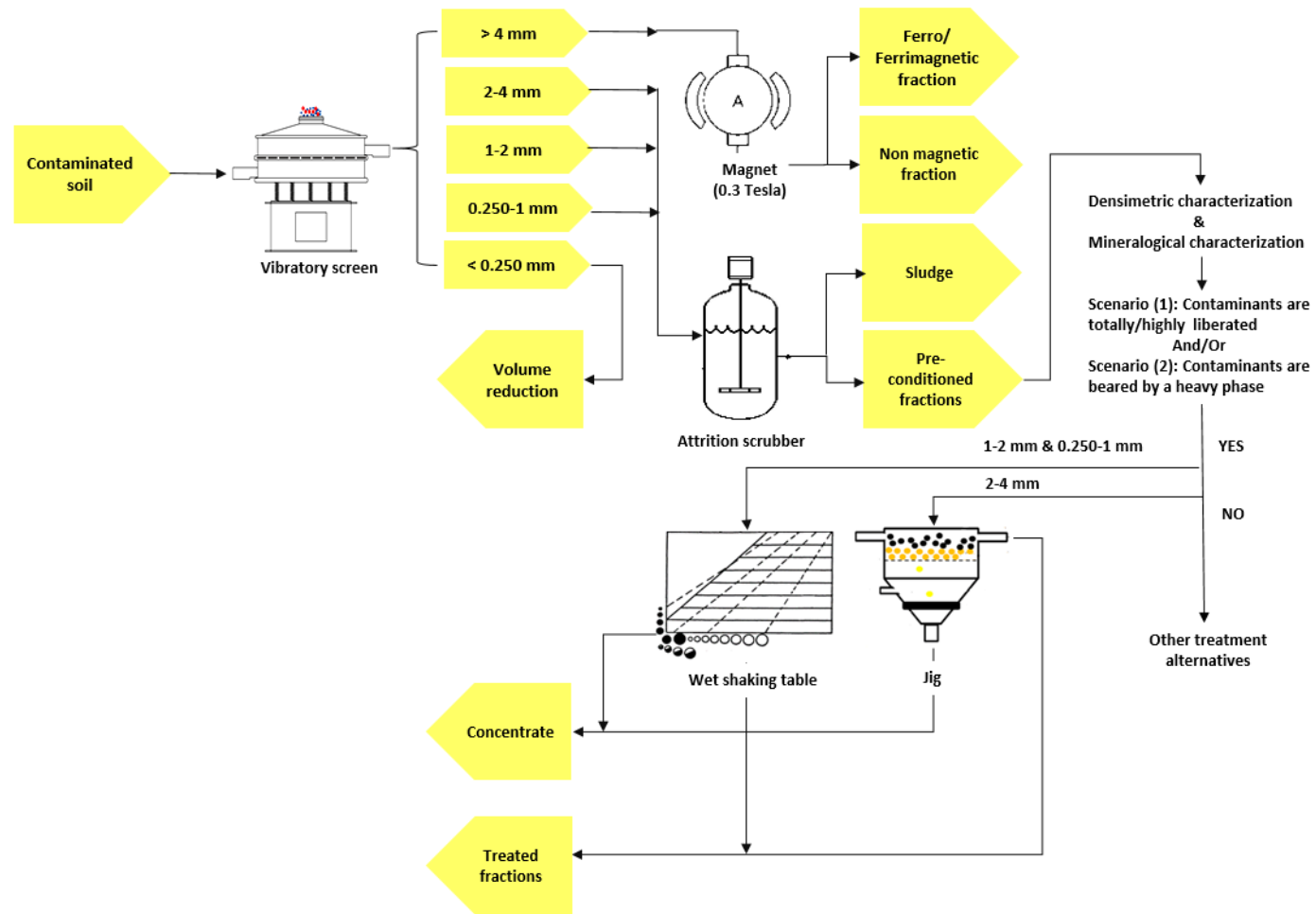
Previous researches reported the usefulness of densimetric and mineralogical characterizations of soils contaminated with MSW incinerator ashes to predict the efficiency and limitations of gravimetric processes including wet shaking table and jig (Mercier *et al.*, 2001, Mouedhen *et al.*, 2018). As well, according to Mouedhen *et al.* (2018), DMS was useful to optimize the wet shaking table to treat the 1-2 mm and the 0.250-1 mm of contaminated soil by MSW ashes. In the same context, in order to study the effectiveness of the densimetric characterization in optimizing too the jig, DMS using tetrabromoethane (TBE – $C_2H_2Br_4$, $d = 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) was used to characterize the density distribution of 2-4 mm soil fraction. DMS was performed on 200 g of each soil sample obtained using the riffle-type sample splitters. The outgoing masses of the different products ($< 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$ and $> 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) and their corresponding chemical composition and densities were then determined.

In order to examine the mineralogy of contaminants in 2-4 mm, 1-2 mm and 0,250-1 mm fractions of soils contaminate by MSW ashes and metallurgical residues and study the applicability of gravimetric separation techniques, thin sections (0.05 μm) of concentrates ($d > 2.9 \text{ g.cm}^{-3}$) emerging from the TBE separation were prepared. Thin sections were coated with gold using a SPI™ sputter coater module. The scanning electron microscopy coupled with the qualitative chemical analysis were performed with a Carl Zeiss scanning electron microscope (model EVO®50) equipped with an X-ray energy dispersion spectrometer (Oxford Instrument, INCAx-sight EDS Detectors). The accelerating voltage and the beam current were fixed at 20 kV and 100 μA , respectively. Particles were scanned with the backscattered electron mode to locate both of contaminated phase and heavy metal bearing phase. The surfaces of the latter were measured using Mesurim_Pro. The mineralogy as well as the density of each phase were estimated based on elements identified by the X-ray analysis. For each particle, the mean density of the examined particle was calculated by considering the surface ratio of contaminated phase and heavy metal bearing phase.

The elemental composition of metals present in the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm of studied soils was investigated. Indeed, for each sample, the chemical composition including Ba, Cu, Sn

and Zn was determined before and after treatment. To do so, soil samples were finely grinded ($\sim 80 \mu\text{m}$) and mineralized according to the aqua regia protocol defined by the *Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec* (CEAEQ): MA. 100 – Lix.com.1.1 (CEAEQ, 2010). SC0063618, LKSD-2 and LKSD-4 were used to validate the digestion method. The resulting liquids were analyzed by Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES, Varian, Vista AX). The density parameter was continually determined all along experiments using an helium pycnometer (AccuPyc 1330, Micromeritics).

Figure 4-1 The proposed physical treatment process



4.4.3 Mineral processing

4.4.3.1 > 4 mm soil fraction

For each soil sample, the > 4 mm soil fraction was treated using magnetic separation to adequately separate the ferri/ferro magnetic fraction from the non-magnetic fraction. To do so, based on particles sizes, 4 kg of the > 12 mm fraction and 3 kg of the 4-12 mm fraction were randomly sampled to respect maximum representativeness of samples. These latters were spread on a plane surface. Ferrous particles were separated from non-ferrous particles using a hand magnet (0.3 tesla) positioned at a height of a few mm. The mass of metals was then determined. The outgoing non-ferrous particles were crushed with a jaw crusher Fritsch (model Pulverisette 1) and undergo the chemical analysis.

4.4.3.2 2-4 mm soil fraction

A laboratory Denver mineral jig (tank volume = 140 cm³) was used for concentrating heavy metals content in the 2-4 mm soils fractions. The bed of balls was composed of 15 g of silicon nitride balls (SiN₄) (h = 5.6 mm, d = 3.2 g.cm⁻³). The feed water flow and the feed solid flow were fixed at 3.5 L.min⁻¹ and 100 g.min⁻¹, respectively. Approximately 800 g of dry soil samples were fed using a Fritsch vibratory feeder (Laborette 24 model). For each soil, the number of runs was defined based only on the mass and on the density of the concentrate measured. In fact, after each run, the R_E ratio was determined according to [Equations 4-2](#) and [4-3](#) in order to compare the performances of jig with those obtained by DMS (optimal treatment). If the mass of the cumulative concentrate is lower than that obtained by DMS (R_E < 1), supplementary run, under the same conditions, was operated. The end of the jig treatment was thus marked by a mass of the concentrate closed to that obtained by DMS (R_E ~ 1) and a high density of the generated concentrate.

Equation 4-2 Mass removal efficiency ratio

$$R_E \text{ ratio} = \frac{\text{Total mass proportion of concentrate removed by jig (\%)}}{\text{Total proportion of concentrate removed by dense media separation (\%)}}$$

Equation 4-3 Total mass proportion of concentrate removed by dense media separation or jig (%)

$$C_{removal} (\%) = 100 * \left(1 - \frac{\text{Mass of light particles (g)}}{\text{Total mass (g)}} \right)$$

At the end of the jig treatment, the metal removal efficiency ratio (R_M) was calculated (Equation 4-4 and 4-5). R_M allows for comparing metals removal by the jig and by the DMS to assess the maximum efficiency of the gravimetric device in removing a metal ‘‘M’’ when $R_E \sim 1$

Equation 4-4 Metal removal efficiency ratio

$$R_M = \frac{\text{''M'' removal by jig (\%)}}{\text{''M'' removal by dense media separation (\%)}}$$

Equation 4-5 The mass of metal ‘‘M’’ removed by dense media separation or jig (%)

$$M_{removal} (\%) = 100 * \left(1 - \frac{\text{Mass of metal ''M'' obtained at light fraction of the sample (g)}}{\text{Total mass (g)}} \right)$$

4.4.3.3 0.250-2 mm soil fraction

A Laboratory Wilfley Table (Outokumpu Technology, model 13A-SA, 1.02 m length and 0.46 m width) was used to treat separately the 0.250-1 mm and 1-2 mm soil fractions. Previous work performed by Mouedhen et al. (2018) highlighted that a complete characterization of soil samples and the realization of only five trials on the device are necessary to maximize metals recovery on the 0.250-1 mm fraction of MSW2 through one passage on the device. According to preliminary assays, five trials [Supplementary Table 4-1](#) were performed on each sample of the current research to define the optimal treating settings of the wet shaking table (tilt, strokes length and frequency, wash water flow). The dry feedstock was introduced using a vibratory feeder. For all experiments, the solid flow was set at 100 g.min⁻¹ and the feed water flow was fixed at 2 L.min⁻¹. Optimal settings of the tilt (°), the stroke length (mm), the stroke frequency (stroke.min⁻¹) and the wash water flow (L.min⁻¹), are described as follow;

- 1-2 mm soil fraction of MSW1: 12°, 12 mm, 375 strokes.min⁻¹, 5.5 L.min⁻¹;

- 0.250-1 mm soil fraction of MSW1: 11°, 11 mm, 352 strokes.min⁻¹, 5 L.min⁻¹;
- 1-2 mm soil fraction of MSW2: 10.5°, 11 mm, 432 strokes. min⁻¹ and 6 L.min⁻¹
- 0.250-1 mm soil fraction of MSW2: 11°, 11 mm, 352 strokes. min⁻¹, 5 L.min⁻¹
- 1-2 mm soil fraction of MSW3: 11°, 12.5 mm, 300 strokes. min⁻¹ and 4 L.min⁻¹
- 0.250-1 mm soil fraction of MSW3: 10.5°, 11 mm, 432 strokes.min⁻¹ and 6 L.min⁻¹
- 1-2 mm soil fraction of MR1: 12°, 12 mm, 375 strokes.min⁻¹, 5.5 L.min⁻¹
- 0.250-1 mm soil fraction of MR1: 11°, 11 mm, 353 Strokes.min⁻¹, 5 L.min⁻¹

The mass of generated products, their corresponding densities as well as the residual concentration of metals present in treated samples were evaluated in order to determine the performances of wet shaking table.

4.5 Results and discussion

4.5.1 Chemical characterization

Table 4-2 shows the concentrations of metals and their proportions in the different soil fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1.

The analysis of total metal in bulk soils showed that, MSW3 is the most contaminated one (Ba = 1,000 mg.kg⁻¹, Cu = 1,160 mg.kg⁻¹, Pb = 2,010 mg.kg⁻¹, Sn = 784 mg.kg⁻¹, Zn = 1,630 mg.kg⁻¹) followed by MSW2 and MSW1. MR1 was highly contaminated by Cu (3,060 mg.kg⁻¹) and Zn (3,110 mg.kg⁻¹). According to the mass balance, heavy metals were heterogeneously distributed in the different soils fractions. However, for MSW1, MSW2, MSW3 and MR1, the majority of contaminants were concentrated in the greater than 0.250 mm (> 0.250 mm) fractions. Consequently, volume reduction of the > 0.250 mm soil fraction contributes potentially in reducing a part of inorganic contaminants in these soils.

Table 4-2 Partitioning of inorganic contaminants present in different particle size fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1

Soil	Soil fraction (mm)	Mass (%)	Inorganic contaminants									
			Ba (mg.kg ⁻¹)	(%)	Cu (mg.kg ⁻¹)	(%)	Pb (mg.kg ⁻¹)	(%)	Sn (mg.kg ⁻¹)	(%)	Zn (mg.kg ⁻¹)	(%)
MSW1	> 12	22.4	406	16.5	108	7.05	246	6.45	46.9	5.28	969	23.3
	4-12	19.4	375	13.2	513	29.2	491	11.2	177	17.4	677	14.1
	2-4	11.0	489	9.77	589	19.0	783	10.1	284	15.7	935	11.0
	1-2	7.00	529	6.74	458	9.40	1,210	9.96	332	11.7	953	7.16
	0.250-1	17.0	324	10.0	183	9.13	942	18.8	175	15.0	514	9.38
	< 0.250	23.2	1,040	43.7	385	26.2	1,600	43.5	299	34.9	1,410	35.0
	Total	100	550	100	341	100	852	100	199	100	932	100
MSW2	> 12	31.0	262	14.2	474	25.8	396	11.36	225	16.8	593	15.4
	4-12	15.1	430	11.3	279	7.40	616	8.60	191	6.95	917	11.6
	2-4	10.9	726	13.8	918	17.6	1,740	17.5	474	12.4	1,360	12.3
	1-2	7.10	643	7.97	727	9.10	1,640	10.77	596	10.2	1,290	7.65
	0.250-1	16.0	445	12.4	463	13.0	1,660	24.6	628	24.2	1,200	16.0
	< 0.250	19.8	1,160	40.3	778	27.1	1,480	27.1	620	29.5	2,240	37.1
	Total	100	572	100	569	100	1,080	100	416	100	1,200	100
MSW3	> 12	14.7	483	7.05	1,290	16.3	688	5.02	289	5.40	470	4.22
	4-12	21.0	699	14.6	1,620	29.3	1,700	17.8	977	26.2	1,340	17.3
	2-4	18.9	700	13.1	1,120	18.3	1,820	17.1	703	16.9	1,440	16.7
	1-2	8.37	1,090	9.06	1,120	8.12	3,030	12.6	1,170	12.5	1,810	9.30
	0.250-1	19.9	1,05	20.9	702	12.1	2,000	19.8	716	18.2	1,510	18.5
	< 0.250	17.2	2,060	35.2	1,070	15.9	3,240	27.7	950	20.8	3,230	34.0
	Total	100	1,000	100	1,160	100	2,010	100	784	100	1,630	100
MR1	> 12	20.3	n.a. ^a	n.a.	1,570	10.5	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	963	6.37
	4-12	13.8	n.a.	n.a.	2,550	11.5	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	3,410	15.1
	2-4	22.7	n.a.	n.a.	2,940	21.8	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	4,850	35.3
	1-2	10.5	n.a.	n.a.	4,190	14.4	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	5,390	18.2
	0.250-1	14.5	n.a.	n.a.	3,300	15.7	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	2,100	9.79
	< 0.250	18.0	n.a.	n.a.	4,430	26.0	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	2,640	15.2
	Total	100	n.a.	n.a.	3,060	100	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	3,110	100

^a n.a= Not applicable

In order to define most problematic fractions, practical comparison were performed with limits values for heavy metals fixed by the Land protection and rehabilitation regulation in the province of Quebec (Canada) (MDDELCC, 2017). The soil can not be used when the concentration of metals is higher than C (Cu = 500 mg.kg⁻¹, Pb = 1,000 mg.kg⁻¹, Sn = 300 mg.kg⁻¹, Zn = 1,500 mg.kg⁻¹) which is the limit of commercial or industrial use. An appropriate management is hence required. Since a safe disposal is dedicated to the < 0.250 mm soils fractions, these latter were not considered. Consequently, in the case of MSW1, Cu, Pb and Sn were slightly higher than criteria C in the 2-12 mm and 1-2 mm fractions. For MSW2, the 0.250-4 mm was the most problematic fraction containing great concentrations of Pb and Sn. A high concentration of Cu was also observed in the 1-4 mm soil fraction. In the case of MSW3, the entire > 0.250 mm soil fraction was problematic because of the high concentration of Cu. The concentrations of Pb and Sn were very high in the 0.250-12 mm soil fraction whereas the concentration of Zn was high in the 0.250-2 mm soil fraction. Cu and Zn were excessively high in MR1 in all fractions. Consequently, appropriate treatments must be considered to offer a potential second use to the sites for commercial or industrial applications (< criteria C) or residential uses (< criteria B).

4.5.2 Mineralogical characterization:

Tables 4-3 and 4-4, drawn up according to the mineralogical analysis of 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm soil fractions of soils contaminated by MSW ashes by metallurgical residues, highlighted the elemental composition of each examined heavy particle. The surface of contamination and metal bearing phases, the estimated mean density of particle as well as the CC are also presented.

