

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC
INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
CENTRE EAU TERRE ENVIRONNEMENT

**PERFORMANCE DES MATÉRIAUX ALCALINS POUR PRÉVENIR LA GÉNÉRATION
D'ACIDITÉ ET LA MOBILISATION DES MÉTAUX RETENUS PAR DE NOUVEAUX
BIOFILTRÉS (SEMI-)PASSIFS SULFATO-RÉDUCTEURS UTILISÉS POUR LE
TRAITEMENT DU DRAINAGE MINIER ACIDE**

Par
Khalifa LOUNATE

Thèse présentée pour l'obtention du grade de
Philosophiae Doctor, Ph.D. en Sciences de l'Eau

Jury d'évaluation

Président du jury et examinateur interne	Monsieur Patrick Drogui INRS-ETE, Université du Québec, Québec
Examinatrice externe	Madame Nadia Mykytczuk Université Laurentienne
Examineur externe	Monsieur Jean-Sébastien Dubé École de Technologie Supérieure
Directeur de recherche	Monsieur Jean-François Blais INRS-ETE, Université du Québec, Québec
Co-directeurs de recherche	Monsieur Guy Mercier INRS-ETE, Université du Québec, Québec
	Monsieur Thomas Genty Agnico-Eagle, Rouyn-Noranda

DÉDICACE

Je dédie cette thèse à mes chers parents, vous ne m'avez pas appris à lire et à écrire mais vous m'avez appris les clés de la vie : aimer, aider, pardonner, respecter et se faire respecter.

À mon combattant, à mon adorable fiston Adam. Certes, beaucoup de choses n'ont pas été faciles pour nous mais nous sommes toujours ensemble après toutes ces épreuves et tu me combles d'amour, de bonheur et de joie! Et oui, maman a fini par terminer sa thèse malgré les moments difficiles que nous avons réussi à surmonter ensemble!

Je dédie également ce travail à ma sœur Mina et à mes frères Ali et Salem.

« Goutte après goutte l'eau finit par creuser le marbre »

Les maximes de la Grèce antique (1855)

À la mémoire de ma chère sœur Keltoum. Tu nous as quitté jeune mais ton amour, ta bonté, ta tendresse et ton sourire resteront gravés à jamais dans nos cœurs et nos pensées!

À mes yeux tu es l'incarnation de la pureté.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier les nombreuses personnes que j'ai côtoyés durant toutes ces années et qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.

Tout d'abord, je tiens à remercier du fond du cœur mon directeur de recherche, Jean-François Blais, pour avoir accepté de diriger mon projet de recherche, pour sa rigueur scientifique et son soutien ainsi que ses conseils avisés tout au long de mon apprentissage et de ma rédaction. Je te suis reconnaissante pour ton support, d'avoir cru en moi et de m'avoir aidée afin de mener à terme ce projet. Je souhaite également adresser mes remerciements à mon co-directeur de recherche, Guy Mercier, pour sa rigueur scientifique et son regard critique sur mes travaux. Je tiens aussi à exprimer toute ma gratitude à mon second co-directeur, Thomas Genty, pour son aide et ses conseils tout au long de ce projet, plus particulièrement dans la réalisation des travaux de laboratoire au CTRI.

Ensuite, je voudrais remercier le Fonds de recherche du Québec – Nature et technologies (FRQNT), le conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) ainsi que le Centre technologique des résidus industriels (CTRI) pour avoir financé ce projet de recherche.

Mes remerciements les plus sincères vont à Nadia Mykytczuk, Jean-Sébastien Dubé et Patrick Drogui, pour avoir accepté d'évaluer mes travaux de recherche.

J'adresse ma plus profonde reconnaissance à Robin Potvin qui m'a initié au traitement passif du DMA et grâce à qui je me suis lancée dans cette aventure. J'ai énormément appris de toi, merci pour ton soutien autant professionnel que personnel. Je tiens aussi à remercier spécialement Lucie Coudert pour son assistance, ses encouragements et ses précieux conseils qui m'ont guidé lors de la rédaction de cette thèse ainsi que pour son aide durant la correction du manuscrit. J'aimerais également remercier Lan Huong Tran et Myriam Chartier pour leur disponibilité concernant les analyses ICP, leurs conseils et leur gentillesse de tous les instants. Un merci particulier à Suzanne Dussault pour sa sympathie, son écoute et son assistance administrative.

Je ne peux oublier l'équipe des laboratoires de l'INRS : Stéfane Prémont, Anissa Bensadoune et Jean-François Dutil pour leur gentillesse et leur aide lors des analyses ICP. Mes remerciements et ma gratitude vont également à Yasmina Lhalah, Félicia Porqueres, Isabelle Tardif, Isabelle Reault, André Gélinas, Gilles, Daniel Camara, Carl Nault et Phillipe ainsi que toute l'équipe du Centre technologique des résidus industriels (CTRI); ce fut un plaisir de travailler avec vous tous. Un grand merci à tous les collègues et les stagiaires que j'ai eu l'opportunité de connaître durant ce projet de recherche qu'ils soient à Québec ou en Abitibi : Vincent, Phillipe, Dhoha, Malika, Meriem, Sabrina, Dileep, Mohamed, Abdellatif, Laura et Karine. J'aimerais aussi remercier mes amis Maymouna, Vanessa, Soufiane, François, Salah, Adnane, Jihen, Caroline Labrecque, Virginie, Caroline Fournier, Sarah, Émilie et Marie-Pier pour leur soutien et les bons moments passés ensembles tout au long de ces années.

Un remerciement particulier à mes collègues de travail chez Englobe : Chantal, Johanne, Jean-Louis, Larry, Mohamed, Sylain et Vincent pour leur encouragement et leur sympathie.

Je souhaiterais aussi exprimer mon immense gratitude et ma reconnaissance à Bruno qui a toujours répondu présent. Merci pour ta loyauté, ton soutien et ton support, notamment durant les moments difficiles ainsi que tes encouragements inlassables qui m'ont permis de terminer ce projet. Je tiens également à remercier chaleureusement ses parents, Danielle et Alain Bossé, qui ont su intervenir à leur façon.

Finalement, je voudrais remercier mes parents Aziza et Ahmed Lounate, ma sœur Mina, ma pseudo-sœur Aicha et mes frères Ali, Salem et Mohamed pour leur confiance en moi et leur support autant psychologique que financier. Merci à tous pour la chaleur familiale, les encouragements durant les moments difficiles et la solidarité de tous les instants! Un remerciement spécial à mon adorable Adam, pour les câlins, les bisous et tout le bonheur, ce qui m'a permis de persévérer chaque jour et d'aller de l'avant.

J'espère avoir été à la hauteur de la confiance que vous m'avez tous accordé.

AVANT-PROPOS

Un des principaux objectifs de ce doctorat visait à développer de nouveaux systèmes biologiques de traitement semi-passif du drainage minier acide (DMA) ferrifère à partir de la valorisation de matériaux disponibles localement en grande quantité. Une fois les biofiltres saturés en contaminants inorganiques ou après utilisation, différents amendements alcalins ont été testés afin de statuer sur leur efficacité à stabiliser les contaminants et limiter leur remobilisation dans l'environnement à long terme. Les connaissances acquises au cours de ce projet de recherche ont été (ou seront) valorisées sous la forme de publications scientifiques dans des revues internationales à comité de lecture et de communications orales dans des conférences nationales :

Articles soumis ou en cours de rédaction

Lounate K., Coudert, L., Mueller, K., Genty, T., Potvin, R., Mercier, G. et Blais, J.F. (2019). Treatment of highly contaminated acid mine drainage using new sulfate-reducing passive bioreactor. *Environmental Science and Pollution Research*. Article en préparation.

Lounate K., Coudert, L., Mueller, K., Genty, T., Potvin, R., Mercier, G. et Blais, J.F. (2019). Assessment of the efficiencies of alkaline materials to immobilize metals from contaminated sulfate-reducing bioreactors. *Environmental Pollution*. Article en préparation.

Lounate K., Coudert, L., Mueller, K., Genty, T., Potvin, R., Mercier, G. et Blais, J.F. (2019). Column test investigation on the performance of alkaline residues to prevent potential acidity and metal release from contaminated sulfate-reducing bioreactors. *Waste Management*. Article en préparation.

Communication orale

Lounate K., Blais J.F., Mercier G., Genty T., Potvin R., Lahla J. « Traitements du drainage minier acide avec des biofiltres sulfato-réducteurs. Communication orale présentée au Réseau Environnement, Présentée au Réseau Environnements, Canada, novembre 2013 ».

RÉSUMÉ

L'industrie minière québécoise produit des quantités considérables de rejets solides pouvant contenir des minéraux sulfureux. Une fois en contact avec de l'eau et de l'oxygène, ces derniers peuvent générer des drainages miniers acides (DMA) avec des conséquences potentiellement néfastes pour l'environnement. Traditionnellement, l'industrie minière utilise des méthodes de traitement « actives » des DMA. Toutefois, ces dernières présentent certains inconvénients et sont généralement proscrites pour les sites miniers fermés et/ou abandonnés. Durant ces dernières années, plusieurs méthodes de traitement « passives » plus respectueuses de l'environnement et tout autant efficaces ont été développées. Parmi ces méthodes, nous pouvons citer les biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR). Ces derniers utilisent des matériaux naturels généralement disponibles localement et non-valorisés pour le traitement des DMA. Des travaux récents ont, cependant, démontré que pour des DMA fortement chargés en fer (> 500 mg/L) la performance de ces systèmes peut être remise en question (e.g., risque de colmatage lié à des précipités de fer). L'optimisation de ces systèmes pour des DMA fortement chargés et la recherche de mélanges réactifs, plus simples et moins coûteux à partir de nouveaux matériaux disponibles localement en grandes quantités, représentent toujours un important besoin de poursuivre les travaux de recherches.

Une autre piste de recherche relativement récente concerne la gestion de ces BPSR après utilisation et leur stabilité à long terme. En effet, de nombreux travaux exposent la complexité associée à la gestion des mélanges réactifs post-démantèlement chargés en métaux. Par conséquent, les objectifs principaux de ce travail de recherche visent à investiguer : (i) de nouveaux systèmes de traitement semi-passif du DMA (typique de l'Abitibi-Témiscamingue) à partir de la valorisation de matériaux disponibles localement, ainsi que (ii) des approches de stabilisation des BPSR (après utilisation) à partir de la valorisation de résidus alcalins.

Pour ce faire et afin de répondre à l'objectif (i), un biofiltre passif et un autre semi-passifs sulfato-réducteurs ont été testés en laboratoire. Un premier biofiltre passif (B1) inspiré de celui développé par Neculita (2008) a été testé pour traiter un DMA typique de l'Abitibi-Témiscamingue. Un second biofiltre semi-passif (B2), plus simple, constitué de 60% de copeaux grossiers, 20% de fumier et 20% de calcite, a été testé (avec ajout de lactate) pour traiter un DMA plus fortement contaminé en métaux. Le suivi physicochimique et microbiologique des effluents à la sortie du B1 a montré une amélioration du pH, une diminution du Eh, ainsi qu'une bonne efficacité à retenir (> 95%) les métaux à court terme, notamment grâce à la sulfato-réduction. Cependant, une plus faible capacité à enlever les SO_4^{2-} , le Fe et le Mn a été constatée. De plus, un relargage en Fe, en SO_4^{2-} et en Mn à la fin des essais. Pour le B2, les résultats ont montré une meilleure capacité de traitement à moyen terme et aucun problème de relargage et/ou de colmatage n'a été mis en évidence pour traiter un DMA plus fortement contaminé.

Afin de répondre à l'objectif (ii), des tests de lixiviation (*Toxicity Characteristic Leaching Procedure* - TCLP, *Synthetic Precipitation Leaching Procedure* - SPLP, Test à l'eau neutre - TE), ainsi que des essais cinétiques en mini-cellule d'altération (MCA) et en colonnes ont été réalisés en laboratoire sur les biofiltres B1 et B2 après utilisation. Ces essais ont été réalisés sans et avec amendement (Cendres de cogénération - CC, Boues rouges d'aluminerie - RMB, Poussières de four à chaux provenant de Marbelton - PFCM, Poussières de four à chaux provenant de Bedford - PFCB et Hydroxyapatite - HAP) afin d'étudier la stabilité des BPSR après utilisation à long terme. En plus de l'évaluation du potentiel de valorisation de résidus alcalins pour la stabilisation des BPSR, différentes configurations de stockage généralement appliquées en restauration minière (en conditions non-saturées, saturées et immergées) ont aussi été testées lors des essais en colonnes. Les principaux résultats ont montré que même si une certaine stabilité des métaux précipités et retenus lors du traitement du DMA est présente, les BPSR après utilisation (sans amendement) sont classifiés comme étant à risque élevé ou dangereux, sont générateurs d'acidité et peuvent donc libérer des métaux dans l'environnement (e.g., Cd, Fe, Mn, Ni, Zn). Seul l'ajout de RMB comme amendement semble permettre d'améliorer la stabilité des BPSR/BSPBR à long terme. Le stockage des BPSR/BSPBR en conditions saturées (voire immergées) après utilisation semble également permettre d'améliorer leur stabilité sur le long terme.

En définitive, la réalisation de ce projet de recherche a permis d'approfondir les connaissances concernant le traitement du DMA ferrifère typique de l'Abitibi-Témiscamingue à partir de nouveaux systèmes de traitement semi-passifs constitués de matériaux disponibles localement, en grandes quantités et non-valorisés. En outre, il a permis de mieux connaître les possibles risques environnementaux associés au stockage des BPSR après utilisation. En effet, les essais en colonnes ont permis d'observer le comportement géochimique des BPSR à long terme, avec ou sans amendement et dans différentes conditions de stockage. Ce projet a permis également de proposer une méthodologie de travail permettant de déterminer la meilleure approche à appliquer afin d'empêcher la remobilisation des métaux dans l'environnement et d'assurer la stabilité des BPSR contaminés à long terme.

Mots clés : Drainage minier acide, métaux, biofiltres passifs sulfatoréducteurs, essais de lixiviation, stabilisation, résidus alcalins, essais statiques, essais cinétiques.

ABSTRACT

The mining industry in Quebec is producing considerable amounts of tailings that may contain sulfide minerals. Once subjected to water and oxygen, these can generate acid mine drainage (AMD) with potentially harmful consequences for the natural environment. Traditionally, the mining industry uses "active" systems to treat AMD. Despite its effectiveness, active systems have many drawbacks and are generally not authorized for closed and/or abandoned mining sites. In recent years, several "passive" treatment techniques that are both more effective and respectful for the environment have been developed. Among these techniques, passive sulfate-reducing bioreactors (PSRB) use natural materials generally available locally for the treatment of AMD. However, recent work has shown that for AMD with high iron concentration (> 500 mg/L), the performance of these systems is questionable (e.g., clogging risk). The optimization of these systems for AMDs with high iron concentrations and the development of simple and less expensive reactive mixtures, made from large quantities of locally available materials, represents a significant research challenge.

Another recent area of research is the management of the contaminated spent PSRBs and their long-term stability. Indeed, many studies have exposed the complexity associated with the management of dismantled reactive mixtures with high metal and metalloid concentrations. Therefore, the main purposes of this research are to investigate: (i) new semi-passive AMD treatment systems (typical of those used in the region of Abitibi-Témiscamingue) using locally available materials, as well as (ii) the stabilization of spent PSRBs from the recovery of alkaline residues.

In order to meet the first objective, two semi-passive sulfate-reducing biofilters were tested in the laboratory. A first bioreactor (B1) inspired by the one developed by Neculita (2008) was tested to treat AMD typical of the Abitibi-Témiscamingue region. A second simpler bioreactor (B2), consisting of 60% coarse chips, 20% manure and 20% calcite, was tested (with addition of lactate) to treat an AMD with high metal concentrations. The physico-chemical and microbiological monitoring of the effluents at the outlet of B1 showed an improvement in pH, a

decrease in Eh, as well as the retention of > 95% of the metals in the short-term promoted by the sulfate reduction. However, a lower capacity to remove SO_4^{2-} , Fe and Mn was found, in addition to the release of Fe, SO_4^{2-} and Mn at the end of the tests. For B2, the results showed an improved medium-term treatment capacity and no release and/or clogging was noted in the treatment of the more heavily contaminated AMD.

In order to achieve the second objective, leaching tests (Toxicity Characteristic Leaching Procedure - TCLP, Synthetic Precipitation Leaching Procedure - SPLP and Neutral Water Test - TE) and kinetic tests (weathering cells - MCA and columns) were performed in the laboratory on the material from bioreactors B1 and B2 after their use. These tests were conducted with and without amendment (cogeneration ash - CC, red mud bauxite - RMB, Marbelton lime kiln dust - PFCM, Bedford lime kiln dust - PFCB and hydroxyapatite - HAP) to study the stability of the PSRBs after long-term use. In addition to evaluating the potential use of recovering alkaline residues to stabilize BPSRs, various storage configurations generally applied in mining restoration (under unsaturated, saturated and submerged conditions) were tested in column tests. The main findings show that, although some of metals precipitated and were retained during the treatment of the AMD, spent (unamended) PSRBs are classified as high risk or hazardous and acid generating, resulting in the potential for metal and metalloid (e.g, Al, Cd, Fe, Mn, Ni, Zn) release into the environment. The addition of RMB and the storage of saturated (or immersed) PSRBs improved their long-term stability.

In conclusion, this research deepened the knowledge of the treatment of iron-rich AMD using novel semi-passive treatment systems made of locally available materials. In addition, a better understanding of environmental risks associated with the storage of spent PSRBs was achieved. Columns leaching tests highlighted the long-term geochemical behavior of PSRBs with and without amendment and under different storage conditions. Finally, this research presents a working methodology to determine the best approach to prevent the remobilization of metals and metalloids in the environment and to ensure the long-term stability of the contaminated PSRBs.

Keywords: Acid mine drainage, metals, sulfate-reducing passive bioreactors, leaching tests, stabilization, alkaline residues, static tests, kinetic tests.

TABLE DES MATIÈRES

Table des matières

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS.....	V
AVANT-PROPOS.....	VII
RÉSUMÉ.....	IX
ABSTRACT.....	XIII
TABLE DES MATIÈRES.....	XV
LISTE DES TABLEAUX.....	XIX
LISTE DES FIGURES.....	XXI
LISTE DES ÉQUATIONS.....	XXV
LISTE DES ABRÉVIATIONS.....	XXVII
INTRODUCTION.....	1
1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	5
1.1 DRAINAGE MINIER ACIDE.....	5
1.1.1 Définition et formation du DMA.....	5
1.1.2 Production de DMA au Canada et au Québec.....	7
1.2 GESTION DES EAUX MINIÈRES ET RÉGLEMENTATION.....	8
1.3 TECHNOLOGIES DE TRAITEMENT DU DMA.....	9
1.3.1 Technologies de traitement conventionnel (traitement actif).....	10
1.3.2 Technologies de traitement passif.....	11
1.3.3 Biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR).....	12
1.4 GESTION DES DÉCHETS SOLIDES CONTAMINÉS EN MÉTAUX LOURDS.....	15
1.4.1 Généralités sur les techniques de gestion/traitement des déchets solides contaminés.....	15
1.4.2 Stabilisation des métaux.....	18
1.5 MÉTHODES DE CARACTÉRISATION ET D'ÉVALUATION DE LA DISPONIBILITÉ DES MÉTAUX APPLICABLES AUX MATÉRIAUX CONTAMINÉS ISSUS DES BPSR STABILISÉS OU NON.....	30
1.5.1 Essais statiques de lixiviation.....	31
1.5.2 Essais cinétiques.....	35
1.6 HYPOTHÈSES, OBJECTIFS DE RECHERCHE ET ORIGINALITÉ.....	37
1.6.1 Hypothèses.....	37

1.6.2	Objectifs de l'étude	37
1.6.3	Originalité	39
2	MÉTHODOLOGIE	40
2.1	DÉVELOPPEMENT DE NOUVEAUX BPSR ET PRÉPARATION DE MATÉRIAUX CONTAMINÉS EN MÉTAUX	41
2.1.1	Choix et caractérisation des matériaux constituant le mélange réactif des biofiltres	41
2.1.2	Montage des biofiltres	44
2.1.3	Composition du DMA	52
2.1.4	Suivi des paramètres microbiologiques et chimiques des BPSR	53
2.1.5	Caractérisation des matériaux réactifs post-traitement	54
2.2	STABILISATION DES MATÉRIAUX RÉACTIFS CONTAMINÉS	55
2.2.1	Évaluation de la disponibilité des contaminants inorganiques	55
2.2.2	Essais statiques : Mesure du Potentiel Net de Neutralisation (PNN)	58
2.2.3	Essais cinétiques	58
2.3	MÉTHODES ANALYTIQUES.....	70
2.3.1	Teneur en eau	70
2.3.2	Détermination du pH et Eh	70
2.3.3	Dosage de l'acidité et de l'alcalinité	71
2.3.4	Capacité d'échange cationique	71
2.3.5	Pouvoir calorifique	72
2.3.6	Carbone, azote, soufre et hydrogène	72
2.3.7	Analyse des métaux par ICP-AES	72
2.3.8	Dénombrement des populations microbiennes	73
3	RÉSULTATS ET DISCUSSION	75
3.1	ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE LA COMPOSITION DES BIORÉACTEURS SUR LES PERFORMANCES DE TRAITEMENT DU DMA.....	75
3.1.1	Caractérisation des matériaux constituant les différents bioréacteurs étudiés	75
3.1.2	Performances des bioréacteurs pour le traitement de DMA	83
3.1.3	Mécanismes d'enlèvement des métaux par les bioréacteurs	105
3.1.4	Synthèse des essais de traitement de DMA	108
3.2	STABILITE DES BIOFILTRÉS APRÈS TRAITEMENT DU DMA FERRIFÈRE	110
3.2.1	Caractérisation et détermination du potentiel de lixiviation ainsi que du potentiel de génération d'acidité des biofiltres (sans amendement)	110
3.2.2	Évaluation préliminaire de la capacité de différents amendements sur la stabilité des biofiltres post-démantèlement	114
3.2.3	Caractérisation des différents biofiltres amendés ou non à la fin des essais MCA	143
3.2.4	Synthèse des essais en MCA	146

3.3	ÉVALUATION DE DIFFÉRENTS SCÉNARIOS DE STOCKAGE DES BIOFILTRES APRES UTILISATION AVEC OU SANS AMENDEMENTS ALCALINS À L'AIDE DES ESSAIS CINÉTIQUES EN COLONNES.....	149
3.3.1	<i>Description des scénarios et configuration des colonnes.....</i>	149
3.3.2	<i>Comparaison des amendements en conditions saturées et non-saturées</i>	150
3.3.3	<i>Comparaison du mode d'entreposage</i>	173
3.3.4	<i>Comparaison du mode d'ajout des amendements</i>	182
3.3.5	<i>Évolution des BSR, des BHAT et des BSO</i>	193
3.3.6	<i>Synthèse des essais en colonnes</i>	197
3.4	DÉTERMINATION DU POTENTIEL DE LIXIVIATION DES BIOFILTRES CONTAMINÉS (B1 ET B2) APRÈS LEUR ENTREPOSAGE DANS DIFFÉRENTES CONDITIONS, AVEC OU SANS AMENDEMENT	200
4	CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	209
	RÉFÉRENCES.....	215
	ANNEXE 1	259
	ANNEXE 2	274
	ANNEXE 3	275

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Données sur les aires d'accumulation de rejets miniers au Québec (Bienvenu, 2003)	8
Tableau 2	Exigence au point de rejet de l'effluent final (D019 – Version de 2012).....	9
Tableau 3	Classement en fonction de la nature des procédés de traitement de matrices solides contaminées par des métaux (adapté de Alzieu, 1999; Conner, 1990; Giasson <i>et al.</i> , 2006; Kribi, 2005; Melamed <i>et al.</i> , 2003; Mulligan <i>et al.</i> , 2000; Sirven, 2006).....	17
Tableau 4	Classement en fonction du lieu de traitement (adapté de Alzieu 1999; Conner, 1990; Kribi, 2005 ; Mulligan <i>et al.</i> , 2000; Sirven, 2006)	17
Tableau 5	Composition chimique (% massique) déterminée par spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF) semi-quantitatif de CVB produites au Québec (Calugaru, 2014).....	21
Tableau 6	Composition chimique typique des PFC (Modifié de Collins et Emery, 1983 et d'O'Hearn et Walton, 2002)	27
Tableau 7	Différents phosphates de calcium	29
Tableau 8	Concentrations maximales d'un contaminant dans une matière liquide ou dans le lixiviat issu d'une matière solide au Québec (Tiré de l'article 3 du Règlement sur les matières dangereuses, Québec, 1997).....	32
Tableau 9	Principaux matériaux répertoriés en Abitibi et leurs caractéristiques physiques, chimiques et microbiologiques ainsi que leurs rôles dans le traitement de DMA (CTRI, 2012)	43
Tableau 10	Composition des mélanges réactifs utilisés dans les BC (Neculita, 2008), B1 et B2	44
Tableau 11	Proportion de différents composants des mélanges réactifs utilisés dans les B1 (C, T et TS)	46
Tableau 12	Composition du DMA synthétique	53
Tableau 13	Type et fréquence des analyses.....	54
Tableau 14	Proportions des amendements à ajouter aux BPSR.....	61
Tableau 15	Analyses effectuées sur les filtrats et sur les solides.....	62
Tableau 16	Proportions des amendements alcalins ajoutés aux BPSR	65
Tableau 17	Composition des mélanges de chaque colonne	69
Tableau 18	Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des différents composants utilisés dans les bioréacteurs B1 et B2	78
Tableau 19	Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des différents composants utilisés dans les bioréacteurs B1 et B2	79
Tableau 20	Caractéristiques granulométriques des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2)	81
Tableau 21	Conductivité hydraulique des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2)	83
Tableau 22	Caractéristiques physico-chimiques des biofiltres après traitement des DMA.....	112

Tableau 23	Cumul des quantités de métaux et éléments nutritifs retenus par les biofiltres (B1C, B1T, B1TS et B2) (exprimées en mg/kg de matériaux dans le bioréacteur)	113
Tableau 24	Détermination des teneurs et de la disponibilité des métaux et des éléments nutritifs présents dans les biofiltres post-démantèlement	113
Tableau 25	Estimation du PNN et du ratio PN/PA des biofiltres B1 et B2 post-démantèlement	113
Tableau 26	Caractérisation physico-chimique des différents amendements utilisés	115
Tableau 27	Composition élémentaire des différents amendements utilisés	115
Tableau 28	Composition élémentaire initiale des mélanges testés en MCA (mg/kg)	119
Tableau 29	Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en MCA	124
Tableau 30	Taux de libération des principaux éléments et coefficients de détermination.....	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 31	Taux de rétention des éléments (en %) dans les différents mélanges testés à la fin des essais en MCA	136
Tableau 32	Évolution de la densité des BSR présentes dans les lixiviats récupérés des MCA	142
Tableau 33	Évolution de la densité des BHAT présentes dans les lixiviats récupérés des MCA	143
Tableau 34	Caractérisation des MCA à la fin des essais	146
Tableau 35	Description des vingt colonnes (C1 à C20) testées	149
Tableau 36	Concentrations élémentaires (mg/L) maximales en métaux lors des essais en colonnes	155
Tableau 37	Concentrations élémentaires (mg/L) moyennes en métaux lors des essais en colonnes.....	156
Tableau 38	Taux de libération des principaux éléments et coefficients de détermination.....	166
Tableau 39	Taux de rétention des éléments (en %) dans les différents mélanges testés à la fin des essais en colonnes.....	169
Tableau 40	Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en colonnes.....	176
Tableau 41	Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en colonnes.....	186
Tableau 42	Évolution de la densité des BSR, des BHAT et des BSO (en UFC/100 mL) présentes dans les lixiviats récupérés à la sortie des colonnes.....	196
Tableau 43	Disponibilités des métaux (TCLP, SPLP, eau neutre) dans les biofiltres B1 et B2 pré- et post-colonnes (mg/L)	205
Tableau 44	Disponibilités des métaux (TCLP, SPLP, eau neutre (TE)) évaluées pour les différents mélanges avec amendement lors du démantèlement des colonnes (mg/L)	207

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Principales techniques de traitement du DMA.....	10
Figure 2	Production de l'aluminium et des RMB à travers le procédé Bayer (Énergies Renouvelables et Environnement, 2016).....	24
Figure 3	Composition minéralogique des RMB (Adaptée de Gräfe <i>et al.</i> , 2011 et de Klauber <i>et al.</i> , 2011)....	25
Figure 4	Classification des résidus en fonction du PNN et du NPR (Adaptée de Bouzahzah <i>et al.</i> , 2014).....	35
Figure 5	Schéma générale de la démarche méthodologique.....	40
Figure 6	Schéma représentant le montage et la configuration des B1	45
Figure 7	Photographie illustrant les différentes étapes de construction des B1.....	48
Figure 8	Vue globale des systèmes de traitement du DMA (B1)	49
Figure 9	Photographies illustrant les différentes étapes de construction des B2 : a. les différents composants du mélange, b. géotextile au fond du baril, c. mise en place d'une couche de copeaux en-dessous du biofiltre et d. mise en place d'une couche de copeaux au-dessus du biofiltre	51
Figure 10	Une vue de l'ensemble du système de traitement de DMA	52
Figure 11	Montage d'une mini-cellule d'altération (adapté de Genty <i>et al.</i> , 2012)	60
Figure 12	Présentation des différents scénarios de stabilisation investigués.....	66
Figure 13	Photographie illustrant le montage des vingt colonnes (C1 à C20)	67
Figure 14	Répartition de la taille des particules des bioréacteurs B1C, B1T et B2	81
Figure 15	Variation du pH du DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)	85
Figure 16	Variation du Eh mesuré dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)	88
Figure 17	Photographie des sulfures métalliques obtenus au cours des essais de traitement du DMA par les BPSR.....	89
Figure 18	Évolution de l'alcalinité (a.) et de l'acidité (b.) mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1	91
Figure 19	Évolution des teneurs en sulfates mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.).....	93
Figure 20	Évolution des teneurs en fer mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.).....	96
Figure 21	Évolution des teneurs en manganèse mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.).....	100
Figure 22	Évolution de la densité des BSR présentes dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.).....	104

Figure 23	Fractionnement géochimique des métaux présents dans les bioréacteurs étudiés (B1 (a.) et B2 (b.))	107
Figure 24	Évolution des pH lors des essais en mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	121
Figure 25	Évolution des Eh lors des essais en mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	122
Figure 26	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	128
Figure 27	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	129
Figure 28	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	130
Figure 29	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	131
Figure 30	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	132
Figure 31	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des mini-cellules constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	133
Figure 32	Évolution de la concentration cumulée en Ca en fonction de celle en S des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	135
Figure 33	Déplétion du Ca des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	138
Figure 34	Déplétion du S des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)	139
Figure 35	Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) en conditions saturées lors des essais cinétiques en colonnes	151
Figure 36	Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) en conditions non-saturées lors des essais cinétiques en colonnes	152

Figure 37	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al mesurées dans les lixiviats issus des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d).....	159
Figure 38	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non saturées (c, d)	160
Figure 39	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	161
Figure 40	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	162
Figure 41	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	163
Figure 42	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	164
Figure 43	Évolution de la concentration cumulée en Ca en fonction de celle en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	167
Figure 44	Déplétion du Ca des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, c) et non-saturées (b, d)	170
Figure 45	Déplétion du S des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)	171
Figure 46	Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) lors des essais cinétiques en colonnes	174
Figure 47	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	179
Figure 48	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	179
Figure 49	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	180

Figure 50	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	180
Figure 51	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	181
Figure 52	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)	181
Figure 53	Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B2 avec PFCB sous forme de mélange ou de recouvrement en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.) lors des essais cinétiques en colonne	184
Figure 54	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	189
Figure 55	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	189
Figure 56	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	190
Figure 57	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	190
Figure 58	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	191
Figure 59	Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)	191

LISTE DES ÉQUATIONS

Équation 1	$\text{FeS}_2 + 7/2 \text{O}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2 \text{SO}_4^{2-} + 2 \text{H}^+$	6
Équation 2	$\text{Fe}^{2+} + 1/4 \text{O}_2 + \text{H}^+ \rightarrow \text{Fe}^{3+} + 1/2 \text{H}_2\text{O}$	6
Équation 3	$\text{Fe}^{3+} + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3 \text{H}^+$	6
Équation 4	$\text{FeS}_2 + 14 \text{Fe}^{3+} + 8 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 15 \text{Fe}^{2+} + 2 \text{SO}_4^{2-} + 16 \text{H}^+$	6
Équation 5	Réaction d'oxydation directe des minéraux sulfureux par diverses bactéries.....	6
Équation 6	$\text{SO}_4^{2-} + 2 \text{CH}_2\text{O} + 2 \text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{S} + 2 \text{H}_2\text{CO}_3$	13
Équation 7	$\text{Me}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow \text{MeS} + 2 \text{H}^+$	13
Équation 8	Détermination de la teneur en eau	70

LISTE DES ABRÉVIATIONS

α TCP	Phosphate tricalcique α
β TCP	Phosphate tricalcique β
AAS	Spectrométrie d'absorption atomique
ABA	<i>Acid-base accounting</i>
ACP	Phosphate tricalcique apatitique
AMQ	Association minière du Québec
BHAT	Bactéries hétérotrophes anaérobies totales
BPSR	Biofiltres passifs sulfato-réducteurs
BSPSR	Biofiltres semi-passifs sulfato-réducteurs
BSO	Bactéries sulfato-oxydantes
BSR	Bactéries sulfato-réductrices
BPSR C	BPSR développé par Neculita (2008)
BPSR T	BPSR contenant les copeaux de Tremble
BPSR TS	BPSR abiotique contenant les copeaux de Tremble
Ca-HAP	Hydroxyapatite calcique
CC	Cendres de cogénération
CEAEQ	Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
CEC	Capacité d'échange cationique
COD	Carbone organique dissous
CTRI	Centre technologique des résidus industriels
CV	Cendres volantes
CVB	Cendres volantes de biomasse
DAC	Drain anoxique calcaire
D CPA	Phosphate di-calcique anhydre
D CPD	Phosphate di-calcique hydraté
DMA	Drainage minier acide
DOC	Drain oxique calcaire
D019	Directive 019
ENH	Électrode normale à hydrogène

ICP-AES	<i>Inductively coupled plasma –atomic emission spectroscopy</i>
HAP	Hydroxyapatite
MCA	Mini-cellule d'altération
MCP	Phosphate mono-calcique hydraté
MCPA	Phosphate mono-calcique anhydre
MELCC	Ministère de l'environnement et de la lutte contre les changements climatiques
MEB	Microscope à balayage électronique
NPP	Fermentation en tubes multiples
NPR	Rapport PN/PA
OCP	Phosphate octo-calcique
PA	Potentiel d'acidité (kg CaCO ₃ /t)
PFC	Poussières de four à chaux
PFCB	Poussières de four à chaux provenant de Bedford
PFCM	Poussières de four à chaux provenant de Marbelton
PGA	Potentiel de génération d'acide
PN	Potentiel de neutralisation (kg CaCO ₃ /t)
PNN	Potentiel net de neutralisation
PES	Procédure d'extraction séquentielle
RMB	Boues rouges d'aluminerie
<i>SPLP</i>	<i>Synthetic precipitation leaching procedure</i>
<i>SWEP</i>	<i>Special waste extraction procedure</i>
<i>US EPA</i>	<i>United States Environmental protection agency</i>
TE	Test à l'eau neutre
<i>TCLP</i>	<i>Toxic characteristic leaching procedure</i>
tm	Tonne métrique
TTCP	Phosphate tétra-calcique
XRF	Spectrométrie de fluorescence des rayons X

INTRODUCTION

L'industrie minière représente un acteur socio-économique majeur à travers le monde (AMQ, 2015). Toutefois, l'industrie minière québécoise génère des quantités considérables de rejets liquides et solides. À titre d'exemple, plus de 34 Mt de résidus miniers et 44 Mt de stériles ont été générés au Québec en 2002 (AMQ, 2015). En plus de leur teneur en métaux/métalloïdes, ces rejets peuvent contenir des minéraux sulfureux. Une fois en contact avec de l'eau et de l'oxygène, ces derniers peuvent engendrer du drainage minier acide (DMA), caractérisé par un pH faible et des concentrations importantes en sulfates, en métaux et/ou métalloïdes. Le DMA est un problème environnemental majeur qui soulève encore aujourd'hui de nombreuses préoccupations (Aubertin *et al.*, 2002a; Cravotta, 2008; Kalin *et al.*, 2006; Mermillod-Blondin, 2005; Palmer *et al.*, 2010; Roberston et Kristen, 1989). En effet, en raison d'une potentielle migration du DMA au sein des réseaux hydrographiques ou hydrogéologiques, le risque de contamination des écosystèmes associés peut être élevé (Bussière *et al.*, 2010; Melanson, 2006).

Afin de pallier à ce problème et de répondre aux exigences et aux normes environnementales de plus en plus contraignantes pour les sociétés minières, de nouvelles techniques de prévention et de traitement du DMA doivent être mises en œuvre. Bien que les méthodes de traitement actives soient monnaie courante durant l'opération d'une mine, elles ne représentent pas la meilleure solution pour traiter le DMA issu des sites inactifs (à la fin de l'exploitation) ou abandonnés. En effet, ce mode de gestion présente certains inconvénients tels que des coûts élevés, une nécessité d'entretien et un volume important de boues produites. De plus, ces méthodes de traitement ne sont pas considérées comme étant des méthodes de restauration admissibles. Par conséquent, les opérateurs miniers et le gouvernement misent sur le développement de systèmes de traitement passifs plus efficaces et moins coûteux, tels que les traitements biochimiques. Ces procédés offrent généralement une alternative efficace nécessitant peu de maintenance. De plus, ils s'inscrivent parfaitement dans le cadre de la Politique du développement durable instaurée au Québec étant donné qu'ils sont basés sur l'utilisation de

matériaux naturels et/ou de résidus industriels le plus souvent non valorisés et disponibles en grandes quantités.

Parmi ces méthodes de traitement biochimique, les biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR) s'avèrent efficaces pour le traitement de DMA (e.g., Genty *et al.*, 2018 ; Kilborn, 1999; Neculita, 2008; Potvin, 2009, Zagury *et al.*, 2006). Les BPSR sont des techniques de traitement basées sur l'utilisation des bactéries sulfato-réductrices (BSR) qui tirent leur besoin énergétique en oxydant la matière organique et en réduisant les sulfates en sulfures d'hydrogène, favorisant ainsi la précipitation des métaux sous forme de sulfures. Durant ces dernières années, de nombreux travaux ont été effectués afin de déterminer la composition d'un mélange réactif optimal, capable de traiter efficacement le DMA à long terme et à moindres coûts.

Au meilleur de nos connaissances, aucune étude ne s'est concentrée sur le devenir de ces matériaux saturés en contaminants inorganiques et sur leur stabilité à long terme. Toutefois, de nombreuses études ont démontré l'efficacité de différents résidus alcalins, générés en grandes quantités et posant un sérieux problème de stockage et de gestion aux industries, (e.g. boues rouges, composés phosphatés, cendres volantes, poussières de four à chaux) à stabiliser les contaminants inorganiques présents dans les sols et les effluents contaminés ainsi que dans les résidus miniers (Doye, 2005; Melamed *et al.*, 2003; Miretzky et Fernandez-Cerelli, 2008; Mylona *et al.*, 2000; Paradis, 2004; Xenidis *et al.*, 2010). Cependant, leur applicabilité en vue d'améliorer la stabilité des matériaux saturés issus des BPSR n'a jamais été investiguée.

L'objectif général de ce projet de recherche était de développer des systèmes biochimiques de traitement semi-passifs du drainage minier acide (DMA) ferrifère incorporant des matériaux produits localement en vue de les valoriser et d'évaluer la stabilité de ces matériaux sur le long-terme selon les scénarios de gestion envisagés. Pour répondre à cet objectif, cette thèse a été articulée autour de deux axes de travail : (i) le développement d'un nouveau système de traitement semi-passif du DMA ferrifère, typique de l'Abitibi-Témiscamingue, à partir de matériaux disponibles localement en grandes quantités, et (ii) l'évaluation des résidus alcalins les plus appropriés pour stabiliser les métaux retenus dans les BPSR ainsi que le choix des scénarios de stockage les plus sécuritaires pour l'environnement à long terme.

De ce fait, le présent document est organisé en quatre sections. Dans un premier temps, l'état de l'art sur les technologies de traitement du DMA et sur la gestion des déchets solides contaminés est présenté. Dans un deuxième temps, la méthodologie appliquée dans le cadre de ce travail de recherche est mise en avant. Ensuite, les résultats sont présentés et discutés en fonction des deux axes de travail mentionnés précédemment. Il est à noter qu'une synthèse est présentée à la fin de chaque section afin de simplifier la lecture et la compréhension du document au lecteur. Pour terminer, les conclusions principales ainsi que les recommandations de travail sont mises en exergue dans la section finale.

1 REVUE DE LITTÉRATURE

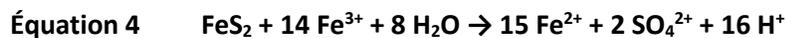
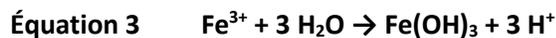
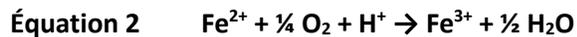
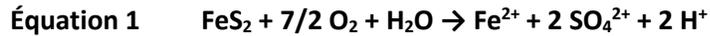
1.1 Drainage minier acide

1.1.1 Définition et formation du DMA

Considéré comme le plus important défi environnemental de l'industrie minière, le drainage minier acide (DMA) est l'une des sources de contamination des eaux minières (Lamontagne, 2001; Mermillod-Blondin, 2005; Park *et al.*, 2014). Le DMA est produit naturellement suite à une oxydation biochimique directe et indirecte des minéraux sulfurés présents dans les résidus miniers une fois exposés à l'air et à l'eau (Bussière *et al.*, 2004; Cox, 1998; Gibert *et al.*, 2011; Gray, 1996; Johnson et Hallberg, 2005a; Lamontagne, 2001; Wang et Zhou, 2012). Cette oxydation génère une forte concentration en sulfates, de l'acidité suite à la production d'acide sulfurique, un faible pH se situant souvent entre 1 et 4, et donc une dissolution des métaux/métalloïdes potentiellement toxiques contenus dans les résidus sulfureux (Aubé, 2004; Aubertin *et al.*, 2002; Brierley, 1982; Macías *et al.*, 2012a; Mylona *et al.*, 2000; Rawlings, 2002).

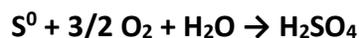
Les réactions d'oxydation des minéraux sulfureux sont bien connues et largement documentées dans la littérature scientifique. L'oxydation des sulfures peut se dérouler en deux phases, une oxydation directe suivie par une autre indirecte. Étant donné que la pyrite (FeS_2) est le principal sulfure responsable de la génération du DMA, Gray (1996) ainsi que Singer et Stumm (1970a) ont décrit les équations d'oxydation entraînant la production de DMA (Équations 1 à 4). L'Équation 1 décrit l'oxydation directe de la pyrite en présence d'oxygène et d'eau. Les ions hydrogène (H^+) produits lors de cette réaction acidifient progressivement le milieu en favorisant l'oxydation du fer ferreux (Fe^{2+}) en fer ferrique (Fe^{3+}) (Équation 2). Lorsque le pH est supérieur à 4, les ions Fe^{3+} précipitent sous forme d'hydroxyde ferrique ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) selon l'Équation 3, tout en libérant davantage d'acidité dans l'eau. Cependant, lorsque le pH est inférieur à 4, les ions Fe^{3+} ne précipitent plus et restent en solution; participant ainsi à l'oxydation de la pyrite par voie indirecte, tout en libérant encore plus d'acide (1 mole de pyrite oxydée génère 16 moles de H^+) dans l'environnement (Équation 4). D'après Mylona *et al.* (2000), l'oxydation de la pyrite par les

ions Fe^{3+} est de 10 à 100 fois plus rapide que son oxydation directe par l'oxygène et l'eau. De ce fait, l'oxydation indirecte génère encore plus d'acidité que celle produite lors de l'oxydation directe de la pyrite par l'oxygène.



Par ailleurs, l'acidification du milieu ($\text{pH} < 4,5$) favorise le développement de diverses bactéries notamment *Acidithiobacillus ferrooxidans*, *Leptospirillum ferrooxidans* et *Acidithiobacillus thiooxidans*, et augmente ainsi leur action. Ces bactéries ont la capacité de catalyser l'oxydation des minéraux sulfureux, soit par voie directe selon l'Équation 5 ou par voie indirecte en oxydant les ions Fe^{2+} en ions Fe^{3+} , ce qui se traduit par une forte accentuation de la production de DMA (Aubertin *et al.*, 2001; Gonzalez-Toril *et al.*, 2003; Hallberg et Johnson, 2003; Leduc *et al.*, 2002; Nordstrom *et al.*, 2000; Rawlings et Johnson, 2007; Suzuki et Takeuchi, 1994; White, 2000).

Équation 5 Réaction d'oxydation directe des minéraux sulfureux par diverses bactéries



Les bactéries responsables du DMA sont mobiles et très résistantes, elles vivent dans des milieux où le pH varie entre 1,0 et 3,5. Elles sont de type gram négative, aérobies, non sporulantes et chimiolithotrophes (Bitton, 2005; Ehrlich, 2001; Leduc et Ferroni, 1994; Nordstrom et Southam, 1997; Rawlings et Johnson, 2007; Rawlings et Kusano, 2001; Tuovinen et Kelly, 1972). Elles sont également responsables de l'augmentation des cinétiques des réactions d'oxydation des minéraux sulfureux d'un facteur pouvant aller jusqu'à plus de 100 (Singer et Stumm, 1970).

L'ensemble de ces réactions d'oxydation est responsable de la production d'un DMA très acide et fortement chargé en sulfates et en métaux/métalloïdes dissous pouvant engendrer des effets indésirables sur les milieux où s'écoule ce DMA (Gray, 1997; Holmström *et al.*, 1999; Rawlings, 2002). Gray (1997) ainsi que Rawlings (2002) ont bien détaillé l'impact du DMA sur les écosystèmes aquatiques, mettant en évidence qu'il représente une menace potentielle permanente pour la santé de l'Homme, de la faune et/ou de la flore.

1.1.2 Production de DMA au Canada et au Québec

L'industrie minière représente une activité économique très importante pour le Canada qui est l'un des plus grands exportateurs de métaux et de minéraux transformés au monde. Cependant, au début du XXI^{ème} siècle, le secteur minier canadien comptait environ 13 milliards de tonnes de rejets de concentrateurs et de stériles entreposés en surface, dont près de 350 Mt sont potentiellement générateurs d'acide (AMQ, 1991; Aubertin *et al.*, 2002, Doye, 2005). Au Québec, les industries minières génèrent annuellement près de 100 Mt de rejets miniers recouvrant une superficie de plus de 8 000 hectares, dont 36% se classent comme générateurs de DMA (Aubertin *et al.*, 2002; Bienvenu, 2003). De nos jours, 14 182 hectares de terrain sont recouverts par ces rejets dont seulement 3 207 hectares sont restaurés ([Tableau 1](#)).

Tableau 1 Données sur les aires d'accumulation de rejets miniers au Québec (Bienvenu, 2003)

Catégorie	Nombre		Superficie perturbée (ha)			Superficie restaurée (ha)		
	Actifs	Inactifs	Résidus	Stériles	Bassins	Résidus	Stériles	Bassins
Acide	43	86	3 689	273	671	1 050	42	43
Neutre	70	143	4 873	1 193	456	1 264	38	125
Basique	22	61	1 653	1 323	51	383	262	0
Total	135	290	10 215	2 789	1 178	2 697	342	168
Grand total	425		14 182			3207		

1.2 Gestion des eaux minières et réglementation

L'activité minière est assujettie à la Loi sur la qualité de l'environnement, et plus spécifiquement, à la D019 sur l'industrie minière. Afin de faire face au problème de DMA, reconnu pour être l'une des problématiques environnementales les plus importantes de l'industrie minière et du gouvernement, la D019 (Loi sur les mines M-13.1) oblige chaque exploitant de mine ou d'usine à soumettre au Ministre des Ressources Naturelles un plan de réaménagement et de restauration. Une garantie financière représentant 100% des coûts estimés dans le plan de réaménagement et de restauration doit être déposée avant d'entreprendre toute activité minière. De même, la D019 interdit le rejet au point de déversement d'un effluent final dont le pH est inférieur à 6,0 ou supérieur à 9,5 et dont les concentrations en métaux (entre autres) dépassent les critères définis et présentés au [Tableau 2](#) (MELCC, 2012). De plus, cette D019 exige que la toxicité de l'effluent final soit inférieure au niveau de létalité aiguë selon les tests de truites arc-en-ciel (*Oncorhynchus mykiss*) et de daphnies (*Daphnia magna*).

Tableau 2 Exigence au point de rejet de l'effluent final (D019 – Version de 2012)

Élément	As	Cu	Pb	Ni	Zn	Fe	MES
Concentration moyenne mensuelle acceptable (mg/L)	0,2	0,3	0,2	0,5	0,5	3,0	15
Concentration maximale acceptable (mg/L)	0,4	0,6	0,4	1,0	1,0	6,0	30

De ce fait, les entreprises minières en opération doivent respecter ces normes environnementales et, par conséquent, empêcher l'oxydation des minéraux sulfurés présents dans les résidus miniers générateurs de DMA. Différentes méthodes de contrôle et de prévention de la production de DMA ont ainsi été développées et peuvent être utilisées (Aubertin *et al.*, 2002 ; Bussière *et al.*, 2010). Cependant, si le processus de production du DMA est déjà entamé sur un site minier, comme c'est le cas des mines abandonnées, il faut également décontaminer les eaux antérieurement polluées par le DMA, en plus de freiner sa production. Pour ce faire, différents types de traitements actifs ou passifs peuvent être utilisés (Johnson et Hallberg, 2005; Skousen *et al.*, 2017).

1.3 Technologies de traitement du DMA

Plusieurs techniques de traitement (Figure 1) ont été développées au cours de ces dernières années pour neutraliser et décontaminer les effluents acides produits sur les sites miniers afin d'assurer la décharge dans l'environnement d'un effluent non toxique et non dangereux, répondant ainsi aux normes fixées par la D019. Les techniques de traitement sont généralement classées en deux catégories, les systèmes actifs et les systèmes passifs (*e.g.*, Johnson et Halberg, 2005). Il est à noter que des sous-catégories (*e.g.*, abiotiques, biologiques) sont parfois distinguées (Genty, 2011). Par conséquent, après avoir bien caractérisé les différents paramètres clés du DMA, une technique de traitement peut être sélectionnée. Cette technique doit à la fois être efficace sur le plan environnemental et être appropriée sur le plan économique.

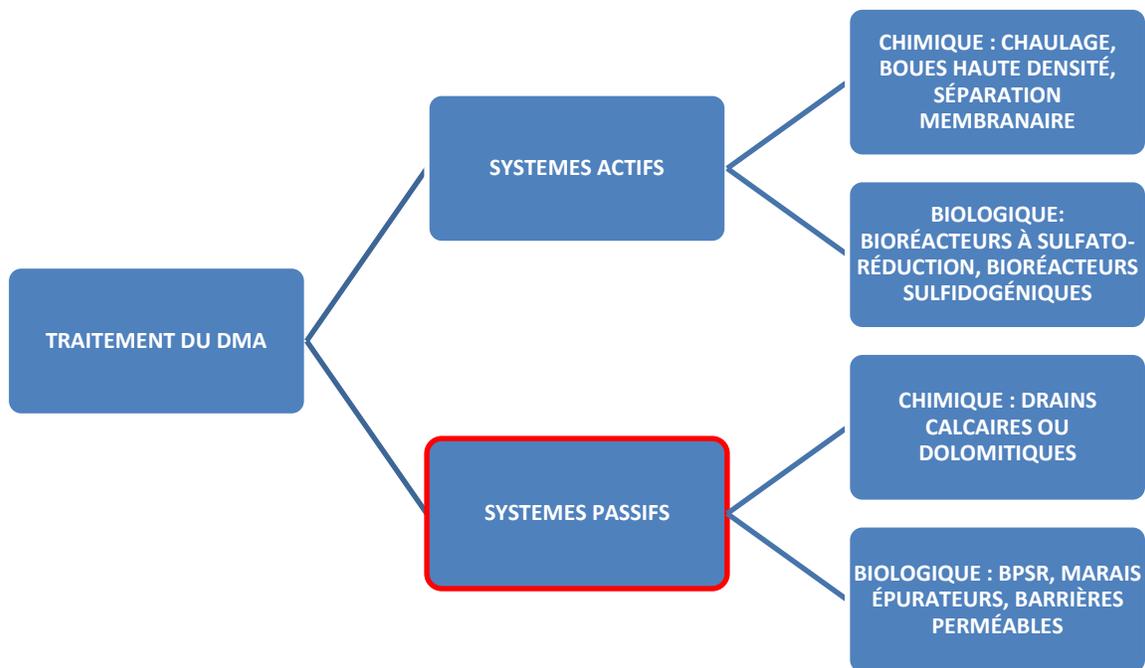


Figure 1 Principales techniques de traitement du DMA

1.3.1 Technologies de traitement conventionnel (traitement actif)

De nombreux traitements conventionnels, ou dits actifs, ont été développés afin de traiter les effluents contaminés par un DMA. Ces derniers, peuvent être traités par voie chimique en ajoutant en continu des composés alcalins (chaux, carbonate de sodium, hydroxyde de sodium, etc.) afin de neutraliser l'acidité et de favoriser la précipitation des métaux présents dans le DMA sous forme d'hydroxydes et/ou de carbonates (Aubertin *et al.*, 2002; Brown *et al.*, 2002; Elliott *et al.*, 1998; Melanson, 2006). En plus de ces procédés chimiques, les systèmes actifs comprennent d'autres procédés de traitement, à savoir, les traitements biologiques, l'osmose inverse, la distillation, l'électrodialyse et la récupération électrolytique (Aubertin *et al.*, 2002; Prasad et de Oliveira Freitas, 1999). Cependant, les traitements chimiques de neutralisation restent quand même la voie la plus utilisée pour traiter le DMA. Ceci est notamment dû au fait qu'ils sont moins onéreux que les autres traitements actifs, en plus d'être aussi efficaces. En général, les traitements actifs s'avèrent coûteux comparativement aux systèmes passifs étant donné qu'ils nécessitent beaucoup d'espace pour la conception des bassins et des équipements,

ainsi que l'ajout de produits chimiques. De plus, ces procédés de traitement nécessitent un entretien continu et une gestion adéquate des boues produites en grandes quantités. En effet, la quantité de boues générées par la neutralisation active pourrait même dépasser le volume du parc à résidus original (Chatterjee et Dasgupta, 2005; Gould et Kappor, 2003; Vitor *et al.*, 2015). De ce fait, ces systèmes sont surtout adaptés à la gestion de DMA sur des sites actifs (MEND, 1999). Néanmoins, et en dépit de leur efficacité, ces modes de traitement chimique ne peuvent pas être utilisés pour traiter des effluents présents sur des sites abandonnés, étant donné que ni le gouvernement ni les entreprises minières ne peuvent ni assurer le suivi parfois contraignant (entretien, suivi des performances de traitement), ni assumer les coûts considérables d'opération (de traitement). Pour l'ensemble de ces raisons, le développement des techniques de traitement passif devient de plus en plus une solution alternative pour traiter les effluents acides générés sur les sites miniers et plus particulièrement sur les sites abandonnés ou inactifs.

1.3.2 Technologies de traitement passif

Au cours de ces vingt dernières années, un nombre considérable de techniques de traitement passif a vu le jour. Ces modes de traitement ont été développés dans l'optique de remédier aux principales difficultés posées par les traitements actifs (coûts élevés, nécessité de suivi et d'entretien) et de pouvoir ainsi les appliquer sur des sites miniers abandonnés (Melanson, 2006; Neculita *et al.*, 2007). Les traitements passifs reproduisent des processus de traitement chimique, biologique et physique déjà présents dans la nature. Ces procédés ont pour objectif de neutraliser l'acidité du DMA, d'augmenter l'alcalinité, de réduire les teneurs en sulfates ainsi qu'en fer dissous et de faire précipiter les métaux présents dans le DMA (Clyde, 2008; Doye, 2005; Gibert *et al.*, 2013; Hedin *et al.*, 1994a; Melanson, 2006; Neculita, 2008; Potvin, 2009).

Les traitements passifs peuvent être chimiques, ou dits abiotiques. Dans ces modes de traitement, le DMA est mis en contact avec un agent neutralisant, tel que le calcaire, afin d'augmenter le pH, l'alcalinité et de précipiter les métaux. Parmi les traitements de types abiotiques, il est possible de citer les drains anoxique (DAC) ou oxiqne calcaire (DOC) ainsi que

les tranchées anoxiques calcaires (TOC) (Johnson et Hallberg, 2005; Potvin, 2009). Parmi les procédés passifs de traitement de type biologique, nous retrouvons les bioréacteurs passifs sulfato-réducteurs (BPSR), les marais épurateurs anaérobies et les murs réactifs sulfato-réducteurs (Gazea *et al.*, 1996 ; Genty, 2011 ; Johnson et Hallberg, 2005; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009). Ces méthodes biologiques de traitement passif sont basées sur la capacité de certaines bactéries, notamment les bactéries sulfato-réductrices (BSR), à générer de l'alcalinité et à immobiliser les métaux sous forme de précipités sulfurés par réduction des sulfates présents en solution en sulfures. Par ailleurs, de nombreuses études ont démontré l'efficacité de ces systèmes à traiter les DMA à moindres coûts, tout en générant des quantités minimales de boues en comparaison avec les systèmes actifs (Brunet, 2000; Genty, 2011; Kaksonen et Puhakka, 2007; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009; Vitor *et al.*, 2015).

Les modes de traitement passifs sont moins onéreux, moins nocifs pour l'environnement et exigent pas ou peu d'entretien comparativement aux traitements actifs (Brunet, 2000). À titre d'exemple, les coûts associés à une neutralisation utilisée dans des systèmes actifs peuvent être de 71% à 311% plus élevés que ceux liés à la neutralisation passive (Gusek, 1995). Ces différences de coûts de gestion proviennent du fait que les systèmes de traitement passifs n'utilisent que des matières résiduelles ou des matériaux naturels tels que la dolomite et les cendres de cogénération, ce qui réduit considérablement les coûts (Gazea *et al.*, 1996; Genty, 2012a,b; Hedin *et al.*, 1994a; Kleinmann, 1991; Potvin, 2009; Skousen *et al.*, 2017).

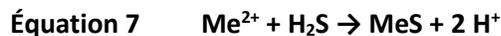
Le débit et la caractérisation chimique du DMA à traiter ainsi que la topographie et les caractéristiques du site représentent les paramètres clés pour la sélection d'une méthode de traitement passif approprié (Hedin *et al.*, 1994b; Skousen et al, 2017). Dans le cadre de ce projet, nous allons plus particulièrement nous intéresser aux procédés de traitement passifs anaérobies.

1.3.3 Biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR)

1.3.3.1 Généralités sur les BPSR

Parmi les systèmes de traitement passifs anaérobies, il est possible de distinguer les biofiltres passifs sulfato-réducteurs (BPSR). Ces derniers sont principalement basés sur l'utilisation des

BSR. Dans des conditions anaérobies, les bactéries hétérotrophes oxydent la matière organique (donneur d'électrons) pour produire l'énergie dont elles ont besoin (Hao *et al.*, 1996) et utilisent les sulfates comme accepteurs d'électrons (Cocos, 2000; Gibert *et al.*, 2013; Waybrant *et al.*, 2002). Ainsi, ce couplage oxydation/réduction génère du sulfure d'hydrogène et de l'alcalinité sous forme de bicarbonate (HCO_3^-) ou de carbonate (CO_3^{2-}) (Équation 6) (Johnson et Hallberg, 2005; Jong et Parry, 2003; Potvin, 2009; Ramlan et Sheridan, 2015; Sheridan *et al.*, 2013; Tabak *et al.*, 2003). En effet, cette production d'alcalinité favorise la neutralisation de l'acidité du DMA. De plus, ces systèmes de traitement favorisent la précipitation des ions métalliques en les précipitant sous forme des sulfures peu solubles (Équation 7) (Genty *et al.*, 2018; Johnson et Hallberg, 2005a; Lefticariu *et al.*, 2015; Lindsay *et al.*, 2011; Neculita *et al.*, 2007; Ramlan et Sheridan, 2015; Sheridan *et al.*, 2013).



Comme tous les systèmes passifs biochimiques et notamment en raison de la réalisation simple et peu dispendieuse des mélanges de réactifs utilisés pour favoriser le développement de la biomasse, les BPSR représentent un mode de traitement simple et économique à mettre en place pour le traitement du DMA (Adams *et al.*, 2014; Costa et Duarte, 2005; Neculita *et al.*, 2007; Vasquez *et al.*, 2016b). Les mélanges réactifs sont généralement composés d'une source de carbone organique (e.g., déchets), d'une source d'azote (e.g., l'urée), d'une source de BSR (e.g., sédiments, compost), d'un agent neutralisant (e.g, calcaire, dolomite, cendres) et d'un support physique stable (agent structurant) pour l'établissement des bactéries (e.g., sable, sédiment ou gravier) (Cocos *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2017; Grubb *et al.*, 2000; Lyew et Sheppard, 1997; Neculita, 2008; OremLand et Silverman, 1979; Potvin, 2009; Waybrant *et al.*, 1998; Zagury *et al.*, 2006). De nombreux travaux ont montré que l'efficacité des BPSR à long terme dépend essentiellement de l'origine de la matière organique (Cocos *et al.*, 2002; Grubb *et al.*, 2000;

McCauley *et al.*, 2009; Wildeman *et al.*, 2006; Zagury *et al.*, 2006). D'après de nombreuses études, il semblerait que le mélange réactif le plus efficace sur le plan énergétique contienne deux sources de carbone différentes tels que des déchets cellulosiques (e.g., copeaux de bois, sciures, écorces) et des déchets organiques (e.g., compost de feuilles, fumier de volaille, de vache ou de cochon, boues de traitement des eaux usées, boues de pâtes et papiers) (Bellaloui *et al.*, 1999; Clemente et Bernal, 2006; Cocos, 2000; Garcés *et al.*, 2008; Genty *et al.*, 2017; Lefticarius *et al.*, 2015; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Ramlan et Sheridan, 2015; Wang *et al.*, 2010). De plus, selon certaines études, l'utilisation d'une source de carbone provenant de déchets cellulosiques couplée à un agent structurant (e.g. sable, sédiment, gravier) permettrait une meilleure circulation du DMA à traiter grâce à un milieu poreux plus adapté (Lyew et Sheppard, 1997; Neculita, 2008; Waybrant *et al.*, 1998).

Étant donné la très faible solubilité des sulfures, comparativement à celle des hydroxydes et des carbonates, la précipitation des sulfures métalliques reste le mécanisme le plus souhaité dans les BPSR. Toutefois, en raison du pH acide et de l'insuffisance des conditions de sulfato-réduction dans les bioréacteurs au début de leur mise en fonction, les principaux mécanismes assurant le traitement du DMA lors du démarrage des BPSR sont l'adsorption, la complexation avec la matière organique ainsi que la précipitation ou co-précipitation sous forme d'hydroxydes et de carbonates (Gibert *et al.*, 2005; Karathanasis *et al.*, 2010; Machemer et Wildeman, 1992; Neculita *et al.*, 2008a; Sheoran *et al.*, 2010). Une fois les conditions de sulfato-réduction établies, la précipitation des sulfures métalliques peut alors avoir lieu (Burgos *et al.*, 2012; Genty, 2018; Lefticariu *et al.*, 2015; Neculita *et al.*, 2007; Neculita *et al.*, 2008a; Peretyazhko *et al.*, 2009 ; Potvin, 2009). Ceci démontre que les mécanismes d'enlèvement des métaux évoluent continuellement au cours de la période d'opération des BPSR.

1.3.3.2 Devenir des BPSR en fin de vie

Durant ces dernières années, plusieurs auteurs ont mis en évidence l'efficacité des BPSR à traiter le DMA et à retenir les métaux présents par différents mécanismes incluant la sorption, la complexation avec la matière organique ainsi que la précipitation sous forme de sulfures, d'hydroxydes et de carbonates (Beaulieu, 2001; Cocos, 2000; Genty *et al.*, 2012c, 2018; Greben

et al., 2009; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009; Ramlan et Sheridan, 2015; Tsukamoto *et al.*, 2004). L'efficacité de ces procédés de traitement provient essentiellement de leur capacité à retenir les métaux problématiques pour l'environnement. Ainsi, de nombreux travaux ont démontré la capacité des BPSR à retenir plus de 90% de certains métaux (e.g., Al, Cd, Cr, Ni, Pb, Zn) et à éliminer plus de 80% des sulfates initialement présents dans des DMA (Cocos, 2000; Genty *et al.*, 2018; Greben *et al.*, 2009; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Ramlan et Sheridan, 2015).

Toutefois, à partir du moment où l'effluent traité ne répond plus aux normes, donc où le système de traitement perd de son efficacité (i.e., en fin de vie), l'ensemble de ces travaux expose la complexité associée à la gestion des mélanges réactifs post-démantèlement. En effet, les teneurs élevées en métaux retenus par les mélanges réactifs exigent une gestion appropriée, afin d'empêcher leur remobilisation dans l'environnement. Actuellement, peu de travaux s'intéressent à la gestion des matériaux utilisés dans les BPSR post-démantèlement. Genty *et al.* (2012c) ont démontré que les matériaux solides issus des BPSR et contaminés par des métaux ne devraient pas être entreposés en milieu acide et oxydant afin d'empêcher la lixiviation de certains métaux, notamment le Cd, le Fe, le Mn, le Ni et le Zn. Ces auteurs ont également mis en évidence qu'un recouvrement en eau approprié pourrait produire un effluent respectant les normes en vigueur, en raison d'une diminution de la concentration en oxygène atteignant les mélanges réactifs contaminés. Il est à noter que lorsque ces matériaux contaminés sont mis en contact avec un milieu aqueux neutre et en présence d'oxygène, les concentrations en fer dépassent largement les normes prescrites (127 mg/L versus 3 mg/L selon la D019) (Genty *et al.*, 2012c).

1.4 Gestion des déchets solides contaminés en métaux lourds

1.4.1 Généralités sur les techniques de gestion/traitement des déchets solides contaminés

Au Canada, selon le *National Pollutant Release Inventory*, environ 13 000 t de cuivre, 9 500 t de zinc, 13 000 t de plomb et 33 t de cadmium ont été libérées dans l'air, l'eau et le sol en 1995 (NPRI, 1995). En plus du nickel et du mercure, ces métaux sont considérés comme étant parmi les polluants inorganiques les plus susceptibles d'affecter l'environnement (MELCC, 2007; US EPA, 2004). Ces métaux sont inscrits sur la liste de l'US EPA comme étant des polluants dont la toxicité est considérée comme prioritaire (Cameron, 1992). De ce fait, différentes techniques de

traitements ont été développées pour piéger, stocker et limiter la dispersion dans l'environnement des métaux contenus dans les sols, les déchets solides ou encore les effluents liquides (Mulligan *et al.*, 2001). Ces techniques peuvent être classées en quatre catégories : i) physiques/physico-chimiques, ii) thermiques, iii) biologiques et iv) chimiques (Tableau 3) (Kribi, 2005 ; Mulligan et Galvez-Cloutier, 2000; Nduwayezu, 2010 ; Sirven, 2006). Ces différents traitements peuvent être appliqués soit *in-situ*, *ex-situ*, on-site (sur le site) et/ou off-site (Tableau 4).

Tableau 3 Classement en fonction de la nature des procédés de traitement de matrices solides contaminées par des métaux (adapté de Alzieu, 1999; Conner, 1990; Giasson *et al.*, 2006; Kribi, 2005; Melamed *et al.*, 2003; Mulligan *et al.*, 2000; Sirven, 2006)

Type de procédés	Principe	Exemples de traitement
Physiques ou physico-chimiques	Utiliser des fluides présents dans le sol ou injectés comme vecteur pour transporter les polluants vers des points d'extraction ou pour les immobiliser Isoler, piéger, séparer, contenir, transformer et immobiliser les métaux	- Cyclonage - Séparation magnétique - Flottation - Confinement par encapsulation - Confinement vertical - Solidification/stabilisation
Thermiques	Utiliser la chaleur pour concentrer, isoler et rendre inerte les métaux	- Incinération - Vitrification - Séparation pyrométallurgique
Biologiques	Utiliser des micro-organismes ou des végétaux pour solubiliser, fixer ou extraire les métaux	- Biolixiviation (Acidithiobacillus, BSR) - Phytoremédiation - Lagunage
Chimiques	Utiliser les propriétés chimiques des métaux pour les lixivier puis les récupérer ou les piéger puis les récupérer ou les immobiliser	- Oxydation et réduction chimique - Extraction par lixiviation - Extraction par complexation - Extraction par solvant - Procédé d'échange cationique - Procédé d'immobilisation

Tableau 4 Classement en fonction du lieu de traitement (adapté de Alzieu 1999; Conner, 1990; Kribi, 2005 ; Mulligan *et al.*, 2000; Sirven, 2006)

Confinement	Traitement ex-situ et off-site	Traitement in-situ et on-site	Traitement ex-situ et on-site
- Empêcher / limiter la migration des polluants (e.g. : enfouissement, encapsulation, stabilisation)	- Excavation, - Transport à un centre de traitement adapté/ coûts importants - Risque de pollution en dehors du site (e.g. : séparation magnétique, incinération)	- Pas d'excavation - Pas de transport - Pas de contrôle précis sur l'étendue, l'intensité et l'efficacité du traitement (e.g. : phytoremédiation, barrière perméable réactive, lavage chimique)	- Excavation / pompage - Pas de transport - Traitement sur le site - Mobilisation des installations de dépollution / coûts moins importants (e.g.: biolixiviation, vitrification, extraction par lixiviation)

Le choix du type de traitement dépend de plusieurs paramètres et plus particulièrement de la nature du milieu à traiter (e.g., sol contaminé, déchets, effluents contaminés), de la concentration en métaux et de leur forme, des débits, des paramètres électrochimiques (e.g., pH, Eh), du temps de réaction, des températures ainsi que des coûts. En outre, chaque procédé dispose de plusieurs avantages et inconvénients, notamment en termes de temps, de coûts et/ou d'efficacité (Dermont, 2008; Kribi, 2005; Mulligan *et al.*, 2000; Sirven, 2006). Mise à part les procédés d'immobilisation, les autres procédés nécessitent des installations technologiques importantes (Kribi, 2005). Étant donné que l'immobilisation *in-situ* des métaux ne nécessite pas d'étapes d'excavation, de récupération, d'extraction (utilisation de réactifs chimiques) ni de transport (les métaux piégés restent dans leur milieu sur le site), les coûts d'opération de cette technologie sont relativement faibles (Kribi, 2005; Qian *et al.*, 2009). La stabilisation des métaux est reconnue comme étant une alternative novatrice et efficace aux approches conventionnelles de gestion des matrices solides contaminées (Dermont *et al.*, 2008 ; González-Núñez *et al.*, 2012 ; Malandrino *et al.*, 2011; Qian *et al.*, 2009; Querol *et al.*, 2006 ; Vangronsveld *et al.*, 2009). Le choix de son applicabilité durant ces dernières décennies se justifie par son efficacité, sa simplicité et ses coûts d'opération moindres (Ruttens *et al.*, 2006). Par conséquent, nous nous sommes intéressés à cette technologie dans la suite de ce manuscrit.

1.4.2 Stabilisation des métaux

La stabilisation peut être définie comme étant un procédé piégeant et transformant les contaminants métalliques en d'autres formes peu (ou pas) solubles et plus stables (FRTR, 2011; Hammy, 2005; Kumpiene *et al.*, 2008; Leist *et al.*, 2000; Lens *et al.*, 2005; Marchat, 2005; Mulligan, 2001; Nduwayezu, 2010). Cette méthode de traitement réduit donc la biodisponibilité des contaminants métalliques, et par conséquent, leur toxicité sur les humains et les milieux récepteurs (Kumpiene *et al.*, 2008; Marchat, 2005; Mulligan 2001; Nduwayezu, 2010; Rémillard, 2012). Contrairement à la majorité des techniques de gestion des matrices solides contaminées développées à ce jour, la stabilisation ne permet pas l'extraction des métaux. Cependant, elle est efficace pour limiter leur migration et reste moins dispendieuse et moins perturbatrice pour l'environnement que les approches conventionnelles de traitement *ex-situ*

(Kribi, 2005). Le processus de stabilisation permet l'immobilisation des métaux suite à l'ajout d'additifs qui se lient chimiquement et irréversiblement à ces derniers. Il est à noter que cette liaison chimique change la spéciation des métaux sans pour autant modifier les propriétés physiques du milieu contaminé (Kumpiene *et al.*, 2007; Lens *et al.*, 2005; Mulligan 2001; Qian *et al.*, 2009; Rémillard, 2012). Parmi les additifs les plus efficaces et les plus largement utilisés pour la stabilisation des métaux contenus dans des milieux contaminés (e.g., sols, cendres volantes, sédiments, déchets, effluents), il est possible de citer les phosphates, les cendres de cogénération, les boues rouges, la chaux, les zéolites (Basta et McGowen, 2004; Chen *et al.*, 2003; Fatouzzi, 2003; Kastyuchik *et al.*, 2016; Kribi, 2005; Lombi *et al.*, 2002, Mauric et Lottermoser, 2011; Melamed *et al.*, 2003; Paradis *et al.*, 2006; Pérez-López *et al.*, 2007). Grâce à des réactions chimiques telles que la précipitation, la réduction ou la sorption chimique, ces amendements vont stabiliser les contaminants métalliques; diminuant ainsi leur biodisponibilité et leur mobilité dans l'environnement (Deschamps *et al.*, 2006; Porter *et al.*, 2004). Dans le cadre de ce projet, plusieurs additifs ont été considérés en raison de leur efficacité, de leur faible coût et de leur approvisionnement facile à proximité des sites miniers abandonnés.

1.4.2.1 Cendres de cogénération

L'utilisation de la biomasse forestière pour produire de l'énergie a connu une augmentation importante au cours de ces dernières années (Heviánková *et al.*, 2014). Au Québec, de nombreuses industries produisent de plus en plus d'énergie à partir de la combustion de biomasse, tels que les secteurs du bois, des pâtes et papiers ainsi que les centrales de cogénération (Hébert et Breton, 2008). Étant donné que la biomasse utilisée est un résidu produit ou bien récupéré par l'industrie tels que les écorces, la sciure ou les copeaux de bois, l'intérêt envers son utilisation réside dans sa disponibilité et son faible coût (Hébert et Breton, 2008). Cependant, le recours à ce genre de pratique génère une quantité importante de cendres dont le stockage peut poser problème (Hébert et Breton, 2008; Heviánková *et al.*, 2014; Perucci *et al.*, 2008). En 2006, environ 300 000 tonnes métriques (tm) de cendres ont été générées à partir de la combustion de biomasse au Québec afin de produire de l'énergie (Hébert et Breton, 2008). Environ 40% des cendres volantes de biomasse (CVB) ont été produites dans les régions de

l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Outaouais (Hébert et Breton, 2008). À elle seule, l'industrie des pâtes et papiers est responsable de la production d'environ 65% des cendres. Le reste est produit par des usines de cogénération d'énergie, des scieries et d'autres industries du bois (Hébert et Breton, 2008).

D'une manière générale, les cendres sont entreposées ou enfouies, et ce, notamment si le bois brûlé provient de déchets. Toutefois, une partie de ces cendres est valorisée dans le domaine agricole comme matière résiduelle fertilisante et dans le secteur industriel en tant que constituant de céramique, de ciment ou d'autres matériaux de construction (Ahmaruzzaman, 2010; Heviánková *et al.*, 2014 ; Palacios et Puertas, 2011; Perucci *et al.*, 2008). Elles sont également utilisées pour le traitement d'odeur (Heviánková *et al.*, 2014; Perucci *et al.*, 2008). Au Québec, près de 150 000 tm de CVB ont été recyclées en 2007 comme fertilisant dans l'agriculture, la végétalisation de sites dégradés ainsi que dans la production de terreaux et d'autres produits, tandis que le reste (150 000 tm) a été enfoui (Hébert et Breton, 2008).

Les CVB sont un ensemble de fines particules de forme sphérique dont la composition physico-chimique est présentée au [Tableau 5](#) (Adamic *et al.*, 2005; Calugaru, 2014). Les éléments les plus dominants dans les CVB sont : CaO, SiO₂, K₂O, Al₂O₃, P₂O₅, MgO, MnO, Na₂O, Fe₂O₃, SO₃ et TiO₂ (Masia *et al.*, 2007; Van Loo et Koppejan, 2008; Vassilev *et al.*, 2010). Ces propriétés chimiques expliquent ainsi l'intérêt de leur utilisation comme fertilisants.

Tableau 5 Composition chimique (% massique) déterminée par spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF) semi-quantitatif de CVB produites au Québec (Calugaru, 2014)

Composantes	Cendre A	Cendre B
SiO ₂	26	12
Al ₂ O ₃	4,8	2,4
Fe ₂ O ₃	5,1	3,2
MgO	1,2	1,8
K ₂ O	2,0	1,9
Na ₂ O	0,9	0,5
CaO	16	27
MnO	0,9	0,7
TiO ₂	0,3	0,4
SO ₃	0,9	0,5
P ₂ O ₅	0,6	0,7
Cl	0,2	0,1
Autre oxydes	0,5	0,4

Cependant, cette composition est très variable, elle dépend de plusieurs facteurs dont notamment les constituants de la biomasse utilisée comme matière première. Ces constituants sont les précurseurs des composants nouvellement formés dans les CVB. La composition est également influencée par les propriétés physiques du combustible (e.g., teneur en eau) et les conditions de combustion (e.g., appareil de combustion, combustion complète ou incomplète) (Bridgeman et Darvell, 2008; Heviánková *et al.*, 2014; Liorente et Garcia, 2006; Van Loo et Koppejan, 2008). Les CVB comportent majoritairement trois phases cristallisées : mullite, quartz et magnétite (Adamic *et al.*, 2005). Comparativement aux cendres de charbon, la composition des CVB en Ca(OH)₂ et KOH leur confère un meilleur pouvoir neutralisant (Hébert et Breton 2008; Thy *et al.*, 2006). Les teneurs élevées en éléments alcalins tels que les hydroxydes de sodium, de calcium et/ou de potassium expliquent le pH élevé des CVB (pouvant aller jusqu'à 13,8) (Ahmaruzzaman, 2010; Calugaru, 2014; Genty *et al.*, 2012a; Hébert et Breton 2008). Par ailleurs, Genty *et al.* (2012a) et Calugaru (2014) ont démontré que les CVB ont une surface spécifique élevée (entre 46 à 159 m²/g) et une capacité d'échange cationique (CEC) pouvant atteindre 138 m_{éq}/100 g de matériau. L'ensemble de ces propriétés chimiques et physiques

confèrent aux CVB, tout comme aux cendres volantes (CV) de charbon, un bon potentiel de neutralisation des milieux acides et de rétention des contaminants, en particulier, les métaux (Ahmaruzzaman, 2010; Alinnor, 2007; Calugaru, 2014; Gitari *et al.*, 2008; Gitari *et al.*, 2006; Genty *et al.*, 2012a; Gonzalez-Corrochano *et al.*, 2009; Hébert et Breton, 2008; Heviánková *et al.*, 2014; Polat *et al.*, 2002; Vadapalli *et al.*, 2008).