Table 4-3 Mineralogical examination of a mix of contaminated particles derived from the heavy fraction of the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm of soils contaminated by MSW ashes (MSW2 and MSW3). N-P= Identifier of the particle examined; P= Phase; ()= % surface; d = density; CC = Concentration criterion, *= Unidentifiable density

N-P	Elements in P1	d-P1 g.cm ⁻³	Elements in P2	d-P2 g.cm ⁻³	Elements in P3	d-P3 g.cm ⁻³	Mean d g.cm ⁻³	CC
2-4 mm								
1	Pb , C, O (3.25)	6.58	Fe, C, O (96.8)	3.90			3.99	1.81
2	Pb , C, O (12.5)	6.58	Ba, B, S, O, C (87.5)	4.30-*			4.59-*	2.19-*
3	Pb , O (70.6)	9.00	Pb , O, Sb, Al (29.4)	4.00-9.00			7.53-9.00	3.98-4.88
4	Pb , C, O (2.72)	6.60	Ba, P, O, C (10.4)	4.30-*	Ba, S, O, C (86.9)	4.30-4.48	4.36-*	2.04-*
5	Pb, Zn , Ti, Si, Al, O, Ca, Cr (65.8)	2.90-3.60	Fe, O (34.2)	5.20-5.30			3.69-4.18	1.64-1.94
6	Pb , Fe, O (0.63)	5.20-9.00	Fe, Al, O, Na, Mg, Si, Ca (88.3)	2.90-3.60	Al, O (11.1)	4.00	3.04-3.24	1.24-1.36
7	Pb , O, Cl (22.2)	5.85-9.00	Sn , Fe, O, Al, Si (12.7)	2.90-3.60	Fe, O (65.1)	5.20-5.30	5.05-5.91	2.47-2.99
8	Sn , Fe, C, O (9.49)	3.90	Fe, C, O (90.5)	3.90			3.90	1.76
9	Sn , Fe, O (4.31)	5.20-6.90	Fe, O, Al (80.0)	4.00-5.30	AL, O (15.7)	4.00	4.05-4.54	1.86-2.16
10	Cu , C, O (100)	3.90					3.90	1.76
11	Cu , Cl, O (56.0)	3.42-6.50	Cu , O, Al (44.0)	4.00-6.50			3.68-6.50	1.63-3.35
12	Cu , C, O (5.58)	3.90	Fe, C, O (94.6)	3.90			3.90	1.76
13	Cu , Fe, O (17.4)	5.20-6.50	Fe, O (48.0)	5.20-5.30	Si, Ca, O, Mg, Na, Fe, Al (34.6)	2.90-3.60	4.40-4.92	2.08-2.39
1-2 mm								
14	Pb , O (100)	9.00					9.00	4.88
15	Pb , Sn, O (100)	6.90-9.00					6.90-9.00	3.60-4.88
16	Pb , O (100)	9.00					9.00	4.88
17	Pb , Fe, Si, O (100)	2.90-3.60					2.90-3.60	1.16-1.59
18	Pb , Fe, O (100)	5.20-9.00					5.20-9.00	2.56-4.88
19	Pb , Si, O (91.0)	2.90-3.60	Pb , Ca, Si, O (8.96)	2.90-3.60			2.90-3.60	1.16-1.59

N-P	Elements in P1	d-P1 g.cm ⁻³	Elements in P2	d-P2 g.cm ⁻³	Elements in P3	d-P3 g.cm ⁻³	Mean d g.cm ⁻³	CC
20	Pb , O (57.4)	9.00	Pb , Sn , O (42.6)	6.90-9.00			8.10-9.00	4.33-4.88
21	Pb , Fe, O (1.29)	5.20-9.00	Fe, O (98.7)	5.20			5.20-5.25	2.56-2.59
22	Pb , Al, Si, O (2.57)	2.90-3.60	Pb , Si, O (14.5)	2.90-3.60	Pb , Fe, Ca, O (82.9)	2.90-3.60	2.90-3.60	1.16-1.59
23	Pb , O (1.73)	9.00	Pb , Fe, P, O (65.5)	*	Pb , Zn , O (32.8)	5.50-9.00	*	*
24	Sn , Fe, O (6.74)	5.20-6.90	Fe, O (93.3)	5.20			5.20-5.31	2.56-2.63
25	Sn , Fe (5.78)	7.30-7.90	Fe, O (94.2)	5.20-5.30			5.32-5.45	2.63-2.71
26	Sn , Fe, O (0.95)	5.20-6.90	Fe, O (99.1)	5.20-5.30			5.20-5.32	2.56-2.63
27	Sn , Br, Fe, O (5.76)	5.20-6.90	Fe, O (94.2)	5.20-5.30			5.20-5.39	2.56-2.68
28	Sn , Fe, O (1.73)	5.20-6.90	Fe, O (98.3)	5.20-5.30			5.20-5.33	2.56-2.64
29	Sn , Fe, O (2.86)	5.20-6.90	Fe, O (97.1)	5.20-5.30			5.20-5.35	2.56-2.65
30	Sn , O (17.2)	6.90	Ca, O (82.8)	3.35			3.96	1.81
31	Sn , Fe, O (3.16)	5.20-6.90	Fe, O (96.8)	5.20-5.30			5.20-5.35	2.56-2.65
32	Sn , Fe, O (4.80)	5.20-6.90	Fe, O (95.2)	5.20-5.30			5.20-5.38	2.56-2.67
33	Sn , Fe, O (17.7)	5.20-6.90	Fe, O (82.3)	5.20-5.30			5.20-5.58	2.56-2.79
34	Sn , Cu , Ni, Fe, O (19.7)	5.20-6.90	Fe, O (80.3)	5.20-5.30			5.20-5.62	2.56-2.81
35	Cu , O (100)	6.10-6.50					6.10-6.50	3.11-3.35
36	Cu , O (61.8)	6.10	Fe, Cu , O (38.2)	5.20-6.50			5.76-6.25	2.90-3.20
37	Sn , Cu , O (100)	6.10-6.90					6.10-6.90	3.11-3.60
38	Sn , Cu , Fe (4.73)	7.30-8.94	Sn , Fe, O (9.46)	5.20-6.90	Fe, O (85.8)	5.20-5.30	5.30-5.62	2.62-2.82
39	Zn , Ca, Si, O (49.3)	2.90-3.60	Fe, Si, O (50.7)	2.90-3.60			2.90-3.60	1.16-1.59
40	Zn , Fe, O (82.7)	5.20- 5.50	Sn , Fe, O (9.67)	5.20-6.90	Al, Si, O (7.64)	2.90-3.60	5.27-5.49	2.61-2.74

N-P	Elements in P1	d-P1 g.cm ⁻³	Elements in P2	d-P2 g.cm ⁻³	Elements in P3	d-P3 g.cm ⁻³	Mean d g.cm ⁻³	CC
0.250-1 mm								
41	Pb , Al, C, O (100)	6.58-*					6.58-*	3.40-*
42	Pb , C, O (100)	6.58					6.58	3.40
43	Pb , C, O (100)	6.58					6.58	3.40
44	Pb , Sn , C, O (43.8)	6.58-*	Al, Si, C, O (56.2)	2.90-3.60			4.51-*	2.14-*
45	Pb , C, O (18.7)	6.58	Sn , C, O (81.3)	*			*	*
46	Pb , Sb, C, O (55.8)	6.60-*	O, C, Al, Na (44.2)	*			*	*
47	Pb , C, O (25.8)	6.58	Pb , Sn , C, O (47.2)	6.58	Sn , O (27.0)	6.90	6.67	3.46
48	Pb , C, O (12.1)	6.58	Fe, C, O (22.9)	3.90	Al, Ca, Si, O (65.0)	2.90-3.60	3.57-4.03	1.57-1.85
49	Sn , O (100)	6.90					6.90	3.60
50	Sn , Fe (11.3)	7.30	Sn , Fe, C, O (88.7)	3.90-*			4.28	2.00
51	Sn , Fe (6.42)	7.30	Fe, O (93.6)	5.20-5.30			5.33-5.43	2.64-2.70
52	Sn , O (40.9)	6.90	Fe, O (59.1)	5.20-5.30			5.90-5.95	2.99-3.02
53	Sn , Fe, C, O (9.82)	3.90	Fe, O (90.2)	5.20-5.30			5.07	2.48
54	Sn , Fe (0.27)	7.30	Fe, O (99.7)	5.20-5.30			5.21-5.31	2.56-2.63
55	Sn , Fe, C, O (12.0)	3.90	Fe, O (68.3)	5.20-5.30	Ca, C, O (19.7)	2.54	4.52-4.59	2.15-2.19

Table 4-4 Mineralogical examination of contaminated particles derived from the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm of soil contaminated by metallurgical residues). N-P= Identifier of the particle examined; P= Phase; ()= % surface; d = density; CC = Concentration criterion, *= Unidentifiable density

N-P	Elements in P1	d-P1 g.cm ⁻³	Elements in P2	d-P2 g.cm ⁻³	Elements in P3	d-P3 g.cm ⁻³	Elements in P4	d-P4 g.cm ⁻³	Mean d g.cm ⁻³	CC
2-4 mm										
1	Cu, S, O, C (1.27)	3.65-3.90	Zn, Al, Mg, K, Ca, Ti, Fe, Si, O (98.7)	2.90-3.60					2.91-3.60	1.16-1.59
2	Cu, S, O, C (2.10)	3.65-3.90	Zn, Mg, Al, K, Ca, Ti, Si, O (97.9)	2.90-3.60					2.89-3.61	1.15-1.59
3	Cu, S, O, C (0.52)	3.65-3.90	Fe, Mg, Al, K, Ca, Si, O, C (99.5)	2.90-3.60					2.91-3.60	1.16-1.59
4	Cu, C, O (0.42)	3.90	Zn, Fe, Ca, K, Al, Mg, Si, O (99.6)	2.90-3.60					2.90-3.60	1.15-1.58
5	Zn, Mg, AL, K, Ca, Ti, Fe, Zn, Si, O (99.8)	2.90-3.60	Cu, S, O, C (0.22)	3.65-3.90					2.90-3.60	1.15-1.58
6	Zn, Fe Ca, K, Mg, Si, O (99.7)	2.90-3.60	Cu, S O, C (0.29)	3.65-3.90					2.90-3.60	1.15-1.58
7	Zn, Mg, AL, K, Ca, Fe, Si, O (95.7)	2.90-3.60	Mg, AL, S, K, Ca, Ti, Si, O (4.30)	2.90-3.60					2.90-3.60	1.15-1.58
8	Zn, Ca, Fe, K, Al, Mg, Si, O (99.9)	2.90-3.60	Cu, S, O, C (0.13)	3.65-3.90					2.90-3.60	1.15-1.58
1-2 mm										
9	Cu, Fe, O (100)	5.20-6.50							5.20-6.50	2.55-3.33
10	Cu, O (64.5)	6.10-6.50	Cu, Zn, O (35.5)	5.50-6.50					5.89-6.50	2.96-3.33
11	Cu, Zn, O (68.0)	5.50-6.50	Zn, O (32.0)	5.50					5.5-6.18	2.73-3.14
12	Cu, S, O (3.81)	3.65	Fe, Ca, Si, O (96.2)	2.90-3.60					2.93-3.60	1.17-1.58
13	Cu, Sn, O (5.49)	6.10-6.90	Fe, O (94.5)	5.20-5.30					5.25-5.39	2.58-2.66
14	Cu, Sn, O (1.20)	6.10-6.90	Fe, Ca, Si, O (98.8)	2.90-3.60					2.94-3.64	1.18-1.60
15	Cu, Fe, S, O (0.40)	3.65	Fe, Si, O (99.6)	2.90-3.60					2.90-3.60	1.16-1.59
16	Cu, Sn, O (45.7)	6.10-6.90	Fe, Ca, Si, O (54.3)	2.90-3.60					4.36-5.11	2.04-2.49
17	Cu, Fe, S, O (42.0)	3.65	Fe, Si, O (58.0)	2.90-3.60					3.22-3.62	1.34-1.59
18	Zn, Fe, Al, O (51.1)	2.90-3.60	Fe, O (48.9)	5.20-5.30					4.02-4.43	1.83-2.08

N-P	Elements in P1	d-P1 g.cm ⁻³	Elements in P2	d-P2 g.cm ⁻³	Elements in P3	d-P3 g.cm ⁻³	Elements in P4	d-P4 g.cm ⁻³	Mean d g.cm ⁻³	CC
19	Cu, Zn, O (80.0)	5.50-6.50	Cu, O (20.0)	6.10-6.50					5.62-6.50	2.8-3.33
20	Cu, S, O (0.21)	3.65	Zn, Fe, Al, O (1.66)	2.90-3.60	Zn, Ca, Si, O (98.1)	2.90-3.60			2.90-3.60	1.15-1.58
21	Cu, S, O (0.07)	3.65	Zn, Fe, O (0.72)	5.20-5.50	Fe, Ca, Si, O (99.2)	2.90-3.60			2.92-3.61	1.16-1.58
0.250-1 mm										
22	Cu, Fe, C, O (100)	3.90							3.90	1.76
23	Cu, O, C (100)	3.90							3.90	1.76
24	Cu, C, O (76.0)	3.90	Cu, Si, C, O (24.0)	2.90-3.60					3.66-3.83	1.61-1.71
25	Cu, C, O (8.96)	3.90	Ca, C, O (91.0)	2.54					2.66	1.01
26	Cu, Fe, C, O (26.7)	3.90	Fe, C, O (73.3)	3.65					3.72-3.73	1.65-1.66
27	Cu, C, O (33.4)	3.65	(Al), Si, O (66.6)	2.90-3.60					3.15-3.62	1.3-1.59
28	Cu, Fe, C, O (49.3)	3.90	Fe, C, O (50.7)	3.65					3.77	1.68
29	Cu, C, O (75.2)	3.90	Fe, C, O (24.8)	3.65					3.84	1.72
30	Cu, Fe, C, O (77.9)	3.90	Fe, C, O (12.7)	3.90	Fe, Al, Ca, Na, Si, O (9.37)	2.90-3.60			3.8-3.87	1.7-1.74
31	Zn, Fe, Ca, Ti, K, AL, Mg, Si, O (100)	2.90-3.60							2.90-3.60	1.15-1.58
32	Zn, Fe, Ca, Ti, K, Al, Mg, Si, O (96.2)	2.90-3.60	Cu, Al, Fe, Ca, Si, C, O, S (3.78)	2.90-3.60					2.90-3.60	1.15-1.58
33	Zn, Cu, Fe, Si, C, O (76.1)	2.90-3.60	Zn, Fe, K, Al, O, C (15.5)	2.90-3.60	Fe, C, O (8.38)	3.90			2.98	1.2-1.59
34	Zn, Cu, Fe, Ca, Ti, K, S, AL, Mg, S, O (92.5)	*	Zn, Al, Fe, Ti, Ca, K, Mg, Si, C, O (5.41)	2.90-3.60	Cu, Fe, Ca, S, O, C (2.10)	*			*	*
35	Zn, Cu, Pb, Fe, AL, Mn, Si, C, O (2.50)	2.90-3.60	Cu, Pb, Fe, Mn, AL, Si, O, C (13.6)	2.90-3.60	K, Fe, Al, Si, O (38.7)	2.90-3.60	Fe, C, O (45.2)	3.90	3.35-3.74	1.43-1.66
36	Zn, Fe, Al, Ca, K, Mg, Si, C, O (21.9)	2.90-3.60	Fe, C, O (2.80)	3.96	Fe, Ca, Ti, K, Al, Mg, Si, O (67.5)	2.90-3.60	K, Al, Ti, Si, O (7.86)	2.90-3.60	2.93-3.61	1.17-1.58

At first, particles derived from MSW ashes showed both homogenous and heterogeneous mineralogical properties due to the presence of mono/multi mineralogical phases. Such typical complexity in the composition of contaminated particles is the result of initial heterogeneous composition of waste, thermal transformations of metals in a multi-components system during the incineration process (complete/partial melting, oxidation, surfaces intergrowth of melted piece with mineral components and so on) and geochemical transformations in soil (Kabata-Pendias, 2011, Kowalski *et al.*, 2017, Shen *et al.*, 2003). By studying surface proportions of metal holding phase and metal bearing phase, several scenarios are distinguished. In the 0.250-1 mm, 1-2 mm and 2-4 mm fractions of soils contaminated MSW ashes, Pb, Sn and Cu were mainly found as totally liberated phases. Most of Pb, Sn and Cu oxides present were identified and their mineralogical forms were as following, $Pb_aAl_bCdO_e$, Pb_aO_b , $Pb_aSn_bO_c$, Pb_aFeO_b , $Pb_aO_b-Pb_aSn_bO_c$, $Pb_aO_b-Pb_aFe_bPO_c-Pb_aZn_bO_c$, $Pb_aO_b-Pb_aAl_bSb_cO_d$, SnO , $Sn_aFe_b-Sn_aFe_bC_cO_d$, $Sn_aFe_b-Sn_aFe_bC_cO_d$, Cu_aO_b , $Cu_aO_b-Cu_aFe_bO_c$ and $Cu_aSn_bO_c$, $Cu_aAl_bO_c-Cu_a(Cl/O)_b$. The estimated mean densities of these particles ($d = 3.90-9.90 \text{ g.cm}^{-3}$) as well as the CC ($CC = 1.76-4.88$) were high, indicating a potentially positive response to gravimetric separation processes. Furthermore, Sn and Cu phases are found beared by iron oxide phases (e.g. $Sn_aFe_b-Fe_aO_b$, $Sn_aO_b-Fe_aO_b$, $Sn_aFe_bC_cO_d-Fe_aO_b$, $Cu_aSn_bFe_c-Sn_aFe_bO_c$, $Sn_aFe_bO_c-Fe_aO_b$, $Sn_aFe_bBr_cO_d-Fe_aO_b$, $Sn_aFe_bO_c-Fe_aAl_bO_c-Al_aO_b$ and $Cu_aC_bO_c-Fe_aC_bO_c$). Steel and iron oxidize generally in the combustion furnace. Magnetite (Fe_3O_4), hematite (Fe_2O_3) and wüstite (FeO) were previously identified as the Fe_aO_b mineralogical forms in bottom ashes (Chimenos *et al.*, 1999). The density of these minerals is around 5 g.cm^{-3} (Min.Database, 2018). Consequently, independently of the surface occupied by such pollutant bearing phase, contaminated particles are generally characterized by a high mean density ($d = 3.90-9.00 \text{ g.cm}^{-3}$). Likewise, the relative CC is generally higher than 1.76, which promotes their separation when using gravimetric devices. In other group of particles, Pb is entrapped within a silica matrix. This latter is beared or not by $-Pb_aFe_bCa_cO_d$ or by $-Fe_aO_b$ phases. In further cases, the silica matrix is bound to Pb-carbonate ($-Pb_aSn_bC_cO_d$, $-Pb_aC_bO_c-Fe_aC_bO_c$) or to Pb-oxide/chloride ($-Pb_aO_bPb_bCl_c-Fe_aO_b$, $-Pb_aFe_bO_c-Al_aO_b$) or to Cu-carbonate ($-Cu_aFe_bC_cO_d-Fe_aO_b$) phases. Prior works identified the silica matrix as silica amorphous glass. They also identified derivatives mineralogical phases of feldspars like anorthite ($CaAl_2Si_2O_8$, $d = 2.73 \text{ g.cm}^{-3}$). Authors identified the presence of quartz (SiO_2 , $d = 2.62 \text{ g.cm}^{-3}$), melilite groups like gehlenite ($Ca_2Al_2SiO_7$, $d = 2.98 \text{ g.cm}^{-3}$) and of calcium silicate mineral like larnite (Ca_2SiO_4 , $d = 3.28 \text{ g.cm}^{-3}$).