En raison de leur disponibilité, de leur fort pouvoir de sorption des métaux et de neutralisation, plusieurs chercheurs ont étudié le potentiel de valorisation des CVB dans le traitement passif du DMA (Genty *et al.*, 2012a; Hébert et Breton 2008; Heviánková *et al.*, 2014). Contrairement aux CV de charbon, l'utilisation de CVB est peu rapportée au niveau de la littérature, et ce, malgré leur efficacité à neutraliser le DMA et à fixer les métaux (Ahmaruzzaman, 2010). Au Québec, les CVB ont été utilisées directement sur des sites miniers acides tels que la mine East-Sullivan et la mine Lorraine en Abitibi-Témiscamingue afin de traiter le DMA (Genty *et al.*, 2012a; Hébert et Breton 2008).

Plusieurs chercheurs ont démontré la capacité de certains types de CVB à retenir environ 57% de Mn, 35% de Ni et jusqu'à 100% de Fe, d'As, de Co, de Cu, de Zn et d'Al grâce à divers mécanismes réactionnels (Calugaru, 2014; Genty *et al.*, 2012a; Heviánková *et al.*, 2014). Selon Vadapalli *et al.* (2008), la précipitation des hydroxydes amorphes à des pH supérieurs à 5 a pour effet de fixer l'aluminium présent dans le DMA. La précipitation, la co-précipitation ainsi que la sorption à la surface des CVB sont les principaux mécanismes mis en jeu lors de l'enlèvement des métaux tels que le Fe, le Cu, le Zn, le Pb, le Cr et le Cd. Ces derniers sont aussi retenus par des mécanismes de sorption au niveau du fer amorphe ainsi que des hydroxydes et oxyhydroxydes d'aluminium contenus dans les CVB (Ahmaruzzaman, 2010; Calugaru, 2014; Genty *et al.*, 2012a, 2018; Gitari *et al.*, 2006; Gitari *et al.*, 2008; Gonzalez-Corrochano *et al.*, 2009; Heviánková *et al.*, 2014; Polat *et al.*, 2002; Vadapalli *et al.*, 2008).

Par conséquent, l'utilisation des CVB pour le traitement des matériaux solides issus du traitement passif du DMA permet d'améliorer la gestion de deux déchets (matériaux solides et CVB) tout en produisant un produit final stable. La valorisation des CVB pour la stabilisation des métaux retenus par les BPSR semble être une voie prometteuse pour empêcher leur relargage dans l'environnement, tout en valorisant un déchet industriel.

1.4.2.2 Boues rouges de bauxite

En 2010, le Canada a été classé troisième producteur mondial d'aluminium avec une production atteignant environ 3 Mt (AAC, 2012). Plus de 90% de la production a été assurée par trois compagnies québécoises : Alcoa, Alouette et Rio Tinto Alcan. Cette industrie injecte annuellement près de 4,1 milliards de dollars dans l'économie du Québec (AAC, 2012). Cependant, la production d'aluminium génère des quantités importantes de déchets tels que les boues rouges (RMB). Dans le monde, l'industrie de l'aluminium génère environ 120 Mt de RMB chaque année (Karimi *et al.*, 2014). En 2010, environ 6 Mt de RMB ont été produites au Canada, principalement à travers le procédé Bayer (Figure 2) (AAC, 2012; Desjardins, 2007; Genç *et al.*, 2003; Maddocks *et al.*, 2004; Paradis *et al.*, 2006). Ce procédé permet l'extraction de l'aluminium à partir de la bauxite par une digestion alcaline produisant ainsi 2 tonnes de RMB pour chaque tonne d'aluminium commercialisée (Bouchard, 2006; Hind *et al.*, 1999; Karimi *et al.*, 2014; Lamontagne, 2001; Liu *et al.*, 2011).

Au Canada, les RBM sont entreposées dans des bassins situés à côté des alumineries contrairement à d'autres pays qui les stockent directement au fond des océans (Vachon *et al.*, 1994). Il est à noter qu'en France l'interdiction de stocker les boues rouges dans le fond des océans est relativement récente. En dépit de leur alcalinité et de leur composition, les RMB ne sont pas considérées comme des déchets dangereux au Canada (Poulin *et al.*, 2008; Santé Canada, 2003). En effet, il s'agit de résidus alcalins (pH > 10), très fins et riches en oxydes et hydroxydes d'aluminium et de fer (Figure 3), ce qui leur confère un bon potentiel de neutralisation et de fixation des contaminants organiques et inorganiques (Doye, 2005; Liu *et al.*, 2011; Lopez *et al.*, 1998; McConchie *et al.*, 2002; Poulin *et al.*, 2008; Santona *et al.*, 2006; Snars et Gilkes, 2009).

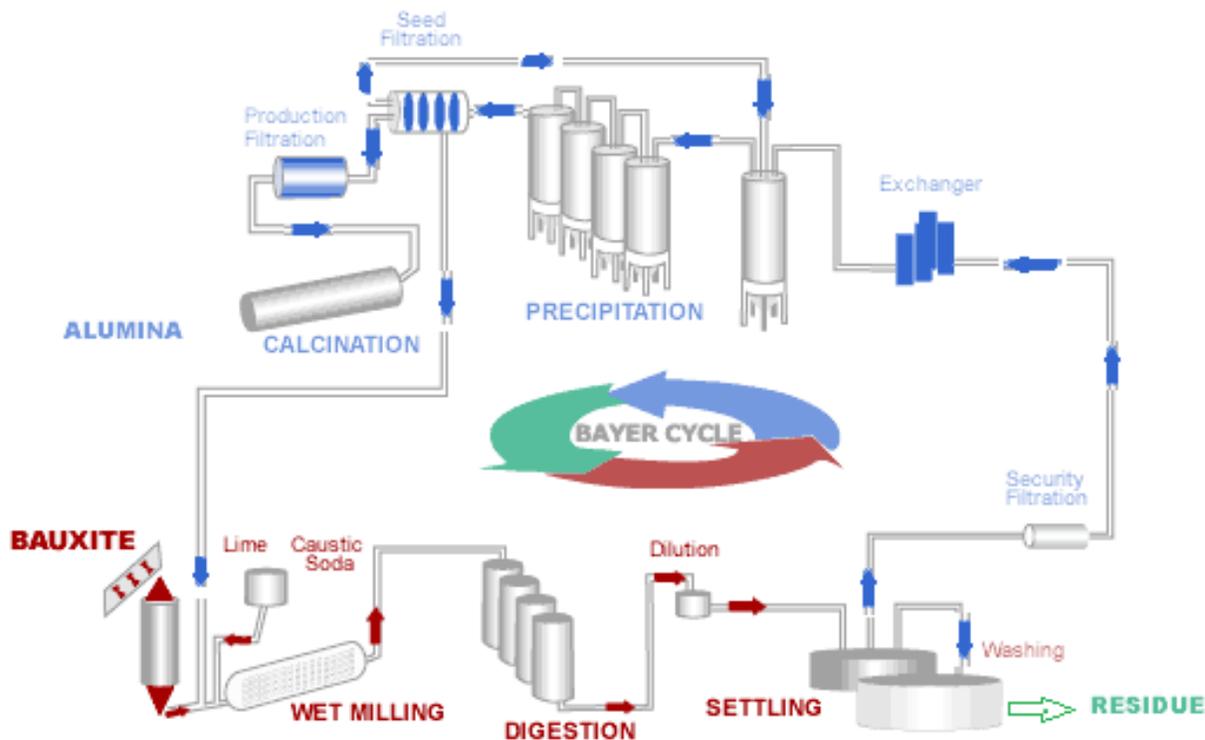


Figure 2 Production de l'aluminium et des RMB à travers le procédé Bayer (Énergies Renouvelables et Environnement, 2016)

Des travaux antérieurs ont démontré l'efficacité de ces déchets à stabiliser le pH de DMA à des valeurs élevées et à précipiter les métaux contenus dans les résidus miniers acidogènes; permettant ainsi de traiter et de prévenir la production de DMA (Desjardins, 2007; Doye, 2005; Fortin *et al.*, 2000; Lamontagne, 2001; Lapointe, 2005; McConchie *et al.*, 2002; Paradis, 2004). En outre, les RMB présentent de nombreux avantages comparativement à la chaux. Leur pouvoir de neutralisation diminue graduellement dans le temps alors que celui de la chaux diminue de façon brusque (Desjardins, 2007). De plus, les RMB présentent de meilleures capacités pour éliminer les métaux et génèrent, après traitement, des boues plus stables et ce, en des volumes moins importants (Desjardins, 2007). Les principaux mécanismes mis en jeu lors de la stabilisation des métaux sont l'adsorption chimique et la diffusion des métaux dans les oxydes et les hydroxydes de fer et d'aluminium présents en quantités importantes dans les RMB (Bertocchi *et al.*, 2006; Lombi *et al.*, 2002). Par conséquent, pour l'ensemble de ces caractéristiques, l'utilisation des

RMB paraît être une voie attrayante pour stabiliser les métaux fixés par les BPSR lors du traitement de DMA et empêcher leur relargage dans l'environnement.

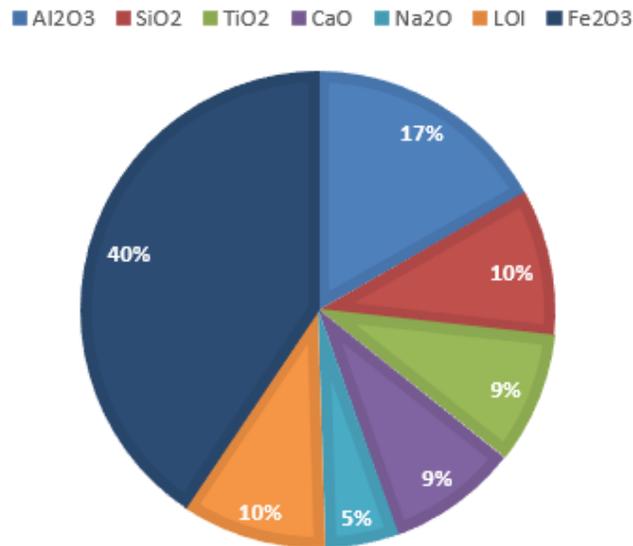


Figure 3 Composition minéralogique des RMB (Adaptée de Gräfe *et al.*, 2011 et de Klauber *et al.*, 2011)

1.4.2.3 Poussières calciques de four à chaux

Les poussières calciques de four à chaux (PFC), aussi connues dans l'industrie sous le nom de PFC, sont des résidus industriels alcalins. Ce sont des co-produits générés lors de la calcination contrôlée du calcaire (CaCO_3) pour produire de la chaux (Amde *et al.*, 2007; Strydom *et al.*, 1996). Ces poussières possèdent une granulométrie très fine; 75% de ces particules sont plus fines que $300\ \mu\text{m}$ (Amde *et al.*, 2007; O'Hearn et Walton 2002). Une fois dans l'eau, ces poussières présentent un pH d'environ 12,1 (Collins et Emery, 1983). Par ailleurs, la composition chimique des PFC dépend de la nature des matières premières introduites au départ dans le four. Les PFC peuvent ainsi être classées en deux catégories selon leur réactivité relative, directement liée à la teneur en chaux disponible ou en calcium dans la matière première (Amde *et al.*, 2007). Plus la teneur en CaO est importante, plus les PFC sont réactives et vice versa (Amde *et al.*, 2007; Lynn

et al., 1989). La chaux vive est l'agent alcalin le moins dispendieux et le moins efficace pour immobiliser des métaux tels que le Cr, le Cu, le Pb et le Cd (Aubé, 2004; Liu *et al.*, 2014). En raison de la fine granulométrie des PFC et de la plus grande réactivité (plus grande quantité de CaO), les PFC peuvent efficacement neutraliser les sols ou les déchets acides tels que les résidus miniers. Ainsi, une précipitation des métaux a lieu, ce qui réduit leur disponibilité et leur mobilité dans l'environnement (Amde *et al.*, 2007; Aubé, 2004; Bellaloui *et al.*, 1996; Mehling *et al.*, 1997; Rose *et al.*, 1995).

Dans l'industrie minière, la chaux vive ou hydratée est de loin l'agent alcalin le plus utilisé pour la neutralisation des rejets miniers (Brown *et al.*, 2002; MacDonald *et al.*, 1989). En plus de la chaux, les PFC contiennent également des carbonates de calcium (CaCO₃, calcaire). Le CaO et le CaCO₃ représentent les principales phases rencontrées dans les PFC (Collins et Emery, 1983, Graymont, 2013; O'Hearn et Walton, 2002).

Les carbonates de calcium sont aussi en mesure d'augmenter le pH et de précipiter les métaux. Toutefois, leur efficacité peut être limitée dans le temps en raison de leur faible solubilité (Auby, 2004; Pérez-López *et al.*, 2007). Bhatti *et al.* (1996) ont montré que les ions calcium, indirectement responsables de l'augmentation du pH, sont beaucoup plus facilement dissociables sous forme de CaO que sous forme de CaCO₃. En effet, la solubilité de CaO est de 0,1200 g/100 cc et celle de CaCO₃ est de 0,0014 g/100 cc (Bhatti *et al.*, 1996). Le [Tableau 6](#) illustre la composition chimique typique des PFC.

Tableau 6 Composition chimique typique des PFC (Modifié de Collins et Emery, 1983 et d’O’Hearn et Walton, 2002)

Paramètres	PFC (%)	
	Réactivité élevée	Réactivité faible
CaO	55,2 – 54,5	31,2
CaO disponible	26,4	5,10
SiO ₂	8,24 – 9,94	2,46
Al ₂ O ₃	4,16 – 4,49	0,74
MgO	0,49 – 1,63	23,5
Na ₂ O	0,03 – 0,21	0,00
K ₂ O	0,22 – 1,33	0,09
Fe ₂ O ₃	0,84 – 1,98	0,94
SO ₃	4,60 – 7,97	2,80

La production américaine de PFC est de l’ordre de 2 à 4 Mt par année (Collins et Ciesielski, 1994). Au Québec, environ 60 Kt de PFC sont produites chaque année par les deux usines Marbelton et Bedford de la compagnie Graymont, considérée comme le deuxième plus important producteur de chaux en Amérique du Nord (Graymont, 2013). Une faible proportion de ces co-produits est utilisée comme substitut à la chaux en agriculture, en environnement et en construction (Amde *et al.*, 2007; Davis et Hooks, 1974; Graymont, 2013; MacKay et Emery, 1994). Cependant, la majorité de ce co-produit est replacé dans les carrières ou mis en pile sur le site de production (Grosse, 2007; Collins et Ciesielski, 1994; Graymont, 2013; Rose *et al.*, 1995; Strydom *et al.*, 1996).

L’impact potentiellement néfaste des PFC sur l’environnement, les coûts élevés associés à leur disposition, leur fort caractère alcalin et leur capacité à faire précipiter les métaux font des PFC des déchets qui méritent d’être valorisés. Pour l’ensemble de ces raisons, les PFC ont été choisis pour faire partie des amendements utilisés dans le cadre de ce projet.

1.4.2.4 Hydroxyapatite

Les phosphates font partie des agents de stabilisation les plus efficaces (Melamed *et al.*, 2003; Tang *et al.*, 2013). Ils sont fréquemment utilisés pour la stabilisation des métaux présents dans divers déchets solides ou liquides; réduisant fortement leur lixiviation et leur mobilité dans l'environnement (Basta *et al.*, 2001; Bolan *et al.*, 2014; Bolan *et al.*, 2003; Cao *et al.*, 2003; Ma *et al.*, 1993). Ces propriétés de stabilisation des métaux lourds sont dues aux caractéristiques structurales des phosphates, à leurs propriétés physiques, à leurs propriétés de surface ainsi qu'à leurs stabilités chimiques (Kanazawa, 1982 dans Bekaert, 2004). Il existe différentes sources de phosphates parmi lesquelles il est possible de distinguer les phosphates solubles dans l'eau tel que l'acide phosphorique et les fertilisants phosphatés ainsi que les phosphates moins solubles à savoir les apatites (Melamed *et al.*, 2003). L'utilisation des phosphates hautement solubles risque de favoriser l'eutrophisation des lacs ou des cours d'eau environnants suite à la rapidité de leur solubilisation et donc à leur infiltration jusque dans les eaux souterraines (Melamed *et al.*, 2003; Toor *et al.*, 2005). De plus, leur utilisation n'est pas viable économiquement en raison des coûts élevés de ces matières premières (Bekaert, 2004). Cependant, si les concentrations en contaminants métalliques sont élevées, l'utilisation des composés phosphatés peu solubles n'est pas efficace et les sources solubles s'avèrent alors plus intéressantes. De nombreux auteurs ont montré que le mélange des deux sortes de phosphates, extrêmement soluble et peu soluble, s'avère très efficace pour stabiliser les métaux présents dans des matrices solides (Melamed *et al.*, 2003; Tack *et al.*, 1997). Plusieurs paramètres tels que la nature du déchet, le type de métal et sa spéciation, le pH du milieu, la présence d'autres métaux, la quantité et la qualité de la source de phosphates et le temps de mise en contact peuvent influencer l'efficacité des phosphates à stabiliser les métaux (Kribi, 2005; Wright *et al.*, 2004). Dans le cas des BPSR, les métaux sont déjà retenus dans les biofiltres, l'utilisation des composés phosphatés peu solubles semble être une voie attrayante pour leur stabilisation dans le cas où ils seraient relargués.

Les apatites, de formule chimique $Me_{10}(XO_4)_6Y_2$ [où *Me* est un cation bivalent (Me^{2+}), XO_4 est un groupement anionique trivalent (XO_4^{3-}) et *Y* est un anion monovalent (*Y*)], font partie des composés phosphatés peu solubles les plus utilisés et les moins coûteux (Bekaert, 2004; Tack *et*

al., 1997). Les apatites précipitent les métaux sous forme de minéraux phosphato-métalliques géochimiquement stables et extrêmement insolubles, et ce, sur un large domaine de pH (e.g., la pyromorphite $Pb_{10}(PO_4)_6X_2$, ($X = OH^-, Cl^-, F^-$)) (Bolan *et al.*, 2014; Chrysochoou *et al.*, 2007; Kumpiene *et al.*, 2008; Ma *et al.*, 1995; Oliva *et al.*, 2010). Les phosphates de calcium sont des apatites naturelles très fréquentes (Karibi, 2005; Safronova *et al.*, 2009). Le [Tableau 7](#) résume la classification de ce groupe de composés phosphatés selon le rapport atomique calcium/phosphore. Plus ce rapport augmente, plus la solubilité en milieu aqueux des phosphates de calcium diminue (Kribi, 2005).

Tableau 7 Différents phosphates de calcium

Phosphates de calcium	Abréviation	Formule chimique	Ca/P
Phosphate monocalcique hydraté	MCP	$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$	0,5
Phosphate monocalcique anhydre	MCPA	$Ca(H_2PO_4)_2$	0,5
Phosphate dicalcique hydraté	DCPD	$CaHPO_4 \cdot 2H_2O$	1,0
Phosphate dicalcique anhydre	DCPA	$CaHPO_4$	1,0
Phosphate octocalcique	OCP	$Ca_8H_2(PO_4)_6 \cdot 5H_2O$	1,3
Phosphate tricalcique α	α TCP	A $Ca_3(PO_4)_2$	1,5
Phosphate tricalcique β	β TCP	B $Ca_3(PO_4)_2$	1,5
Phosphate tricalcique apatitique	ACP	$Ca_9(HPO_4)(PO_4)_5OH$	1,5
Phosphate tricalcique amorphe		$Ca_9(PO_4)_6 \cdot nH_2O$	1,5
Hydroxyapatite calcique	Ca-HAP	$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$	1,7
Phosphate tétracalcique	TTCP	$Ca_4(PO_4)_2O$	2,0

Du point de vue physico-chimique, l'hydroxyapatite est le composé le plus insoluble et le plus basique de ce groupe. Il suscite beaucoup d'intérêt en raison de son important potentiel à stabiliser les métaux toxiques contenus dans les déchets (Minh *et al.*, 2012a; Minh *et al.*, 2014; Suzuki *et al.*, 1984). Le produit de solubilité de l'HAP est très faible, variant de $10^{-55,9}$ à 10^{-152} pour des températures allant de 20 à 52°C (Autefage, 2009; Marchat, 2005; Rakovan *et al.*, 2002).

À titre d'exemple, plusieurs auteurs ont montré que l'HAP a une capacité beaucoup plus importante que celle du charbon actif à immobiliser le Pb (Bailliez *et al.*, 2004; Kongsuwan *et al.*, 2009; Mavropoulos *et al.*, 2002; Minh *et al.*, 2012b).

Les mécanismes de rétention des métaux par l'hydroxyapatite sont principalement:

- La complexation des ions à la surface (Bailliez *et al.*, 2004; Fuller *et al.*, 2003);
- La dissolution/précipitation (Chen *et al.*, 1997; Ma *et al.*, 1993; Miretzky et Fernandez-Cirelli, 2008);
- Le processus d'échange ionique (Arnich *et al.*, 2003; Suzuki *et al.*, 1984; Takeuchi et Arai, 1990).

1.5 Méthodes de caractérisation et d'évaluation de la disponibilité des métaux applicables aux matériaux contaminés issus des BPSR stabilisés ou non

Afin d'assurer une gestion responsable à long terme des matériaux stabilisés, des caractérisations physico-chimique et minéralogique ainsi que des tests statiques et cinétiques permettant d'évaluer la mobilité éventuelle des contaminants peuvent être réalisés. Les essais statiques de lixiviation sont des tests permettant de reproduire les conditions auxquelles des déchets peuvent être exposés, et ce, dans le but de simuler l'extraction des métaux lixiviables qui y sont présents. Ils sont basés sur la mise en contact des matériaux à tester avec un agent de lixiviation qui peut être de l'eau déionisée ou un autre fluide de lixiviation (Bongo, 2007; Hammy *et al.*, 2005; Levasseur, 2004). Il existe différents tests de lixiviation, propres à chaque pays, permettant la classification des déchets à savoir : le *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP), le *Synthetic Precipitation Leaching Procedure* (SPLP), le *Special Waste Extraction Procedure* (SWEP), le CTEU-9 et le test à l'eau (TE) (CEAEQ, 2012; Couillard *et al.*, 1997; Province of British Columbia, 1992; US EPA, 1996). L'ensemble de ces tests a été développé afin d'évaluer la disponibilité des métaux contenus dans les déchets industriels et municipaux selon différentes conditions de milieu. Pourtant, ils sont largement utilisés pour prédire le comportement

géochimique des résidus miniers, notamment les tests TCLP et SPLP (MELCC, 2012; Kim *et al.*, 2002; Kim *et al.*, 2005; McDonald *et al.*, 2006; Pilon, 2011).

1.5.1 Essais statiques de lixiviation

1.5.1.1 Test TCLP

Le TCLP est un test de lixiviation réglementé communément utilisé aux États-Unis et au Canada afin de déterminer le caractère dangereux d'une matière solide résiduelle tout en évaluant la mobilité des métaux présents en simulant les conditions des sites d'enfouissement (Bongo, 2007; Cao et Dermatas, 2008; CEAEQ, 2012; D019, 2005; Laporte-Saumure, 2010; Levasseur, 2004; Mercier, 2012; US EPA, 2002). Plus spécifiquement, ce test vise à simuler la lixiviation de contaminants inorganiques dans un environnement similaire à celui d'un site d'enfouissement sanitaire régulier, et ce, à l'aide d'acide acétique (Janin *et al.*, 2009; US EPA, 1992). À la fin d'un test TCLP, un résidu est jugé dangereux si les concentrations en métaux contenus dans le lixiviat dépassent les normes minimales prescrites ([Tableau 8](#)) (US EPA, 1992).

Bien que le test TCLP ait été essentiellement développé au niveau des sites d'enfouissement sanitaires, il est utilisé pour évaluer le potentiel de contamination de déchets inorganiques tels que les résidus miniers (Al-Abed *et al.*, 2006; Ghosh *et al.*, 2004; Hooper *et al.*, 1998; Kosson *et al.*, 2002; Lapako, 2002; Margui *et al.*, 2004). Nonobstant, la procédure du test TCLP est souvent critiquée, notamment à cause de l'utilisation de l'acide acétique qui peut exagérer la disponibilité de certains métaux (Al-Abed *et al.*, 2006; Ghosh *et al.*, 2004; Hooper *et al.*, 1998; Tiwari *et al.*, 2015; Townsend *et al.*, 2003; Tsiridis *et al.*, 2006; Vories et Center, 2002). L'utilisation du test TCLP pour évaluer le risque environnemental lié à la gestion de certains résidus miniers à long-terme peut donc être remise en question (Pareuil, 2009). En effet, de nombreux travaux ont démontré que les tests de lixiviation, notamment le test TCLP, peuvent sur- ou sous-estimer la lixiviation de plusieurs métaux pour les rejets miniers (Al-Abed *et al.*, 2006; Ghosh *et al.*, 2004; Hooper *et al.*, 1998; Lapako, 2002; Margui *et al.*, 2004). De ce fait, il est recommandé de jumeler ces tests avec d'autres essais statiques et cinétiques ainsi qu'une bonne caractérisation chimique et minéralogique afin de pouvoir identifier le mode d'entreposage ou de gestion le plus approprié.

Tableau 8 Concentrations maximales d'un contaminant dans une matière liquide ou dans le lixiviat issu d'une matière solide au Québec (Tiré de l'article 3 du Règlement sur les matières dangereuses, Québec, 1997)

Contaminants	Normes (mg/L)
Arsenic	5,0
Baryum	100
Bore	500
Cadmium	0,5
Cyanures totaux	20
Chrome	5,0
Fluorures totaux	150
Mercure	0,1
Nitrates + Nitrites	1 000
Nitrites	100
Plomb	5,0
Sélénium	1,0
Uranium	2,0

1.5.1.2 Test SPLP

Le test SPLP a été développé par l'US EPA (Method 1312) et adopté au Québec (MA. 100-Lix.com.1.1) afin de déterminer la présence de contaminants organiques ou inorganiques potentiellement lixiviables par les pluies acides (CEAEQ, 2010; US EPA, 1994). En d'autres termes, ce test permet d'évaluer le risque de transfert des contaminants vers les eaux souterraines et/ou de surface (CEAEQ, 2010; Laporte-Saumure, 2010; Pareuil, 2009; Tiwari *et al.*, 2015; US EPA, 1994). Tout comme le test TCLP, ce test peut donner des informations sur le danger potentiel des sols/déchets contaminés ou des matières résiduelles dangereuses traitées lors de leur entreposage en surface ou dans des endroits facilement accessibles aux pluies acides (Janin *et al.*, 2009; Lafond, 2012; Lessaveur, 2004). Concrètement, le test SPLP consiste à simuler des pluies acides via une solution diluée composée d'acide sulfurique et d'acide nitrique (CEAEQ, 2010c; Janin *et al.*, 2008; Lafond, 2012; Laporte-Saumure, 2010; Pareuil, 2009; Tiwari *et*

al., 2015; US EPA, 1994). Le test SPLP est un test moins agressif que le test TCLP et ce, bien que le pH initial des deux solutions soit globalement similaire (Deng et Tikalsky, 2006; Pasini et Walker, 2012). Lackovic *et al.* (1997) ainsi que Shieh (2001) ont démontré que le test SPLP est capable de reproduire des conditions plus réalistes que celles simulées par le test TCLP. Toutefois, le test SPLP peut surestimer la mobilité de certains métaux tels que l'As, le Pb et le Zn ou la sous-estimer dans certains cas (e.g. Cr) (Lackovic *et al.*, 1997; Shieh, 2001).

Bien que ce ne soit pas son domaine d'application spécifique, le test SPLP fait partie des essais statiques de lixiviation les plus utilisés pour prédire la lixiviation potentielle des éléments problématiques présents dans les résidus miniers (Hageman *et al.*, 2000; Park *et al.*, 2014; Pasini et Walker, 2012; Pilon, 2011; Rait *et al.*, 2010; Ziemkiewicz et Knox, 2006). Il est à noter que même si ce test n'est pas mentionné dans la D019, les concentrations des contaminants lixiviés sont généralement comparées aux valeurs de référence inscrites dans le [Tableau 1](#) de l'annexe 2 de la D019 (MELCC, 2012).

1.5.1.3 Test à l'eau

Le test à l'eau a été développé pour faire face à la non-représentativité du test TCLP (basé sur l'utilisation de l'acide acétique) et ce, plus particulièrement, pour les déchets inorganiques tels que les résidus miniers (Hammy *et al.*, 2005; Janin *et al.*, 2009; Levasseur 2004). Le test de lixiviation à l'eau neutre (TE), quant à lui, n'est pas un test réglementé. Cependant, il représente une alternative fiable et rapide du test réglementé CTEU-9 qui a été développé par les chercheurs de l'INRS-ETE (CEAEQ, 2012; Couillard *et al.*, 1997; Hammy *et al.*, 2005; Levasseur, 2004). Ce test simule la lixiviation des métaux après un simple contact avec une eau à pH neutre, permettant ainsi la mise en évidence du potentiel lixiviable des métaux/métalloïdes présents dans les déchets ou les sols contaminés une fois exposés aux précipitations atmosphériques ou entreposés dans les sites d'enfouissement (Guemiza, 2013; Hammy *et al.*, 2005; Levasseur, 2004; Mercier *et al.*, 1997).

1.5.1.4 Mesure du Potentiel Net de Neutralisation (PNN)

Dans l'optique de mettre en évidence la nature d'un matériau à générer de l'acidité, des essais statiques sont généralement utilisés afin d'évaluer le potentiel de génération d'acide (PGA). Il s'agit de tests qualitatifs, simples, rapides, faciles à mettre en œuvre et moins onéreux comparativement aux tests cinétiques (Bouzahzah, 2013; Doye, 2005; Lawrence, 1990; Lawrence et Wang, 1996; Plante, 2004; Sorrenti, 2007). Toutefois, ces tests ne sont pas en mesure d'évaluer le comportement géochimique des matériaux quand ils sont exposés aux conditions de terrain (Bouzahzah, 2013; Doye, 2005; Plante, 2004; Sorrenti, 2007). Ce sont des tests qui se basent sur la différence ou le rapport entre le potentiel de génération d'acide (PA) et le potentiel de neutralisation d'acide (PN). Lorsque le PN est supérieur au PA, en d'autres termes, si la proportion de minéraux neutralisants est supérieure à celle des minéraux acidogènes, le matériau n'est pas générateur d'acidité (Bouzahzah, 2013; Doye, 2005; Lawrence, 1990; Lawrence et Wang, 1997; Plante, 2004; Sorrenti, 2007). Cette comparaison permet ainsi d'estimer le potentiel net de neutralisation ($PNN = PN - PA$ ou $NPR = PN/PA$). En effet, le PNN et le NPR font partie des tests largement utilisés en industrie minière afin de prédire la génération d'acide, de classer les rejets miniers et d'aider les industriels à mieux choisir les méthodes de restauration. Il est à noter que la classification des matériaux est différente selon les auteurs et selon le paramètre utilisé (PNN ou NPR) (Bouzahzah *et al.*, 2014; Plante, 2004). La [Figure 4](#) illustre les critères d'interprétation du PNN et du NPR (Bouzahzah, 2013).

Un résidu est considéré comme générateur d'acidité lorsque son PNN est inférieur à $-20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ et son NPR est inférieur à 1, alors qu'il est considéré comme non générateur d'acidité si son PNN est supérieur à $20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ et son NPR est supérieur à 2,5 (Bouzahzah, 2013; NEDEM, 2009; Plante, 2004; Price *et al.*, 1997). Toutefois, il peut être classé comme incertain dans le cas où $-20 < PNN < 20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ et $1 < NPR < 2,5$. Dans ce dernier cas, il est préconisé de passer par des tests cinétiques afin d'établir la meilleure stratégie de gestion de ces déchets ou résidus miniers (Bouzahzah, 2013; NEDEM, 2009; Plante, 2004; Price *et al.*, 1997). Selon la D019, un résidu minier est classé comme générateur d'acide si la teneur en

soufre total est supérieure à 0,3% et si son PNN est inférieur à 20 kg CaCO₃/t ou son NPR est inférieur à 3.

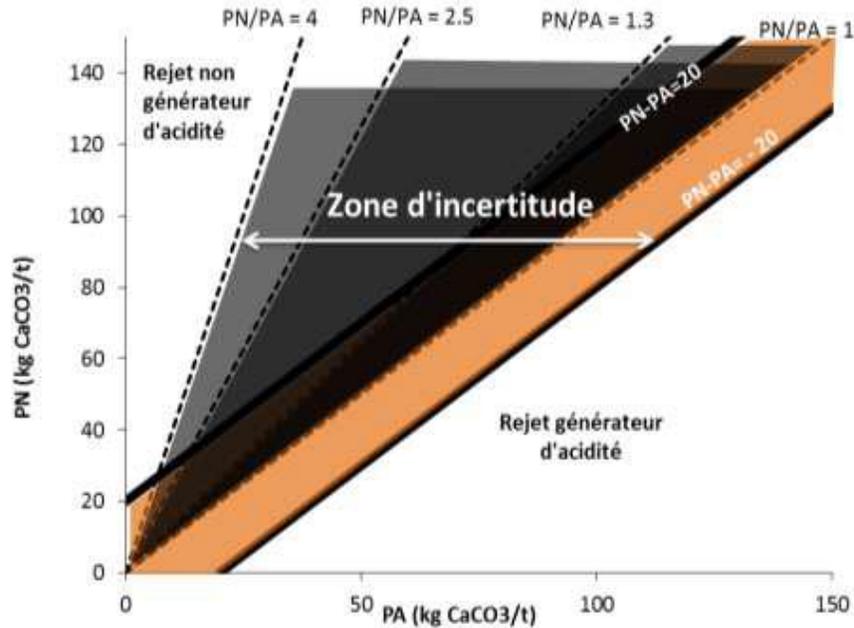


Figure 4 Classification des résidus en fonction du PNN et du NPR (Adaptée de Bouzahzah *et al.*, 2014)

Bien que ces tests soient réservés à la prédiction de la génération d'acidité des résidus miniers, ils peuvent être utilisés sur les BPSR ayant servis au traitement du DMA et dont la contamination en métaux est généralement importante.

1.5.2 Essais cinétiques

Afin de simuler l'altération naturelle des BPSR contaminés en métaux, des essais en mini-cellules d'altération ou en colonnes peuvent être effectués. Ces essais permettront ainsi la compréhension du comportement environnemental des BPSR face à l'oxydation des différentes phases minérales produites lors du traitement du DMA. Ils permettront également de statuer sur l'efficacité de différents matériaux alcalins à stabiliser les métaux retenus par les BPSR. Par ailleurs, les tests en colonnes représenteront également un outil d'aide au choix des meilleures

façons de disposer et d'utiliser ces amendements avec les BPSR pour une gestion appropriée de ces derniers.

Les tests cinétiques sont des essais de prédiction largement utilisés pour simuler une oxydation accélérée ou naturelle des rejets miniers dans des conditions contrôlées (Bouzahzah, 2013; Brassard, 1993; Ethier, 2011, Plante, 2010; Sorrenti, 2007; Villeneuve, 2004). Ces tests permettent notamment de suivre le comportement environnemental (e.g., potentiel de génération d'acide – PGA) des rejets à l'aide d'analyses des produits résultant de l'oxydation des minéraux sulfureux. Il est à noter que ces produits sont généralement récupérés au moyen d'une eau de rinçage (Bouzahzah, 2013; Ethier, 2011; Sorrenti, 2007; Villeneuve, 2004). Afin de statuer sur le PGA et la réactivité des rejets miniers, les principales analyses communément effectuées sur les lixiviats sont le suivi du pH, du Eh, de l'alcalinité et de l'acidité, des teneurs en métaux et en anions ainsi que de la conductivité (Derycke, 2012; Morin et Hutt, 1997; Villeneuve, 2004). Durant ces dernières décennies, différents tests cinétiques ont été développés à cet effet, entre autre, l'essai de confirmation de la Colombie-Britannique, les cellules humides, les mini-cellules d'altération (MCA), les tests en colonnes (Benzaazoua *et al.*, 2002; Brassard, 1993; Bouzahzah, 2013; Lawrence, 1990; Villeneuve, 2004). L'objectif de ces tests vise à mieux comprendre le comportement environnemental des BPSR face à l'oxydation de différentes phases minérales produites lors du traitement du DMA. Ils permettent également de choisir les matériaux les plus appropriés pour stabiliser les métaux retenus dans les BPSR ainsi que les meilleurs scénarios de stockage. En l'occurrence, seuls les essais en MCA et en colonnes seront utilisés dans le présent projet de recherche.

1.6 Hypothèses, objectifs de recherche et originalité

1.6.1 Hypothèses

Les hypothèses sur lesquelles se basent le présent travail de recherche sont exposées ci-dessous :

- Des matériaux (neutralisants et structurants) et des déchets (cellulosiques et organiques) disponibles localement possèdent des propriétés adaptées pour la réalisation d'un mélange réactif optimal (efficace et moins coûteux) pour traiter le DMA ferrifère;
- La granulométrie des matériaux affecte le comportement hydraulique; l'utilisation des matériaux ayant une granulométrie plus grossière améliorerait la durée de vie des BPSR et limiterait les problèmes de colmatage;
- L'utilisation de matériaux alcalins tels que les cendres volantes de biomasse (CVB), les boues rouges d'aluminerie (RMB), les PFC ainsi que l'hydroxyapatite (HAP) stabilise sur le long-terme les métaux retenus dans les BPSR à la fin de leur vie.

1.6.2 Objectifs de l'étude

De nombreux travaux ont été réalisés afin de démontrer l'efficacité des BPSR à traiter le DMA. Toutefois, peu ou pas de travaux ont étudié la façon de gérer les matériaux solides utilisés dans la conception des BPSR une fois saturés en métaux. La présente étude vise à répondre à ce besoin en recherche.

Les objectifs principaux de ce projet de recherche visent, entre autres, à établir un procédé de traitement biologique passif et/ou semi-passif permettant de traiter efficacement, durablement et à moindres coûts le DMA. Ils visent également à développer des méthodes performantes de gestion à long terme des résidus solides générés lors du traitement semi-passif du DMA aux prises avec une contamination métallique.

À la vue des hypothèses, le présent travail propose les objectifs spécifiques suivants :

- Étudier l'efficacité de nouveaux mélanges réactifs constitués de matériaux disponibles localement après caractérisation complète (BPSR 1 – B1 et BPSR 2 – B2) pour traiter un DMA ferrifère;
- Estimer l'importance de l'activité des BSR sur la performance des BPSR pour le traitement de DMA;
- Caractériser les biofiltres d'un point de vue physico-chimique et microbiologique une fois la fin de vie des BPSR atteinte;
- Évaluer l'efficacité de différents résidus alcalins sélectionnés à immobiliser les métaux retenus par les BPSR;
- Déterminer les proportions requises d'amendements pour stabiliser efficacement les métaux retenus dans les matériaux solides lors du traitement de DMA par les BPSR;
- Évaluer le comportement biogéochimique des déchets de BPSR et comparer l'effet des amendements alcalins sur la stabilisation physico-chimique des métaux dans les biofiltres (e.g., MCA);
- Comparer les différentes techniques de stabilisation et de stockage à long terme des déchets de BPSR à partir d'essais cinétiques en colonnes;
- Évaluer le mode le plus approprié pour ajouter les amendements lors du procédé de stabilisation des métaux;
- Étudier différentes dispositions pour sélectionner la meilleure approche de stockage.

1.6.3 Originalité

Tel que mentionné précédemment, le traitement du DMA représente une des problématiques les plus importantes de l'industrie minière. Durant ces dernières décennies, différentes technologies (physique, chimique et biologique) ont été développées afin d'y remédier (Aubertin *et al.*, 2002a; Prasad et de Oliveira Freitas, 1999). De nos jours, en raison de leur efficacité à traiter le DMA à moindres coûts et de la production moins importante de boues (en comparaison aux systèmes de traitement actif), les BPSR font partie des technologies les plus étudiées (Brunet, 2000; Chang *et al.*, 2000; Cocos, 2000; Genty, 2011; Neculita *et al.*, 2007; Waybrant *et al.*, 1995).

Le présent travail vise à i) valoriser de nouveaux matériaux naturels ainsi que les résidus organiques, présentement disponibles en grandes quantités en Abitibi-Témiscamingue, simples et moins coûteux en vue de les intégrer dans les BPSR pour le traitement des DMA. Au meilleur de nos connaissances, aucune étude n'a été réalisée pour tester des copeaux de tremble et de bouleau avec différentes granulométries dans les mélanges réactifs. ii) identifier des résidus alcalins permettant de stabiliser les métaux retenus par les BPSR après utilisation et ainsi permettre leur gestion à long terme.

2 MÉTHODOLOGIE

Une approche méthodologique a été adaptée afin de répondre aux objectifs de la thèse. La [Figure 5](#) résume les outils méthodologiques utilisés pour réaliser la présente étude et répondre aux objectifs fixés.

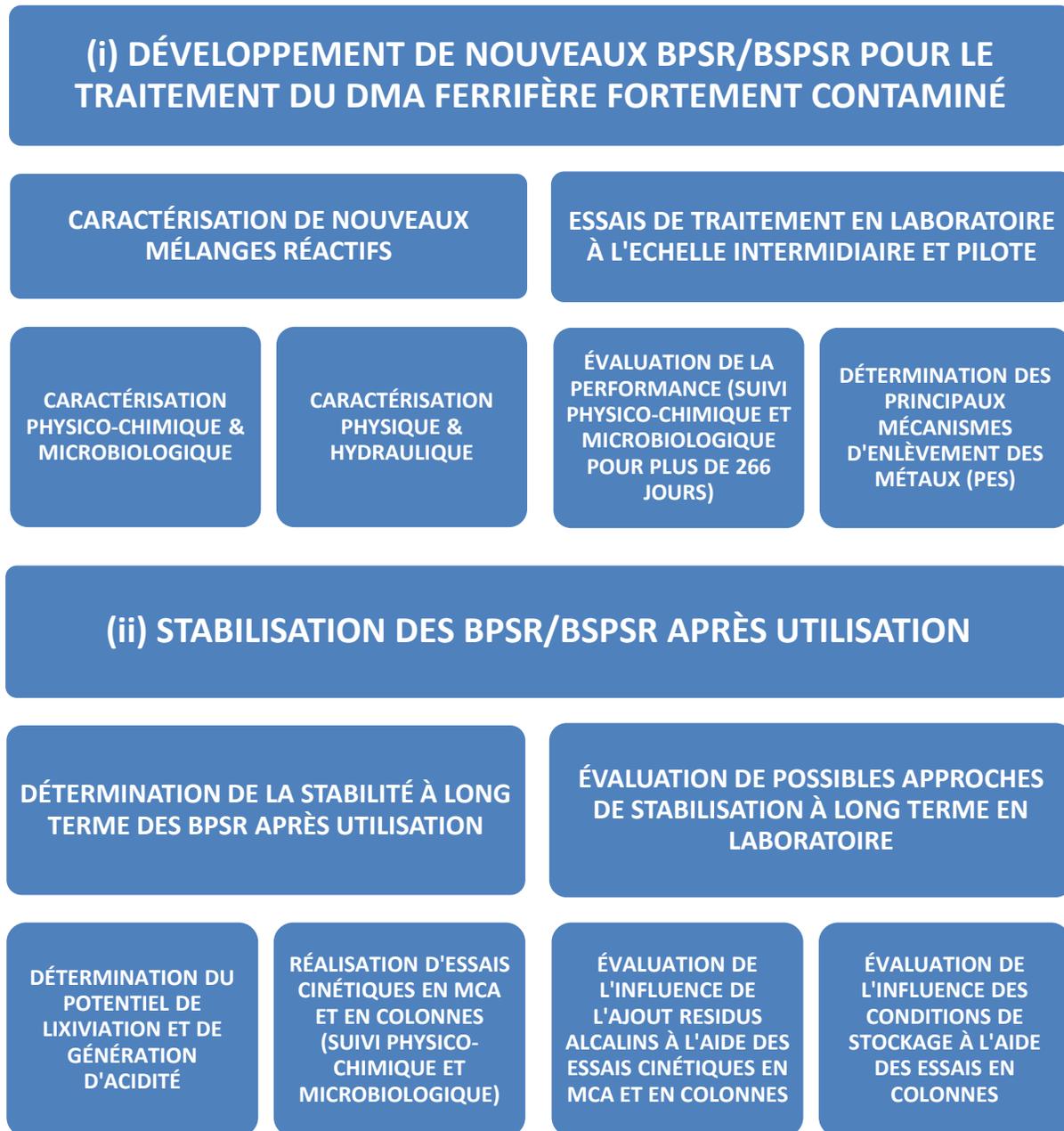


Figure 5 Schéma général de la démarche méthodologique

2.1 Développement de nouveaux BPSR et préparation de matériaux contaminés en métaux

2.1.1 Choix et caractérisation des matériaux constituant le mélange réactif des biofiltres

Tel que mentionné précédemment, la performance d'un système BPSR dépend de la composition du mélange réactif. Ce dernier doit notamment contenir une source de carbone organique, une source de bactéries, ainsi qu'un agent neutralisant au sein d'un milieu poreux adapté pour supporter la biomasse. Toutefois, le choix du mélange dépend essentiellement du coût et de la disponibilité de ces composants. De nombreux travaux de recherche ont été réalisés afin d'étudier l'efficacité de divers matériaux à traiter le DMA dans l'optique de déterminer la composition optimale d'un point de vue technico-économique. Toujours dans le souci de trouver des matériaux efficaces et moins onéreux, le centre technologique des résidus industriels (CTRI) a récemment effectué une recherche des matériaux disponibles en quantités importantes dans la région et pouvant être utilisés dans des systèmes de traitements passifs, tels que les BPSR. Les matériaux inventoriés ont été caractérisés et classés selon leurs types, à savoir : les déchets cellulosiques (écorce, copeaux, sciure, ensilage, foin sec, paille, compost végétal), les fumiers (bovin, poule), les cendres, les tourbes, les boues papetières et les minéraux (calcite, calcaire, dolomite, pierre à chaux, sable, poussière de sable) ([Tableau 9](#)).

À partir de ces informations, la présente étude tente de développer des BPSR permettant un traitement efficace et moins coûteux de DMA typiquement générés dans la région, tout en valorisant les résidus inventoriés. Les copeaux de tremble et de bouleau font partie des déchets cellulosiques répertoriés et caractérisés. Ils ont été testés dans ce travail en tant qu'agent structurant et comme source de carbone à long terme pour les BSR. Le fumier de poule, le compost de feuilles, les boues papetières et les boues municipales ont également été utilisés comme composants des mélanges réactifs; ils représentent les sources de carbone à court terme pour les BSR. Il est à noter qu'en plus d'être riche en matières organiques, ces matériaux sont également riches en BSR. En outre, parmi les agents neutralisants répertoriés et testés dans cette étude, il faut distinguer la présence de la calcite. Tout comme les copeaux de bouleau et le sable, la calcite peut être utilisée comme agent structurant dans les BPSR.

Les matériaux solides utilisés dans les mélanges réactifs, ainsi que les mélanges réactifs eux-mêmes, ont fait l'objet d'une caractérisation physico-chimique et microbiologique préalable. Les principales analyses effectuées concernent la teneur en eau, le pH, la CEC ainsi que la teneur en soufre, en azote, en carbone et en métaux. Le dénombrement des BSR, des bactéries hétérotrophes anaérobies totales (BHAT) et des bactéries sulfato-oxydantes (BSO) a été également réalisé.

Tableau 9 Principaux matériaux répertoriés en Abitibi et leurs caractéristiques physiques, chimiques et microbiologiques ainsi que leurs rôles dans le traitement de DMA (inventaire réalisé en 2012 par l'équipe du CTRI)

Matériaux	Rôle	Principales caractéristiques
Déchets cellulosiques	Source de carbone à long terme pour les BSR Structurant	- pH : 3,5 – 7,1 - C/N : 5,34 – 510 - BSR/g éch. sec : 0 – 20 sauf ensilage : > 8,17 x 10 ⁵ et compost végétal : 2,10 x 10 ⁵ - COD (mg/L) : 48 – 3 680 - CEC (m _{éq} /100 mg) : 13,1 – 197 - K _{sat} (cm/s) : 0,02 – 13,4 - Porosité (% en vrac) : 0,41 – 0,85
Fumiers	Source de carbone à court terme pour les BSR Source de BSR	- pH : 7,1 – 9,7 - C/N : 4,97 – 9,04 - BSR/g éch. sec : 1,11 x 10 ⁵ – 1,07 x 10 ⁸ - COD (mg/L) : 32 – 4 200 - CEC (m _{éq} /100 mg) : 91,6 – 156 - K _{sat} (cm/s) : 0,00 – 0,27 - Porosité (% en vrac) : 0,50 – 0,78
Cendres	Neutralisant Sorbant	- pH : 8,2 – 13,8 - CEC (m _{éq} /100 mg) : 11,0 – 138 - K _{sat} (cm/s) : 0,00 – 0,15 - Porosité (% en vrac) : 0,14 – 0,75
Tourbes	Sorbant	- pH : 3,4 – 4,1 - C/N : 11,8 – 12,5 - COD (mg/L) : 33 - 58 - CEC (m _{éq} /100 mg) : 210 – 267 - K _{sat} (cm/s) : 0,01 – 0,40 - Porosité (% en vrac) : 0,36 – 0,58
Boues papetières	Source de BSR Source de carbone	- pH : 6,3 - C/N : 9,62 - BSR/g éch. sec : 2,53 x 10 ⁶ - COD (mg/L) : 70 - CEC (m _{éq} /100 mg) : 8,00 - K _{sat} (cm/s) : 0,09 - Porosité (% en vrac) : 0,4
Minéraux (e.g., CaCO₃, CaMg(CO₃)₂)	Neutralisant Structurant	- pH : 7,5 – 9,4 - K _{sat} (cm/s) : 0,00 – 18,3 - Porosité (% en vrac) : 0,37 – 0,58

2.1.2 Montage des biofiltres

Après le choix et la caractérisation des matériaux testés dans les mélanges réactifs, les BPSR (B1, B2 et BC – témoin) ont été conçus comme décrit au [Tableau 10](#) en deux séries d’essais (Série 1 et Série 2).

Tableau 10 Composition des mélanges réactifs utilisés dans les BC (Neculita, 2008), B1 et B2

BPSR témoin (BC)	B1	B2	Rôle des constituants
Copeaux d’érable	Copeaux de tremble	Copeaux de bouleau	Agent structurant et source de carbone
Bran de scie d’érable	Boues papetières	-	Sources de carbone et de BSR
Fumier de poule	-	Fumier de poule	Source de carbone et de BSR
Compost de feuilles	-	-	Source de carbone et de BSR
Sédiments	-	-	Sources de BSR
Sable	-	-	Agent structurant
Urée	-	-	Source d’azote
Carbonate de calcium	-	Calcite	Agent neutralisant
Gravier	-	-	Permet la libre circulation du DMA

Le B1 évalue la capacité des copeaux de tremble et des boues papetières à traiter un DMA plutôt que les copeaux et la sciure d’érable, utilisés dans BC et qui sont des matériaux plus coûteux. Le B2 est plus simple et contient moins de constituants que le B1. Il a été élaboré afin de vérifier l’efficacité des copeaux de bouleau, du fumier et de la calcite à traiter un DMA concentré en métaux ([Tableau 10](#)). Il a également permis d’évaluer la capacité des copeaux de bouleau à améliorer la perméabilité du mélange comparativement aux autres BPSR.

Première série d’essai (B1) : Pour cette série d’essais, six barils en plastique, de 38 L chacun (38 cm de diamètre et 44,5 cm de hauteur), ont été utilisés comme réacteurs. Ces derniers

disposent d'une entrée pour le DMA située à la base des barils et de deux sorties pour l'effluent traité situées en haut des barils (sur le côté opposé de l'entrée) pour permettre une bonne distribution du DMA. Une des sorties est munie d'une valve permettant un échantillonnage hebdomadaire afin de caractériser l'effluent à la sortie du système, l'autre sortie permet l'évacuation des effluents dans des barils de 200 L. Ces derniers sont connectés à un bidon contenant une solution d'acétate de zinc diluée dans une solution de NaOH (1 M) pour empêcher la dispersion du H₂S dans l'air. Afin de favoriser une bonne circulation du DMA, une couche de gravier a été placée à la base des réacteurs correspondant à un volume d'environ 5 L (Figure 6). Un disque en plastique perforé a été déposé au-dessus du gravier pour permettre le maintien du mélange réactif contenu dans des sacs en géotextile. Ces derniers ont été utilisés afin d'empêcher la perte des constituants. Un autre disque en plastique perforé ainsi qu'une deuxième couche de gravier ont également été placés au-dessus des sacs (Figure 7).

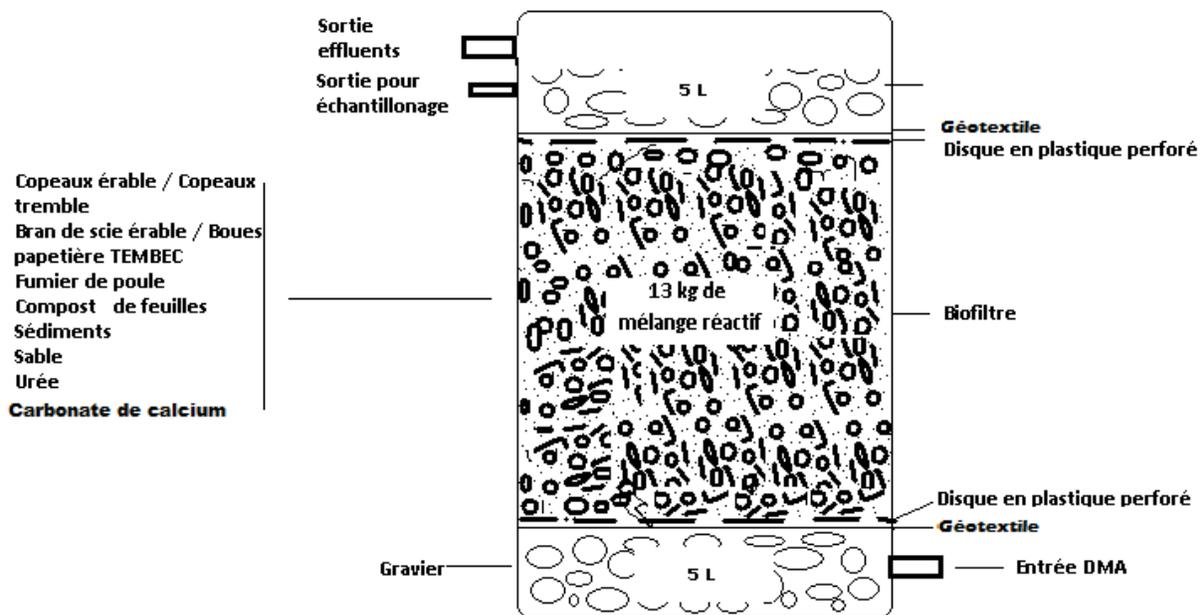


Figure 6 Schéma représentant le montage et la configuration des B1

Afin de statuer sur l'efficacité des matériaux utilisés dans le mélange réactif, le biofiltre développé par Neculita (2008) (BC) a été reconstitué et utilisé comme témoin. Le biofiltre testé (T) dans le cadre de cette étude possède la même composition que le témoin à l'exception du fait que les copeaux d'érable ont été remplacés par des copeaux de tremble et les brans de scie par des boues papetières (Tableau 11), dont la caractérisation a montré une quantité importante de BSR. Dans l'optique d'évaluer l'impact des bactéries sur la performance du biofiltre (T), le même mélange réactif (T) a été stérilisé dans des sacs biohazards à 121°C pendant 30 min afin de produire des mélanges abiotiques (TS).

Tableau 11 Proportion de différents composants des mélanges réactifs utilisés dans les B1 (C, T et TS)

Matériaux	Ratio (%)		
	C	T	TS
Copeaux érable	10	0,0	0,0
Bran de scie érable	20	0,0	0,0
Copeaux tremble	0,0	10	10
Boues papetières	0,0	20	20
Fumier de poule	10	10	10
Compost de feuilles	20	20	20
Sédiments	15	15	15
Sable	0,0	0,0	0,0
Urée	20	20	20
Carbonate de calcium	3,0	3,0	3,0
Gravier	2,0	2,0	2,0
Total	100	100	100

Après avoir pesé les différents matériaux de chaque mélange réactif, ces derniers ont été homogénéisés et introduits dans des sacs en géotextile. Le remplissage s'est fait de manière à avoir 50% de vide. Les B1 ont, tout d'abord, été immergés dans du milieu Postgate B, afin de bio-activer les consortia (Postgate, 1984). Ce milieu contient des agents réducteurs (acide ascorbique et acide thioglycolique), une source de sulfates ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), une source de carbone (lactate de sodium - $\text{C}_3\text{H}_5\text{NAO}_3$), ainsi que des nutriments (extrait de levure). Après avoir saturés les mélanges réactifs de ce milieu de culture, les réacteurs ont été fermés hermétiquement à l'aide de goudron afin de répondre aux besoins des BSR en procurant un environnement anoxique. Le milieu Postgate B permet d'obtenir un Eh de -100 mV et un pH supérieur à 5,5 au bout de quelques jours (trente jours environ), ce qui stimule les BSR. Une fois ces conditions réductrices bien établies, l'alimentation des bioréacteurs par un DMA synthétique a été commencée. Ce dernier circule du bas vers le haut afin de prévenir le colmatage des biofiltres et de favoriser une bonne distribution du DMA dans l'ensemble du biofiltre. L'alimentation des biofiltres a été faite à l'aide une pompe péristaltique avec un débit de 3,7 mL/min, permettant d'avoir un TRH de 3,5 jours. Les [Figures 7](#) et [8](#) donnent une vision réelle de l'aspect technique des biofiltres utilisés. Il est à noter que l'ensemble des biofiltres (C, T et TS) a été réalisé en duplicata.

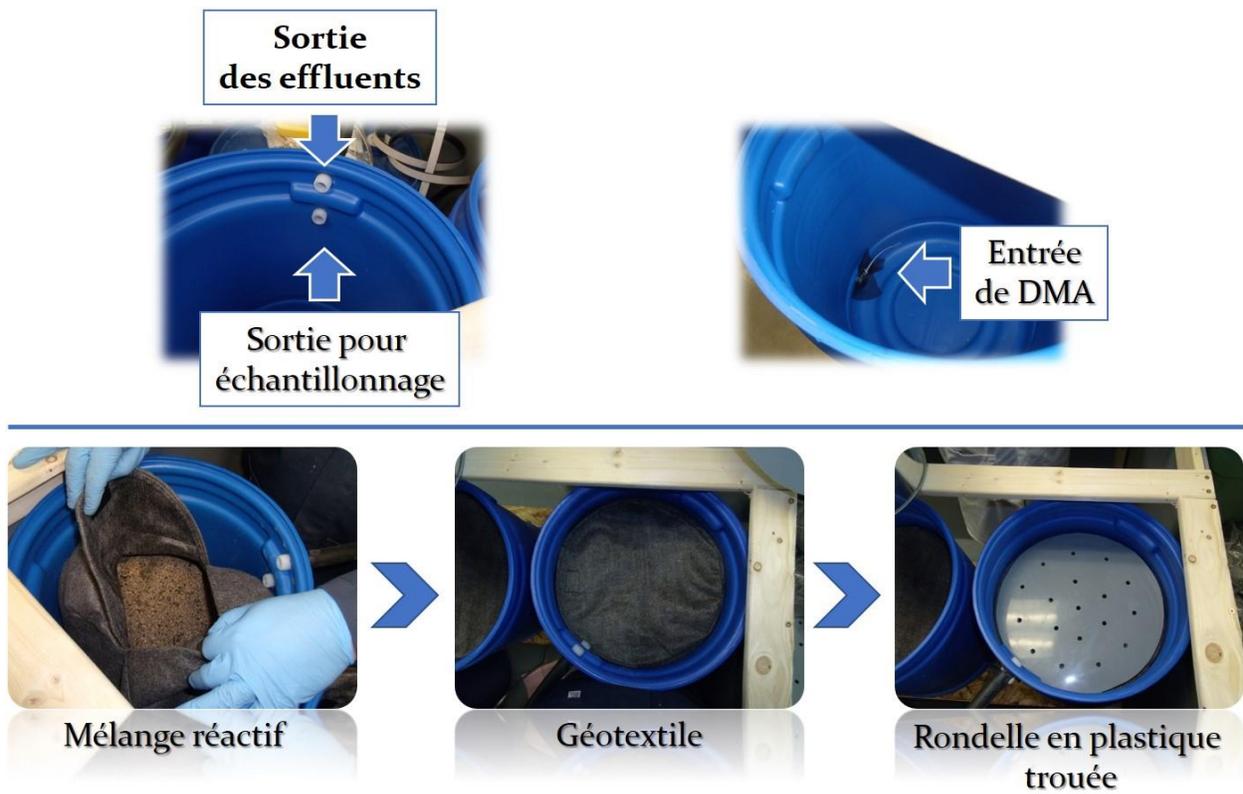


Figure 7 Photographie illustrant les différentes étapes de construction des B1

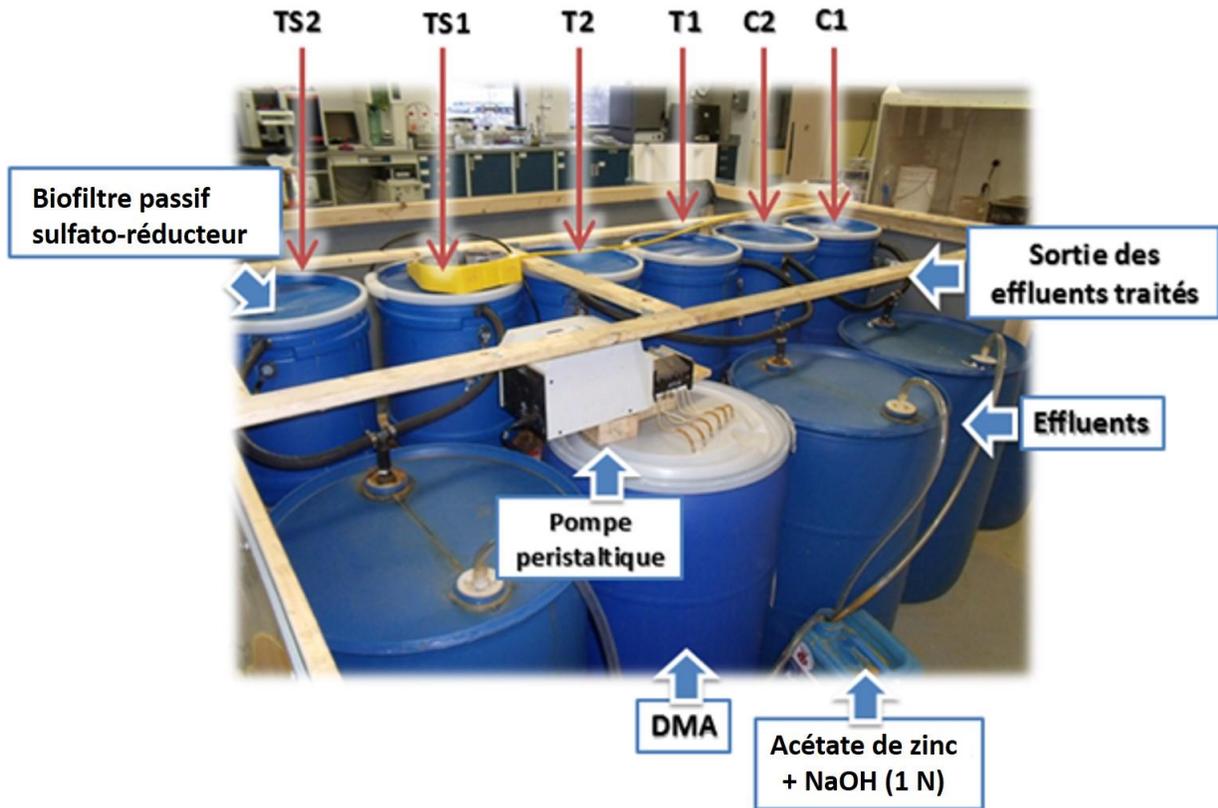


Figure 8 Vue globale des systèmes de traitement du DMA (B1)

Deuxième série d'essais (B2) : Afin de statuer sur l'efficacité d'un second mélange réactif plus simple et moins coûteux, à traiter un DMA pouvant être quatre fois plus concentré en métaux que celui utilisé pour alimenter les B1, trois biofiltres de dimensions moyennes ont été conçus. Pour ce faire, trois barils de 200 L (53 cm de diamètre et 88 cm de hauteur) disposant d'une entrée pour le DMA à la base et d'une sortie de l'effluent traité en haut, ont été utilisés. Étant donné la granulométrie grossière des copeaux de bouleau ($D_{10} = 1,8$ mm, $D_{50} = 7,0$ mm, $D_{90} = 15$ mm), une couche de ces derniers a été placée au fond des réacteurs à la place du gravier. Ces copeaux permettent une bonne distribution du DMA à l'entrée tout en évitant le colmatage à la base du biofiltre. Les réacteurs ont ensuite été remplis d'un mélange réactif contenant (% base sèche) : 60% de copeaux de bouleau, 20% de calcite et 20% de fumier. Les matériaux ont été homogénéisés et quartés avant de procéder au remplissage des barils. Comme précédemment, le mélange a été déposé dans les barils de façon à avoir un ratio de vide avoisinant les 50% tout en évitant une compaction manuelle (Figure 9). Une membrane de géotextile perméable a été placée par-dessus et par-dessous le mélange afin d'isoler les matériaux et d'empêcher leur perte tout en permettant l'écoulement du DMA (Figure 9). Une autre couche de copeaux a été déposée au sommet du baril, par-dessus le géotextile, afin de permettre une bonne distribution du DMA et le maintien du mélange réactif (Figure 9). Ensuite, les barils ont été fermés hermétiquement afin de procurer un milieu anoxique aux BSR. Une fois conçus, les réacteurs ont été alimentés en DMA par le bas à l'aide d'une pompe péristaltique. L'alimentation des biofiltres a été fixée à un débit d'environ 9,6 mL/min; permettant ainsi d'avoir un TRH de 7,0 jours. Les effluents ont ensuite été évacués dans un baril de 200 L (Figure 10), afin d'être vidés à l'aide d'une pompe dans des cuves de 1 000 L pour décontamination chez une compagnie minière.



Figure 9 Photographies illustrant les différentes étapes de construction des B2 : a. les différents composants du mélange, b. géotextile au fond du baril, c. mise en place d'une couche de copeaux en-dessous du biofiltre et d. mise en place d'une couche de copeaux au-dessus du biofiltre

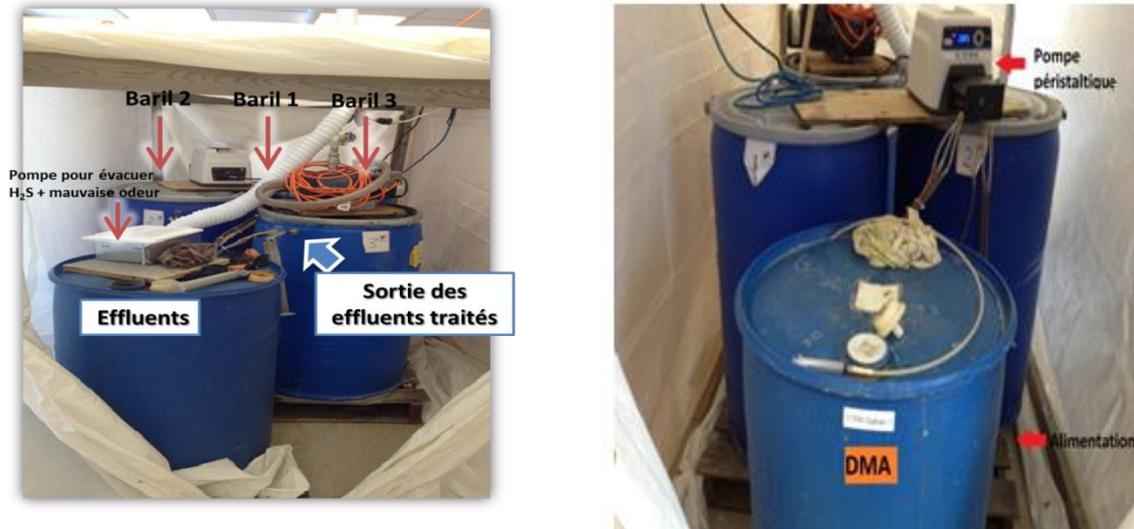


Figure 10 Une vue de l'ensemble du système de traitement de DMA

2.1.3 Composition du DMA

La composition du DMA synthétique circulant à travers les biofiltres est présentée au [Tableau 12](#). Cette composition a été inspirée de celle du DMA de l'ancienne mine abandonnée Lorraine, située au Témiscamingue (Genty, 2011). De nombreux chercheurs se sont basés sur la composition du DMA de ce site afin de réaliser leurs recherches en lien avec la restauration et le traitement de DMA (Genty, 2012; Neculita, 2008; Robin, 2009, Rakotonimaro *et al.*, 2017). Le DMA a été préparé chaque semaine. Pour la première série d'essais, le DMA alimentant le B1 a été préparé avec de l'eau distillée et des sels métalliques, tandis que pour celui utilisé pour alimenter le B2, l'eau distillée a été remplacée par de l'eau du robinet étant donné le volume important de DMA nécessaire pour l'essai. Les sels métalliques ont été mis en solution à l'aide d'un bâton en bois. Il est à noter que le sulfate ferreux est le dernier sel à être ajouté pour limiter l'oxydation du Fe^{2+} en Fe^{3+} . Une mesure du pH et du Eh a été effectuée immédiatement après chaque préparation de DMA afin de s'assurer d'avoir un pH d'environ 4,22 et un Eh d'environ 300 mV. Le contenant a ensuite été bien fermé.

Tableau 12 Composition du DMA synthétique

Paramètres	Source	Concentration visée en métal (mg/L)
Al	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	7
Cd	$\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	1
Cr	$\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	2
Fe	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1 600
Cu	$\text{CuSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	7
Mg	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	100
Mn	$\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	21
Ni	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	7
Pb	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	1
SO_4	Na_2SO_4	4 200
Zn	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	2
pH	-	4,2

Afin de statuer sur l'efficacité du B2 à traiter des DMA très chargés en métaux, la concentration du DMA a été doublée puis triplée au bout de 45 et 89 jours de fonctionnement du système, respectivement. Après 164 jours, les concentrations ont été multipliées par quatre. Dans le but de faire face à cette charge importante en métaux, une concentration de 3 500 mg/L de lactate de sodium été ajoutée chaque semaine au DMA, comme source de carbone liquide permettant ainsi d'améliorer les performances des BSR.

2.1.4 Suivi des paramètres microbiologiques et chimiques des BPSR

Afin de mettre en évidence l'efficacité des BPSR, un suivi des paramètres physico-chimiques et microbiologiques des effluents à l'entrée et à la sortie des biofiltres a été effectué tout au long des expériences. Les analyses effectuées incluent le pH, le Eh, les teneurs en Fe^{2+} , en SO_4^{2-} , en métaux ainsi que la concentration en carbone organique dissous (COD) et le dénombrement des BSR à la sortie. La fréquence des différentes analyses est présentée au [Tableau 13](#).

Tableau 13 Type et fréquence des analyses

Types d'analyse	Fréquence (B1)	Fréquence (B2)
pH, Eh	2 / semaine	1 / semaine
Fe ²⁺ , SO ₄ ²⁻	1 / 2 semaine	1 / semaine
Métaux	1 / semaine	1 / semaine
COD	1 / mois	1 / semaine
BSR	1 / 2 mois	1 / 2 mois

Le pH, le Eh ainsi que les teneurs en Fe²⁺ et en SO₄²⁻ ont été mesurés immédiatement après l'échantillonnage. Les mesures du pH et du Eh ont été effectuées à l'aide d'une électrode à pH et d'une autre à Eh, branchées toutes les deux sur le même appareil de la marque HACH. Le pH-mètre a été calibré lors de chaque série d'analyses. Les mêmes échantillons ont ensuite été filtrés sur des filtres à seringue ayant une porosité de 0,45 µm. Une partie du filtrat a servi à la détermination des concentrations en Fe²⁺ et en SO₄²⁻ en utilisant des kits de réactifs de HACH. Un volume de 10 mL a été utilisé pour l'analyse des métaux par ICP-AES, après avoir été acidifié avec de l'acide nitrique (HNO₃ 5%, v/v). Le reste du filtrat a été utilisé pour déterminer la teneur en COD. Cet échantillon a été acidifié (H₃PO₄), puis conservé à 4°C pour être analysé par un analyseur de carbone de marque Shimadzu dans un délai d'un mois.

Sur le plan microbiologique, un dénombrement des BSR a été effectué tous les deux mois. Les BSR ont été dénombrées selon la méthode de fermentation en tubes multiples (NPP) (Méthode 9131 version septembre 1986). Une série de dilution a été effectuée à partir de l'effluent considéré comme la solution mère. Un volume de 2 mL a été transféré à l'aide d'une seringue dans un tube avec septum contenant 8 mL d'eau physiologique et ainsi de suite. Toutes les manipulations ont été réalisées sous flux d'azote.

2.1.5 Caractérisation des matériaux réactifs post-traitement

Les premiers biofiltres (B1) ont été arrêtés (T, TS et C) après 145 jours d'opération, alors que les biofiltres B2 ont été arrêtés au bout de 266 jours. Les réacteurs ont été retournés afin de drainer le liquide traité. Une fois vidés, les sacs géotextiles renfermant les mélanges réactifs ont été récupérés délicatement. Des échantillons ont ainsi été prélevés à trois niveaux : à la surface, au

milieu (entre 7 à 10 cm dans les B1 et entre 40 et 50 cm dans les B2) et au fond (entre 16 à 18 cm dans les B1 et entre 75 et 88 cm dans les B2, respectivement). Cinq échantillons ont été prélevés au niveau de chaque couche (3 couches), ce qui correspond à quinze points de prélèvement par biofiltre. Pour chaque biofiltre, les quinze points ont été homogénéisés afin d'avoir un échantillon représentatif. Les prélèvements ont été réalisés rapidement afin de minimiser l'oxydation des minéraux générés durant le traitement du DMA.

Une fois les échantillons représentatifs des systèmes de traitement préparés, une caractérisation physico-chimique et microbiologique a été effectuée. Ces échantillons post-démantèlement ont fait l'objet des mêmes analyses que celles réalisées sur le mélange réactif avant sa mise en place (mesure de pH et Eh, analyse des principaux éléments métalliques (ICP-AES), carbone organique total et soufre total (C/S), dénombrement des BSR, teneur en eau). Contrairement à l'échantillon initial, l'échantillon final a été séché à 50°C. L'ensemble des analyses permet de mettre en évidence les mécanismes ayant contribué à l'enlèvement des métaux au niveau des BPSR.

2.2 Stabilisation des matériaux réactifs contaminés

2.2.1 Évaluation de la disponibilité des contaminants inorganiques

Dans le présent travail, le potentiel du caractère lixiviable des BPSR en fin de vie a été évalué à l'aide de trois tests d'évaluation de la disponibilité des métaux qui sont le test TCLP, le test SPLP ainsi que le test à l'eau (TE). Le test TCLP (Méthode 1311) et le test SPLP (Méthode 1312) sont deux tests réglementés, mis en place par l'US EPA afin d'évaluer les risques de lixiviation des métaux et donc de déterminer la dangerosité potentielle d'un matériau solide (US EPA, 2002; 2004). Au Québec, les deux tests sont inclus dans la méthode MA.100-Lix.com1.1 (CEAEQ, 2012). Le test à l'eau neutre, quant à lui, n'est pas un test réglementé, sauf qu'il représente une alternative au test réglementé CTEU-9 développé à l'INRS (CEAEQ, 2012; Couillard *et al.*, 1997). Ce test est efficace pour évaluer le potentiel toxique des déchets une fois exposés aux précipitations atmosphériques (Gmiza, 2013; Hammy *et al.*, 2005; Mercier *et al.*, 1997).

2.2.1.1 TCLP

Le test TCLP (Méthode 1311) sera appliqué sur les biofiltres afin d'évaluer le potentiel de lixiviation des métaux en présence d'acide acétique (simulation d'une disposition en site d'enfouissement sanitaire). Ce test se réalise généralement en trois étapes :

- **Étape 1 : Choix du fluide d'extraction**

Pour cette étape considérée comme un pré-test, 96,4 mL d'eau millipore sont ajoutés à 5 g de biofiltre. Après 5 min d'agitation à l'aide d'un barreau aimanté, une mesure de pH est effectuée. Dans le cas où le pH de la solution est inférieur à 5, le fluide d'extraction N°1 est utilisé pour le test TCLP. Dans le cas où le pH est supérieur à 5, 3,5 mL d'une solution de HCl (1 M) sont ajoutés et la solution est chauffée à 50°C pendant 10 min. Une prise de pH est effectuée après refroidissement de la solution et si la valeur du pH est toujours inférieure à 5, le fluide d'extraction N°1 est utilisé pour le test TCLP, alors que si elle est supérieure à 5, le fluide d'extraction N°2 est utilisé.

- **Étape 2 : Préparation du fluide d'extraction**

Le fluide d'extraction N°1, dont le pH est de 4,93, est utilisé quand les déchets sont peu alcalins. Il est préparé à partir de 5,7 mL d'acide acétique glacial ajoutés à 64,3 mL d'une solution de NaOH (1 M), le tout dilué dans 1 L d'eau millipore. Quant au fluide d'extraction N°2, dont le pH est de 2,88, il est préparé en diluant 5,7 mL d'acide acétique glacial dans 1 L d'eau millipore.

- **Étape 3 : Réalisation du test**

Après le choix et la préparation du fluide d'extraction, 50 g de biofiltre sont transférés dans des bouteilles en plastique étanches, puis mis en contact avec 1 L du fluide d'extraction. Les contenants sont ensuite agités « tête en haut – tête en bas » pendant environ 18 ± 2 h dans un appareil de rotation à 30 tours par minute. Après la mesure du pH, le lixiviat obtenu est ensuite filtré sur des membranes de fibre de verre, puis acidifié avec de l'acide nitrique concentré (5%, v/v) avant d'être analysé par un appareil ICP-AES pour déterminer les teneurs en métaux.

2.2.1.2 Test SPLP

Le test SPLP (Méthode 1312) sera réalisé sur les biofiltres afin de déterminer la quantité de métaux susceptibles d'être lixiviés par les pluies acides. Pour ce faire, 50 g de biofiltre sont mis en contact avec 1 L d'une solution lixivante synthétique pendant environ 18 ± 2 h à 30 tours par minute. Cette solution, dont le pH de 4,2, est préparée à l'aide d'une solution concentrée composée de 60% d'acide sulfurique (12 N) et de 40% d'acide nitrique (12 N). Comme pour le test TCLP, les solutions obtenues sont ensuite filtrées, puis acidifiées pour être ensuite analysées à l'ICP-AES.

2.2.1.3 Test à l'Eau (TE)

Le TE consiste en la mise en contact de l'échantillon avec de l'eau millipore afin d'évaluer le potentiel de lixiviation des métaux contenus dans cet échantillon. De même que pour les tests TCLP et SPLP, 50 g de biofiltre sont mis en contact avec 1 L d'eau millipore pendant environ 18 ± 2 h à 30 tours par minute et le lixiviat est ensuite filtré, puis acidifié pour une analyse des métaux à l'ICP-AES.

2.2.1.4 Procédure d'extraction séquentielle

L'extraction séquentielle permet de subdiviser la spéciation des métaux (Dufresne, 2015; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Zagury *et al.*, 1997) et d'obtenir des informations concernant leur stabilité ou leur mobilité dans l'environnement (Bacon et Davidson, 2008). La procédure, basée sur la méthode de Tessier *et al.* (1979) modifiée par Jong et Parry (2004), consiste à extraire progressivement (i) les composés solubles, (ii) les composés échangeables, (iii) les phases solubles dans l'acide tels que les carbonates, (iv) les phases réductibles tels que les oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn, (v) les phases oxydables tels que la matière organique et les sulfures et enfin (vi) la fraction minérale résiduelle. Pour ce faire, les six différentes étapes sont :

- (i) Ajout d'1 g d'échantillon humide avec 15 mL d'eau déionisée;
- (ii) Extraction avec 8 mL de $MgCl_2$ (1 M) à pH = 7 et température ambiante pendant une heure;

- (iii) Extraction avec 8 mL de NaOAc (1 M) à pH = 5 et température ambiante (avec agitation pendant 5 heures).
- (iv) Extraction avec 20 mL de NH₂OH-HCl (0,04 M) dans 25% (v/v) d'acide acétique à 96% (avec agitation pendant 6 heures).
- (v) Extraction avec 3 mL de HNO₃ (0,02 M) et 5 mL de H₂O₂ (30%) à pH = 2 et à 85°C pendant 3 heures (avec agitation). Après refroidissement à température ambiante, 5 mL de NH₄OAc (3,2 M) dans 20% (v/v) de HNO₃ à 70% sont ajoutés puis le mélange est dilué à 20 mL à l'eau déionisée (avant agitation durant 5 heures).
- (vi) Digestion finale du solide HNO₃ et HCl selon la méthode décrite pour analyse par ICP-AES.

Il est à noter qu'une séparation solide-liquide par centrifugation (Thermo Scientific Sorvall ST-16) à 1 000 rpm pendant 30 minutes a été effectuée entre les différentes étapes. Lors de la séparation, le solide est rincé deux fois avec 8 mL d'eau déionisée et de nouveau centrifugé. Le surnageant de rinçage est mélangé avec l'extrait obtenu précédemment avant d'être acidifié et analysé par ICP-AES.

2.2.2 Essais statiques : Mesure du Potentiel Net de Neutralisation (PNN)

Dans le cadre de cette étude, la détermination du PNN de différents amendements a également été réalisée afin d'estimer les proportions d'amendements à ajouter aux BPSR pour stabiliser les métaux retenus et neutraliser l'acidité générée. Il est à noter que la méthode ABA modifiée a été sélectionnée pour estimer le PN et le PA (Lawrence, 1990). Comparée à la méthode de base développée par Sobek (1978), cette méthode réduit la sur-estimation du PN et permet le calcul du PA à partir de la teneur en sulfures plutôt qu'en soufre total.

2.2.3 Essais cinétiques

2.2.3.1 Mini-cellules d'altération

L'essai cinétique en mini-cellule d'altération (MCA), tout comme les autres essais cinétiques, simule une oxydation accélérée et naturelle des rejets miniers. Il s'agit d'une alternative à l'essai cinétique en cellule humide développé par Cruz et *al.* (2001) et modifié par Villeneuve (2004).

L'essai en MCA consiste à simuler un certain nombre (> 40) de cycles de mouillage / séchage des matériaux (Bouzahzah, 2013; Plante, 2010; Sorrenti, 2007; Villeneuve, 2004). Après chaque cycle de lavage avec de l'eau déionisée, le lixiviat recueilli est analysé (pH, Eh, teneurs en COD, en Fe^{2+} , en SO_4^{2-} et en métaux). Contrairement à l'essai en cellule humide, ce test est effectué sur une petite quantité de matériau; environ 67 g au lieu de 2 kg (Ethier, 2011; Plante, 2010; Villeneuve, 2004). Par ailleurs, du fait qu'une petite quantité d'échantillon est mise en place sur une faible épaisseur, le test en MCA est considéré comme assez agressif. Il présente aussi l'avantage d'être facile à mettre en œuvre, il est moins dispendieux et plus rapide. De plus, il permet d'avoir des réponses souvent similaires à celles obtenues par l'essai en cellule humide (Bouzahzah, 2013; Plante, 2010; Villeneuve, 2004). En raison de ces avantages et préalablement aux essais en colonnes, un suivi du comportement des BPSR (stabilisés ou non) vis-à-vis de l'oxydation a été réalisé à l'aide des essais en MCA afin d'identifier et de quantifier les métaux lixiviables dans la nature. Les essais en MCA vont pouvoir nous informer sur le comportement environnemental que peut avoir les BPSR seuls ou en présence d'amendement. Cette approche permettra de sélectionner les amendements les plus aptes à stabiliser les métaux retenus par les BPSR, d'un point de vue technico-économique.

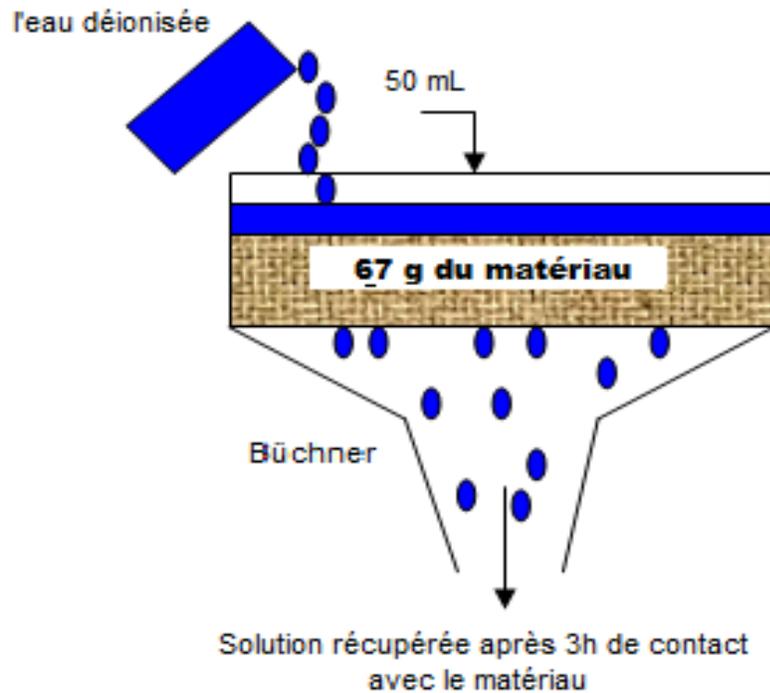


Figure 11 Montage d'une mini-cellule d'altération (adapté de Genty *et al.*, 2012c)

L'utilisation de l'essai en MCA vise à évaluer l'influence de différents amendements alcalins sur la mobilité des métaux contenus dans les BPSR et à déterminer le comportement géochimique de ces derniers. Cet essai comporte trois étapes :

- **Étape 1 : Préparation des matériaux**

La préparation des matériaux placés dans les MCA a été basée seulement sur les mesures du PN et du PA ainsi que sur le calcul du PNN obtenus pour les différents biofiltres et amendements. Ces mesures ont permis l'estimation de la quantité de matériaux alcalins à ajouter aux BPSR afin de stabiliser les métaux présents (Tableau 14). Toutefois, les considérations économiques n'ont pas été prises en compte dans cette étape, étant donné que la majorité des amendements sont des résidus industriels.

Suite à l'estimation des quantités d'amendements à ajouter aux BPSR, deux séries de MCA ont été menées. La première série d'essais a été réalisée sur les matériaux solides issus du B1 avec

ou sans ajout d'amendements. La deuxième série a été réalisée sur les matériaux solides issus du B2 avec ou sans ajout d'amendements. Chaque série d'essais comprenait une MCA de référence contenant juste le BPSR (sans ajout d'amendement), les cinq autres MCA contenant les BPSR bien mélangés avec chacun des amendements (Tableau 14).

Tableau 14 Proportions des amendements à ajouter aux BPSR

	BPSR	CVB	RMB	PFCM*	PFCB*	HYA*
BPSR (% massique)	100	75	70	90	90	85
Amendement (% massique)	0	25	30	10	10	15

* PFCM : Poussière de four à chaud de Marbelton, PFCB : Poussière de four à chaux de Bedford, HYA : Hydroxyapatite

Une fois les mélanges préparés, une série d'analyse a été effectuée sur ces derniers afin de les caractériser, à savoir le pH, l'Eh, la teneur en eau, la teneur en métaux, le dénombrement des BSR, des BSO et des BHAT.

- **Étape 2 : Montage des MCA**

Après avoir préparé les échantillons et calculé leur teneur en eau, 67 g de masse sèche de chaque mélange ont ensuite été disposés sur un filtre en papier Whatman (porosité = 0,45 µm) placé à l'aide d'une graisse de silicone dans des entonnoirs Büchner de 10 cm de diamètre. Les Büchners ont été pesés une fois munis des filtres et de la graisse afin d'effectuer le bilan de masse au moment du démantèlement des MCA. Les Büchners ont ensuite été installés sur un support en bois et les matériaux ont été couverts par du Parafilm troué afin d'empêcher leur contamination. Deux fois par semaine, les échantillons ont été mis en contact pendant 3 h avec 50 mL d'eau déminéralisée dans le but d'évaluer le potentiel de lixiviation des métaux présents dans ces matériaux. Cette eau de lavage a ensuite été retirée sous vide et récupérée dans un erlenmeyer pour être analysée par la suite. Son pH et son Eh ont été déterminés immédiatement après sa récupération puis l'eau de lavage a été filtrée. Une partie du filtrat a été utilisée pour déterminer les teneurs en Fe²⁺ et en SO₄²⁻ et l'autre partie a été acidifiée afin de quantifier la teneur en

métaux et en carbone organique dissout (COD) présents. Lors de chaque cycle de mouillage / séchage, l'erenmeyer utilisé a été pesé avant et après récupération du lixiviat.

- **Étape 3 : Démantèlement des mini-cellules d'altération**

Après 34 cycles de mouillage / séchage, les MCA ont été démantelées et les matériaux ont été pesés. Environ 4 g de matériaux ont ensuite été récupéré afin de dénombrer les BSR, les BSO et les BHAT et le reste a été mis en contact avec 250 mL d'eau déminéralisée dans des erlenmeyers ayant une capacité de 1 L. Après 24 h d'agitation, les différents mélanges ont été filtrés et les solides retenus par le filtre, préalablement pesés, ont été lavés à l'aide de 100 mL d'eau déminéralisée. Le filtrat a été pesé, puis analysé, alors que les solides ont été pesés, puis séchés à 105°C pendant 24 h afin de calculer leur teneur en eau. Suite au séchage, les solides ont été pesés, désagglomérés et homogénéisés selon la méthode de quartage, puis broyés pour analyse. Ce protocole post-démantèlement est tiré des travaux de Villeneuve (2004). Les paramètres analysés sur les filtrats et sur les solides sont résumés au [Tableau 15](#). Les résultats des essais en MCA permettront de choisir les amendements les plus prometteurs dans l'optique de les tester en colonnes.

Tableau 15 Analyses effectuées sur les filtrats et sur les solides

Analyses	Filtrats	Solides séchés et broyés
pH	✓	
Eh	✓	
COD	✓	
Fe ²⁺ /SO ₄ ²⁻	✓	
Digestion		✓
Analyse des métaux	✓	✓

2.2.3.2 Essai en colonnes

L'essai cinétique en colonne fait partie des tests cinétiques les plus utilisés (e.g. Benzaazoua *et al.*, 2004). Plusieurs auteurs ont démontré l'efficacité de ce test à reproduire en laboratoire les conditions naturelles de terrain (e.g. nappe phréatique à profondeur variable, gel-dégel,

ennoisement, variation de température) (Bouzahzah, 2013; Brassard, 1993; Ethier, 2011; Ouangrawa *et al.*, 2007; Villeneuve, 2004). De plus, cet essai permet de tester différents scénarios de restauration pour contrôler et prévenir la génération de DMA (Aubertin *et al.*, 2002; Bouzahzah, 2013; Brassard, 1993; Bussière *et al.*, 1997; Ethier, 2010; Villeneuve, 2004). De même que les autres tests cinétiques, une série d'analyses a été effectuée sur les eaux de percolation (Bouzahzah, 2013; Ethier, 2010; Villeneuve, 2004). Il est à noter que par rapport aux autres essais cinétiques, les essais en colonnes produisent des résultats très comparables aux observations de terrain (Bouzahzah, 2013; Ethier, 2010; Plante, 2010). Toutefois, ils requièrent une grande quantité d'échantillon, une mise en œuvre relativement complexe, une longue période de temps et des coûts plus importants (Bouzahzah, 2013; Brassard, 1993; Ethier, 2010; Plante, 2010).

Pour l'ensemble de ces avantages, une étude du comportement environnemental des BPSR en colonnes est suggérée. Tout comme pour les MCA, les essais en colonne permettront d'évaluer, en laboratoire, l'efficacité des différents amendements à stabiliser les contaminants métalliques et de déterminer les modes de disposition les plus appropriés pour les BPSR.

- **Étape 1 : Préparation des échantillons**

Le choix des proportions et des amendements les plus prometteurs a été basé sur les résultats des tests en MCA ([Section 2.2.3.1](#)). Les matériaux ont été mélangés avec les BPSR, puis quartés afin d'obtenir des sous-échantillons relativement similaires. Un seul résidu alcalin (PFCM) a été testé afin d'évaluer l'impact du mode d'ajout des résidus alcalins (amendés ou superposés) sur leur performance de stabilisation des métaux.

- **Étape 2 : Montage des colonnes**

Les colonnes utilisées dans le cadre de cette étude sont des colonnes en polychlorure de vinyle (PVC) de 15 cm de diamètre et de 100 cm de hauteur ([Figure 12](#)). Elles ont été munies d'un drain à la base afin de récupérer les lixiviats. Préalablement à la mise en place des mélanges, une couche de gravier a été déposée au fond de toutes les colonnes pour empêcher une possible perte de matériaux et de prévenir l'obstruction du drain. Au-dessus de cette couche, une membrane en géotextile a été placée pour retenir les particules fines et filtrer le lixiviat. Les

mélanges ont ensuite été déposés sur une épaisseur de 60 cm dans les colonnes de manière à éviter une compression manuelle sachant que ce phénomène peut diminuer fortement la conductivité hydraulique et créer des chemins préférentiels. Les colonnes ont été pesées avant et après remplissage. Différentes configurations ont été simulées à partir de trois séries de colonnes.

La **première série** de huit colonnes comprend deux colonnes de référence (C1 et C10) contenant chacune un biofiltre (B1 et B2). Les six autres colonnes ont été remplies du BPSR (3 colonnes avec B1 et 3 colonnes avec B2) et des amendements mélangés (CC – Colonnes Y, RMB – Colonnes Z et PCFM – Colonnes W). Les proportions des additifs alcalins ajoutés sont présentées au [Tableau 16](#). L'ensemble des colonnes de la première série d'essais a été alimenté par de l'eau déionisée afin de les maintenir dans un état saturé en eau ([Figure 12 a.](#)).

Les huit colonnes de la **deuxième série** ont été conçues et remplies de la même façon mais à un état de saturation distinct ([Figure 12 b.](#)); elles ont été alimentées avec 2 L d'eau déionisée une fois par mois; ce volume d'eau ajouté est équivalent à environ un mois de précipitation selon le climat moyen de l'Abitibi. De plus, et sous les conditions saturées en eau et non saturées, pour les deux séries, deux colonnes contenant chacune une couche de PCFM superposée à la couche de B2 ont été ajoutées. Une telle configuration permettra de statuer sur l'effet du mode d'ajout des résidus alcalins sur la mobilité potentielle des métaux (amendés ou déposés en surface) ([Figure 12](#)).

Enfin, la **troisième série** d'essais à consister à tester l'envoiement des résidus finaux issus du traitement du DMA (BPSR) en remplissant deux colonnes de 2 m de hauteur avec une épaisseur de 60 cm de BPSR (100%) et de les recouvrir d'un mètre d'eau déionisée ([Figure 12 c.](#)) afin de limiter la diffusion de l'oxygène jusqu'aux matériaux résiduels des BPSR post-démantèlement. Étant donné que le coefficient de diffusion de l'oxygène est 10 000 fois plus faible dans l'eau que dans l'air, une telle configuration pourrait empêcher ou minimiser l'oxydation des métaux retenus par les BPSR et donc leur relargage dans l'environnement (Aachib *et al.*, 2004; Paradis, 2004).

Tableau 16 Proportions des amendements alcalins ajoutés aux BPSR

	Composition du mélange (%)			
	X	Y	Z	W
BPSR	100	75	70	90
CC	0	25	0	0
BR	0	0	30	0
PFCM	0	0	0	10

Les lixiviats issus de différentes colonnes ont été recueillis à la base de chaque colonne pour être analysés chaque mois. Les analyses ont porté sur la détermination du pH, du Eh, de la teneur en COD, en Fe^{2+} , en SO_4^{2-} et en métaux dissous. Les BSR, les BSO et les BHAT présentes dans les lixiviats issus des colonnes ont également été analysées à chaque deux mois.

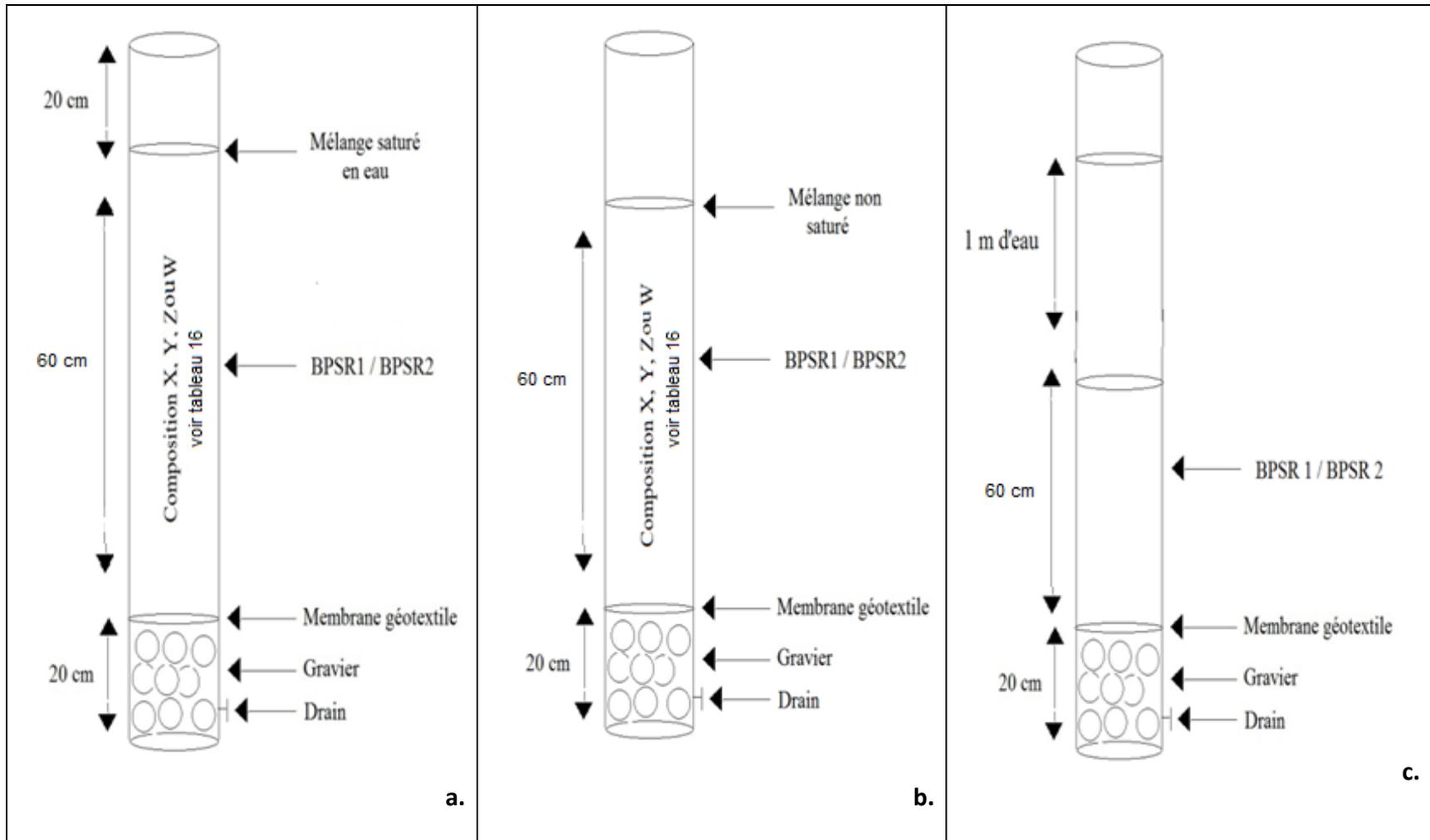


Figure 12 Présentation des différents scénarios de stabilisation investigué

Au total, vingt essais en colonnes ont été réalisés afin de tester différents scénarios de gestion à long terme des biofiltres B1 et B2 (avec ou sans amendement) dans des conditions ambiantes au laboratoires (température $\approx 18^{\circ}\text{C}$). La [Figure 13](#) donne une vision réelle du montage de ces vingt colonnes.



Figure 13 Photographie illustrant le montage des vingt colonnes (C1 à C20)

- **Étape 3 : Démantèlement**

Les essais en colonnes ont été arrêtés après 22 mois d'opération. Dans un premier temps, l'eau recouvrant les deux BPSR envoyés a été retirée. Ces colonnes ont ensuite été drainées pendant 24 h tout comme les colonnes saturées en eau. L'eau recouvrant les biofiltres et l'eau drainée a été analysée pour déterminer le pH, le Eh, ainsi que les teneurs en Fe^{2+} et en SO_4^{2-} . Par

la suite, les échantillons ont été filtrés puis acidifiés afin de déterminer leurs teneurs en métaux et en COD.

Il est à noter que les colonnes ont été pesées après leur drainage et avant leur démantèlement. Les matériaux ont été délicatement démoulés en mettant les colonnes à l'envers. Une fois le solide récupéré, deux prélèvements ont été effectués à 20 cm du bas et à 20 cm du haut de chaque colonne. Les échantillons ont rapidement été prélevés afin d'éviter l'oxydation des minéraux formés lors de la stabilisation. Les échantillons ont immédiatement été analysés pour déterminer le pH et le Eh. Pour chaque niveau, environ 50 g d'échantillon ont été séchés dans une étuve à 50°C pendant 48 h afin de calculer leur teneur en eau puis les échantillons ont été broyés. Par la suite, 100 g d'échantillon ont été mis en contact avec 250 mL d'eau déminéralisée dans des erlenmeyers ayant une capacité de 1 L. Après 24 h d'agitation, les différents mélanges ont été filtrés et les solides retenus par le filtre ont été lavés par 100 mL d'eau déminéralisée. Le filtrat a été pesé puis analysé alors que les solides ont été pesés puis séchés à 105°C pendant 24 h afin de calculer leur teneur massique en eau. Ensuite, les solides ont été homogénéisés par quartage puis broyés. Ces derniers ont fait l'objet d'une digestion acide suivie d'une analyse à l'ICP-AES pour déterminer les teneurs en métaux.

Pour chaque colonne, 100 g d'échantillon ont également été conservés à 4°C dans des sacs ziploc bien identifiés et bien fermés pour des analyses minéralogiques complémentaires. Sur le plan microbiologique, 2 g d'échantillon ont été prélevés à 20 cm du bas des colonnes et utilisés pour le dénombrement des BSR. L'énumération des BSO et BHAT a été réalisée sur un échantillon de 2 g prélevé à 20 cm du haut des colonnes. Suite à la compilation des résultats, les mélanges permettant une bonne stabilisation des métaux fixés par les BPSR ont fait l'objet de tests de lixiviation énumérés précédemment (TCLP, SPLP et TE).

Tableau 17 Composition des mélanges de chaque colonne

Scénario de gestion	Saturées en eau		Non saturées (mouillage / séchage)		Ennoyées	
	B1	B2	B1	B2	B1	B2
Composition	100% BPSR (1)	100% BPSR (10)	100% BPSR (5)	100% BPSR (14)	100% BPSR (9)	100% BPSR (18)
	75% BPSR + 25% CC (2)	75% BPSR + 25% CC (11)	75% BPSR + 25% CC (6)	75% BPSR + 25% CC (15)		
	70% BPSR + 30% RMB (3)	70% BPSR + 30% RMB (12)	70% BPSR + 30% RMB (7)	70% BPSR + 30% RMB (16)		
	90% BPSR + 10% PFCM (4)	90% BPSR + 10% PFCM* (13)	90% BPSR + 10% PFCM (8)	90% BPSR + 10% PFCM* (17)		
		90% BPSR + 10% PFCM** (19)		90% BPSR + 10% PFCM** (20)		

* : les résidus alcalins ont été mélangés avec les BPSR

** : les résidus alcalins ont été superposés aux BPSR

(X) : numéros attribués aux colonnes

2.3 Méthodes analytiques

2.3.1 Teneur en eau

La teneur massique en eau a été déterminée selon la méthode E 1756-08 (ASTM, 2008). Pour ce faire, une masse de 50 g de chaque matériau a été pesée puis séchée dans une étuve à 105°C pendant 24 h. Par la suite, les matériaux séchés ont été placés dans un dessiccateur pendant au moins 30 min avant d'être pesés. La teneur en eau a ensuite été calculée selon l'Équation 8.

Équation 8 Détermination de la teneur en eau

$$H (\%) = (E / F) \times 100$$

Avec H : teneur en eau (%); E : masse d'eau dans l'échantillon (g) (masse de l'échantillon humide – masse de l'échantillon après séchage); F : masse de l'échantillon solide (g)

2.3.2 Détermination du pH et Eh

Le pH et le Eh des matériaux ont été déterminés selon la méthode D 4972-95a, après les avoir mis en solution dans de l'eau déminéralisée (ratio p/v = 1/10) (ASTM, 1995). Les mesures du pH et du Eh ont été effectuées à l'aide d'électrodes spécifiques branchées toutes les deux sur le même appareil de la marque HACH. La sonde de pH a été préalablement calibrée à l'aide de solutions tampon certifiées (pH 2,00 - 4,00 et 7,00). Un contrôle de 240 ± 50 mV a été utilisé afin de vérifier avant chaque série l'efficacité de la sonde Eh. La lecture du Eh a été ensuite corrigée par rapport à l'électrode normale à l'hydrogène (ENH), étant la référence universelle et ce, par l'addition de 204 mV à la valeur obtenue.

2.3.3 Dosage de l'acidité et de l'alcalinité

Les analyses d'acidité et d'alcalinité des liquides ont été réalisées par titrages acido-basique selon la méthode d'analyse MA-315 du centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ, 2014).

L'analyse de l'acidité d'un liquide est une mesure permettant de quantifier sa capacité à réagir avec une base forte ou, en d'autres termes, à neutraliser l'ion hydroxyle. L'acidité provient généralement des acides minéraux forts (sulfuriques), des acides faibles (phosphoriques, carboniques, acétiques) ainsi que des sels d'acides forts et des bases faibles. La quantification de l'acidité s'effectue communément à partir d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,02 N (titrant). Par convention, à un pH de 8,3, toutes les espèces acides sont neutralisées, ce qui permet de quantifier l'acidité totale en mg/L CaCO₃. La limite de détection mentionnée dans la méthode MA-315 est de 6 mg/L CaCO₃.

L'analyse de l'alcalinité est une mesure permettant de quantifier sa capacité à neutraliser les acides. L'alcalinité est généralement liée à la présence des ions carbonate, bicarbonate et hydroxyde. Comme pour l'acidité, elle s'exprime en mg/L CaCO₃. La quantification de l'alcalinité s'effectue communément à partir d'une solution d'acide sulfurique à 0,02 N (titrant). Par convention, à un pH de 4,5, les trois principales formes d'alcalinité mentionnées précédemment sont converties en acide carbonique et en eau, ce qui permet de quantifier l'alcalinité totale. La limite de détection mentionnée dans la méthode MA-315 est de 8 mg/L CaCO₃.

2.3.4 Capacité d'échange cationique

L'estimation de la CEC des matériaux a été réalisée selon la méthode P33-B de Oudjehani et Zagury (1999) qui comporte trois étapes. Premièrement, tous les cations échangeables ont été remplacés par des ions sodium à l'aide d'une solution d'acétate de sodium à 1 M. Ensuite, une solution d'acétate d'ammonium a été ajoutée afin de libérer les ions sodium, tout en les remplaçant par des ions ammoniums. Finalement, la concentration des ions sodium en solution a été déterminée par spectrométrie d'absorption atomique (AAS, Agilent Technologies

Spectrometer 200 Series AA). La mesure de la CEC a été réalisée en triplicata et le résultat est exprimé en $m_{\text{eq}}/100$ g de matériau sec.

2.3.5 Pouvoir calorifique

Dans l'optique de vérifier la possibilité de valoriser les BPSR après avoir récupéré les métaux retenus par ces derniers, il semble primordial d'évaluer leur pouvoir calorifique. Ce paramètre a été déterminé à l'aide d'une bombe calorimétrique (Parr 6400). Les matériaux ont été séchés et broyés (< 0,2 mm) avant d'être mélangés avec de l'acide benzoïque à raison de 40% (p/p). Une masse de 1 g a été utilisée pour former une pastille, à l'aide d'une presse manuelle, qui a ensuite été placée à l'intérieur de la bombe calorimétrique avec le dispositif d'allumage. La mesure de ce paramètre a été réalisée en triplicata.

2.3.6 Carbone, azote, soufre et hydrogène

Afin de déterminer la teneur en C, en H, en N et en S présents dans les matériaux solides, les échantillons ont, tout d'abord, été séchés puis broyés. Près de 2,2 mg d'échantillon ont ensuite été introduits dans l'analyseur (Perkin Elmer, 2400 Séries II). Chaque mesure a été réalisée en triplicata. Des échantillons de cystéine ont été utilisés comme contrôle afin de vérifier la calibration de l'appareil.

2.3.7 Analyse des métaux par ICP-AES

Afin de déterminer les teneurs en métaux / métalloïdes présents dans l'ensemble des matériaux et des mélanges réactifs, les échantillons ont fait l'objet d'une digestion acide avant d'être analysés par ICP-AES. Pour ce qui est de la digestion, une masse de 0,200 g d'échantillon séché et broyé a été introduit, en plus d'un barreau magnétique, dans des tubes à micro-ondes. Par la suite, 7 mL de HNO_3 et 1 mL de HCl ont été ajoutés. Après la digestion, le digestat a été transféré dans un ballon jaugé et le volume a été complété à 100 mL avec de l'eau déminéralisée. La digestion a été effectuée en duplicata et son efficacité a été vérifiée en insérant un contrôle certifié (compost) ainsi qu'un témoin pour chaque série d'échantillons. Par la suite, les digestats ont été filtrés sur une membrane (porosité de 0,45 μm) afin d'analyser les teneurs en métaux par ICP-AES.

2.3.8 Dénombrement des populations microbiennes

2.3.8.1 Dénombrement des BSR

Sur le plan microbiologique, un dénombrement des BSR présentes dans les matériaux organiques a été effectué selon la méthode de fermentation en tubes multiples (NPP) en cinq tubes. Cette méthode consiste en l'incubation pendant dix jours à 30°C de tubes Hungate, contenant 4,5 mL d'un milieu de culture liquide approprié à la croissance des BSR ([Annexe 1](#)). Le milieu de culture a été préparé et introduit dans les tubes sous des conditions anaérobies. Avant de procéder à l'inoculation des tubes, une masse de 2 g de matériau a été mise en solution avec 8 mL d'eau physiologique à l'aide d'un vortex. Une série de dilution, allant jusqu'à 10^{-12} , a été réalisée à partir de cette solution et ce, toujours sous flux d'azote. Un volume de 0,5 mL de chaque dilution a été additionné aux tubes Hungate à l'aide d'une seringue rincée par un flux d'azote. Après 10 jours d'incubation, un dépôt noir présent au fond des tubes traduit un résultat positif qui est confirmé via un mélange d'une solution de chlorure ferrique et d'une solution de dihydrochlorure p-aminodiméthylaniline.

2.3.8.2 Dénombrement des bactéries hétérotrophes acidophiles totales (BHAT) et des bactéries sulfoxydantes (BSO) acidophiles

Les BHAT et les BSO ont été dénombrés dans les biofiltres post-démantèlement selon la méthode de NPP en trois tubes, après une série de dilution allant jusqu'à 10^{-5} . Les BHAT et les BSO ont également été dénombrées dans les lixiviats récupérés tous les deux mois lors des essais cinétiques (essais en MCA et en colonnes) et dans les matériaux solides à la fin de ces essais. La méthode de dénombrement de ces bactéries consiste en l'incubation, sous agitation pendant un mois à 30°C, d'un certain nombre de tubes contenant 9 mL d'un milieu de culture liquide approprié à chaque type de bactéries additionné de 1 mL de chaque dilution. Les BHAT et les BSO sont dénombrées respectivement dans les milieux liquides FeTSB et SLM ([Annexe 1](#)) (Johnson, 1995; Leduc *et al.*, 2001). Les tubes contenant le milieu FeTSB sont considérés positifs quand leur couleur vire vers l'orange, indiquant la production de jarosite suite à la croissance

bactérienne. Cependant, le développement des BSO est marqué par un trouble de milieu SLM avec un dépôt noir (S_2) au fond des tubes.

3 RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Étude de l'influence de la composition des bioréacteurs sur les performances de traitement du DMA

Afin d'étudier l'influence de la composition de deux biofiltres semi-passifs sulfato-réducteurs sur les performances de traitement d'un DMA ferrifère typique de l'Abitibi, une caractérisation chimique, physico-chimique et microbiologique des différents matériaux constituant les différents mélanges réactifs est dans un premier temps présentée ci-dessous. Par la suite, un suivi hebdomadaire a été réalisé le long du traitement afin d'évaluer les performances des bioréacteurs pour le traitement de DMA. Enfin, les principaux mécanismes mis en œuvre ainsi que la distribution géochimique de chaque métal dans les bioréacteurs sont mis en exergue. Une synthèse est finalement présentée afin de faciliter la compréhension aux lecteurs.

3.1.1 Caractérisation des matériaux constituant les différents bioréacteurs étudiés

3.1.1.1 Caractérisation chimique, physico-chimique, microbiologique et paramètres de biodégradabilité

Tel que mentionné précédemment, un mélange réactif pour BPSR comprend généralement quatre groupes de composant : une source de carbone organique, une source de bactéries, un agent neutralisant et un milieu poreux (Cocos *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2017; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Waybrant *et al.*, 1998; Zagury *et al.*, 2006). Afin d'évaluer la capacité de différents matériaux comme substrats dans des BPSR, une caractérisation physico-chimique et microbiologique des différents composants disponibles localement a préalablement été effectuée. Les [Tableaux 18](#) et [19](#) résument les principales caractéristiques des différents matériaux étudiés.

Une analyse de la composition chimique élémentaire (C, N, H, S) a notamment été effectuée sur l'ensemble des matériaux. Les résultats présentés au [Tableau 18](#) montrent que les déchets cellulosiques contiennent environ 50% de carbone. Ils peuvent être utilisés dans les BPSR comme

agent structurant et comme source de carbone à long terme pour les BSR. Quant au fumier de poule, aux boues papetières et au compost de feuilles, l'analyse a démontré des teneurs en matière organique se situant entre 27 et 45%. Contrairement aux déchets celluloseux, ils constituent une source d'azote (entre 2,5 et 7,2%) et de carbone à plus court terme pouvant être facilement biodégradée par les BSR. Le fait d'utiliser divers matériaux organiques permettrait d'avoir des mélanges plus réactifs à court et long termes. En effet, des études antérieures ont démontré qu'un mélange réactif renfermant deux sources de carbone, dont une source facilement biodégradable, permet d'avoir des taux de sulfato-réduction plus élevés (Cocos *et al.*, 2002; Neculita et Zagury, 2008; Zagury *et al.*, 2006; Vasquez *et al.*, 2016b).

D'autre part, plusieurs auteurs associent le rapport C/N avec la biodégradabilité des substrats complexes en conditions sulfato-réductrices (Bécharde *et al.*, 1994; Neculita et Zagury, 2008; Reinertsen *et al.*, 1984; Zagury *et al.*, 2006). D'après de nombreux travaux antérieurs, un rapport C/N d'environ 10/1 est souhaitable pour un traitement efficace du DMA (Bécharde *et al.*, 1994; Neculita et Zagury, 2008; Prasard *et al.*, 1999). La caractérisation des matériaux organiques utilisés dans le présent projet de recherche indique un rapport C/N supérieur à 10/1 pour l'ensemble des déchets celluloseux et du compost de feuille. Les boues papetières, les copeaux de tremble et de bouleau présentent, quant à eux, des ratios C/N proches de 10/1, indiquant une biodégradabilité élevée. Ces derniers représentent ainsi les meilleurs substrats pour le développement et l'activité des BSR, entraînant une augmentation de l'alcalinité et du taux d'enlèvement des métaux par l'action des bactéries et ce, suite à l'utilisation des sulfates comme accepteur final des électrons lors de la dégradation de la matière organique (Dar *et al.*, 2005; Hwang et Neculita, 2013; Johnson et Hallberg, 2003; Lee *et al.*, 2002; Reinertsen *et al.*, 1984; Vasquez *et al.*, 2016). Le rapport COD/SO₄²⁻ est considéré comme étant un autre paramètre clé associé à l'efficacité des BPSR (Neculita et Zagury, 2008). Les résultats présentés au [Tableau 18](#) démontrent que l'ensemble des matériaux organiques disposent d'un rapport COD/SO₄²⁻ se situant entre 23,2 et 1 270, ce qui dépasse fortement la valeur limite pour une bonne biodégradabilité des matériaux organiques naturels en conditions sulfato-réductrices ($\geq 0,4$) (Neculita et Zagury, 2008).

Les mesures de pH pour tous les matériaux utilisés comme substrats dans les bioréacteurs sont présentées au [Tableau 19](#). L'ensemble des matériaux cellulosiques montrent un pH légèrement acide, se situant entre 4,9 et 5,7, tandis que le pH des matériaux organiques est plus élevé mais reste très légèrement acide à neutre (6,1 - 7,4). Les matériaux inorganiques, quant à eux, présentent des pH neutres à basiques, se situant entre 6,9 et 8,8. Les mêmes remarques ont été rapportées par d'autres auteurs ayant utilisé des matériaux cellulosiques, organiques et inorganiques dans leurs mélanges réactifs (Genty *et al.*, 2017; Neculita et Zagury, 2008; Vasquez *et al.*, 2016b).

Afin d'avoir une idée sur la capacité des différents matériaux à retenir des métaux, leur CEC a été mesurée à l'aide du protocole développé par Oudjehani et Zagury (1999). Les résultats obtenus présentent des valeurs importantes se situant entre 8,00 et 104 m_{éq}/100 mg pour l'ensemble des matériaux organiques ([Tableau 19](#)). En effet, les matériaux organiques possèdent généralement des CEC élevées (Asadi *et al.*, 2009; Dufrene, 2015; Genty *et al.*, 2012a; Koull, 2007). Ces résultats indiquent que l'échange ionique pourrait bien faire partie des phénomènes de sorption qui confèrent à ces substrats organiques la capacité à retenir les métaux à leur surface. Plusieurs auteurs ont démontré la contribution importante des phénomènes de sorption pour l'enlèvement des métaux dans les premiers temps de vie des BPSR (Genty *et al.*, 2018; Neculita, 2008; Sheoran *et al.*, 2010). Sur le plan microbiologique, le fumier, les boues papetières et le compost de feuilles représentent des substrats riches en BSR ($1,11 \times 10^5 - 2,53 \times 10^6$ UFC/g échantillon sec), d'où l'intérêt de leur utilisation dans de nombreux mélanges réactifs (Clyde *et al.*, 2016; Genty *et al.*, 2017; Neculita et Zagury, 2008; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 2016b).

Une analyse des métaux a également été réalisée. Pour ce faire, l'ensemble des matériaux constitutifs des mélanges réactifs a fait l'objet d'une digestion suivie d'une analyse à l'ICP-AES. Les résultats ainsi obtenus sont présentés en [Annexe 2](#). Les teneurs en métaux restent négligeables par rapport aux concentrations élevées contenues dans le DMA.

Tableau 18 Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des différents composants utilisés dans les bioréacteurs B1 et B2

Bioréacteur	Matériaux	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)	NTK (%)	COT (%)	COD (mg/L)	C/N	COD/SO ₄ ²⁻
B1	Boues papetières	45,1	4,62	4,69	0,58	-	-	70	9,6	40,2
	Compost de feuilles	27,1	2,76	2,47	0,69	1,3	24	48	21	23,2
	Bran de scie d'érable	48,5	6,62	1,59	0,71	1,1	51	280	31	131
	Copeaux d'érable	48,5	6,65	1,62	0,67	1,8	49	450	27	224
	Calcite	-	-	-	-	Non	0,0	Non	-	-
	Fumier de poule 1	32,0	4,02	5,76	1,10	5,5	27	4 200	5,8	1 270
	Copeaux de tremble	47,7	6,10	3,33	< 0,20	-	-	279	14	-
	Sédiments	4,48	0,79	0,81	0,31	0,3				
	Sable	-	-	-	-	Non	Non	Non	-	-
	Mélange BPSR 1C	26,1	3,36	2,54	1,59	5,2	28	540	21	113
Mélange BPSR 1T	20,9	2,59	2,59	1,54	4,8	13	480	15	104	
B2	Calcaire	-	-	-	-	Non	Non	Non	-	-
	Fumier de poule 2	35,7	4,68	7,18	0,40	-	-	32	5,0	26,7
	Copeaux de bouleau	51,4	6,87	3,66	< 0,20	-	-	190	14	-

Tableau 19 Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des différents composants utilisés dans les bioréacteurs B1 et B2

Bioréacteur	Matériaux	BSR/g éch. sec	pH	Humidité (%)	D ₁₀ (mm)	D ₅₀ (mm)	D ₉₀ (mm)	K _{sat} (cm/s)	CEC (m _{eq} /100 mg)	Porosité
B1	Boues papetières	2,53 x 10 ⁶	6,3	68	1,00	4,00	9,00	9,40 x 10 ⁻²	8,00	0,40
	Compost de feuilles	2,10 x 10 ⁵	6,1	56	0,18	0,70	4,00	2,30 x 10 ⁻²	52,7	0,41
	Bran de scie d'érable	<2	5,0	11	0,30	0,60	1,50	0,24	47,7	0,64
	Copeaux d'érable	<2	4,9	9,0	0,90	1,50	3,00	0,55	72,7	0,69
	Fumier de poule 1	1,11 x 10 ⁵	7,4	11	1,50	1,90	2,50	4,50 x 10 ⁻²	91,6	0,54
	Copeaux de tremble	20	4,9	27	0,50	2,20	10,0	9,65	64,6	0,67
	Sédiments	5,20 x 10 ³	6,6	37	-	-	-	-	-	-
	Sable	Non	6,9	0,0	0,50	0,84	1,70	0,61	Non	0,43
B2	Calcaire	Non	8,2	0,0	0,35	15,0	20,0	18,3	Non	0,45
	Fumier de poule 2	3,74 x 10 ⁵	7,1	5,0	5,00	6,00	8,00	-	104	0,78
	Copeaux de bouleau	0	5,7	26	1,80	7,00	15,0	5,43	73,0	0,44

3.1.1.2 Caractérisation physique et hydraulique

Les distributions granulométriques des mélanges réactifs (B1C, B1T et B2) et des différents matériaux constitutifs ont été obtenues par tamisage manuel. Les résultats ainsi obtenus ont permis de tracer les courbes granulométriques (Figure 14) et de calculer les coefficients d'uniformité ($C_U = D_{60}/D_{10}$) permettant de définir le type de distribution des échantillons, en sachant que plus le C_U est proche de 1, plus la distribution est serrée et plus le C_U est grand, plus elle est étalée (Robitaille et Tremblay, 1997). Le D_{60} et le D_{10} correspondent au diamètre effectif des particules à 60 et à 10% de passant, respectivement. Il est à noter que les paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} des différents substrats sont également présentés au Tableau 20. Ces derniers décrivent des distributions granulométriques grossières pour le calcaire, les copeaux de bouleau et les copeaux de tremble. Les distributions granulométriques les plus fines ont été obtenues pour la sciure et les copeaux d'érable, ainsi que le fumier de poule 1.

Les courbes granulométriques présentées sur la Figure 14 ainsi que les pourcentages passants (Tableau 20) montrent que le mélange B1T présente une distribution granulométrique plus grossière que celle du mélange B1C. La substitution des copeaux et de la sciure d'érable par des copeaux de tremble et des boues papetières disponibles localement vise à améliorer la perméabilité du bioréacteur B1T et à limiter les phénomènes de colmatage décrit par Neculita (2008). Concernant le bioréacteur B2, les copeaux de bouleau (60%) et le calcaire (20%), disposant d'un D_{90} de 15 et 20 mm, respectivement, ont aussi été utilisés afin d'obtenir un mélange réactif encore plus perméable que le mélange B1T. L'analyse de la granulométrie du mélange B2 présentée sur la Figure 14 démontre une granulométrie plus grossière; 60% de particules sont supérieures à 7 mm et le D_{90} est de 13 mm. Les paramètres D_{10} , D_{50} et D_{60} des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2) présentés au Tableau 20 confirment la granulométrie plus grossière du mélange B2. Les C_U démontrent une distribution serrée pour les mélanges B1C et B1T ($C_U = 3,05$ et $2,67$) et étalée pour le mélange B2 ($C_U = 8,75$).

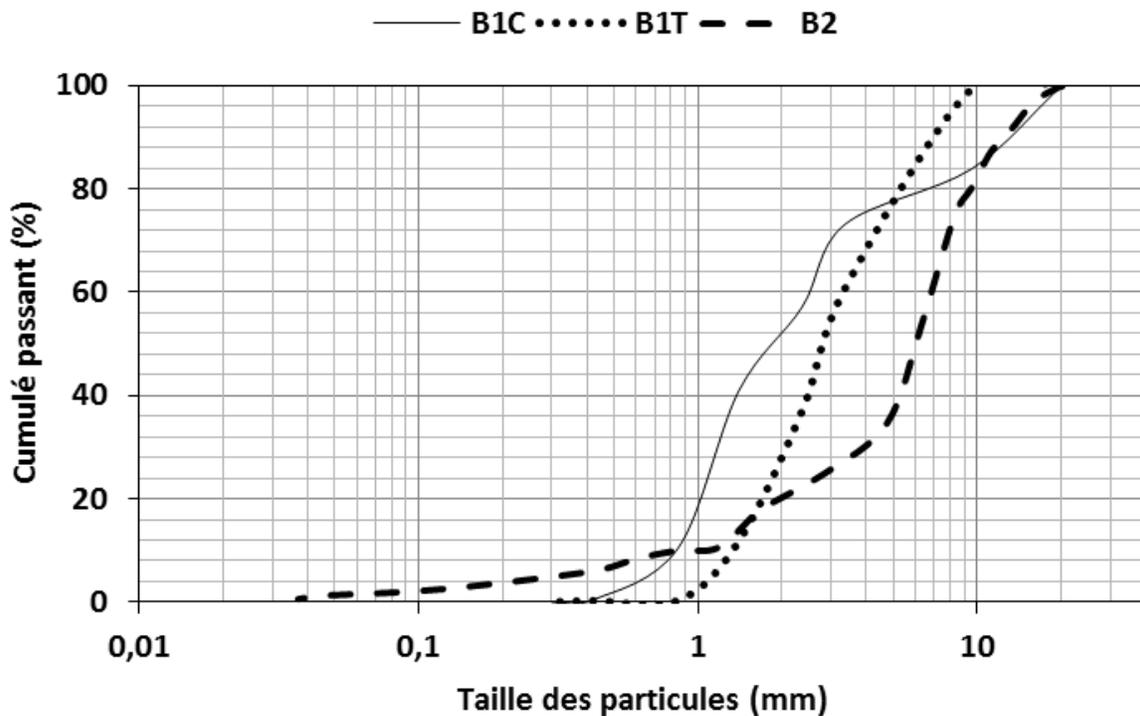


Figure 14 Répartition de la taille des particules des bioréacteurs B1C, B1T et B2

Tableau 20 Caractéristiques granulométriques des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2)

	B1C	B1T	B2
D_{10} (mm)	0,82	1,2	0,8
D_{50} (mm)	1,8	2,9	6
D_{60} (mm)	2,5	3,2	7
C_u	3,05	2,67	8,75

La conductivité hydraulique saturée (K_{sat}) ainsi que la porosité des différents mélanges réactifs et des matériaux constitutifs ont été mesurées. La K_{sat} a été mesurée à l'aide d'un perméamètre à paroi rigide avec la méthode à charge constante conformément à la norme ASTM 2434. Les résultats de la K_{sat} et de la porosité des substrats sont présentés au [Tableau 19](#). Les boues papetières, le compost de feuilles ainsi que le fumier de poule 1 présentent des valeurs de K_{sat}

élevées (entre $2,30 \times 10^{-2}$ et $9,40 \times 10^{-2}$ cm/s) pour des porosités variant de 0,40 à 0,54. Les copeaux de tremble et de bouleau, ainsi que le calcaire présentent les K_{sat} les plus élevées ($> 5,43$ cm/s) avec des porosités se situant entre 0,44 et 0,67. Il est à noter que la K_{sat} du fumier de poule 2 n'a pas été mesurée mais devrait être supérieure à celle du fumier de poule 1 sachant que ce dernier présente une granulométrie plus grossière (Tableau 20).

La caractérisation hydraulique des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2) est présentée au Tableau 21. Les mélanges B1C et B1T ont des densités relatives similaires (1,06) alors que celle du mélange B2 (1,51) est légèrement plus élevée en raison de sa composition. Il est à noter que le mélange B1T montre une K_{sat} de $4,82 \times 10^{-3}$ cm/s et une porosité de 0,39 qui sont relativement similaires à celles du mélange B1C, à savoir $2,90 \times 10^{-3}$ cm/s pour le K_{sat} et 0,35 pour la porosité. Toutefois, le mélange B2 montre une K_{sat} ($4,13 \times 10^{-2}$ cm/s) plus élevée (d'environ un ordre de grandeur) en raison d'une distribution granulométrique plus grossière et d'une porosité plus élevée, avec une valeur de 0,60 (Tableau 21). La distribution granulométrique plus grossière et la K_{sat} plus élevée du mélange B2 devraient donc favoriser la libre circulation du DMA à traiter et limiter les risques de colmatage des bioréacteurs à long terme (i.e., baisse de la K_{sat} et augmentation du TRH). Ces risques pourraient être attribués au développement de la biomasse microbienne et/ou aux précipités métalliques d'oxy-hydroxydes ou de sulfates. Les précipités formés peuvent toutefois engendrer la formation de chemins préférentiels et donc une augmentation du TRH (Caraballo *et al.*, 2010; Rakotonimaro, 2017). De nombreuses études antérieures ont mis l'accent sur l'importance des paramètres hydrauliques des mélanges réactifs dans le fonctionnement des bioréacteurs. Elles ont pu mettre en évidence que même de faibles variations de la perméabilité peuvent changer le TRH et éventuellement réduire l'efficacité, ainsi que la durée de vie des bioréacteurs (e.g, Barton et Karathanasis, 1999; Benner *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2018; Gibert *et al.*, 2003; Neculita *et al.*, 2008b; Potvin, 2009; Tsukamoto *et al.*, 2004; Skousen, 1996). Les valeurs de K_{sat} obtenues pour l'ensemble des mélanges réactifs sont relativement similaires aux valeurs rapportées dans de nombreux travaux antérieurs ($10^{-4} < K_{sat} < 10^{-2}$ cm/s) (Bhattacharya *et al.*, 2017; Genty *et al.*, 2018; Neculita *et al.*, 2008b; Potvin, 2009; Waybrant *et al.*, 1998).

Tableau 21 Conductivité hydraulique des différents mélanges réactifs (B1C, B1T et B2)

	B1C	B1T	B2
Densité relative	1,06	1,06	1,51
Ratio de vide	0,55	0,64	1,48
Porosité (%)	35,0	39,0	59,7
K_{sat} (cm/s)	$2,90 \times 10^{-03}$	$4,82 \times 10^{-03}$	$4,13 \times 10^{-02}$

3.1.2 Performances des bioréacteurs pour le traitement de DMA

Afin de statuer sur la performance des différents BPSR testés (B1C, B1T, B1TS et B2), une série d'analyses a été réalisée sur les effluents à l'entrée et à la sortie des systèmes de traitement. Les paramètres étudiés sont le pH (Figure 15), le Eh (Figure 16), l'acidité et l'alcalinité (Figure 18), les teneurs résiduelles en SO_4^{2-} (Figure 19), en Fe^{2+} (Figure 20) et en métaux (Figure 21), ainsi que les BSR (Figure 22).

3.1.2.1 Évolution du pH durant le traitement du DMA

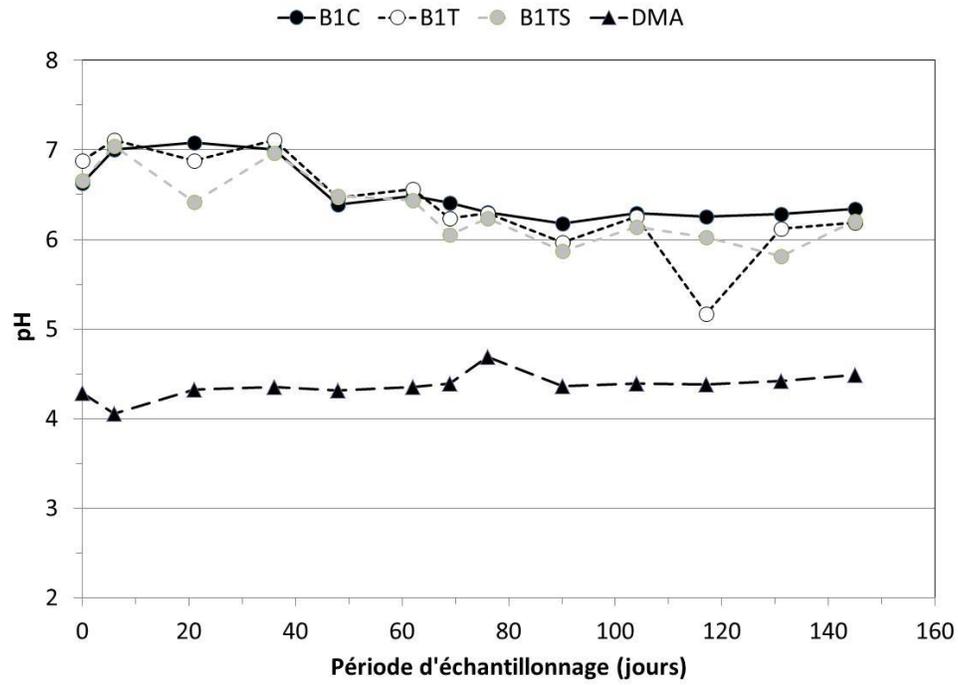
La Figure 15 présente l'évolution temporelle du pH du DMA à l'entrée et à la sortie des bioréacteurs (B1C, B1T, B1TS et B2) durant la totalité des expériences (145 jours pour B1C, B1T et B1TS et 266 jours pour B2). Bien qu'une diminution progressive du pH ait été observée au cours du temps au niveau des bioréacteurs B1 (de 7,1 à 6,2), les résultats montrent des valeurs de pH relativement stables, que ce soit à l'entrée (entre 4,0 et 4,5), ou à la sortie (entre 5,8 et 7,3) des BPSR. Les mesures de pH prises à la sortie du bioréacteur B2 fluctuent, quant à elles, entre 5,8 et 6,8. Elles restent relativement stables et aucune diminution de pH n'a été notée à la fin de l'expérience. Toutefois, une légère augmentation, du premier jour de l'expérience (pH = 6,4) au dernier jour (pH = 6,8), est observée. Il est à noter que le DMA présente, quant à lui, des valeurs de pH variant entre 3,2 et 5,3. L'ensemble des mesures de pH prises au niveau du DMA à traiter reste faible comparé à celles prises à la sortie des bioréacteurs B1 et B2. Cette différence confirme la capacité des BPSR à augmenter le pH et, par conséquent, à neutraliser l'acidité générée par le DMA. En effet, ces résultats concordent avec les observations ayant été rapportées par d'autres études sur l'efficacité des BPSR à traiter le DMA (Cocos, 2000; Genty et

al., 2017; Harris et Ragusa, 2001; Kuyucak *et al.*, 2006; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 20016b; Zagury *et al.*, 2006).

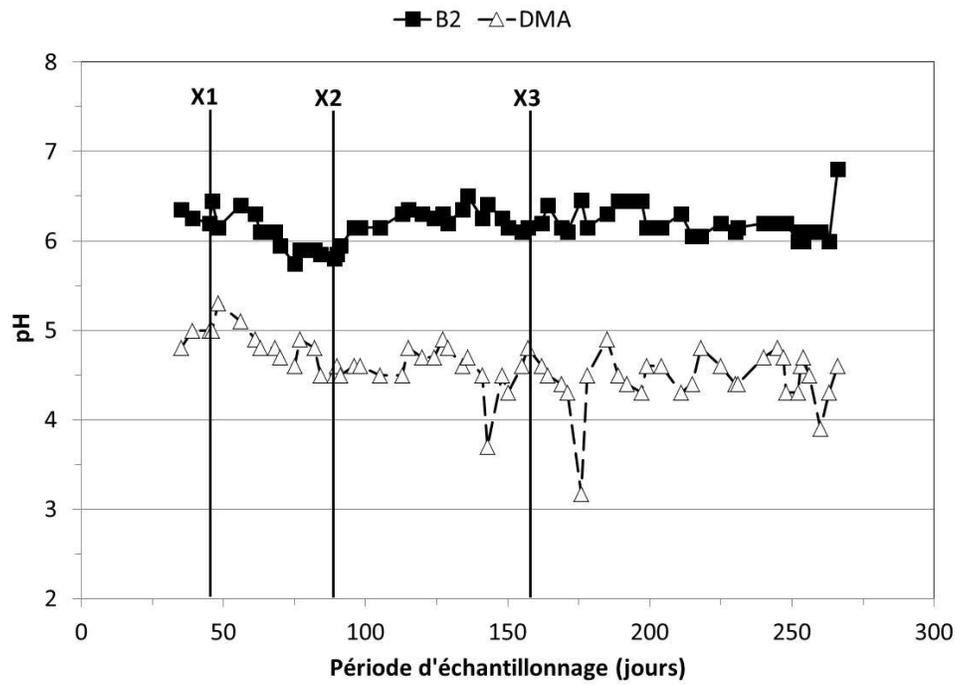
L'augmentation du pH peut être expliquée par la dissolution progressive de la calcite et des carbonates de calcium présents dans les différents mélanges réactifs étudiés, permettant ainsi la neutralisation du DMA (Genty *et al.*, 2017, 2018; Mayes *et al.*, 2008; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Santofimia et Lopez-Pamo, 2016; Vasquez *et al.*, 2016a,b). Selon plusieurs auteurs, la dissolution des carbonates est d'autant plus importante que le pH est faible et que la pression partielle en CO₂ est élevée. Il est à noter que les conditions anoxiques, permettant une bonne rétention du CO₂, favorisent l'augmentation de la pression partielle en CO₂ dans les BPSR (Cravotta et Trahan, 1999 ; Hedin et Watzlaf, 1994; Potvin, 2009).

En outre, les BSR contribuent à leur tour à l'augmentation du pH du DMA via les carbonates produits lors de l'oxydation biologique de la matière organique, plus particulièrement, au moment de la respiration anaérobie des BSR (Clyde *et al.*, 2016; Gibert *et al.*, 2004; Jong et Parry, 2006; Kaksonen et Puhakka, 2007; Melanson, 2006; Neculita *et al.*, 2007; Utgikar *et al.*, 2001; Vasquez *et al.*, 2016a,b). Sachant que la majorité des BSR est neutrophile, elles se développent mieux à des pH se situant entre 6 et 8. Tel que stipulé précédemment, ces valeurs ont été obtenues à la sortie de l'ensemble des bioréacteurs (B1 et B2) testés dans ce travail, ce qui traduit la présence de conditions optimales au bon développement des BSR (Gibert *et al.*, 2003; Kimura *et al.*, 2006; Zhang et Wang, 2014).

Il est à noter que dans le cas des bioréacteurs B1 ([Figure 15a.](#)), les valeurs de pH mesurées à la sortie du bioréacteur B1TS sont légèrement inférieures à celles observées à la sortie des bioréacteurs B1C et B1T. Les matériaux utilisés dans le bioréacteur B1TS ont tout de même entraîné une augmentation du pH de l'effluent à traiter. Ceci pourrait s'expliquer par la dissolution du carbonate de calcium. En outre, les BSR ont probablement contribué à cette action étant donné l'incertitude concernant la stérilisation complète du mélange réactif.



a.



b.

Figure 15 Variation du pH du DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

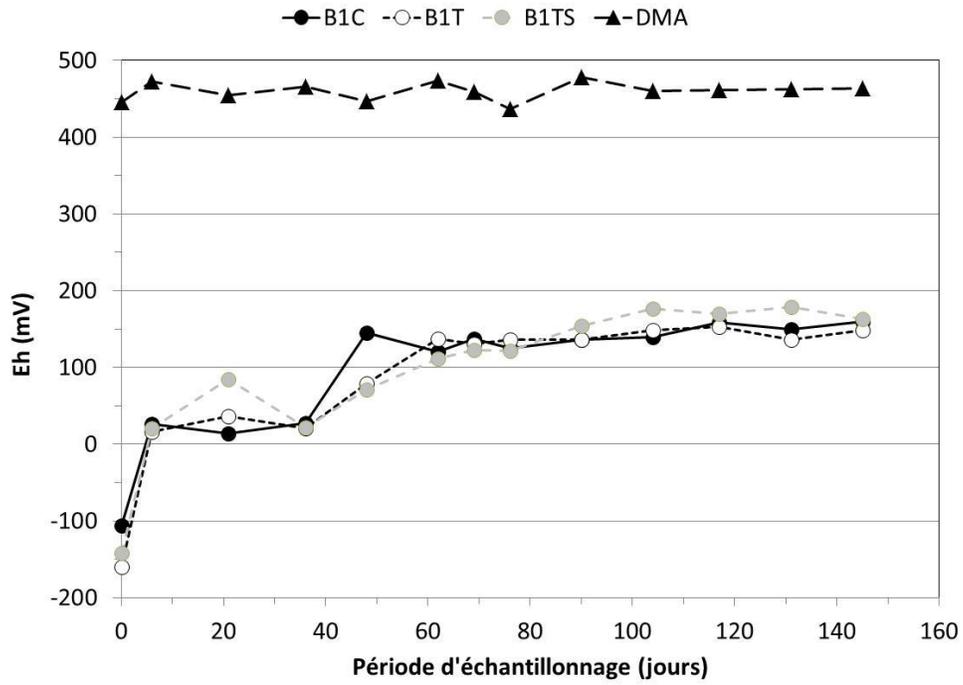
3.1.2.2 Évolution du Eh durant le traitement du DMA

Les évolutions du Eh mesurées à l'entrée (DMA) et à la sortie des BPSR tout au long des essais (145 jours pour B1C, B1T et B1TS et 266 jours pour B2) sont présentées à la [Figure 16](#). Les résultats obtenus montrent que les valeurs de Eh à l'entrée des bioréacteurs B1 sont relativement stables (entre 437 et 478 mV – [Figure 16a.](#)). Toutefois, les mesures de Eh à l'entrée des bioréacteurs B2 présentent une légère augmentation après avoir doublé, triplé et quadruplé les teneurs en métaux initialement présents dans le DMA (X1, X2 et X3, respectivement sur la [Figure 16b.](#)). Elles fluctuent entre 256 et 552 mV en fonction du temps et de la concentration en métaux présents dans le DMA. Les résultats présentés à la [Figure 16](#) démontrent que les valeurs du Eh à la sortie des bioréacteurs sont en grande majorité inférieures à 200 mV (soit nettement inférieures à celles mesurées à leur entrée), et ce, pour l'ensemble des effluents prélevés à la sortie des bioréacteurs B1 et B2. Cette diminution du Eh démontre ainsi l'efficacité de l'ensemble des BPSR à réduire les conditions oxydantes. Bien que les valeurs mesurées à la sortie des BPSR ne reflètent pas un environnement réducteur (< -100 mV pour une activité optimale des BSR), la sulfato-réduction a été confirmée par la forte odeur dégagée par les BPSR, indiquant une production de H₂S (Genty *et al.*, 2018; Luptakova et Kusnierova, 2005; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009). De plus, la présence de précipités noirs dans les effluents recueillis à la sortie des BPSR ([Figure 17](#)) traduit la précipitation de sulfures métalliques via le phénomène de sulfato-réduction (Chang *et al.*, 2000; Genty *et al.*, 2012a, 2018; Jong et Parry, 2003; Lefticariu *et al.*, 2015; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 2016b). L'efficacité des BPSR à baisser les valeurs de Eh dans le DMA a déjà été mise en évidence par de nombreux auteurs (Genty *et al.*, 2017, 2018; Jong et Parry, 2003; Lefticariu *et al.*, 2015; Neculita *et al.*, 2007; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 2016b; Yim *et al.*, 2015).

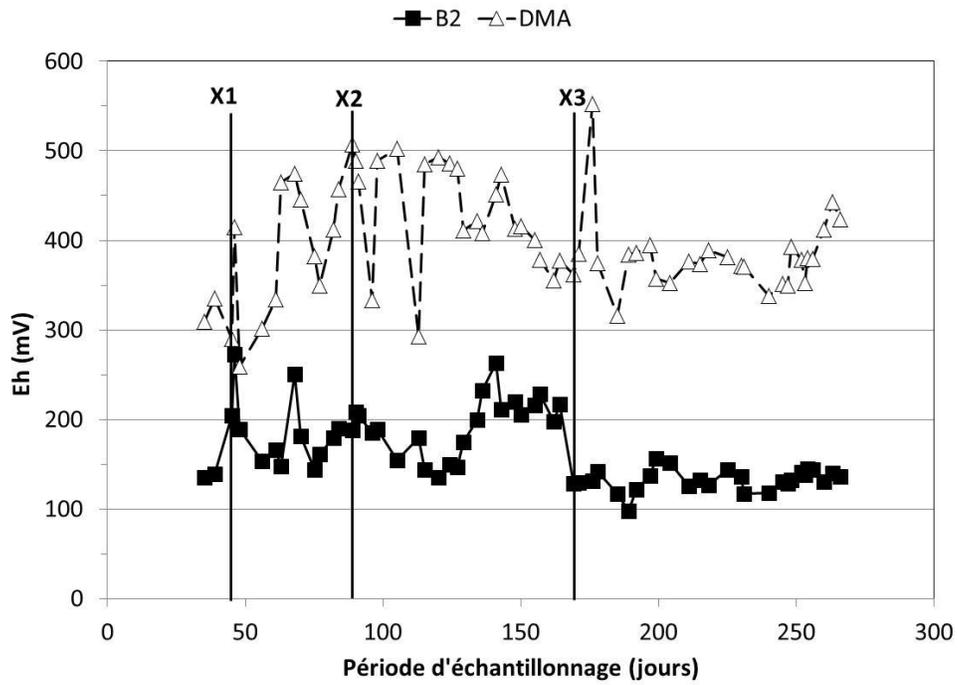
Il est à noter qu'au niveau des bioréacteurs B1 ([Figure 16a.](#)), les courbes montrent une augmentation progressive du Eh allant de -160 à environ 160 mV. Bien qu'il n'y ait pas une grande différence entre les valeurs du Eh à la sortie des bioréacteurs B1C, B1T et B1TS, le bioréacteur B1T présente les valeurs les plus faibles, indiquant une activité microbienne légèrement plus importante. Cette augmentation de Eh pourrait être attribuée à une baisse de l'efficacité des

bioréacteurs B1 en raison de l'épuisement de la matière organique se traduisant par une clarification des effluents à la sortie des bioréacteurs (moins de précipités noirs au fil du temps). En effet, plusieurs auteurs ont déjà mis en évidence la perte d'efficacité des mélanges réactifs avec l'épuisement des sources en carbone nécessaires au bon développement des BSR responsables de la sulfato-réduction (Bécharde *et al.*, 1994; Gibert *et al.*, 2003; Hammack et Edenborn, 1992; Jong et Parry, 2006; Tsukamoto et Miller, 1999; Tsukamoto *et al.*, 2004; Waybrant *et al.*, 2002).

En ce qui concerne les bioréacteurs B2, les valeurs de Eh à la sortie montrent d'importantes variations entre 110 et 253 mV (Figure 16b.) durant les premiers mois de l'essai. À partir du cinquième mois, ces valeurs semblent devenir relativement stables, variant entre 130 et 170 mV (valeurs similaires à celles obtenues à la sortie des bioréacteurs B1). Ce phénomène pourrait s'expliquer par le fait que la phase d'acclimatation des BSR n'a pas été réalisée au niveau des bioréacteurs B2 (alimentation par le milieu Postgate B). Toutefois, le fait de mesurer le Eh à la sortie des biofiltres peut être à l'origine des valeurs positives du Eh, ce qui ne reflèterait pas réellement les conditions d'oxydo-réduction présentes à l'intérieur des BPSR. Il est important de rappeler que le développement des BSR nécessite un environnement réducteur avec un potentiel redox entre -200 et -100 mV (Gibert *et al.*, 2004; Lyew *et al.*, 1997; Postgate, 1979; White et Gadd, 2000).



a.



b.

Figure 16 Variation du Eh mesuré dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

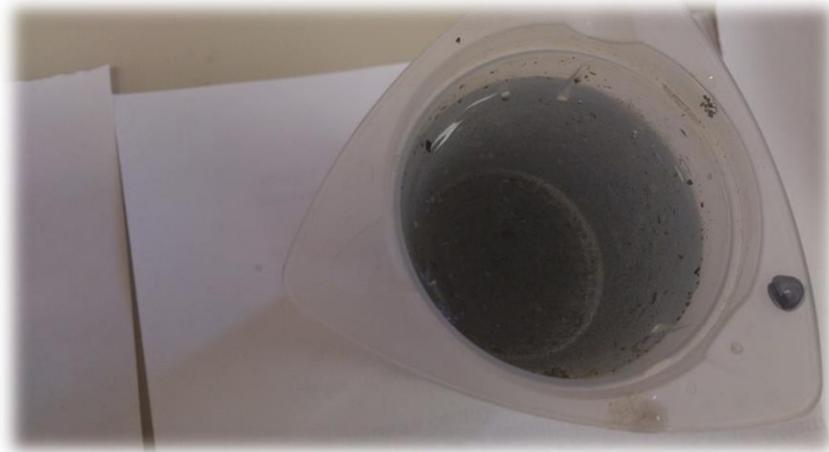


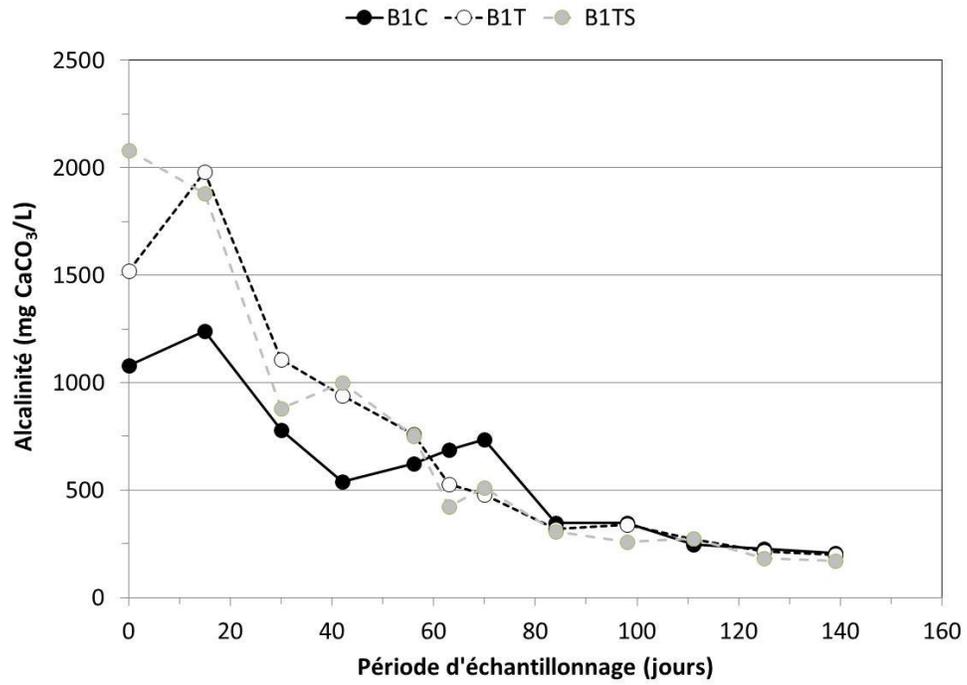
Figure 17 Photographie des sulfures métalliques obtenus au cours des essais de traitement du DMA par les BPSR

3.1.2.3 Évolution de l'alcalinité et de l'acidité mesurées dans le DMA durant le traitement

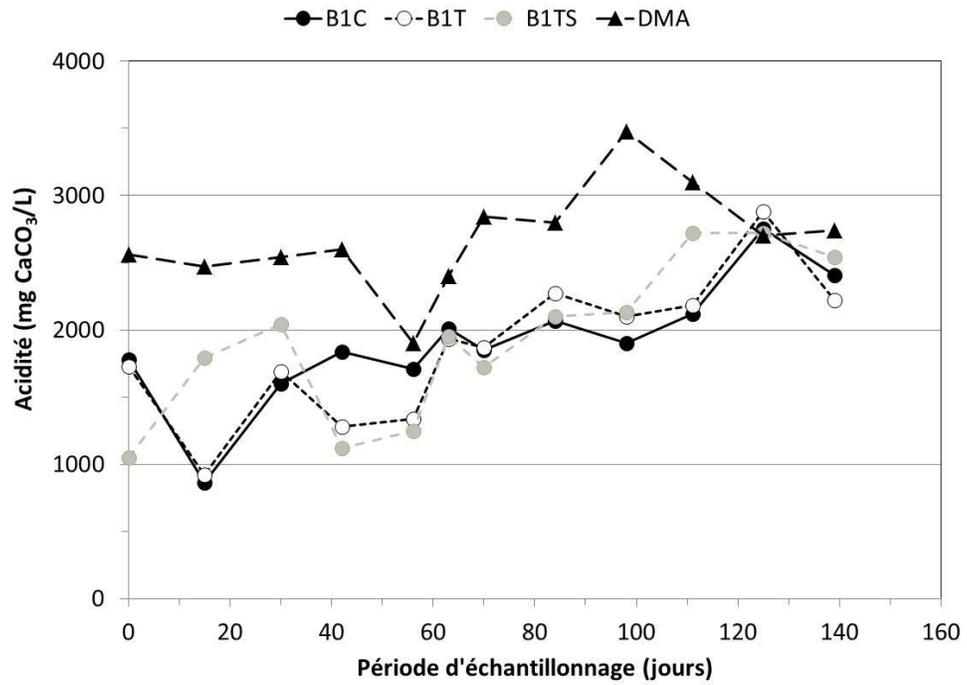
L'évaluation de la performance des bioréacteurs comprend aussi un suivi de l'acidité et de l'alcalinité. L'évolution de ces deux paramètres, mesurés dans les effluents prélevés à la sortie des biofiltres B1C, B1T et B1TS tout au long de l'essai, est illustrée à la [Figure 18](#). Après avoir été immergés un mois dans le milieu Postgate B, les effluents présentent des valeurs d'alcalinité de 1 080, 1 520 et 2 080 mg CaCO₃/L à la sortie de B1C, B1T et B1TS, respectivement. Quinze jours après l'alimentation par le DMA, l'alcalinité augmente à la sortie des bioréacteurs B1C et B1T pour atteindre 1 240 et 1 980 mg CaCO₃/L, respectivement. Par la suite, les valeurs de l'alcalinité diminuent pour atteindre 208, 200 et 250 mg CaCO₃/L à la fin des essais pour B1C, B1T et B1TS, respectivement. Les valeurs de l'acidité sont, quant à elles, inversement corrélées aux valeurs de l'alcalinité. Durant les quinze jours suivant l'alimentation des biofiltres par le DMA, les valeurs de l'acidité sont passées de 1 780 et 1 730 mg CaCO₃ /L à 860 et 920 mg CaCO₃/L à la sortie des bioréacteurs B1C et B1T, respectivement. Par la suite et tout comme pour le B1TS, les valeurs de l'acidité augmentent pour atteindre 2 410, 2 220 et 2 540 mg CaCO₃/L à la sortie des

bioréacteurs B1C, B1T et B1TS à la fin de l'essai. Ces valeurs sont très comparables à celles mesurées dans le DMA avoisinant 2 680 mg CaCO₃/L.

Comme mentionné précédemment, l'augmentation du pH est manifestement associée à l'alcalinité. Cette dernière est augmentée via les ions carbonate et bicarbonate produits suite à l'oxydation anaérobie de la matière organique par les BSR et à la dissolution des carbonates de calcium une fois en contact avec le DMA (Skousen *et al.*, 2017). L'alcalinité produite permet la neutralisation de l'acidité du DMA, ceci est confirmé par l'évolution opposée de l'alcalinité et de l'acidité (Figure 18). La diminution de l'alcalinité et l'augmentation de l'acidité avec le temps reflètent une diminution de l'efficacité des bioréacteurs B1C, B1T et B1TS. Ceci peut être attribué à l'épuisement de la matière organique et des carbonates de calcium.



a.



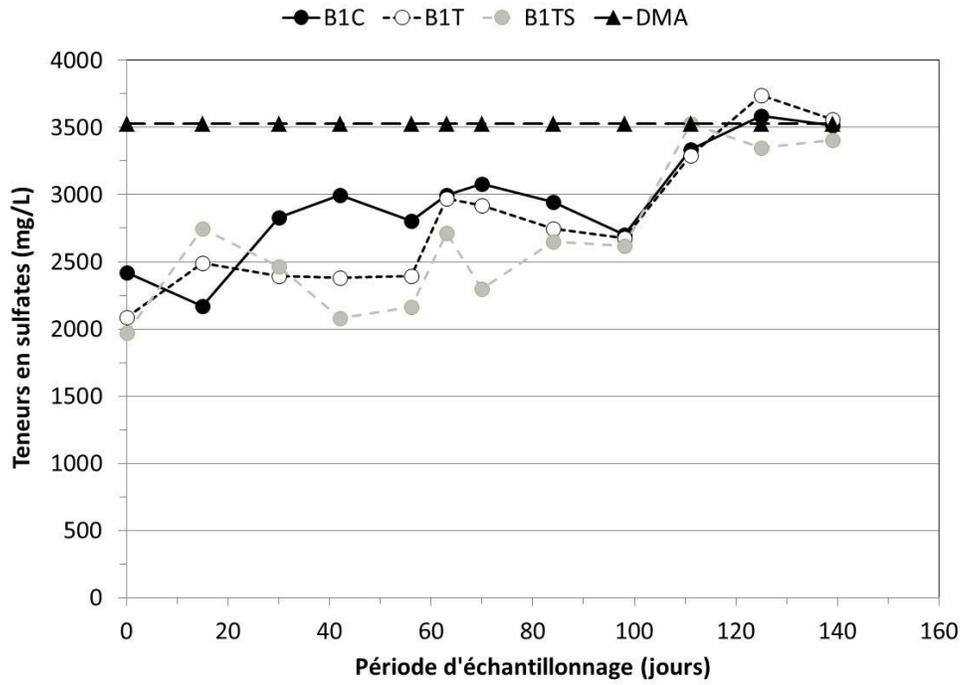
b.