³) (Chandler *et al.*, 1997, Wei *et al.*, 2011). Consequently, the fate of such group of contaminated particles, undergoing a gravimetric separation, depends on two major aspects, specifically, the nature of the silica matrix and the surface proportion of each phase composing the contaminated particle. For instance, in the case of the particle 48, $Pb_aC_bO_c$ (Cerussite) is beared by a silica phase which occupies up to 65% of the total surface of the particle. Knowing that the density of this latter is comprised between 2.90 and 3.60 $g.cm^{-3}$, the mean density of this particle can be lowered to 3.57 $g.cm^{-3}$. This leads to a CC equivalent to 1.57, making, hence, the gravimetric separation difficult. Moreover, calcium carbonate was determined as a bearing phase of Sn-oxide ($Sn_aO_b-Ca_aO_b$). Calcite originated probably from marble used as building material (Chimenos *et al.*, 1999). The mineral is characterized by a low density ($d = 2.54 g.cm^{-3}$). If mostly contributing to the total surface of contaminated particles, the mean densities of theses ones decrease, which lowers the efficiency of separation when using gravimetric devices.

The microscopic examination of the 0.250-1 mm, 1-2 mm and 2-4 mm fractions of MR1 showed several mineralogical scenarios of Cu and Zn particles. The first group identified contained totally released Cu and Zn carbonates/oxides, namely $Cu_aFe_bC_cO_d$, $Cu_aZn_bO_c-Zn_aO_b$, $Cu_aO_b-Cu_aZn_bO_c$ and $Cu_aFe_bO_c$. Some contaminated particles showed Cu and Zn phases beared by heavy phase of Fe-carbonate/oxide ($Cu_aFe_bC_cO_d-Fe_aC_bO_c$, $Cu_aSn_bO_c-Fe_aO_b$, $Zn_aO_b-Fe_aO_b$). As mentioned above, gravimetric separation is generally favored by such groups ($CC > 1.76$, $d = 3.90-6.50 g.cm^{-3}$). The second group of particles showed Cu and Zn as entrapped inclusions within a silica matrix beared or not by Fe-carbonate or (Zn, Fe, K, Al)-carbonates phases. Depending on the corresponding surface of this latter, the mean density of contaminated particle can be increased, which favors then the gravimetric separation (e.g particle 35). Besides, Cu-carbonate/oxide/sulfate phases are beared by silica matrix phase ($Cu_aC_bO_c-Si$ -phase, $Cu_aC_bO_c-Si$ -phase containing Cu and Zn inclusions, Cu_aSbO_c-Si -phase, $Cu_aSn_bO_c-Si$ -phase, $Cu_aFe_bO_c-Si$ -phase). This group depicted a typical composition of slags. In fact, ferrous slags are known as mainly composed by silicates, aluminosilicates and calcium alumina silicates (Ramachandra Rao, 2006). Further papers specified olivine group silicates ($d = 3.34 g.cm^{-3}$), melilite group silicates ($d = 2.95 g.cm^{-3}$), Ca-silicates ($d = 3.28 g.cm^{-3}$), quartz ($d = 2.62 g.cm^{-3}$), cristobalit ($d = 2.30 g.cm^{-3}$) and glass as frequently present in steel and ferrous slags (Piatak *et al.*, 2015b). Accordingly, the fate of this third group of contaminated particles intimately depends on the Cu holding surface and on the nature of the silica matrix. Other Cu particle showed Cu carbonate beared by a calcite phase ($Cu_aC_bO_c-Ca_aC_bO_c$),

strongly reducing the mean density of the particle as well as the CC. The presence of this kind of group can lower the efficiency of gravimetric separation technique. It must be mentioned that Cu and Zn are frequently co-present in contaminated particles. Similar behaviour under gravimetric treatments of MR1, of both Cu and Zn particles is therefore expected.

4.5.3 Performances of the DMS (optimal scenario) to remove inorganic contaminants

Previous papers discussed the usefulness of densimetric characterization (DMS) in predicting the performance of wet shaking table and optimizing the parameters of the gravimetric device to separate metals from the 1-2 mm and 0.250-1 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1. As can be observed in the [Supplementary Table 4-2](#), metals such as Cu, Pb and Sn were well removed from the 0.250-2 mm fraction of soils contaminated by MSW ashes when undergoing to a TBE-separation process (from 47.5 to 94.7% of metals removed). DMS was also efficient to remove Cu and Zn from the 1-2 mm and 0.250-1 mm fraction of MR1, with removal yields higher than 87.9%.

The proportion of heavy metals in the 2-4 mm fractions of soils was also determined. The corresponded results are presented in [Table 4-5](#). According to the results obtained, 6.67%, 14.5% and 28.1% (w.w⁻¹) of metallic concentrate were removed from the 2-4 mm fraction of MSW1, MSW2 and MSW3, respectively. The examination of treated fractions showed that the concentrations of Cu, Pb and Sn highly decreased. The final concentration of Cu varied from 128 ± 24 to 262 ± 26 mg.kg⁻¹. The final concentration of Pb varied from 239 ± 55 to 662 ± 51 mg.kg⁻¹ and, that of Sn varied from 38.4 ± 10.6 to 216 ± 17 mg.kg⁻¹. Metal removal yields were moderate to high, ranging from 51.9 to 83.2%, depending on the contaminant. However, removal yields obtained for Zn were very low (22.0-29.1%). The residual Zn concentration in the 2-4 mm treated fraction varied from 374 ± 58 to 864 ± 23 mg.kg⁻¹. Likewise, Ba was slightly to moderately removed from the 2-4 mm fraction of soils (10.4-35.8%). The concentration of Ba remained relatively high, ranging from 327 ± 12 to 729 ± 34 mg.kg⁻¹. Regarding Zn, as shown up in [Table 4-3](#), the microscopic examination showed that Zn/Zn oxide were embedded in/beared by a silica matrix. Zn oxide phase was also found beared by a calcite phase. The presence of such light phases can reduce the mean density of Zn-particles and contribute in limiting the performance of the gravimetric separation process. The heavy fraction constituted half of the 2-4 mm fraction of MR1

(52.2% w.w⁻¹). The TBE-separation allowed the removal of more than 90% of Cu and Zn. The final concentrations decreased to 678 ± 97 mg Cu.kg⁻¹ and 335 ± 79 mg Zn.kg⁻¹.

Table 4-5 Densimetric characterization of the 2-4 mm fraction of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1

Soil	Parameter	Mass (%)	Elements				
			Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	Pre-conditionned	100	360 ± 18	599 ± 96	487 ± 66	176 ± 11	486 ± 32.7
	Treated	93.3	327 ± 13	128 ± 24	239 ± 55	38.4 ± 10.0	374 ± 57.7
	Massic removal^a %	6.67	15.2	80.0	54.1	79.7	28.2
MSW2	Pre-conditionned	100	601 ± 105	759 ± 196	1,170 ± 240	384 ± 98	926 ± 106
	Treated	85.5	450 ± 17	262 ± 26	629 ± 113	216 ± 17	767 ± 178
	Massic removal %	14.5	35.8	70.4	54.0	51.9	29.1
MSW 3	Pre-conditionned	100	619 ± 125	810 ± 267	1,950 ± 656	539 ± 126	797 ± 131
	Treated	71.9	729 ± 34	232 ± 33	662 ± 51	126 ± 15	864 ± 60
	Massic removal %	28.1	15.3	79.4	75.5	83.2	22.0
MR1	Pre-conditionned	100		3,540 ± 370			5,480 ± 660
	Treated	47.8		678 ± 97			335 ± 79
	Massic removal %	52.2		90.9			97.1

^aMassic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance (Equations 4-3 and 4-5)

By gathering both of mineralogical and physical characterization results, satisfactory Cu, Pb and Sn removal yields are expected if using gravimetric devices to treat the 0.250-1 mm, 1-2 mm and 2-4 mm fractions of soils contaminated by MSW ashes. Low to moderate efficiencies in separating Ba and Zn are expected. Regarding MR1, satisfactory Cu and Zn removal yields are also expected when using gravimetric separation to treat the 0.250-1 mm, 1-2 mm and 2-4 mm soil fractions.

4.5.4 Mineral processing technology efficiency

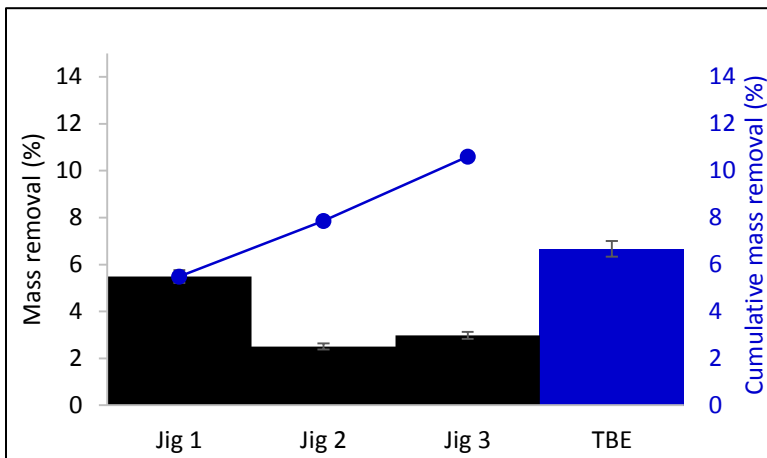
4.5.4.1 Jig optimization for treating pre-conditioned 2-4 mm fraction of soils

Prior to jig optimization step, attrition scrubbing, known to promote the efficiency of gravimetric processes (Dermont *et al.*, 2008) was performed on the 2-4 mm soils fractions (results not shown). The attrition scrubbing allowed the removal of 37.0% to 42.8% (w.w⁻¹) of contaminated sludge from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2 and MSW3. The high volume of contaminated

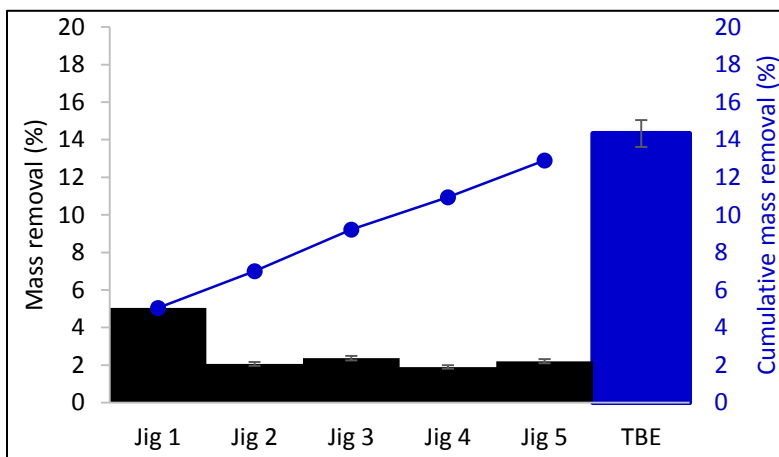
sludge can be explained by a positive existing correlation between the volume of contaminated sludge and the particles size. In fact, the disintegration of agglomerated particles is generally important during the attrition of coarse soil fraction (Jobin *et al.*, 2015). The level of heavy metals next to attrition scrubbing (“pre-conditionned”) can be observed in [Table 4-6](#). The concentrations of most of Ba, Pb, Sn and Zn in MSW1; Ba, Cu, Pb, Sn and Zn in MSW2; and Ba, Cu, Sn and Zn in MSW3 were significantly reduced (error threshold of 5%). However, despite the important mass generated from the 2-4 mm fraction of MR1 (26.7 w.w⁻¹), no effect was observed in decreasing the concentration of Cu. Indeed, as can be shown in [Supplementary figure 4-1](#), some of Cu-phases were found embedded in the total volume of the 2-4 mm particle. Moreover, the microscopic analysis revealed inclusions of Zn in the silica-matrix. Both of Cu and Zn were then slightly exposed to the abrasive forces of attrition-scrubbing reactor.

[Figure 4-2](#) depicts the mass of concentrate removed from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 during each jigging batch as well as the cumulative mass removed of the concentrate after *n* jigging batches. “*n*” corresponds to the number of passages required to remove a mass of concentrate close to that obtained by DMS (RE ~ 1).

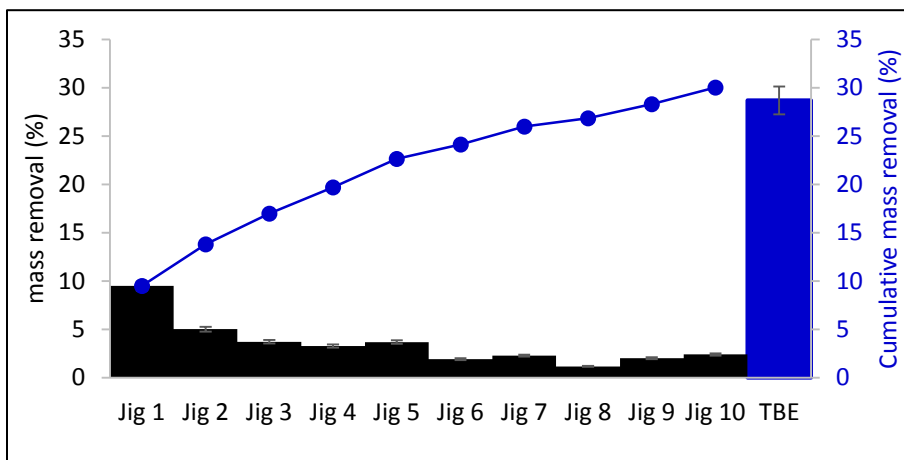
MSW1, RE=1.57



MSW2, RE=0.90



MSW3, RE= 1.07



MR1, RE= 0.83

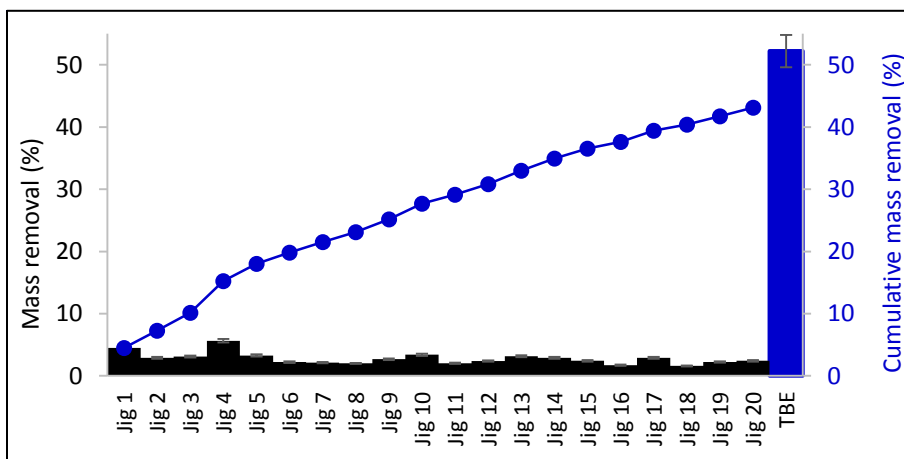


Figure 4-2 The mass of concentrate removed from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 during each jigging batch and after “n” jigging batches

Each passage through the gravimetric device allowed the removal of a little quantity of metals corresponding to a mean value of $2.72 \pm 1.30\% (w.w^{-1}) * passage^{-1} * soil^{-1}$. For each soil, the density of concentrate was generally maintained high until the “n” passages, indicating consequently a high purity of the heavy separated product (mean density $> 2.90 g.cm^{-3}$). Considering $RE \sim 1$ as the end of the jigging treatment, positive linear tendency between the initial mass content of heavy metals, and the number of passages required can be concluded. Indeed, 3,

5,10 and 20 passages through the gravimetric device were required to treat the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1, respectively. Chemical analysis performed only on the treated fraction of the last passage through the jig is presented in Table 4-6.

Table 4-6 Physical and chemical results of jiggling treatment of 2-4 mm fractions derived from MSW1, MSW2, MSW3 and MR1

Soil	Parameter	Mass (%)	Ba (mg.kg ⁻¹)	Cu (mg.kg ⁻¹)	Pb (mg.kg ⁻¹)	Sn (mg.kg ⁻¹)	Zn (mg.kg ⁻¹)
MSW1	Pre-conditionned	100	360	599	487	176	486
	Treated	89.4	392	196	385	107	620
	Massic removal ^a	10.6	2.60	70.8	29.3	45.9	0.00
	R_E ^b	1.59					
	R_M ^c		0.251	0.885	0.542	0.576	-
MSW2	Pre-conditionned	100	601	759	1,170	383	926
	Treated	87.1	549	406	815	327	993
	Massic removal %	12.9	20.5	53.4	39.4	25.6	6.55
	R_E	0.89					
	R_M		0.572	0.758	0.730	0.494	0.225
MSW3	Pre-conditionned	100	619	810	1950	539	797
	Treated	70.0	695	575	897	432	1,120
	Massic removal %	30.0	21.4	50.3	67.7	44.0	1.83
	R_E	1.07					
	R_M		1.40	0.634	0.897	0.529	0.08
MR1	Pre-conditionned	100		3,540			5,480
	Treated	56.9		2,160			2,880
	Massic removal %	43.1		65.3			70.1
	R_E	0.826					
	R_M			0.719			0.722

^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance (Equations 4-3 and 4-5), ^b R_E = Removal efficiency (Equation 4-2), ^c R_M = Metal removal efficiency (Equation 4-4)

Satisfactory removal yields of Cu from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 were obtained, ranging from 50.3 to 70.8%. The R_M(Cu) ratios were higher than 0.634, reflecting removal yields closed to those obtained when using the TBE separation. The Pb removal yields from the 2-4 mm fractions of MSW1, MSW2 and MSW3, corresponded to 29.3%, 39.4%, and 67.7%, respectively, whereas Sn removals were equal to 45.9%, 25.6% and 44.0%. As same as Cu, the jig efficiency in removing Pb and Sn was satisfactory comparing with TBE separation test (R_M(Pb, Sn) varied from 0.494 to 0.897). Zn was efficiently separated from the 2-4 mm fraction of MR1 using jig compared to TBE separation with removal yields closed (R_M (Zn) = 0.722).

According to our observations, Zn followed the behavior of Cu under the jig treatment, confirming the predicted behavior of both densimetric and microscopic characterizations. The current results are consistent with those described by previous papers. Indeed, the jig extracted effectively Pb, Cu and Sn from the 2-4 mm (removals > 40%) and the 0.850-2 mm fractions (removals between 43% and 89%) of soils presenting different levels of contamination with MSW ashes (Jobin *et al.*, 2015); (Mercier *et al.*, 2002). The gravimetric device showed limited capacity in removing Zn and Ba from 2-4 mm fractions of MSW ashes contaminated soils, which are in accordance with the prediction made during the exhaustive mineralogical and densimetric characterization. When comparing with metal removal yields obtained by DMS, the little/moderate loss of efficiency in treating Cu, Pb and Sn using jig may be caused by the co-presence of carbonate –phases, e.g. particle 8 in [Table 4-3](#), characterized by a CC equal to 1.76. In such case, the separation is hence possible but difficult (USEPA, 1995). In addition, the presence of contaminants beared by a great volume of a silica-matrix, e.g. particle 6 in [Table 4-3](#), characterized by a CC varying from 1.24 to 1.36, render the gravimetric separation impossible (USEPA, 1995).

In the case of RM1, according to the mineralogical analysis of the 2-4 mm particle ([Table 4-4](#)), despite the fact that, difficult separation of Cu and Zn was predicted (maximum mean density equal to 3.6 and a CC equal to 1.59), high Cu and Zn removals were obtained (> 65%). These removals were closed to those predicted by DMS ($R_M(\text{Cu}, \text{Zn}) > 0.71$).

Generally, for all soils, the densimetric characterization is effective in predicting the jig performances. However, the complexity of mechanisms involved during the jig operation (differential acceleration, hindered settling and interstitial trickling) (Wills, 2011) and the minerology of some contaminants induced a little/moderate loss of jig performance compared to the prediction of both mineralogical characterization and DMS.

4.5.4.2 The whole process efficiency

Tables 4-7, 4-8, 4-9 and 4-10 present the efficiency of the whole physical process proposed to treat MSW1, MSW2, MSW3 and MR1.

Table 4-7 Physical process efficiency in treating MSW1

Sample	Treatment	Parameters	Mass (%)	Inorganic elements (mg.Kg ⁻¹)				
				Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
Bulk soil			100	550	341	852	199	932
> 12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	22.4	406	108	273	46.9	969
		Treated	18.6	222	42.3	119	11.9	118
		Massic removal^a %	17.0	54.6	67.4	64.0	79.0	89.9
4-12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	19.4	375	513	569	177	677
		Treated	15.1	273	479	491	46	424
		Massic removal %	22.5	43.5	27.6	33.0	79.8	51.5
2-4 mm	Attrition scrubbing and Jig	Initial	11.0	489	589	783	284	935
		Treated	5.62	360	599	487	176	486
		Massic removal %	48.9	62.4	48.0	68.2	68.3	73.4
1-2 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	7.00	529	458	1,210	332	953
		Treated	4.68	451	240	559	129	687
		Massic removal %	33.1	43.1	65.0	69.1	74.0	51.9
0.250-1 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	17.0	324	183	942	175	514
		Treated	12.4	229	168	466	111	480
		Massic removal %	26.8	48.3	32.8	63.8	53.6	31.7
< 0.250 mm	Safe disposal	Initial	23.2	1,030	385	1,600	299	1,410
		Treated	-	-	-	-	-	-
		Massic removal %	100	100	100	100	100	100
Treated soil			56.4	270	259	368	69	364
Massic removal from the > 0.250 mm soil fraction (%)			26.6	50.8	42.1	58.7	69.9	66.1
Massic removal from total soil (%)			43.6	72.3	57.3	76.2	80.4	78.0

^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance

Table 4-8 Physical process efficiency in treating MSW2

Sample	Treatment	Parameters	Mass (%)	Inorganic elements (mg.Kg ⁻¹)				
				Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
Bulk soil			100	572	569	1,080	416	1,200
> 12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	31.0	262	474	396	225	593
		Treated	20.5	106	67.7	86.3	11.1	125
		Massic removal^a %	33.7	73.0	90.5	85.6	96.7	86.0
4-12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	15.1	430	279	616	191	917
		Treated	10.5	267	383	450	38	332
		Massic removal %	30.2	56.6	4.1	48.9	86.2	74.7
2-4 mm	Attrition scrubbing and Jig	Initial	10.9	726	918	1,740	474	1,360
		Treated	5.98	549	406	815	327	993
		Massic removal %		58.5	75.7	74.3	62.1	59.8
1-2 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	7.10	643	727	1,640	596	1,290
		Treated	4.62	536	378	795	315	996
		Massic removal %	34.9	45.7	66.2	68.4	65.5	49.7
0.250-1 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	16.0	445	463	1,660	628	1,200
		Treated	12.1	385	304	719	475	783
		Massic removal %	24.7	34.9	50.6	67.4	43.1	50.8
< 0.250 mm	Safe disposal	Initial	19.8	1164	778	1,480	620	2,240
		Treated	-	-	-	-	-	-
		Massic removal %	100	100	100	100	100	100
Treated soil			53.7	287	247	442	182	485
Massic removal from the > 0.250 mm %			32.9	55.0	68.0	69.9	66.7	65.4
Massic removal from the total soil (%)			46.3	73.1	76.7	78.1	76.5	78.2

^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance

Table 4-9 Physical process efficiency in treating MSW3

Sample	Treatment	Parameters	Mass (%)	Inorganic elements (mg.Kg ⁻¹)				
				Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
Bulk soil			100	1,000	1,160	2,010	784	1,630
> 12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	14.7	483	1,290	688	289	470
		Treated	11.4	205	27	133	15	175
		Massic removal^a %	22.1	66.9	98.4	84.9	95.9	82.8
4-12 mm	Water washing and Magnetism	Initial	21.0	699	1,620	1,700	977	1,340
		Treated	12.5	484	1,390	503	99	664
		Massic removal %	40.3	58.6	48.6	82.3	93.9	70.5
2 -4 mm	Attrition scrubbing and Jig	Initial	19	700	1,120	1,820	703	1,440
		Treated	8	695	575	897	432	1,120
		Massic removal %	58.8	59.1	78.9	79.7	74.8	68.1
1-2 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	8	1087	1,120	3,030	1,170	1,810
		Treated	4	480	364	961	340	849
		Massic removal %	54.8	80.0	85.4	85.7	86.9	78.8
0.250-1 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	20	1050	702	2,000	716	1,510
		Treated	12	620	318	889	362	934
		Massic removal %	41.1	65.2	73.3	73.8	70.2	63.6
< 0.250 mm	Safe disposal	Initial	17	2059	1,070	3,240	950	3,230
		Treated	-	-	-	-	-	-
		Massic removal %	17	100	100	100	100	100
Treated soil			47	485	579	611	218	702
Massic removal from the > 0.250 mm (%)			42.9	64.7	71.9	80.1	83.4	69.2
Massic removal from the total soil (%)			52.7	77.2	76.4	85.6	86.9	79.6

^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance

Table 4-10 Physical process efficiency in treating MR1

Sample	Treatment	Parameter	Mass (%)s	Inorganic elements (mg.Kg ⁻¹)	
				Cu	Zn
Bulk soil			100	3,060	3,110
> 12	Water washing and Magnetism	Initial	20.6	1,570	963
		Treated	16.9	872	1,040
		Massic removal a %	17.7	54.2	10.9
4-2 mm	Water washing and Magnetism	Initial	13.8	2,550	3,410
		Treated	11.3	1,780	3,770
		Massic removal %	18.4	43.0	9.57
2-4 mm	Attrition scrubbing and Jig	Initial	22.6	2,940	4,850
		Treated	9.45	2,160	2,880
		Massic removal %	58.3	69.3	75.2
1-2 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	10.5	4,190	5,390
		Treated	5.55	1,590	1,970
		Massic removal %	47.2	80.0	80.8
0.250-1 mm	Attrition scrubbing and Wet shaking table	Initial	14.5	3,300	2,100
		Treated	10.0	1,400	1,370
		Massic removal %	31.2	70.9	55.0
< 0.250 mm	Safe disposal	Initial	18.0	4,430	2,640
		Treated	0.00	0.00	0.00
		Massic removal %	100	100	100
Treated soil			53.2	1,470	2,110
Massic removal from the >0.250 mm (%)			35.2	65.5	57.6
Massic removal from the total soil (%)			46.8	74.5	64.0

^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance

For MSW1 (Table 4-7), water washing coupled with magnetic treatment enhanced the decrease of Zn concentration in the coarse fraction (> 4 mm soil fraction) with moderate to high removal yields (51-90%). The concentration of Cu is slightly reduced in the 4-12 mm of the soil (removal = 28%) whereas the concentration of Sn, known as intimately bound to Fe oxides highly decreased (removal = 80%). The attrition scrubbing followed by jiggling process, performed on the 2-4 mm soil fraction, lowered the concentrations of Pb and Sn, with removal yields higher than 68%. Furthermore, they enabled the removal of a part of Cu (removal = 48%). However, the concentration of the metal remained relatively high in the treated fraction. The attrition scrubbing of 0.250-1 mm and 1-2 mm fractions of MSW1 coupled with the action of wet shaking table enabled the achievement of high Pb and Sn removals (> 54%). A moderately to high removal of Cu (33-65%) was also observed from the 0.250-1 mm and 1-2 mm fractions of MSW1.

Table 4-8 shows that, as for MSW1, both of water washing and permanent magnet separation allowed a significant decrease in the concentration of Zn, Pb and Sn from the > 4 mm soil fraction of MSW2 (Pb removal > 49%, Zn and Sn removals > 75%). These treatments were also efficient in separating Cu from the > 12 mm soil fraction. However, no effect was observed in extracting this metal from the 4-12 mm soil fraction. The attrition scrubbing of the 2-4 mm fraction of MSW2 followed by jiggling steps led to an interesting decrease in the concentrations of Cu, Pb and Sn (removals > 62%) whereas, up to 68% of Cu, Pb and Sn were removed from the 0.250-2 mm fraction when using attrition scrubbing and wet shaking table, lowering consequently their concentration in this soil fraction.

According to Table 4-9, both of water washing and magnetic treatment lowered the concentration of Zn in the > 4 mm fraction of MSW3, as observed for MSW1 and MSW2 (removal > 70.5%). Pb and Sn were efficiently removed from > 4 mm fraction with a removal yield higher than 82.3%. The concentration of Cu highly decreased from the > 12 mm soil fraction (98.4%). However, the Cu concentration remained quite high in the 4-12 mm soil fraction. Similarly to MSW1 and MSW2, the attrition scrubbing coupled to the jig or to wet shaking table led to high removals of Cu, Pb and Sn from the 2-4 mm, the 1-2 mm and the 0.250-1 mm fraction of MSW3 (removals > 70.2%). Consequently, the concentrations of these metals highly decreased from the 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1 mm soil fractions. Anterior work mentioned the difficulty of separating Cu from coarse fractions of soils contaminated with MSW ashes when using low magnetic field because of probable existence of diamagnetic elemental Cu (Mercier *et al.*, 2002).

For MR1 (Table 4-10), water washing and magnetic separation were not efficient in separating Zn from the > 4 mm fraction. A substantial removal of Cu (>43%) was however achieved. Nevertheless, the concentration of Cu remained quite high. Indeed, Cu and Zn may be embedded in a diamagnetic silicate matrix which prevented their separation from uncontaminated particles. The attrition scrubbing and the jiggling processes performed to treat the 2-4 mm soil fraction allowed to remove up to 75% of metallic contaminants. The concentrations of Cu and Zn were therefore highly reduced in the 2-4 mm soil fraction. For the 0.250-1 and 1-2 mm soil fractions, the attrition scrubbing and wet shaking table also allowed to achieve satisfactory Cu and Zn removals yields, ranging from 55 to 80%.

Globally, regarding the effect of physical treatment on the mass balance of the > 0.250 mm soils fraction, the level of heavy metals in soils contaminated by MSW ashes was considerably diminished. The removal yields of Ba, Cu, Pb, Sn and Zn varied from 50.8 to 64.7%, from 42.1 to 71.9%, from 56.9 to 80.1%, from 66.7 to 83.4% and from 65.4 to 69.2%, respectively, depending on the level of inorganic pollution in soils. The treated mass recovered from the > 0.250 mm fraction of soils ranged from 57.1 to 73.4%. It indicated the good efficiency of physical processes in concentrating metals in a small/acceptable volume of soil. For MR1 considering the > 0.250 mm fraction, the removed masses of Cu and Zn varied from 57.6 to 65.5%. A satisfactory treated mass was recovered from the > 0.250 mm soil fraction and corresponded to 64.8%. The current work confirmed the efficiency and the large applicability of physical processes to treat several types of heterogeneous contaminated soils, when metals are potentially separable (prediction from densimetric and mineralogical characterization). For instance, Laporte-Saumure *et al.* (2010) reported Pb, Cu and Zn removal yields higher than 66% when treating army shooting range backstop soil by jig and wet shaking table. As well, Jobin *et al.* (2016b) obtained up to 64% of Pb, Cu and Sn removals when treating MSW ashes contaminated soils by attrition scrubbing and gravimetric separation processes. On the other hand, Bisone *et al.* (2013) reported up to 80% of Cu and Zn removals when treating soils contaminated by metallurgical residues.

4.5.5 Conclusion

Mineralogical and densimetric characterization revealed the usefulness and limits of using gravimetric processes to reduce the level of inorganic contaminants in soils polluted by MSW ashes or metallurgical residues. The mineralogical investigation of 2-4 mm, 1-2 mm and 0.250-1

mm fractions of soils allowed for estimating mean densities of particles and their corresponding concentration criterion to predict their fate under gravimetric forces. Contaminated particles derived from MSW ashes and metallurgical ashes were therefore classified into three major groups. The first and the second ones were constituted from totally released contaminants and contaminants beared by a heavy phase. Such contaminated particles were characterized by a mean density higher than 3.90 g.cm^{-3} and a CC higher than 1.76, allowing their efficient separation from uncontaminated particles by jig and wet shaking table. However, the third group was characterized by contaminants entrapped and dispersed within a silica matrix or beared by a silica matrix, calcium carbonate or calcite phases. A loss of efficiency of gravimetric devices was hence expected, depending on the nature and the volume occupied by the light phase in such contaminated particles and their distribution inside the soil sample. Besides predicting the efficiency of gravimetric processes, TBE-separation allowed for optimizing the jiggling process while minimizing the number of assays (~ 5). Indeed, practical comparisons of mass removed by the jig and by the DMS allowed for defining the number of passages required through the device. Approximately 3, 5, 10 and 20 passages were required to treat effectively the 2-4 mm fraction of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1, respectively. After exhaustive characterization of soils fractions, the global physical remediation process was established. Water washing coupled to permanent magnet ($> 4 \text{ mm}$), attrition scrubbing coupled to jiggling (2-4 mm) and wet shaking tables (0.250-2 mm) processes induced the decrease of more than 50% of inorganic contaminants, initially present in the $> 0.250 \text{ mm}$ fraction of studied soils. This indicated the usefulness and the large applicability of physical remediation processes to remove separable metals from soil with different type and levels of inorganic pollution. However, further investigations are recommended about treating coarse fractions of soils and optimizing the attrition scrubbing step.