Figure 18 Évolution de l'alcalinité (a.) et de l'acidité (b.) mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1

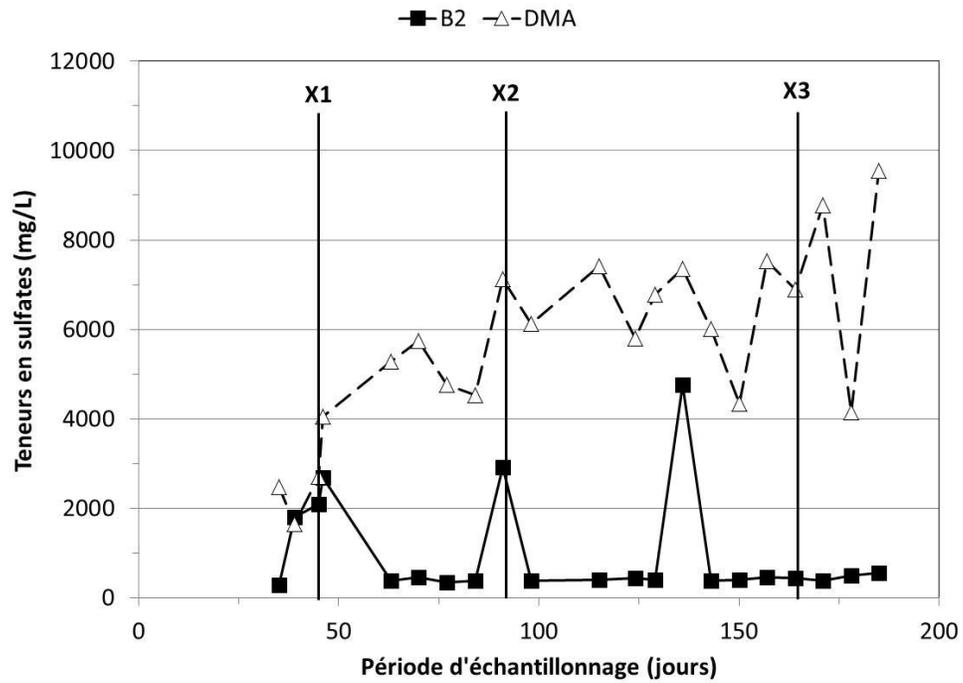
3.1.2.4 Évolution des teneurs en sulfates durant le traitement du DMA

Les concentrations en sulfates mesurées à l'entrée (DMA) et à la sortie des BPSR ont également été suivies durant tous les essais (145 jours pour B1C, B1T et B1TS et 185 jours pour B2); leurs évolutions sont présentées à la [Figure 19](#).

Les résultats obtenus montrent l'efficacité de l'ensemble des biofiltres à réduire les teneurs en sulfates initialement présentes dans le DMA. En effet, les concentrations en soufre diminuent de 1 180 mg/L (concentration initiale dans le DMA) à 809 mg/L pour le témoin (B1C), 698 mg/L pour le bioréacteur B1T et 659 mg/L pour le bioréacteur B1TS, ce qui correspond à des taux d'enlèvement de 31,4; 40,9 et 44,2%, respectivement ([Figure 19a](#)). Le biofiltre B1T permet d'avoir des taux d'enlèvement légèrement supérieurs à ceux obtenus par le témoin (B1C). Tout comme pour les variations de pH et Eh, le suivi des teneurs en soufre permet de souligner la performance du B1T comparativement au témoin (B1C), et ce, avec des coûts de matériaux moins importants étant donné l'utilisation de déchets locaux. Toutefois, ces taux d'enlèvement de soufre diminuent avec le temps pour atteindre 0,42; -0,85 et 3,39%, au bout de 145 jours pour les biofiltres B1C, B1T et B1TS, respectivement, traduisant ainsi une perte d'efficacité au cours du temps. Les biofiltres B1C et B1T ont même finis par relarguer du soufre au bout de 125 jours de fonctionnement. Cette perte d'efficacité a été confirmée par la légère diminution de pH et d'alcalinité, ainsi que l'augmentation du Eh et de l'acidité au cours du temps. Tel que mentionné précédemment, la couleur grise de l'effluent traité (précipités noirs) traduit la précipitation de métaux sous forme de sulfures métalliques ([Figure 17](#)). De ce fait, la clarification (au cours du temps) de la couleur de l'effluent à la sortie de l'ensemble des biofiltres B1 vient confirmer cette diminution de leur efficacité à enlever le soufre. Ces résultats corroborent ceux obtenus par des travaux antérieurs, à savoir que l'augmentation des concentrations en soufre semble être liée à l'augmentation du Eh ainsi qu'à la diminution du pH et de l'activité des BSR (Brown *et al.*, 1973; Cohen 2006; Costa *et al.*, 2008; Gilbert *et al.*, 2002; Willow et Cohen, 2003).



a.



b.

Figure 19 Évolution des teneurs en sulfates mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

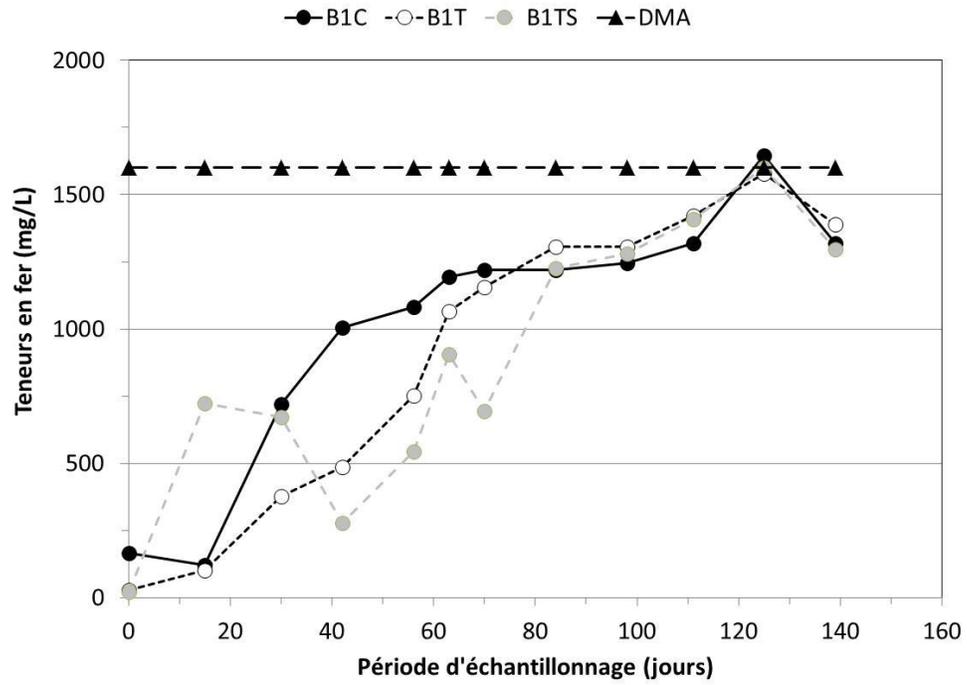
Le biofiltre B2 a, quant à lui, ([Figure 19b.](#)) permis une rétention d'environ 95% du soufre, et ce, tout au long de l'expérience. Les teneurs résiduelles en soufre varient entre 97 et 185 mg/L, y compris lorsque les teneurs initiales dans le DMA ont été multipliées par 2, 3 et 4 (allant de 826 à 3 190 mg/L). Les plus faibles concentrations en soufre obtenues avec les biofiltres B2 laissent présager une performance supérieure.

Cette diminution des concentrations en soufre, observées à la sortie de l'ensemble des biofiltres, peut être attribuée à des processus abiotique et biotique. L'adsorption du sulfate peut représenter l'un des processus abiotique responsable de l'enlèvement du soufre. En effet, les sulfates peuvent être adsorbés sur les différents substrats constituant le mélange réactif et/ou sur les oxy-hydroxydes produits et précipités au début du traitement ou à l'entrée du système de traitement riche en oxygène (Cocos *et al.*, 2002 ; Gibert *et al.*, 2004 ; Gibert *et al.*, 2011; Vasquez *et al.*, 2016a). Les processus abiotiques pourraient aussi être liés à la dissolution des carbonates de calcium et de la calcite ajoutés aux mélanges réactifs. Cette dissolution libère les ions calcium, permettant la précipitation des sulfates sous forme de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et génère de l'alcalinité au début du traitement, neutralisant ainsi le DMA et favorisant le développement des BSR (Komnitsas *et al.*, 2004; Vasquez *et al.*, 2016b). Une fois les conditions pour la sulfato-réduction bien établies et les sites d'adsorption chargés, les processus biotiques prennent part à l'enlèvement des sulfates par réduction en sulfures et précipitation des métaux sous forme de sulfures métalliques suite à l'action des BSR et à l'oxydation des composés organiques en HCO_3^- (Cocos *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2017; Jong et Parry, 2003; Neculita *et al.*, 2008a; Lefticariu *et al.*, 2015; Vitor *et al.*, 2015; Yim *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2017). Le H_2S produit pourrait également précipiter avec des oxy-hydroxydes et/ou des carbonates, il peut également être biosorber sur la biomasse (Drury, 1999; Groudev *et al.*, 1999; Jong et Parry, 2006). Toutefois et comme déjà mentionné dans la littérature, la forte diminution de la concentration en SO_4^{2-} , l'augmentation de pH, la diminution du Eh, la forte odeur de H_2S ainsi que la présence des précipités noirs (sulfures métalliques) dans les effluents pourraient probablement confirmer que la sulfato-réduction a bien été établie dans les différents bioréacteurs (Cocos *et al.*, 2002; Jong et Parry, 2004; Lefticariu *et al.*, 2015; Neculita *et al.*, 2008c; Vasquez *et al.*, 2016b; Waybrant *et al.*, 1998).

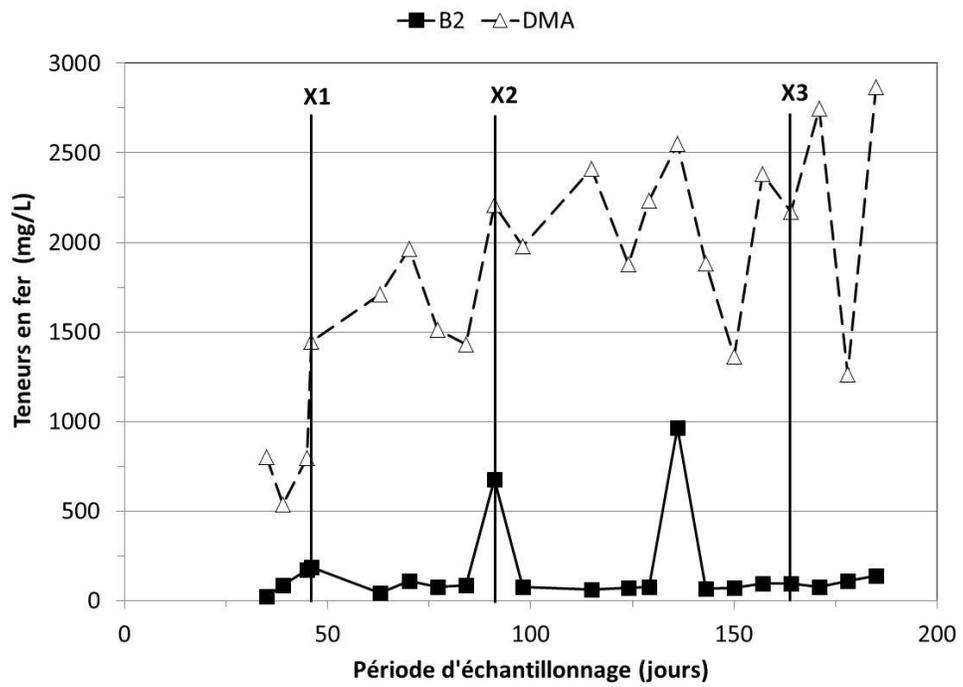
Le maintien de la performance des biofiltres B2 dans l'enlèvement des SO_4^{2-} pourrait être attribué en grande majorité au maintien de la sulfato-réduction via l'alimentation en continu des systèmes par le lactate, comme source de carbone facilement biodégradable pour le développement des BSR. Cette explication a été corroborée par des études antérieures ayant pu démontrer que l'efficacité d'un mélange réactif peut être prolongée et/ou réactivée par l'ajout d'une source de carbone organique, tels que le lactate (Hammack *et al.*, 1992; Jong et Parry, 2006; Tsukamoto et Miller, 1999; Tsukamoto *et al.*, 2004; Waybrant *et al.*, 2002), le méthanol (Tsukamoto *et al.*, 2004), la sucrose (Bécharde *et al.*, 1994), l'acétate (Gibert *et al.*, 2004) et l'éthanol (Buccambuso *et al.*, 2007). Le lactate est utilisé directement par les BSR et il est capable d'accélérer l'activité de réduction des sulfates, car en plus de produire de l'alcalinité, le lactate donne plus d'énergie libre pour les bactéries (Devereux et Stahl, 1993; Tsukamoto et Miller, 1999; Kaksonen *et al.*, 2003; Zagury *et al.*, 2006; Jong et Parry, 2006; Kaksonen *et al.*, 2006; Montoya *et al.*, 2013). Toutefois, l'ajout de lactate en continu transforme les BPSR qui sont des systèmes passifs en un système de traitement semi-passif, ce qui diminue la viabilité économique du système à long terme et son application sur des sites miniers abandonnés et/ou éloignés.

3.1.2.5 Évolution des teneurs en fer présent dans le DMA durant le traitement

En plus des teneurs en SO_4^{2-} , la concentration en Fe a également été suivie à la sortie des bioréacteurs tout au long des essais. Les pourcentages de rétention du Fe par les biofiltres au cours du temps sont présentés sur la [Figure 20](#). À la sortie des bioréacteurs B1 ([Figure 20a.](#)), les concentrations en Fe diminuent de 1 600 mg/L (concentration initiale dans le DMA) à 166 mg/L pour le témoin (B1C), 28,8 mg/L pour le B1T et 22,2 mg/L pour le B1TS. Bien qu'ils aient permis une bonne diminution des teneurs en Fe, notamment pour les biofiltres B1T et B1TS, les BPSR n'ont pas permis d'amener les concentrations à des valeurs permettant de respecter la norme environnementale de la D019, à savoir 3 mg/L.



a.



b.

Figure 20 Évolution des teneurs en fer mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

Les courbes obtenues pour les bioréacteurs B1C, B1T et B1TS (Figure 20a.) présentent la même tendance quelle que soit la composition du mélange réactionnel, à savoir une diminution de leur capacité à retenir le Fe. L'efficacité de rétention du Fe par les biofiltres B1T et B1TS est passée de 99% à seulement 50-57% après 60 jours de traitement pour B1T et B1TS. En ce qui concerne le B1C, ce dernier n'a pas permis de retenir plus de 50% du Fe après seulement 30 jours de traitement. Après 140 jours de traitement, les différents BPSR testés ne permettaient pas d'éliminer plus de 17% du Fe initialement présent dans le DMA et ce, quelle que soit la composition initiale des mélanges réactifs des BPSR. La composition des mélanges réactifs pourrait être à l'origine des différences d'efficacité observées après 30-60 jours de traitement entre B1C, B1T et B1TS, étant donné la richesse en BSR et en matière organique (facilement biodégradable) des boues papetières présentes uniquement dans les bioréacteurs B1T et B1TS. Ces résultats corroborent ceux obtenus par plusieurs auteurs ayant mis en évidence la capacité des BPSR à retenir le Fe en début de traitement, et ce, à l'aide de plusieurs mécanismes physico-chimiques et biologiques. Les principaux mécanismes impliqués dans l'élimination du Fe sont l'adsorption, la complexation et l'échange ionique avec les surfaces des différents substrats organiques et inorganiques ainsi que la précipitation sous forme de carbonates, d'oxyhydroxydes et de sulfures (Clyde *et al.*, 2007; Genty *et al.*, 2018; Karathanasis *et al.*, 2010; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Prasard *et al.*, 1999; Zagury *et al.*, 2006; Vasquez *et al.*, 2016b; Vitor *et al.*, 2015; Vodyanitskii, 2010; Yim *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2017). D'après ces études, malgré l'efficacité des BPSR à augmenter le pH et l'alcalinité, à diminuer le Eh ainsi qu'à diminuer les concentrations en métaux, ces systèmes de traitement passif restent inefficaces pour traiter des effluents ayant des teneurs en Fe dépassant 500 mg/L (Neculita *et al.*, 2008b; Potvin, 2009; Genty *et al.*, 2017).

Tel que mentionné précédemment, et tout comme l'évolution du S à la sortie des biofiltres B1C, B1T et B1TS, la diminution de l'enlèvement du Fe avec le temps pourrait être attribuée à : i) la diminution de la matière organique présente dans les BPSR et responsable du maintien des BSR (et par conséquent de la sulfato-réduction); ii) la saturation des sites de sorption et iii) la présence des métaux pouvant précipiter sous forme de sulfures (e.g. Cu et Zn) et ainsi compétitionner le Fe [$\log K_s$ du CuS, ZnS, NiS et FeS sont de -40,9, -28,4, 27,9 et -22,4, respectivement] (Di Toro *et*

al., 1992; Jong et Parry, 2003; Clyde *et al.*, 2016). Afin de faire face à ce problème, de nombreux chercheurs ont démontré que l'ajout d'unités de traitement (pré- ou post-traitement) semblerait être efficace pour traiter efficacement un DMA fortement chargé en Fe (Champagne *et al.*, 2005; Clyde *et al.*, 2007; Genty *et al.*, 2017; Rakotonimaro *et al.*, 2017). À titre d'exemple, Genty et ses collaborateurs (2012a) ont fait circuler le DMA à travers un réacteur contenant des cendres de bois après l'avoir traité par un BPSR, permettant ainsi de réduire efficacement la concentration en Fe présent dans le DMA.

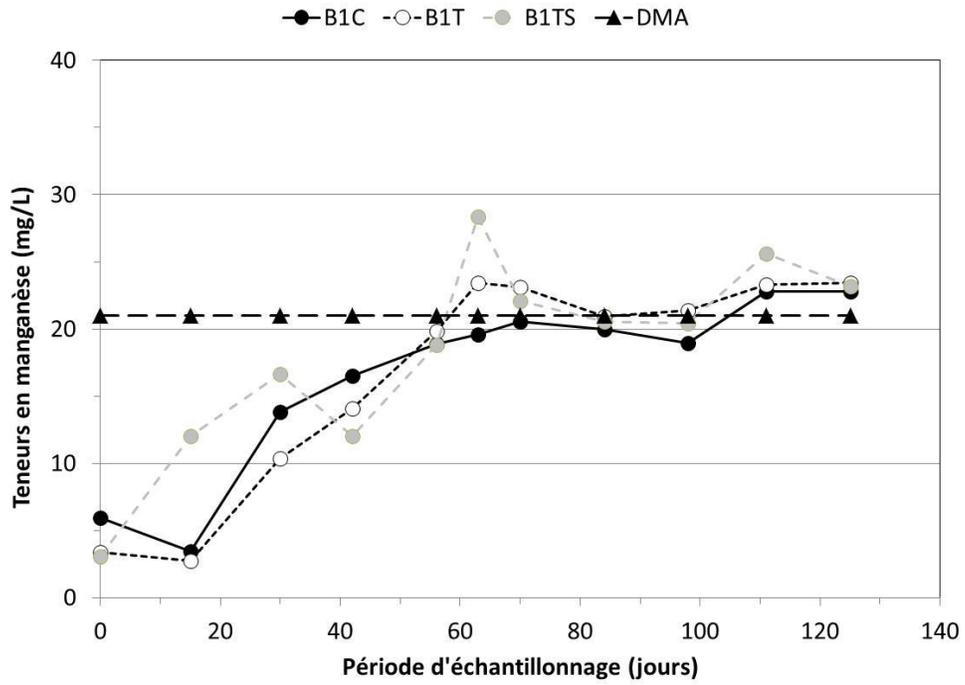
Les résultats présentés en [Figure 20b](#). montrent que les biofiltres B2 sont plus efficaces à retenir le Fe comparativement aux biofiltres B1C, B1T et B1TS. En effet, les résultats obtenus pour les B2 montrent des pourcentages dépassant 95%, et ce, bien que la charge en métaux dans le DMA ait été doublée, triplée et quadruplée (X2, X3 et X4) au cours de l'expérience. En outre, après 189 jours de suivi, les biofiltres B2 n'ont pas perdu leur capacité d'enlèvement du Fe initialement présent dans le DMA (pourcentages de rétention très élevés et stables dans le temps). Cela traduit l'importance de l'ajout d'une source de carbone (lactate), facilement utilisable par les BSR, dans le maintien de l'efficacité des bioréacteurs B2. Comme mentionné précédemment, de nombreux auteurs ont démontré que l'ajout d'une source de carbone organique facilement biodégradable par les BSR améliore et prolonge l'efficacité des mélanges réactifs à neutraliser le DMA et à enlever les métaux à savoir le Fe (Devereux et Stahl, 1993; Gibert *et al.*, 2004; Hammack *et al.*, 1992; Jong et Parry, 2006; Kaksonen *et al.*, 2003, 2006; Montoya *et al.*, 2013; Tsukamoto et Miller, 1999; Tsukamoto *et al.*, 2004 ; Waybrant *et al.*, 2002; Zagury *et al.*, 2006).

3.1.2.6 Évolution des teneurs en métaux présents dans le DMA durant le traitement

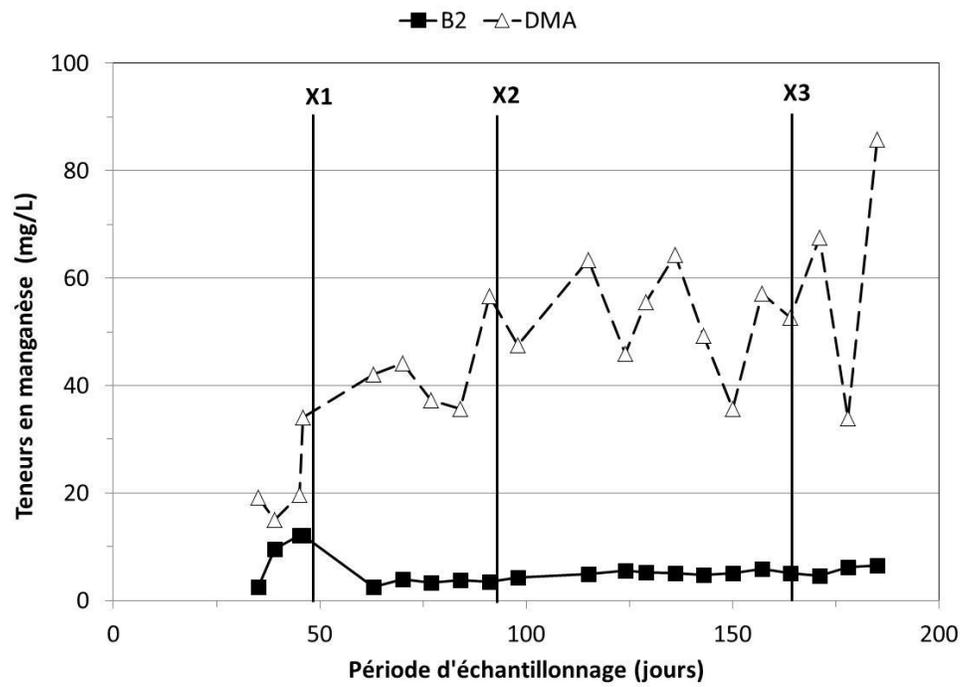
Les analyses chimiques réalisées par ICP-AES ont permis de déterminer la composition en éléments chimiques des effluents à l'entrée (DMA) et à la sortie des biofiltres B1C, B1T, B1TS et B2. Ces analyses ont aussi permis l'estimation du pourcentage de rétention des métaux dans les bioréacteurs en fonction du temps. L'efficacité d'enlèvement des métaux par les différents biofiltres est présentée en [Annexe 3](#). D'après les résultats obtenus, près de 100% de l'Al, du Cd, du Cr, du Ni et du Cu sont retenus par tous les biofiltres, à l'exception du B1TS, et ce, sur la totalité

des expériences. Quant au Pb et au Zn, ils sont retenus à plus de 85% et de 94% par les biofiltres B1 et à 100% par le biofiltre B2. Ces observations concordent avec les résultats obtenus par des travaux antérieurs ayant déjà montré une bonne capacité de rétention de ces métaux pour différents types de BPSR, que ce soit au laboratoire ou sur le terrain (Champagne *et al.*, 2005; Chang *et al.*, 2000; Dvorak *et al.*, 1991; Karathanasis *et al.*, 2010; Lefticariu *et al.*, 2015; Tabak *et al.*, 2003; Waybrant *et al.*, 1998; Whitehead *et al.*, 2005; Zagury *et al.*, 2006; Zaluski *et al.*, 2003). Toutefois, la situation semble relativement différente dans le cas du Mn à la sortie des biofiltres B1C, B1T et B1TS (Figure 21).

En effet, l'évolution des teneurs en Mn dans l'effluent des biofiltres B1C, B1T et B1TS est identique à celle observée pour le Fe et le S. Tout comme pour le Fe et le S, les biofiltres B1C, B1T et B1TS ont relargué du Mn à la fin de l'essai. Effectivement, il est attendu que le Mn soit relargué étant donné que la concentration résiduelle en Fe augmente au cours de l'essai et que l'enlèvement du Mn n'est efficace que lorsque le rapport Fe/Mn est inférieur à 4/1 (Halleberg et Johnson, 2005; Hwang et Neculita, 2013; Skousen *et al.*, 2000; Song *et al.*, 2012; Ziemkiewicz *et al.*, 2003). De plus, l'efficacité limitée des BPSR à enlever le Mn pourrait être attribuée à la solubilité élevée de ses précipités [$K_s(\text{Mn}(\text{OH})_2) = 2,1 \times 10^{-15}$, $K_s(\text{MnCO}_3) = 2,2 \times 10^{-11}$, $K_s(\text{MnS}) = 3,1 \times 10^{-11} - 3,10 \times 10^{-14}$] et à la nécessité d'atteindre des pH élevés (> 6-8) pour favoriser la précipitation de cet élément (Chang *et al.*, 2000; Neculita *et al.*, 2007). Ces derniers peuvent être solubilisés, sous des conditions réductrices et en présence de certains réducteurs tels que les sulfures, les nitrites, les acides organiques, le Fe^{2+} , entraînant ainsi un relargage des ions Mn (Neculita *et al.*, 2011; Neculita et Rosa, 2018; Lovley et Phillips, 1988; Lovley *et al.*, 2004; Rakotonimaro, 2017; Rose *et al.*, 2003; Vasquez *et al.*, 2016; Ziemkiewicz *et al.*, 2003). D'autres paramètres peuvent également affecter l'efficacité des BPSR à traiter le Mn, à savoir, le pH (un pH > 6 est exigé afin de précipiter le Mn sous forme de carbonates ou d'oxydes et un pH > 8 est requis pour le précipiter sous forme de sulfures), la teneur en oxygène et la surface des oxydes de Fe et de Mn (Mariner *et al.*, 2008; Neculita *et al.*, 2011; Rakotonimaro, 2017; Rose *et al.*, 2003; Skousen *et al.*, 2017; Yim *et al.*, 2015).



a.



b.

Figure 21 Évolution des teneurs en manganèse mesurées dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

Il est à noter qu'en plus de représenter le métal le plus problématique dans les bioréacteurs passifs, l'élimination du Mn par des voies actives a tendance à doubler ou tripler les coûts de traitement en raison des quantités importantes en produits chimiques (e.g., NaOH) nécessaires pour atteindre des conditions de pH assez élevées permettant de le précipiter (pH > 6-9) (Burgos *et al.*, 2009 ; Means et Hilton, 2004 ; Vasquez *et al.*, 2016). À des pH proches de la neutralité, son élimination nécessite une forte oxydation qui pourrait être chimique (O₃, KMO₄) ou biologique (*Leptothrix*, *Pseudomonas*) suivie d'une précipitation (Cravotta et Trahan, 1999; Hallberg et Johnson, 2005; Johnson *et al.*, 2005 ; Luan *et al.*, 2012 ; Rose *et al.*, 2003a ; Tebo *et al.*, 2005 ; Neculita *et al.*, 2015 ; Skousen *et al.*, 2017). Les faibles valeurs de Eh dans les bioréacteurs empêcheraient alors son oxydation.

Tout comme le Fe et le S, les biofiltres B2 se sont montrés efficaces à retenir le Mn avec un pourcentage d'enlèvement dépassant 95% et ce, jusqu'à la fin de l'expérience (Figure 21b.). La performance des biofiltres B2 pourrait être attribuée à l'ajout du lactate permettant de maintenir la sulfato-réduction au sein des bioréacteurs (Devereux et Stahl, 1993; Gibert *et al.*, 2004; Hammack *et al.*, 1992; Jong et Parry, 2006; Kaksonen *et al.*, 2003, 2006; Montoya *et al.*, 2013; Tsukamoto et Miller, 1999; Tsukamoto *et al.*, 2004 ; Waybrant *et al.*, 2002; Zagury *et al.*, 2006). Ce mécanisme permettrait l'élimination des métaux, en particulier le Fe, donnant ainsi lieu à l'enlèvement du Mn. Selon des travaux antérieurs, le Mn ne forme pas facilement des sulfures. Son élimination pourrait alors être assurée par sorption sur les différents matériaux constitutifs du mélange réactif, par sorption et/ou co-précipitation sur les différents précipités produits lors du traitement ou par formation des carbonates de manganèse (MnCO₃) (Clyde *et al.*, 2016; Halleberg et Johnson, 2005; Hwang et Neculita, 2013; Jong et Parry, 2003; Zaluski *et al.*, 2003).

Comme mentionné précédemment et d'après de nombreux travaux antérieurs, plusieurs mécanismes peuvent intervenir en plus de la sulfato-réduction dans l'enlèvement des métaux dans les BPSR, tels que la sorption, la précipitation des minéraux carbonatés et d'hydroxydes de Fe ou de Mn ou la co-précipitation par le Fe et/ou le Mn sous forme d'oxy-hydroxydes (Clyde *et al.*, 2016; Cocos *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2018; Gibert *et al.*, 2004, 2013; Hwang et Neculita, 2013; Lindsay *et al.*, 2008; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 2016, Zagury *et al.*, 2006; Zang et Wang, 2014). Ces auteurs ont mis en évidence l'évolution de ces différents

mécanismes d'enlèvement des métaux présents dans le DMA au cours du temps. Selon ces auteurs, c'est le phénomène de sorption qui prédomine au début du traitement, à savoir l'adsorption et la complexion des métaux avec la matière organique fraîche ainsi que leur précipitation sous la forme de carbonates (e.g., CdCO_3 , FeCO_3 , MnCO_3 , ZnCO_3) et d'oxyhydroxydes (e.g., $\text{Al}(\text{OH})_3$, FeO_4 , FeOOH , MnO) (Genty *et al.*, 2017, 2018; Gibert *et al.*, 2013; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Sheoran *et al.*, 2010; Skousen *et al.*, 2000; Vasquez *et al.*, 2016 ; Zagury *et al.*, 2006). Par la suite et une fois que les conditions sont propices au développement des BSR, la précipitation des métaux sous forme de sulfures contribue essentiellement à l'enlèvement des métaux (Clyde *et al.*, 2016; Cocos *et al.*, 2002; Genty *et al.*, 2018; Jung et Parry, 2003; Lefticariu *et al.*, 2015; Neculita, 2008; Potvin, 2009; Vasquez *et al.*, 2016; Zagury *et al.*, 2006).

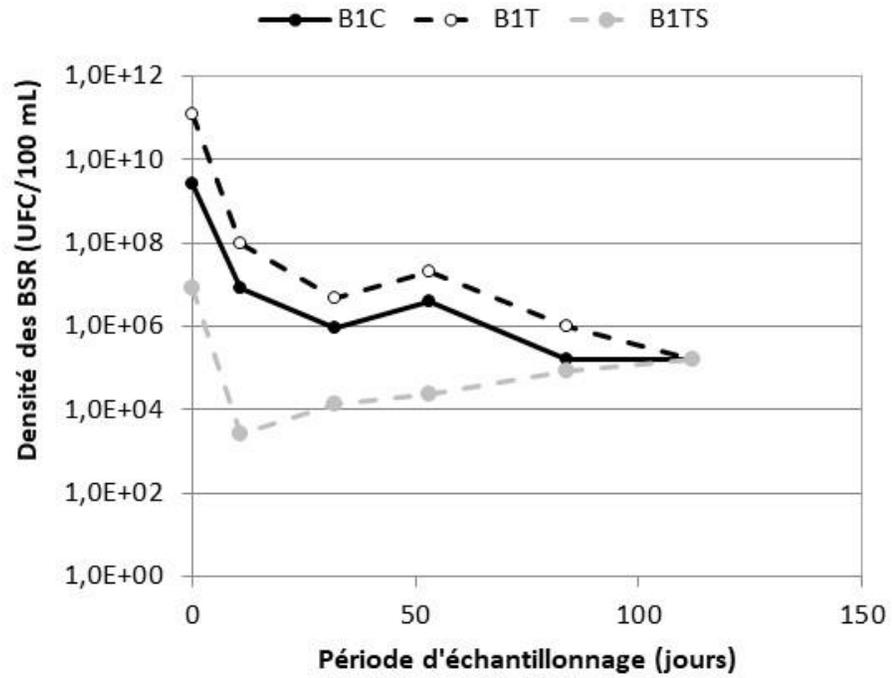
En résumé, les biofiltres sélectionnés pour ces essais (B1 et B2) montrent une bonne efficacité pour l'enlèvement de certains métaux (Al, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn) présents dans le DMA, et ce, sur de longues périodes (145 jours pour les bioréacteurs B1C, B1T et B1TS et 185 jours pour les B2). Ces résultats laissent présager la capacité des BPSR à traiter des DMA contaminés en métaux à plus long terme (> 185 jours), en particulier pour les biofiltres B2. Cela dit, bien qu'il risque d'être plus coûteux étant donné que ce système est semi-passif, le biofiltre B2 reste quand même plus efficace que les bioréacteurs B1, et ce, même lorsque la charge en métaux dans le DMA a été doublée, triplée et quadruplée. Le bioréacteur B2 a pu enlever plus de 95% du S, du Fe et du Mn, des éléments qui sont problématiques pour les BPSR, et ce, jusqu'à la fin de l'expérience.

3.1.2.7 Évolution des BSR à la sortie des bioréacteurs lors du traitement du DMA

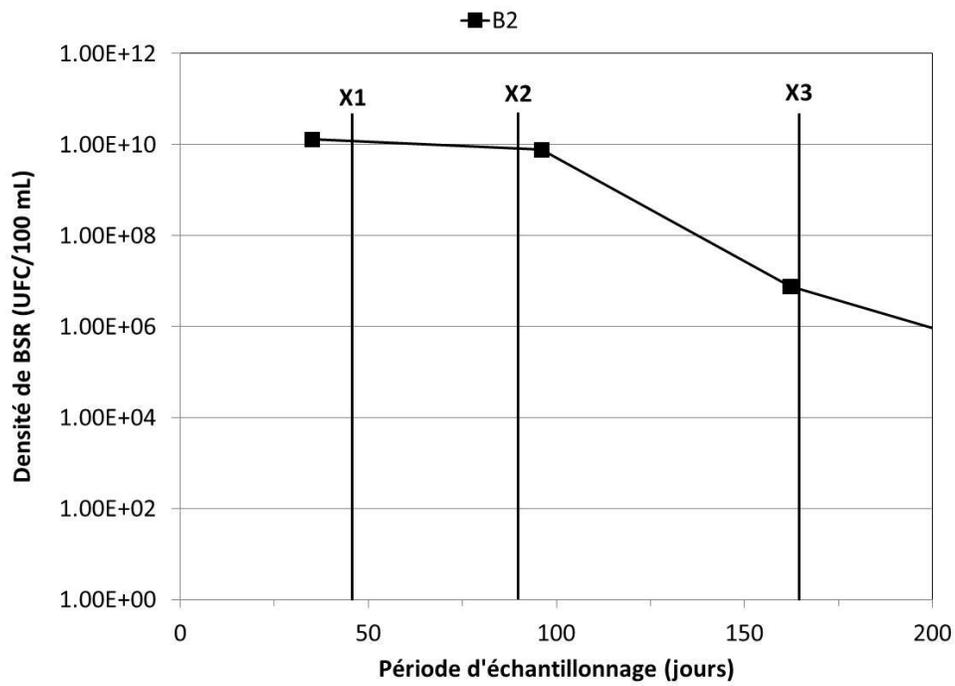
Étant donné que la densité des BSR reflète l'état des conditions de sulfato-réduction dans les BPSR, un dénombrement de ces bactéries a été effectué tout au long des essais. Les résultats obtenus, présentés à la [Figure 22](#), montrent un comportement similaire pour l'ensemble des biofiltres. Tel que mentionné dans la [section 3.1.2](#) et contrairement aux bioréacteurs B2, les bioréacteurs B1C, B1T et B1TS ont été immergés dans le milieu Postgate afin de permettre le développement et l'acclimatation des BSR. Un premier dénombrement des BSR a été réalisé à la

sortie des BPSR, au bout d'un mois pour les bioréacteurs B1 et après une semaine pour les bioréacteurs B2, étant donné que ces derniers ont été alimentés en continu par du lactate.

Pour l'ensemble des bioréacteurs, la densité bactérienne varie entre $7,9 \times 10^6$ et $1,2 \times 10^{11}$ UFC/100 mL, représentant ainsi une densité suffisante pour assurer l'efficacité du traitement (Martin *et al.*, 2011; Vitor *et al.*, 2015). La densité des BSR est passée respectivement de $1,3 \times 10^{10}$ à $1,6 \times 10^4$, de $2,5 \times 10^9$ à $1,6 \times 10^5$, de $1,2 \times 10^{11}$ à $1,6 \times 10^5$ et de $7,9 \times 10^6$ à $1,6 \times 10^4$ UFC/100 mL à la sortie des bioréacteurs B2 ainsi que des bioréacteurs B1C, B1T et B1TS, respectivement (Figure 22). Cette baisse d'activité des BSR au cours du temps pourrait être attribuée à leur inhibition en raison des quantités importantes en hydroxydes métalliques accumulés dans les biofiltres et/ou à l'épuisement des sources de carbone. Ces observations concordent avec les résultats rapportés par d'autres travaux (Beaulieu, 2001; Cocos, 2000; Genty *et al.*, 2017; Neculita *et al.*, 2008a; Potvin, 2009; Tsukamoto et Miller, 1999; Santofimia et Lopez-Pamo 2016; Vitor *et al.*, 2015). À la fin des essais, et malgré cette diminution, des densités dépassant $3,4 \times 10^4$ UFC/100 mL ont été quantifiées au bout de 145 jours à la sortie des bioréacteurs B1 et de 266 jours pour les B2, indiquant des conditions toujours propices au développement des BSR. Une telle densité au niveau des biofiltres B2 après 266 jours de fonctionnement pourrait s'expliquer par l'alimentation continue en lactate (12 mg/L/min de carbone). Il s'agit de la source de carbone la plus facilement assimilable par les BSR (Beaulieu, 2001; Dvorak *et al.*, 1992; Gibert *et al.*, 2002, 2004; Hammack *et al.*, 1992; Kaksonen et Puhakka, 2007; Postgate, 1984; Tsukamoto *et al.*, 2004 ; Waybrant *et al.*, 2002; Zagury *et al.*, 2006). En outre, sachant que le dénombrement a été effectué sur des échantillons prélevés à la sortie des biofiltres, la densité des BSR à l'intérieur des biofiltres B2 est probablement beaucoup plus forte. La faible teneur des effluents en COD à la sortie des biofiltres tend à confirmer cette hypothèse et démontre que la sulfato-réduction a été bien établie. Cette dernière peut expliquer le maintien du pH à des valeurs proches de la neutralité, les faibles valeurs de Eh ainsi que la bonne rétention (> 95%) des sulfates, du Fe, du Mn et des autres métaux jusqu'à la fin des essais pour les différents biofiltres étudiés.



a.



b.

Figure 22 Évolution de la densité des BSR présentes dans le DMA à l'entrée et à la sortie des différents bioréacteurs B1 (a.) et B2 (b.)

3.1.3 Mécanismes d'enlèvement des métaux par les bioréacteurs

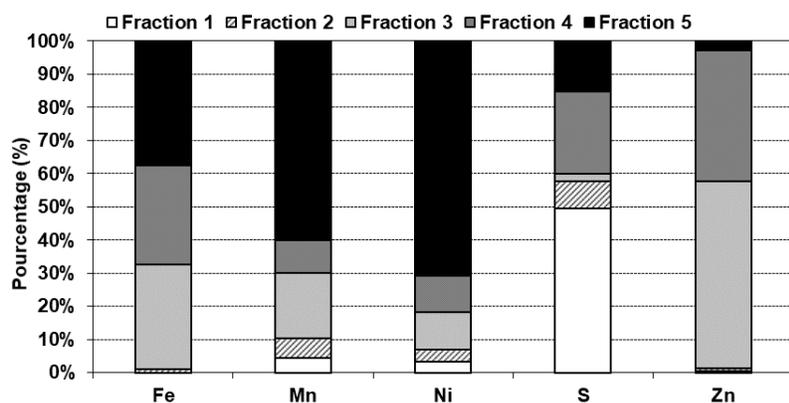
Tel que mentionné auparavant et comme démontré par de nombreux travaux, plusieurs mécanismes contribuent à l'enlèvement des métaux contenus dans le DMA après son passage dans les BPSR. Afin d'évaluer les principaux mécanismes mis en œuvre ainsi que la distribution géochimique de chaque métal dans les bioréacteurs B1T et B2, une procédure d'extraction séquentielle (PES) a été réalisée.

À la fin des essais, des échantillons homogènes ont été prélevés et soumis à une PES afin d'avoir une idée sur la mobilité potentielle des métaux, ainsi que les phases minérales avec lesquelles ils sont associés dans les bioréacteurs B1 et B2 ayant servi au traitement du DMA. La [Figure 23](#) rapporte les quantités des principaux éléments extraits à chaque étape de la PES (en pourcentage par rapport au contenu total) des bioréacteurs B1 ([Figure 23 a.](#)) et B2 ([Figure 23 b.](#)). Comme décrit dans la [Section 2](#), le principe de la PES est basé sur la mesure des teneurs en métaux dans (i) les phases solubles et échangeables à un pH de 7 (où les métaux sont facilement lessivables), (ii) les phases solubles dans l'acide (où les métaux sont liés aux carbonates ou spécifiquement absorbés), (iii) les phases réductibles (où les métaux sont principalement associés aux oxydes et aux hydroxydes de Fe et de Mn), (iv) les phases oxydables (où les métaux sont liés à la matière organique et aux sulfures) ainsi que (v) la phase résiduelle (où les métaux participent à la structure des minéraux). Il est à noter que les résultats obtenus par la PES peuvent également permettre d'évaluer le potentiel de stabilité des phases minérales impliquées dans l'enlèvement des métaux par les BPSR après traitement.

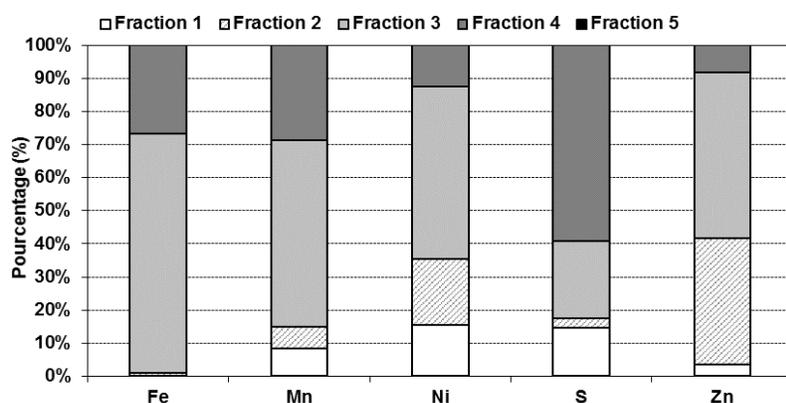
Selon la [Figure 23 a.](#) et contrairement au S (15%) et au Zn (3%), le Fe, le Mn et le Ni sont principalement associés à la phase résiduelle (Fraction 5) du biofiltre B1 avec respectivement 37%, 60% et 71%. Ces éléments semblent être retenus d'une manière irréversible. Toutefois, le Fe, le Mn et le Ni se trouvent également liés à la phase réductible sous forme d'oxydes et d'hydroxydes (Fraction 3) avec des proportions atteignant respectivement 32%, 20% et 11%. De plus, les quantités de Fe, de Mn et de Ni présents dans la phase oxydable (Fraction 4) représentent près de 30% du Fe, 10% du Mn et 11% du Ni initialement présents dans les bioréacteurs. En effet, les métaux étudiés sont faiblement associés

aux phases solubles et échangeables (Fraction 1 – entre 0 et 4%) ainsi qu’aux phases carbonatées (Fraction 2 – entre 1 et 6%). Plus précisément et concernant le Zn, sa rétention semblerait avoir majoritairement lieu au niveau des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn (Fraction 3) (56%) ainsi que de la matière organique et des sulfures (Fraction 4) (40%). De faibles proportions de Zn sont associées à la phase résiduelle (Fraction 5) (3%) et à la phase carbonatée (Fraction 2) (1 %). Enfin, selon les résultats de la PES, 50% du S semble être associé à la phase soluble-échangeable (Fraction 1), 8% aux carbonates (Fraction 2), 2% aux oxydes et hydroxydes (Fraction 3), 25% à la matière organique et aux sulfures (Fraction 4) ainsi que 15% à la phase résiduelle (Fraction 5).

Les quantités des principaux éléments extraits à chaque étape de la PES réalisée sur le biofiltre B2 sont présentées sur la [Figure 23b](#). Les résultats obtenus démontrent que le Fe, le Mn, le Ni et le Zn sont principalement associés à la phase réductible sous forme d’oxydes et d’hydroxydes (Fraction 3) avec respectivement des pourcentages de 72%, 57%, 52% et 50%. Contrairement aux métaux, le S est en grande majorité (59%) lié à la matière organique et aux sulfures (Fraction 4) et à 23% à la phase réductible (Fraction 3). En effet, le Fe, le Mn, le Ni et le Zn se trouvent également liés à la matière organique et aux sulfures (Fraction 4) avec des proportions respectives de 27%, 29%, 12% et 8%. Toutefois, le Ni et le Zn semblent aussi être associés à la phase carbonatée (Fraction 2) avec respectivement des pourcentages de 20% et 38%. Enfin, concernant les phases solubles et échangeables (Fraction 1), uniquement le Mn, le Ni et le S y semblent associés avec des pourcentages respectifs de 9%, 15% et 15%. Il est à noter que la fraction résiduelle reste négligeable, ce qui pourrait être attribué au fait que le mélange réactif utilisé dans le bioréacteur B2 est constitué de deux composés organiques et de calcite. En effet, l’ensemble des constituants qui composent le mélange réactif du biofiltre B2 se sont dissous dans les quatre premières phases de la PES.



a.



b.

Figure 23 Fractionnement géochimique des métaux présents dans les bioréacteurs étudiés (B1 (a.) et B2 (b.))

En définitive, les résultats des extractions séquentielles obtenus sur les deux biofiltres montrent que le Fe, le Mn, le Ni, le Zn et le S sont principalement associés à des phases relativement stables (oxy-hydroxydes, phase résiduelle, matière organique et sulfures) et très peu aux phases solubles et échangeables à un pH de 7 (sauf pour le Mn et Ni où la mobilité est élevée – e.g., Genty *et al.*, 2018). Toutefois, il est à noter que le Fe est majoritairement associé à la phase réductible (i.e., sous forme d’oxy-hydroxydes), ce qui va à l’encontre de certains travaux ayant démontré qu’en conditions neutres (6,5 à 9,5) et réductrices le Fe du DMA était principalement précipité sous forme de sulfures ou de carbonates (Kalin *et al.*, 2006). Cependant, des résultats similaires

ont été obtenus dans les travaux de Champagne *et al.* (2005), Genty *et al.* (2018), Neculita *et al.*, (2008b) et Potvin (2009). Quoiqu'il en soit, ceci démontre bien que la formation de ces précipités contribue à la rétention des métaux dans les bioréacteurs notamment via des mécanismes de sorption (e.g., Costa *et al.*, 2008; Gibert *et al.*, 2004; Jong et Parry, 2004; Neculita *et al.*, 2008a,d; Potin, 2009; Song, 2003). En outre, le fait que l'ensemble des métaux soit en grand majorité associé à des phases relativement stables (i.e., oxydes et hydroxydes de Mn et de Fe, matière organique et sulfures) pourrait (sous certaines conditions de pH-Eh) réduire les risques de remobilisation des métaux lors du stockage des BPSR après utilisation. En effet, le stockage des BPSR en milieu acide favoriserait indubitablement le relargage des métaux associés à la fraction des carbonates (ii) et des oxydables (iv). Toutefois, selon Rakotonimaro (2017) et avec un pH supérieur à 5, les oxydes et hydroxydes pourraient rester relativement stables et contrôler la remobilisation ou la libération du Fe et du Mn.

3.1.4 Synthèse des essais de traitement de DMA

Dans la présente section, des essais de traitement passif et semi-passif de DMA ont été réalisés en laboratoire en vue de valoriser des résidus disponibles localement en grande quantité. Plus précisément, l'objectif de ces essais visait à étudier la performance de biofiltres passif (B1) ou semi-passif (B2) à sulfato-réduction pour le traitement de DMA typiques de l'Abitibi-Témiscamingue. Le biofiltre B1, similaire à celui développé par Neculita (2008), évalue la capacité de copeaux de tremble et de boues papetières riches en BSR à substituer des copeaux et de la sciure d'érable relativement plus coûteux. Le biofiltre B2, plus simple dans sa composition, évalue l'efficacité de trois composants (i.e., copeaux grossiers de bouleau, fumier et calcite) à traiter un DMA quatre fois plus concentré en métaux. Il est à noter que pour ce dernier, la taille des copeaux a été sélectionnée afin d'augmenter la conductivité hydraulique saturée d'un ordre de grandeur environ et de diminuer les possibles risques de colmatage. Il a été alimenté en continue en lactate afin de maintenir la sulfato-réduction au sein des bioréacteurs.

Les principaux résultats de ces essais sont synthétisés dans ce qui suit. La dissolution des carbonates de calcium présents dans tous les mélanges réactifs étudiés et la présence de BSR ont permis de neutraliser l'acidité des DMA testés. L'augmentation des valeurs de pH est associée à

celle de l'alcalinité. En effet, cette dernière augmente via la dissolution des carbonates de calcium présents dans le mélange réactionnel et les ions carbonates et bicarbonates provenant de l'oxydation anaérobie de la matière organique par les BSR (Skousen *et al.*, 2017). Bien que l'alcalinité ait permis de neutraliser l'acidité des DMA testés, une diminution des pH a été constatée à travers le temps pour les biofiltres B1. Au cours du traitement, une légère augmentation des valeurs de Eh a également été constatée pour le DMA traité avec les biofiltres B1 traduisant des conditions moins favorables à la sulfato-réduction et par conséquent à la production d'ions carbonates pouvant tamponner l'acidité du DMA. En outre, une forte diminution des concentrations en soufre (sous forme sulfates), en Fe et en Mn a été observée à la sortie de l'ensemble des biofiltres testés. Celle-ci pourrait être attribuée à différents processus abiotique et biotique (Neculita, 2008). Cependant, les liens observés entre les conditions propices au développement des BSR (augmentation du pH, diminution du Eh), la diminution des concentrations en SO_4^{2-} , en Fe et en Mn, ainsi que la production de H_2S confirment que la sulfato-réduction a bien été établie dans les différents bioréacteurs, et ce, même si la densité des BSR a eu tendance à diminuer durant le traitement. Il est à noter que les taux d'enlèvement des sulfates, du Fe et du Mn ont diminué avec le temps pour les biofiltres B1, ce qui démontre bien une perte d'efficacité qui proviendrait notamment de i) l'épuisement des carbonates de calcium et des sources de carbone nécessaires à l'augmentation du pH et au bon développement des BSR, ii) de la saturation des sites d'adsorption et iii) de l'accumulation des hydroxydes métalliques. En effet, de nombreuses études antérieures ont rapporté l'efficacité limitée dans le temps des BPSR (e.g., Beaulieu, 2001; Cocos, 2000; Genty *et al.*, 2018; Neculita *et al.*, 2008c,b; Potvin, 2009; Tsukamoto et Miller, 1999; Santofimia et Lopez-Pamo 2016; Vitor *et al.*, 2015). Le maintien de la performance des biofiltres B2 dans l'enlèvement (> 95 %) des sulfates, du Fe et du Mn serait majoritairement attribué au maintien de la sulfato-réduction via l'alimentation en continu des systèmes par le lactate (i.e., système de traitement semi-passif), dont l'efficacité a déjà été démontrée par de nombreuses études (e.g., Devereux et Stahl, 1993; Hammack *et al.*, 1992; Montoya *et al.*, 2013; Kaksonen *et al.*, 2003; Kaksonen *et al.*, 2006; Tsukamoto et Miller, 1999; Tsukamoto *et al.*, 2004). De plus, bien que les différents bioréacteurs aient permis une diminution des teneurs en Fe, en particulier le biofiltre B2, ils n'ont pas permis d'amener les

concentrations à des valeurs permettant de respecter les exigences de la D019, à savoir 3 mg/L. Effectivement, de nombreux travaux antérieurs ont démontré la capacité limitée des BPSR à traiter efficacement des DMA ayant des concentrations en fer supérieures à 500 mg/L (Genty *et al.*, 2017; Neculita *et al.*, 2008c,b; Potvin, 2009; Rakotonimaro, 2017). Pour les autres métaux (Al, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et Zn), les résultats ont montré une bonne capacité de rétention pour tous les scénarios testés.

En définitive, le biofiltre B2 semi-passif a montré une performance de traitement supérieure au biofiltre B1 qui a notamment fini par relarguer du Mn à la fin de l'essai. En outre, les résultats des extractions séquentielles des matériaux des biofiltres B1 et B2 ont montré que les éléments d'intérêt (Fe, Mn, Ni, Zn et S) sont principalement associés à des phases relativement stables (oxy-hydroxydes, phase résiduelle, matière organique et sulfures) et très peu aux phases solubles et échangeables (à un pH de 7). Des conclusions similaires ont été obtenus par d'autres travaux (e.g., Champagne *et al.*, 2005; Genty *et al.*, 2018 ; Neculita *et al.*, 2008b ; Potvin, 2009).

3.2 Stabilité des biofiltres après traitement du DMA ferrifère

3.2.1 Caractérisation et détermination du potentiel de lixiviation ainsi que du potentiel de génération d'acidité des biofiltres (sans amendement)

3.2.1.1 Caractérisation et évaluation de la disponibilité des métaux et des éléments nutritifs dans les biofiltres post-traitement

Les bioréacteurs B1C, B1T et B1TS ont été arrêtés après 145 jours d'opération et les bioréacteurs B2 ont été arrêtés au bout de 266 jours. Après avoir été vidés, des échantillons homogènes ont été prélevés à différents points sur l'ensemble de l'épaisseur de chaque biofiltre (voir Section 2.1.5) et ont été séchés à 50°C. Ces échantillons post-traitement ont fait l'objet des mêmes analyses physico-chimiques et microbiologiques que celles réalisées sur le mélange réactif avant sa mise en place dans les biofiltres.

Le [Tableau 22](#) présente les résultats de la caractérisation physico-chimique et microbiologique des biofiltres avant et après traitement alors que le [Tableau 23](#) présente les quantités de

métaux/nutriments cumulées dans les biofiltres. Tel qu'indiqué au [Tableau 22](#), les matériaux post-démantèlement issus des bioréacteurs B1 présentent un pH légèrement acide ($5,97 < \text{pH} < 6,11$) alors que ceux issus du B2 présentent un pH proche de la neutralité. L'ensemble des matériaux post-démantèlement présente un Eh variant entre -94 mV et -50 mV mais étant donné la mise en contact avec l'air lors de l'échantillonnage et l'agitation lors de la prise de mesure, les valeurs réelles de Eh peuvent être plus basses que celles mesurées. Les valeurs de pH et de Eh ainsi mesurées démontrent que les conditions sont encore favorables au développement des BSR au sein de l'ensemble des bioréacteurs. En effet, les fortes densités en BSR ($9,92 \times 10^8$, $1,17 \times 10^5$ et $5,27 \times 10^7$ UFC/g) présentes dans les solides post-démantèlement des bioréacteurs B1C, B1T et B2 respectivement, viennent confirmer que la sulfato-réduction a bel et bien été établie. Cependant, les BSR sont moins denses dans le bioréacteur B1TS ($6,11 \times 10^3$ UFC/g), ce qui est logique étant donné que ce mélange réactif a été stérilisé au début de l'expérience.

Bien que les teneurs en soufre total aient globalement tendance à augmenter dans les biofiltres post-traitement, celles en carbone total diminuent. Comme le montrent les résultats présentés au [Tableau 22](#), les teneurs en COD sont nettement plus faibles que celles obtenues à l'état initial. De ce fait, la diminution du rapport $\text{COD}/\text{SO}_4^{2-}$ suggère que la quantité de carbone organique facilement soluble et de ce fait, disponible pour les BSR a tendance à diminuer dans les systèmes de traitement au cours de l'essai, et ce, particulièrement pour les biofiltres B1 où aucune source de carbone n'a été ajoutée en continu au cours de l'essai. Il est à noter qu'aucune BHAT ni BSO n'a été détectée dans les solides post-traitement.

Enfin, les résultats présentés au [Tableau 23](#) montrent que les quantités de métaux (Cd, Cu, Mn, Zn) et d'éléments nutritifs (SO_4^{2-}) cumulées sont plus élevées pour le biofiltre B2 que pour les autres biofiltres. Le biofiltre B1TS, où les BSR sont moins denses et les quantités en carbone total moindres, présente les valeurs en métaux et en sulfates retenus les plus faibles, ce qui permet de différencier les efficacités d'enlèvement liés aux phénomènes biotiques et abiotiques.

Tableau 22 **Caractéristiques physico-chimiques des biofiltres après traitement des DMA**

Paramètres	B1C _i	B1C _f	B1T _i	B1T _f	B1TS _i	B1TS _f	B2 _i	B2 _f
pH	-	5,97	-	6,11	-	6,11	-	6,40
Eh (mV)	-	-94	-	-69	-	-50	-	-60
Teneur en H (%)	5,59	53,5	5,78	58,6	5,78	53,4	5,06	55,6
Teneur en C _{total} (% - p/p)	26,1	22,4	20,9	18,3	20,9	19,5	38,0	45,4
Teneur en S _{total} (% - p/p)	1,59	1,80	1,54	2,00	1,54	2,50	0,14	0,69
COD (mg/L)	537	3,00	480	5,00	480	2,00	120	5,00
COD/SO ₄ ²⁻	0,11	0,00	0,11	0,00	0,11	0,00	0,29	0,00
BSR (UFC/g)	5,31 x 10 ⁴	9,92 x 10 ⁸	3,06 x 10 ⁵	1,17 x 10 ⁵	-	6,11 x 10 ³	7,48 x 10 ⁴	5,27 x 10 ⁷
BHAT (UFC/g)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
BSO (UFC/g)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Où, *i* : caractérisation initiale, *f* : caractérisation finale

Tableau 23 Cumul des quantités de métaux et éléments nutritifs retenus par les biofiltres (B1C, B1T, B1TS et B2) (exprimées en mg/kg de matériaux dans le bioréacteur)

Éléments	B1C	B1T	B1TS	B2
Al	402	403	265	698
Cd	57,5	57,4	36,6	183
Cr	115	115	109	161
Fe	34 700	40 420	40 035	50 375
Cu	-	-	-	354
Mn	102	95,4	-	1 145
Ni	402	402	352	381
Pb	50,2	50,8	42,5	39,3
SO ₄ ²⁻	38 220	45 720	52 000	156 650
Zn	110	111	94,9	522

3.2.1.2 Détermination du potentiel de génération d'acidité des biofiltres post-démantèlement

B1 et B2

Les biofiltres B1 et B2 post-démantèlement ont fait l'objet de tests statiques, basés sur la méthode de Sobek modifiée par Lawrence et Wang (1997), afin de dresser le bilan entre leur potentiel à produire de l'acidité (PA) et celui à la neutraliser (PN). Le [Tableau 25](#) présente les teneurs en soufre, les valeurs du PNN (PNN = PN - PA) ainsi que les rapports PN/PA pour les biofiltres B1 et B2 post-démantèlement.

Tableau 24 Estimation du PNN et du ratio PN/PA des biofiltres B1 et B2 post-démantèlement

	B1	B2	D019 (Échantillon générateur d'acide)
Soufre (%)	1,63	0,89	> 0,3
PNN (kg CaCO ₃ /tonne métrique)	-2,46	22,2	≤ 20
PN/PA	0,95	1,80	< 3

Les différents biofiltres post-démantèlement ont des teneurs en S_{total} supérieures à 0,3%, soit le critère de la D019 au-dessus duquel les matériaux sont considérés comme potentiellement générateurs d'acidité. En effet, pour le biofiltre B1 post-démantèlement, le rapport PN/PA est inférieur à 1 (PNN = zone d'incertitude), ce qui confirme bien qu'il est potentiellement

générateur d'acidité. Cependant, pour le biofiltre B2 post-démantèlement, le PNN est supérieur à 20 kg CaCO₃/t et le rapport PN/PA est situé dans la zone d'incertitude ($1 < \text{PN/PA} < 2,5$), ce qui indique qu'il n'est potentiellement pas générateur d'acidité. Même s'il ne s'agit pas de résidus miniers, les résultats des tests statiques laissent présager une possible génération d'acidité, plus particulièrement pour le biofiltre B1 post-démantèlement. La génération potentielle d'acidité des biofiltres B1 et B2 post-démantèlement s'avère problématique pour une gestion responsable à long terme de ces matériaux en raison des risques de lixiviation des métaux fixés en présence d'acide. De ce fait, ces résultats indiquent la nécessité de mettre en place une filière de stabilisation des matériaux post-démantèlement afin de réduire les risques de génération d'acidité et de lixiviation potentielle des métaux présents et d'assurer une gestion responsable de ces matériaux à long terme. L'ajout d'amendements disponibles à proximité des sites de traitement de DMA par les biofiltres s'avère une option prometteuse pour réduire le potentiel de génération d'acide. Il est à noter que les résultats des tests statiques permettent également d'estimer les quantités d'amendement alcalin à ajouter afin d'empêcher toute génération d'acidité et de stabiliser les métaux pouvant être lixiviés.

3.2.2 Évaluation préliminaire de la capacité de différents amendements sur la stabilité des biofiltres post-démantèlement

3.2.2.1 Caractérisation des amendements et des mélanges

Le [Tableau 26](#) résume les propriétés physico-chimiques des amendements alcalins (cendres de cogénération - CC, boues rouges - RMB, poussières de four à chaux de Marbelton - PFCM, poussières de four à chaux de Bedford - PFCB et hydroxyapatite - HAP) utilisés pour prévenir la possible génération d'acidité provenant des biofiltres B1 et B2 post-démantèlement et pour stabiliser les métaux présents dans ces biofiltres lors des essais en MCA (CC, RMB, PFCM, PFCB, et HAP) et en colonnes (CC, RMB et PFCB).

Selon les résultats présentés au [Tableau 26](#), tous les amendements possèdent un pH supérieur à 12, à l'exception de l'HAP dont le pH est très légèrement acide (pH = 5,9). En outre, les résultats montrent qu'ils ont tous un PN très élevé (> 140 kg CaCO₃/t pour l'HAP, les CC et les RMB et

> 700 kg CaCO₃/t pour les PFCM et les PFCB). En ce qui concerne la CEC et par conséquent la capacité d'immobilisation des métaux qui pourraient être relâchés, les CC et les RMB ont les CEC les plus importantes (> 55 m_{éq}/100 g). Bien que ces CEC soient relativement similaires à certains minéraux argileux typiques (i.e., smectites : environ 80 m_{éq}/100 g), elles sont inférieures à celle de la matière organique, bien connue pour sa capacité de rétention des métaux (≈ 200 m_{éq}/ 100 g) (Parfitt *et al.*, 2008). La plus faible CEC des PFC reste toutefois supérieure à celle de la kaolinite (environ 10 m_{éq}/ 100 g), un phyllosilicate souvent étudié pour ses capacités de sorption des métaux (Dohrmann, 2006). Il est à noter que contrairement aux PFCM, PFCB et HAP qui sont secs, les CC et les RMB ont des teneurs massiques en eau de 14% et 39%, respectivement.

Tableau 25 Caractérisation physico-chimique des différents amendements utilisés

Amendement	CC	RMB	PFCM	PFCB	HAP
CEC (m _{éq} /100 g)	54,8	82,2	15,2	8,45	-
Potentiel neutralisant (kg CaCO ₃ /tonne métrique)	145	140	705	813	278
Teneur en eau massique (%)	13,6	38,7	0,03	0,06	0,00
pH	12,3	12,4	12,9	12,9	5,9

Tableau 26 Composition élémentaire des différents amendements utilisés

	Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	P	Pb	S	Zn
CC	7 258	70 699	3	390	37	9 924	10 770	6 100	3 794	2 914	95	2 334	12	2 957	488
RMB	70 549	22 509	0	762	11	225 786	166	259	143	39 468	21	842	43	2 507	37
PFCM	7 148	191 787	0	13	4	3 958	2 720	1 910	26	322	38	115	12	6 143	9
PFCB	13 796	405 435	0	24	7	7 721	5 651	3 973	51	643	74	208	21	12 410	16
HAP	178	387 195	1	10	5	204	175	2 573	104	814	0	193 462	10	240	21

Une digestion ainsi qu'une analyse chimique par ICP-AES ont également été réalisées sur l'ensemble des additifs alcalins. Les résultats de la composition élémentaire de chacun des amendements sont présentés au [Tableau 27](#). Ce dernier montre que les PFC et l'HAP sont principalement constitués de Ca (et de P pour l'HAP) alors que les RMB sont principalement constituées d'Al et de Fe, présents dans les oxydes et hydroxydes, ainsi que de Na en raison de l'ajout de soude dans le procédé Bayer ([Section 1.4.2.2](#)). Il est à noter que les CC possèdent des concentrations en Zn non négligeables. Ces résultats corroborent ceux obtenus par de nombreux travaux (Ahmaruzzaman, 2010; Calugaru, 2014; Lamontagne, 2001; Liu *et al.*, 2011; Lombi *et al.*, 2002; McConchie *et al.*, 2002; Minh *et al.*, 2012b;). Ils viennent ainsi confirmer l'intérêt de valoriser ces résidus alcalins pour prévenir la génération d'acidité et de stabiliser des métaux potentiellement lixiviables présents dans les biofiltres post-démantèlement.

3.2.2.2 Évaluation préliminaire de la capacité de différents amendements alcalins à prévenir la génération d'acidité et à stabiliser les métaux retenus par les biofiltres post-démantèlement

Afin de mieux appréhender la capacité des différents amendements alcalins à neutraliser l'éventuelle acidité qui pourrait être générée et à immobiliser les métaux qui pourraient être relargués, des essais cinétiques en mini-cellules d'altération (MCA) ont été réalisés à partir des résultats des tests statiques et des propriétés des amendements alcalins présentés dans les sections précédentes. La composition chimique élémentaire initiale des différents mélanges testés est illustrée au [Tableau 28](#). D'après ces résultats, les mélanges à base de matériaux provenant du biofiltre B1 possèdent des concentrations en Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et S relativement plus faibles que ceux provenant du biofiltre B2. Ceci peut être attribué au fait que les concentrations en métaux ont été doublées, triplées et quadruplées dans le DMA alimentant les systèmes de traitement B2. Il est important de rappeler qu'en plus d'avoir des compositions distinctes, les systèmes de traitement testés (biofiltres B1 et B2) dans des conditions opératoires spécifiques ont montré des efficacités de traitement différentes, ce qui peut expliquer que les compositions chimiques élémentaires des mélanges à base de biofiltres provenant de ces systèmes ne soient pas similaires. De plus, l'ajout d'amendement affecte les concentrations élémentaires des mélanges. En effet, en raison de leur composition chimique et minéralogique ([Section 1.4.2.2](#) – forte présence en oxydes et hydroxydes d'Al et de Fe), l'ajout des RMB augmente les concentrations élémentaires en Al, en Fe et en Cr. L'ajout de PFC ([Section 1.4.2.3](#)) ou de HAP ([Section 1.4.2.4](#)), augmente les concentrations élémentaires en Ca des mélanges (et P pour HAP) alors que l'ajout de CC ([Section 1.4.2.1](#)) augmente plus particulièrement les concentrations élémentaires en Mn. Quant au S, les concentrations sont plus élevées dans les biofiltres post-démantèlement seuls que dans ceux avec amendement, ce qui peut être attribué au fait que les amendements contiennent peu de S. L'ajout d'amendement entraîne une diminution relative de la teneur en S et par conséquent, une diminution relative du potentiel de génération d'acide. En ce qui concerne les éléments potentiellement problématiques pour l'environnement, l'ajout de CC ou de RMB entraîne une augmentation des teneurs en Cr.

Afin de statuer sur l'efficacité de différents matériaux alcalins à limiter la mobilisation des métaux contenus dans les biofiltres, en conditions oxydantes, douze mélanges (en duplicata) ont été testés en MCA. Les [Figures 24 à 32](#) et le [Tableau 29](#) présentent l'évolution moyenne des paramètres physico-chimiques, géochimiques et microbiologiques des lixiviats provenant des douze mélanges sur une période d'environ 120 jours.

Tableau 27 Composition élémentaire initiale des mélanges testés en MCA (mg/kg)

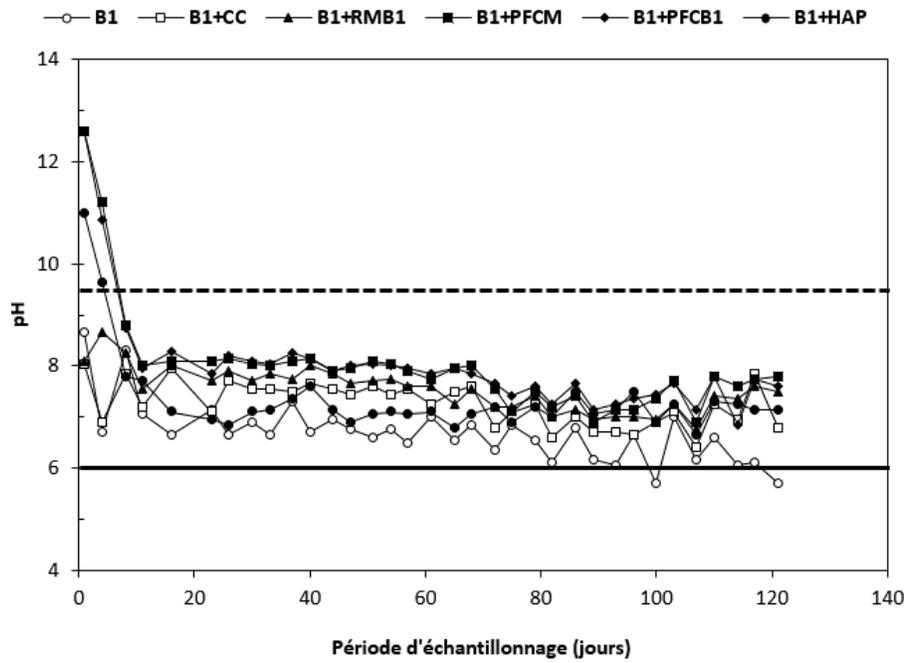
MCA	Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn
B1	8 160	25 600	36	21	66	41 800	380	186	2 590	23	16 340	272
B1+CC	7 930	36 900	28	113	59	33 800	1 230	163	2 520	20	13 000	326
B1+RMB	26 900	24 700	26	244	49	97 000	309	136	2 060	29	12 190	201
B1+PFCM	8 060	42 200	33	20	60	38 000	345	171	2 340	22	15 320	246
B1+PFCB	8 720	63 600	33	21	60	38 400	347	175	2 350	23	16 000	246
B1+HAP	6 960	79 800	31	20	57	35 500	339	158	31 200	21	14 000	234
B2	9 790	59 300	n.a	226	186	42 800	384	1 320	2 560	50	20 200	n.a.
B2+CC	9 160	62 160	99	267	149	34 600	1 240	1 015	2 505	41	15 900	122
B2+RMB	28 000	48 300	91	387	134	97 700	312	932	2 050	48	14 900	n.a.
B2+PFCM	9 530	72 600	117	204	168	38 900	348	1 190	2 320	47	18 800	n.a.
B2+PFCB	10 200	93 900	117	205	168	39 300	351	1 200	2 330	47	19 400	n.a.
B2+HAP	8 350	108 500	111	193	159	36 400	342	1 120	31 200	44	17 200	n.a.

n.a. : non analysé

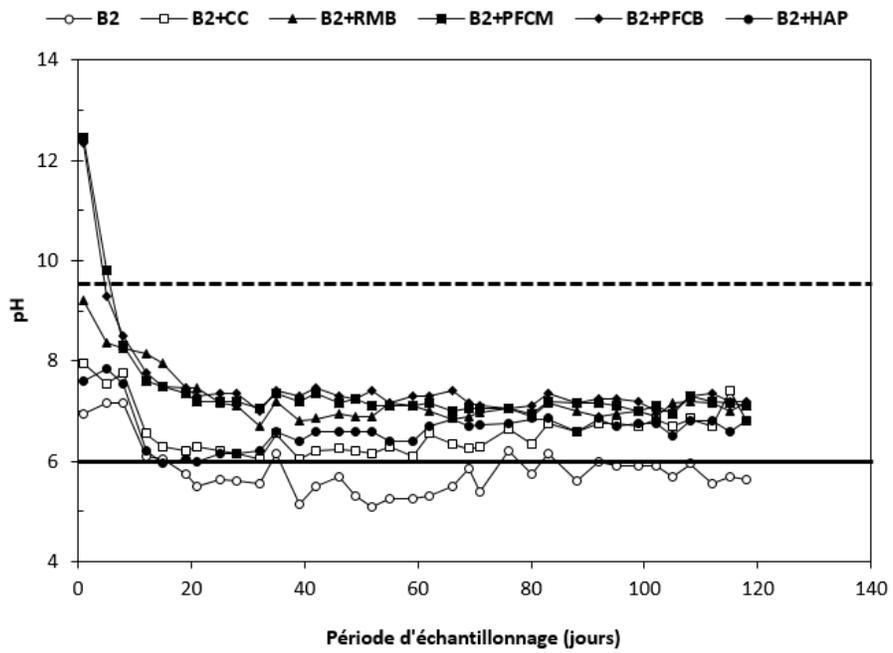
3.2.2.2.1 Évolution des pH et Eh

Les [Figures 24](#) et [25](#) montrent les variations de pH et de Eh des lixiviats récupérés pour chaque mélange testé. Dans la [Figure 24](#), les lignes de couleur noire indiquent les limites haute (ligne pointillée) et basse (ligne pleine) des exigences de la D019 au point de rejet d'un effluent final en termes de pH ($6,0 < \text{pH} < 9,5$).

L'évolution du pH au cours des 120 jours de suivi des MCA montre une rapide et brusque diminution du pH pour l'ensemble des lixiviats lors des 4 premiers rinçages, passant de 8-13 à seulement 7-8. Ensuite, en présence d'amendement, les pH ont tendance à se stabiliser à des valeurs proches de la neutralité (pH de l'ordre de 7) alors qu'en l'absence d'amendement, les pH ne respectent pas les exigences de la D019 ($\text{pH} < 6$) et une diminution progressive est constatée tout au long de l'expérience, ce qui confirme bien le caractère acidogène des biofiltres après utilisation ([Section 3.2.1](#)). Ces résultats montrent également que les amendements sélectionnés s'avèrent efficaces pour neutraliser l'acidité produite par les biofiltres post-démantèlement. Cependant, il est important de constater que durant les premiers cycles et pour les mélanges constitués de PFC et de HAP (pour le B1 uniquement), les pH sont supérieurs aux exigences de la D019 ($\text{pH} > 9,5$) en raison de teneurs élevées en oxydes ou hydroxydes de Ca, de leur forte alcalinité ou de leur fort potentiel de neutralisation ([Sections 1.4.2.3](#) et [1.4.2.4](#)). En outre, dans le cas du biofiltre B2, les pH des mélanges constitués de CC et de HAP sont de l'ordre de 6 après quinze jours pour remonter progressivement à des valeurs proches de la neutralité. Au-delà de cet aspect, l'évolution des pH pour les mélanges à base de matériaux provenant du biofiltre B1 et ceux à base de matériaux provenant du B2 sont assez similaires.

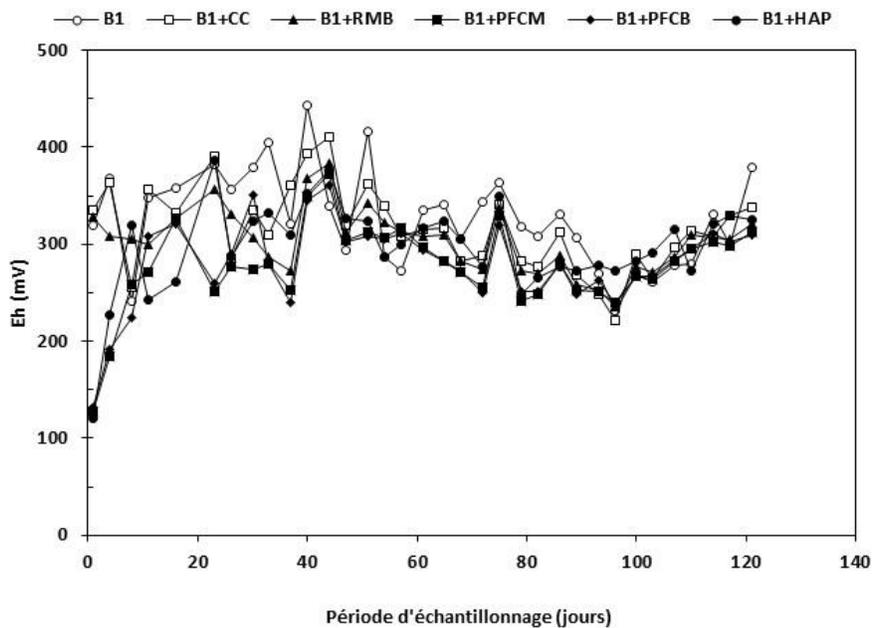


a.

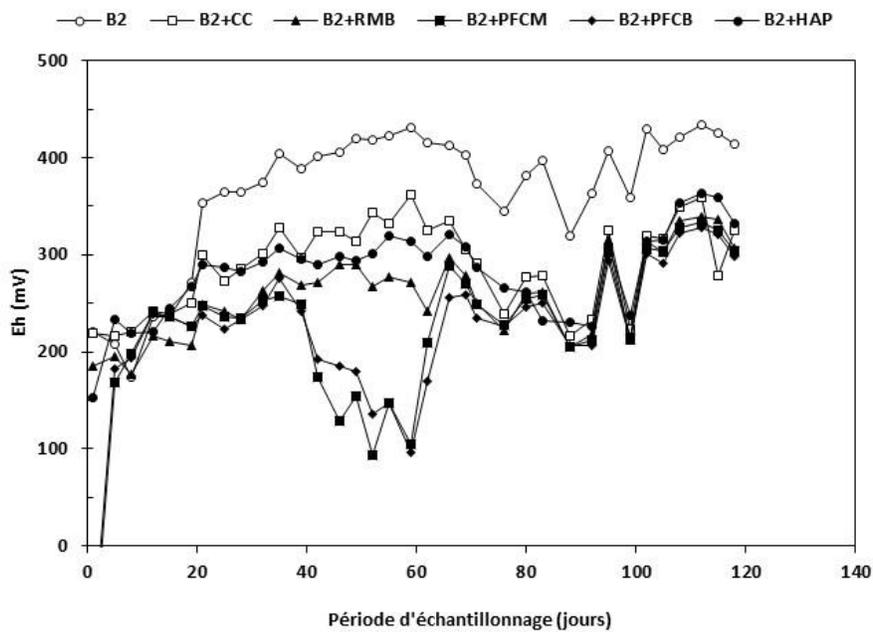


b.

Figure 24 Évolution des pH lors des essais en MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)



a.



b.

Figure 25 Évolution des Eh lors des essais en MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

Concernant l'évolution des potentiels redox (Eh – [Figure 25](#)), une rapide et brusque augmentation est généralement observée pour l'ensemble des lixiviats au cours des premiers rinçages. Ensuite, en présence d'amendement dans les mélanges testés, une augmentation progressive est constatée avec des valeurs d'Eh fluctuant entre 200 et 350 mV. Même si les lixiviats provenant des mélanges constitués de PFC possèdent des Eh relativement plus faibles, ils sont typiques de milieux oxydants. En effet, en l'absence d'amendement, les valeurs d'Eh des lixiviats sont légèrement supérieures (entre 300 et 450 mV). Il est à noter que ces valeurs sont plus élevées pour les lixiviats provenant du biofiltre B2 (sans amendement). Ceci peut être expliqué par le fait que le mélange réactif du B2 présente une granulométrie plus grossière et une distribution plus étalée comparée au B1, permettant ainsi une diffusion plus importante de l'oxygène. En résumé, les biofiltres post-démantèlement sont bien générateurs d'acide. Cependant, l'ajout d'amendements permet de stabiliser les pH à des valeurs proches de la neutralité et de diminuer relativement les conditions oxydantes des milieux, donc le potentiel de lixiviation des métaux.

3.2.2.2 Évolution des paramètres géochimiques

Le [Tableau 29](#) présente les concentrations élémentaires (en mg/L) maximales et moyennes (sur 120 jours) des lixiviats pour les douze mélanges testés. Il est à noter que les exigences de la D019 au point de rejet de l'effluent final (concentration maximale acceptable) sont également indiquées pour le Cu, le Fe, le Ni, le Pb et le Zn. Le [Tableau 29](#) montre qu'en l'absence d'amendement, le biofiltre B1 ne respecte pas les exigences de la D019 pour le Fe (35,8 mg/L), le Ni (2,4 mg/L) et le Zn (1,8 mg/L) alors que le B2 ne respecte pas les exigences pour le Cu (3,4 mg/L), le Fe (43,3 mg/L), le Ni (35,2 mg/L) et le Zn (70,7 mg/L). En effet, les concentrations maximales et moyennes de ces métaux sont plus élevées pour le B2 sachant que les quantités en métaux retenues dans les biofiltres sont plus élevées étant donné que les teneurs initiales dans le DMA ont été doublées, triplées et quadruplées au cours du temps par rapport au B1. En outre, il est important de remarquer que pour les deux biofiltres post-démantèlement, sans amendement, les concentrations maximales en Mn (et Cd pour le B2 uniquement) sont également importantes (entre 20 et 80 mg/L), même si ces éléments ne sont pas normés par la D019.

Tableau 28 Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en MCA

	Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn	
D019 (mg/L)	-	-	-	0,6	6	-	1	-	0,4	-	1	
Concentrations maximales (mg/L)	B1	0,2	0,6	0,0	0,1	36	80	2,4	0,7	0,1	801	1,8
	B1+CC	1,7	0,0	0,1	0,1	2,6	3,5	0,1	1,9	0,1	1 715	0,1
	B1+RMB	1,1	0,0	0,3	0,2	3,3	3,6	0,2	1,5	0,1	1 570	0,4
	B1+PFCM	0,5	0,0	0,0	0,6	0,7	2,2	6,3	3,8	0,1	601	0,1
	B1+PFCB	0,8	0,0	0,0	0,3	1,3	1,2	6,3	3,6	0,1	547	0,1
	B1+HAP	0,1	0,0	0,0	1,3	7,3	13	2,3	13	0,1	681	0,3
	B2	2,1	31	0,1	3,4	43	22	35	1,2	0,4	1 060	71
	B2+CC	0,5	4,9	0,0	0,1	0,7	27	9,5	0,7	0,4	891	8,5
	B2+RMB	3,3	0,1	0,0	0,2	0,2	0,6	0,4	0,4	0,1	1 030	0,3
	B2+PFCM	2,4	20	0,1	2,6	22	16	26	1,0	0,3	1 870	50
	B2+PFCB	2,3	0,2	0,0	1,2	4,7	0,9	1,9	0,8	0,1	1 370	0,2
	B2+HAP	0,2	0,7	0,0	1,8	18	6,1	32	21	0,1	1 260	3,2
Concentrations moyennes (mg/L)	B1	0,1	0,1	0,0	0,0	7,4	34	0,4	0,3	0,0	534	0,5
	B1+CC	0,2	0,0	0,0	0,0	0,3	0,5	0,0	0,4	0,0	569	0,0
	B1+RMB	0,4	0,0	0,0	0,0	0,3	0,7	0,0	0,4	0,0	662	0,0
	B1+PFCM	0,2	0,0	0,0	0,1	0,2	0,7	0,5	0,7	0,0	442	0,0
	B1+PFCB	0,2	0,0	0,0	0,0	0,2	0,4	0,5	0,6	0,0	446	0,0
	B1+HAP	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	3,1	0,1	2,6	0,0	494	0,0
	B2	0,6	13	0,0	1,1	11	11	17	0,1	0,1	525	27
	B2+CC	0,1	2,1	0,0	0,0	0,1	15	4,1	0,2	0,1	548	3,2
	B2+RMB	0,2	0,1	0,0	0,1	0,2	0,3	0,2	0,1	0,0	653	0,1
	B2+PFCM	0,6	4,4	0,0	0,5	4,1	3,0	5,0	0,2	0,1	565	9,0
	B2+PFCB	0,2	0,1	0,0	0,2	0,5	0,4	0,4	0,2	0,0	516	0,1
	B2+HAP	0,1	0,3	0,0	0,1	1,1	3,1	14	5,2	0,0	696	1,3

Toutefois, l'ajout d'amendement semble favoriser la diminution des concentrations de ces métaux dans les lixiviats issus des MCA. En effet, pour le biofiltre B1, l'ajout de CC et de RMB permet de respecter les exigences de la D019 alors que pour le B2, seul l'ajout de RMB permet de les respecter, et ce, même si les concentrations moyennes en S (sous forme de sulfates) sont plus élevées. Il est important de remarquer que l'ajout de RMB permet également de diminuer les concentrations en Mn et en Cd dans les lixiviats, probablement en raison de sa CEC plus élevée (Section 3.2.2.1). L'ajout de poussières à chaux (PFCB et PFCM) ou de HAP ne permet pas de diminuer suffisamment les concentrations en Cu, en Fe, en Mn, en Ni et en Zn, notamment pour le biofiltre B2; les exigences de la D019 ne sont pas respectées. Il est important de rappeler que la solubilité de certains métaux tels que le Mn, le Ni et le Zn peut être relativement plus importante à des pH proches de la neutralité voire alcalins (Plante, 2010). Enfin, en raison de sa composition chimique et minéralogique (Section 1.4.2.4), l'ajout de HAP augmente de manière importante les concentrations en P.

Les Figures 26 à 31 présentent les évolutions moyennes des concentrations cumulées (en mg/kg) dans les lixiviats les plus importantes (Al, Ca, Fe, Mn, S et Zn) pour les douze mélanges testés. Pour chacun de ces graphiques et une fois la stabilisation obtenue, une régression linéaire a été appliquée afin de déterminer les taux de libération associés (e.g., Plante, 2004). Le Tableau 30 présente les taux de libération ainsi que les coefficients de détermination (R^2) des régressions linéaires.

Selon les résultats présentés aux Figures 27 et 30, les moyennes des concentrations cumulées finales les plus élevées (> 0,4%) correspondent à celles du Ca et du S. Il est à noter que les concentrations cumulées en Ca et en S augmentent progressivement pour tous les mélanges testés probablement en raison de réactions importantes d'oxydation-neutralisation. Pour le Ca, les concentrations les plus importantes correspondent aux mélanges constitués de PFC (à base de chaux) alors que pour le S, elles correspondent aux mélanges constitués de RMB. Même si elles sont nettement plus faibles, les évolutions des teneurs en Al (Figure 26) sont globalement similaires à celles observées pour le Ca et le S avec une augmentation progressive à partir du dixième jour. Bien qu'une augmentation élevée soit constatée entre le trentième et le soixantième jour (avant stabilisation) pour le mélange constitué uniquement de B2 (sans

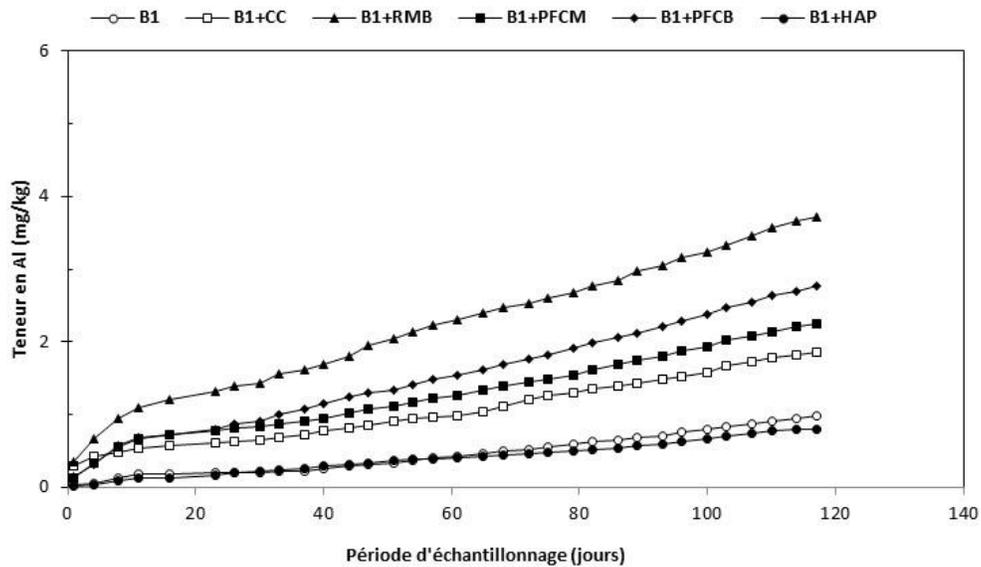
amendement), les concentrations cumulées finales les plus élevées (≈ 4 mg/kg) sont principalement obtenues pour les mélanges constitués de RMB où la présence en oxydes et hydroxydes d'Al est plus importante (Section 1.4.2.2).

Concernant le Fe, l'évolution des concentrations cumulées démontre que les lixiviats avec les plus faibles pH (i.e., sans amendement) contiennent les concentrations cumulées les plus élevées (Figure 28). Pour le mélange constitué uniquement de B2, la concentration augmente brutalement jusqu'au soixantième jour puis se stabilise à des valeurs proches de 140 mg/kg. Pour celui constitué de B1 seulement, la concentration augmente brutalement à partir du quatre-vingtième jour (jusqu'à 60 mg/kg) lorsque les valeurs de pH sont proches de 6. Il est à noter que même si les concentrations initiales en Fe des mélanges constitués de RMB sont plus importantes en raison d'une présence importante en oxydes et hydroxydes de Fe (Tableau 29 et Section 1.4.2.2), les concentrations cumulées finales dans les lixiviats sont plus faibles. Ces résultats indiquent que l'ajout d'amendement permettrait de neutraliser l'acidité générée, et donc de maintenir des conditions physico-chimiques suffisantes pour contrôler la dissolution d'oxydes et d'hydroxydes de Fe (voir diagramme de Pourbaix du Fe) précipités lors du traitement du DMA (Section 3.1). Selon Lefebvre-Drouet et Rousseau (1995), la dissolution des oxydes et hydroxydes de fer, en voie biologique, s'effectuerait beaucoup plus facilement à un pH de l'ordre de 6.

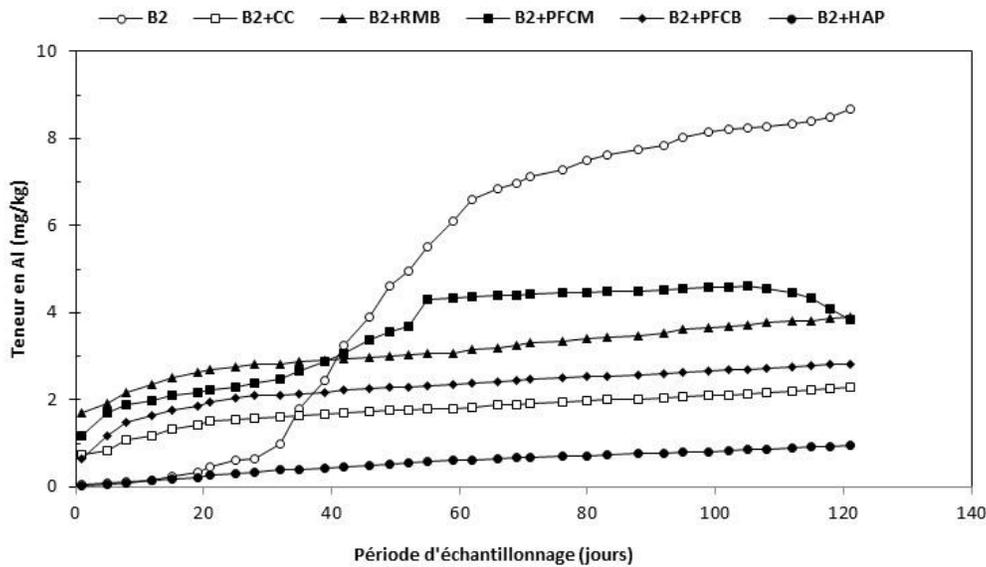
Pour le Mn, les concentrations cumulées augmentent progressivement et ce, plus particulièrement pour les biofiltres B1 et B2 sans amendement (Figure 29), ce qui indique un relargage constant de cet élément. Comme pour le Fe, plus les valeurs de pH des lixiviats sont faibles, plus les concentrations en Mn augmentent. Pour les mélanges constitués de PFC, là où les valeurs de pH sont plus élevées (> 7) et les valeurs de Eh plus faibles, les concentrations cumulées finales en Mn dans les lixiviats sont généralement inférieures à 10 mg/kg. Pour le biofiltre B2 avec CC et HAP, la chute de pH observée durant les premiers jours se traduit par une augmentation importante de la concentration en Mn dans les lixiviats. Cette augmentation diminue progressivement avec la remontée du pH. Par conséquent et en présence d'amendement, la neutralisation de l'acidité générée par de possibles réactions d'oxydation de sulfures peut permettre de maintenir des conditions physico-chimiques suffisantes pour limiter

la dissolution d'oxydes et d'hydroxydes de Fe et de Mn (voir diagramme de Pourbaix du Mn) précipités lors du traitement du DMA ([Section 3.1](#)). En définitive et indépendamment des réactions d'oxydation des sulfures, le pH serait un des paramètres clés affectant la remobilisation du Fe et du Mn provenant notamment de la dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn (e.g., El Gheriany *et al.*, 2009 ; Rose *et al.*, 2003). Il est à noter que même si les concentrations initiales en Mn dans les mélanges constitués de CC (comprenant des oxydes de Mn) sont plus importantes (de l'ordre de 1 200 mg/kg), les concentrations cumulées obtenues dans les lixiviats sont plus faibles que pour les mélanges sans amendement sachant que les conditions physico-chimiques sont moins favorables à la solubilité du Mn.

Les concentrations cumulées en Zn ([Figure 31](#)) mesurées à la sortie des MCA sont également plus importantes pour les mélanges sans amendement, indiquant que les amendements sélectionnés permettent de diminuer la mobilité du Zn retenu sur les biofiltres post-démantèlement en neutralisant l'acidité générée. Les mélanges constitués de matériaux post-démantèlement du bioréacteur B2 possèdent des concentrations cumulées nettement plus élevées (> 300 mg/kg) que pour ceux constitués de B1 (< 5 mg/kg). Il est important de rappeler que comme pour le Ni, la rétention du Zn sur le biofiltre B2 a principalement lieu sur les phases solubles et réductibles associées aux carbonates et aux oxydes et hydroxydes ([Section 3.1.3.1](#)). En outre, la solubilité de ces métaux est connue pour être plus importante à des pH proches de la neutralité voire alcalins (Plante, 2010). Pour le Cd, le Cr, le Cu et le Pb, les concentrations cumulées finales sont généralement inférieures à 1 mg/kg pour les mélanges constitués de B1 et les concentrations en Ni sont inférieures à 5 mg/kg. Pour les mélanges constitués de B2, les concentrations cumulées finales en Cd et Ni sont supérieures à 250 mg/kg (sans amendement), celles en Cu inférieures à 25 mg/kg et celles en Cr et Pb inférieures à 2 mg/kg. Ces résultats et ceux présentés précédemment dans le [Tableau 30](#) confirment bien que l'ajout et le type d'amendement permet de contrôler la libération des métaux retenus dans les biofiltres post-démantèlement.

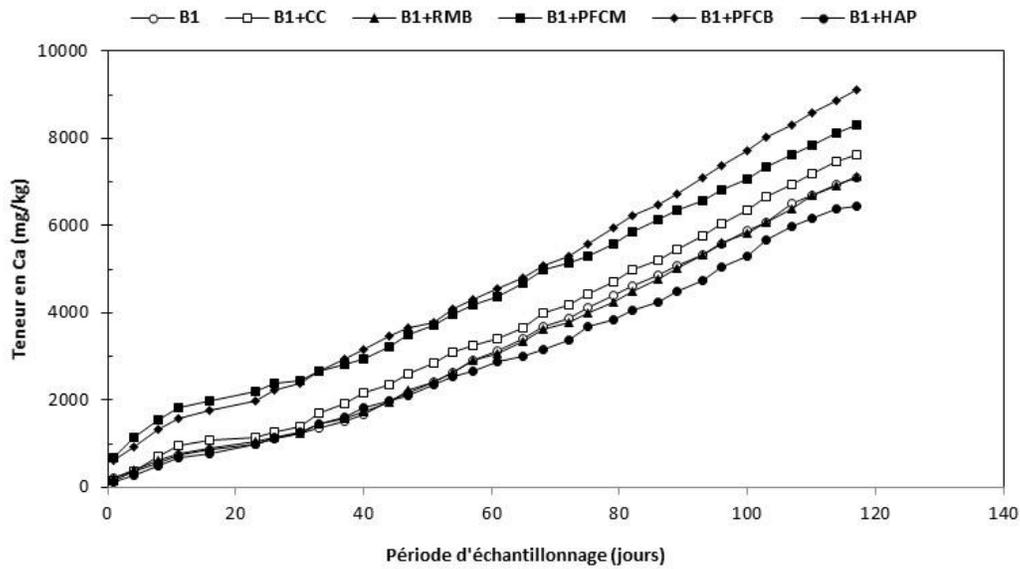


a.

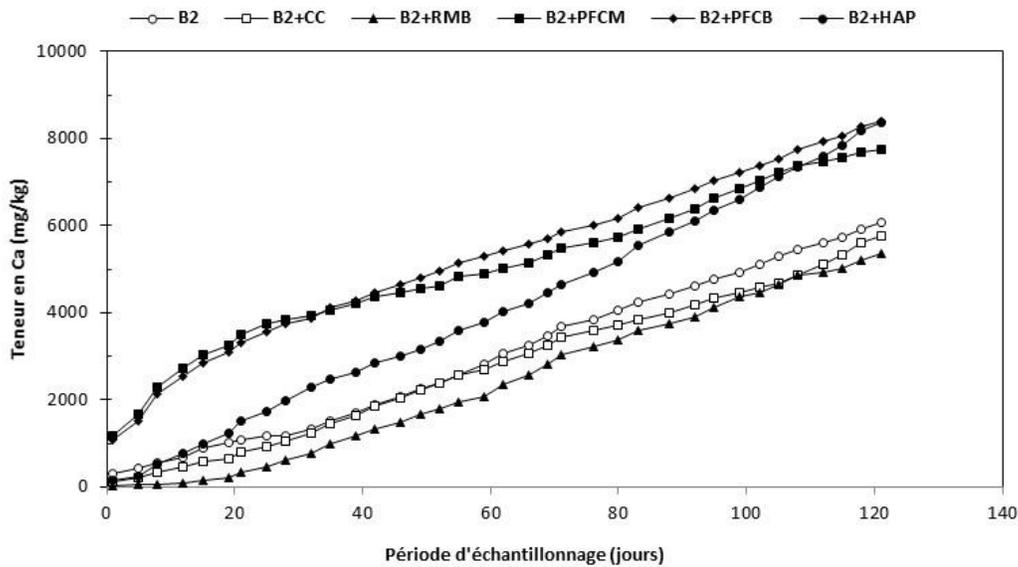


b.

Figure 26 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

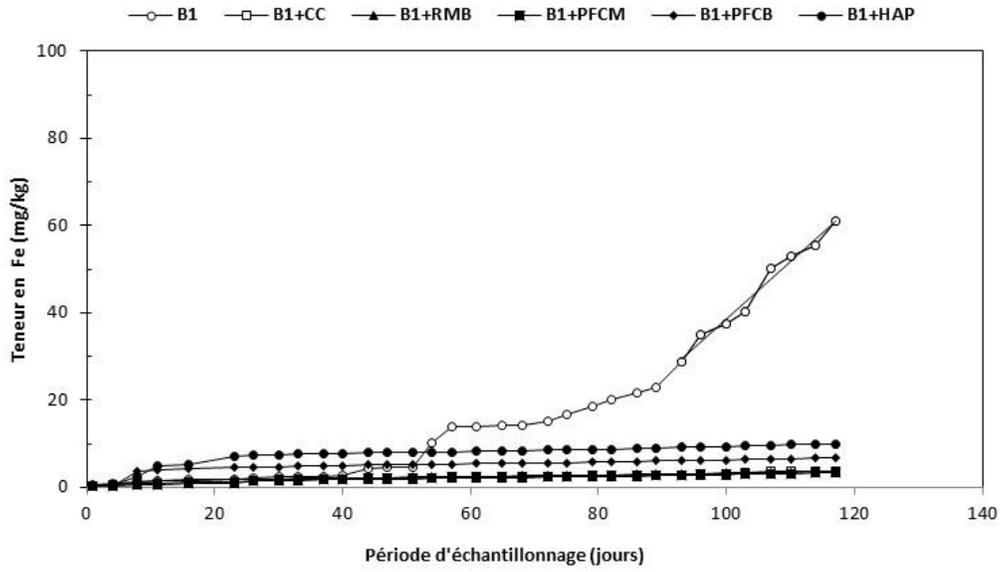


a.

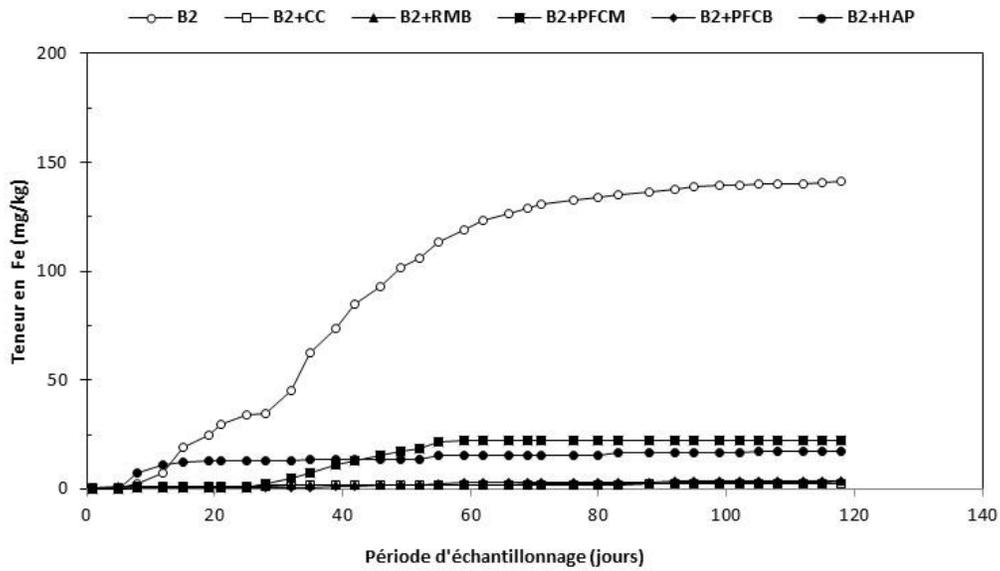


b.

Figure 27 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

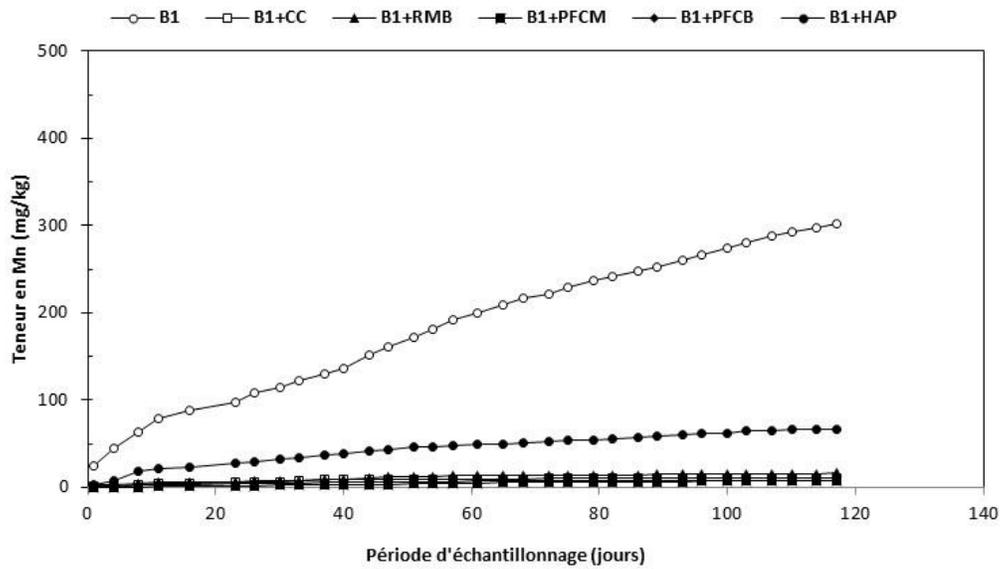


a.

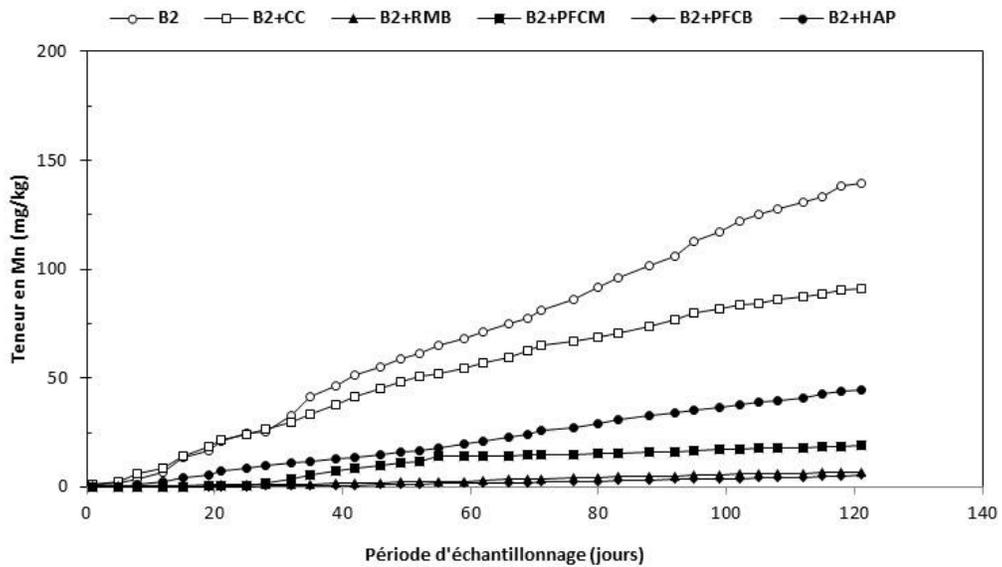


b.

Figure 28 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

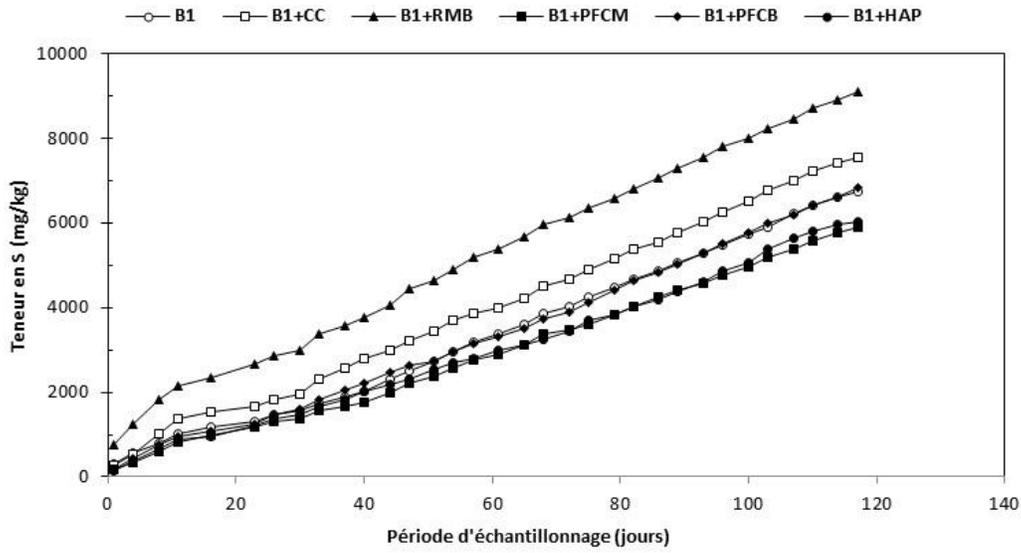


a.

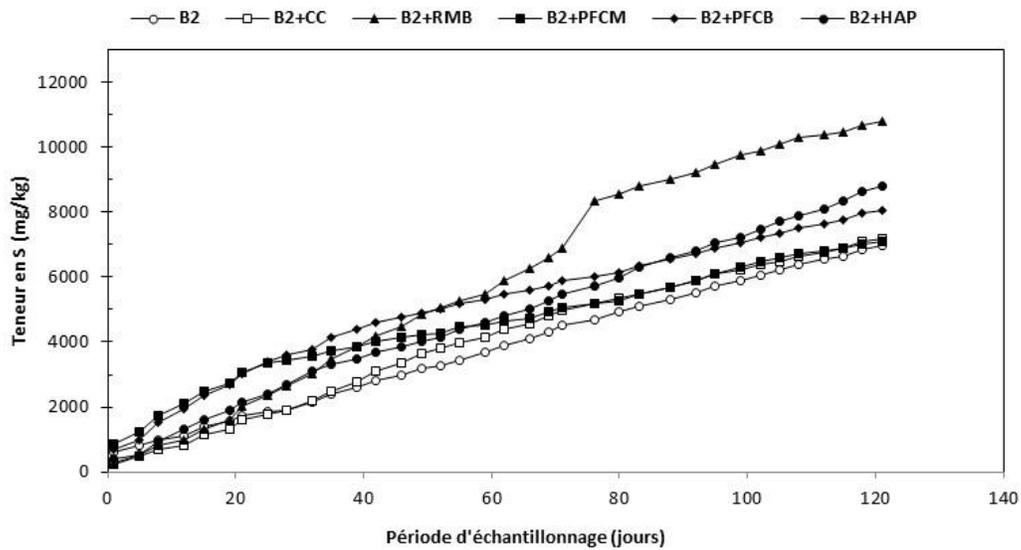


b.

Figure 29 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

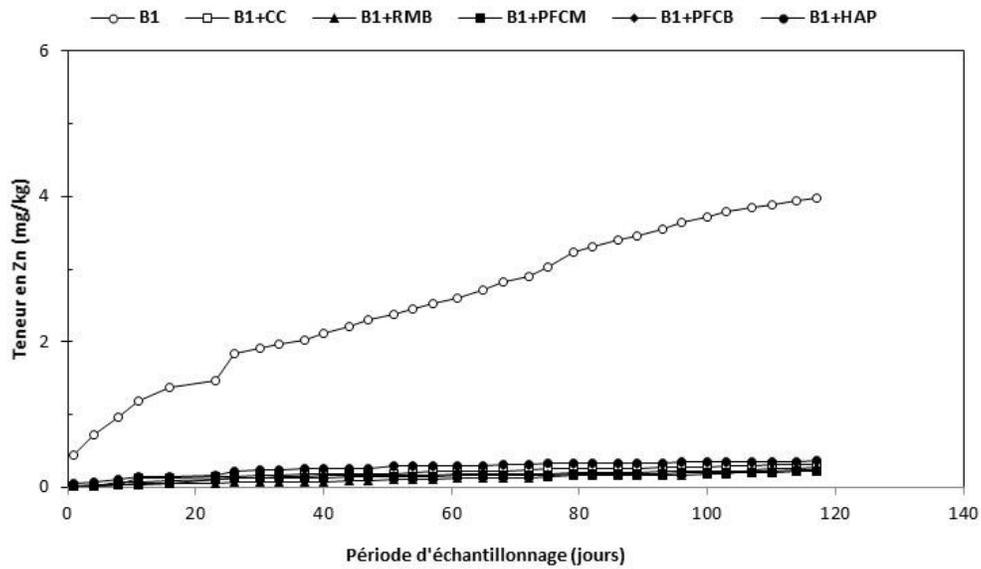


a.

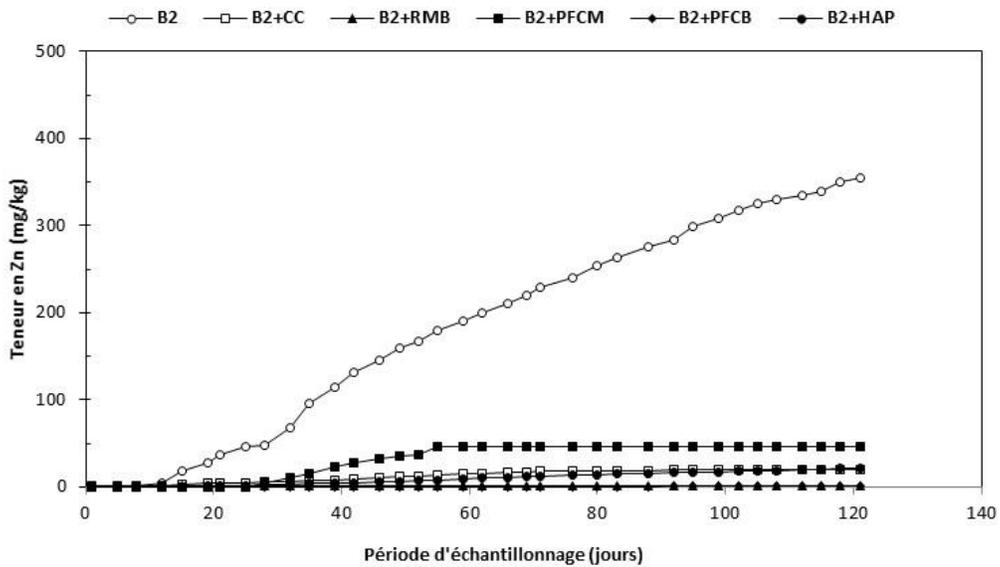


b.

Figure 30 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)



a.



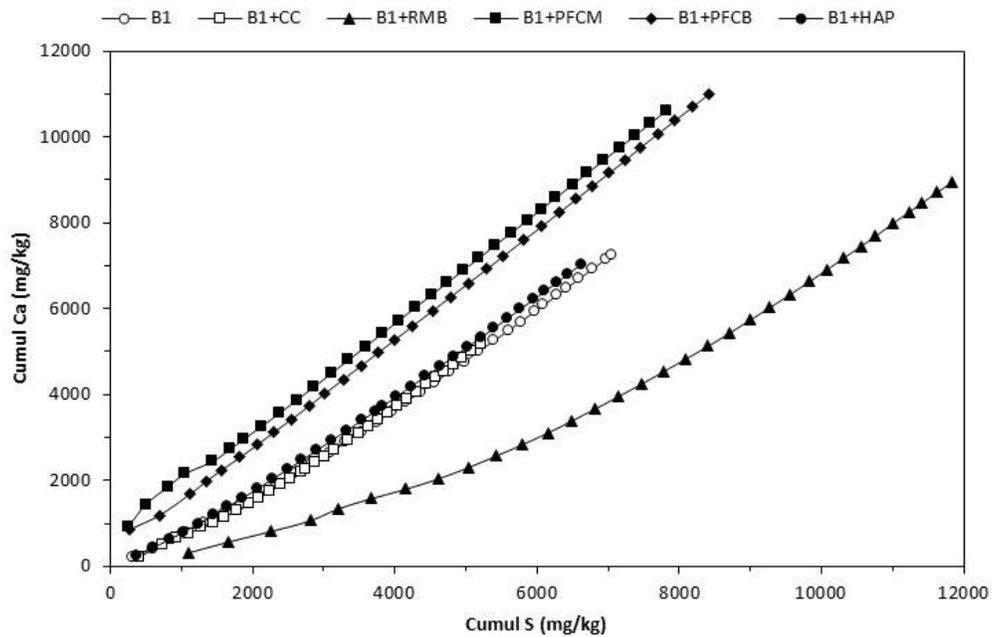
b.

Figure 31 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

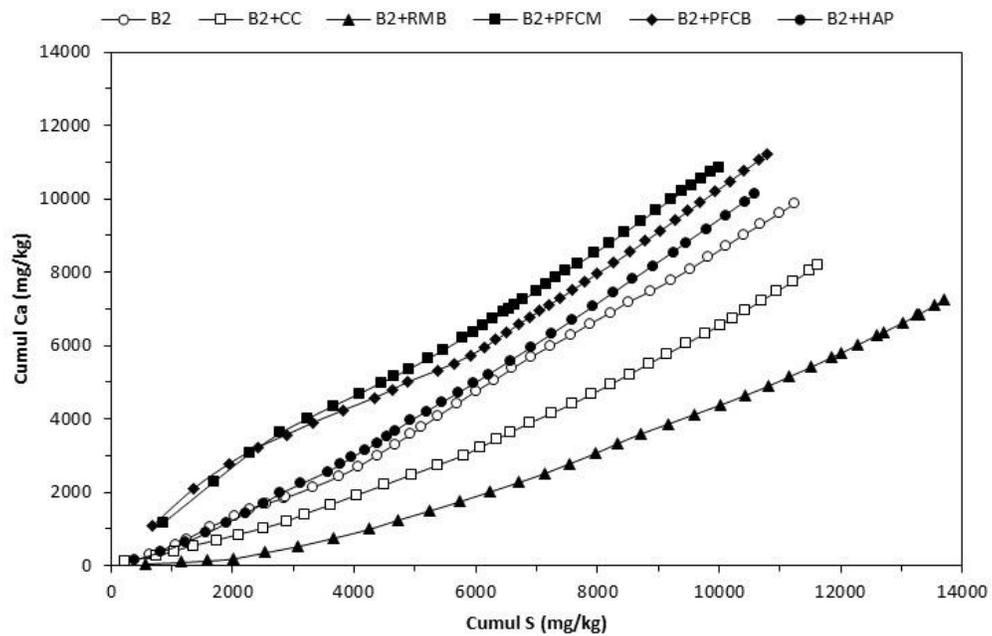
Selon les valeurs présentées au [Tableau 30](#), le Ca et le S possèdent les taux de libération les plus élevés. L'évolution des concentrations en Ca et en S dans le lixiviats semblent étroitement liée à des réactions d'oxydation-neutralisation (Benzaazoua *et al.*, 2001 et 2004). En effet, la [Figure 32](#), qui représente l'évolution des concentrations cumulées en Ca en fonction de celles en S, montre des corrélations linéaires avec des pentes proches de 1 pour la plupart des mélanges testés y compris sans amendement. En outre, les pentes des droites obtenues pour les mélanges constitués de RMB (et de CC pour le B2) sont plus faibles; l'ajout de RMB conduit à une libération du S (sous forme sulfate) plus importante. Ce phénomène a également été observé par Paradis *et al.* (2006). Pour les autres éléments (Al, Fe, Mn et Zn), les taux de libération sont nettement plus faibles. Toutefois, dans le cadre des mélanges constitués de matériaux post-démantèlement provenant du biofiltre B2, les taux de libération sont relativement plus élevés, probablement en raison de la quantité plus importante de métaux retenus lors du traitement du DMA et de sa granulométrie plus grossière et plus étalée. Il est également intéressant de constater que les taux de libération pour le Fe et le Mn des mélanges sans amendement sont aussi plus élevés mais que l'ajout d'amendement ne semble pas particulièrement affecter ceux du Ca et du S.

Tableau 29 Taux de libération des principaux éléments et coefficients de détermination

	Taux de libération (mg/kg/j)											
	Al	R ²	Ca	R ²	Fe	R ²	Mn	R ²	S	R ²	Zn	R ²
B1	9,5E-03	0,997	7,1E+01	0,999	1,3E+00	0,986	1,8E+00	0,998	2,0E+02	0,997	2,6E-02	0,990
B1+CC	1,5E-03	0,994	7,3E+01	0,997	2,6E-02	0,924	3,1E-03	0,962	6,3E+01	0,999	1,8E-03	0,988
B1+RMB	2,6E-02	0,996	7,0E+01	0,998	2,0E-02	0,996	4,8E-02	0,985	6,8E+01	0,998	2,2E-03	0,906
B1+PFCM	1,7E-02	0,997	6,9E+01	0,999	1,8E-02	0,995	2,4E-02	0,934	5,3E+01	0,999	1,1E-03	0,998
B1+PFCB	2,1E-02	0,998	7,9E+01	0,997	2,3E-02	0,983	9,3E-03	0,872	6,1E+01	0,997	1,1E-03	0,991
B1+HYA	6,7E-03	0,977	6,2E+01	0,990	2,8E-02	0,980	3,5E-01	0,987	5,4E+01	0,993	8,0E-03	0,985
B2	5,7E-02	0,846	5,3E+01	0,997	5,9E-01	0,790	1,2E+00	0,996	5,4E+01	0,998	2,8E-02	0,994
B2+CC	7,2E-03	0,995	4,6E+01	0,994	1,3E-02	0,983	6,3E-01	0,992	5,1E+01	0,993	1,2E-01	0,843
B2+RMB	1,3E-02	0,996	5,2E+01	0,996	2,4E-02	0,993	6,7E-02	0,994	9,0E+01	0,965	1,3E-02	0,994
B2+PFCM	1,7E-02	0,641	4,6E+01	0,991	6,8E-02	0,455	1,0E-01	0,910	4,2E+01	0,993	1,4E-01	0,448
B2+PFCB	7,7E-03	0,998	5,0E+01	0,998	2,6E-02	0,812	5,5E-02	0,993	4,4E+01	0,999	1,1E-02	0,957
B2+HYA	5,8E-03	0,988	7,1E+01	0,997	4,8E-02	0,884	4,1E-01	0,998	6,6E+01	0,999	2,1E-01	0,991



a.



b.

Figure 32 Évolution de la concentration cumulée en Ca en fonction de celle en S des lixiviats des MCA constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

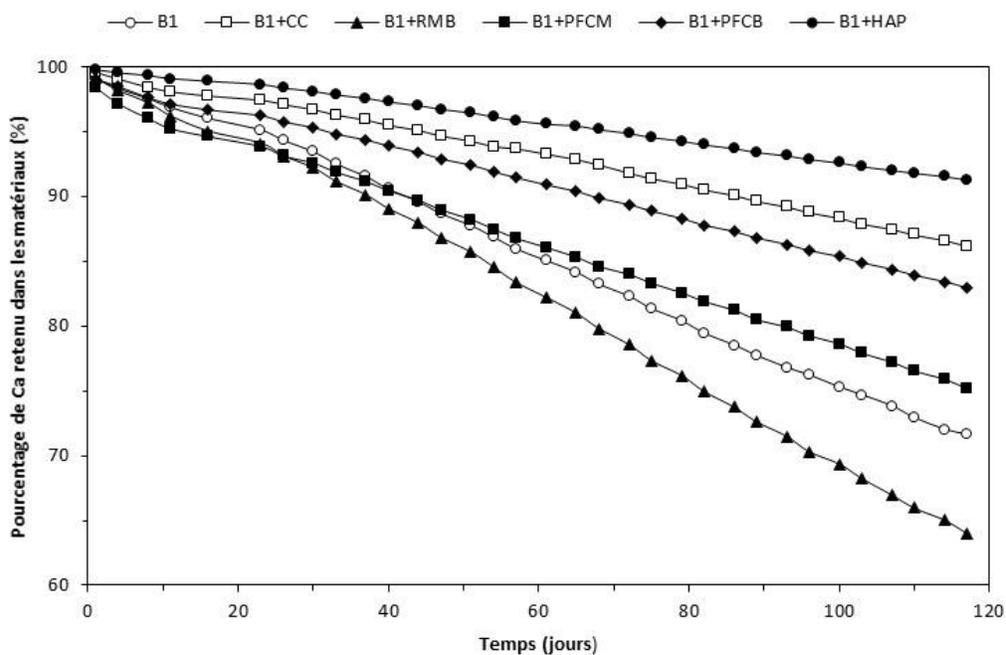
Le [Tableau 31](#) présente les pourcentages de métaux retenus dans les différents mélanges testés, à la fin des essais. Tel que mentionné précédemment, la plupart des éléments constituant les différents mélanges testés (y compris sans amendement) possèdent des taux de libération relativement faibles, ce qui est concordant avec les pourcentages élevés de métaux (> 95%) retenus dans la majorité des biofiltres et permet de confirmer l'assez bonne stabilité des métaux précipités lors du traitement du DMA. Toutefois, il est à noter que sans amendement, la libération du Mn est importante (entre 30 et 40% de Mn retenu), ce qui indique que les amendements peuvent s'avérer assez efficaces pour neutraliser l'acidité produite et stabiliser certains métaux. En ce qui concerne les mélanges issus du biofiltre B2 et avec des taux de rétention plus faibles que ceux obtenus en présence d'amendement, la mobilité du Cu et du Ni semble également être favorisée par les conditions du milieu (pH légèrement acide et valeurs de Eh élevées).

Tableau 30 Taux de rétention des éléments (en %) dans les différents mélanges testés à la fin des essais en MCA

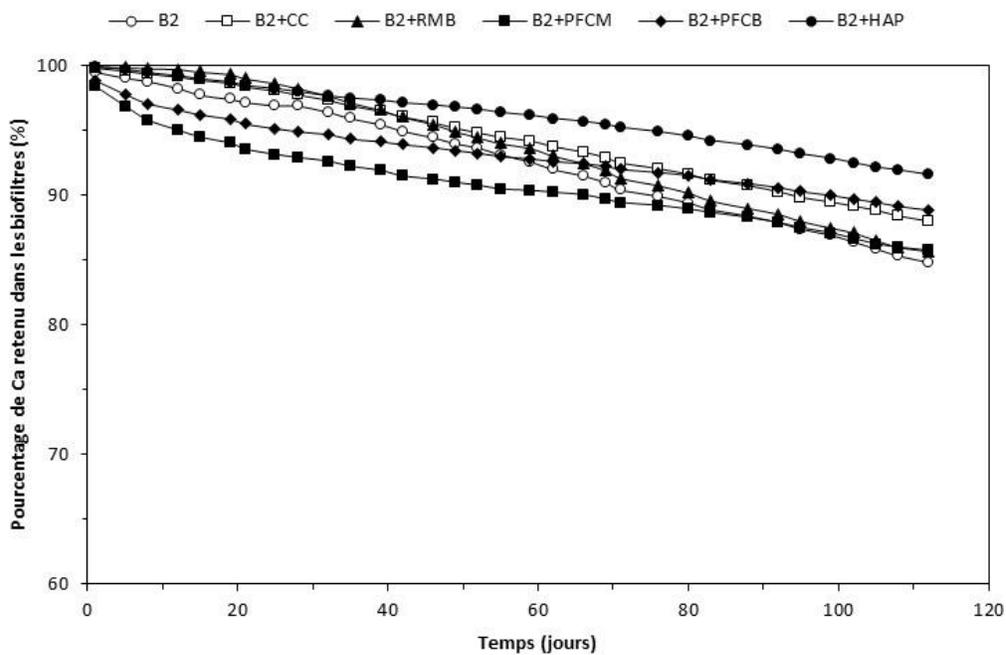
	Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn
B1	100,0	71,6	99,0	99,6	99,7	99,9	33,9	98,8	99,8	98,5	56,9	98,6
B1+CC	100,0	86,2	98,6	99,9	99,6	100,0	99,4	99,1	99,9	98,3	60,4	99,9
B1+RMB	100,0	64,0	99,8	99,9	98,9	100,0	93,4	99,1	99,7	97,4	10,8	99,8
B1+PFCM	100,0	75,2	99,9	99,4	98,2	100,0	97,1	95,0	99,6	98,3	49,7	99,9
B1+PFCB	100,0	82,9	99,9	99,4	98,7	100,0	97,0	95,9	99,6	97,8	47,9	99,9
B1+HAP	100,0	91,3	99,6	99,5	99,1	100,0	77,1	96,7	99,9	98,1	53,0	99,8
B2	99,9	83,3	n.a	99,8	87,2	99,5	39,7	73,1	99,9	96,8	44,4	n.a.
B2+CC	100,0	86,8	96,5	99,7	98,9	100,0	88,0	95,9	99,9	95,9	26,8	97,5
B2+RMB	100,0	84,4	97,0	99,8	98,4	100,0	97,1	99,4	99,8	96,7	8,0	n.a.
B2+PFCM	99,9	85,0	98,2	99,9	96,6	99,9	97,3	95,8	99,9	98,3	46,9	n.a.
B2+PFCB	100,0	88,0	98,7	100,0	97,6	100,0	97,9	99,2	99,8	98,7	44,5	n.a.
B2+HAP	100,0	90,7	94,8	100,0	99,2	99,9	84,4	78,4	99,7	98,2	38,5	n.a.

En définitive, indépendamment du Ca et du S, la mobilité de certains éléments semble quand bien même être contrôlée par l'ajout d'amendement. Cependant, en fonction des conditions physico-chimiques (pH, Eh) des milieux et du type d'amendement (CC, HAP), les résultats montrent que la rétention de certains métaux (e.g., Mn, Ni) peut également être affectée.

Concernant les déplétions du Ca et du S, les résultats présentés aux [Figures 33](#) et [34](#) confirment bien que les réactions d'oxydation (évolution des teneurs en S) et de neutralisation (évolution des teneurs en Ca) sont importantes pour tous les mélanges testés. Pour les mélanges à base de B1, l'épuisement du Ca est comprise entre 15 et 40% alors que pour ceux à base de B2 elle ne dépasse pas 15%. Pour rappel, les concentrations initiales en Ca pour les mélanges à base de B2 ou comprenant du HAP sont plus élevées, ce qui justifie des déplétions plus faibles. Concernant l'épuisement du S et indépendamment des mélanges constitués de RMB, la déplétion est de l'ordre de 40 à 50% pour les mélanges à base de B1 et légèrement plus élevée pour ceux à base de B2 (entre 50 et 70%). Bien que les concentrations en S dans les mélanges constitués de RMB soient plus faibles, l'épuisement du S dans les différents mélanges est de l'ordre de 90%, ce qui tend à confirmer que l'ajout de RMB favorise la libération de sulfates.

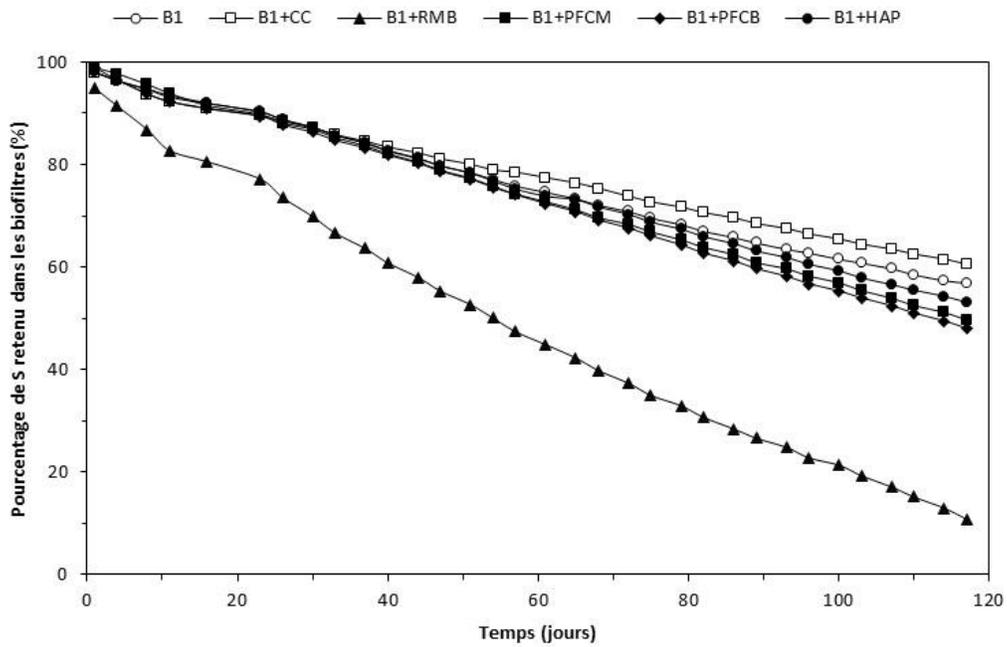


a.

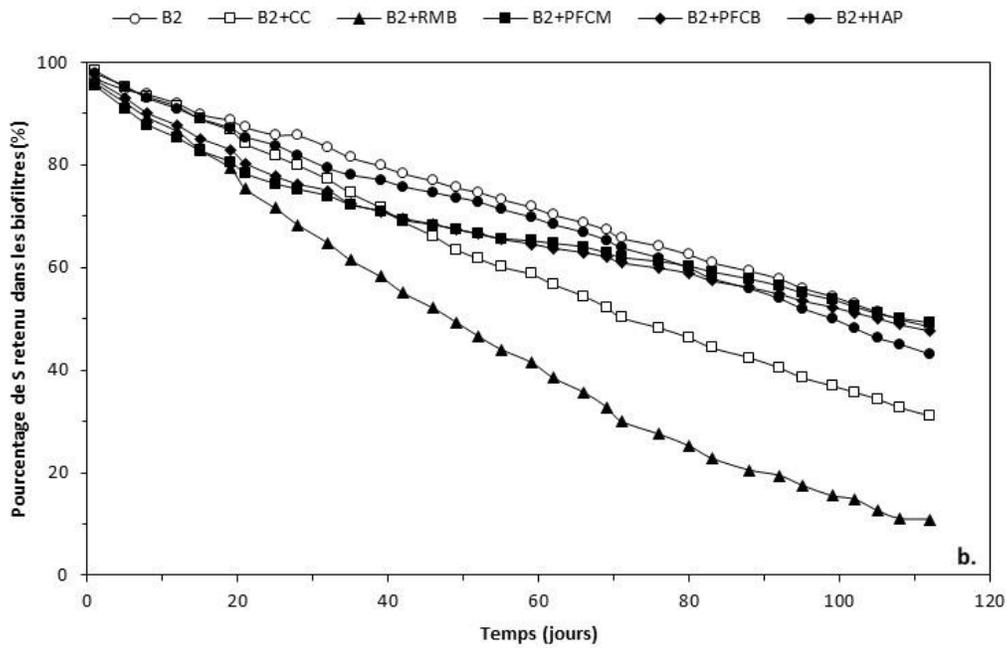


b.

Figure 33 Déplétion du Ca des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)



a.



b.

b.

Figure 34 Déplétion du S des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b)

En résumé, le suivi des paramètres physico-chimiques et géochimiques des lixiviats issus des 12 mélanges testés en MCA (avec et sans amendement) permet de tirer plusieurs conclusions. Dans un premier temps, les mélanges à base de biofiltres B1 et B2 (sans amendement), génèrent de l'acidité et des sulfates provenant de l'oxydation de sulfures précipités lors du traitement du DMA. Les valeurs de pH des lixiviats ne sont pas en conformité avec la D019 ($\text{pH} < 6$) et les valeurs des potentiels redox décrivent des milieux oxydants. Par conséquent, ces milieux favorisent l'oxydation des sulfures métalliques mais sont également susceptibles de favoriser la remobilisation des métaux retenus sur les biofiltres lors du traitement du DMA. En l'absence d'amendement, les biofiltres post-démantèlement libèrent du Mn et ne respectent pas les exigences de la D019 pour le Cu, le Fe, le Ni, et le Zn. Il est important de rappeler qu'une part importante de la plupart de ces métaux est associée aux phases réductibles ([Section 3.1.3.1](#)). Toutefois, l'ajout d'amendement (plus particulièrement de RMB) peut permettre de neutraliser l'acidité générée par les réactions d'oxydation et de limiter la solubilité des métaux en respectant toutes les exigences de la D019 (e.g., Deschamps *et al.*, 2006; Paradis *et al.*, 2006).

Dans un second temps, les concentrations cumulées, les faibles taux de libération ainsi que la déplétion du Ca et du S mesurés pour tous les mélanges testés (y compris sans amendement) confirment la présence de réactions d'oxydation des sulfures précipités et de neutralisation de l'acidité générée mais également une assez bonne stabilité des métaux retenus sur les biofiltres post-démantèlement. Cependant, les mélanges à base de biofiltres B1 et B2 ont des comportements différents. Ceux à base de B2 génèrent plus d'acidité et ont tendance à libérer (mobiliser) plus de métaux (e.g., Ni et Zn principalement associés aux phases solubles). Pour les mélanges sans amendement, l'oxydation des sulfures génère de l'acidité, ce qui augmente notamment la solubilité du Mn et du Fe (i.e., dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn) et favorise la libération des métaux retenus. En présence d'amendement, l'acidité est neutralisée, ce qui permet ainsi de contrôler la solubilité des métaux. Cependant, pour les mélanges à base de biofiltre B1 et B2, l'ajout de HAP ne permet pas d'augmenter suffisamment les valeurs de pH pour limiter la libération du Mn (et du Ni pour B2); l'ajout de CC au B2 ne permet non plus de limiter la libération du Mn. Bien que l'ajout de poussières de four à chaux (PFCB ou

PFCM) avec un potentiel de neutralisation plus élevé permette d'atteindre des pH supérieurs à la neutralité, et donc de limiter la libération du Fe et du Mn, il ne permet pas de respecter les exigences de la D019 concernant le Ni. En effet, pour ces valeurs de pH, la solubilité du Ni est connue pour être relativement plus importante (Plante, 2010). En définitive et dans ces conditions, même si cela favorise la libération du S (sous forme sulfates), seul l'ajout de RMB permettrait de contrôler l'acidité générée des deux biofiltres et la solubilité des métaux en respectant les exigences de la D019; les CC permettraient uniquement de stabiliser le biofiltre B1.

3.2.2.3 Évolution des BSR, des BHAT et des BSO

Les BSR, les BHAT et les BSO ont été dénombrées tous les deux mois dans les lixiviats récupérés lors des essais en MCA. Les résultats obtenus, présentés au [Tableau 32](#), démontrent la diminution importante des BSR dans les lixiviats provenant des MCA composées des matériaux post-démantèlement (B1 et B2) avec et sans amendement. Il est à noter qu'aucune BSR n'a été détectée pour la plupart des lixiviats récupérés à la fin des essais, sauf pour les MCA composées du biofiltre B1 avec RMB et PFC (entre $3,45 \times 10^1$ et $8,16 \times 10^1$ UFC/100 mL). Bien que les BSR soient des bactéries strictement anaérobies, leur persistance à la fin des essais en MCA peut s'expliquer par la capacité de leurs systèmes enzymatiques à réduire l'oxygène et à éliminer ses formes réactives (e.g., H_2O_2). En effet, de nombreux travaux antérieurs ont démontré la capacité de certaines BSR, en particulier les *Desulfovibrio*, à survivre en conditions oxiques pendant plusieurs jours à l'aide des enzymes telles que la Rubredoxine oxydoréductase et la catalase qui sont impliquées respectivement dans la réduction de l'oxygène et la dégradation des métabolites cytotoxiques de l'oxygène (e.g., H_2O_2) (Dolla et Fournier, 2006; Chamkh, 2011; Fejrioui, 2014). En outre, la granulométrie plus fine du biofiltre B1 comparée au B2 ainsi que la granulométrie relativement fine des amendements alcalins (RMB et PFC) ont pu contribuer au maintien des BSR jusqu'à la fin de l'essai. Leur maintien peut aussi être attribué à l'aptitude des BSR à former des microniches anoxiques grâce à leur rejet d' H_2S (Trolez, 1995). En effet, les microniches peuvent s'agréger entre elles et permettre de réduire, voire d'empêcher, l'accès de l'oxygène à l'intérieur des agrégats.

Tableau 31 Évolution de la densité des BSR présentes dans les lixiviats récupérés des MCA

Jours	B	B + CC	B + RMB	B + PFCM	B + PFCB	B + HAP
36	1,051E+03	1,292E+03	1,077E+05	1,071E+05	2,239E+05	1,049E+05
B1	86	1,413E+02	1,500E+02	2,288E+02	1,821E+03	3,261E+02
	121	0,000E+00	0,000E+00	8,160E+01	3,914E+01	3,454E+01
1	1,19E+06	8,91E+05	8,32E+05	1,07E+06	1,89E+06	1,01E+06
B2	46	1,59E+03	2,12E+03	1,847E+03	1,09E+03	1,85E+03
	121	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00

D'après le [Tableau 33](#), une présence de BHAT a été notée dans les lixiviats provenant des MCA composées du biofiltre B1 avec ou sans amendement au bout d'un mois environ (entre $9,20 \times 10^0$ et $1,09 \times 10^2$ UFC/100 mL). En outre, une densité variant entre $1,80 \times 10^0$ et $4,65 \times 10^1$ UFC/100 mL de BHAT a été dénombrée dans les lixiviats provenant des MCA composées du biofiltre B2 seul ou avec amendement (CC et PFC). À la fin des essais en MCA, une absence totale de BHAT a été constatée dans l'ensemble des lixiviats à l'exception de ceux provenant des MCA composées du B2 seul ou avec CC. Sachant que le pH optimal pour le développement des BHAT se situe entre 2,6 et 6,0 (Guay et Silver, 1975), les pH (égaux ou inférieurs à 6,0) des lixiviats provenant des MCA composées du B2 et du B2+CC pourraient contribuer au maintien de la population des BHAT jusqu'à la fin de l'essai. Il est important de rappeler que les BHAT sont en grande majorité des chimioorganotrophes strictes qui puisent leur énergie des composés organiques tout en générant des acides organiques qui vont contribuer à la baisse du pH (Harrison, 1984; Pronk et Johnson, 1992). L'épuisement des sources de carbone, utilisées également par les BSR, pourrait aussi expliquer la chute voire la disparition des BHAT à la fin des essais en MCA.

Il est à signaler qu'aucune BSO n'a été détectée et ce, dans l'ensemble des lixiviats récupérés des MCA.

Tableau 32 Évolution de la densité des BHAT présentes dans les lixiviats récupérés des MCA

	Jours	B	B + CC	B + RMB	B + PFCM	B + PFCB	B + HAP
B1	37	1,12E+01	5,15E+01	8,50E+01	1,75E+01	9,20E+00	1,09E+02
	103	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
B2	33	1,33E+01	8,00E+00	0,00E+00	1,80E+00	4,65E+01	0,00E+00
	121	3,30E+01	3,10E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00

3.2.3 Caractérisation des différents biofiltres amendés ou non à la fin des essais MCA

À la fin des essais en MCA, des échantillons des matériaux finaux ont été prélevés afin de mesurer leur pH, Eh et d'énumérer leur concentration en BSR, en BHAT et en BSO à l'aide de la méthode du NPP décrite au [Chapitre 2](#).

Le [Tableau 34](#) présente les résultats des mesures de pH, de Eh et les décomptes microbiens (BSR, BHAT et BSO). Selon les résultats obtenus, les mélanges issus des essais en MCA composés du biofiltre B1 avec ou sans amendement présentent un pH qui varie entre 5,95 pour le biofiltre seul et 7,60 pour le mélange du biofiltre B1 avec PFCB. Les mélanges issus des essais en MCA composés du biofiltre B2 seul ou amendé, présentent quant à eux, des mesures de pH légèrement moins importantes que celles obtenues à partir des mélanges composés du biofiltre B1. Ces mesures de pH oscillent entre 5,35 pour le biofiltre B2 seul et 7,30 pour le mélange du biofiltre B2 avec PFCB. Concernant les mesures de Eh, une augmentation considérable a été observée pour l'ensemble des mélanges testés, que ce soit à base du biofiltre B1 ou du B2. Les mesures de Eh pré- et post-démantèlent des essais en MCA sont passées de -69 et -60 mV à 260 et 400 mV pour les biofiltres B1 et B2, respectivement.

Sur le plan microbiologique, l'énumération des BSR, des BHAT et des BSO dans les mélanges post-démantèlement est illustrée au [Tableau 34](#). De façon générale, les concentrations en BSR sont comprises entre $2,27 \times 10^2$ et $1,46 \times 10^3$ UFC/g et entre $6,41 \times 10^0$ et $3,01 \times 10^1$ UFC/g dans les mélanges post-démantèlement à base du biofiltre B1 et B2, respectivement. La différence entre la concentration initiale et la concentration finale des BSR dans les biofiltres seuls, est non négligeable. Le nombre des BSR est passé de $1,17 \times 10^5$ et de $5,27 \times 10^7$ UFC/g à $6,41 \times 10^2$ UFC/g

et $6,41 \times 10^0$ UFC/g à la fin de l'essai en MCA pour les biofiltres B1 et B2, respectivement. Ceci représente une diminution supérieure à 99%. En contrepartie, une apparition des BHAT a été constatée. Le nombre de BHAT est compris entre $2,94 \times 10^3$ et $2,58 \times 10^4$ et entre $0,00 \times 10^0$ et $2,14 \times 10^3$ UFC/g dans les mélanges post-démantèlement à base du biofiltre B1 et B2, respectivement. Contrairement aux BSR, les concentrations les plus élevées en BHAT ont été calculées dans les mélanges post-démantèlement à base du biofiltre B1 et B2 seuls, là où les mesures de pH sont les plus faibles (pH de 5,95 et 5,35 dans les biofiltres, post-démantèlement, B1 et B2 respectivement). Les résultats obtenus pour les BSR pourraient être attribués : i) à la diminution voire à l'épuisement des sources de carbone facilement utilisables suite à la succession des cycles de lavage, ii) à la compétition sur la matière organique entre les BSR et les BHAT, iii) à l'augmentation des conditions oxydantes ($278 \text{ mV} < E_h < 400 \text{ mV}$) ainsi qu' iv) à la baisse du pH notamment dans les mélanges post-démantèlement sans amendement. Il est à signaler que la matière organique est un facteur limitant de l'activité des BSR (Lefticariu *et al.*, 2015). De plus, ces dernières tolèrent difficilement les conditions oxydantes et les pH acides (pH < 5,5) (Dolla et Fournier, 2006; Chamkh, 2011; Fejrioui, 2014; MEND 1999; Lefticariu *et al.*, 2015; Illori *et al.*, 1999). À l'inverse, la baisse du pH et l'augmentation des valeurs du potentiel d'oxydo-réduction semblent favoriser l'apparition et le développement des BHAT, ce qui est en accord avec les résultats obtenus dans de nombreuses études antérieures (e.g., Johnson et Hallberg, 2003; Harisson, 1984; Gamache *et al.*, 2001; Guay et Silver, 1975; Paiment *et al.*, 2001). En effet, ces études démontrent l'augmentation des populations des BHAT suite à la baisse du pH et à l'augmentation des conditions oxydantes.

Bien qu'au départ la présence des BSR est plus notable dans les matériaux constitués du B2, la caractérisation des matériaux à la fin des essais en MCA démontre que les concentrations les plus élevées en BSR sont mesurées dans les mélanges constitués de B1. Ces derniers contiennent également les concentrations les plus importantes en BHAT. Ces résultats pourraient s'expliquer par la disponibilité et la nature des composés organiques utilisés dans chaque biofiltre. En effet, la composition du mélange réactif du B1 contient plusieurs sources de matière organique facilement biodégradables (compost, fumier, boues papetières) tandis que le mélange réactif utilisé dans le bioréacteur B2 n'en contient qu'une seule (fumier). En outre, la granulométrie

grossière des mélanges à base de biofiltre B2 fait en sorte que leur matière organique soit plus facilement dissoute et lixiviable comparée à celle contenue dans les mélanges à base du biofiltre B1. Ceci porte à croire que les mélanges faits à base de biofiltre B2 s'appauvrissent plus rapidement en matière organique nécessaire à la croissance des BSR et des BHAT. Il est également important de signaler que la granulométrie grossière des mélanges à base de biofiltre B2 augmente également le potentiel d'oxydoréduction. En effet, leurs valeurs de Eh sont supérieures ($297 < Eh < 400$ mV) à celles mesurées au niveau des mélanges à base de biofiltre B1 ($278 < Eh < 308$), ce qui pourrait aussi contribuer à la réduction notable des BSR, voire même à leur disparition dans les mélanges à base de B2. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par de nombreux travaux qui ont mis en évidence la dépendance des BSR aux composés organiques et leur difficulté à tolérer des conditions oxydantes et des pH acides (Dolla et Fournier, 2006; Chamkh, 2011; Fejrioui, 2014; MEND 1999; Lefticariu *et al.*, 2015; Illori *et al.*, 1999).

L'ajout des différents amendements ne semble pas avoir un effet important sur les mélanges à base du biofiltre B1. Toutefois, le nombre de BSR calculé dans les mélanges constitués du biofiltre B2 avec amendement est supérieure à celui mesuré dans le biofiltre seul. Contrairement aux BSR, le nombre des BHAT dans le biofiltre B2 seul est beaucoup plus important que celui calculé dans les mélanges amendés. En effet, le biofiltre seul présente les mesures de pH les plus faibles et les valeurs de Eh les plus élevées.

Il est à signaler qu'aucune BSO n'a été détectée dans les matériaux post-démantèlement.

Tableau 33 Caractérisation des MCA à la fin des essais

Paramètres analysés	B	B + CC	B + RMB	B + PFCM	B + PFCB	B + HAP
pH	5,95	7,30	7,35	7,50	7,60	6,10
Eh (mV)	278	307	308	299	301	289
B1 BSR (UFC/g)	6,49E+02	2,27E+02	5,06E+02	8,16E+02	8,91E+02	1,46E+03
BHAT (UFC/g)	2,58E+04	2,31E+04	2,46E+04	9,68E+03	2,94E+03	1,91E+04
BSO (UFC/g)	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
pH	5,35	6,15	7,10	7,05	7,30	6,45
Eh (mV)	400	341	303	306	297	349
B2 BSR (UFC/g)	6,41E+00	1,76E+01	3,01E+01	8,99E+00	1,62E+01	1,01E+01
BHAT (UFC/g)	2,14E+03	1,11E+01	8,77E+01	3,27E+00	2,12E+01	0,00E+00
BSO (UFC/g)	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00

3.2.4 Synthèse des essais en MCA

Douze essais en MCA en duplicata ont été réalisés afin d'évaluer la capacité de cinq amendements (CC, RMB, PFCM, PFCB et HAP) à stabiliser deux biofiltres (B1 et B2) utilisés pour le traitement de DMA ferrifères typiques de la région de l'Abitibi-Témiscamingue.

En l'absence d'amendement, même si une certaine stabilité des métaux retenus dans les deux biofiltres post-démantèlement est confirmée, les essais en MCA démontrent qu'ils sont bien générateurs d'acide. En effet, des réactions d'oxydation des sulfures métalliques, précipités lors du traitement du DMA, ont généré de l'acidité (i.e., diminution du pH) et ont favorisé la libération de métaux (e.g., Fe, Mn, Ni, Zn) et de sulfates dans l'environnement ainsi que la croissance des BHAT. En outre, l'évolution des concentrations cumulées en Ca en fonction de celles en S ont confirmé la présence de réactions d'oxydation de sulfures mais également de neutralisation de l'acidité générée. En effet, de nombreux travaux antérieurs ont montré que l'oxydation des sulfures génère une augmentation de l'acidité via la libération des ions H⁺, ce qui entraîne une diminution de pH. Ils ont aussi démontré que la « consommation » de carbonates, exprimée par le relâchement des ions Ca²⁺, se fait en réponse à la production de cette acidité (e.g., Melanson, 2006; Plante, 2010; Villeneuve, 2004). Bien que des réactions de neutralisation interviennent via la dissolution de carbonates de calcium résiduels, en l'absence d'amendement,

elles sont globalement insuffisantes pour neutraliser la totalité de l'acidité générée et ne permettent pas de contrôler la solubilité du Fe et du Mn ainsi que la mobilité des métaux retenus. Ceci pourrait être attribué à l'épuisement des agents neutralisant, voire à un temps de contact entre le mélange et la solution de lixiviation trop court pour permettre une neutralisation totale de l'acidité (Genty *et al.*, 2018). Quoiqu'il en soit, les faibles réactions de neutralisation ont créé des conditions physico-chimiques qui sont à l'origine d'une dissolution des oxydes et des hydroxydes de Fe et de Mn. Les résultats obtenus par les essais en MCA s'accordent bien avec ceux obtenus lors des essais statiques qui ont permis de classer les biofiltres contaminés (B1 et B2) comme générateurs de DMA (voir [Section 3.2.1](#)). Indépendamment des concentrations importantes en Mn, la plupart des exigences de la D019 ne sont pas respectées pour les deux biofiltres étudiés dans ces conditions.

En présence d'amendement, l'acidité générée par les deux biofiltres lors des réactions d'oxydation des sulfures est neutralisée dans la majorité des cas mais la densité des BHAT augmente quand même (plus faiblement que pour les essais réalisés sans amendement) et celle des BSR diminue. Pour le biofiltre B1, l'utilisation des HAP ne permet pas de neutraliser suffisamment l'acidité pour limiter la dissolution des oxydes et des hydroxydes de Fe et de Mn ainsi que la mobilisation des métaux retenus. Il est à signaler que le pH, la qualité de la source ainsi que le temps de mise en contact correspondent aux principaux paramètres pouvant influencer l'efficacité des phosphates à stabiliser les métaux (Kribi, 2005; Wright *et al.*, 2004). En effet, les HAP font partie des phosphates les moins solubles. Dans le cas présent, il aurait fallu un temps de contact supérieur et un pH initial plus faible pour envisager une meilleure stabilisation des biofiltres (Kribi, 2005; Ma, 1994; Marchat, 2005). À l'inverse, l'alcalinité et le plus fort potentiel de neutralisation des poussières de four à chaux (PFCM et PFCB) permettent d'atteindre des valeurs de pH supérieures à la neutralité. Ces résultats correspondent assez bien à ceux obtenus par des études antérieures (e.g., Collins et Emery, 1983). Cette augmentation du pH pourrait ainsi expliquer le relargage du Ni observé. En effet, les travaux de Plante (2010) ont démontré que des pH supérieurs à la neutralité (voire alcalins) favoriseraient la libération du Ni dans l'environnement. Seuls les CC et les RMB ont permis de stabiliser les métaux retenus par le biofiltre B1 post-démantèlement. Bien qu'à la connaissance de l'auteur, l'utilisation de ces

amendements n'a jamais été étudié pour stabiliser des biofiltres après utilisation, plusieurs études ont démontré leur efficacité à neutraliser le DMA (Doye, 2005; Genty *et al.*, 2012a; Hébert et Breton 2008; Heviánková *et al.*, 2014; Kaur *et al.*, 2018; Paradis *et al.*, 2006; Pérez-Lopez *et al.*, 2007). Cependant, il est important de signaler que la capacité des CC à retenir les métaux diminue quand les conditions physico-chimiques sont moins appropriées (Pérez-Lopez *et al.*, 2007) et que les RMB ont tendance à libérer des concentrations en sulfates plus importantes (e.g., Paradis *et al.*, 2006). Pour le biofiltre B2, où les concentrations en métaux ont été doublées, triplées et quadruplées dans le DMA traité, seul les RMB permettent de respecter les exigences de la D019. En raison de leurs propriétés physiques et chimiques, les RMB permettent une meilleure rétention des métaux à des pH proches de la neutralité par co-précipitation et adsorption (e.g., Bertocchi *et al.*, 2006; Doye, 2005; Lamontagne, 2001; Liu *et al.*, 2011 ; Lombi *et al.*, 2002; McConchie *et al.*, 2002; Paradis, 2004; Phillips, 1998 ; Zhu *et al.*, 2011). Des pH proches de la neutralité favorisent généralement une adsorption maximale tout en diminuant la compétition des protons H⁺ avec les métaux sur les surfaces des groupes hydroxyles (e.g., Doye et Duchesne, 2003 ; Doye et Duchesne, 2005 ; Jönsson et Lövgren, 2000; Lucan-Bouché *et al.*, 1997). La capacité des RMB à augmenter et à maintenir un pH neutre tout au long des essais en MCA réside dans leurs teneurs importantes en hydroxydes de sodium (NaOH) qui est très soluble une fois en contact avec l'eau (Doye, 2005). Toutefois, la forte présence de Na traduit une salinité élevée qui pourrait être à l'origine de la forte libération des sulfates (Ben Ali *et al.*, 2019 ; Lewis, 2010 ; Sun *et al.*, 2009 ; Warrender et Pearce, 2007). Nonobstant, il est important de rappeler que contrairement à d'autres matériaux alcalins (e.g., la chaux), le pouvoir de neutralisation des RMB aurait tendance à diminuer graduellement dans le temps (Desjardins, 2007).

En définitive, l'ajout d'amendement et plus particulièrement de RMB peut permettre de stabiliser les métaux retenus par les biofiltres B1 et B2. Des essais cinétiques en colonnes sont nécessaires pour pouvoir évaluer à une échelle intermédiaire, à plus long terme et dans des conditions plus réalistes la capacité des amendements à stabiliser des biofiltres après utilisation.

3.3 Évaluation de différents scénarios de stockage des biofiltres après utilisation avec ou sans amendements alcalins à l'aide des essais cinétiques en colonnes

3.3.1 Description des scénarios et configuration des colonnes

Dans le cadre de ces essais, uniquement trois amendements ont été testés (CC, RMB et PFCB) ainsi que trois conditions d'entreposage (saturé, non saturé et immergé) et deux modes d'ajout des résidus alcalins (sous forme d'amendement et de recouvrement). Le [Tableau 35](#) ainsi que la [Figure 10](#) présentent les proportions d'amendement ajoutées ainsi que la description des différents scénarios sélectionnés et les configurations des colonnes (i.e., type d'amendement – CC, RMB, PFCB ou sans; type de biofiltre – B1 ou B2; condition d'entreposage – saturé, non saturé ou immergé). Pour rappel, les compositions chimiques initiales des mélanges testés en colonnes sont présentées dans le [Tableau 28](#).

Tableau 34 Description des vingt colonnes (C1 à C20) testées

Type de résidus alcalins	Biofiltre	Conditions d'entreposage		
		Saturées	Non saturées	Immergées
B	B1	C1	C5	C9
	B2	C10	C14	C18
B + CC (Amendement)	B1	C2	C6	-
	B2	C11	C15	-
B + RMB (Amendement)	B1	C3	C7	-
	B2	C12	C16	-
B + PFCB (Amendement)	B1	C4	C8	-
	B2	C13	C17	-
B + PFCB (Recouvrement)	B1	-	-	-
	B2	C19	C20	-

3.3.2 Comparaison des amendements en conditions saturées et non-saturées

3.3.2.1 Évolution des pH et Eh

Les [Figures 35](#) et [36](#) présentent les évolutions des valeurs de pH et Eh mesurées dans les lixiviats issus des colonnes constituées des biofiltres B1 (a.) et B2 (b.), avec ou sans amendement (voir [Section 3.3.1](#)), en conditions saturées et non-saturées, respectivement. Les lignes noires (pleines et pointillées) indiquent les exigences de la D019 au point de rejet d'un effluent final en termes de pH ($6,0 < \text{pH} < 9,5$).