4.5.6 Acknowledgments

The authors acknowledge Foncer Mine de Savoie, the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (Project ID number: RDCPJ 418167-11) and Tecosol Inc. for their financial support

4.6 References

- Bisone, S., Mercier, G., Blais, J., 2013. Decontamination of metals and polycyclic aromatic hydrocarbons from slag-polluted soil. *J. Environ. Technol.* 34, 2633-2648.
- Chandler, A., Eighmy, T., Hjelm, O., Kosson, D., Sawell, S., Vehlow, J., Van der Sloot, H., Hartlén, J., 1997. *Municipal solid waste incinerator residues*, first ed. Elsevier, Netherlands.
- Chimeno, J., Segarra, M., Fernández, M., Espiell, F., 1999. Characterization of the bottom ash in municipal solid waste incinerator. *J. Hazard. Mater.* 64, 211-222.
- Dermont, G., Bergeron, M., Mercier, G., Richer-Lafleche, M., 2008. Soil washing for metal removal: A review of physical/chemical technologies and field applications. *J. Hazard. Mater.* 152, 1-31.
- Dong, J., Chi, Y., Tang, Y., Ni, M., Nzihou, A., Weiss-Hortala, E., Huang, Q., 2015. Partitioning of Heavy Metals in Municipal Solid Waste Pyrolysis, Gasification, and Incineration. *Energy & Fuels* 29, 7516-7525.
- Forteza, R., Far, M., Seguí, C., Cerdá, V., 2004. Characterization of bottom ash in municipal solid waste incinerators for its use in road base. *J. Waste Manag.* 24, 899-909.
- FRTR, 2016. Ex Situ Physical/Chemical Treatment for Soil, Sediment, Bedrock and Sludge. https://frtr.gov/matrix2/section3/3_5.html/ (accessed 05 May 2018).
- GC, 2018. Lachine canal national historic site. The cradle of industrialization. <https://www.pc.gc.ca/en/lhn-nhs/qc/canallachine/decouvrir/discover/construction/industrialisation/> (accessed 07 May 2018).
- Horowitz, A., 1991. *A primer on sediment-trace element chemistry*, Second ed. US Geological Survey, USA.
- Iskandar, I., 2000. *Environmental restoration of metals-contaminated soils*, First ed. Lewis Publishers, Boca Raton, London, New York, Washington.
- ITRC, 2011. ITRC technical and regulatory guidance document: Development of performance specifications for solidification/stabilization (S/S-1, July 2011)., USA (2011), p. 41.
- Jobin, P., Coudert, L., Taillard, V., Blais, J., Mercier, G., 2016a. Remediation of inorganic contaminants and polycyclic aromatic hydrocarbons from soils polluted by municipal solid waste incineration residues. *J. Environ. Technol.* 37, 1983-1995.
- Jobin, P., Mercier, G., Blais, J., 2016b. Magnetic and density characteristics of a heavily polluted soil with municipal solid waste incinerator residues: Significance for remediation strategies. *International. J. of Miner. Process.* 149, 119-126.
- Jobin, P., Mercier, G., Blais, J., Taillard, V., 2015. Understanding the Effect of Attrition Scrubbing on the Efficiency of Gravity Separation of Six Inorganic Contaminants. *Water, Air, & Soil Pollut.* 226, 162.
- Kabata-Pendias, A., 2011. *Trace elements in soils and plants*, Fourth ed. CRC Press, Boca Raton, FL, USA.

- Khalid, S., Shahid, M., Niazi, N., Murtaza, B., Bibi, I., Dumat, C., 2017. A comparison of technologies for remediation of heavy metal contaminated soils. *J. Geochem. Explor.* 182, 247-268.
- Kowalski, P., Kasina, M., Michalik, M., 2017. Metallic Elements Occurrences in The Municipal Waste Incineration Bottom Ash. *Energy Procedia* 125, 56-62.
- Laporte-Saumure, M., Martel, R., Mercier, G., 2010. Evaluation of Physicochemical Methods for Treatment of Cu, Pb, Sb, and Zn in Canadian Small Arm Firing Ranges Backstop Soils. *Water, Air, & Soil Pollut.* 213, 171-189.
- MDDELCC, 2017. Protection des sols et réhabilitation des terrains contaminés - Loi et règlements. Ministère du développement durable, de l'environnement et de la lutte contre les changements climatiques. <http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/sol/terrains/loi-reg.htm/> (accessed 04 December 2017).
- Mercier, G., Duchesne, J., Blackburn, D., 2001. Prediction of metal removal efficiency from contaminated soils by physical methods. *J. Environ. Eng.* 127, 348-358.
- Mercier, G., Duchesne, J., Blackburn, D., 2002. Removal of Metals from Contaminated Soils by Mineral Processing Techniques Followed by Chemical Leaching. *J. Water Air Soil Pollut.* 135, 105-130.
- Min.Database, 2018. Mineralogy Database. <http://webmineral.com/> (accessed 05 May 2018)
- Mouedhen, I., Coudert, L., Blais, J., Mercier, G., 2018. Study of factors involved in the gravimetric separation process to treat soil contaminated by municipal solid waste. *J. Environ. Manag.* 209, 23-36.
- Piatak, N., Parsons, M., Seal, R., 2015a. Characteristics and environmental aspects of slag: A review. *J. Appl. Geochem.* 57, 236-266.
- Piatak, N., Seal, R., 2012a. Mineralogy and environmental geochemistry of historical iron slag, Hopewell Furnace National Historic Site, Pennsylvania, USA. *J. Appl. Geochem.* 27, 623-643.
- Piatak, N.M., Parsons, M.B., Seal, R.R., 2015b. Characteristics and environmental aspects of slag: A review. *J. Appl. Geochem.* 57, 236-266.
- Piatak, N.M., Seal, R.R., 2012b. Mineralogy and environmental geochemistry of historical iron slag, Hopewell Furnace National Historic Site, Pennsylvania, USA. *J. Appl. Geochem.* 27, 623-643.
- Ramachandra Rao, S., 2006. Chapter 8 - Metallurgical Slags, Dust and Fumes, in: Ramachandra Rao, S. (Ed.), *Waste Management Series*. Elsevier, pp. 269-327.
- Shen, H., Forssberg, E., 2003. An overview of recovery of metals from slags. *J. Waste Manag.* 23, 933-949.
- USEPA, 1995. Contaminants and Remedial Options at Selected Metal-Contaminated Sites. EPA/540/R-95/512. , Washington, DC, USA (1995), p. 268.
- Veetil, D., Mercier, G., Blais, J., Chartier, M., Tran, L., Taillard, V., 2014. Remediation of contaminated dredged sediments using physical separation techniques. *J. Soil Sediment Contam.* 23, 932-953.

Wei, Y., Shimaoka, T., Saffarzadeh, A., Takahashi, F., 2011. Mineralogical characterization of municipal solid waste incineration bottom ash with an emphasis on heavy metal-bearing phases. *J. Hazard. Mater.* 187, 534-543.

Wills, B., 2011. *Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery*, seventh ed. Butterworth, Amsterdam, Boston, Heidelberg, London, New York, Oxford, Paris, San Diego, San Francisco, Singapore, Sydney, Tokyo.

Appendix A Supplementary data

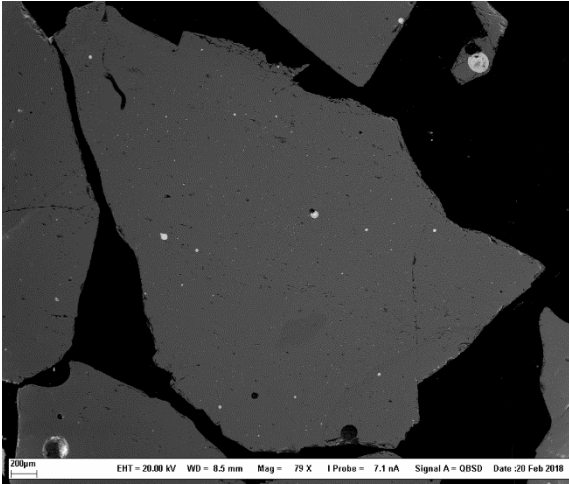
Supplementary table 4-1 Operating conditions of wet shaking table used in preliminary tests to optimize the performances of metals removal (solid flow= 100 g.min⁻¹ and feed water flow= 2 L.min⁻¹)

Conditions	Tilt °	Stroke length mm	Stroke frequency Stroke.min⁻¹	Wash water flow L.min⁻¹
1	12.0	12.0	375	5.5
2	11.0	11.0	300	6.0
3	10.5	11.0	432	6.0
4	11.0	11.0	352	5.0
5	11.0	12.5	300	4.0

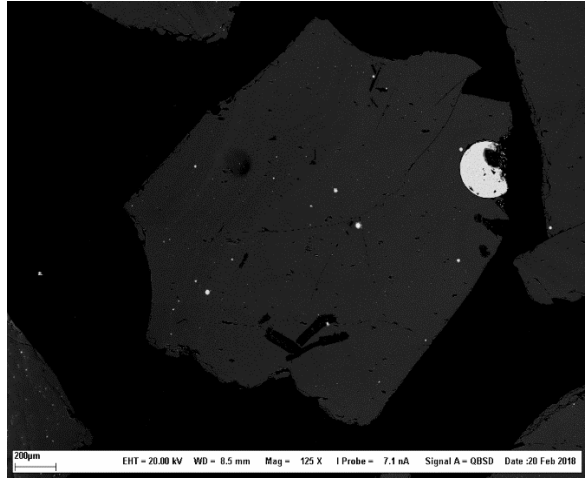
Supplementary table 4-2 Densimetric analysis of the 1-2 mm and 0.250-1 mm preconditioned fractions of MSW1, MSW2, MSW3 and MR1 by using TBE

Sample	Parameter	Mass (%)	Density (g.cm ⁻³)	Inorganic elements (mg.Kg ⁻¹)				
				Ba	Cu	Pb	Sn	Zn
1-2 mm soil fraction								
MSW1	Pre-conditionned	100		434	576	929	279	786
	Light fraction	89.2	2.53	222	108	343	44.0	651
	Massic removal^a (%)	10.8	4.04	54.4	83.3	67.1	86.0	26.1
MSW2	Pre-conditionned	100		547	658	1,930	551	1,020
	Light fraction	82.5	2.66	475	198	453	76.5	702
	Massic removal (%)	17.5	4.20	28.4	75.1	80.6	88.6	43.1
MSW3	Pre-conditionned	100		614	781	2,030	776	1,030
	Light fraction	66.2	2.62	500	261	603	89.6	738
	Massic removal (%)	33.8	4.12	46.2	77.9	80.4	92.4	52.7
MR1	Pre-conditionned	100		-	3,810	-	-	5,720
	Light fraction	66.5	2.39	-	1,120	-	-	1,580
	Massic removal (%)	33.5	3.43	-	80.4	-	-	81.6
0.250-1 mm soil fraction								
MSW1	Pre-conditionned	100		303	201	710	199	518
	Light fraction	93.1	2.60	222	108	343	43.9	651
	Massic removal (%)	6.92	4.00	31.9	50.1	55.0	79.5	-*
MSW2	Pre-conditionned	100		413	343	1,040	609	955
	Light fraction	86.9	2.58	319	208	509	37.2	593
	Massic removal (%)	13.1	3.93	32.9	47.5	57.8	94.7	46.3
MSW3	Pre-conditionned	100		668	451	1,430	564	1,020
	Light fraction	78.0	2.62	421	204	615	75	733
	Massic removal (%)	22.0	3.89	50.9	64.7	66.4	89.6	43.8
MR1	Pre-conditionned	100		-	3,200	-	-	2,150
	Light fraction	82.4	2.48	-	464	-	-	316
	Massic removal (%)	17.6	3.65	-	88.1	-	-	87.9

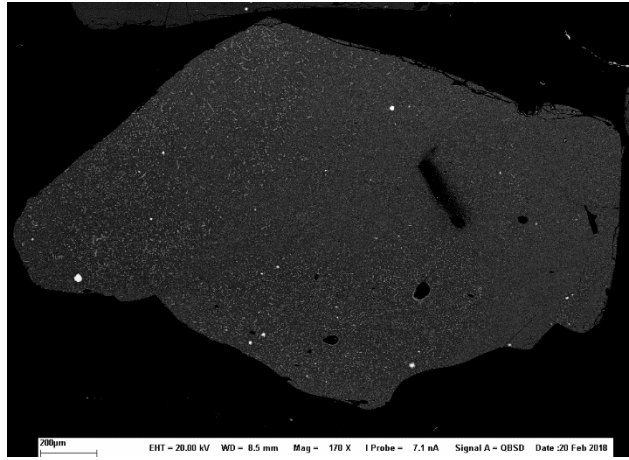
^a Massic removal= The mass removed of the concentrate and metals removal calculated according to the mass balance (Equations 3 and 5)



a.



b.

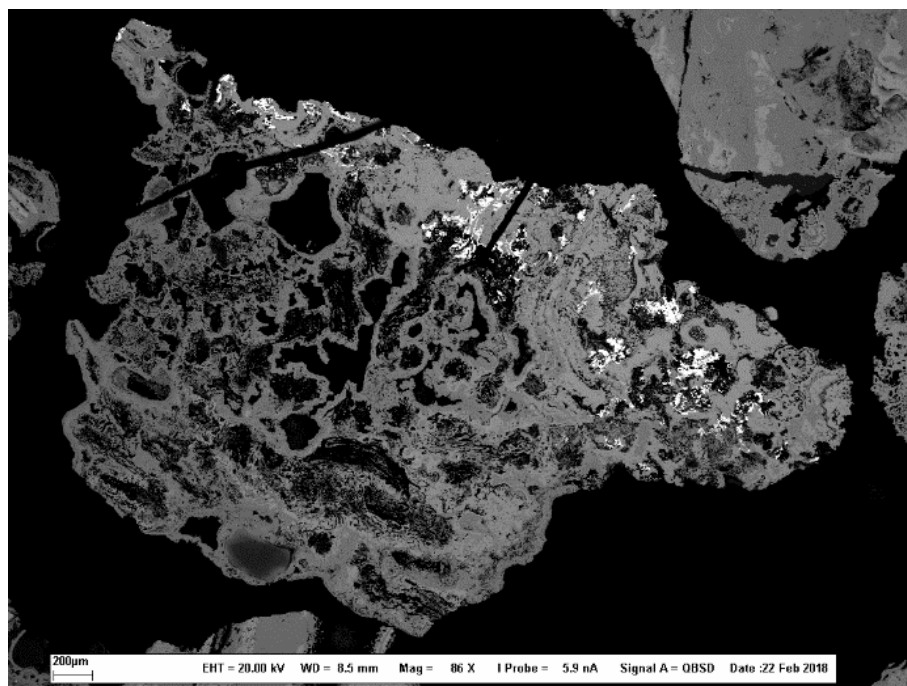


c.

Supplementary figure 4-1 Micrographs of Cu and Zn contaminated particles derived from MR1. White: Cu Sulfate/carbonate or Cu-Sn oxide, grey : Si matrix or Si matrix with Zn inclusions

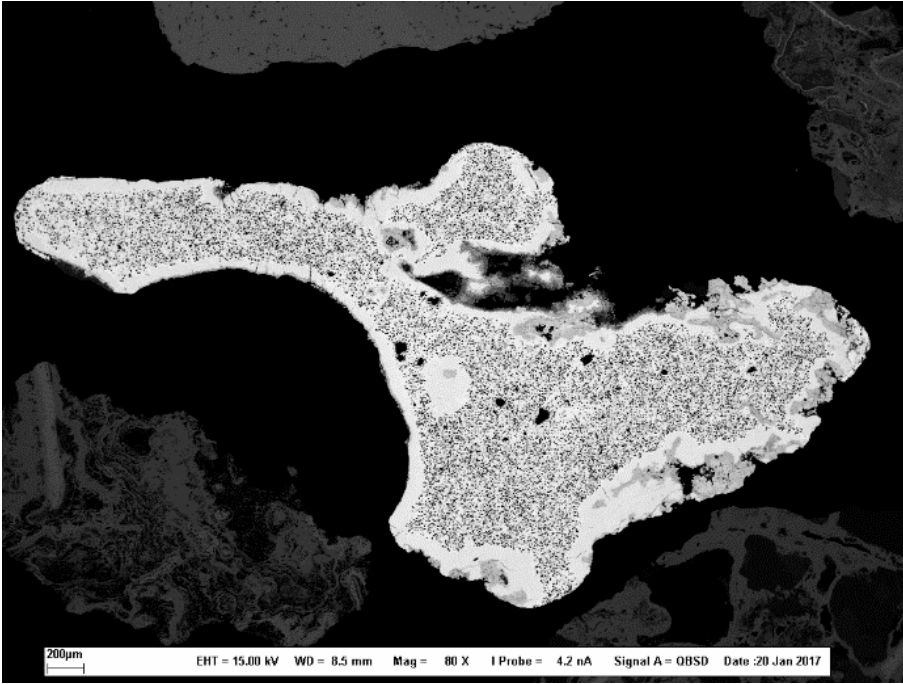
ANNEXE 1

EXEMPLES DE PARTICULES CONTAMINÉES DÉRIVÉES DES CENDRES D'INCINÉRATION APPARTENANT AUX GROUPES MINÉRALOGIQUES 1 ET 2



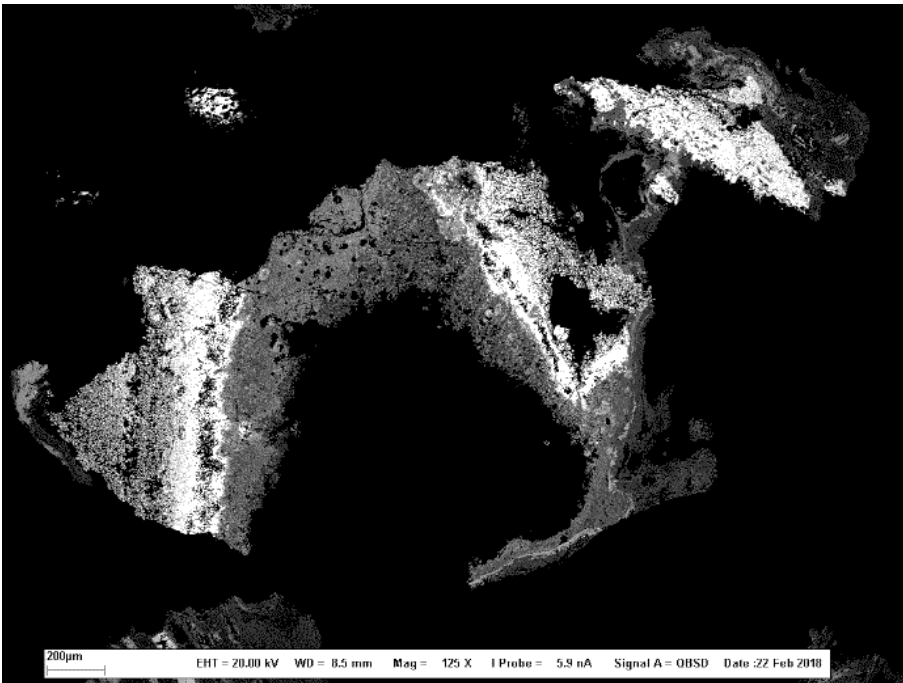
Particule de Pb
2-4 mm

	$Pb_a C_b O_c$
	$Fe_a C_b O_c$



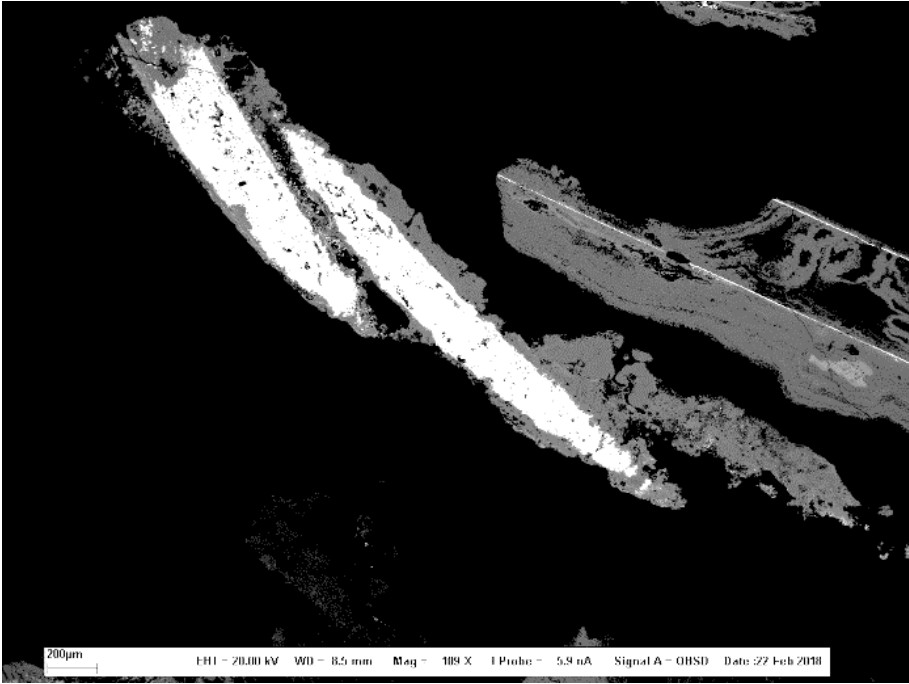
Particule de Pb
2-4 mm

	Pb_aO_b
	$Pb_aAl_bSb_cO_d$



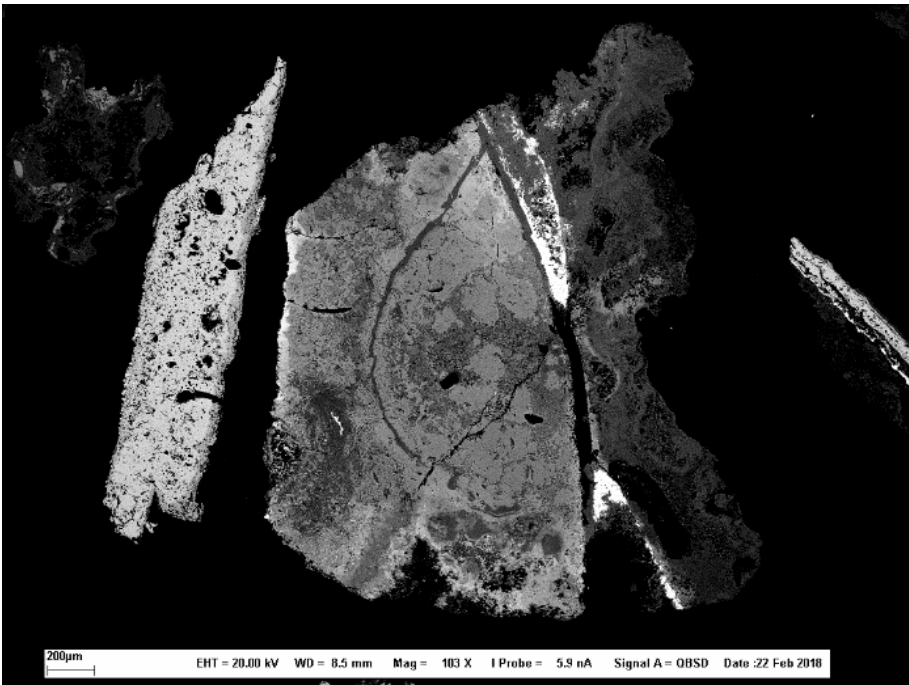
Particule de Sn
2-4 mm

	$Sn_aFe_bC_cO_d$
	$Fe_aC_bO_c$



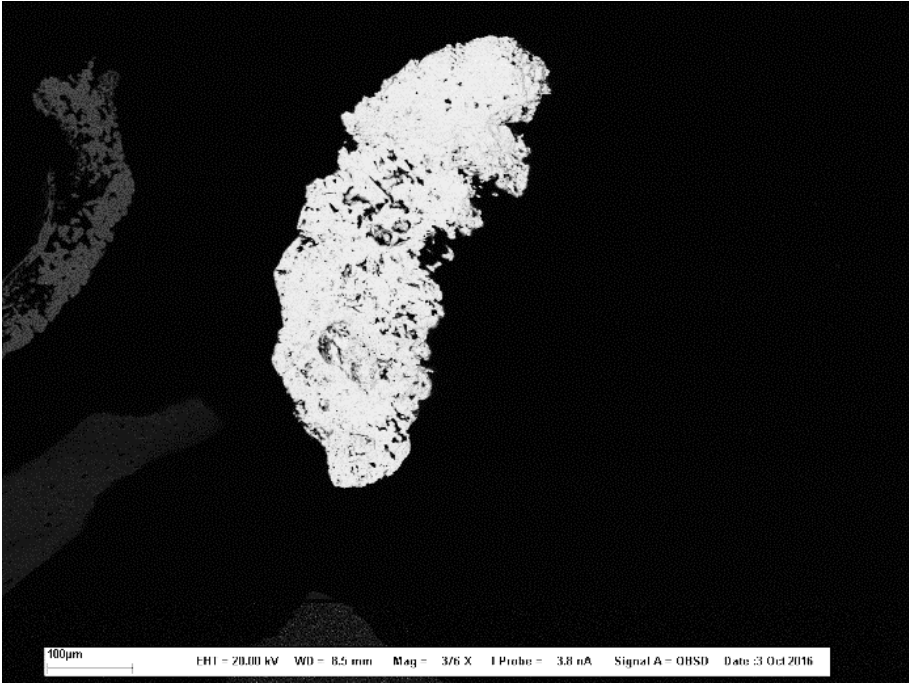
Particule de Cu
2-4 mm

	Cu _a C _b O _c
	Cu _a C _b O _c



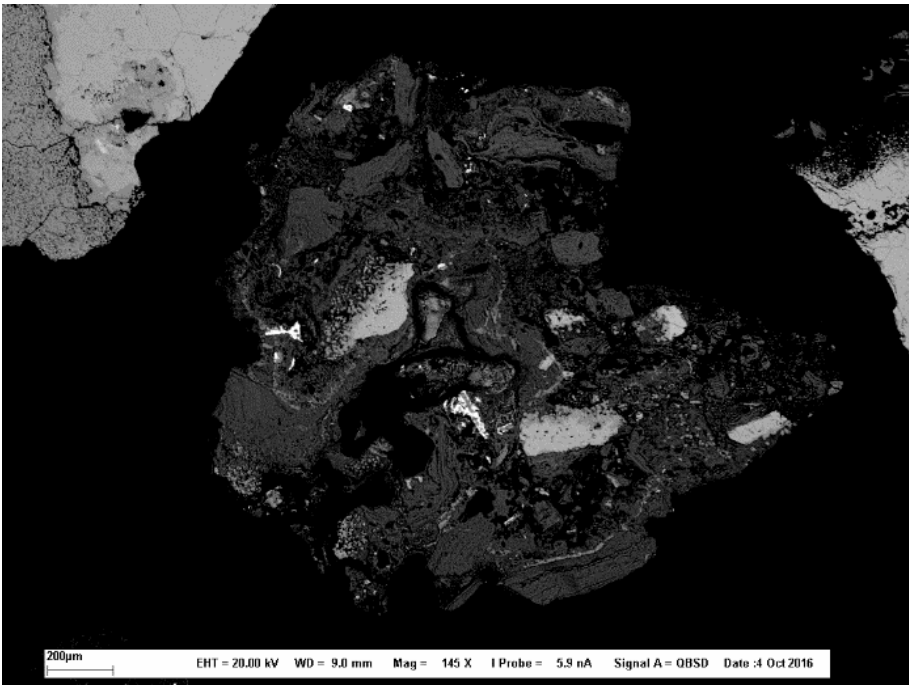
Particule de Cu
2-4 mm

	Cu _a C _b O _c
	Fe _a C _b O _c
	Fe _a C _b O _c



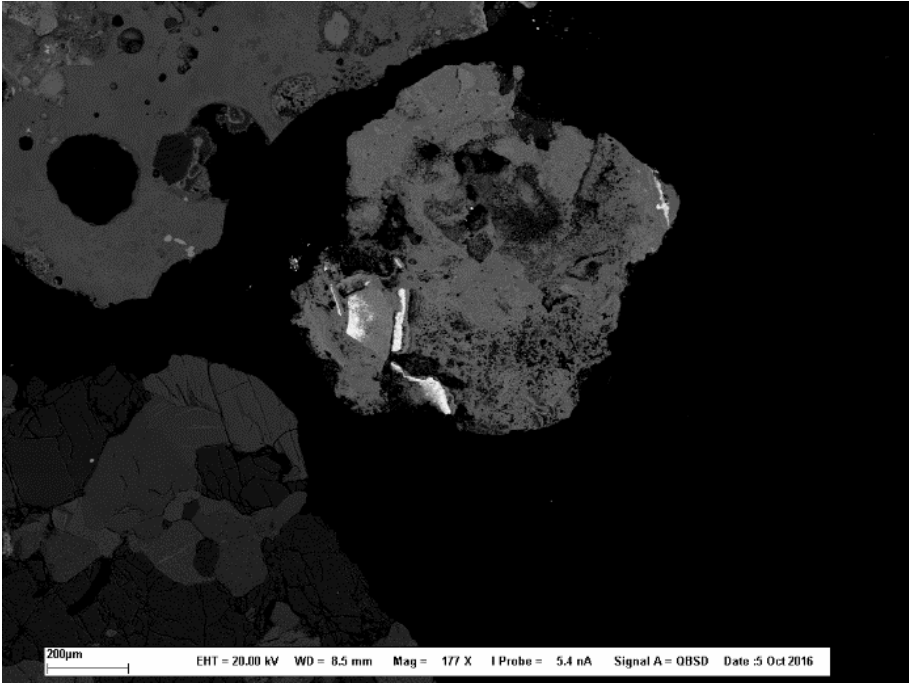
Particule de Pb
1-2 mm

	Pb _a O _b
--	--------------------------------





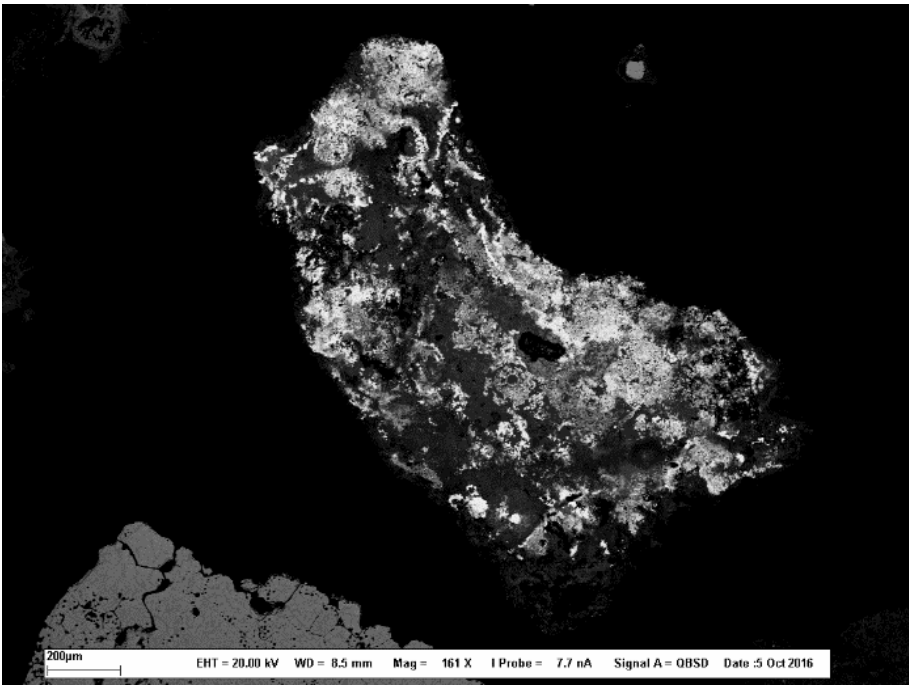
Particule de Pb
1-2 mm

	Pb _a Fe _b O _c
	Fe _a O _b
	Fe _a O _b






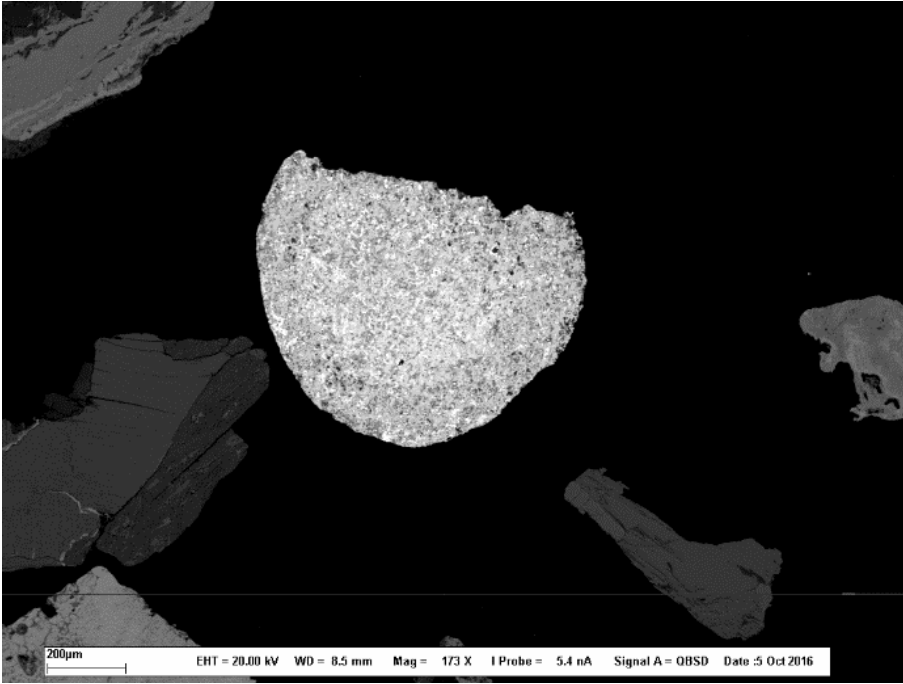
Particule de Sn
1-2 mm

	$\text{Sn}_a\text{Fe}_b\text{O}_c$
	Fe_aO_b

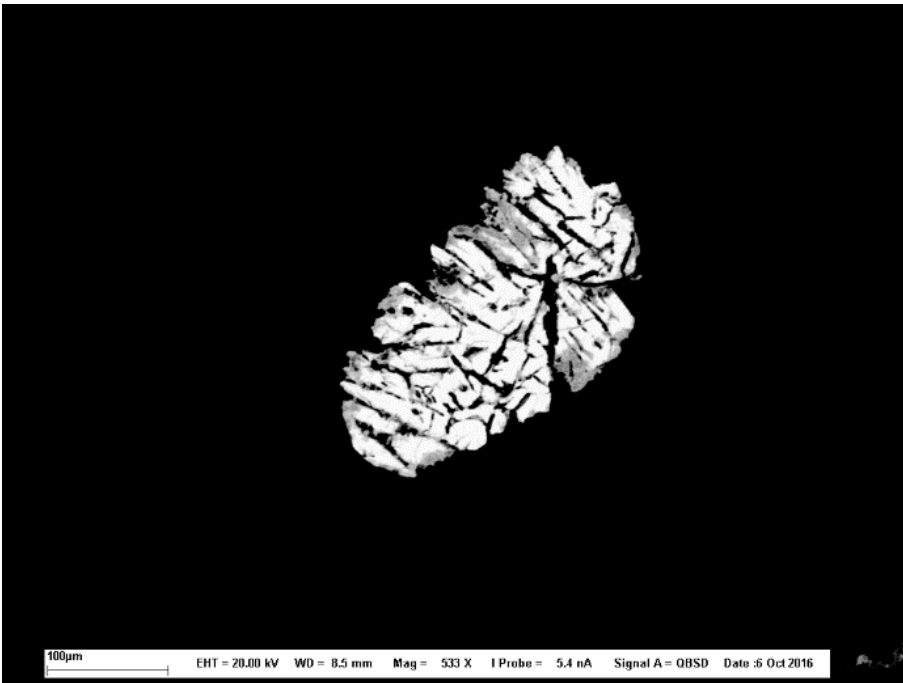


Particule de Cu
1-2 mm

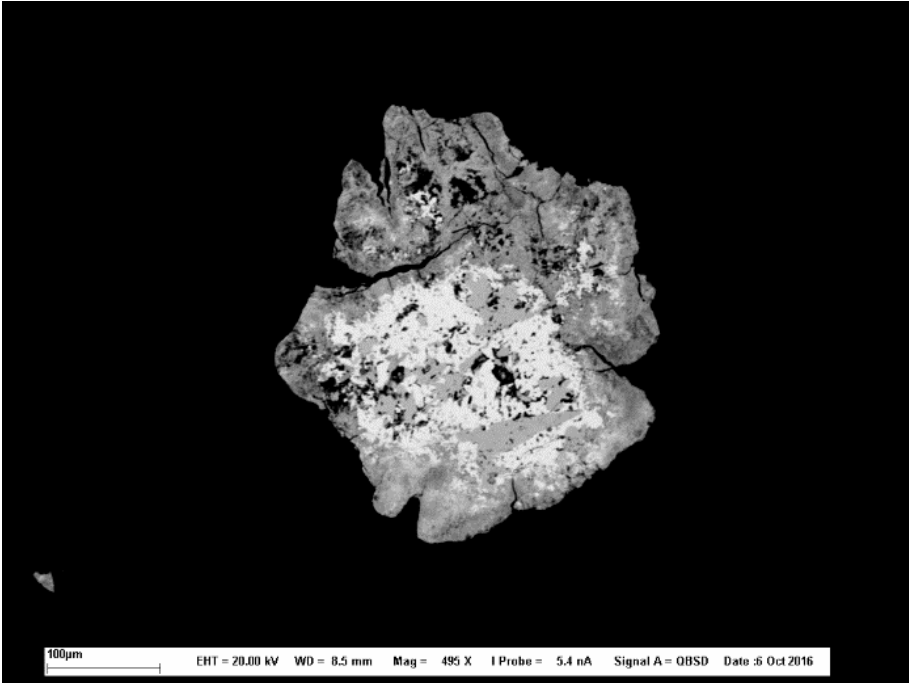
	Cu_aO_b
	$\text{Fe}_a\text{Cu}_b\text{O}_c$
	Fe_aCuO_c