En conditions saturées, les valeurs de pH sont relativement stables. Les valeurs les plus élevées (de l'ordre de 12 et par conséquent supérieures aux critères de la D019) ont été observées pour les lixiviats issus de la colonne C4, constituée de B1 et de PFCB, en raison d'un potentiel de neutralisation plus élevé des poussières de four à chaux comparativement aux autres amendements testés ([Section 3.2.2.1](#)). Pour la colonne constituée de B1 et de RMB (C3), les valeurs de pH sont comprises entre 8 et 10 alors que pour celle constituée de CC (C2), les valeurs de pH sont relativement proches de celles de la colonne sans amendement ($\text{pH} \approx 6$); les CC n'ont pas permis d'améliorer la capacité de neutralisation du biofiltre. Un comportement similaire est observé pour les colonnes constituées du biofiltre B2. Toutefois, pour la colonne constituée de B2 et de PFCB (C13), les valeurs de pH des lixiviats sont relativement plus faibles ($\text{pH} \approx 10$) sachant que les concentrations en métaux ont été doublées, triplées et quadruplées dans le DMA alimentant les systèmes de traitement et que la quantité de sulfures métalliques présumée dans les biofiltres post-traitement est plus importante. Il est également à noter que, comme pour les colonnes constituées de B2 et de RMB (C12), les valeurs de pH diminuent progressivement pour se stabiliser après 250 jours à des valeurs autour de 6. Les quantités d'amendement ajoutées sont probablement insuffisantes pour stabiliser les pH à long terme. En outre, que ce soit pour les mélanges constitués de B1 ou de B2 avec CC (C2 et C11) ou sans amendement (C1 et C10), les valeurs de pH restent proches de 6 durant toute la durée des essais cinétiques. Concernant les valeurs de Eh, elles mettent en évidence des milieux réducteurs ($-500 \text{ mV} < \text{Eh} < 0 \text{ mV}$) durant toute la durée des essais réalisés en conditions saturées.

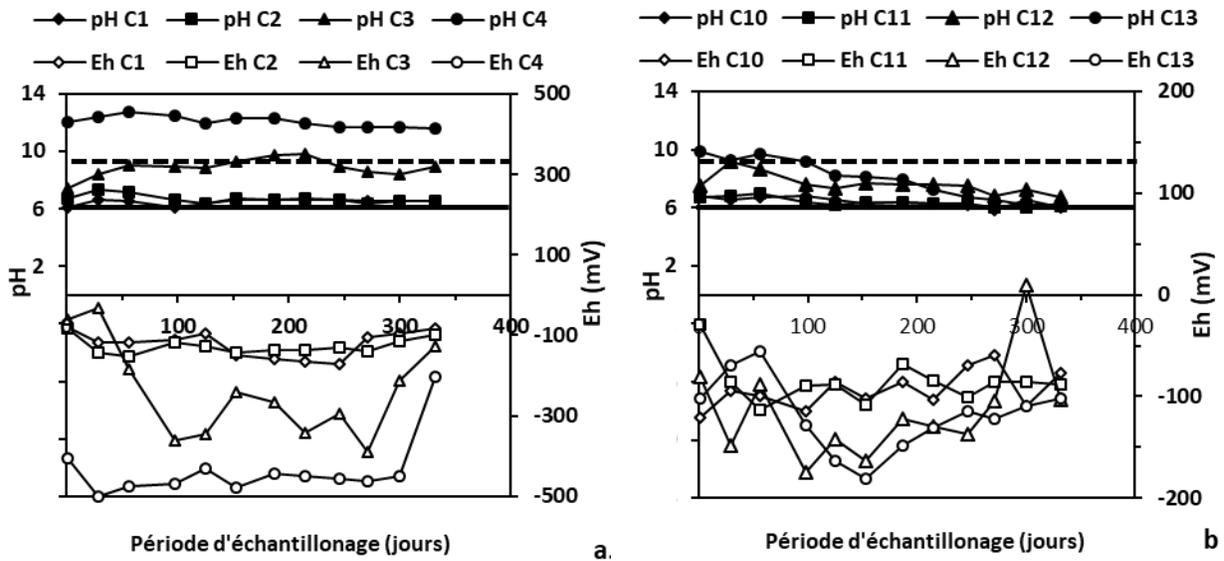


Figure 35 Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) en conditions saturées lors des essais cinétiques en colonnes

En conditions non-saturées, les valeurs de pH les plus élevées (de l'ordre de 12 – supérieures aux critères de la D019) correspondent aux lixiviats de la colonne constituée de B1 et de PFCB (C8). Toutefois, les pH diminuent brusquement après 100 jours à des valeurs proches de 7, ce qui n'a pas été observé en conditions saturées (i.e., pH stables aux alentours de 8-10 tout au long de l'expérience). Il est à noter que pour la colonne constituée de B2 et de PFCB (C17), cette diminution apparaît en moins de 50 jours après le début des essais. En outre, les colonnes constituées de RMB (C7 et C16) présentent également des valeurs de pH plus faibles qu'en conditions saturées. Sans amendement ou avec ajout de CC (C5, C6, C14 et C15), les valeurs de pH des lixiviats demeurent proches de 6 durant toute la période des essais. En conditions non-saturées, les quantités d'amendement ajoutées semblent globalement insuffisantes pour stabiliser les valeurs de pH des lixiviats à long terme.

Concernant les Eh et pour toutes les configurations testées, les valeurs augmentent progressivement en conditions non-saturées jusqu'à caractériser des milieux oxydants (entre 100 et 200 mV) après 300 jours, favorisant ainsi de possibles réactions d'oxydation des sulfures. Ces résultats montrent qu'il y aurait une « consommation » progressive des amendements (PFCB et

RMB) pour neutraliser l'acidité générée lors de l'oxydation des sulfures, ce qui serait à l'origine de la diminution de pH observée.

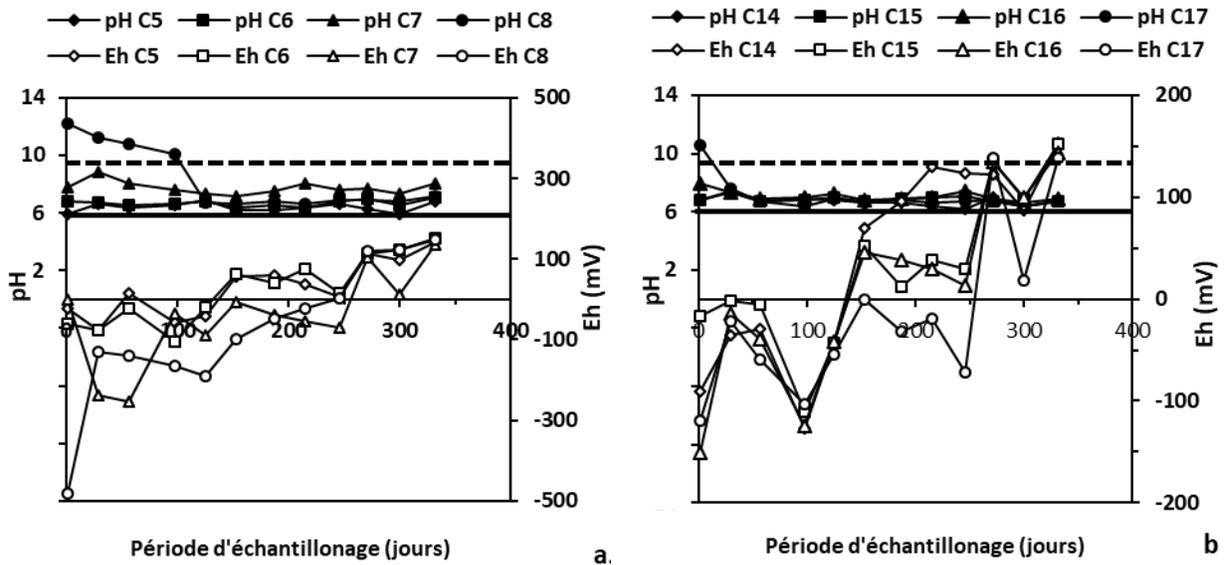


Figure 36 Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) en conditions non-saturées lors des essais cinétiques en colonnes

En résumé, en conditions saturées, le type d'amendement peut influencer les propriétés physicochimiques des lixiviats issus des colonnes. En effet, en raison de leur composition chimique et de leur potentiel de neutralisation plus élevé, l'ajout de RMB et de PFCB peut permettre de garantir la stabilité des pH à des valeurs supérieures à 6 (obtenues sans amendement) et de maintenir des milieux réducteurs. En effet, de nombreux travaux antérieurs avaient déjà mis en évidence le potentiel neutralisant des RMB et des PFC (e.g., Collins et Emery, 1983; Lamontagne, 2001; Lombi *et al.*, 2002; McConchie *et al.*, 2002; Paradis, 2004). Toutefois, la nature de biofiltre, plus ou moins chargé en métaux ainsi que sa granulométrie, semble également jouer un rôle important sur la qualité des lixiviats à long terme en conditions saturées; pour le biofiltre B2, en plus de charge importante en métaux) et de sa faible teneur en matière organique qui pourrait avoir un effet tampon, les quantités de PFCB ou de RMB semblent insuffisantes pour stabiliser les pH.

En conditions non-saturées et indépendamment du type d'amendement, les milieux deviennent oxydants à travers le temps ce qui favoriserait les réactions d'oxydation-neutralisation / dissolution et expliquerait la diminution progressive des pH jusqu'à 6 pour la grande majorité des conditions testées. Que ce soit en conditions saturées ou non-saturées, les CC ne semblent pas améliorer les propriétés physicochimiques des lixiviats provenant des biofiltres B1 et B2. En définitive, il est important de constater que maintenir des biofiltres en conditions saturées limiterait l'apport d'oxygène et garantirait des milieux réducteurs à long terme. Ceci favoriserait la diminution de possibles réactions d'oxydation-neutralisation ainsi que la stabilisation des pH à long terme et donc, limiterait la libération de métaux dans l'environnement. En effet, les conditions de stockage pourraient avoir un impact plus important que le type d'amendement sur la mobilité des éléments potentiellement problématiques présents dans les biofiltres, notamment à long terme.

3.3.2.2 Évolution des paramètres géochimiques

Les [Tableaux 36 et 37](#) présentent les concentrations élémentaires (en mg/L) maximales et moyennes (sur 330 jours) des lixiviats issus des douze mélanges testés en colonnes. Comme précédemment, les exigences de la *D019* au point de rejet de l'effluent final (concentrations maximales acceptables) sont également indiquées dans le [Tableau 36](#) pour le Cu, le Fe, le Ni, le Pb et le Zn. Ce tableau montre que dans la majorité des cas, avec ou sans amendement, les biofiltres B1 et B2 relarguent des concentrations qui ne respectent pas les exigences de la *D019* pour le Fe. Les concentrations maximales en Fe et Mn sont nettement supérieures aux essais en MCA ([Section 3.2.2](#)) probablement en raison de la grande quantité utilisée pour les essais en colonnes (≈ 19 kg) et d'une accumulation du Fe dans les eaux interstitielles avant le lancement des essais. En effet, à la fin des essais de traitement du DMA, les conditions physico-chimiques des deux biofiltres étaient réunies pour solubiliser dans les eaux interstitielles les sulfures et les (oxy)hydroxydes de Fe et Mn précipités (voir diagramme de Pourbaix du Fe et du Mn). Il est important de remarquer que les concentrations moyennes en Fe ([Tableau 37](#)) sont nettement moins importantes. De plus, elles sont plus faibles en conditions non-saturées sachant que la condition frontière appliquée permet le drainage des eaux interstitielles initialement riches en

Fe, donc leur évacuation progressive, ce qui n'est pas le cas en conditions saturées ou immergées. De plus, les valeurs de pH et de Eh en conditions non-saturées sont favorables pour la formation des (oxy)hydroxydes de Fe qui vont se précipiter à l'intérieur des colonnes.

Pour le Cu, le Pb et le Zn, les exigences de la D019 sont globalement respectées pour toutes les conditions testées (avec ou sans amendement) et les concentrations moyennes sont négligeables y compris pour le biofiltre B2 où les concentrations en métaux dans le DMA étaient beaucoup plus importantes que pour le B1. Concernant le Ni et comme observé lors des essais en MCA, l'ajout de PFCB ou l'absence d'amendement ne permet généralement pas de respecter la D019. Il est à noter qu'en conditions non-saturées les concentrations maximales en Ni ne sont pas respectées pour le B2 avec RMB, probablement parce qu'à l'inverse du B1, le Ni est également associé aux phases solubles et carbonatées et que la granulométrie est plus grossière ([Section 3.1.3.1](#)). De plus, le Ni a une affinité plus faible pour son adsorption aux (oxy)hydroxydes que le Cu, Pb et le Zn (Cornell et Schwertmann, 2003). Toutefois, l'ajout de RMB permet de diminuer grandement les concentrations en Mn (et en Cd pour le biofiltre B2 en conditions non-saturées) par rapport aux autres amendements utilisés.

Tableau 35 Concentrations élémentaires (mg/L) maximales en métaux mesurées lors des essais en colonnes

		Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	S	Zn
D019 (mg/L)		-	-	-	0,6	6	-	1	0,4	-	1
Conditions saturées	C1	0,1	0,0	0,0	0,1	506	48	0,3	0,1	905	0,1
	C2	0,2	0,0	0,0	0,1	100	25	0,1	0,3	836	0,4
	C3	3,7	0,0	0,1	0,3	12	4,8	0,3	0,1	2 757	1,2
	C4	1,6	0,0	0,0	0,3	5,0	0,4	10,7	0,6	3 950	1,6
Conditions non-saturées	C5	0,1	0,1	0,0	0,0	418	38	1,5	0,1	759	0,7
	C6	0,2	0,0	0,0	0,1	25	24	0,4	0,3	860	0,9
	C7	0,2	0,0	0,0	0,1	1,3	2,5	0,2	0,2	2 480	0,0
	C8	2,6	0,0	0,0	0,2	66	5,5	15,5	0,3	2 380	0,9
Conditions saturées	C10	0,1	0,0	0,0	0,1	272	14	0,0	0,1	1 148	0,3
	C11	0,2	0,0	0,4	0,4	360	33	1,4	0,3	1 321	0,9
	C12	1,4	0,0	0,0	0,0	345	25	0,2	0,2	1 666	0,0
	C13	0,9	0,0	0,0	0,2	80	6,9	2,1	0,2	3 912	0,5
Conditions non-saturées	C14	0,1	0,5	0,0	0,1	21	14	9,2	0,3	1 222	2,0
	C15	0,1	0,2	0,0	0,2	14	28	6,5	0,2	1 270	0,8
	C16	0,3	0,1	0,0	0,2	56	4,4	1,8	0,2	1 936	0,6
	C17	0,6	0,3	0,0	1,1	11	5,4	2,9	0,1	3 780	0,5

Tableau 36 Concentrations élémentaires (mg/L) moyennes en métaux mesurées lors des essais en colonnes

		Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	S	Zn
Conditions saturées	C1	0,0	0,0	0,0	0,0	136	10	0,0	0,0	268	0,0
	C2	0,1	0,0	0,0	0,0	43	9,4	0,0	0,1	220	0,1
	C3	1,2	0,0	0,0	0,0	2,8	0,6	0,2	0,1	925	0,2
	C4	0,6	0,0	0,0	0,0	1,3	0,1	7,6	0,1	1 358	0,3
Conditions non-saturées	C5	0,0	0,0	0,0	0,0	55	16	0,7	0,0	458	0,3
	C6	0,1	0,0	0,0	0,0	4,7	5,1	0,2	0,1	620	0,2
	C7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,4	0,1	0,0	947	0,0
	C8	0,3	0,0	0,0	0,0	7,8	1,3	3,4	0,1	761	0,1
Conditions saturées	C10	0,0	0,0	0,0	0,0	178	11	0,0	0,1	706	0,1
	C11	0,1	0,0	0,0	0,0	201	17	0,1	0,1	857	0,1
	C12	0,2	0,0	0,0	0,0	36	2,6	0,0	0,0	283	0,0
	C13	0,2	0,0	0,0	0,0	22	1,6	0,5	0,1	880	0,1
Conditions non-saturées	C14	0,0	0,2	0,0	0,0	3,9	4,7	3,5	0,1	700	1,1
	C15	0,0	0,1	0,0	0,0	1,6	7,4	1,6	0,1	704	0,4
	C16	0,1	0,1	0,0	0,0	5,0	1,6	0,7	0,0	1 051	0,3
	C17	0,1	0,1	0,0	0,1	1,4	2,7	1,0	0,0	1 068	0,2

Les [Figures 37 à 42](#) présentent les évolutions moyennes des concentrations cumulées (en mg/kg) les plus importantes (en Al, Ca, Fe, Mn, S et Zn) mesurées dans les lixiviats pour tous les mélanges testés (avec ou sans amendement) en conditions saturées et non-saturées. Comme pour les essais en MCA, pour chacun de ces graphiques et une fois la stabilisation obtenue, une régression linéaire a été appliquée afin de déterminer les taux de libération associés (en mg/kg/j). Le [Tableau 38](#) présente les taux de libération ainsi que les coefficients de détermination (R^2) des régressions linéaires.

Les résultats présentés aux [Figures 37 à 42](#) montrent que les concentrations cumulées finales les plus élevées correspondent au Ca et au S. Il est à noter que les concentrations cumulées en Ca ([Figure 38](#)) et S ([Figure 41](#)) augmentent progressivement pour tous les mélanges testés et ce, plus particulièrement en conditions non-saturées (C5 à C8 et C14 à C17). Les concentrations cumulatives les plus élevées en Ca correspondent aux lixiviats issus des mélanges constitués de PFCB (C4, C8, C13 et C17), en raison de leur composition chimique (> 6% de Ca – [Tableau 28](#)), alors que les plus faibles concentrations correspondent aux mélanges constitués de RMB (C3, C7, C12 et C16). Pour le S, les concentrations cumulées les plus importantes ont été observées principalement pour les mélanges constitués de RMB et de PFCB. Il semble logique que les concentrations en Ca et en S les plus élevées soient observées en conditions non-saturées, sachant que l'oxygène peut se diffuser plus facilement à l'intérieur des mélanges et favoriser les réactions d'oxydation-neutralisation.

La [Figure 37](#) présente l'évolution des concentrations cumulées en Al en conditions saturées (a. et b.) et non-saturées (c. et d.). Pour la totalité des scénarios testés, les concentrations cumulées en Al à la fin de la période d'essai sont négligeables (< 1 mg/kg). Comme pour les MCA, l'évolution des concentrations cumulées en Fe ([Figure 39](#)) montre que les lixiviats avec les plus faibles valeurs de pH (i.e., mélanges sans amendement et avec CC – C1, C2, C5, C6, C10, C11, C14 et C15) donnent les concentrations cumulées en Fe les plus élevées (i.e., dissolution des oxydes et hydroxydes de fer à des pH proches de 6 – voir [Section 3.2.2.2.2](#)). Pour les mélanges sans amendement (C1, C5, C10 et C14), les concentrations sont plus importantes pour le B2 (C10) et ont tendance à augmenter progressivement. En conditions non-saturées, les valeurs semblent être négligeables pour le B2 (C14) (pH légèrement plus élevés), cependant une augmentation

plus rapide (par rapport au C1) a été notée pour le B1 (C5) pour se stabiliser au bout du centième jour. Pour le B1, les concentrations cumulées finales sont aux alentours de 50 mg/kg en conditions saturées et sans amendement (C1), alors qu'en conditions non-saturées (C5), elles sont d'environ 100 mg/kg, soit le double. En conditions non-saturées, l'augmentation du Eh et la diffusion plus importante de l'oxygène favoriseraient l'oxydation des sulfures et la diminution du pH (à des valeurs proches de 6) à l'origine de la désorption et de la dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn.

Pour le Mn, l'évolution des concentrations cumulées est sensiblement similaire à celle du Fe présentée ci-dessus (Figure 40). En effet, plus les valeurs de pH des lixiviats sont faibles (i.e., mélanges sans amendement et avec CC– C1, C2, C5, C6, C10, C11, C14 et C15), plus les concentrations en Mn lixiviées augmentent. Pour les mélanges sans amendement (C1, C5, C10 et C14), les concentrations sont plus importantes pour le B1 (C5) et ont tendance à augmenter progressivement. Pour le B1, les concentrations cumulées finales sont aux alentours de 5 mg/kg en conditions saturées et sans amendement (C1), alors qu'en conditions non-saturées (C5), elles sont quatre fois plus importantes. Il est à noter que pour les mélanges constitués de B2 et de CC (C11 et C15), les concentrations cumulées sont supérieures à celles du mélange sans amendement (C10 et C14) en raison de leurs compositions chimiques initiales riches en Mn (Tableau 28).

Les concentrations cumulées en Zn sont, quant-à-elles, négligeables en conditions saturées (C1 à C4 et C10 à C13) que ce soit pour les mélanges constitués de B1 ou de B2 (Figure 42). En conditions non-saturées (C5 à C8 et C14 à C17), ces concentrations sont un peu plus élevées mais ne sont pas importantes. Toutefois, les mélanges constitués de matériaux post-démantèlement du bioréacteur B2 (C14 à C17) possèdent des concentrations cumulées légèrement plus élevées. Il est à signaler que les concentrations cumulatives les plus élevées en Zn correspondent aux lixiviats issus de la colonne C17 (B2 en conditions non-saturées). Ceci pourrait être attribué aux conditions oxydantes, à la faible valeur de pH et au fait que 38 % du Zn est retenue sous forme de carbonates dans le B2.

Pour le Cd, le Cr, le Cu et le Pb, les concentrations cumulées finales sont négligeables et pour le Ni elles sont inférieures à 6 mg/kg.

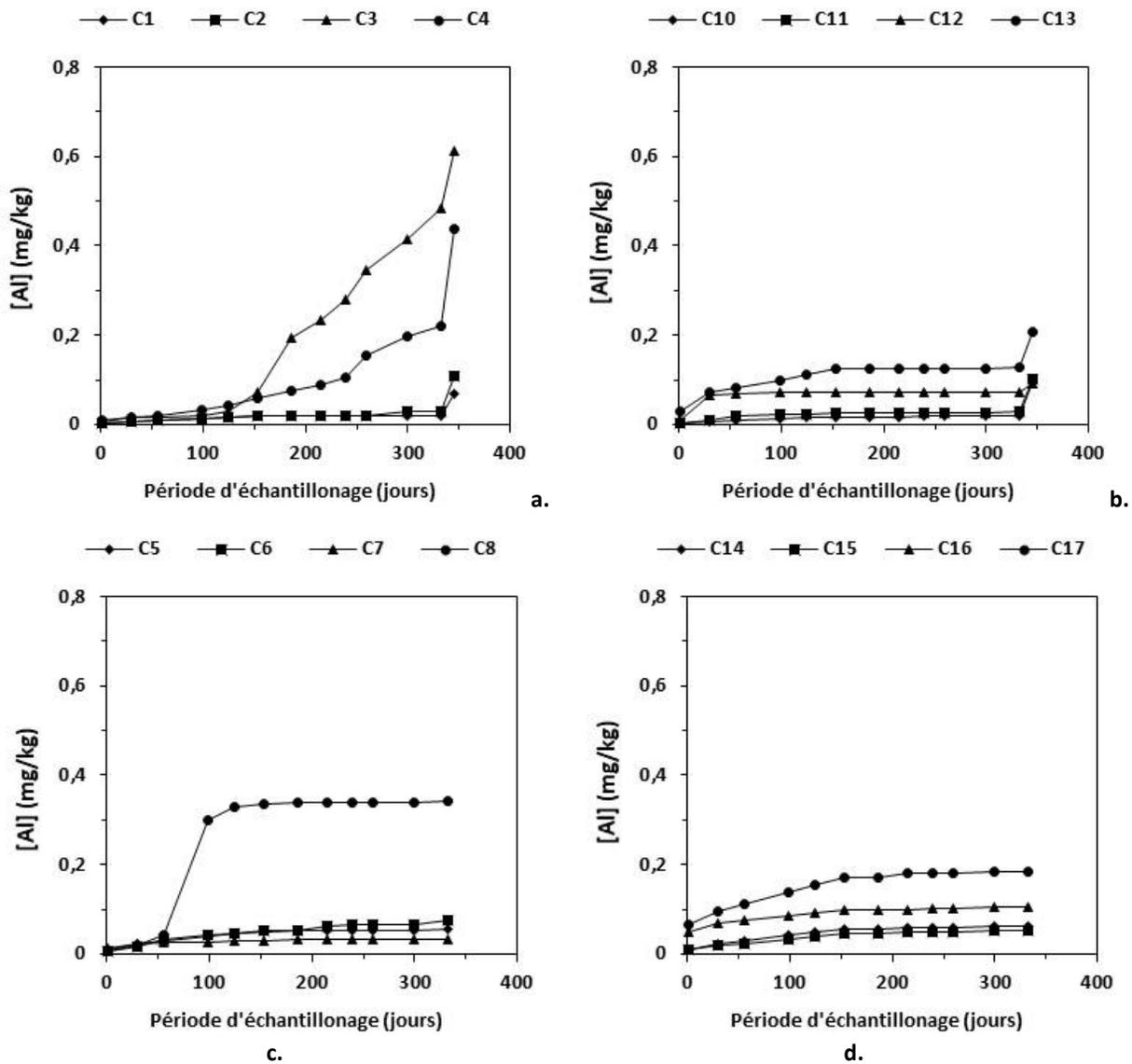


Figure 37 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al mesurées dans les lixiviats issus des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

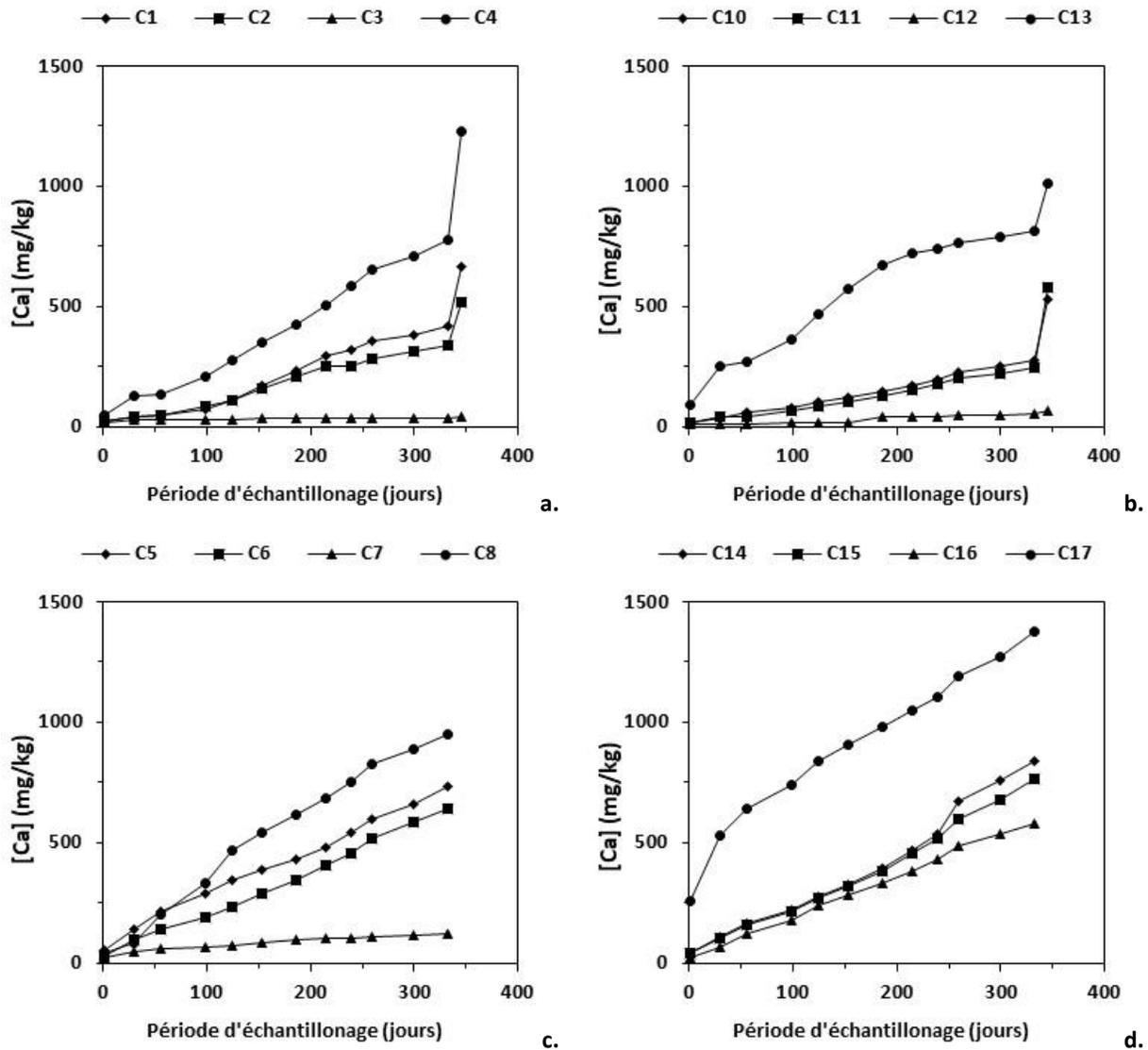


Figure 38 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non saturées (c, d)

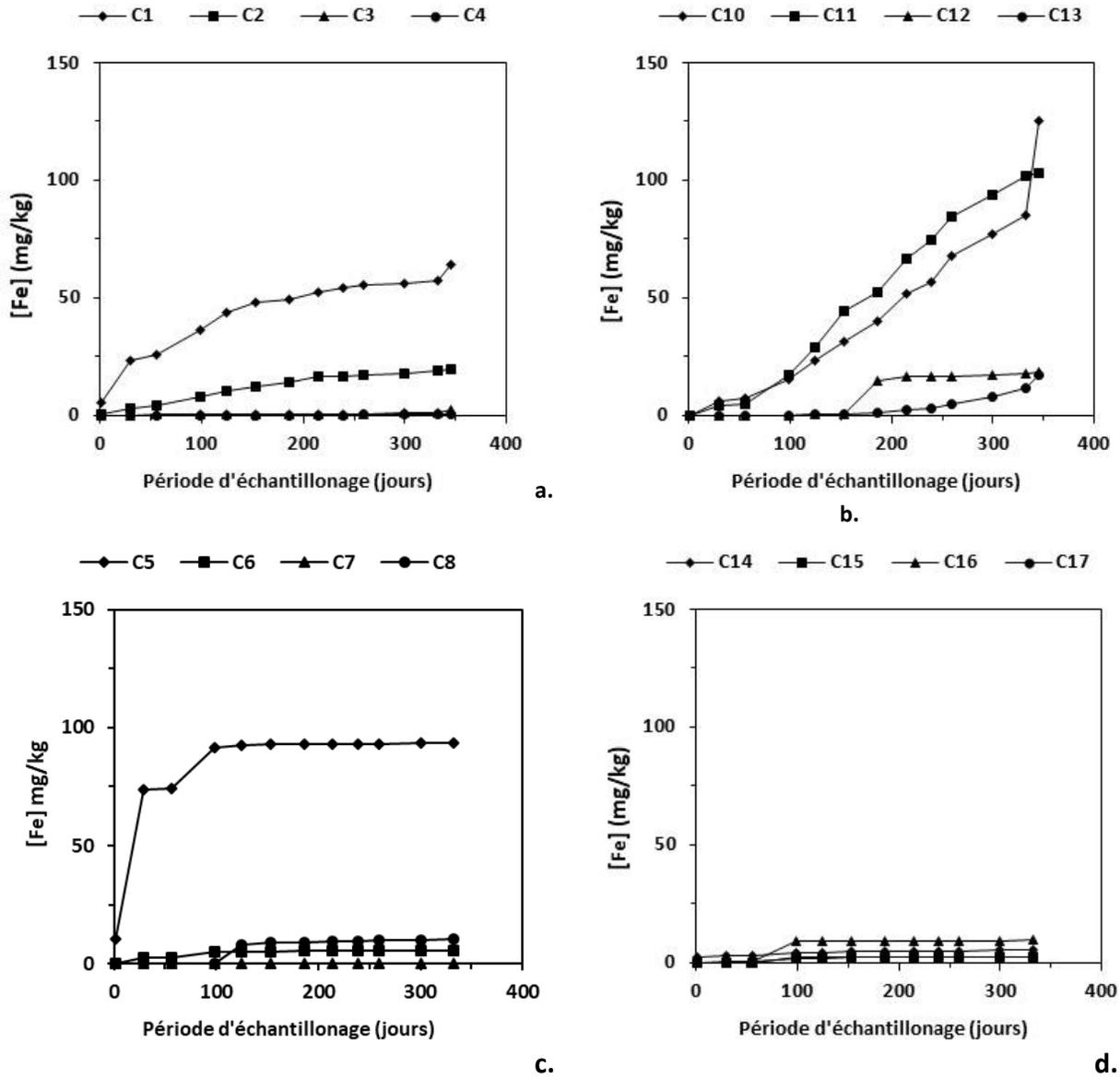


Figure 39 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

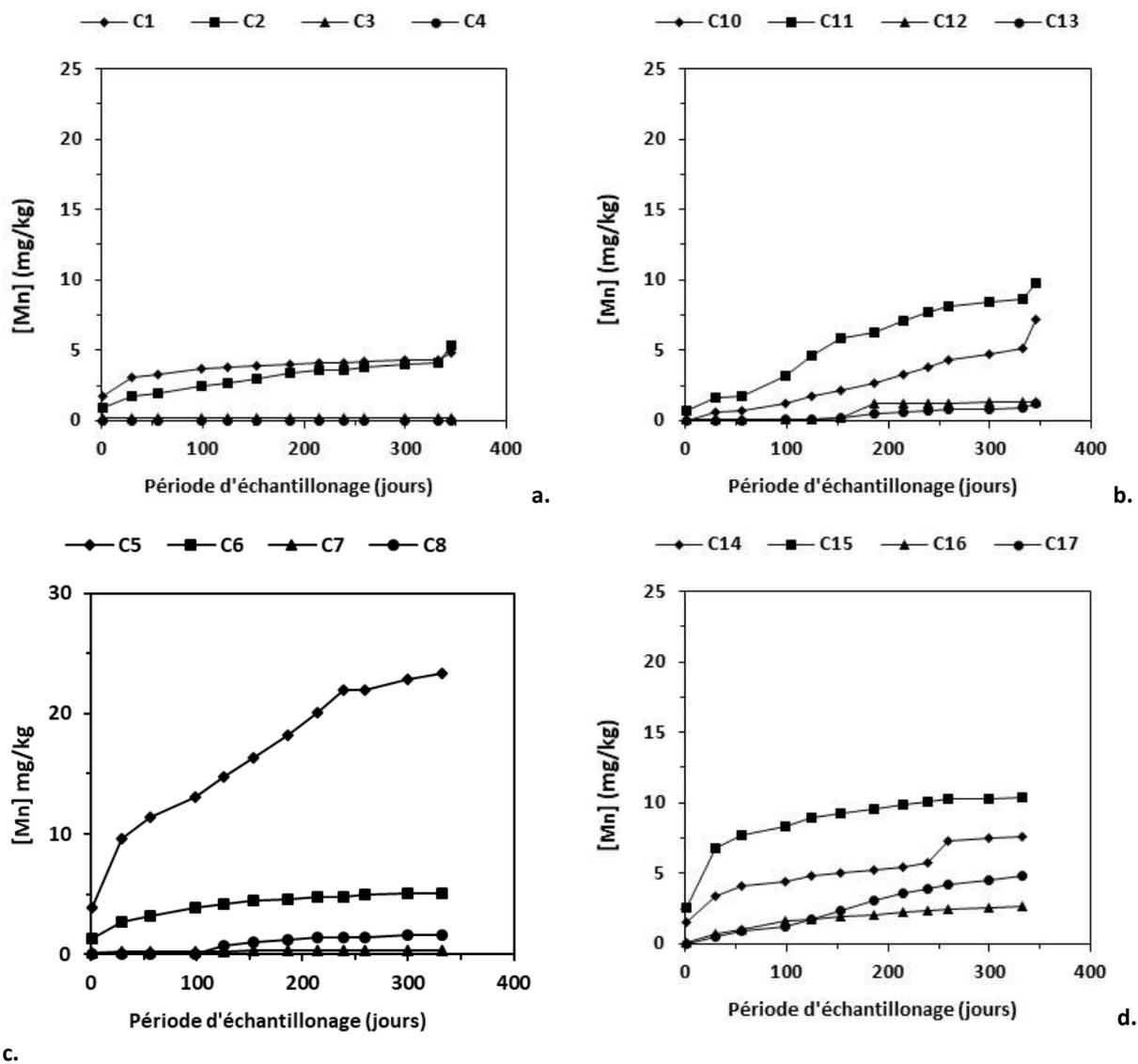


Figure 40 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

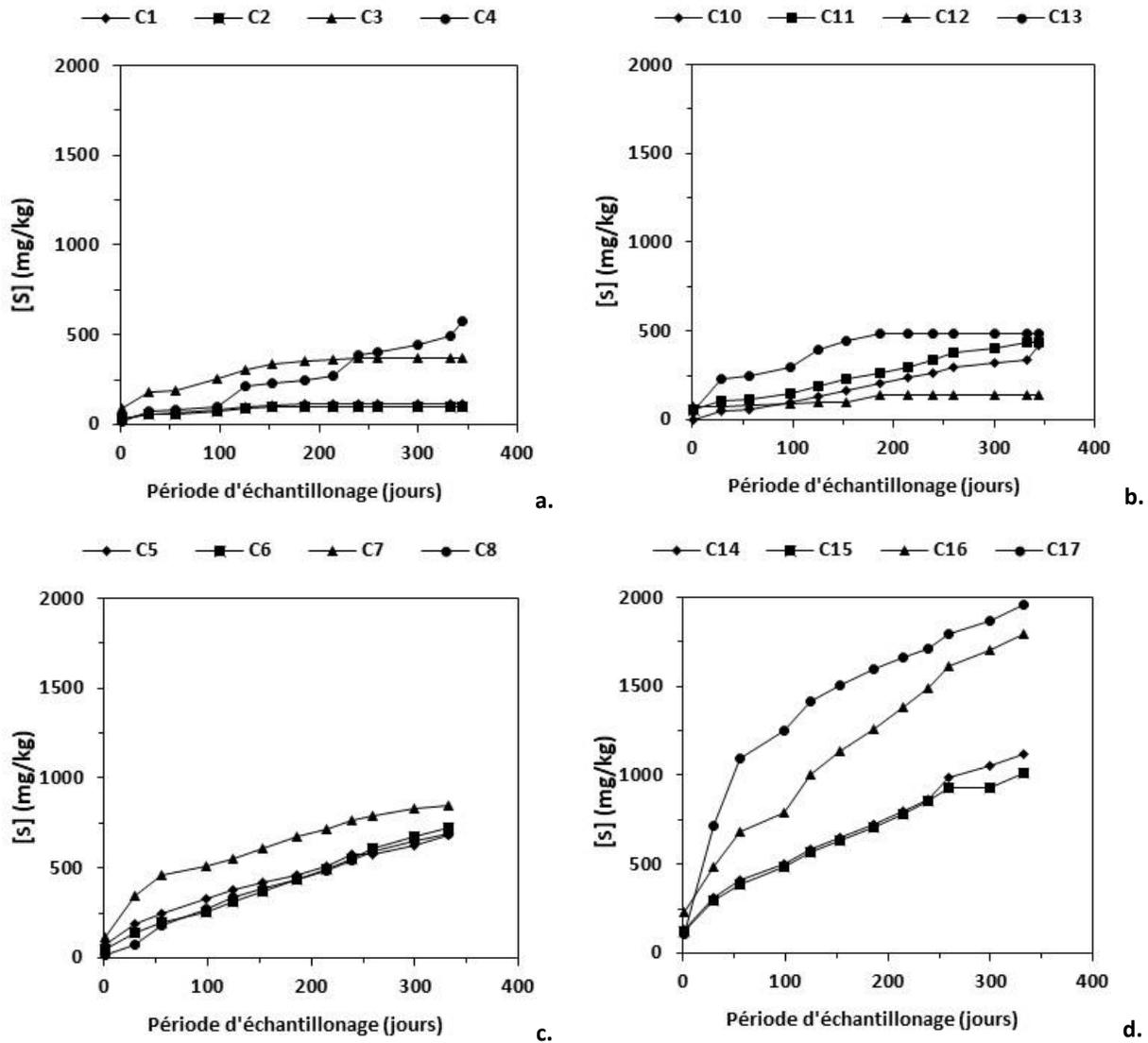


Figure 41 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

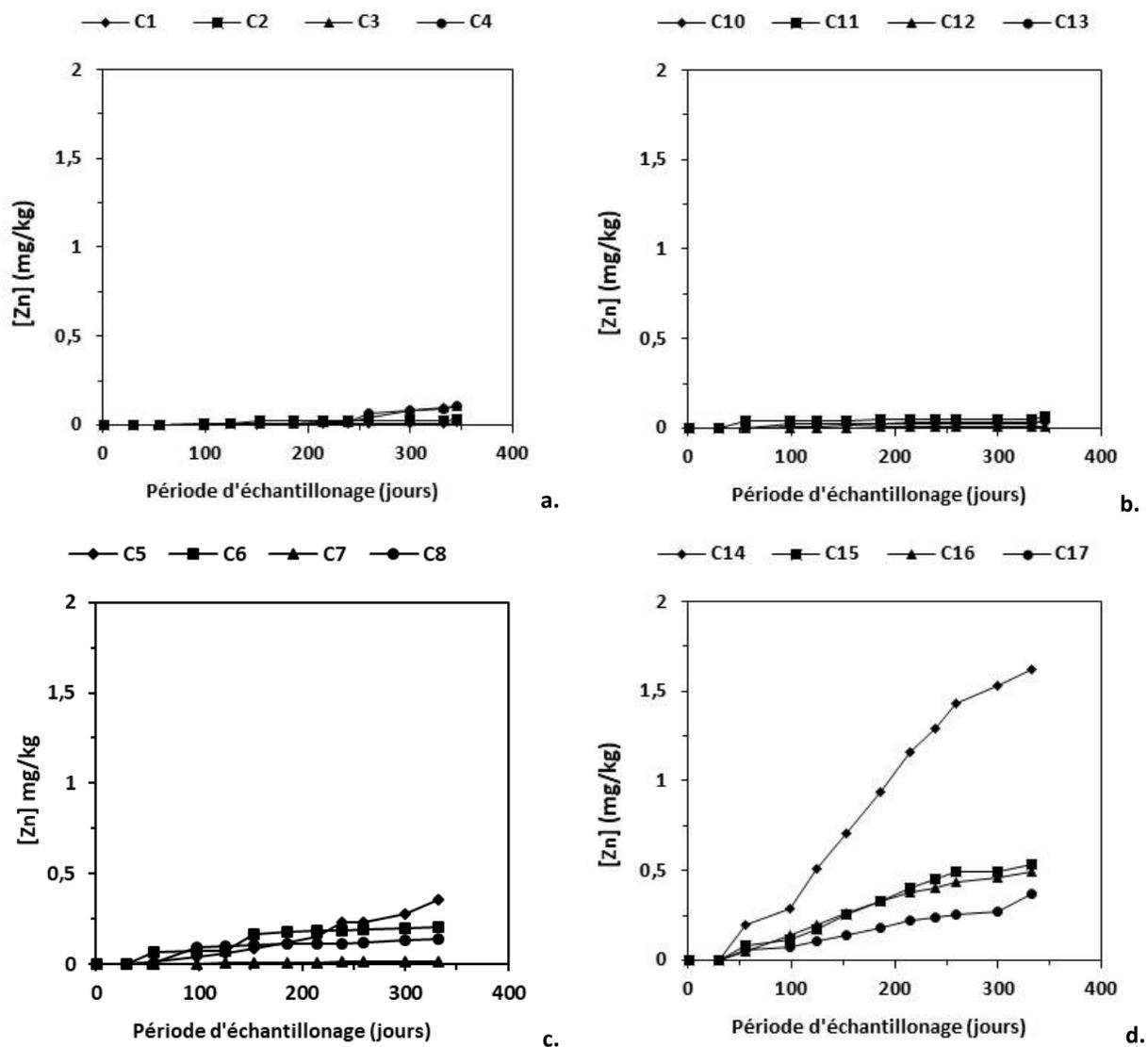


Figure 42 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

Selon les résultats présentés au [Tableau 38](#) et comme pour les essais en MCA, le Ca et le S sont les deux éléments qui possèdent les taux de libération les plus élevés en conditions non-saturées (C5 à C8 et C14 à C17). En conditions saturées (C1 à C4 et C10 à C13), les taux de libération du S sont plus faibles, d'un à trois ordres de grandeur qu'en conditions non-saturées. Ceci est lié à la diffusion moins importante et moins rapide de l'oxygène et, par conséquent, à une plus faible oxydation des sulfures métalliques en présence d'O₂. En conditions non-saturées, l'évolution des concentrations en Ca et en S dans les lixiviats semblent étroitement liée à des réactions importantes d'oxydation et de neutralisation. En effet, la [Figure 43](#), qui représente l'évolution des concentrations cumulées en Ca en fonction de celles en S, montre des régressions linéaires en conditions non-saturées avec des pentes proches de 1 pour la plupart des mélanges testés y compris sans amendement. Comme pour les essais en MCA ([Section 3.2.2.2](#)), il est à noter que les pentes des corrélations linéaires obtenues pour les mélanges constitués de RMB (C12 et C16) sont plus faibles tout comme les taux de libération du Ca; l'ajout de RMB semble favoriser plus spécifiquement la libération du S. Pour les autres éléments (Al, Fe, Mn et Zn), les taux de libération sont nettement plus faibles. Toutefois, dans le cadre des mélanges constitués de matériaux post-démantèlement provenant du biofiltre B2 (C10 à C17), les taux de libération sont relativement plus élevés.

Tableau 37 Taux de libération des principaux éléments et coefficients de détermination

		Taux de libération (mg/kg/j)											
		Al	R ²	Ca	R ²	Fe	R ²	Mn	R ²	S	R ²	Zn	R ²
saturées	C1	8,6E-06	0,994	1,5E+00	0,974	5,3E-02	0,922	2,4E-03	0,946	3,3E-03	0,988	2,5E-05	0,961
	C2	6,0E-05	0,743	1,1E+00	0,974	3,3E-02	0,878	6,8E-03	0,936	1,9E-03	0,993	2,3E-05	0,955
	C3	2,2E-03	0,987	2,0E-02	0,975	2,7E-02	0,917	1,3E-04	0,986	9,7E-02	0,625	6,6E-04	0,907
	C4	1,0E-03	0,953	2,5E+00	0,992	1,6E-03	0,809	6,6E-05	0,853	1,7E+00	0,919	6,4E-04	0,881
non-saturées	C5	4,0E-05	0,807	1,8E+00	0,994	1,6E-03	0,914	5,2E-02	0,966	1,4E+00	0,970	1,4E-03	0,961
	C6	1,2E-04	0,866	1,9E+00	0,990	1,7E-03	0,920	5,3E-03	0,937	2,1E+00	0,995	2,2E-04	0,927
	C7	2,0E-05	0,952	2,5E-02	0,984	6,3E-04	0,538	6,1E-04	0,868	1,5E+00	0,981	3,1E-05	0,994
	C8	2,5E-05	0,990	2,8E+00	0,985	9,0E-03	0,992	6,6E-03	0,830	1,8E+00	0,995	1,4E-04	0,822
saturées	C10	9,6E-06	0,990	8,7E-01	0,996	3,1E-01	0,991	1,7E-02	0,990	9,3E-01	0,971	3,7E-05	0,996
	C11	9,3E-06	0,990	8,0E-01	0,996	3,4E-01	0,984	1,9E-02	0,932	1,2E+00	0,976	4,0E-05	0,993
	C12	9,2E-06	0,990	7,5E-02	0,989	1,6E-02	0,822	5,8E-03	0,631	1,8E-02	0,889	1,3E-05	0,962
	C13	1,0E-05	0,990	7,7E-01	0,983	7,3E-02	0,949	3,9E-03	0,910	1,1E-02	0,935	1,6E-04	0,937
non-saturées	C14	3,1E-05	0,991	3,4E+00	0,968	4,5E-03	0,808	1,5E-02	0,857	2,9E+00	0,976	5,8E-03	0,968
	C15	3,2E-05	0,991	2,7E+00	0,992	1,2E-04	0,991	1,0E-02	0,967	2,7E+00	0,994	2,0E-03	0,979
	C16	4,4E-05	0,926	1,9E+00	0,983	2,7E-04	0,824	5,0E-03	0,994	4,1E+00	0,986	1,4E-03	0,961
	C17	9,1E-05	0,835	2,6E+00	0,988	1,8E-03	0,690	1,7E-02	0,976	2,5E+00	0,994	9,3E-04	0,948

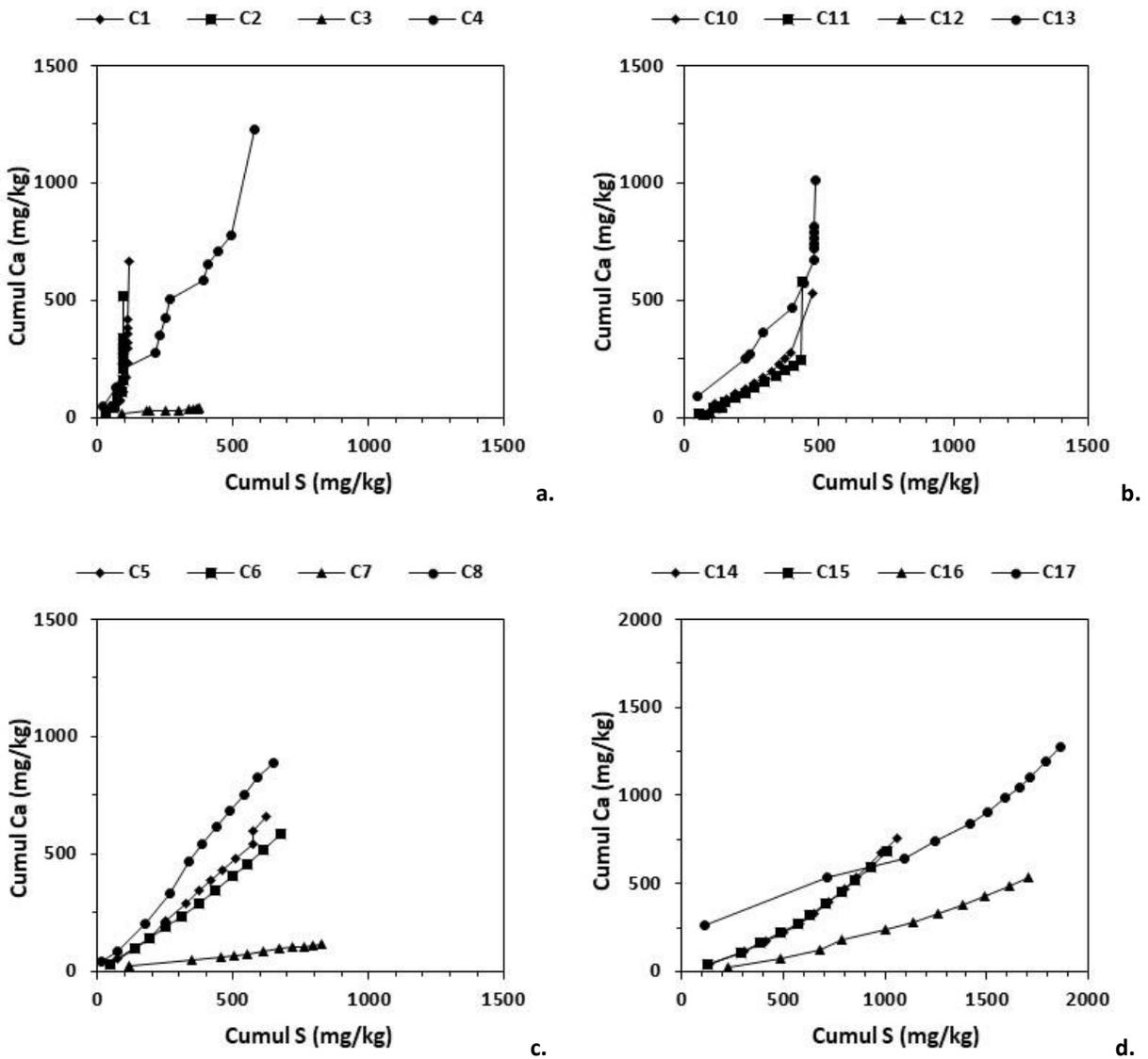
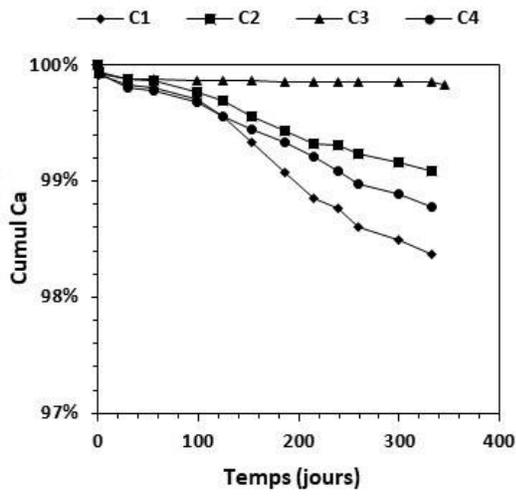


Figure 43 Évolution de la concentration cumulée en Ca en fonction de celle en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

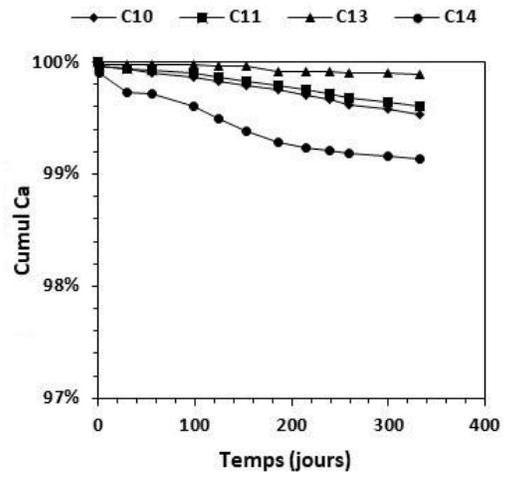
Tel que mentionné précédemment, la plupart des éléments constituant les différents mélanges testés possèdent des taux de libération relativement faibles, ce qui ne devrait pas affecter leur composition chimique à la fin des essais en colonnes. Le [Tableau 39](#) présente les pourcentages de métaux retenus dans les différents mélanges testés à la fin des essais alors que les [Figures 44](#) et [45](#) présentent les courbes d'épuisement pour le Ca et le S en conditions saturées (C1 à C4 et C10 à C13) et non-saturées (C5 à C8 et C14 à C17). En effet, la plupart des éléments ne sont pas ou très peu affectés par ces essais cinétiques; la rétention est généralement supérieure à 98%. La présence d'amendement ne semble pas jouer un rôle important à ce niveau. Toutefois, en conditions saturées, la libération du S est inférieure à celle observée en conditions non-saturées. En conditions non-saturées, l'épuisement du Ca est inférieur à 3% pour tous les mélanges testés et celui du S est inférieur à 12%. Comme lors des essais en MCA, l'épuisement du S présent dans les différents mélanges constitués de RMB en conditions non-saturées (C12 et C16) est plus importante.

Tableau 38 Taux de rétention des éléments (en %) dans les différents mélanges testés à la fin des essais en colonnes

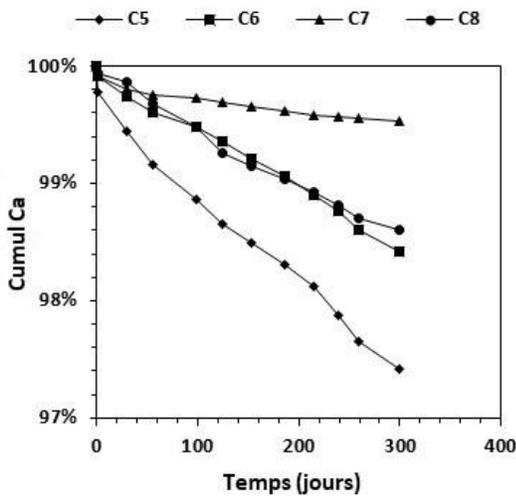
		Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn
saturées	C1	100	97,4	100	100	100	99,8	98,7	100	98,6	99,9	99,3	100
	C2	100	98,6	100	100	100	99,9	99,6	100	97,5	99,8	99,2	100
	C3	100	99,8	100	100	99,9	100	99,9	99,9	96,4	99,9	96,9	99,9
	C4	100	98,1	100	100	100	100	100	100	97,5	97,2	99,8	96,4
non-saturées	C5	100	97,4	99,9	100	100	99,8	93,9	99,5	93,6	99,7	95,8	99,9
	C6	100	98,4	100	100	100	100	99,6	99,9	89,6	99,5	94,4	99,9
	C7	100	99,5	100	100	99,9	100	99,9	100	89,3	99,8	93,0	100
	C8	100	98,6	100	100	99,9	100	99,5	98,6	88,2	99,6	95,6	99,9
saturées	C10	100	99,1	-	100	100	99,7	97,9	100	95,7	99,8	97,6	-
	C11	100	99,1	100	100	100	99,7	99,2	100	95,1	99,9	97,3	99,9
	C12	100	99,9	100	100	100	100	99,6	100	94,6	99,9	99,0	-
	C13	100	98,9	100	100	100	100	99,7	100	96,2	99,9	97,5	-
non-saturées	C14	100	98,7	-	100	100	100	98,0	99,6	85,0	99,7	94,4	-
	C15	100	98,9	99,9	100	100	100	99,1	99,8	100	99,7	93,1	99,5
	C16	100	98,9	99,9	100	100	100	99,1	99,9	85,0	99,9	87,9	-
	C17	100	98,6	99,9	100	99,9	100	98,6	99,9	84,6	99,9	89,9	-



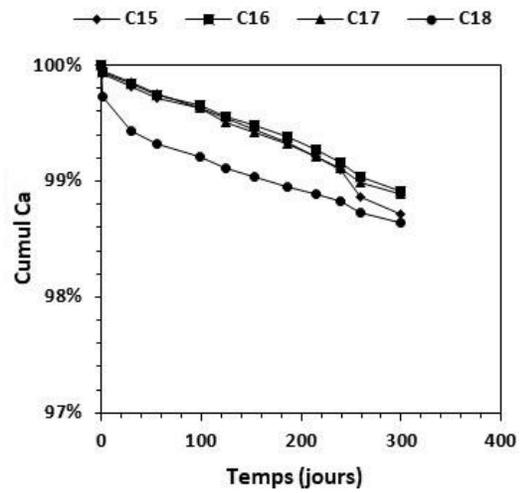
a.



b.

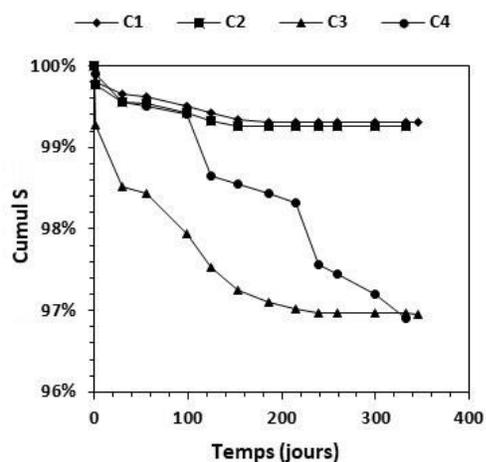


c.

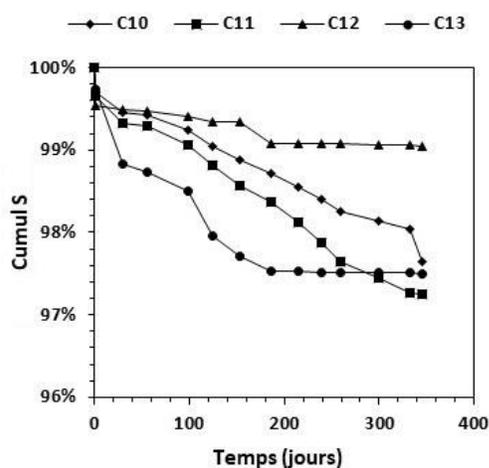


d.

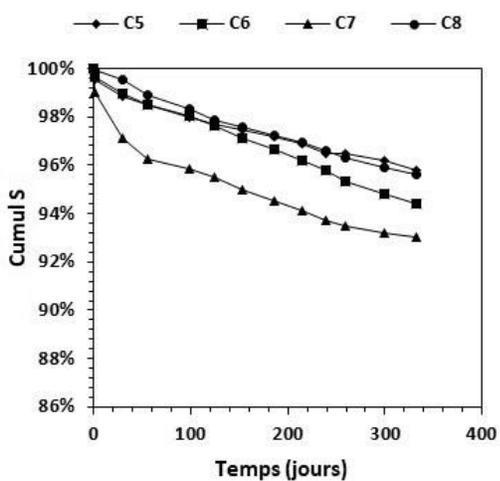
Figure 44 Déplétion du Ca des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, c) et non-saturées (b, d)



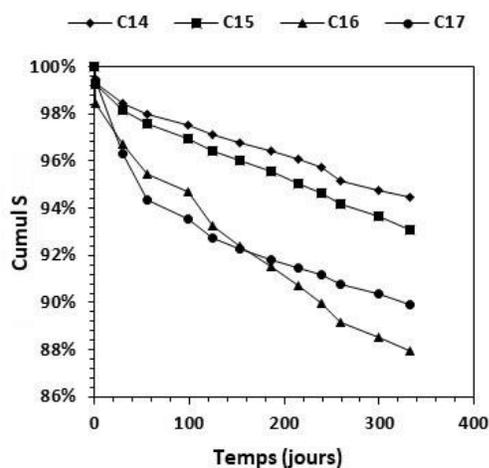
a.



b.



c.



d.

Figure 45 Déplétion du S des matériaux post-démantèlement (avec et sans amendement) provenant des bioréacteurs B1 (a, c) et B2 (b, d) en conditions saturées (a, b) et non-saturées (c, d)

En résumé, le suivi des paramètres physico-chimiques et géochimiques des lixiviats issus des mélanges testés en colonnes (avec et sans amendement en conditions saturées et non-saturées), permet de tirer plusieurs conclusions. Dans un premier temps, les mélanges à base de biofiltres B1 et B2 (avec CC ou sans amendement) donnent des comportements similaires avec des valeurs de pH à la limite inférieure du critère de la D019 (pH = 6). Toutefois, en conditions saturées où

les milieux sont réducteurs, l'ajout de RMB ou de PFCB peut permettre (dépendamment du type de biofiltre) de stabiliser les pH à des valeurs supérieures à 7 et ainsi de respecter les critères de la D019. En conditions non-saturées, les milieux deviennent oxydants à travers le temps et la diffusion de l'oxygène est facilitée, favorisant ainsi les réactions d'oxydation/dissolution et la diminution progressive du pH y compris pour les colonnes constituées de RMB et PFCB. Cette diminution pourrait libérer des métaux dans l'environnement à plus ou moins long terme.

Dans un deuxième temps, les concentrations cumulées, les taux de libération ainsi que l'épuisement du Ca et du S pour tous les mélanges (avec ou sans amendement) sont relativement faibles y compris en conditions non-saturées et ce, même si les mélanges à base de B2 sont plus réactifs. Ceci démontre l'assez bonne stabilité des métaux précipités et/ou retenus lors du traitement du DMA. Toutefois, les évolutions cumulées du Ca et du S en conditions non-saturées confirment la présence de réactions d'oxydation(-neutralisation) à l'origine de la diminution progressive des valeurs de pH jusqu'à des valeurs proches de 6 pour tous les amendements testés. En effet, la quantité d'amendement est insuffisante pour neutraliser toute l'acidité générée sur le long terme. Cette diminution progressive du pH favorise la désorption des métaux et la dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et Mn ainsi que la libération de ces éléments dans l'environnement à plus ou moins long terme (dépendamment du type de biofiltre et du type d'amendement). En raison d'une capacité de neutralisation plus importante, l'utilisation de PFCB permettrait de maintenir des pH plus élevés et de contrôler la libération du Fe et du Mn. Cependant, l'utilisation de PFCB ne permet pas de répondre aux exigences de la D019 pour le Ni (> 1 mg/L) sachant qu'il est bien connu que pour ces valeurs de pH la solubilité du Ni est plus importante (Plante, 2010). Seul l'ajout de RMB (dépendamment du type de biofiltre) pourrait permettre de respecter les exigences de la D019 et de limiter la libération du Fe et du Mn ainsi que des métaux retenus lors du traitement, notamment en raison de sa plus grande capacité d'adsorption ([Section 3.2.2.1](#)). En effet, même si ce dernier augmente la libération du S (sous formes sulfates – Paradis *et al.*, 2006), il semble être l'amendement le plus approprié pour stabiliser les biofiltres après utilisation à long terme.

En définitive, les essais cinétiques en colonnes et les conditions testées confirment les résultats des essais en MCA et montrent que seul l'ajout de RMB pourrait permettre de stabiliser des

biofiltres après utilisation et de limiter la libération du Fe et du Mn dans l'environnement à long terme (plus d'informations voir [section 3.2.4](#)). Il est à noter que ces essais ont également montré une meilleure performance en conditions saturées, où les milieux sont réducteurs, en raison d'une plus faible diffusion de l'oxygène (Aubertin *et al.*, 2016; Awoh, 2012). En outre, en conditions saturées, la libération du Fe et du Mn peut également être atténuée même sans amendement. Le mode d'entreposage serait donc aussi un paramètre important à prendre en considération dans la stabilité à long terme des biofiltres après utilisation, notamment pour des biofiltres très réactifs tel que le B2.

3.3.3 Comparaison du mode d'entreposage

3.3.3.1 Évolution des pH et Eh

La [Figure 46](#) présente les évolutions des pH et des Eh des lixiviats des colonnes constituées des biofiltres B1 (a.) et B2 (b.) sans amendement en conditions saturées (C1 et C10), non-saturées (C5 et C14) et immergées (C9 et C18) ([Section 3.3.1](#)). Les lignes noires (pleines et pointillées) indiquent les exigences de la D019 au point de rejet d'un effluent final en termes de pH ($6 < \text{pH} < 9,5$).

Pour les lixiviats de toutes les colonnes et pour les différentes conditions testées (i.e., saturées, non-saturées et immergées), les valeurs de pH restent proches de 6 (i.e., limite inférieure de la D019) durant toute la durée des essais. Le type de biofiltre ou les conditions d'entreposage ne semblent pas jouer un rôle significatif à ce niveau. Toutefois, les valeurs de Eh montrent des évolutions différentes. En effet, tel que remarqué précédemment, les valeurs augmentent progressivement en conditions non-saturées pour les deux types de biofiltres (C5 et C14) jusqu'à caractériser des milieux oxydants (> 100 mV au bout de 300 jours). En conditions saturées (C1 et C10) ou immergées (C9 et C18), les valeurs de Eh qui sont de l'ordre de -100 mV, caractérisent des milieux réducteurs. En résumé, sans amendement et indépendamment du type de biofiltre, le type d'entreposage peut influencer les conditions rédox mais n'a pas d'impact sur le pH des lixiviats issus des colonnes. Cette diminution de pH, même en conditions réductrices, pourrait être due au fait que les biofiltres B1 et B2 ont été mis en contact avec l'oxygène lors de la mise en place des colonnes. Ceci pourrait ainsi favoriser l'oxydation des sulfures métalliques et des

oxy-hydroxydes de Fe^{2+} , et donc la génération de l'acidité responsable de la diminution du pH. Entreposer les biofiltres en milieux saturés ou immergés permettrait de limiter la diffusion de l'oxygène (e.g., Awoh, 2012) donc, dans le cas de biofiltres, de garantir des milieux réducteurs à long terme et de contrôler la libération de métaux dans l'environnement.

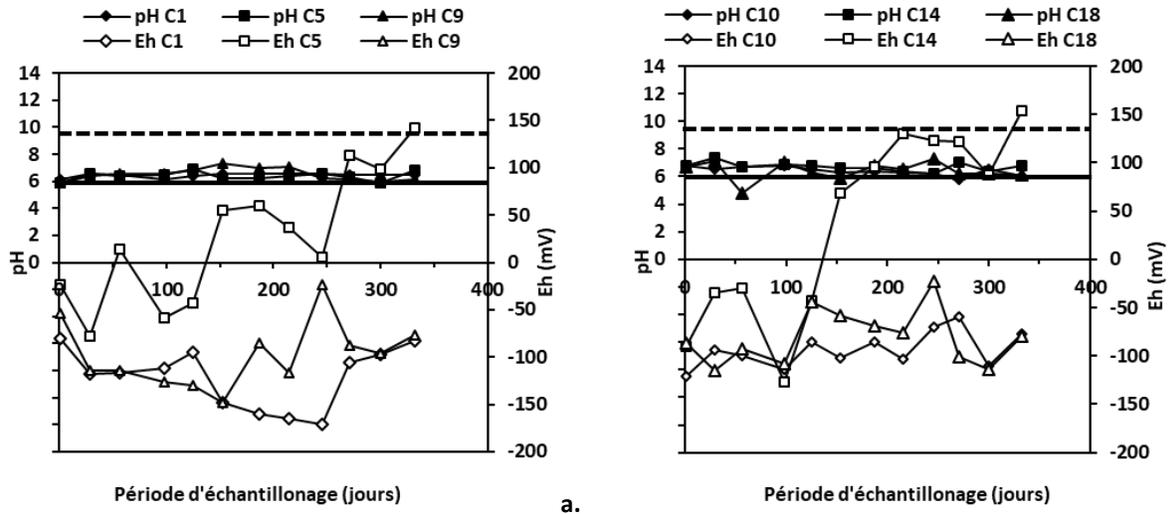


Figure 46 Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B1 (a) et B2 (b) lors des essais cinétiques en colonnes

3.3.3.2 Évolution des paramètres géochimiques

Le [Tableau 40](#) présente les concentrations élémentaires (en mg/L) maximales et moyennes (sur 330 jours) des lixiviats pour les deux biofiltres (B1 et B2) testés en conditions saturées, non-saturées et immergées. Il est à noter que les exigences de la *D019* au point de rejet de l'effluent final (concentrations maximales acceptables) sont indiquées pour le Cu, le Fe, le Ni, le Pb et le Zn. Comme dans la [Section 3.3.2](#), le [Tableau 40](#) montre que dans la majorité des cas testés les biofiltres B1 et B2 ne respectent pas les exigences de la *D019* pour le Fe. Les concentrations maximales en Fe et en Mn sont relativement élevées probablement en raison d'une accumulation dans les eaux interstitielles avant le lancement des essais. En effet, à la fin des essais de traitement du DMA (pour le B1) et lors de la mise en place des colonnes, les conditions physico-

chimiques des deux biofiltres étaient réunies pour i) solubiliser naturellement, dans les eaux interstitielles, les oxydes et hydroxydes de Fe et Mn précipités, ii) oxyder les sulfures et iii) favoriser la désorption du Fe et de Mn. Il est important de remarquer que les concentrations moyennes en Fe ([Tableau 37](#)) sont nettement moins importantes, plus particulièrement en conditions non-saturées sachant que la condition frontière appliquée permet le drainage des eaux interstitielles initialement riches en Fe, donc leur évacuation progressive, ce qui n'est pas le cas en conditions saturées ou immergées. De plus, les concentrations moyennes en S (sous formes sulfates) sont globalement moins importantes en conditions saturées et immergées, ce qui signifierait que les conditions sont moins favorables à l'oxydation des sulfures (Awoh, 2012). Pour le Cu et le Pb, les exigences de la D019 sont globalement respectées pour toutes les conditions testées (saturées, non-saturées et immergées) et les concentrations moyennes sont négligeables et ce, même en l'absence d'amendement y compris pour le biofiltre B2 où les concentrations en métaux dans le DMA étaient beaucoup plus importantes que pour le B1. Concernant le Ni, les exigences de la D019 ne sont pas respectées pour les conditions non-saturées. En outre, les teneurs en Zn dépassent la limite de la D019 pour le B2 en conditions non-saturées. Il est à signaler que le Ni et le Zn sont associés aux phases solubles et carbonatées ([Section 3.1.3.1](#)). En effet, de nombreux travaux antérieurs ont démontré la mobilité élevée du Ni et du Zn à des pH proche de la neutralité (Al-Abed *et al.*, 2008; Calugaru *et al.*, 2016; Dijkstra *et al.*, 2006; Stumm et Morgan 1996).

Tableau 39 Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en colonnes

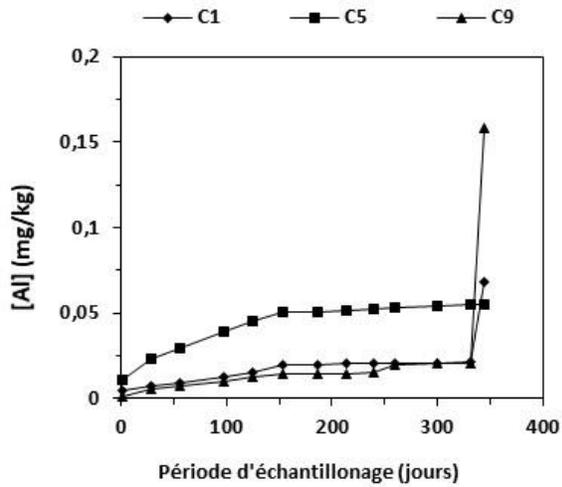
		Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	S	Zn
D019 (mg/L)		-	-	-	0,6	6	-	1	0,4	-	1
Concentrations maximales (mg/L)	Saturées C1	0,1	0,0	0,0	0,1	506	48	0,3	0,1	905	0,1
	Non-saturées C5	0,1	0,1	0,0	0,0	418	38	1,5	0,1	759	0,7
	Immergées C9	0,1	0,0	0,0	0,0	470	39	0,0	0,1	695	0,0
	Saturées C10	0,1	0,0	0,0	0,1	272	14	0,0	0,1	1 148	0,3
	Non-saturées C14	0,1	0,5	0,0	0,1	21	14	9,2	0,3	1 222	2,0
	Immergées C18	0,1	0,0	0,0	0,0	110	11	0,4	0,1	1 218	3,7
Concentrations moyennes (mg/L)	Saturées C1	0,0	0,0	0,0	0,0	136	10	0,0	0,0	268	0,0
	Non-saturées C5	0,0	0,0	0,0	0,0	54	16	0,7	0,0	458	0,3
	Immergées C9	0,0	0,0	0,0	0,0	101	6,6	0,0	0,0	131	0,0
	Saturées C10	0,0	0,0	0,0	0,0	178	11	0,0	0,1	706	0,1
	Non-saturées C14	0,0	0,2	0,0	0,0	3,9	4,7	3,5	0,1	700	1,1
	Immergées C18	0,0	0,0	0,0	0,0	45	3,5	0,0	0,0	182	0,4

Les [Figures 47 à 52](#) présentent les évolutions moyennes des concentrations cumulées (en mg/kg) les plus importantes (Al, Ca, Fe, Mn, S et Zn) pour les trois modes d'entreposage testés (saturés, non-saturés et immergés) et les deux biofiltres B1 (a.) et B2 (b.) sans amendement. Les taux de libération en conditions saturées et non-saturées des colonnes C1, C5, C10 et C14 ainsi que les déplétions du Ca et du S ont été présentées précédemment ([Section 3.3.2](#)). Les taux de libération ainsi que les déplétions du Ca et du S en conditions immergées ne sont pas présentés sachant qu'ils sont négligeables.

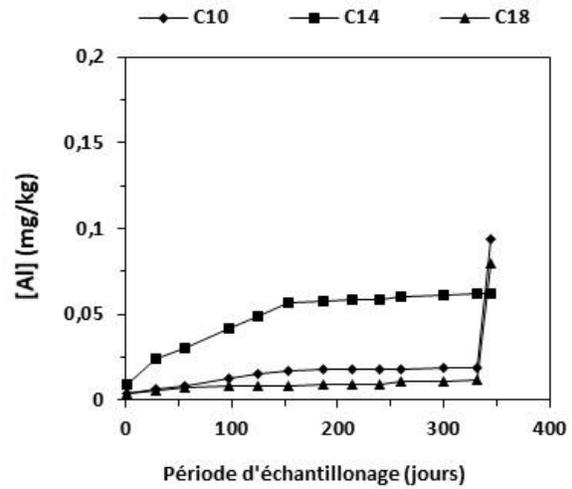
Les [Figures 48 et 51](#) montrent que les moyennes des concentrations cumulées finales les plus élevées correspondent à celles en Ca et S. Il est à noter que les concentrations cumulées en Ca et S augmentent significativement en conditions non-saturées (C5 et C14) et plus faiblement en conditions saturées (C1 et C10). En milieu immergé (C9 et C18), les concentrations cumulées en Ca et S sont encore plus faibles, voire stables, durant toute la durée des essais. En effet, les concentrations en Ca et en S sont plus élevées en conditions non-saturées sachant que la diffusion de l'oxygène est facilitée à l'intérieur des biofiltres après utilisation, ce qui favorise les réactions d'oxydation et de neutralisation. En outre, bien que les concentrations cumulées en Ca et en S en conditions non-saturées et saturées soient relativement plus élevées pour les colonnes constituées du B2 (C10 et C14 – plus réactif), elles sont relativement similaires (stables) en milieu immergé (C9 et C18). En effet, en milieu immergé, la diminution de la diffusion de l'oxygène permet de contrôler plus efficacement les réactions d'oxydation des sulfures (Awoh, 2012 ; Demers *et al.*, 2008), et donc la libération du S (sous forme sulfates) ainsi que la génération d'acidité y compris pour des biofiltres fortement chargés comme le B2. Cette plus faible génération d'acidité conduit à de plus faibles réactions de neutralisation (impliquant des minéraux à base de Ca).

La [Figure 47](#) représente l'évolution des concentrations cumulées en Al. Pour la totalité des scénarios testés, les concentrations cumulées en Al à la fin de la période d'essai sont négligeables (< 1 mg/kg). Pour le Fe, le Mn et le Zn ([Figures 49, 50 et 52](#)) et indépendamment de l'évolution des pH, les concentrations cumulées moyennes sont plus faibles en conditions immergées, voire négligeables (C9 et C18) qu'en conditions saturées ou non-saturées. Pour le Cd, le Cr, le Cu, le Ni et le Pb, les concentrations cumulées finales sont négligeables quel que soit le mode

d'entreposage (< 1 mg/kg). En définitive, en conditions immergées, l'évolution des concentrations cumulées des différents éléments suggère des taux de libération encore plus faibles qu'en conditions saturées. Pour rappel, en conditions saturées l'épuisement du Ca et du S est faible (inférieure à 3% – [Section 3.3.2](#)). Par conséquent, en conditions immergées et au regard des évolutions des concentrations cumulées, l'épuisement des éléments analysés dans le cadre de cette étude est négligeable et les réactions d'oxydation sont contrôlées. Enfin, l'entreposage en milieu immergé permettrait également de limiter encore plus efficacement la libération du Fe et du Mn qu'en conditions saturées. Ceci pourrait être attribué au fait que de faibles quantités en oxygène arrivent à accéder à la partie superficielle des matériaux entreposés en conditions saturées. Par conséquence, des réactions d'oxydation/dissolution se manifestent en surface.

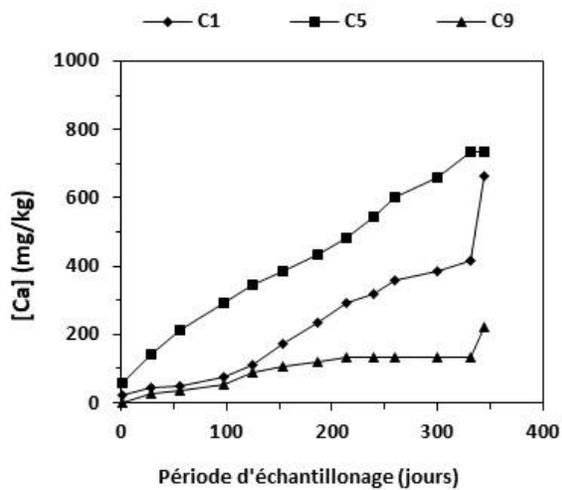


a.

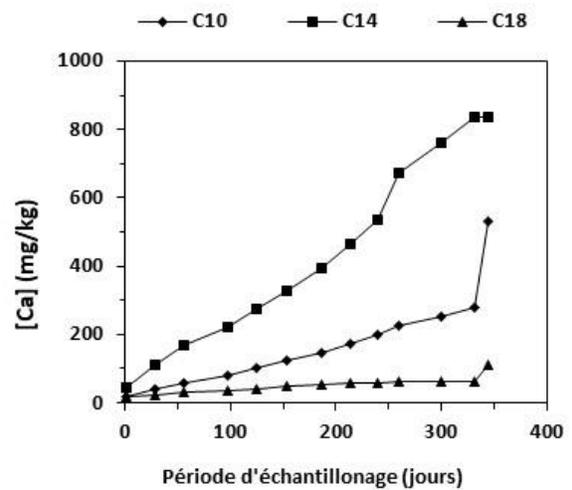


b.

Figure 47 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)

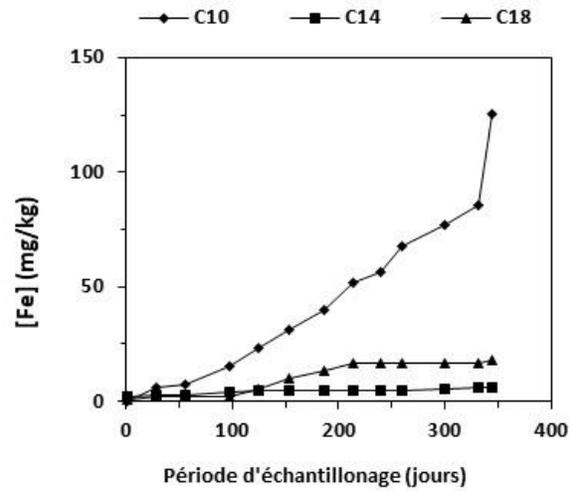
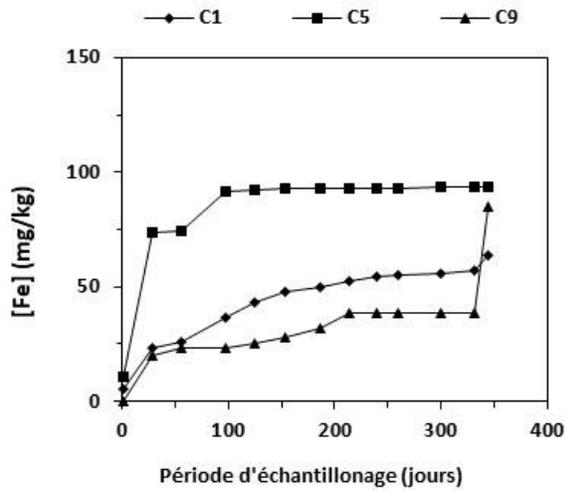


a.



b.

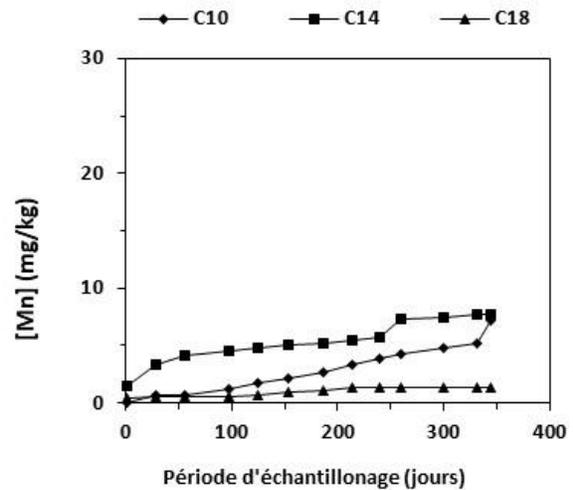
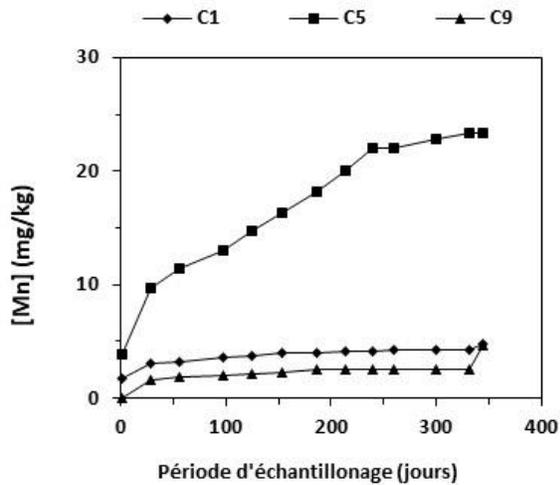
Figure 48 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)



a.

b.

Figure 49 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)



a.

b.

Figure 50 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)

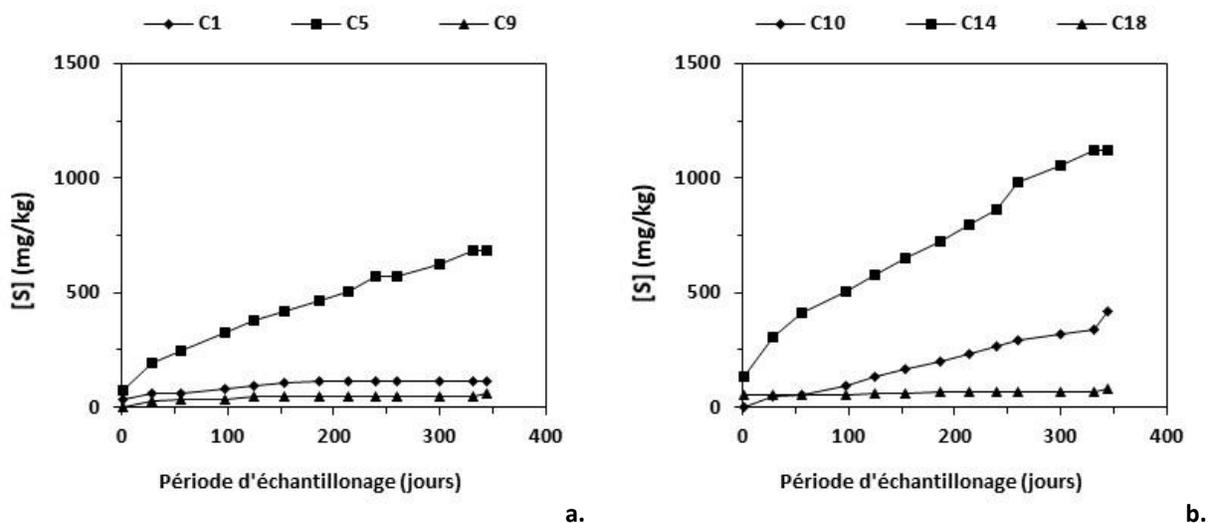


Figure 51 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)

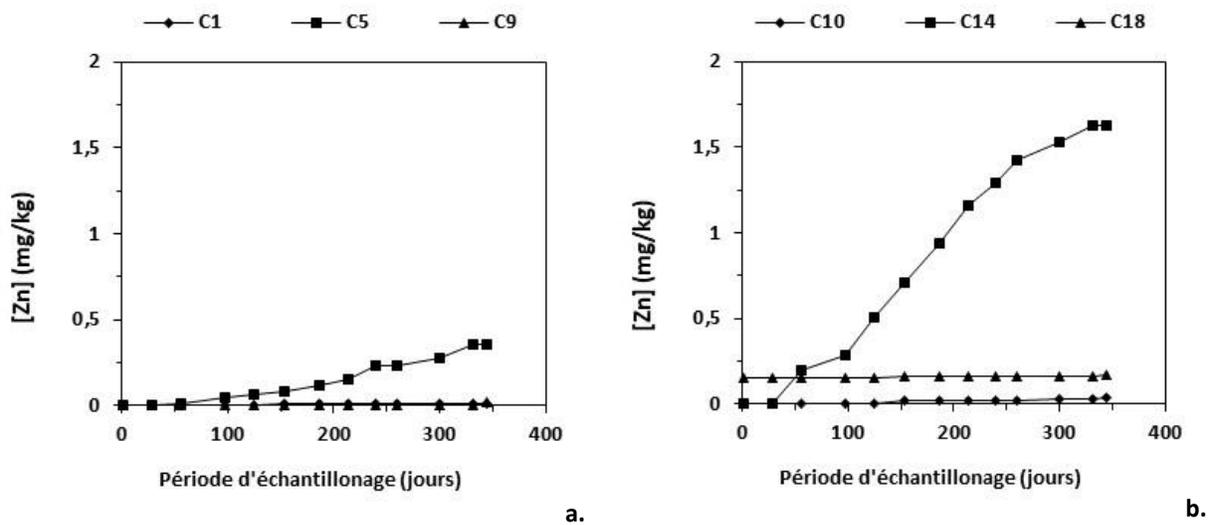


Figure 52 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (sans amendement) des bioréacteurs B1 (a) et B2 (b) pour des conditions d'entreposage distinctes (saturée, non-saturée et immergée)

En résumé, le suivi des paramètres physicochimiques et géochimiques des lixiviats des biofiltres testés en colonnes (sans amendement) pour différentes conditions d'entreposage (saturées, non-saturées et immergées), permet de tirer plusieurs conclusions. Dans un premier temps, les mélanges à base de biofiltres B1 et B2 donnent des valeurs de pH stables, à la limite du critère de la D019 (pH = 6), pour toutes les conditions d'entreposage testées. En conditions non-saturées, les milieux deviennent oxydants à travers le temps alors qu'en conditions saturées et immergées les milieux sont réducteurs y compris à long terme, donc moins susceptibles de libérer des métaux dans l'environnement. En effet, en conditions non-saturées les exigences de la D019 ne sont pas respectées notamment pour le Ni et le Zn. Quoiqu'il en soit, le type d'entreposage affecte plus particulièrement le potentiel rédox. Dans un deuxième temps et tel que mentionné précédemment, les concentrations cumulées, les taux de libération ainsi que l'épuisement du Ca et du S pour les deux biofiltres testés sont relativement faibles en conditions saturées et non-saturées (comparativement aux essais en MCA – [Section 3.2.2.2](#)), même si les mélanges à base de B2 sont relativement plus réactifs. En conditions immergées, les taux de libération sont globalement négligeables pour les biofiltres B1 et B2 et permettent de limiter d'une manière plus importante la libération du Fe et du Mn dans l'environnement, et ce, même si les exigences de la D019 ne sont pas respectées pour le Fe. Par conséquent, le mode d'entreposage est un paramètre qui peut de manière considérable améliorer la stabilité des biofiltres après stockage à long terme, y compris pour des biofiltres potentiellement plus problématiques, tel que le B2. En effet, même sans amendement, l'entreposage de biofiltres en conditions immergées garantirait une stabilité à long terme supérieure.

3.3.4 Comparaison du mode d'ajout des amendements

3.3.4.1 Évolution des pH et Eh

La [Figure 53](#) présente les évolutions des pH et des Eh des lixiviats des colonnes constituées du biofiltre B2, avec PFCB sous forme d'amendement (C13 et C17) et de recouvrement (C19 et C20), en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.) ([Section 3.3.1](#)). Les lignes noires (pleines et pointillées) indiquent les exigences de la D019 au point de rejet d'un effluent final en termes de pH ($6 < \text{pH} < 9,5$).

Tel que présenté précédemment ([Section 3.3.2](#)), lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de mélange (C13 et C17), les pH des lixiviats ($\text{pH} \approx 10$) diminuent progressivement pour atteindre des valeurs proches de la limite de la D019 ($\text{pH} = 6$); cette diminution est plus rapide en conditions non-saturées. Lorsque l'amendement est ajouté sous forme de recouvrement (C19 et C20), les pH sont proches de 6 durant toute la durée des essais cinétiques en colonnes (i.e., comportement similaire à un biofiltre B2 post-traitement sans amendement – [Section 3.3.3](#)). Concernant les valeurs de Eh, le mode d'ajout des résidus alcalins (i.e., sous forme de mélange ou de recouvrement) ne semble pas avoir d'influence comparativement au mode d'entreposage (i.e., conditions saturées et non-saturées). Comme remarqué précédemment ([Section 3.3.3](#)) et indépendamment du mode d'ajout des résidus alcalins, en conditions saturées les valeurs de Eh caractérisent des milieux réducteurs avec des valeurs majoritairement comprises entre -150 et -50 mV. En conditions non-saturées, les valeurs de Eh augmentent progressivement jusqu'à caractériser des milieux oxydants qui pourraient potentiellement favoriser la libération de métaux. En définitive, le mode d'ajout des résidus alcalins influencerait uniquement les valeurs de pH. Contrairement à l'ajout sous forme d'amendement, l'ajout du résidu alcalin sous forme de recouvrement ne permet pas d'améliorer la qualité des lixiviats en termes de pH, même temporairement en conditions saturées.

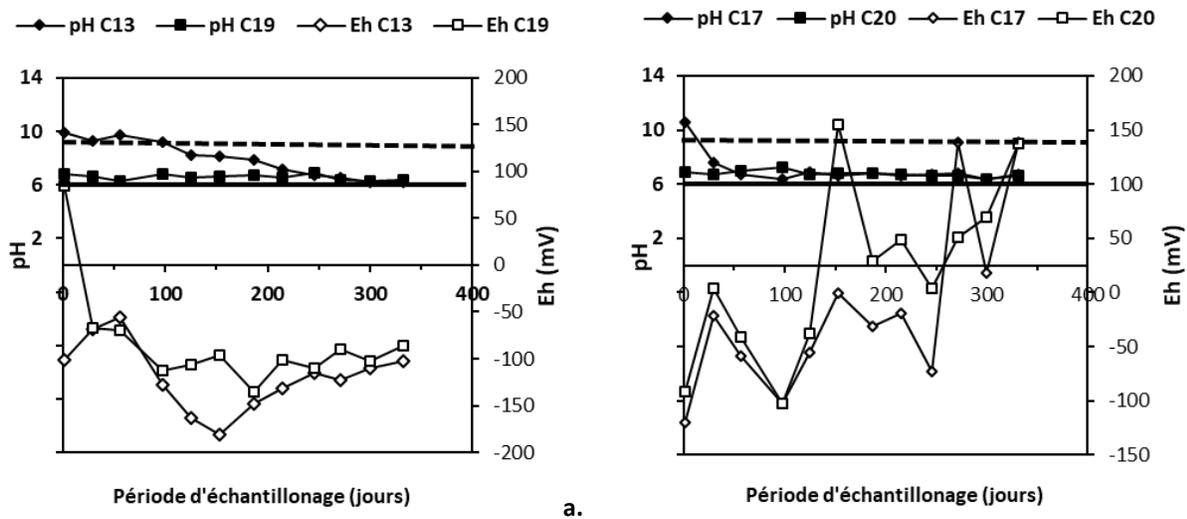


Figure 53 Évolution des valeurs de pH et du Eh dans B2 avec PFCB sous forme de mélange ou de recouvrement en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.) lors des essais cinétiques en colonne

3.3.4.2 Évolution des paramètres géochimiques

Le [Tableau 41](#) présente les concentrations élémentaires (en mg/L) maximales et moyennes (sur 330 jours) des lixiviats pour le biofiltre (B2) avec PFCB sous forme de mélange (C13 et C17) et de recouvrement (C19 et C20) en conditions saturées (C13 et C19) et non-saturées (C17 et C20). Les exigences de la D019 au point de rejet de l'effluent final (concentrations maximales acceptables) sont indiquées pour le Cu, le Fe, le Ni, le Pb et le Zn. Comme dans les [Sections 3.3.2 et 3.3.3](#), le [Tableau 41](#) montre que dans la majorité des cas testés le biofiltre B2 ne respectent pas les exigences de la D019 pour le Fe. Les concentrations maximales en Fe et en Mn (et S sous forme sulfates) sont relativement élevées, probablement en raison d'une accumulation dans les eaux interstitielles avant le lancement des essais. Toutefois et comme évoqué dans la [Section 3.3.3](#), les concentrations moyennes en Fe sont nettement moins importantes, plus particulièrement en conditions non-saturées sachant que la condition frontière appliquée permet le drainage des eaux interstitielles. Il est à noter que les concentrations moyennes en Fe et en Mn sont plus élevées lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de recouvrement

sachant que les pH sont plus faibles ([Section 3.3.4.1](#)) et favorisent l'oxydation des sulfures et la dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn précipités lors du traitement. Pour le Cu, le Pb et le Zn, même si les concentrations maximales sont parfois légèrement plus importantes que les exigences de la D019, les concentrations moyennes sont faibles pour les deux modes d'ajout testés. Concernant le Ni, les exigences de la D019 ne sont globalement pas respectées. Pour rappel et tel que stipulé dans la [Section 3.3.2](#), contrairement à d'autres résidus alcalins l'ajout de PFCB donne généralement des concentrations en Ni plus importantes en raison d'une solubilité plus élevée à des pH proches de la neutralité voire alcalins (Plante, 2010). Toutefois, en conditions saturées et lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de recouvrement (C19) les concentrations moyennes sont plus faibles et les concentrations maximales semblent respecter les exigences de la D019 pour le Ni. Enfin, l'ajout du résidu alcalin sous forme de recouvrement semble également impacter la libération du S (sous forme sulfates) en conditions non-saturées. En effet les concentrations moyennes en S semblent nettement plus faibles que lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme d'amendement. L'ajout d'une couche d'amendement permettrait donc de diminuer la libération du S en contrôlant les réactions d'oxydation des sulfures. Lors de la restauration de sites miniers générateurs de drainage minier acide, des couches de protection sont régulièrement ajoutées en ce sens (pour plus d'informations, voir Aubertin *et al.*, 2016).

Tableau 40 Concentrations élémentaires (mg/L) maximales et moyennes en métaux lors des essais en colonnes

	Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	S	Zn
D019 (mg/L)	-	-	-	0,6	6	-	1	0,4	-	1
Concentrations maximales (mg/L)										
C13	0,9	0,0	0,0	0,2	80	6,9	2,1	0,2	3 912	0,5
C17	0,6	0,3	0,0	1,1	10	5,4	2,9	0,1	3 780	0,5
C19	0,4	0,2	0,0	0,0	136	32	0,5	0,1	1 945	1,3
C20	0,1	0,2	0,0	0,1	47	18	5,9	0,1	1 386	0,7
Concentrations moyennes (mg/L)										
C13	0,2	0,0	0,0	0,0	22	1,6	0,5	0,1	880	0,1
C17	0,1	0,1	0,0	0,1	1,4	2,7	1,0	0,0	1 068	0,2
C19	0,1	0,0	0,0	0,0	61	10	0,1	0,0	1 096	0,2
C20	0,0	0,0	0,0	0,0	10	5,0	1,3	0,0	579	0,3

Les [Figures 54 à 59](#) (a et b) présentent les évolutions moyennes des concentrations cumulées (en mg/kg) les plus importantes (Al, Ca, Fe, Mn, S et Zn) pour les colonnes constituées de B2 avec PFCB (sous forme de mélange ou de recouvrement), en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.). Les taux de libération en conditions saturées et non-saturées des colonnes C13 et C17 ont été présentés dans la [Section 3.3.2](#). Sachant que ces derniers sont relativement faibles et ont mis en exergue une assez bonne stabilité des métaux précipités et/ou retenus sur les biofiltres lors du traitement, les taux de libération des colonnes C19 et C20 ne sont pas présentés dans ce qui suit.

Les [Figures 55 et 58](#) montrent que les moyennes des concentrations cumulées finales les plus élevées correspondent à celles en Ca et en S. Il est à noter qu'indépendamment du mode d'ajout des résidus alcalins, les concentrations cumulées en Ca et en S augmentent progressivement en conditions non-saturées et plus faiblement en conditions saturées sachant que la diffusion de l'oxygène est plus faible (e.g., Awoh, 2012; Aubertin *et al.*, 2016). En outre, l'ajout d'amendement sous forme de recouvrement (C19 et C20) diminue de manière importante les concentrations cumulées finales en Ca dans les lixiviats, ce qui signifierait que les réactions de neutralisation ([Section 3.3.1](#)) sont moins importantes en raison d'une production d'acide plus faible lors des réactions d'oxydation des sulfures. Bien que les concentrations cumulées finales en S soient relativement similaires en conditions saturées pour les deux modes d'ajout testés, en condition non-saturées elles sont plus importantes lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme d'amendement (C17). Il est à noter que les concentrations cumulées en S des colonnes C19 et C20 (en conditions saturées et non-saturées) sont relativement proches. L'ajout du résidu alcalin sous forme de recouvrement (C19 et C20) jouerait le rôle d'une couche de protection permettant de contrôler les réactions d'oxydation des sulfures précipités durant le traitement du DMA et la libération du S (sous forme sulfates) (Aubertin *et al.*, 2016; Bellaloui *et al.*, 1996; Elghali *et al.*, 2019). En effet, en conditions non-saturées et comparativement à un biofiltre B2 sans amendement (C14 – [Section 3.3.3](#)), les concentrations cumulées en Ca et en S dans les lixiviats sont plus faibles.

La [Figure 54](#) présente l'évolution des concentrations cumulées en Al en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.). Indépendamment du mode d'ajout des résidus alcalins, les concentrations cumulées en Al à la fin de la période d'essai sont négligeables (< 1 mg/kg). Les [Figures 56](#) et [57](#) présentent les concentrations cumulées finales en Fe et en Mn pour les deux modes d'ajouts testés en conditions saturées (a.) et non-saturées (b.). Pour rappel ([Section 3.3.4.1](#)), les pH des lixiviats provenant des colonnes C13 et C17 (i.e., ajout du résidu alcalin sous forme de mélange) sont plus élevés que ceux des colonnes C19 et C20 (i.e., ajout d'amendement sous forme de recouvrement). Tel que mentionné précédemment à plusieurs reprises, les valeurs de pH influencent la libération du Fe et du Mn provenant de la dissolution des oxydes et hydroxydes précipités lors du traitement du DMA. Pour les pH plus élevés, les concentrations en Fe et en Mn sont plus faibles et inversement. Par conséquent, les concentrations cumulées finales en Fe et Mn sont plus faibles lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de mélange. Toutefois, il est à noter que l'ajout d'amendement sous forme de recouvrement permet de diminuer la libération du Fe et du Mn comparativement à un biofiltre B2 sans ajout du résidu alcalin (C10 et C14 – [Section 3.3.3](#)). De plus, indépendamment du mode d'ajout des résidus alcalins, les concentrations cumulées finales en Cd, en Cr, en Cu, en Pb et en Zn ([Figure 59](#)) sont négligeables (< 1 mg/kg). Toutefois, pour le Ni et en conditions non-saturées, les concentrations cumulées finales sont comprises entre 1 et 3 mg/kg. En définitive, l'évolution des concentrations cumulées des différents éléments suggère des taux de libération ([Section 3.3.2](#)) globalement plus faibles lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de recouvrement.

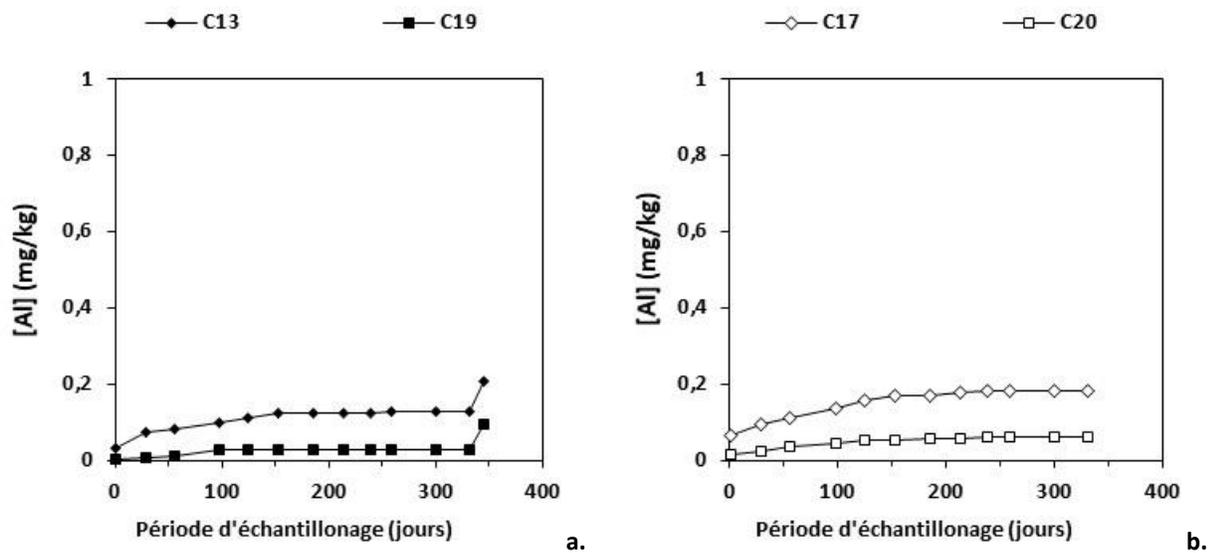


Figure 54 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Al des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

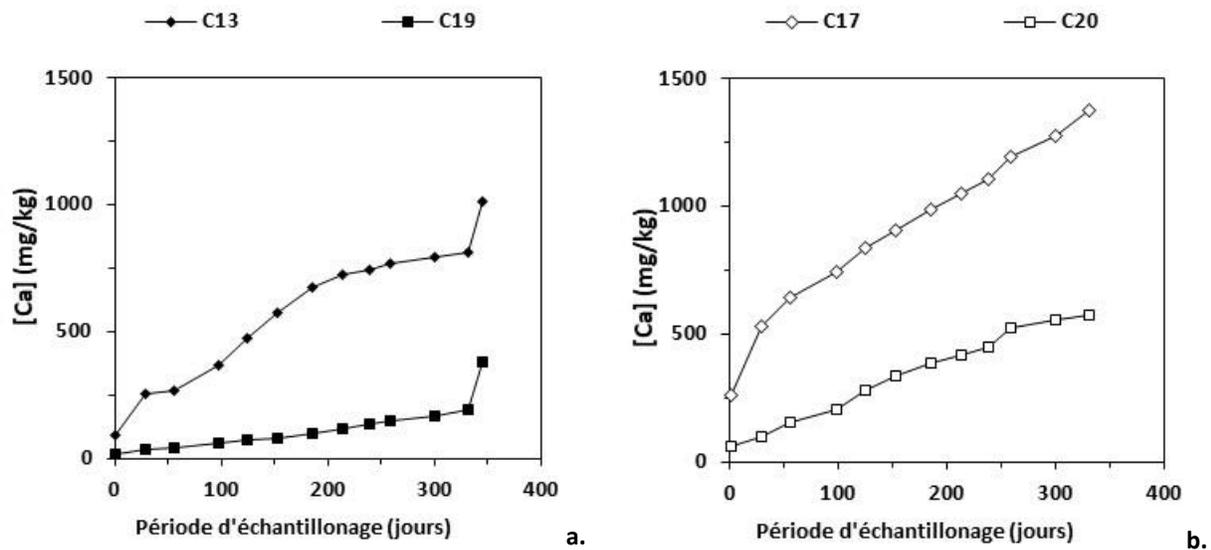


Figure 55 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Ca des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

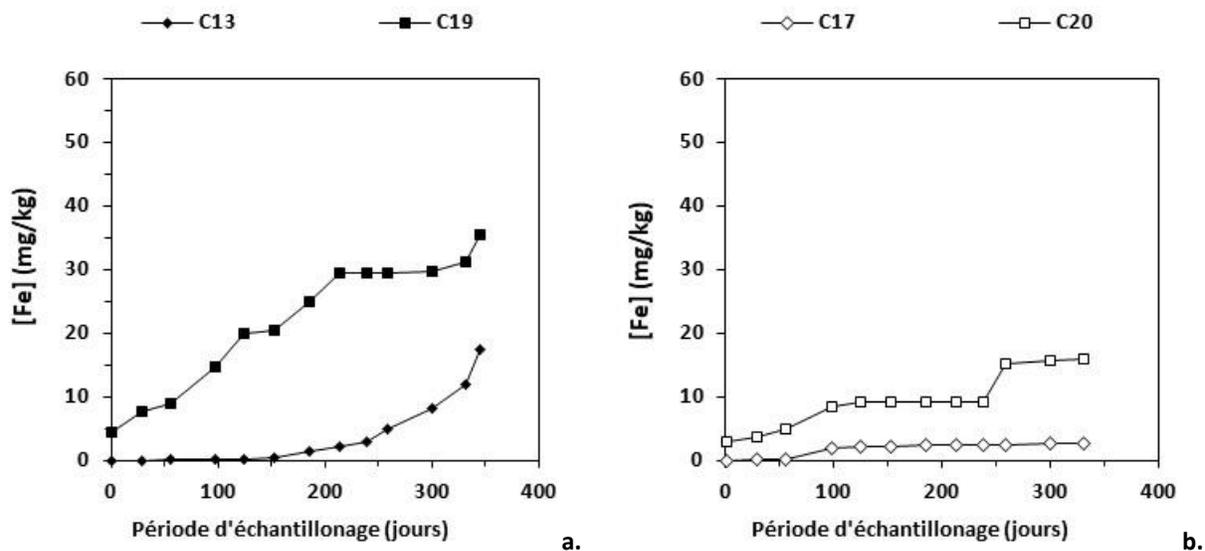


Figure 56 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Fe des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

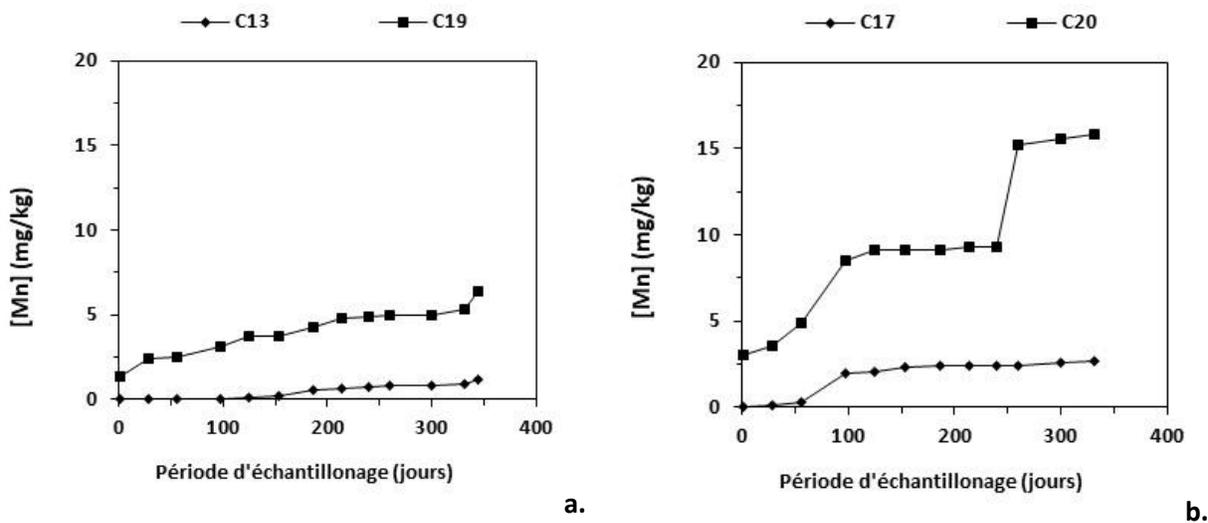


Figure 57 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Mn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

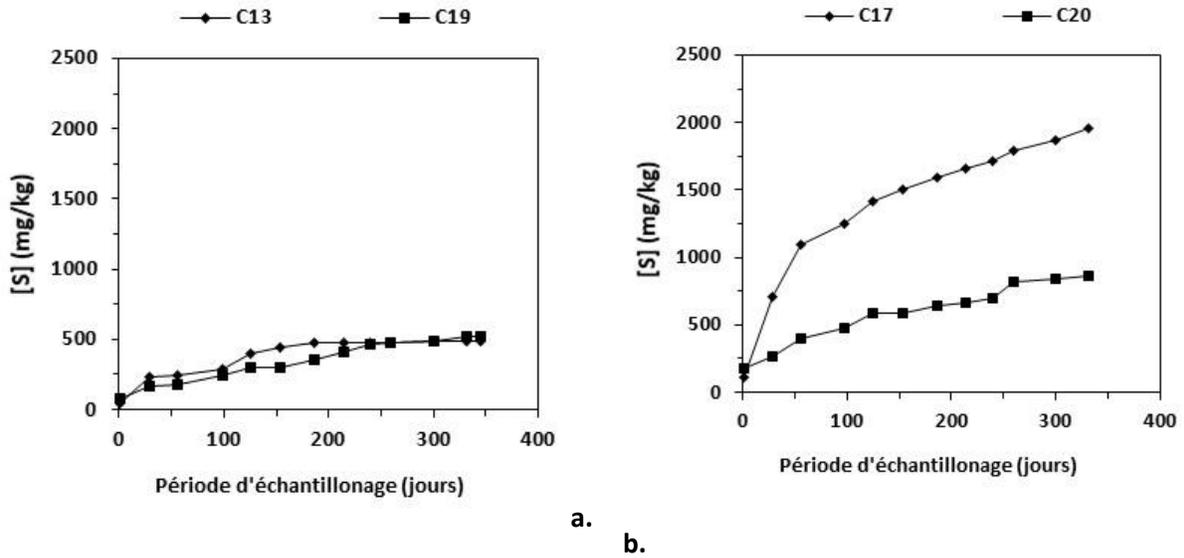


Figure 58 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en S des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

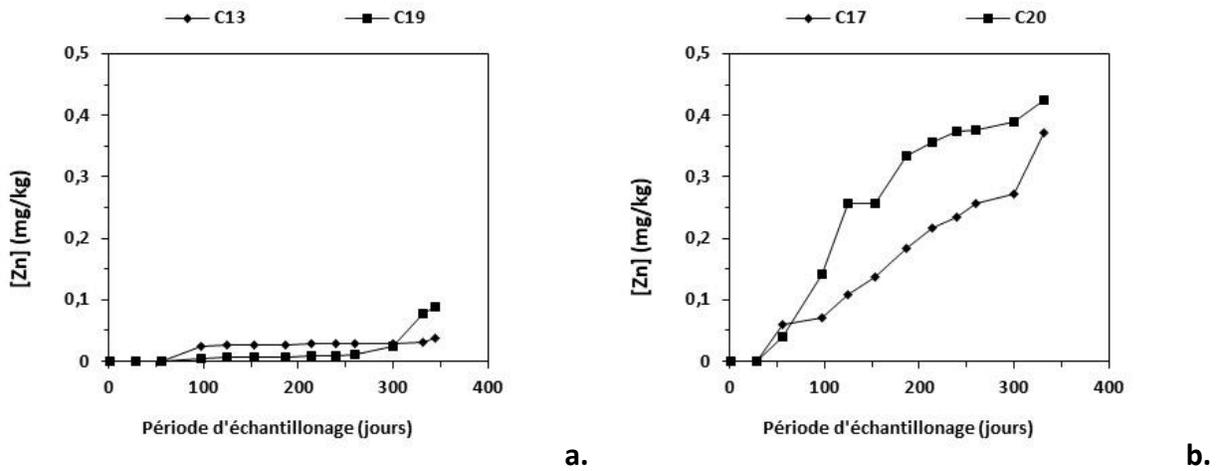


Figure 59 Évolution des concentrations élémentaires cumulées en Zn des lixiviats des colonnes constituées de matériaux post-démantèlement (avec PFCB) du bioréacteur B2 en conditions saturées (a) et non-saturées (b)

En résumé, le suivi des paramètres physico-chimiques et géochimiques des lixiviats des biofiltres B2 (avec PFCB) testés en colonnes avec des modes d'ajout du résidu alcalin distincts (i.e., recouvrement ou sous forme d'amendement), en conditions saturées et non-saturées, permet de tirer plusieurs conclusions. Dans un premier temps, l'ajout du résidu alcalin sous forme de recouvrement donne des valeurs de pH stables en conditions saturées et non-saturées, à la limite du critère de la D019 (pH = 6 – similaire à un biofiltre après utilisation sans amendement), alors que sous forme de mélange les valeurs de pH sont plus élevées à l'état initial (pH \approx 10) et diminuent progressivement à des valeurs proches de 6 (diminution plus rapide en conditions non-saturées – voir [Section 3.3.2](#)). Pour les deux modes d'ajout et en conditions non-saturées, les valeurs de Eh augmentent progressivement jusqu'à être caractéristiques de milieux oxydants. En conditions saturées, les milieux sont réducteurs y compris à long terme, donc moins susceptibles de libérer des métaux et/ou metalloïdes dans l'environnement. Le mode d'ajout du résidu alcalin n'influence pas le potentiel rédox mais affecte le pH. Les exigences de la D019 ne sont pas respectées majoritairement pour le Fe et le Ni. Dans un deuxième temps et en conditions non-saturées, les concentrations cumulées et les taux de libération du Ca et du S sont plus faibles lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de recouvrement, ce qui suggère que les réactions d'oxydation et de neutralisation sont moins importantes que lorsqu'il est directement mélangé avec le biofiltre. L'ajout du résidu alcalin sous forme de recouvrement joue le rôle de couche de protection et permet de contrôler les réactions d'oxydation des sulfures et de neutralisation de l'acidité générée (e.g., Bellaloui *et al.*, 1996). Toutefois et sachant que les pH sont plus faibles, cette approche génère des concentrations en Fe et en Mn plus élevées que lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme de mélange mais plus faibles que le biofiltre sans amendement.

3.3.5 Évolution des BSR, des BHAT et des BSO

Dans l'optique d'évaluer l'impact des amendements et de différents scénarios d'entreposage sur la population bactérienne, les BSR, les BHAT et les BSO ont été dénombrées dans les lixiviats récupérés lors des essais en colonnes (au début, au milieu et à la fin).

Les résultats obtenus pour le suivi des BSR à la sortie des colonnes, présentés au [Tableau 42](#), démontrent une légère diminution de la présence des BSR au cours des essais. Ceci pourrait être expliqué, en partie, par l'épuisement de la matière organique et l'augmentation des valeurs de Eh. Il a été constaté également, que la cinétique des BSR est inversement corrélée à celle du soufre ce qui pourrait traduire la diminution de la sulfato-réduction lors des essais en colonnes voire même l'oxydation des sulfures biogéniques produits lors du traitement du DMA. Que ce soit en conditions saturées, non-saturées ou immergées, et malgré leur diminution, des densités de BSR dépassant $3,4 \times 10^4$ UFC/100 mL ont été quantifiées au bout de 300 jours à la sortie des colonnes. Ceci indique des conditions toujours propices au développement des BSR (e.g., pH, Eh, matière organique). Sachant que les BSR nécessitent des conditions réductrices pour leur croissance, leur présence à la sortie des colonnes non-saturées ($Eh > 0$) pourrait être attribuée à la capacité de leurs systèmes enzymatiques à réduire l'oxygène et à éliminer ses formes réactives ainsi qu'à leur aptitude à former des microniches anoxiques ([voir section- 3.2.2.3](#)) (Dolla et Fournier, 2006; Chamkh, 2011; Fejrioui, 2014; Trolez, 1995). En outre, la configuration des essais en colonnes (environ 19 kg de matériau entreposé dans des colonnes de 15 cm de diamètre et de 100 cm de hauteur) pourrait contribuer également à la création d'endroits anoxiques à l'intérieur des matériaux qui ont conservé un taux d'humidité élevé (> 45%) jusqu'à la fin des essais en raison de leur forte capacité de rétention de l'eau. Seuls les premiers centimètres à la surface, plus exposés aux interactions avec l'atmosphère, n'ont pas conservé cette forte humidité. Néanmoins, une exposition prolongée à des concentrations élevées en oxygène pourrait affecter la survie des BSR dans de telles conditions oxydantes (Coudivat *et al.*, 2016; Fejrioui, 2014)

Contrairement au BSR, une augmentation de la population des BHAT a été notée au cours des essais en colonnes ([Tableau 42](#)). Elle devient de plus en plus importante avec le temps. Il a été constaté que la cinétique de croissance des BHAT semble être plus importante au niveau des colonnes immergées (C9 et C18) et saturées (avec ou sans amendement) qu'au niveau des colonnes non-saturées. Cette observation pourrait être expliquée par la mise en solution de la matière organique contenue dans les matériaux, ce qui la rendrait plus disponible pour la croissance de ces bactéries. De plus, les colonnes immergées et saturées ne subissent pas des étapes de lavage (drainage) comme dans le cas des colonnes non-saturées pouvant ainsi entraîner la lixiviation de la matière organique. Il est important de noter que le pH optimal pour le développement des BHAT se situe entre 2,6 et 6,0 (Rawling, 2002; Guay et Silver, 1975). Toutefois, les mesures de pH à la sortie des colonnes C3 et C4, respectivement composés du biofiltre B1 avec RMB et PFCB, dépassent 9. Ceci pourrait indiquer la présence de bactéries hétérotrophes peu acidophiles voire neutrophiles. En effet, de nombreux travaux antérieurs ont démontré la croissance des bactéries hétérotrophes peu acidophiles pouvant se développer à des pH neutres à alcalins. Ces bactéries initient la diminution progressive du pH afin de permettre la croissance des BHAT (Coudivat *et al.*, 2016; Gamache *et al.*, 2001; Picher, 2002; Sabra *et al.*, 2011; Vachon, 1992). Les concentrations les moins importantes en BHAT ont été observées à la sortie des colonnes non-saturées à l'exception des colonnes C5 (B1 sans amendement) et C14 (B2 sans amendement). Cette observation pourrait mettre en évidence l'impact de différents amendements sur la croissance des BHAT en conditions oxydantes. Sachant que les BHAT sont des chimioorganotrophes strictes qui puisent leur énergie des composés organiques (Harrison, 1984; Grandbois, 2009; Picher, 2002), leur croissance pourrait également contribuer à la diminution des BSR.

D'après le [Tableau 42](#), une faible concentration de BSO a été notée à la fin des essais dans les lixiviats provenant des colonnes insaturés C5 et C14 (B1 et B2 sans amendement). Ces résultats indiquent que les conditions commencent à être propices à la croissance des BSO. Bien que le pH soit d'environ 6 et que la matière organique soit toujours présente, de nombreux auteurs ont démontré la capacité des BSO à croître à des pH allant jusqu'à 9 et en présence de faibles concentrations de matière organique (e.g., *Thiobacillus thioparus*) (Chen et Lin 2001; Coudivat *et*

al., 2016; Fejrioui, 2014; Sasek *et al.*, 2012; Schônborn *et al.*, 1978; Vachon, 1992). Cependant, des concentrations importantes en BSO ont été observées à la sortie des colonnes contenant les RMB (C3, C7, C13 et C16), ce qui pourrait contribuer à la lixiviation importante du soufre (sous forme sulfate) à la sortie des colonnes C3, C7, C13 et C16. Sachant que les RMB sont riches en Na, ceci pourrait traduire la présence d'une BSO halotolérante telle que *Thiobacillus prosperus*, capable de se développer en présence de 6% NaCl (Picher, 2002).

Tableau 41 Évolution de la densité des BSR, des BHAT et des BSO (en UFC/100 mL) présentes dans les lixiviats récupérés à la sortie des colonnes

Jours		BSR			BHAT			BSO			
		10	180	300	15	180	315	15	180	315	
B1	Conditions saturées	C1	2,17 E+04	6,71E+02	1,57E+03	0,00E+00	2,40E+02	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
		C2	3,83 E+04	8,49E+02	1,69E+04	0,00E+00	4,60E+02	1,10E+03	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
		C3	2,24 E+05	2,57E+05	8,81E+05	3,60E+00	3,00E+00	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	2,40E+02
		C4	9,29 E+05	4,60E+02	2,71E+02	0,00E+00	0,00E+00	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
	Conditions non-saturées	C5	3,08 E+05	9,12E+03	7,13E+02	0,00E+00	2,00E+01	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	9,20E+00
		C6	9,88 E+04	4,49E+02	2,98E+03	0,00E+00	3,00E+00	2,90E+01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
		C7	2,23 E+05	5,71E+02	7,43E+03	0,00E+00	3,60E+00	2,40E+02	0,00E+00	0,00E+00	2,40E+02
		C8	1,45 E+05	3,00E+02	8,68E+02	0,00E+00	6,20E+01	2,40E+02	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
	Conditions immergées	C9	1,86 E+05	8,49E+02	4,17E+03	0,00E+00	1,10E+03	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
B2	Conditions saturées	C10	3,68 E+04	1,47E+03	7,20E+00	0,00E+00	0,00E+00	4,30E+01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
		C11	1,75 E+05	1,80E+02	8,68E+02	0,00E+00	0,00E+00	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
		C12	1,30 E+05	1,22E+04	2,97E+04	0,00E+00	0,00E+00	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	> 1100
		C13	2,70 E+05	1,01E+05	5,93E+03	0,00E+00	3,60E+00	2,90E+02	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
	Conditions non-saturées	C14	1,75 E+05	5,11E+02	2,97E+04	0,00E+00	1,60E+01	> 1100	0,00E+00	0,00E+00	2,30E+01
Conditions immergées	C15	2,52 E+05	8,38E+03	3,72E+04	0,00E+00	2,10E+01	2,30E+01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	
	C16	4,45 E+04	1,40E+03	1,23E+03	2,80E+01	2,90E+02	2,40E+02	0,00E+00	0,00E+00	2,40E+02	
	C17	3,68 E+04	1,71E+03	5,93E+03	0,00E+00	1,40E+01	3,60E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	
	C18	1,48 E+05	7,28E+02	4,70E+03	0,00E+00	9,30E+01	1,10E+03	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	

3.3.6 Synthèse des essais en colonnes

Vingt essais en colonnes ont été réalisés au laboratoire afin de tester différents scénarios de gestion des biofiltres B1 et B2. Les objectifs spécifiques visaient à comparer la performance de trois types d'amendement (CC, PFCB et RMB), trois modes d'entreposage (saturé, non-saturé et immergé) et de deux méthodes d'ajout des résidus alcalins sur la stabilité des deux biofiltres (après utilisation) à long terme.

Concernant les trois types de résidus alcalins testés (CC, RMB et PFCB) sur deux types de biofiltres (B1 et B2), les résultats des essais cinétiques ont mis en évidence des performances distinctes. Dans les conditions testées et bien que les métaux précipités et/ou retenus lors du traitement du DMA soient relativement stables, l'ajout de CC n'a pas permis d'améliorer les propriétés physico-chimiques des deux biofiltres après utilisation et donne des pH à la limite inférieure du critère de la D019 (pH = 6). En effet, certains auteurs ont démontré que sous certaines conditions physico-chimiques la capacité des CC à stabiliser des métaux était moindre (e.g., Pérez-Lopez *et al.*, 2007). Toutefois et comme cela est mentionné dans diverses études (e.g., Duchesne et Reardon, 1998; Kaur *et al.*, 2018; Paradis *et al.*, 2006; Santona *et al.*, 2006), l'ajout de RMB et de PFCB peut permettre de stabiliser les pH à des valeurs plus élevées et de limiter la libération des métaux dans l'environnement à long terme. Cette stabilité a principalement été confirmée en conditions saturées et pour le biofiltre (après utilisation) B1 disposant d'une plus faible quantité de métaux précipités et/ou retenus lors du traitement du DMA. En conditions non-saturées, les milieux deviennent oxydants à travers le temps et la diffusion de l'oxygène est plus élevée, favorisant ainsi les réactions d'oxydation de sulfures métalliques ainsi que la production de sulfates et d'acidité (i.e., diminution progressive des pH à des valeurs proches de 6). Pour les quantités d'amendement testées, les réactions de neutralisation de l'acidité (impliquant des minéraux comprenant du Ca présents dans les résidus alcalins) n'ont pas été suffisantes pour maintenir à long terme des pH à des valeurs plus élevées. Ces conditions physico-chimiques ont alors favorisé la solubilité du Fe et du Mn (voir les diagrammes de Pourbaix) précipités lors du traitement ainsi que la libération des métaux retenus sur les phases solubles et carbonatées tel que le Ni. En outre, bien que l'utilisation de PFCB puisse permettre de maintenir des pH plus élevés en raison

d'un fort potentiel de neutralisation, elle ne permet pas de répondre aux exigences de la D019 pour le Ni sachant que sa solubilité est plus élevée dans ces conditions (Plante, 2010). En définitive, seul l'ajout de RMB permettrait de respecter les exigences de la D019 et de limiter la libération du Fe et du Mn. En effet, indépendamment de sa plus forte capacité d'adsorption et même si ce-dernier augmente la libération du S (sous formes sulfates – e.g., Paradis *et al.*, 2006), il semble être l'amendement le plus approprié pour la stabilisation des biofiltres à long terme.

Concernant le mode d'entreposage (saturé, non-saturé et immergé), il est bien connu que l'augmentation du taux de saturation favorise généralement la réduction de la diffusion de l'oxygène, ce qui peut permettre de contrôler les réactions d'oxydation des sulfures et la génération d'acidité (Awoh, 2012 ; Aubertin *et al.*, 2016). En effet, les taux de libération des métaux et l'épuisement du S et du Ca (intervenant dans les réactions de neutralisation) sont très faibles en conditions saturées et négligeables en conditions immergées. En outre, pour des biofiltres après utilisation sans ajout de résidus alcalins, le mode d'entreposage influence plus particulièrement les conditions rédox des milieux mais n'a aucun impact sur les valeurs de pH (proches de 6 durant toute la période des essais – limite inférieure au critère de la D019). En conditions saturées et immergées les valeurs de Eh décrivent des milieux réducteurs alors qu'en conditions non-saturées les milieux deviennent oxydants et peuvent favoriser les réactions d'oxydation des sulfures ainsi que la libération des métaux dans l'environnement. Tel que mentionné précédemment, ces conditions physico-chimiques peuvent également favoriser la dissolution d'autres précipitats métalliques formés lors du traitement du DMA, à savoir les oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn. Toutefois, plus le taux de saturation augmente plus la libération du Fe et du Mn est faible. En définitive, l'entreposage des biofiltres après utilisation en conditions saturées ou immergées semble être la meilleure approche pour garantir leur stabilité à long terme, notamment pour des biofiltres contaminés (après utilisation) fortement chargés en sulfures et en oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn (e.g., B2).

Concernant le mode d'ajout des résidus alcalins (sous forme d'amendement ou de recouvrement), le fait d'ajouter le résidu alcalin sous forme de recouvrement permet de créer une couche de protection (e.g., Aubertin *et al.*, 2016; Bellaloui *et al.*, 1996; Elghali *et al.*, 2019) qui limite les réactions d'oxydation des sulfures précipités lors du traitement du DMA, donc la

production d'acidité et les réactions de neutralisation associées. Bellaloui *et al.* (1996) ont notamment montré que l'hydratation de ce type de résidu peut conduire à la formation d'une couche peu perméable qui empêche la diffusion de l'oxygène à court terme. Cependant et contrairement à l'ajout d'amendement (sous forme de mélange) (Bellaloui *et al.*, 1996), cette approche ne permet pas d'améliorer les conditions physico-chimiques des lixiviats provenant des biofiltres après utilisation (pH = 6 – limite inférieure de la D019), ce qui augmente la solubilité du Fe et du Mn. Lorsque le résidu alcalin est ajouté sous forme d'amendement, les pH plus élevés peuvent permettre de limiter la dissolution des oxydes et des hydroxydes de Fe et de Mn. Dans un tel cas, le potentiel de neutralisation de l'amendement et les quantités utilisées devront être adaptés aux conditions d'entreposage envisagées (i.e., saturée, non-saturées ou immergées) et aux caractéristiques du biofiltre après utilisation pour garantir une stabilisation à plus ou moins long terme, tout en limitant la libération du Fe et du Mn dans l'environnement. Quoiqu'il en soit et tel que stipulé précédemment, dans la majorité des cas l'utilisation de PFCB ne permet pas de respecter les exigences de la D019 concernant le Ni.

Pour conclure, dans les conditions testées au laboratoire, l'utilisation du RMB permettrait de stabiliser les deux types de biofiltres après utilisation et de respecter les exigences de la D019 (sauf pour le Fe), et ce, même si elle favorise la libération de sulfates. L'utilisation des CC, moins dispendieuse et plus accessible en Abitibi-Témiscamingue (Genty *et al.*, 2012a), n'a pas donné de résultats satisfaisants et l'utilisation de PFCB favorise la mobilité du Ni. En conditions saturées et immergées, la stabilité des biofiltres à long terme est supérieure sachant que la diffusion d'oxygène est plus faible et que les milieux sont réducteurs, donc que les réactions d'oxydation et de neutralisation ainsi que la libération des métaux sont relativement négligeables. Bien que le mode d'entreposage en conditions immergées a parfois été appliqué pour restaurer des sites miniers générateurs de DMA, il reste relativement dispendieux et la remise en suspension de particules fines par l'action du vent peut quand bien même engendrer une contamination environnementale dépendamment de la hauteur de la couche d'eau et de l'ajout ou non d'une couche de protection pour limiter ce phénomène (pour plus d'informations, voir Awoh, 2012). Quoiqu'il en soit, l'ajout de résidu alcalin en conditions saturées est recommandé afin de garantir des pH supérieurs à la neutralité et de diminuer au maximum la dissolution naturelle des oxydes

et des hydroxydes de Fe et de Mn. Pour ce faire, l'ajout de résidu alcalin doit se faire sous forme d'amendement et non sous forme de recouvrement. L'ajout de résidu alcalin sous forme de recouvrement ne permet pas d'améliorer les propriétés physico-chimiques des biofiltres après utilisation, et ce, même si cette approche est techniquement plus facile à mettre en place.

3.4 Détermination du potentiel de lixiviation des biofiltres contaminés (B1 et B2) après leur entreposage dans différentes conditions, avec ou sans amendement

Les mélanges pré (B1 et B2 après utilisation) et post-essais cinétiques en colonnes (de C1 à C20) ont été soumis à des tests de lixiviation afin d'évaluer la mobilité des métaux. Le caractère lixiviable de ces métaux a été estimé à l'aide de trois tests statiques d'évaluation de la disponibilité des métaux qui sont le test TCLP, le test SPLP ainsi que le TE. La comparaison des résultats des tests TCLP avec les valeurs limites définies dans la D019 ou le Règlement sur les matières dangereuses permet de déterminer si un rejet est considéré comme à risque élevé (D019) ou comme matière dangereuse (Gouvernement du Québec, 2019)

Le [Tableau 43](#) présente les résultats obtenus suite aux différents tests de lixiviation réalisés sur les biofiltres contaminés, sans amendement, avant et après les essais en colonnes. À première vue et à l'exception du Mn, on remarque que les teneurs en métaux mesurées dans les lixiviats issus des tests réalisés sur le biofiltre contaminé B1 post-colonnes sont supérieures à celles mesurées dans les lixiviats issus des matériaux pré-colonnes. Ceci pourrait être attribué d'une part à l'épuisement de la matière organique qui a un pouvoir tampon et/ou au vieillissement des matériaux. Après son utilisation pour le traitement de DMA, le biofiltre B1 a été conservé pendant plus d'un an à 4°C avant son entreposage en colonnes. En effet, de nombreux travaux antérieurs ont démontré que le vieillissement des matériaux (e.g., résidus miniers) provoque leur altération ce qui augmente leur réactivité et change leur comportement géochimique (Bassolé, 2016; Dang et al, 2002; McLemore *et al.*, 2014; Plante, 2010; Plante *et al.*, 2011; Shanmuganathan *et al.*, 2008; Yang *et al.*, 2017; Wilson, 2004). Ceci pourrait se traduire par un réarrangement des mécanismes de rétention des métaux qui faciliterait leur libération et/ou la formation de minéraux secondaires plus solubles. En effet, Bassolé (2016) a démontré que différents processus géochimiques interviennent lors des essais cinétiques, ce qui semble influencer la lixiviation et la

distribution des métaux dans les différentes phases minérales. Cornell et Schwertmann, (2003) ont également mis en évidence l'effet de l'âge sur la solubilité des minéraux en particulier les oxydes et les hydroxydes. Ils ont démontré que la solubilité d'un minéral est proportionnelle à son âge. Pour les matériaux issus du biofiltre B2 et à l'exception du Cd, du Cu et du S, la majorité des métaux (Al, Cr, Fe, Mn, Ni et Zn) a été lixiviée en grandes quantités à partir des matériaux pré-colonnes. Ceci pourrait s'expliquer par sa charge importante en métaux et par sa granulométrie grossière. Il à noter que la granulométrie est le paramètre physique le plus important qui affecte la solubilité des minéraux (e.g., oxydes et hydroxydes de Fe) (Cornell et Schwertmann, 2003). Dans notre cas, la taille grossière des copeaux de bois utilisés dans le mélange réactif du biofiltre B2 va permettre un accès plus facile et plus rapide de l'oxygène aux contaminants métalliques ayant été immobilisés au sein de ces matériaux. Ceci favoriserait leur oxydation/dissolution et leur désorption. Rappelons que les résultats de l'extraction séquentielle réalisée sur le biofiltre B2 pré-colonnes ont démontré que le Fe, le Mn, le Ni et le Zn sont principalement associés à la phase réductible sous forme d'oxydes et d'hydroxydes (Fraction 3) et que le Mn, le Ni et le Zn semblent aussi être associés à la phase carbonatée (Fraction 2) ainsi qu'aux phases solubles et échangeables (Fraction 1). Ce qui pourrait également expliquer leur caractère lixiviable et donc la dangerosité des biofiltres après utilisation.

En définitive, sur le plan géochimique les biofiltres B1 et B2 se comportent différemment. Ces différences peuvent être expliquées par des transformations minéralogiques [précipitation de minéraux secondaires] et/ou des mécanismes de rétention [sorption versus (co-) précipitation] dans les matériaux au cours du temps et selon les modes d'entreposage testés (saturés, non-saturés et immergés). Ces résultats viennent confirmer ceux obtenus par Bassolé (2016) qui a démontré que les essais de lixiviation ne se sont pas recommandés pour la prédiction du comportement hydrogéochimique des matériaux à long terme. De ce fait, une caractérisation plus poussée (e.g., minéralogique) pourrait confirmer ou infirmer l'ensemble des hypothèses suggérées précédemment.

Afin de statuer sur la dangerosité des matériaux pré- et post-colonnes, nous nous sommes basés sur les teneurs en métaux mesurées dans les fluides d'extraction issus du test TCLP. Contrairement au B2, les résultats montrent que le biofiltre B1 pré-colonnes, n'est pas considéré

comme un matériau à risque élevé ou dangereux, ce qui semble coïncider avec les résultats obtenus par Jouini *et al.*, (2019) ainsi que Simonton *et al.*, (2000), et ce, bien que la composition initiale des biofiltres soit différente. Quoiqu'il en soit ces résultats viennent confirmer que les métaux sont majoritairement associés à des phases stables. Toutefois, le biofiltre B1 post-colonnes est considéré comme à risque élevé, ou comme matière résiduelle dangereuse, étant donné que les teneurs en Cd dépassent les limites fixées par la D019 (établie pour les rejets) et l'US EPA de 50, 180 et 88% dans les matériaux (sans amendement) issus des colonnes C1 (en conditions saturées), C5 (en conditions non-saturées) et C9 (en conditions immergées) respectivement. Quant au biofiltre B2, les teneurs en Cd dépassent les exigences de 72% dans le biofiltre pré-colonnes. Ces résultats corroborent ceux obtenus par Kousi *et al.*, (2018) qui ont mis en évidence la dangerosité des boues produites lors du traitement d'un DMA synthétique par les BSR. Pour le biofiltre B2 post-colonnes, les teneurs en Cd ont dépassé les exigences de 292, 466 et 347% dans les matériaux (sans amendement) issus des colonnes C10 (en conditions saturées), C14 (en conditions non-saturées) et C18 (en conditions immergées).

Les résultats des extractions SPLP, simulant les pluies acides, sont résumés dans le [Tableau 43](#). Une comparaison des teneurs en métaux mesurées dans les lixiviats SPLP avec les limites de la D019 établies pour les résidus, indique que seuls les matériaux (B1 et B2 sans amendement) issus des colonnes C1, C9 et C18 (en conditions saturées ou immergées) sont lixiviables une fois en contact avec les pluies acides. En effet, les teneurs en Cd dépassent de 20, 88 et 22% les exigences de la D019 dans les matériaux issus des colonnes C1, C9 et C18 respectivement. Ceci pourrait indiquer un réarrangement des mécanismes de rétention des métaux lors des essais cinétiques. Bien que les travaux de Genty *et al.*, (2012c) ont mis en évidence le caractère lixiviable des BPSR contaminés dans ces conditions (pluies acides), dans cette étude aucun des biofiltres pré-colonnes n'a montré un caractère lixiviable. Toutefois, selon les résultats résumés dans le [Tableau 43](#), le TE a pu lixivier des quantités en Fe et en Ni qui dépassent les exigences de la D019 établies pour les effluents, que ce soit pour le biofiltre B1 ou B2 post-colonnes. Ceci indique que ces matériaux sont potentiellement lixiviables et confirme les résultats obtenus par le test TCLP. Il est à noter que ces résultats vont à l'encontre des observations réalisées par Simonton *et al.*, (2000) sur des mélanges relativement similaires à des biofiltres. En effet, ces derniers ont mis en

évidence une assez bonne stabilité des métaux (loides) après plusieurs cycles séchage-mouillage à l'eau déionisée.

En définitive, pour les deux biofiltres étudiés et pour la majorité des éléments, les teneurs en éléments mesurées dans les lixiviats issus du test TCLP sont plus élevées que dans les lixiviats issus du test SPLP et du TE. Ces résultats corroborent ceux obtenus par Reid et Cohen (2000) ainsi que ceux obtenus par Bassolé (2016) et Coudert (2013). Le test TCLP mobilise plus de métaux que le test SPLP et le TE étant donné la forte affinité entre l'acide acétique et certains métaux (e.g., Fe, Cd) pour former des complexes stables et solubles. Pour les biofiltres pré- et post-colonnes, le Mn a été plus lixivié par le test SPLP. Pour les biofiltres post-colonnes (B1 et B2 sans amendement), le Fe a été plus lixivié par le test SPLP à partir des matériaux ayant été entreposés en conditions oxydantes (C5 et C14). Cependant, pour le biofiltre B1 post-colonnes, le Ni et le Zn ont été plus lixiviés par le test SPLP à partir des matériaux ayant été entreposés en conditions réductrices (C1 et C9). En effet, des études antérieures ont démontré que le Ni et le Zn sont davantage mobiles en milieux acides. Toutefois, ils sont plus lixiviés par le test TCLP en conditions oxydantes (Al-Abed *et al.*, 2008; Bassolé, 2016).

Tableau 42 Disponibilités des métaux (TCLP, SPLP, eau neutre) dans les biofiltres B1 et B2 pré- et post-colonnes (mg/L)

	Test	Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn	
Normes	D019 ¹ /RMD	-	-	0,5	5	-	-	-	-	-	5	-	-	
	D019 ²	-	-	-	-	0,6	6	-	1	-	0,4	-	1	
B1	B1³	TCLP	0,06	388	0,01	0	0,01	0,37	10,58	0,21	0,32	0,02	266	0,89
		SPLP	0,03	540	0,01	0,01	0,02	0,66	18,69	0,2	0,13	0,01	493	0,35
		TE	0,05	290	0	0	0,03	0,45	4,59	0,01	0,09	0,01	256	0,14
	C1⁴	TCLP	1,05	261	0,74	0,01	0,01	104	7,78	2,82	0,26	0,02	169	2,43
		SPLP	1,75	433	0,60	0,00	0,00	82,1	10,7	3,33	0,42	0,01	354	2,72
		TE	1,93	168	0,46	0,00	0,02	12,8	4,24	1,97	0,31	0,02	135	1,90
	C5⁴	TCLP	1,05	497	1,40	0,01	0,02	1,28	8,34	3,44	0,35	0,03	334	5,86
		SPLP	0,31	595	0,18	0,00	0,00	56,5	13,1	2,35	0,37	0,00	507	1,22
		TE	0,63	182	0,00	0,00	0,04	9,70	0,71	0,50	0,22	0,01	101	0,07
C9⁴	TCLP	0,78	546	1,84	0,00	0,01	0,50	4,42	3,03	0,12	0,02	213	2,71	
	SPLP	3,75	470	0,94	0,00	0,01	0,08	7,32	6,12	0,06	0,03	387	5,29	
	TE	0,96	190	0,60	0,00	0,00	0,09	4,24	2,88	0,02	0,01	169	4,01	
B2	B2³	TCLP	8,53	1325	0,86	1,61	<0,024	110,27	3,57	7,41	4,98	0,16	141	6,04
		SPLP	0,05	77	<0,001	<0,004	<0,024	0,09	0,06	0,21	0,04	<0,023	136	<0,012
		TE	0,05	132	<0,001	<0,004	<0,024	0,06	0,46	0,62	<0,048	0,03	246	<0,012
	C10⁴	TCLP	0,18	1 205	1,96	0,01	0,24	24,2	1,82	5,04	0,13	0,01	295	5,94
		SPLP	0,11	621	0,43	0,00	0,02	0,98	1,40	3,11	0,20	0,01	464	0,98
		TE	0,80	514	0,35	0,11	0,21	0,06	1,06	2,17	1,27	0,03	384	0,86
	C14⁴	TCLP	0,46	1 430	2,83	0,06	0,46	8,62	1,15	4,68	0,44	0,03	439	5,17
		SPLP	0,90	604	0,48	0,07	0,14	12,6	0,36	1,69	0,62	0,02	463	0,94
		TE	0,39	534	0,30	0,04	0,07	5,73	0,17	0,99	0,27	0,03	398	0,48
	C18⁴	TCLP	0,27	1 360	2,37	0,03	0,34	2,14	1,33	7,08	0,29	0,02	382	7,24
		SPLP	0,09	605	0,61	0,00	0,03	0,45	0,35	4,23	0,15	0,01	461	1,56
		TE	0,12	512	0,36	0,00	0,01	0,02	0,14	2,51	0,10	0,01	368	0,90

¹ D019 pour les rejets

² D019 pour les effluents miniers

³ Biofiltres post-démantèlement

⁴ Colonnes post-démantèlement

Le [Tableau 44](#) présente les résultats obtenus suite aux différents tests de lixiviation réalisés sur les biofiltres contaminés B1 et B2 (avec amendement) après les essais en colonnes en conditions saturées ou non-saturées. À titre de comparaison, les résultats des tests de lixiviation réalisés sur les biofiltres B1 et B2 sans amendement (C1, C5, C10 et C14) sont également indiqués. Pour rappel, des CC ont été ajoutés dans les biofiltres B1 et B2 des colonnes C2, C6, C11 et C15; des RMB ont été ajoutés dans les biofiltres des colonnes C3, C7, C12 et C16; des PFCB ont été ajoutés dans les colonnes C4, C8, C13 et C17. Les principaux résultats sont résumés dans ce qui suit.

Indépendamment des conditions d'entreposage, les concentrations en Cr, en Cu et en Pb dans les lixiviats des différents tests réalisés respectent les exigences environnementales (D019 et RMD). Toutefois, dans la majorité des cas, les biofiltres B1 et B2 avec amendement sont considérés comme étant à risque élevé ou dangereux sachant que les teneurs en Cd dépassent les limites fixées par la D019 établies pour les rejets et l'US EPA, et ce, plus particulièrement pour ceux entreposés en conditions non-saturées (C5 à C8 et C14 à C17) ou davantage chargés en métaux (B2 : C10 à C17). Nonobstant cet état de fait, l'ajout d'amendement (CC, RMB ou PFCB) peut permettre dans certaines conditions de diminuer suffisamment les concentrations en Cd (et en Ni). En effet, les concentrations en Cd dans les lixiviats provenant des biofiltres contaminés B1 (entreposés en conditions saturées) avec RMB (C3) et PFCB (C4) ont respectivement diminué de 100 et 80% le caractère lixiviable de ces matériaux par rapport au biofiltre sans amendement (C1). Ces biofiltres ne sont pas considérés comme étant à risque élevé ou dangereux. Il est à noter que l'ajout de CC dans le B1 entreposé en conditions saturées ne permet pas de diminuer suffisamment les teneurs en Cd (environ 26%) pour respecter les exigences. Cependant, les résultats issus du TE ont montré des quantités lixiviées en Fe, en Ni et en Zn qui dépassent parfois les exigences de la D019 établies pour les effluents. Pour le biofiltre B1 entreposé en conditions saturées, l'ajout de RMB (C3) et de PFCB (C4) ne permet pas de respecter les exigences de la D019 (pour les effluents) pour le Fe et le Ni. Enfin, il est intéressant de remarquer qu'en raison de leur composition chimique, l'ajout de RMB (riche en oxydes et hydroxydes d'Al) et de PFCB (riche en oxydes de Ca) donne respectivement des concentrations en Al et Ca plus importantes notamment lors des essais TCLP.

Tableau 43 Disponibilités des métaux (TCLP, SPLP, TE) évaluées pour les différents mélanges avec amendement lors du démantèlement des colonnes (mg/L)

		Al	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	P	Pb	S	Zn	
Normes	D019 ¹ /RMD	-	-	0,5	5	-	-	-	-	-	5	-	-	
	D019 ²	-	-	-	-	0,6	6	-	1	-	0,4	-	1	
B1 – Conditions saturées	C1	TCLP	1,05	261	0,74	0,01	0,01	104	7,78	2,82	0,26	0,02	169	2,43
		SPLP	1,75	433	0,60	0,00	0,00	82,1	10,7	3,33	0,42	0,01	354	2,72
		TE	1,93	168	0,46	0,00	0,02	12,8	4,24	1,97	0,31	0,02	135	1,90
	C2	TCLP	1,63	502	0,55	0,01	0,01	2,66	20,4	2,56	0,26	0,02	155	3,61
		SPLP	0,47	343	0,00	0,00	0,00	9,93	10,1	0,15	0,17	0,03	242	0,18
		TE	0,32	228	0,00	0,00	0,00	3,53	6,72	0,09	0,09	0,03	153	0,15
	C3	TCLP	8,93	504	0,00	0,01	0,01	223	7,07	0,89	0,10	0,01	44,2	0,27
		SPLP	16,0	24,7	0,04	0,10	0,01	14,8	0,34	0,17	1,52	0,03	64,4	0,49
		TE	9,95	78,8	0,07	0,07	0,01	9,03	0,52	0,28	0,94	0,06	80,5	0,71
	C4	TCLP	0,33	1 710	0,15	0,01	0,01	102	8,51	1,12	0,42	0,01	223	0,50
		SPLP	0,43	334	0,01	0,00	0,07	20,0	1,13	0,98	0,40	0,00	207	0,21
		TE	0,21	391	0,12	0,00	0,00	25,7	6,74	1,37	0,24	0,00	322	0,72
C5	TCLP	1,05	497	1,40	0,01	0,02	1,28	8,34	3,44	0,35	0,03	334	5,86	
	SPLP	0,31	595	0,18	0,00	0,00	56,5	13,1	2,35	0,37	0,00	507	1,22	
	TE	0,63	182	0,00	0,00	0,04	9,70	0,71	0,50	0,22	0,01	101	0,07	
B1 – Conditions non-saturées	C6	TCLP	0,74	602	0,72	0,01	0,01	0,60	10,5	1,97	0,25	0,02	195	2,88
		SPLP	0,23	425	0,02	0,00	0,00	0,38	0,14	0,11	0,07	0,03	313	0,20
		TE	0,20	262	0,01	0,00	0,00	0,14	0,05	0,05	0,08	0,01	190	0,21
C7	TCLP	12,8	535	0,61	0,01	0,01	0,71	6,74	1,85	0,09	0,01	212	1,16	
	SPLP	0,30	278	0,00	0,00	0,00	0,30	2,74	0,13	0,06	0,01	393	0,19	
	TE	0,39	155	0,00	0,00	0,00	0,35	1,16	0,07	0,04	0,03	195	0,13	
C8	TCLP	1,11	2 310	0,50	0,01	0,01	20,9	9,32	1,65	0,24	0,00	279	1,38	
	SPLP	0,44	562	0,01	0,00	0,01	0,89	1,45	0,20	0,17	0,02	414	0,33	
	TE	0,40	406	0,01	0,00	0,01	0,78	0,88	0,13	0,12	0,01	285	0,26	
B2 – Conditions saturées	C10	TCLP	0,18	1 205	1,96	0,01	0,24	0,98	1,82	5,04	0,13	0,01	295	5,94
		SPLP	0,11	621	0,43	0,00	0,02	0,06	1,40	3,11	0,20	0,01	464	0,98
		TE	0,80	514	0,35	0,11	0,21	24,2	1,06	2,17	1,27	0,03	384	0,86
C11	TCLP	0,26	1 150	1,25	0,01	0,35	0,47	1,61	4,66	0,07	0,01	325	5,42	
	SPLP	0,07	595	0,27	0,00	0,01	0,04	0,26	2,14	0,07	0,01	471	0,95	

	TE	0,07	422	0,19	0,00	0,00	0,08	0,21	1,52	0,07	0,01	320	0,65	
B2 – Conditions non-saturées	C12	TCLP	10,4	1 050	0,95	0,02	0,13	2,45	0,78	2,34	0,05	0,01	227	3,72
		SPLP	0,08	387	0,04	0,00	0,00	0,21	11,5	0,56	0,02	0,00	416	0,48
		TE	0,07	210	0,02	0,00	0,00	0,05	0,04	0,22	0,01	0,01	221	0,09
	C13	TCLP	0,47	1 520	1,35	0,03	0,10	5,46	3,35	4,24	0,33	0,02	344	5,24
		SPLP	0,14	636	0,28	0,00	0,01	0,07	2,19	1,94	0,14	0,01	477	0,85
		TE	0,11	444	0,10	0,00	0,01	0,00	1,01	0,86	0,12	0,00	326	0,34
	C14	TCLP	0,46	1 430	2,83	0,06	0,46	8,62	1,15	4,68	0,44	0,03	439	5,17
		SPLP	0,90	604	0,48	0,07	0,14	12,6	0,36	1,69	0,62	0,02	463	0,94
		TE	0,39	534	0,30	0,04	0,07	5,73	0,17	0,99	0,27	0,03	398	0,48
	C15	TCLP	0,35	756	0,78	0,01	0,11	0,96	0,54	1,47	0,10	0,01	391	2,35
		SPLP	0,19	761	0,68	0,01	0,14	1,41	0,47	1,65	0,13	0,01	343	2,10
		TE	0,14	382	0,09	0,01	0,01	0,48	0,02	0,42	0,07	0,01	284	0,26
	C16	TCLP	14,9	982	0,98	0,02	0,22	0,55	0,39	1,90	0,10	0,01	187	2,39
		SPLP	0,11	324	0,03	0,00	0,01	0,08	0,02	0,27	0,03	0,00	335	0,12
		TE	0,57	247	0,03	0,01	0,01	0,75	0,03	0,20	0,01	0,01	226	0,20
C17	TCLP	0,36	1 590	1,51	0,02	0,24	2,04	1,46	2,77	0,18	0,01	377	3,26	
	SPLP	2,58	631	0,34	0,18	0,30	30,1	0,51	1,26	1,00	0,07	483	1,66	
	TE	0,41	497	0,10	0,02	0,04	3,07	0,11	0,56	0,29	0,01	366	0,38	

4 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Plusieurs modes de traitement ont été développés au cours des dernières années afin de neutraliser et de décontaminer les effluents miniers acides. Les traitements passifs, et plus particulièrement les BPSR, représentent un mode de traitement efficace, simple, économique et facile à mettre en place. De nombreux travaux ont mis en évidence leur capacité à générer de l'alcalinité et à immobiliser les métaux. L'efficacité de ce mode de traitement est principalement liée au mélange réactif et à la disponibilité de ses constituants à l'échelle régionale. Quoiqu'il en soit, la recherche de nouveaux mélanges réactifs, plus simples et moins coûteux, représente de nos jours une piste d'étude importante. Une autre piste d'étude qui à la connaissance de l'auteur a seulement été soulevée par Genty *et al.*, (2012c) concerne la gestion de ces matériaux, chargés en contaminants métalliques, après utilisation. Plusieurs travaux ont mis en avant la capacité de résidus alcalins (i.e., poussières de four à chaux, boues rouges, cendres de cogénération) à neutraliser le DMA provenant de rejets miniers (e.g., Deschamps *et al.*, 2006) mais aucun n'avait jusqu'à maintenant envisagé de valoriser ces résidus pour la stabilisation de métaux retenus par les BPSR après utilisation. En définitive et tel que mentionné dans l'introduction, cette thèse est articulée autour de deux axes de travail, (i) le développement d'un nouveau système de traitement semi-passif du DMA (typique de l'Abitibi-Témiscamingue) à partir de la valorisation de matériaux disponibles localement en grandes quantités et (ii) la stabilisation de BPSR après utilisation à partir de la valorisation de résidus alcalins. Les conclusions principales de ces deux axes de travail sont proposées dans les paragraphes ci-dessous.

- (i) Développement d'un nouveau système de traitement semi-passif du DMA à partir de matériaux disponibles localement en grandes quantités

Une caractérisation physico-chimique et microbiologique de plusieurs matériaux prometteurs et disponibles dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue a été préalablement proposée. Ensuite et dans un premier temps, un premier mélange réactif (B1) a été testé en duplicata dans des réacteurs de 38 L; le mélange a été alimenté en continu avec un DMA typique de la région. Sa

composition est inspirée de celle développée par Neculita (2008) (B1C). Toutefois, les copeaux et la sciure d'érable ont été remplacés par des copeaux de tremble et des boues de papetières. Ces résidus peu onéreux et présents en quantités importantes dans la région ont notamment montré une richesse en BSR et en matière organique facilement biodégradable. Le même mélange réactif a été stérilisé (B1TS) et testé afin de statuer sur la contribution de la sulfato-réduction au traitement du DMA. L'efficacité de ces biofiltres B1 a été évaluée pendant 145 jours. Dans un deuxième temps, l'efficacité d'un second biofiltre (B2), de composition simple, a été évaluée pendant 266 jours. Ce dernier a permis de traiter un DMA fortement contaminé en métaux. Ce mélange a été testé en triplicata dans des réacteurs de 200 L et a été alimenté en continu avec du lactate et le même DMA que celui utilisé précédemment mais dont les concentrations en métaux ont été progressivement doublées, triplées et quadruplées au cours du traitement.

Le suivi physico-chimique et microbiologique des effluents à la sortie des B1T, B1TS et du B1C (témoin) a montré leur capacité à augmenter le pH du DMA, à diminuer le Eh et à retenir efficacement (> 95%) les métaux tels que l'Al, le Cr, le Cd, le Ni, le Pb et le Zn. Toutefois, les biofiltres B1 T et TS ainsi que B1C n'ont pas été en mesure de retenir plus de 50% du Fe après 70 et 30 jours de traitement, respectivement. En outre, leur capacité à enlever les SO_4^{2-} et le Mn a été très limitée et un relargage en Fe, en SO_4^{2-} et en Mn a été observé à la fin des essais. Bien que la diminution des BSR puisse expliquer la légère baisse d'efficacité de rétention des métaux comparés au B1T, la stérilisation incomplète du B1TS n'a pas permis de valider la contribution essentielle de la sulfato-réduction sur le traitement du DMA. Pour le biofiltre B2, l'ensemble des résultats confirme la capacité du mélange sélectionné à conserver un pH près de la neutralité et un Eh faible, en plus d'une bonne rétention (> 95%) des métaux (Al, Cr, Cd, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, S, Zn), jusqu'à la fin de l'essai. En outre, les concentrations moyennes en SO_4^{2-} sont restées nettement inférieures à celles mesurées dans le DMA. Elles n'ont pas dépassé 552 mg/L malgré le fait que les teneurs en SO_4^{2-} aient été multipliées par 4 dans le DMA (9 544 mg/L). Par ailleurs, une densité non négligeable de BSR a été mise en évidence dans les effluents à la sortie des B2 tout au long des essais, y compris lors du traitement d'un DMA quatre fois plus contaminés en métaux. La présence de BSR en quantité non négligeable pourrait s'expliquer par l'ajout du

lactate. La sulfato-réduction a notamment été confirmée par la présence de sulfures métalliques dans les effluents traités et la forte odeur de H₂S se dégageant des B2. Jusqu'à la fin des essais sur les B2, aucun problème de colmatage (i.e., diminution du débit à la sortie) n'a été observé. Ces problèmes hydrauliques, pouvant affecter grandement la performance des BPSR, ont probablement été évités grâce au fait que 80% des matériaux utilisés dans les B2 ont une granulométrie relativement grossière. En résumé, l'ensemble des résultats obtenus a permis de mettre en évidence une performance supérieure du B2 à traiter un DMA fortement contaminé en métaux. L'ajout de lactate semble une bonne option, particulièrement après l'épuisement de la source de carbone utilisée dans le mélange réactif, pour améliorer la performance des BPSR à plus long terme.