Particule de Sn-Cu
1-2 mm
 $\text{Sn}_a\text{Cu}_b\text{O}_c$

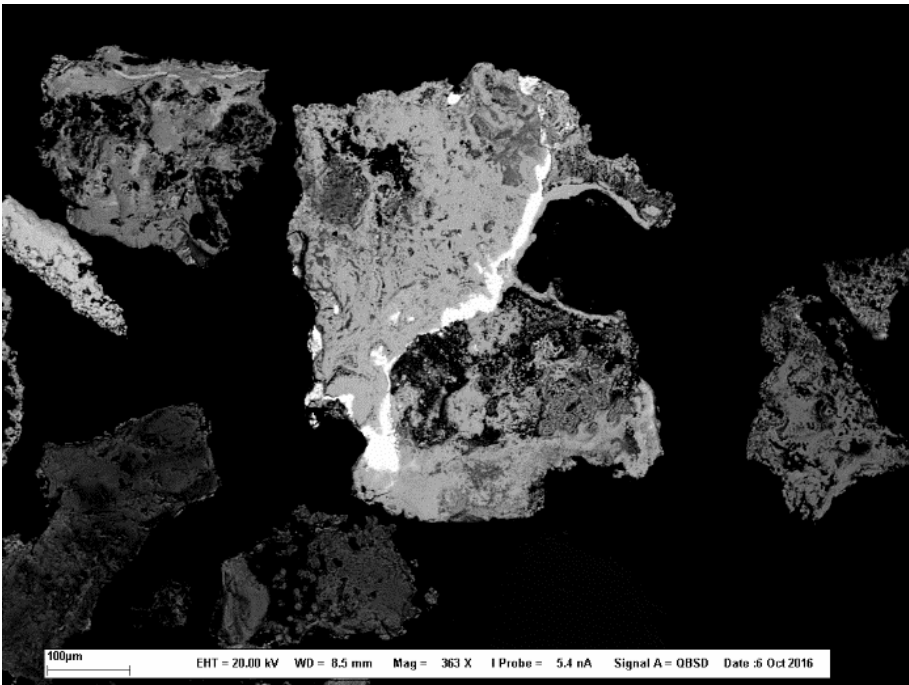


Particule de Pb
0,250-1 mm
 $\text{Pb}_a\text{C}_b\text{O}_c$



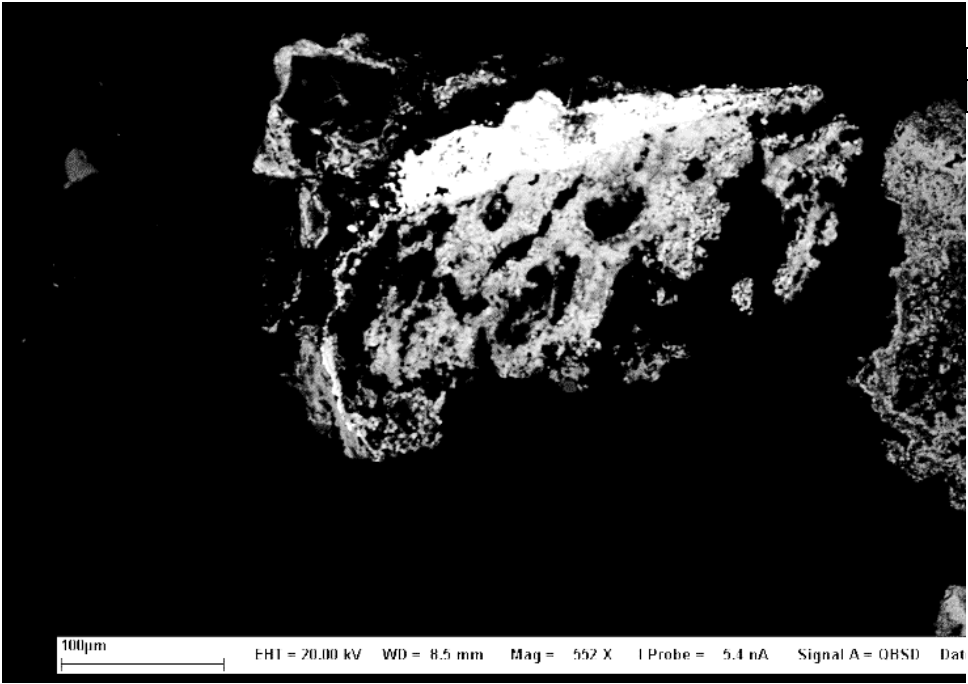
Particule de Sn-Pb
0,250-1 mm

	$Pb_aC_bO_c$
	$Pb_aSn_bO_c$
	Sn_aO_b



Particule de Sn
0,250-1 mm

	Sn_aFe_b
	Fe_aO_b

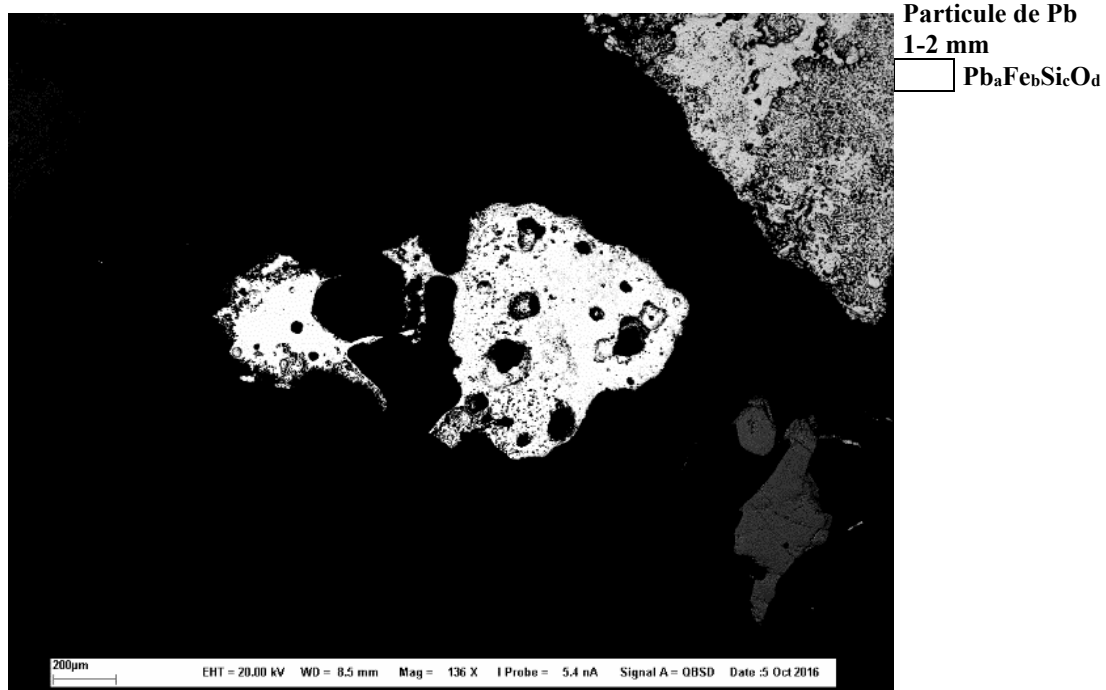


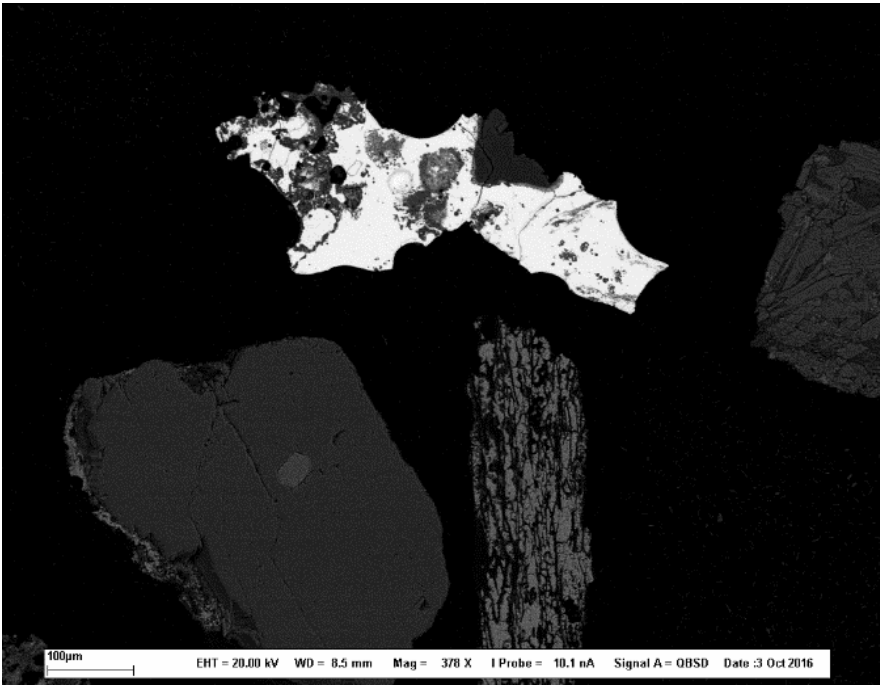
Particule de Sn
0,250-1 mm

□	Sn _a O _b
□	Sn _a O _b

ANNEXE 2

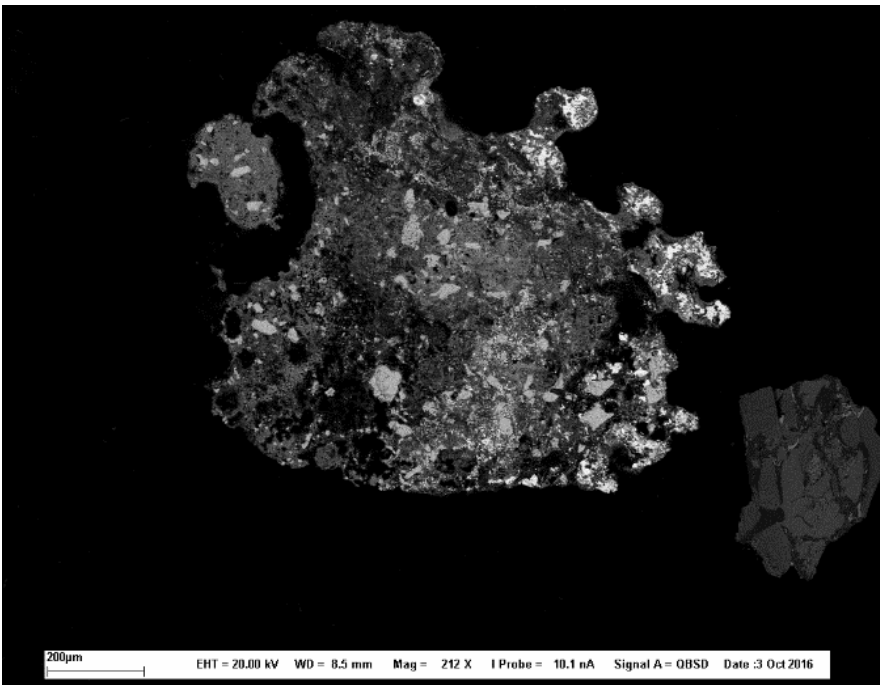
EXEMPLES DE PARTICULES CONTAMINÉES DÉRIVÉES DES CENDRES D'INCINÉRATION APPARTENANT AU GROUPE MINÉRALOGIQUE 3





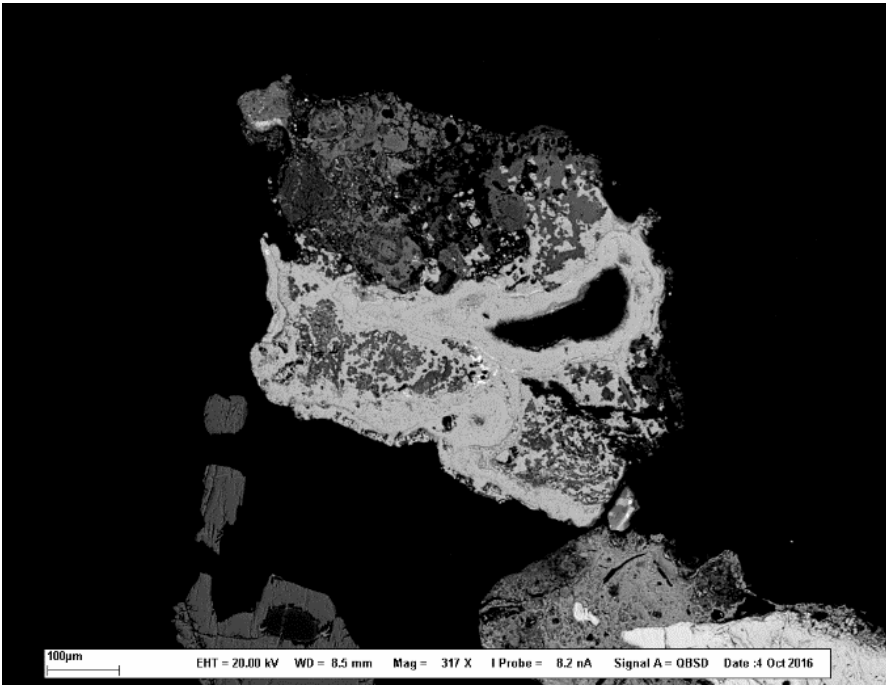
Particule de Pb
0,250-1 mm

	$Pb_aSi_bO_c$
	$Pb_aCa_bSi_cO_d$



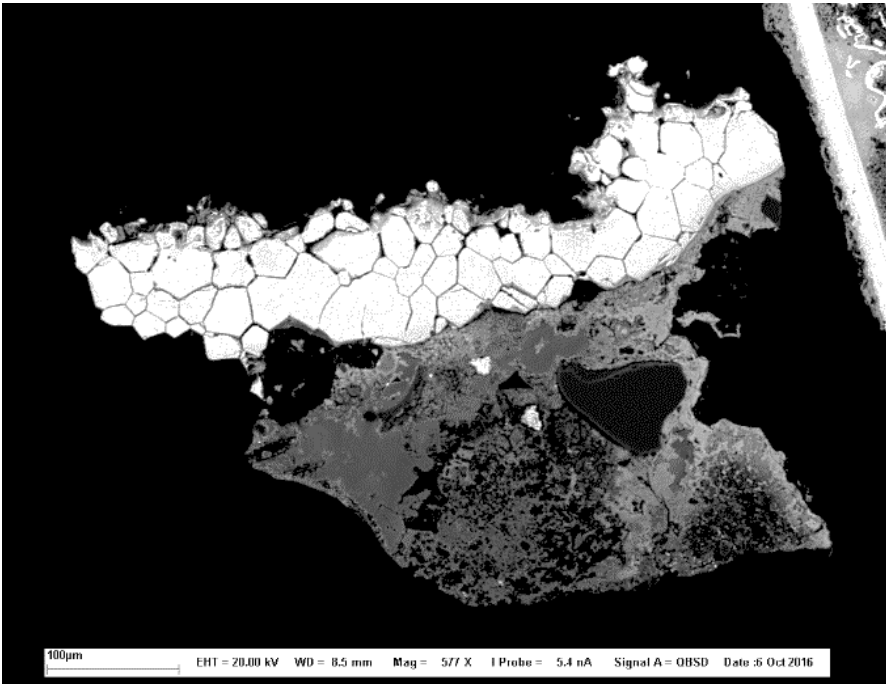
Particule de Pb
1-2 mm

	$Pb_aAl_bSi_cO_d$
	$Pb_aSi_bO_c$
	$Pb_aFe_bCa_cO_d$



Particule de Pb
1-2 mm

	$Fe_aSi_bO_c$
	$Zn_aCa_bSi_cO_d$



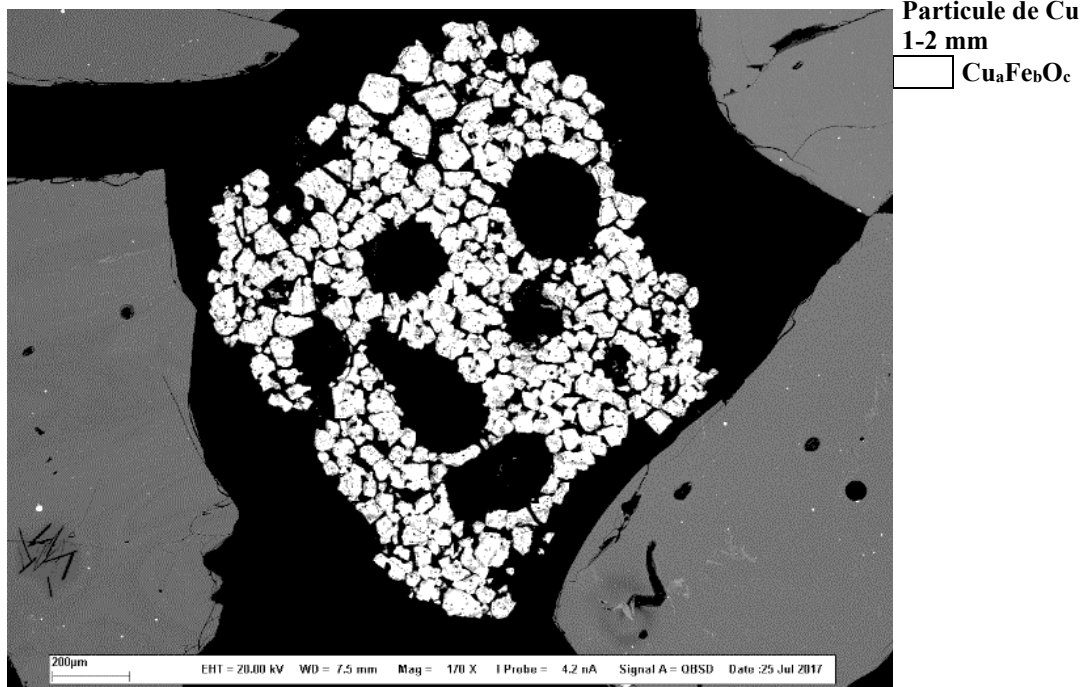
Particule de Pb
0,250-1 mm

	Pb_aCbO_c
	Fe_aCbO_c
	$Al_aCa_bSi_cO_d$

ANNEXE 3

EXEMPLES DE PARTICULES CONTAMINÉES DÉRIVÉES DES RÉSIDUS MÉTALLURGIQUES APPARTENANT AUX GROUPES MINÉRALOGIQUE 1

ET 2

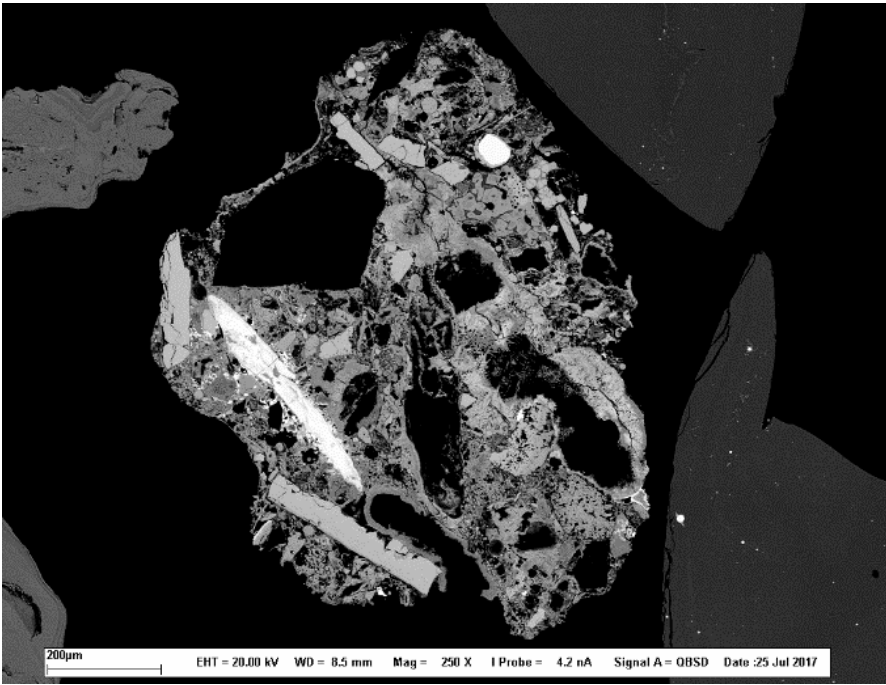




Particule de Cu-Zn
0,250-1 mm

$\text{Cu}_a\text{Zn}_b\text{O}_c$
 Zn_aO_b

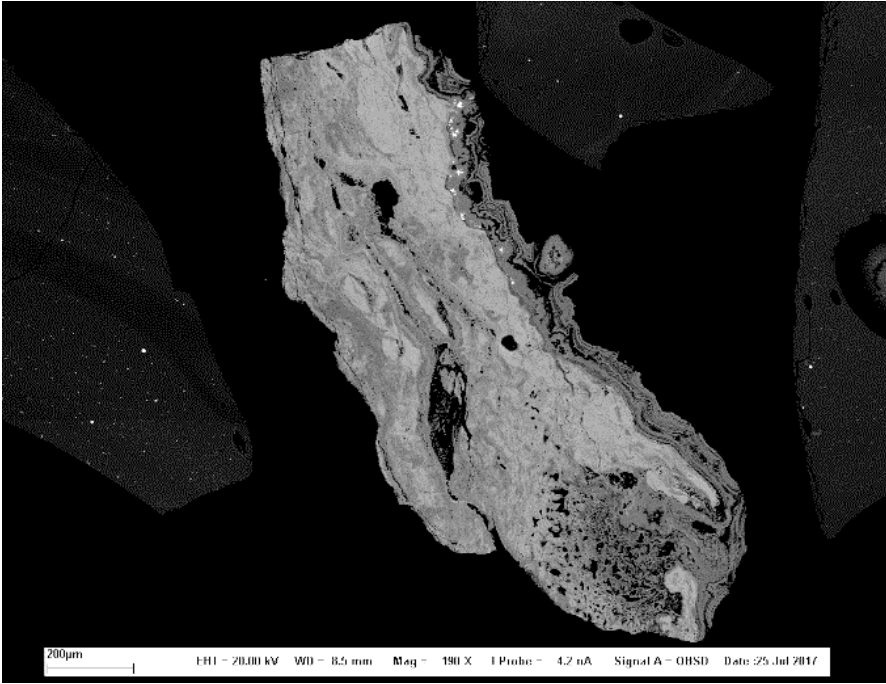
200µm EHT = 20.00 kV WD = 8.5 mm Mag = 224 X I Probe = 4.2 nA Signal A = OBSD Date :3 Jun 2013



Particule de Cu-Sn
0,250-1 mm

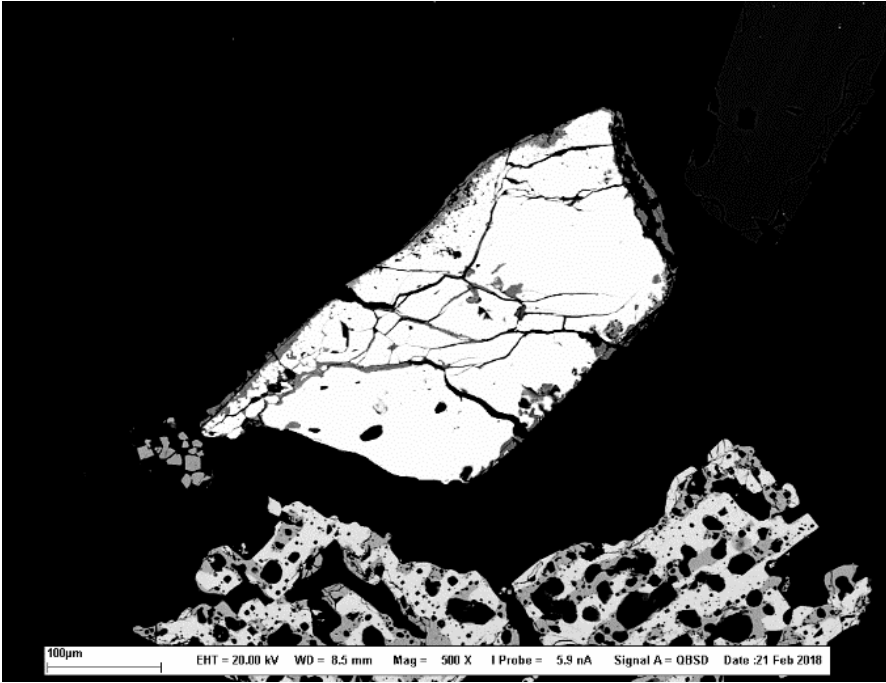
$\text{Cu}_a\text{Sn}_b\text{O}_c$
 Fe_aO_b
 Fe_aO_b

200µm EHT = 20.00 kV WD = 8.5 mm Mag = 250 X I Probe = 4.2 nA Signal A = OBSD Date :25 Jul 2017



Particule de Zn
0,250-1 mm

Light gray	Fe_aO_b
Dark gray	$Zn_aAl_bFe_cO_d$

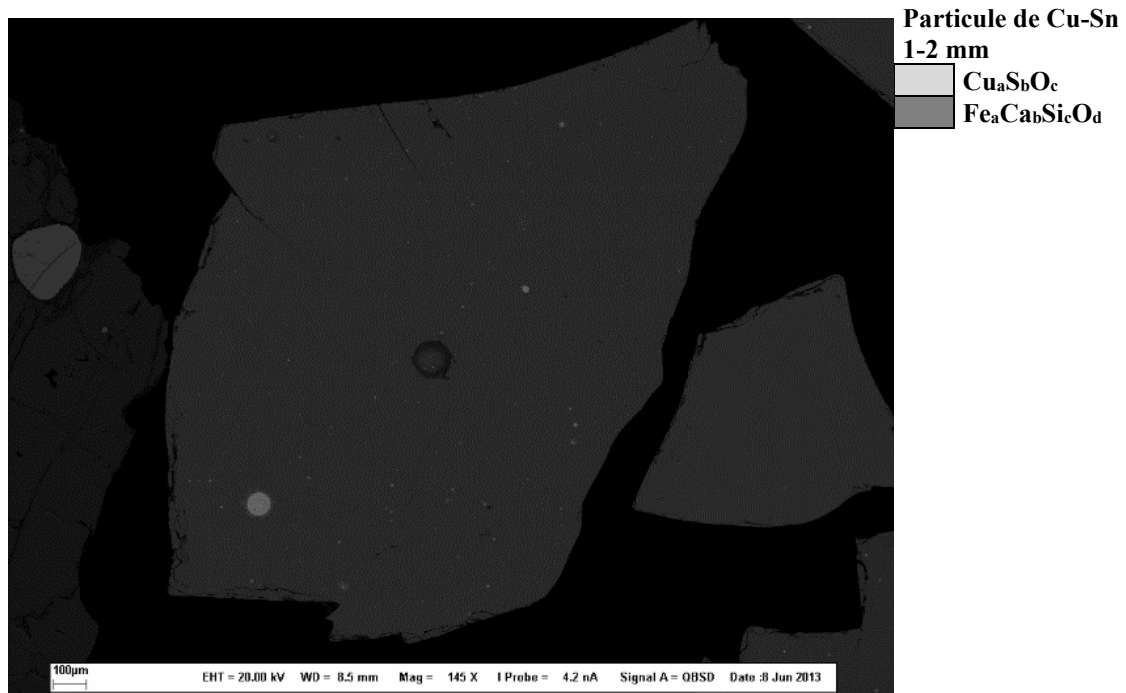


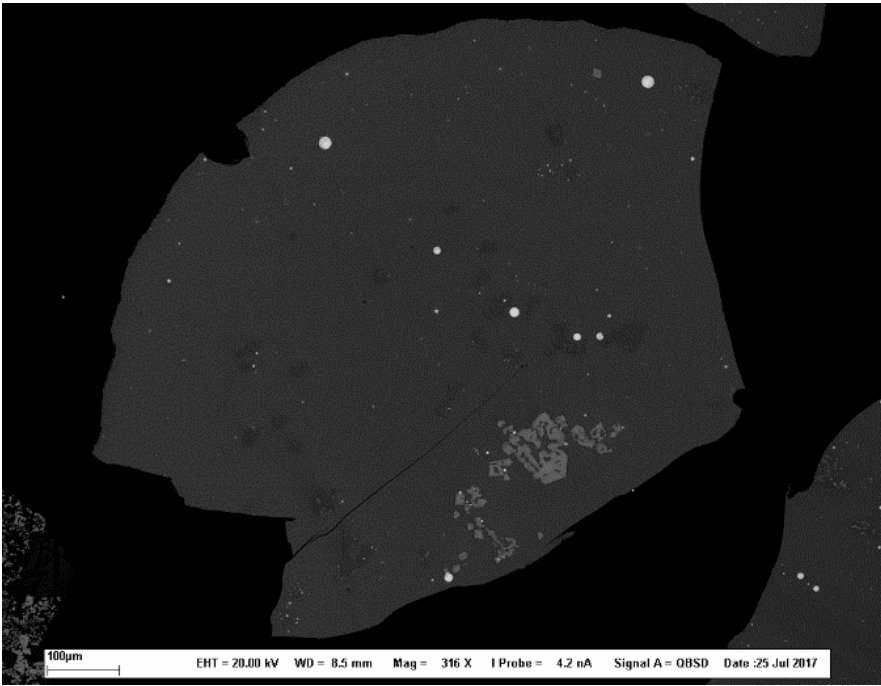
Particule de Cu
0,250-1 mm

White	$Cu_aC_bO_c$
-------	--------------

ANNEXE 4

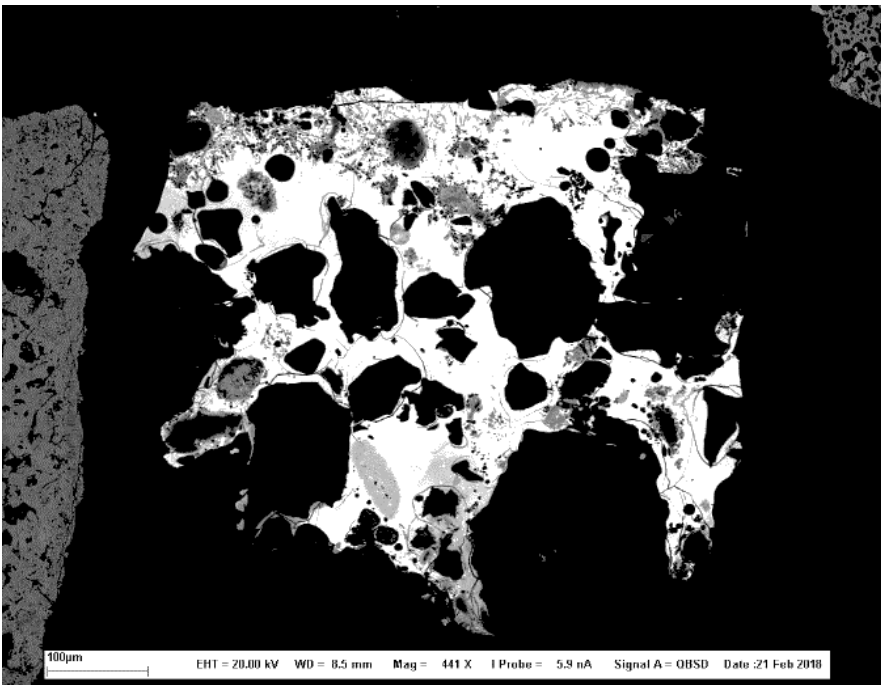
EXEMPLES DE PARTICULES CONTAMINÉES DÉRIVÉES DES RÉSIDUS MÉTALLURGIQUES APPARTENANT AUX GROUPE MINÉRALOGIQUE 3





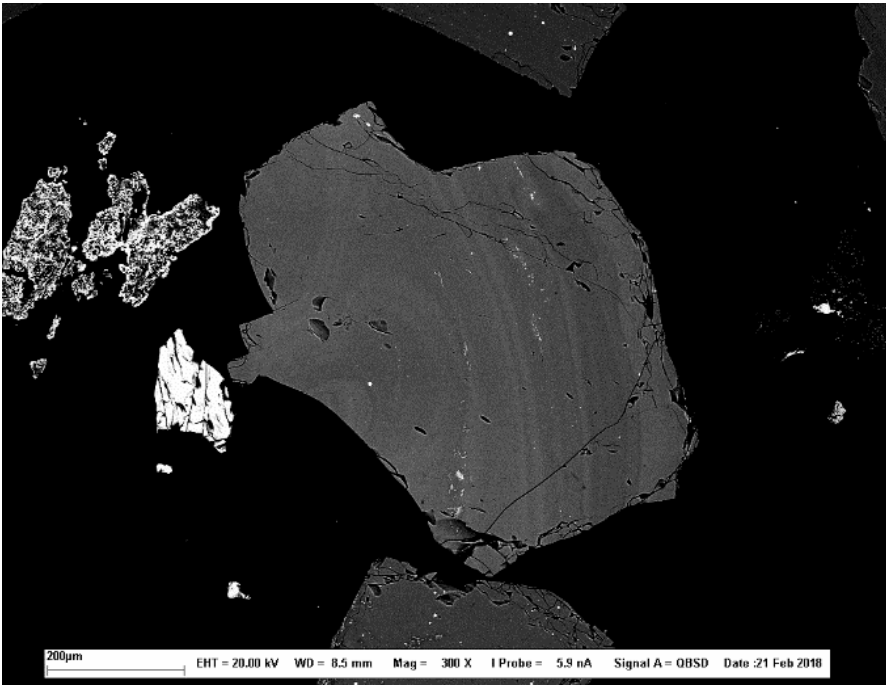
Particule de Cu-Zn
0,250-1 mm

- $Cu_aS_bO_c$
- $Zn_aFe_bAl_cO_d$
- $Zn_aCa_bSi_cO_d$



Particule de Cu
0,250-1 mm

- $Cu_aC_bO_c$
- $Al_aSi_bO_c$



Particule de Cu-Zn
0,250-1 mm

(Zn,Fe,Ca, Ti, K, Al,
Mg)_aSi_bO_c