(ii) Stabilisation de BPSR après utilisation à partir de la valorisation de résidus alcalins

Préalablement à l'étude de la stabilisation des BPSR après utilisation, une détermination du potentiel de lixiviation et du potentiel de génération d'acidité a été effectuée. Suite à ces résultats, des essais cinétiques en mini-cellules d'altération (MCA – sur 120 jours) puis en colonnes (avec et sans amendement – sur 330 jours) ont été réalisés afin d'évaluer leur comportement environnemental dans le temps et de proposer des approches de stabilisation, basées sur la valorisation de résidus alcalins, adaptées à long terme. Dans le même ordre d'idées, des tests de lixiviation additionnels (TCLP, SPLP et TE) pré- et post-colonnes ont également été réalisés afin d'évaluer la dangerosité et le caractère lixiviable de ces matériaux. La réalisation des essais en colonnes a également permis de tester différentes configurations de stockage communément appliquées dans le domaine minier sur des rejets générateurs de DMA. Plus précisément, douze essais en MCA (en duplicata) ont, dans un premier temps, été réalisés au laboratoire afin d'évaluer la capacité de cinq amendements (CC, RMB, PFCM, PFCB et HAP) à stabiliser les BPSR (B1 et B2) utilisés précédemment pour le traitement de DMA typiques de la région de l'Abitibi-Témiscamingue. Dans un deuxième temps et en fonction des résultats des MCA, vingt essais en colonnes ont été réalisés au laboratoire afin de tester différents scénarios de gestion des BPSR. Afin de proposer la meilleure approche de gestion des deux biofiltres à long

terme, les performances de trois types de résidus alcalins (CC, RMB et PFCB), trois modes d'entreposage (saturé, non-saturé et immergé) et de deux méthodes d'ajout des amendements ont été comparées.

Sans ajout de résidu alcalin et même si une certaine stabilité des métaux retenus dans les deux BPSR après utilisation est confirmée, les essais de lixiviation et ceux en MCA démontrent qu'ils sont bien générateurs d'acide et dangereux selon la *D019* (pour les rejets) et l'US EPA (risque élevé pour le B2 et pour le B1 après entreposage en colonnes). En effet, des réactions d'oxydation des sulfures, précipités lors du traitement du DMA, génèrent de l'acidité et favorisent la libération de métaux (e.g., Fe, Mn, Ni, Zn) et de sulfates dans l'environnement ainsi que la croissance des BHAT et des BSO. Bien que des réactions de neutralisation interviennent, elles sont insuffisantes pour neutraliser l'acidité générée et ne permettent pas de contrôler la solubilité du Fe et du Mn ainsi que la remobilisation des métaux retenus. En présence de résidu alcalin et bien que la densité en BHAT augmente plus légèrement, les essais en MCA montrent que l'acidité générée par les deux biofiltres lors des réactions d'oxydation des sulfures peut être neutralisée. Toutefois pour le biofiltre B1, l'utilisation des HYA ne permet pas de neutraliser suffisamment l'acidité pour limiter la dissolution des oxydes et des hydroxydes de Fe et de Mn et l'utilisation de poussières de four à chaux (PFCM et PFCB) favorise la solubilité du Ni présent dans les biofiltres. Les essais en MCA montrent que seulement les CC et les RMB permettent de stabiliser les métaux retenus par le biofiltre B1 après utilisation. Pour le biofiltre B2, où les concentrations en métaux ont été doublées, triplées et quadruplées, seuls les RMB permettent de respecter les exigences de la *D019* et de diminuer la libération du Mn malgré une libération en sulfates plus importante (potentiellement en lien avec les teneurs élevées en sodium et l'apparition de BSO). Il est à noter que selon les résultats des tests de lixiviation additionnels (TCLP, SPLP et TE), le biofiltre B2 est dans tous les cas considérés comme étant à risque élevé ou dangereux (libération du Cd au-dessus des exigences environnementales). Bien que les résultats des essais cinétiques en colonnes montrent que l'ajout de CC ne permet pas d'améliorer les propriétés physico-chimiques des deux biofiltres après utilisation à long terme, l'ajout de RMB peut permettre de respecter les exigences de la *D019* et de limiter la libération du Fe et du Mn tel qu'observé durant les essais en MCA. En outre, les essais en colonnes montrent que

l'entreposage des biofiltres après utilisation en conditions saturées (ou immergées) peut également permettre d'améliorer la stabilité à long terme des BPSR, sachant que la diffusion de l'oxygène est réduite, et que l'ajout de résidu alcalin sous forme d'amendement plutôt que sous forme de recouvrement peut permettre de limiter plus d'une façon plus importante la dissolution des oxydes et hydroxydes de Fe et de Mn.

En définitive, le premier axe de travail (i) de la présente étude a permis de confirmer le potentiel de nouveaux matériaux disponibles localement en grandes quantités et moins coûteux pour la réalisation de BPSR et le traitement de DMA en Abitibi-Témiscamingue, et de proposer un nouveau biofiltre semi-passif avec une efficacité à moyen terme nettement supérieure à ceux proposés actuellement. Le second axe de travail (ii) de la présente étude a, quant à lui, démontré que même si une certaine stabilité des métaux précipités et retenus lors du traitement du DMA est présente, les BPSR sont générateurs d'acidité et peuvent libérer des métaux dans l'environnement à long terme. Toutefois, l'ajout de boues rouges (voire de cendres de cogénération) aux BPSR et/ou leur stockage en conditions saturées (voire immergées) après utilisation semble permettre d'améliorer leur stabilité à long terme. En d'autres termes, ce travail a permis d'améliorer significativement les connaissances sur la conception et le devenir des BPSR dans le domaine minier. À ce niveau, il est important de rappeler que le choix d'un système ou d'une filière de traitement dépend essentiellement de la qualité du DMA et que cela ne peut être généralisé à partir d'une approche empirique ou autre. Il en va de même concernant le choix de la méthode de stabilisation à adopter pour les BPSR après utilisation. Dans tous les cas, la sélection d'une méthode de stabilisation implique la réalisation des essais préliminaires en laboratoire afin de sélectionner le type et la quantité de résidu alcalin à ajouter au BPSR à stabiliser après utilisation mais également des essais à une échelle intermédiaire (pilote) en conditions réelles.

Enfin, la possibilité de récupérer des métaux potentiellement valorisables d'un point de vue économique n'a pas été étudiée dans le cadre de ce travail compte tenu que malgré la charge importante en métaux, les biofiltres ne contiennent pas des concentrations justifiant leur valorisation.

D'autres recommandations de travail peuvent être proposées à la suite de ces travaux. Dans un premier temps, une caractérisation minéralogique complète (e.g., MEB) devrait être envisagée afin d'améliorer la compréhension des principaux mécanismes responsables de la rétention et de la libération des métaux dans les matériaux utilisés dans le cadre de cette étude. En effet, avant de valider l'utilisation définitive des boues rouges (RMB), il serait intéressant d'étudier plus rigoureusement les principaux mécanismes à l'origine d'une libération en sulfates plus importante. De plus, Il faudrait également identifier les espèces microbiennes impliquées dans la solubilisation des métaux lors des essais en colonnes.

Ensuite et comparativement aux MCA, les résultats des essais en colonnes semblent montrer que la qualité initiale des eaux interstitielles des BPSR après utilisation a un impact important sur les valeurs de pH et les concentrations en Fe après l'ajout d'un résidu alcalin, donc sur la performance des méthodes de stabilisation. Il est à noter que ce sujet est également de plus en plus discuté en restauration minière. En effet, il est aujourd'hui reconnu que la qualité des eaux interstitielles des résidus avant restauration peut jouer un rôle important sur la performance à court terme des méthodes appliquées. Il semble donc nécessaire de mieux comprendre l'influence de la qualité des eaux interstitielles et du vieillissement des biofiltres sur la performance des méthodes de stabilisation qui seront sélectionnées.

RÉFÉRENCES

- Aachib, M., Mbonimpa, M., et Aubertin, M. (2004). Measurement and prediction of the oxygen diffusion coefficient in unsaturated media, with applications to soil covers. *Water, air, and soil pollution*, 156(1), 163-193.
- Adamiec P., Benezet J. et Benhassaine A. (2011). Relation entre une cendre volante silico-alumineuse et son charbon. *Poudres & Grains* 15(3):35-46.
- Ahmaruzzaman M. (2009). Role of fly ash in the removal of organic pollutants from wastewater. *Energy and Fuels* 23(3):1494-1511.
- Ahmaruzzaman M. (2010). A review on the utilization of fly ash. *Progress in Energy and Combustion Science* 36(3):327-363.
- Al-Abed S.R., Hageman P.L., Jegadeesan G., Madhavan N. et Allen D. (2006). Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. *Science of the Total Environment* 364(1):14-23.
- Al-Abed S.R., Jegadeesan G., Purandare J. et Allen D. (2008). Leaching behavior of mineral processing waste: comparison of batch and column investigations. *Journal of Hazardous Materials* 153(3):1088-1092.
- Ali H.E.B., Neculita C.M., Molson J.W., Maqsoud A. et Zagury G.J. (2019a). Efficiency of batch biochemical reactors for mine drainage treatment at low temperature and high salinity. *Applied Geochemistry* 103:40-49.
- Ali H.E.B., Neculita C.M., Molson J.W., Maqsoud A. et Zagury G.J. (2019b). Performance of passive systems for mine drainage treatment at low temperature and high salinity: A review. *Minerals Engineering* 134:325-344.
- Alinnor I. (2007). Adsorption of heavy metal ions from aqueous solution by fly ash. *Fuel* 86(5):853-857.
- Alzieu C. (1999). *Dragages et environnement marin: état des connaissances. Dredging and marine environment: State of the art*. Ifremer, Plouzané, France, 225 p.
- Arnich N., Lanhers M.C., Laurensot F., Podor R., Montiel A. et Burnel D. (2003). In vitro and in vivo studies of lead immobilization by synthetic hydroxyapatite. *Environmental*

Pollution 124(1):139-149.

Asadi, A., Huat, B. B., Hanafi, M. M., Mohamed, T. A., & Shariatmadari, N. (2009). Role of organic matter on electroosmotic properties and ionic modification of organic soils. *Geosciences Journal*, 13(2), 175-181.

Association de l'Aluminium du Canada (2012). Disponible à l'adresse suivante : <http://www.aac.aluminium.qc.ca>. Consulté le 27 avril 2016.

Association minière du Québec (AMQ) (2015). Rapport annuel 2014 dans AMQ. Disponible à l'adresse suivante : <http://www.amq-inc.com/documentation>. Consulté le 27 avril 2016.

ASTM (1995). Standard test method for pH of soils. Dans: *Annual book of ASTM standards*. vol. 04.08, Washington, DC, USA, pp. 27–28.

ASTM (2008). Standard test method for determination of total solids. Dans : *Annual book of ASTM standards*. 1756-08, Washington, DC, USA.

Aubé B. (2004). *Une étude en usine pilote de la production de boues à haute densité durant le traitement des eaux de drainage minier acide*. Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique, Montréal, QC, Canada, 133 p.

Aubertin M. et Mbonimpa M. (2001). Diffusion of oxygen through a pulp and paper residue barrier: Discussion. *Canadian Geotechnical Journal* 38(3):658-660.

Aubertin M., Bussière B. et Bernier L. (2002a). *Environnement et gestion des résidus miniers*. Presses Internationales de Polytechnique, Corporation de l'École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, Manuel sur CD-ROM.

Aubertin, M., Mbonimpa, M., Jollette, D., Bussière, B., Chapuis, R.P., James, M., Riffon, O. (2002b). Stabilité géotechnique des ouvrages de retenue pour les résidus miniers: problèmes persistants et méthodes de contrôle. *Défis & Perspectives : Symposium 2002 sur l'environnement et les mines CIM*, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 26 p. Comptes-Rendus sur CD-ROM.

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M., & Mbonimpa, M. (2016). Review of the reclamation techniques for acid-generating mine wastes upon closure of disposal sites. *Geotech Spec Publ*, 270, 343-358.

- Autefage H., Briand-Mésange F., Cazalbou S., Drouet C., Fourmy D., Gonçalves S., Salles J.P., Combes C., Swider P. et Rey C. (2009). Adsorption and release of BMP-2 on nanocrystalline apatite-coated and uncoated hydroxyapatite/ β -tricalcium phosphate porous ceramics. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* 91(2):706-715.
- Awoh, Akué Sylvette (2012). *Étude expérimentale du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux sous un recouvrement en eau*. Thèse de doctorat. Rouyn-Noranda, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 256 p.
- Bacon, J. R., & Davidson, C. M. (2008). Is there a future for sequential chemical extraction?. *Analyst*, 133(1), 25-46.
- Bailliez S., Nzihou A., Beche E. et Flamant G. (2004). Removal of lead (Pb) by hydroxyapatite sorbent. *Process Safety and Environmental Protection* 82(2):175-180.
- Barton, C. D., & Karathanasis, A. D. (1999). Renovation of a failed constructed wetland treating acid mine drainage. *Environmental Geology*, 39(1), 39-50.
- Bassolé M.R. (2016). *Pertinence des essais de lixiviation en batch dans la prédiction du comportement hydrogéochimique des rejets miniers*. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 238 p.
- Basta N., Gradwohl R., Snethen K. et Schroder J. (2001). Chemical immobilization of lead, zinc, and cadmium in smelter-contaminated soils using biosolids and rock phosphate. *Journal of Environmental Quality* 30(4):1222-1230.
- Basta N. et McGowen S. (2004). Evaluation of chemical immobilization treatments for reducing heavy metal transport in a smelter-contaminated soil. *Environmental Pollution* 127(1):73-82.
- Beaulieu S. (2001). *Applications des techniques de bioactivation et de bio-augmentation pour le traitement en conditions sulfato-réductrices des eaux de drainage minier acide*. Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 235 p.
- Bécharde G., Yamazaki H., Gould W.D. et Bédard P. (1994). Use of cellulosic substrates for the microbial treatment of acid mine drainage. *Journal of Environmental Quality* 23(1):111-116.

- Bekaert É. (2004). *Gestion des chlorures de métaux lourds: stabilisation d'un phosphate d'étain dans un vitrifiat silicaté*. Thèse de Doctorat, Université de Lille 1, Lille, France, 245 p.
- Bellaloui A., Chtaini A., Ballivy G. et Narasiah S. (1996). Stabilisation des résidus miniers acides à l'aide des poussières de four de cimenterie comme source basique. *Colloque NEDEM*. 29-30 oct 1996, Rouyn-Noranda, QC, Canada, pp. 217-230.
- Benner, S. G., Blowes, D. W., Ptacek, C. J., & Mayer, K. U. (2002). Rates of sulfate reduction and metal sulfide precipitation in a permeable reactive barrier. *Applied Geochemistry*, 17(3), 301-320.
- Benzaazoua M., Belem T. et Bussiere B. (2002). Chemical factors that influence the performance of mine sulphidic paste backfill. *Cement and Concrete Research* 32(7):1133-1144.
- Benzaazoua M., Fall M. et Belem T. (2004). A contribution to understanding the hardening process of cemented pastefill. *Minerals Engineering* 17(2):141-152.
- Bertocchi A.F., Ghiani M., Peretti R. et Zucca A. (2006). Red mud and fly ash for remediation of mine sites contaminated with As, Cd, Cu, Pb and Zn. *Journal of Hazardous Materials* 134(1):112-119.
- Bhattacharya, J., Dev, S., & Das, B. (2017). *Low Cost Wastewater Bioremediation Technology: Innovative Treatment of Sulfate and Metal-Rich Wastewater*. Butterworth-Heinemann, 338 p.
- Bhatty J.I., Bhattacharja S. et Todres H. (1996). Use of cement kiln dust in stabilizing clay soils. Report RP343, Portland Cement Association, Skokie, IL, USA, 30 p.
- Bitton G. (2005). *Wastewater microbiology*. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA, 765 p.
- Bolan N., Kunhikrishnan A., Thangarajan R., Kumpiene J., Park J., Makino T., Kirkham M.B. et Scheckel K. (2014). Remediation of heavy metal(loid)s contaminated soils—To mobilize or to immobilize? *Journal of Hazardous Materials* 266:141-166.
- Bolan, N. S., Adriano, D. C., & Naidu, R. (2003). Role of phosphorus in (im)mobilization and bioavailability of heavy metals in the soil-plant system. In *Reviews of environmental contamination and toxicology*, Springer, New York, NY : 1-44.
- Bongo G. (2007). *Traitement et stabilisation de résidus d'aluminerie contaminés en ions*

- fluorures et en HAP*. Thèse de doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 252 p.
- Bouchard M.L. (2006). *Étude sur la clarté d'une suspension de boues rouges et de liqueur Bayer à l'aide d'un appareil de Couette*. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, QC, Canada, 249 p.
- Bouzahzah H. (2013). *Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable et sécuritaire du drainage minier acide*. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 276 p.
- Bouzahzah H., Benzaazoua M., Bussiere B. et Plante B. (2014). Prediction of acid mine drainage: importance of mineralogy and the test protocols for static and kinetic tests. *Mine Water and the Environment* 33(1):54-65.
- Brassard S. (1993). *Évaluation du potentiel acidogène de divers rejets miniers par une méthode bio-cinétique*. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 134 p.
- Bridgeman T., Jones J., Shield I. et Williams P. (2008). Torrefaction of reed canary grass, wheat straw and willow to enhance solid fuel qualities and combustion properties. *Fuel* 87(6):844-856.
- Brierley C.L. (1982). Microbiological mining. *Scientific American* 247:44-53.
- Brown M., Barley B. et Wood H. (2002). *Minewater treatment: technology, application and policy*. IWA Publishing, London, UK, 453 p.
- Brunet J. (2000). *Drainage miniers acides, contraintes et remèdes - État des connaissances*. Rapport BRGM/RP-50504-FR, BRGM, Orléans, France, 299 p.
- Buccambuso, E., Ruhs, A., Figueroa, L., Gusek, J. J., Wildeman, T., Holmes, M., & Reisman, D. (2007). Ethanol-fed or solid-phase organic sulfate reducing bioreactors for the National Tunnel drainage, Clear Creek/Central City Superfund Site. *Proceedings America Society of Mining and Reclamation*, 95-105.
- Burgos W.D., Borch T., Troyer L.D., Luan F., Larson L.N., Brown J.F., Lambson J. et Shimizu M. (2012). Schwertmannite and Fe oxides formed by biological low-pH Fe (II) oxidation versus abiotic neutralization: impact on trace metal sequestration. *Geochimica et*

Cosmochimica Acta 76:29-44.

Bussi re B. (2010). Restauration des sites miniers. *Forum sur le d veloppement minier en Abitibi-T miscamingue*. Conf rence r gionale de l'Abitibi-T miscamingue, 20 mars 2010, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 24 p.

Bussi re B., Benzaazoua M., Aubertin M. et Mbonimpa M. (2004). A laboratory study of covers made of low-sulphide tailings to prevent acid mine drainage. *Environmental Geology* 45(5):609-622.

Bussi re, B., Nicholson, R. V., Aubertin, M., & Benzaazoua, M. (1997). Evaluation of the effectiveness of covers built with desulfurized tailings for preventing acid mine drainage. *Proceedings of the 50th Canadian Geotechnical Conference*, octobre 1997, Ottawa, Canada, pp. 20-22.

Calugaru I.L. (2014). *Modification des mat riaux naturels et des r siduals industriels et application   la r tention des m taux du drainage minier*. M moire de Ma trise, Universit  du Qu bec en Abitibi-T miscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 127 p.

Calugaru, I. L., Neculita, C. M., Genty, T., Bussi re, B., & Potvin, R. (2016). Performance of thermally activated dolomite for the treatment of Ni and Zn in contaminated neutral drainage. *Journal of hazardous materials*, 310, 48-55.

Cameron R. (1992). *Guide to site and soil description for hazardous waste site characterization. Metals, vol. 1*. Environmental Protection Agency, Report EPA/600/4-91/029, Washington, DC, USA, 6 p.

Cao R.X., Ma L.Q., Chen M., Singh S.P. et Harris W.G. (2003). Phosphate-induced metal immobilization in a contaminated site. *Environmental Pollution* 122(1):19-28.

Cao X. et Dermatas D. (2008). Evaluating the applicability of regulatory leaching tests for assessing lead leachability in contaminated shooting range soils. *Environmental Monitoring and Assessment* 139(1-3):1-13.

Caraballo, M. A., Mac as, F., R tting, T. S., Nieto, J. M., & Ayora, C. (2011). Long term remediation of highly polluted acid mine drainage: a sustainable approach to restore the environmental quality of the Odiel river basin. *Environmental Pollution*, 159(12), 3613-3619

- CEAEQ (2010). *Détermination des métaux : Méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon, Méthode MA. 200-Mét. 1.2*. Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec, Québec, QC, Canada, 36 p.
- CEAEQ (2012). *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100 – Lix.com.1.1, Rév. 1*. Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec, Québec, QC, Canada, 17 p.
- CEAEQ (2014). *Détermination de l'alcalinité et de l'acidité : méthode titrimétrique automatisée, MA. 315 – Alc-Aci 1.0, Rév. 2*. Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec, Québec, QC, Canada, 12 p.
- Chamkh F. (2011) *Biodégradation anaérobie et valorisation de deux effluents oléicoles marocaines riche en aromatiques, les margines et les saumures d'olives en condition sulfato-réductrices*. Thèse de doctorat, Université Caddi Ayyad, Marrakech, Maroc, 205 p.
- Chang I.S., Shin P.K. et Kim B.H. (2000). Biological treatment of acid mine drainage under sulphate-reducing conditions with solid waste materials as substrate. *Water Research* 34(4):1269-1277.
- Chen M., Ma L.Q., Singh S.P., Cao R.X. et Melamed R. (2003). Field demonstration of in situ immobilization of soil Pb using P amendments. *Advances in Environmental Research* 8(1):93-102.
- Chen S.Y. et Lin J.G. (2001). Bioleaching of heavy metals from sediment: significance of pH. *Chemosphere* 44(5):1093-1102.
- Chen X., Wright J.V., Conca J.L. et Peurrung L.M. (1997). Evaluation of heavy metal remediation using mineral apatite. *Water Air and Soil Pollution* 98(1-2):57-78.
- Chrysochoou M., Dermatas D. et Grubb D.G. (2007). Phosphate application to firing range soils for Pb immobilization: the unclear role of phosphate. *Journal of Hazardous Materials* 144(1):1-14.
- Clemente R. et Bernal M.P. (2006). Fractionation of heavy metals and distribution of organic carbon in two contaminated soils amended with humic acids. *Chemosphere* 64(8):1264-1273.

- Clyde E.J. (2008). The applicability of passive treatment systems for the mitigation of acid mine drainage at the Williams brothers mine, Mariposa County, California: Bench-and pilot-scale studies. Thèse de doctorat, Département des sciences géologiques et de génie géologique, Université Queen's, Kingston, ON, Canada, 221 p.
- Clyde, E. J., Champagne, P., Jamieson, H. E., Gorman, C., & Sourial, J. (2016). The use of a passive treatment system for the mitigation of acid mine drainage at the Williams Brothers Mine (California): pilot-scale study. *Journal of cleaner production*, 130, 116-125.
- Cocos I.A., Zagury G.J., Clément B. et Samson R. (2002). Multiple factor design for reactive mixture selection for use in reactive walls in mine drainage treatment. *Water Research* 36(1):167-177.
- Cocos, I.A. (2000). *Sélection d'un mélange réactif utilise dans les biobarrières perméables pour le traitement des eaux souterraines contaminées par le drainage minier acide*. Mémoire de Maîtrise, Département de génie chimique, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 102 p.
- Collins R.J. et Ciesielski S.K. (1994). *Recycling and use of waste materials and by-products in highway construction*. Disponible à l'adresse suivante : <https://www.fhwa.dot.gov/publications/publicroads/94fall/p94au32.cfm>. Consulté le 26 avril 2016.
- Collins R.J. et Emery J.J. (1983). Kiln dust-fly ash systems for highway bases and sub-bases. Report No. FHWA/RD-82/167, Federal Highway Administration, septembre 1983, Washington, DC, USA, 135 p.
- Conner, J. R. (1990). Chemical Fixation and Solidification of Hazardous Wastes. *Van Nostrand Reinhold*, New York, USA, 692(1990): 335.
- Cornell R & Schwertmann U (2003) Introduction to the iron oxides. *The Iron Oxides* volume: structure, properties, reactions, occurrences and uses, 2nd edn. *Wiley-VCH Verlag GmbH Co. KGaA, Weinheim*, pp 1–7
- Costa M. et Duarte J. (2005). Bioremediation of acid mine drainage using acidic soil and organic wastes for promoting sulphate-reducing bacteria activity on a column reactor. *Water Air and Soil Pollution* 165(1-4):325-345.

- Coudert L. (2013). *Décontamination de déchets de bois traité à base de composés cuivrés en vue de leur revalorisation*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 320 p.
- Couvidat, J., Benzaazoua, M., Chatain, V., et Bouzahzah, H. (2016). Environmental evaluation of dredged sediment submitted to a solidification stabilization process using hydraulic binders. *Environmental Science and Pollution Research*, 23(17) : 17142-17157.
- Couillard D., Chartier M., Mercier G., Roberge G., Painchaud R., Sauvageau C., Labrie M. et Salera G. (1997). *Décontamination des cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux*. Rapport de recherche no. R-492 rédigé pour Environnement Canada, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 86 p.
- Couvidat J., Benzaazoua M., Chatain V. et Bouzahzah H. (2016). Environmental evaluation of dredged sediment submitted to a solidification stabilization process using hydraulic binders. *Environmental Science and Pollution Research* 23(17):17142-17157.
- Cravotta III, C. A., & Trahan, M. K. (1996). Limestone drains to increase pH and remove dissolved metals from acidic mine drainage. *Applied Geochemistry*, 14, pp. 581-606.
- Cravotta C.A. (2008). Dissolved metals and associated constituents in abandoned coal-mine discharges, Pennsylvania, USA. Part 2: geochemical controls on constituent concentrations. *Applied Geochemistry* 23(2):203-226.
- Cruz R., Mendez B.A., Monroy M. et González I. (2001). Cyclic voltammetry applied to evaluate reactivity in sulfide mining residues. *Applied Geochemistry* 16(14):1631-1640.
- Cyr J. (2005). Les sites miniers abandonnés au Québec: Bilan et perspectives. *Symposium 2005 sur l'environnement et les mines*. 15 au 18 mai 2005, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 10 p.
- Dang Z., Liu C. et Haigh M.J. (2002). Mobility of heavy metals associated with the natural weathering of coal mine spoils. *Environmental Pollution* 118(3):419-426.
- Dar, S. A., Kuenen, J. G., & Muyzer, G. (2005). Nested PCR-denaturing gradient gel electrophoresis approach to determine the diversity of sulfate-reducing bacteria in complex microbial communities. *Appl. Environ. Microbiol.*, 71(5), 2325-2330.

- Davis, T. A., & Hooks, D. B. (1974). Utilization of waste kiln dust from the cement industry. In *Mineral Waste Utilization Symposium*, 4, 7-8 mai 1974, Chicago (USA), 4: 355-63.
- Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M. Mbonimpa, M. et Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering*, 21:317–329
- Deng A. et Tikalsky P. (2006). Metallic characterization of foundry by-products per waste streams and leaching protocols. *Journal of Environmental Engineering* 132(6):586-595.
- Dermont G. (2008). *Sols pollués par les métaux lourds résultant de l'enfouissement de déchets industriels (Montréal, Canada): Géochimie, spéciation des métaux, et décontamination par flottation*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 435 p.
- Dermont G., Bergeron M., Mercier G. et Richer-Laflèche M. (2008). Metal-contaminated soils: remediation practices and treatment technologies. *Practice Periodical of Hazardous Toxic and Radioactive Waste Management* 12(3):188-209.
- Derycke V. (2012). Optimisation de la désulfuration de produits miniers en vue de la diminution de leur potentiel polluant: effet de la granulométrie, du type de sulfures, et évaluation de la qualité des eaux de drainage post-traitement. Thèse de doctorat, Sciences Appliquées, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 1 368 p.
- Deschamps T., Benzaazoua M., Bussière B., Belem T. et Mbonimpa M. (2006). Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels. *VertigO-la revue électronique en sciences de l'environnement* 7(2).
- Desjardins M.E. (2007). *Évaluation de la performance des barrières perméables réactives en utilisant des boues rouges*. Mémoire de Maîtrise, Université Laval, Québec, QC, Canada, 156 p.
- Devereux, R., & Stahl, D. A. (1993). Phylogeny of sulfate-reducing bacteria and a perspective for analyzing their natural communities. In *The sulfate-reducing bacteria: contemporary perspectives* Springer, New York, NY, pp. 131-160.

- Dijkstra J.J., Van Der Sloot H.A. et Comans R.N. (2006). The leaching of major and trace elements from MSWI bottom ash as a function of pH and time. *Applied Geochemistry* 21(2):335-351.
- Di Toro, D. M., Mahony, J. D., Hansen, D. J., Scott, K. J., Carlson, A. R., & Ankley, G. T. (1992). Acid volatile sulfide predicts the acute toxicity of cadmium and nickel in sediments. *Environmental Science & Technology*, 26(1), 96-101.
- Dolla A., Fournier M. et Dermoun Z. (2006). Oxygen defense in sulfate-reducing bacteria. *Journal of Biotechnology* 126(1):87-100.
- Doye, I., et Duchesne, J. (2003). Neutralisation of acid mine drainage with alkaline industrial residues: laboratory investigation using batch-leaching tests. *Applied Geochemistry*, 18(8), 1197-1213.
- Doye, I., & Duchesne, J. (2005). Column leaching test to evaluate the use of alkaline industrial wastes to neutralize acid mine tailings. *Journal of Environmental Engineering*, 131(8), 1221-1229.
- Doye I. (2005). *Évaluation de la capacité de matériaux industriels alcalins à neutraliser des résidus et stériles miniers acides*. Mémoire de Maîtrise, Université Laval, Québec, QC, Canada, 303 p.
- Duchesne, J. et Reardon, E.J. 1998. Determining controls on element concentrations in cement kiln dust leache, *Waste Management*, 18 :339-350.
- Drury, W. J. (1999). Treatment of acid mine drainage with anaerobic solid-substrate reactors. *Water Environment Research*, 71(6), 1244-1250.
- Dufresne K. (2015). *Traitement de polissage de drainage minier acide par marais épurateur*. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 122 p.
- Dvorak D.H., Hedin R.S., Edenborn H.M. et McIntire P.E. (1992). Treatment of metal-contaminated water using bacterial sulfate reduction: Results from pilot-scale reactors. *Biotechnology and Bioengineering* 40(5):609-616.
- Ehrlich H.L. (2001). Past, present and future of biohydrometallurgy. *Hydrometallurgy* 59(2):127-134.

- El Gheriany I.A., Bocioaga D., Hay A.G., Ghiorse W.C., Shuler M.L. et Lion L.W. (2009). Iron requirement for Mn (II) oxidation by *Leptothrix discophora* SS-1. *Applied Environmental Microbiology* 75(5):1229-1235.
- Elghali A., Benzaazoua M., Bussière B. et Genty T. (2019). Spatial mapping of acidity and geochemical properties of oxidized tailings within the former Eagle/Telbel mine site. *Minerals* 9(3):180.
- Elliott P., Ragusa S. et Catcheside D. (1998). Growth of sulfate-reducing bacteria under acidic conditions in an upflow anaerobic bioreactor as a treatment system for acid mine drainage. *Water Research* 32(12):3724-3730.
- Énergies Renouvelables et Environnement, Bureau d'études industrielles (2016). Le Procédé Bayer. Disponible à l'adresse : <http://hmf.enseeiht.fr/travaux/bei/beiere/content/le-procede-bayer>. Consulté le 16 avril 2016.
- Éthier M.P. (2011). *Évaluation du comportement géochimique en conditions normale et froides de différents stériles présents sur le site de la mine Raglan*. Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 237 p.
- Fejrioui A. (2014). Isolement et caractérisation des bactéries sulfatoréductrices et des bactéries sulfoxydantes des digesteurs anaérobies et essai de désulfuration. Mémoire de Maîtrise, Université Caddi Ayyad, Marrakech, Maroc, 44 p.
- Steffen Robertson et Kirsten (U.S.), Inc. (1989). Draft acid rock drainage technical guide. Volume I. Rapport prepare pour British Columbia Acide Mine Drainage Task Force en collaboration avec Norecol Environmental Consultants et Gormely Process Engineering, Vancouver, CB, Canada, 274 p.
- Fortin S., Lamontagne A., Poulin R. et Tassé N. (2000). The use of basic additives to tailings in layered co-mingling to improve AMD control. *Proceedings of 6th International Conference Environmental Issues and Management of Waste in Energy and Mineral Production*, Calgary, AL, Canada, pp. 549-556.
- Fuller C., Bargar J. et Davis J. (2003). Molecular-scale characterization of uranium sorption by bone apatite materials for a permeable reactive barrier demonstration. *Environmental Science and Technology* 37(20):4642-4649.

- Gamache M., Blais J.F., Tyagi R.D. et Meunier N. (2001). Microflore hétérotrophe impliquée dans le procédé simultané de biolixiviation des métaux et de digestion des boues d'épuration. *Canadian Journal of Civil Engineering* 28(1):158-174.
- Garcés D., Faz Cano Á. et Arocena J. (2008). Dissolved organic carbon and metals release in amended mine soils. *Revista de la Sociedad Española de Mineralogía* 10:115-117.
- Gazea B., Adam K. et Kontopoulos A. (1996). A review of passive systems for the treatment of acid mine drainage. *Minerals Engineering* 9(1):23-42.
- Genç H., Tjell J.C., McConchie D. et Schuiling O. (2003). Adsorption of arsenate from water using neutralized red mud. *Journal of Colloid and Interface Science* 264(2):327-334.
- Genty T. (2011). *Comportement hydro-bio-géo-chimique de système passifs de traitement du drainage minier acide fortement contaminé en fer*. Thèse de Doctorat, Sciences Appliquées, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, QC, Canada, 270 p.
- Genty, T., Bussière, B., Benzaazoua, M., & Zagury, G. J. (2012a). Capacity of wood ash filters to remove iron from acid mine drainage: assessment of retention mechanism. *Mine Water and the Environment*, 31(4), 273-286.
- Genty, T., Bussière, B., Potvin, R., Benzaazoua, M., & Zagury, G. J. (2012b). Dissolution of calcitic marble and dolomitic rock in high iron concentrated acid mine drainage: application to anoxic limestone drains. *Environmental earth sciences*, 66(8), 2387-2401.
- Genty T., Neculita C.M., Bussière B., Zagury G.J. (2012c). Environmental behavior of sulphate-reducing passive bioreactor mixture. *Proceedings of 9th ICARD*. 21 au 25 mai, Ottawa, ON, Canada.
- Genty, T., Bussière, B., Benzaazoua, M., Neculita, C. M., & Zagury, G. J. (2017). Iron removal in highly contaminated acid mine drainage using passive biochemical reactors. *Water Science and Technology*, 76(7), 1833-1843.
- Genty, T., Bussière, B., Benzaazoua, M., Neculita, C. M., & Zagury, G. J. (2018). Changes in efficiency and hydraulic parameters during the passive treatment of ferriferous acid mine drainage in biochemical reactors. *Mine Water and the Environment*, 1-10.
- Ghosh A., Mukiibi M. et Ela W. (2004). TCLP underestimates leaching of arsenic from solid

- residuals under landfill conditions. *Environmental Science and Technology* 38(17):4677-4682.
- Giasson P., Jaouich A., Cayer P., Gagné S., Moutoglis P. et Massicotte L. (2006). Enhanced phytoremediation: A study of mycorrhizoremediation of heavy metal-contaminated soil. *Remediation Journal* 17(1):97-110.
- Gibert, O., de Pablo, J., Luis Cortina, J., & Ayora, C. (2003). Evaluation of municipal compost/limestone/iron mixtures as filling material for permeable reactive barriers for in - situ acid mine drainage treatment. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology: International Research in Process, Environmental & Clean Technology*, 78(5), 489-496.
- Gibert, O., De Pablo, J., Cortina, J. L., & Ayora, C. (2004). Chemical characterisation of natural organic substrates for biological mitigation of acid mine drainage. *Water Research*, 38(19), 4186-4196.
- Gibert O., de Pablo J., Cortina J.L. et Ayora C. (2005). Municipal compost-based mixture for acid mine drainage bioremediation: Metal retention mechanisms. *Applied Geochemistry* 20(9):1648-1657.
- Gibert O., Rötting T., Cortina J.L., de Pablo J., Ayora C., Carrera J. et Bolzicco J. (2011). In-situ remediation of acid mine drainage using a permeable reactive barrier in Aznalcollar (Sw Spain). *Journal of Hazardous Materials* 191(1):287-295.
- Gitari M., Petrik L., Etchebers O., Key D., Iwuoha E. et Okujeni C. (2006). Treatment of acid mine drainage with fly ash: removal of major contaminants and trace elements. *Journal of Environmental Science and Health Part A* 41(8):1729-1747.
- Gitari W., Petrik L., Etchebers O., Key D. et Okujeni C. (2008). Utilization of fly ash for treatment of coal mines wastewater: Solubility controls on major inorganic contaminants. *Fuel* 87(12):2450-2462.
- González-Corrochano B., Alonso-Azcárate J. et Rodas M. (2009). Characterization of lightweight aggregates manufactured from washing aggregate sludge and fly ash. *Resources Conservation and Recycling* 53(10):571-581.
- González-Núñez R., Alba M.D., Orta M., Vidal M. et Rigol A. (2012). Remediation of metal-

- contaminated soils with the addition of materials—Part II: Leaching tests to evaluate the efficiency of materials in the remediation of contaminated soils. *Chemosphere* 87(8):829-837.
- González-Toril E., Gómez F., Rodríguez N., Fernández-Remolar D., Zuluaga J., Marín I. et Amils R. (2003). Geomicrobiology of the Tinto River, a model of interest for biohydrometallurgy. *Hydrometallurgy* 71(1):301-309.
- Gonzalez-Toril E., Llobet-Brossa E., Casamayor E., Amann R. et Amils R. (2003). Microbial ecology of an extreme acidic environment, the Tinto River. *Applied and Environmental Microbiology* 69(8):4853-4865.
- Gould W.D., Kapoor A. (2003). The microbiology of acid mine drainage. *Environmental aspects of mine wastes* 31: 203-226.
- Gouvernement du Québec. (2019). Règlement sur les matières dangereuses, Art.2, c. Q-2, r.32. Québec, QC, Canada, 72 p.
- Gräfe M., Power G. et Klauber C. (2011). Bauxite residue issues: III. Alkalinity and associated chemistry. *Hydrometallurgy* 108(1):60-79.
- Grandbois J. (2009). *Isolation and identification of acidophilic bacteria from a Boreal mine site*. Mémoire de Maîtrise, Université Laurentienne, Sudbury, ON, Canada, 82 p.
- Gray N. (1996). A substrate classification index for the visual assessment of the impact of acid mine drainage in lotic systems. *Water Research* 30(6):1551-1554.
- Gray N. (1997). Environmental impact and remediation of acid mine drainage: a management problem. *Environmental Geology* 30(1-2):62-71.
- Graymont (2013). Rapport technique -De produits de chaux et de pierre de qualité qui améliores notre monde. Bedford et Marbleton au Québec, Canada, 15 p.
- Greben H.A., Baloyi J., Sigama J. et Venter S.N. (2009). Bioremediation of sulphate rich mine effluents using grass cuttings and rumen fluid microorganisms. *Journal of Geochemical Exploration* 100(2):163-168.
- Groudev, S. N., Komnitsas, K., Spasova, I. I., & Paspaliaris, I. (1999, November). Treatment of acid mine drainage by a natural wetland. In *Wetlands & Remediation II: Second International Conference on Wetlands & Remediation* octobre 2001, Burlington, USA,

(pp. 133-139).

Grosse, C. U. (Ed.). (2007). *Advances in construction materials 2007. Springer Science & Business Media: 639-649.*

Grubb D.G., Landers D.G. et Hernandez M.T. (2000). Utilization of sugarcane bagasse to treat acid mine drainage. *ISRM International Symposium*. International Society for Rock Mechanics, 19-24 novembre, Melbourne, Australie, 6 p.

Guay R. et Silver M. (1975) *Thiobacillus acidophilus* sp. nov.; isolation and some physiological characteristics. *Canadian Journal of Microbiology* 21(3):281-288.

Guemiza K. (2013). *Décontamination à l'échelle pilote des particules fines de sols de buttes de tir à l'arme légère pollués en cuivre, plomb, antimoine et zinc par lixiviation acide et saline*. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 188 p.

Kaur, G., Couperthwaite, S. J., & Millar, G. J. (2018). Performance of bauxite refinery residues for treating acid mine drainage. *Journal of water process engineering*, 26, 28-37.

Gusek, J. J. (1995). Passive-treatment of acid rock drainage: What is the potential bottom line *Mining Engineering: 250-253.*

Hageman P.L., Briggs P.H., Desborough G.A., Lamothe P.J. et Theodorakos P. (2000). Synthetic precipitation leaching procedure (SPLP) leachate chemistry data for solid mine-waste composite samples from southwestern New Mexico, and Leadville, Colorado. US Department of the Interior, US Geological Survey, Denver, CL, USA, 22 p.

Hallberg K.B. et Johnson D.B. (2005). Microbiology of a wetland ecosystem constructed to remediate mine drainage from a heavy metal mine. *Science of the Total Environment* 338(1):53-66.

Hammack, R. W., & Edenborn, H. M. (1992). The removal of nickel from mine waters using bacterial sulfate reduction. *Applied microbiology and biotechnology*, 37(5), 674-678.

Hammy F. (2005). *Décontamination des résidus de contrôle de la pollution de l'air d'incinérateur de déchets municipaux par lixiviation chimique et adsorption du Pb sur tourbe*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 217 p.

- Hammy F., Mercier G. et Blais J.F. (2005). Caractérisation et traitement des résidus de contrôle de la pollution de l'air (RCPA) d'incinérateurs de déchets municipaux par un procédé de lixiviation en milieu basique. *Journal of Environmental Engineering and Science* 4(4):287-298.
- Hao O.J., Chen J.M., Huang L. et Buglass R.L. (1996). Sulfate-reducing bacteria. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 26(2):155-187.
- Hardaway C., Gauthreaux K., Sneddon J. et Beck J.N. (1999). Evaluation of contaminated sediments by toxicity characteristic leaching procedure extraction techniques. *Microchemical Journal* 63(3):398-404.
- Harris M. et Ragusa S. (2001). Bioremediation of acid mine drainage using decomposable plant material in a constant flow bioreactor. *Environmental Geology* 40(10):1192-1204.
- Harrison Jr A.P. (1984). The acidophilic thiobacilli and other acidophilic bacteria that share their habitat. *Annual Review of Microbiology* 38(1):265-292.
- Heviánková, S., Bestová, I., & Kyncl, M. (2014). The application of wood ash as a reagent in acid mine drainage treatment. *Minerals Engineering*, 56, 109-111.
- Hébert M. et Breton B. (2008). Recyclage agricole des cendres de bois au Québec – État de la situation, impacts et bonnes pratiques agro-environnementales. *Agro-Solution* 19:18-33.
- Hedin R., Majumdar S., Brooks R., Brenner F. et Tiner Jr R. (1989). Treatment of coal mine drainage with constructed wetlands. *Wetlands Ecology and Conservation: Emphasis in Pennsylvania*, pp. 349-362.
- Hedin R.S., Watzlaf, G.R. et Nairn, R.W. (1994a). Passive Treatment of Acid Mine Drainage with Limestone. *Journal of Environmental Quality*, 23, 1338-1345.
- Hedin, R.S., Nairn, R.W. et Kleinmann, R.L.P. (1994b). Passive treatment of coal mine drainage. US Bureau of Mines, Pittsburgh, USA, 35 p.
- Hedin R.S. et Watzlaf G.R. (1994). The effects of anoxic limestone drains on mine water chemistry. *USBM SP A 6*:185-194.
- Heviánková S., Bestová I. et Kyncl M. (2014). The application of wood ash as a reagent in acid mine drainage treatment. *Minerals Engineering* 56:109-111.

- Hind A.R., Bhargava S.K. et Grocott S.C. (1999). The surface chemistry of Bayer process solids: a review. *Colloids and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 146(1):359-374.
- Holmström H., Ljungberg J. et Öhlander B. (1999). Role of carbonates in mitigation of metal release from mining waste. Evidence from humidity cells tests. *Environmental Geology* 37(4):267-280.
- Hooper K., Iskander M., Sivia G., Hussein F., Hsu J., DeGuzman M., Odion Z., Ilejay Z., Sy F. et Petreas M. (1998). Toxicity characteristic leaching procedure fails to extract oxoanion-forming elements that are extracted by municipal solid waste leachates. *Environmental Science and Technology* 32(23):3825-3830.
- Hwang, T., & Neculita, C. M. (2013). In situ immobilization of heavy metals in severely weathered tailings amended with food waste-based compost and zeolite. *Water, Air, & Soil Pollution*, 224(1), 1388.
- lii C.A.C. et Trahan M.K. (1999). Limestone drains to increase pH and remove dissolved metals from acidic mine drainage. *Applied Geochemistry* 14(5):581-606.
- Ilori M., Okonkwo A. et Bamidele M. (1999) Factors affecting growth of sulfate-reducing bacteria isolated from tropical soil. *Zeitschrift für Naturforschung C* 54(7-8):613-616.
- Janin A. (2009). *Développement d'un procédé chimique de décontamination de bois usagé traité à l'arseniate de cuivre chromaté*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 244 p.
- Janin A., Blais J.F., Mercier G. et Drogui P. (2009). Selective recovery of Cr and Cu in leachate from chromated copper arsenate treated wood using chelating and acidic ion exchange resins. *Journal of Hazardous Materials* 169(1):1099-1105.
- Johnson, D. B., Macvicar, J. H., & Rolfe, S. (1987). A new solid medium for the isolation and enumeration of Thiobacillus ferrooxidans and acidophilic heterotrophic bacteria. *Journal of microbiological methods*, 7(1), 9-18.
- Johnson, D.B. 1995. Selective solid media for isolating and enumerating acidophilic bacteria. *Journal of Microbiological Methods*. 23: 205-218.
- Johnson, D. B., & Hallberg, K. B. (2003). The microbiology of acidic mine waters. *Research in*

microbiology, 154(7), 466-473.

Johnson D.B. et Hallberg K.B. (2005a). Acid mine drainage remediation options: A review. *Science of the Total Environment* 338(1):3-14.

Johnson D.B. et Hallberg K.B. (2005b). Biogeochemistry of the compost bioreactor components of a composite acid mine drainage passive remediation system. *Science of the Total Environment* 338(1):81-93.

Jönsson, J. et L. Lövgren (2000): Sorption properties of secondary iron precipitates in oxidized mining waste. *Proceeding, Fifth International Conference on Acid Rock-Drainage – ICARD 2000*, Denver, Colorado, USA, pp. 115-123.

Jong T. et Parry D.L. (2003). Removal of sulfate and heavy metals by sulfate reducing bacteria in short-term bench scale upflow anaerobic packed bed reactor runs. *Water Research* 37(14):3379-3389.

Jong, T., & Parry, D. L. (2004). Heavy metal speciation in solid-phase materials from a bacterial sulfate reducing bioreactor using sequential extraction procedure combined with acid volatile sulfide analysis. *Journal of Environmental Monitoring*, 6(4), 278-285.

Jong T. et Parry D.L. (2006). Microbial sulfate reduction under sequentially acidic conditions in an upflow anaerobic packed bed bioreactor. *Water Research* 40(13):2561-2571.

Jouini M., Rakotonimaro T.V., Neculita C.M., Genty T. et Benzaazoua M. (2019). Stability of metal-rich residues from laboratory multi-step treatment system for ferriferous acid mine drainage. *Environmental Science and Pollution Research* Volume 26:1-14.

Kaksonen A.H., Franzmann P.D. et Puhakka J.A. (2003). Performance and ethanol oxidation kinetics of a sulfate-reducing fluidized-bed reactor treating acidic metal-containing wastewater. *Biodegradation* 14(3):207-217.

Kaksonen A.H., Plumb J.J., Robertson W.J., Riekkola-Vanhanen M., Franzmann P.D. et Puhakka J.A. (2006). The performance, kinetics and microbiology of sulfidogenic fluidized-bed treatment of acidic metal-and sulfate-containing wastewater. *Hydrometallurgy* 83(1-4):204-213.

Kaksonen A.H. et Puhakka J.A. (2007). Sulfate reduction based bioprocesses for the treatment of acid mine drainage and the recovery of metals. *Engineering in Life Sciences* 7(6):541-

564.

- Kalin M., Fyson A. et Wheeler W.N. (2006). The chemistry of conventional and alternative treatment systems for the neutralization of acid mine drainage. *Science of the Total Environment* 366(2):395-408.
- Kanazawa T., Umegaki T. et Uchiyama N. (1982). Thermal crystallisation of amorphous calcium phosphate to α -tricalcium phosphate. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 32(2):399-406.
- Karathanasis A., Edwards J. et Barton C. (2010). Manganese and sulfate removal from a synthetic mine drainage through pilot scale bioreactor batch experiments. *Mine Water and the Environment* 29(2):144-153.
- Karimi E., Teixeira I.F., Gomez A., de Resende E., Gissane C., Leitch J., Jollet V., Aigner I., Berruti F. et Briens C. (2014). Synergistic co-processing of an acidic hardwood derived pyrolysis bio-oil with alkaline Red Mud bauxite mining waste as a sacrificial upgrading catalyst. *Applied Catalysis B: Environmental* 145:187-196.
- Kastyuchik A., Karam A. et Aïder M. (2016). Effectiveness of alkaline amendments in acid mine drainage remediation. *Environmental Technology & Innovation* 6:49-59.
- Kefeni K.K., Msagati T.A. et Mamba B.B. (2017) Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: a review. *Journal of Cleaner Production* 151:475-493.
- Kilborn Inc. (1999). Review of passive systems for treatment of acid mine drainage, MEND Secretariat CANMET, MEND Report 3.14.1, Ottawa, ON, Canada, 197 p.
- Kim, J. Y., Kim, K. W., Lee, J. U., Lee, J. S., & Cook, J. (2002). Assessment of As and heavy metal contamination in the vicinity of Duckum Au-Ag mine, Korea. *Environmental geochemistry and health*, 24(3), 213-225.
- Kim J.Y., Kim K.W., Ahn J.S., Ko I. et Lee C.H. (2005). Investigation and risk assessment modeling of As and other heavy metals contamination around five abandoned metal mines in Korea. *Environmental Geochemistry and Health* 27(2):193-203.
- Kimura S., Hallberg K.B. et Johnson D.B. (2006). Sulfidogenesis in low pH (3.8–4.2) media by a mixed population of acidophilic bacteria. *Biodegradation* 17(2):57-65.
- Klauber C., Gräfe M. et Power G. (2011). Bauxite residue issues: II. Options for residue

- utilization. *Hydrometallurgy* 108(1):11-32.
- Kleinmann R.L.P., Hedin R.S. et Edenforn H.M. (1991). Biological treatment of mine-water an overview. *Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage*. MEND, 16-18 septembre 1991, Montreal, Canada, pp. 16-18.
- Komnitsas K., Bartzas G. et Paspaliaris I. (2004). Clean up of acidic leachates using fly ash barriers: laboratory column studies. *Global Nest: The International Journal* 6(1):81-89.
- Komnitsas K., Bartzas G. et Paspaliaris I. (2004). Efficiency of limestone and red mud barriers: laboratory column studies. *Minerals Engineering* 17(2):183-194.
- Kongsuwan A., Patnukao P. et Pavasant P. (2009). Binary component sorption of Cu (II) and Pb (II) with activated carbon from *Eucalyptus camaldulensis* Dehn bark. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 15(4):465-470.
- Kosson D., Van der Sloot H., Sanchez F. et Garrabrants A. (2002). An integrated framework for evaluating leaching in waste management and utilization of secondary materials. *Environmental Engineering and Science* 19(3):159-204.
- Koull N. (2007). *Effet de la matière organique sur les propriétés physiques et chimiques des sols sableux de la région de Ouargla*. Thèse du magister, Université Kasdi Merbah Ouargla, Algérie, 92 p.
- Kousi P., Remoundaki E., Hatzikioseyan A., Korkovelou V. et Tsezos M. (2018). Fractionation and leachability of Fe, Zn, Cu and Ni in the sludge from a sulphate-reducing bioreactor treating metal-bearing wastewater. *Environmental Science and Pollution Research* 25(36):35883–35894.
- Kribi S. (2005). *Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage*. Thèse de Doctorat, INSA, Lyon, France, 224 p.
- Kumpiene J., Lagerkvist A. et Maurice C. (2007). Stabilization of Pb-and Cu-contaminated soil using coal fly ash and peat. *Environmental Pollution* 145(1):365-373.
- Kumpiene J., Lagerkvist A. et Maurice C. (2008). Stabilization of As, Cr, Cu, Pb and Zn in soil using amendments—a review. *Waste Management* 28(1):215-225.
- Kuyucak N., Chabot F. et Martschuk J. (2006). Successful implementation and operation of a passive treatment system in an extremely cold climate, northern Quebec, Canada.

Proceeding of the 7th International Conference on acid Rock Drainage (ICARD). 26-30 mars 2006, St. Louis MO, Canada, pp 980–992

Lackovic J.A., Nikolaidis N.P., Chheda P., Carley R.J. et Patton E. (1997). Evaluation of batch leaching procedures for estimating metal mobility in glaciated soils. *Groundwater Monitoring and Remediation* 17(3):231-240.

Lafond S. (2012). *Développement d'un procédé de traitement des sols d'une butte d'arrêt de tir à l'arme légère contaminés à l'antimoine, au cuivre, au plomb et au zinc*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 320 p.

Lamontagne A. (2001). *Étude de la méthode d'empilement des stériles par entremêlement par couches pour contrôler le drainage minier acide*. Thèse de Doctorat, Université Laval, Québec, QC, Canada, 345 p.

Lapakko K. (2002). Metal mine rock and waste characterization tools: An overview. *Mining Minerals and Sustainable Development* 67:1-30.

Lapointe F. (2005). *Potentiel d'utilisation du bauxsol TM comme matériel réactif d'une barrière perméable pour contrôler le drainage minier acide*. Mémoire de Maîtrise, Université Laval, Québec, QC, Canada, 70 p.

Laporte-Saumure M. (2010). *Caractérisation de sites de tir à l'arme légère militaires canadiens, enlèvement des métaux et suivi hydrogéologique des contaminants*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 251 p.

Lawrence R. (1990). Laboratory procedures for the prediction of long term weathering characteristics of mining wastes. Acid mine drainage: Designing for closure. Doyle FM (Ed) *Western regional symposium on mining and mineral processing wastes.*, Littleton, Colorado: AIME/SME Publication, pp. 115–121.

Lawrence R.W. et Wang Y. (1997). Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. *Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage. Proc. 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage*, 31 mai – 06 juin 1997, Vancouver, BC, Canada, pp. 451-464.

- Leduc D., Leduc L. et Ferroni G. (2002). Quantification of bacterial populations indigenous to acidic drainage streams. *Water Air and Soil Pollution* 135(1-4):1-21.
- Leduc L. et Ferroni G. (1994). The chemolithotrophic bacterium *Thiobacillus ferrooxidans*. *FEMS Microbiology Reviews* 14(2):103-119.
- Leduc C., Favreau G. et Schroeter P. (2001). Long-term rise in a Sahelian water-table: The continental terminal in south-west Niger. *Journal of Hydrology* 243(1-2):43-54.
- Lee D.H., Cody R.D., Kim D.J. et Choi S. (2002). Effect of soil texture on surfactant-based remediation of hydrophobic organic-contaminated soil. *Environment International* 27(8):681-688.
- Lefebvre-Drouet E. et Rousseau M. (1995). Dissolution de différents oxyhydroxydes de fer par voie chimique et par voie biologique: importance des bactéries réductrices. *Soil biology and Biochemistry* 27(8):1041-1050.
- Lefticariu L., Walters E.R., Pugh C.W. et Bender K.S. (2015). Sulfate reducing bioreactor dependence on organic substrates for remediation of coal-generated acid mine drainage: Field experiments. *Applied Geochemistry* 63:70-82.
- Leist M., Casey R. et Caridi D. (2000). The management of arsenic wastes: problems and prospects. *Journal of Hazardous Materials* 76(1):125-138.
- Lens A., Maurice C. et Driver J. (2005). Grain boundary mobilities during recrystallization of Al-Mn alloys as measured by in situ annealing experiments. *Materials Science and Engineering: A* 403(1):144-153.
- Levasseur B. (2004). *Optimisation de l'enlèvement et de la récupération des métaux à partir de cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux*. Thèse de Doctorat, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 243 p.
- Lewis, A. E. (2010). Review of metal sulphide precipitation. *Hydrometallurgy*, 104(2), 222-234.
- Lindsay M.B., Blowes D.W., Condon P.D. et Ptacek C.J. (2011). Organic carbon amendments for passive in situ treatment of mine drainage: Field experiments. *Applied Geochemistry* 26(7):1169-1183.
- Lindsay M.B., Ptacek C.J., Blowes D.W. et Gould W.D. (2008). Zero-valent iron and organic

- carbon mixtures for remediation of acid mine drainage: Batch experiments. *Applied Geochemistry* 23(8):2214-2225.
- Liu, Y., Naidu, R., et Ming, H. (2011). Red mud as an amendment for pollutants in solid and liquid phases. *Geoderma*, 163(1-2), 1-12.
- Liu Z.S., Peng T.H. et Lin C.L. (2014). Impact of CaO and CaCO₃ addition on agglomeration/defluidization and heavy metal emission during waste combustion in fluidized-bed. *Fuel Processing Technology* 118:171-179.
- Llorente M.F. et García J.C. (2006). Concentration of elements in woody and herbaceous biomass as a function of the dry ashing temperature. *Fuel* 85(9):1273-1279.
- Lombi E., Zhao F.J., Zhang G., Sun B., Fitz W., Zhang H. et McGrath S.P. (2002). In situ fixation of metals in soils using bauxite residue: Chemical assessment. *Environmental Pollution* 118(3):435-443.
- Lopez E., Soto B., Arias M., Nunez A., Rubinos D. et Barral M. (1998). Adsorbent properties of red mud and its use for wastewater treatment. *Water Research* 32(4):1314-1322.
- Lovley D.R. et Phillips E.J. (1988). Manganese inhibition of microbial iron reduction in anaerobic sediments. *Geomicrobiology Journal*, 6(3-4), 145-155.
- Lovley D.R., Holmes D.E. et Nevin K.P. (2004). Dissimilatory Fe (III) and Mn (IV) reduction. *Adv Microb Physiol*, 49:219–86.
- Luan F., Santelli C.M., Hansel C.M. et Burgos W.D. (2012). Defining manganese (II) removal processes in passive coal mine drainage treatment systems through laboratory incubation experiments. *Applied Geochemistry* 27(8):1567-1578.
- Lucan-Bouché, M.L., F. Habets, S. Biagiante-Risbourg et G. Vernet (1997): The simultaneous influence of pH and temperature on binding and mobilization of metals in sand: 2-Lead. *Fresenius Environ. Bull.*, 6(11):719-726.
- Luptakova A. et Kusnierova M. (2005). Bioremediation of acid mine drainage contaminated by SRB. *Hydrometallurgy* 77(1):97-102.
- Lyew D. et Sheppard J.D. (1997). Effects of physical parameters of a gravel bed on the activity of sulphate-reducing bacteria in the presence of acid mine drainage. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 70(3):223-230.

- Lynn J.D., Jablonski C.E. et Egan W.D. (1989). Process for chemical stabilization of heavy metal bearing dusts and sludges as EAF dust. Brevet US 4,840,671 A.
- Ma Q.Y., Traina S.J., Logan T.J. et Ryan J.A. (1994). In situ lead immobilization by apatite. *Environmental Science and Technology* 27(9):1803-1810.
- Ma Q.Y., Logan T.J. et Traina S.J. (1995). Lead immobilization from aqueous solutions and contaminated soils using phosphate rocks. *Environmental Science and Technology* 29(4):1118-1126.
- Macdonald A.J., Powelson D.S., Poulton P.R. et Jenkinson D.S. (1989). Unused fertiliser nitrogen in arable soils—its contribution to nitrate leaching. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 46(4):407-419.
- Machemer S.D. et Wildeman T.R. (1992). Adsorption compared with sulfide precipitation as metal removal processes from acid mine drainage in a constructed wetland. *Journal of Contaminant Hydrology* 9(1):115-131.
- Macías F., Caraballo M.A., Nieto J.M., Rötting T. S. et Ayora C. (2012a). Natural pretreatment and passive remediation of highly polluted acid mine drainage. *Journal of Environmental Management* 104:93-100.
- Macías F., Caraballo M.A. et Nieto J.M. (2012). Environmental assessment and management of metal-rich wastes generated in acid mine drainage passive remediation systems. *Journal of Hazardous Materials* 229:107-114.
- Macías F., Caraballo M.A., Rötting T.S., Pérez-López R., Nieto J.M. et Ayora C. (2012). From highly polluted Zn-rich acid mine drainage to non-metallic waters: Implementation of a multi-step alkaline passive treatment system to remediate metal pollution. *Science of the Total Environment* 433:323-330.
- MacKay M. et Emery J. (1994). Stabilization and solidification of contaminated soils and sludges using cementitious systems: Selected case histories. *Transportation Research Record* 1458:67-72.
- Maddocks G., Lin C. et McConchie D. (2004). Effects of Bauxsol™ and biosolids on soil conditions of acid-generating mine spoil for plant growth. *Environmental Pollution* 127(2):157-167.

- Malandrino M., Abollino O., Buoso S., Giacomino A., La Gioia C. et Mentasti E. (2011). Accumulation of heavy metals from contaminated soil to plants and evaluation of soil remediation by vermiculite. *Chemosphere* 82(2):169-178.
- Marchat D. (2005). *Fixation du cadmium par une hydroxyapatite phosphocalcique: Étude cinétique et thermodynamique*. Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, Limoges, France, 214 p.
- Margui E., Salvadó V., Queralt I. et Hidalgo M. (2004). Comparison of three-stage sequential extraction and toxicity characteristic leaching tests to evaluate metal mobility in mining wastes. *Analytica Chimica Acta* 524(1):151-159.
- Mariner R., Johnson D.B. et Hallberg K.B. (2008). Characterisation of an attenuation system for the remediation of Mn (II) contaminated waters. *Hydrometallurgy* 94(1-4):100-104.
- Martin M.P., Wattenbach M., Smith P., Meersmans J., Jolivet C., Boulonne L. et Arrouays D. (2011). Spatial distribution of soil organic carbon stocks in France. *Biogeosciences* 8:1053–1065.
- Masiá A.T., Buhre B., Gupta R. et Wall T. (2007). Characterising ash of biomass and waste. *Fuel Processing Technology* 88(11):1071-1081.
- Mauric A. et Lottermoser B.G. (2011). Phosphate amendment of metalliferous waste rocks, Century Pb–Zn mine, Australia: laboratory and field trials. *Applied Geochemistry* 26(1):45-56.
- Mavropoulos E., Rossi A.M., Costa A.M., Perez C.A.C., Moreira J.C. et Saldanha M. (2002). Studies on the mechanisms of lead immobilization by hydroxyapatite. *Environmental Science and Technology* 36:1625-1629.
- Mayes W., Gozzard E., Potter H. et Jarvis A. (2008). Quantifying the importance of diffuse minewater pollution in a historically heavily coal mined catchment. *Environmental Pollution* 151(1):165-175.
- McCaughey C.A., O'Sullivan A.D., Milke M.W., Weber P.A. et Trumm D.A. (2009). Sulfate and metal removal in bioreactors treating acid mine drainage dominated with iron and aluminum. *Water Research* 43(4):961-970.
- McConchie D., Clark M. et Davies-McConchie F. (2002). New strategies for the management

- of bauxite refinery residues (red mud). *Proceedings of the 6th International Alumina Quality Workshop*. 8 – 13 septembre, Brisbane, Australia, pp. 327-332.
- McDonald D., Reader J. et Dalziel T. (1989). The combined effects of pH and trace metals on fish ionoregulation. Dans: *Acid toxicity and aquatic animals*. Cambridge University Press, Cambridge, Angleterre, pp. 221-242.
- McDonald D.M., Webb J.A. et Taylor J. (2006). Chemical stability of acid rock drainage treatment sludge and implications for sludge management. *Environmental Science and Technology* 40(6):1984-1990.
- McLemore V.T., Heizler L., Donahue K. et Dunbar N. (2009). Characterization of weathering of mine rock piles: example from the Questa Mine, New Mexico, USA. *Proceedings from the 8th International Conference on Acid Rock Drainage*, 23-26 juin, Skelleftea, Suède, pp. 1-10.
- MELCC (2006). La diversité des poissons. Disponible à <http://www.environnement.gouv.qc.ca/poissons/bourlamaque/index.htm>, Page consultée le 20 avril 2012.
- MELCC (2012). *Portrait de la qualité des eaux de surface au Québec 1999 – 2008*. Direction du suivi de l'état de l'environnement, Gouvernement du Québec, Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les Changements Climatiques, Québec, QC, Canada, 97 p.
- Means B. et Hilton T. (2004). Comparison of three methods to measure acidity of coalmine drainage. *Proceedings of the National Meeting of the American Society of Mining and Reclamation and 25th West Virginia Surface Mine Drainage Task Force*. American Society of Mining and Reclamation, 18-24 avril 2004, Lexington, KY, USA, pp. 1249–1277.
- Mehling P.E., Day S.J. et Sexsmith K.S. (1997). Blending and layering waste rock to delay, mitigate or prevent acid generation: a case review study. *Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage*, vol. II, 30 mai au 6 juin, Vancouver, CB, Canada, pp. 953–970.
- Melamed R., Cao X., Chen M. et Ma L.Q. (2003). Field assessment of lead immobilization in a

- contaminated soil after phosphate application. *Science of the Total Environment* 305(1):117-127.
- Melanson M. (2006). *Analyse d'un système de traitement passif pour le site de la mine Eustis*. Mémoire de Maîtrise, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, QC, Canada, 69 p.
- MEND (1999). *Review of passive systems for treatment of acid mine drainage*. MEND Report 3.14.1, CANMET, NRCan, Ottawa ON, Canada, 197 p.
- Mercier G. (2012). *Restauration des sites et gestion des matières dangereuses*. Cours EAU-517. Notes de cours. Université de Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 369 p.
- Mercier G., Couillard D., Chartier M., Roberge G. et Painchaud R. (1997). Décontamination des cendres volantes d'incinérateur de déchets municipaux. Rapport No. 4946-37/A35-100, Université de Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 105 p.
- Mermillod-Blondin R. (2005). *Influence des propriétés superficielles de la pyrite sur la rétention de molécules organiques soufrées: Application à la désulfuration des résidus miniers*. Thèse de Doctorat, INPL, Vandoeuvre-les-Nancy, France, 164 p.
- Minh D.P., Lyczko N., Sebei H., Nzihou A. et Sharrock P. (2012a). Synthesis of calcium hydroxyapatite from calcium carbonate and different orthophosphate sources: a comparative study. *Materials Science and Engineering B* 177(13):1080-1089.
- Minh D.P., Sebei H., Nzihou A. et Sharrock P. (2012b). Apatitic calcium phosphates: synthesis, characterization and reactivity in the removal of lead (II) from aqueous solution. *Chemical Engineering Journal* 198:180-190.
- Minh D.P., Tran N.D., Nzihou A. et Sharrock P. (2014). Calcium phosphate based materials starting from calcium carbonate and orthophosphoric acid for the removal of lead (II) from an aqueous solution. *Chemical Engineering Journal* 243:280-288.
- Minh D.P., Tran N.D., Nzihou A. et Sharrock P. (2014). Calcium phosphate based materials starting from calcium carbonate and orthophosphoric acid for the removal of lead (II) from an aqueous solution. *Chemical Engineering Journal* 243:280-288.
- MELCC (2007). *Plan directeur provisoire. Parc national de la Kuururjuaq*. Gouvernement du

- Québec, Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les Changements Climatiques, Québec, QC, Canada, 48 p.
- Miretzky P. et Fernandez-Cirelli A. (2008). Phosphates for Pb immobilization in soils: a review. *Environmental Chemistry Letters* 6(3):121-133.
- Montoya, B.M., DeJong, J.T. et Boulanger R.W. (2013). Dynamic response of liquefiable sand improved by microbial-induced calcite precipitation. *Géotechnique* 63(4):302.
- Morin K.A. et Hutt N.M. (1997). Prediction of minesite-drainage chemistry through closure using operational monitoring data. *Journal of Geochemical Exploration* 73(2):123-130.
- Mulligan C. et Galvez-Cloutier R. (2000). Bioleaching of copper mining residues by *Aspergillus niger*. *Water Science and Technology* 41(12):255-262.
- Mulligan C., Yong R. et Gibbs B. (2001a). Remediation technologies for metal-contaminated soils and groundwater: An evaluation. *Engineering Geology* 60(1):193-207.
- Mulligan C., Yong R. et Gibbs B. (2001). Surfactant-enhanced remediation of contaminated soil: a review. *Engineering Geology* 60(1):371-380.
- Mulligan, C. N., Yong, R. N., & Gibbs, B. F. (2001). Remediation technologies for metal-contaminated soils and groundwater: an evaluation. *Engineering geology*, 60(1-4), 193-207.
- Mylona E., Xenidis A. et Paspaliaris I. (2000). Inhibition of acid generation from sulphidic wastes by the addition of small amounts of limestone. *Minerals Engineering* 13(10):1161-1175.
- National Pollutant Release Inventory (NPRI) (1995). Environnement Canada, Ottawa, ON, Canada, 176 p.
- Nduwayezu I. (2010). *Adsorption et désorption du plomb dans un sol sablonneux traité par divers amendements*. Mémoire de Maîtrise, Université du Québec à Montréal, Montréal, QC, Canada, 146 p.
- Neculita C.M., Zagury G.J. et Bussière B. (2007). Passive treatment of acid mine drainage in bioreactors using sulfate-reducing bacteria. *Journal of Environmental Quality* 36(1):1-16.

- Neculita C.M. (2008). *Traitement biologique passif du drainage minier acide: Sources de carbone, mécanismes d'enlèvement des métaux et écotoxicité*. Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 244 p.
- Neculita C.M., Zagury G.J. et Bussière B. (2008a). Effectiveness of sulfate-reducing passive bioreactors for treating highly contaminated acid mine drainage: II. Metal removal mechanisms and potential mobility. *Applied Geochemistry* 23(12):3545-3560.
- Neculita C.M., Zagury G.J. et Bussière B. (2008b). Effectiveness of sulfate-reducing passive bioreactors for treating highly contaminated acid mine drainage: I. Effect of hydraulic retention time. *Applied Geochemistry* 23(12):3442-3451.
- Neculita C.M. et Zagury G.J. (2008c). Biological treatment of highly contaminated acid mine drainage in batch reactors: Long-term treatment and reactive mixture characterization. *Journal of Hazardous Materials* 157(2):358-366.
- Neculita C.M., Vigneault B. et Zagury G.J. (2008d). Toxicity and metal speciation in acid mine drainage treated by passive bioreactors. *Environmental Toxicology and Chemistry* 27(8):1659-1667.
- Neculita C.M., Yim G.J., Lee G., Ji S.W., Jung J.W., Park H.S. et Song H. (2011). Comparative effectiveness of mixed organic substrates to mushroom compost for treatment of mine drainage in passive bioreactors. *Chemosphere* 83(1):76-82.
- Neculita C.M. et Moga L.M. (2015). Analysis of romanian fisheries and aquaculture in regional context. *The USV Annals of Economics and Public Administration* 151(21):127-132.
- Neculita C.M. et Rosa E. (2018). A review of the implications and challenges of manganese removal from mine drainage and potential impacts of untreated effluents on the quality of natural waters. *Chemosphere* 214 : 491-510.
- NEDEM (2009). *Mine waste cover in cold regions*. Programme de Neutralisation des Eaux de Drainage dans l'Environnement Minier, Rapport 1.61.5a, NEDEM, Ottawa, ON, Canada, 111 p.
- Nordstrom D.K. et Southam G. (1997). Geomicrobiology of sulfide mineral oxidation. *Reviews in Mineralogy* 35:361-390.
- Nordstrom D.K., Alpers C.N., Ptacek C.J. et Blowes D.W. (2000). Negative pH and extremely

- acidic mine waters from Iron Mountain, California. *Environmental Science and Technology* 34(2):254-258.
- Oliva J., De Pablo J., Cortina J.L., Cama J. et Ayora C. (2010). The use of Apatite II™ to remove divalent metal ions zinc (II), lead (II), manganese (II) and iron (II) from water in passive treatment systems: Column experiments. *Journal of Hazardous Materials* 184(1):364-374.
- OremLand R.S. et Silverman M.P. (1979). Microbial sulfate reduction measured by an automated electrical impedance technique. *Geomicrobiology Journal* 1(4):355-372.
- Ouangrawa M., Molson J., Aubertin M., Bussière B. et Zagury G. (2007). Predicting the performance of an elevated water table for preventing acid mine drainage. *Proceedings of the 60th Canadian Geotechnical Conference and 8th Joint CGS-IAH-CNC Conference*. 21-24 octobre 2007, Ottawa, ON, Canada, pp. 1470-1477.
- Oudjehani K. et Zagury G.J. (1999). *Protocole expérimental pour la détermination de la capacité d'échange cationique (CEC)*. Chaire industrielle CRSNG en assainissement et gestion des sites, Département de génie chimique, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, p.
- Paiment A., Leduc L. et Ferroni G. (2001). The effect of the facultative chemolithotrophic bacterium *Thiobacillus acidophilus* on the leaching of low-grade Cu-Ni sulfide ore by *Thiobacillus ferrooxidans*. *Geomicrobiology Journal* 18(2):157-165.
- Palacios M. et Puertas F. (2011). Effectiveness of mixing time on hardened properties of waterglass-activated slag pastes and mortars. *ACI Materials Journal* 108(1):73-78.
- Palmer M.A., Bernhardt E., Schlesinger W., Eshleman K., Foufoula-Georgiou E., Hendryx M., Lemly A., Likens G., Loucks O. et Power M. (2010). Mountaintop mining consequences. *Science* 327(5962):148-149.
- Paradis M. (2004). *Étude géochimique de la neutralisation de résidus miniers générateurs de drainage minier acide par des résidus alcalins boues rouges*. Mémoire de Maîtrise, Université Laval, Québec, QC, Canada, 60 p.
- Paradis M., Duchesne J., Lamontagne A. et Isabel D. (2006). Using red mud bauxite for the neutralization of acid mine tailings: a column leaching test. *Canadian Geotechnical*

Journal 43(11):1167-1179.

Paradis M., Duchesne J., Lamontagne A. et Isabel D. (2007). Long-term neutralisation potential of red mud bauxite with brine amendment for the neutralisation of acidic mine tailings. *Applied Geochemistry* 22(11):2326-2333.

Pareuil P. (2009). *Étude du comportement à la lixiviation d'un laitier manganifère issu de la valorisation des piles alcalines et salines*. Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, Limoges, France, 180 p.

Parfitt R.L., Baisden W.T. et Elliott A.H. (2008). Phosphorus inputs and outputs for New Zealand in 2001 at national and regional scales. *Journal of the Royal Society of New Zealand* 38(1):37-50.

Park J.H., Edraki M., Mulligan D. et Jang H.S. (2014). The application of coal combustion by-products in mine site rehabilitation. *Journal of Cleaner Production* 84:761-772.

Pasini R. et Walker H.W. (2012). Estimating constituent release from FGD gypsum under different management scenarios. *Fuel* 95:190-196.

Peretyazhko T., Zachara J.M., Boily J.F., Xia Y., Gassman P.L., Arey B.W. et Burgos W.D. (2009). Mineralogical transformations controlling acid mine drainage chemistry. *Chemical Geology* 262(3-4):169-178.

Pérez-López R., Nieto J.M. et de Almodóvar G.R. (2007). Utilization of fly ash to improve the quality of the acid mine drainage generated by oxidation of a sulphide-rich mining waste: column experiments. *Chemosphere* 67(8):1637-1646.

Perucci P., Monaci E., Onofri A., Vischetti C. et Casucci C. (2008). Changes in physico-chemical and biochemical parameters of soil following addition of wood ash: A field experiment. *European Journal of Agronomy* 28(3):155-161.

Phillips, I. R. (1998). Use of soil amendments to reduce nitrogen, phosphorus and heavy metal availability. *Journal of Soil Contamination*, 7(2), 191-212.

Picher S., Drogui P., Guay R. et Blais J.F. (2002). Wastewater sludge and pig manure used as culture media for bioleaching of metal sulphides. *Hydrometallurgy* 65(2-3):177-186.

Pilon R. (2011). *Dynamics of the root system of the prairial ecosystem and contribution to soil carbon budget under climate change*. Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal,

Clermont-Ferrand 2, France, 315 p.

Plante B. (2004). *Intégration de la minéralogie dans la détermination du potentiel de génération d'acide de rejets miniers à l'aide d'essais statiques*. Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 270 p.

Plante B. (2010). *Évaluation des principaux facteurs d'influence sur la prédiction du drainage neutre contaminé*. Thèse de Doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 271 p.

Plante, B., Benzaazoua, M. and Bussière, B., (2011). Predicting geochemical behaviour of waste rock with low acid generating potential using laboratory kinetic tests. *Mine Water and the Environment*, 30(1): 2-21.

Polat M., Lederman E., Pelly I. et Cohen H. (2002). Chemical neutralization of acidic wastes using fly ash in Israel. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 77(3):377-381.

Porter G.S., Bajita-Locke J.B., Hue N.V. et Strand D. (2004). Manganese solubility and phytotoxicity affected by soil moisture, oxygen levels, and green manure additions. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 35(1-2):99-116.

Postgate J.R., Kent H.M., Robson R.L. et Chesshyre J.A. (1984). The genomes of *Desulfovibrio gigas* and *D. vulgaris*. *Microbiology* 130(7):1597-1601.

Postgate J. R. (1979). *The sulphate-reducing bacteria*. CUP Archive, 151 p.

Potvin R. (2009). *Évaluation à différentes échelles de la performance de systèmes de traitement passif pour des effluents fortement contaminés par le drainage minier acide*. Thèse de Doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, QC, Canada, 367 p.

Poulin E., Blais J.F. et Mercier G. (2008) Transformation of red mud from aluminium industry into a coagulant for wastewater treatment. *Hydrometallurgy* 92(1):16-25.

Prasad M.N.V. et de Oliveira Freitas H.M. (1999). Feasible biotechnological and bioremediation strategies for serpentine soils and mine spoils. *Electronic Journal of Biotechnology* 2:7-8.

Price, W. A, Morin K. et Hutt, N. (1997). Guidelines for the Prediction of Acid Rock Drainage

- and Metal Leaching for Mines in British-Columbia: Part II- Recommended Procedures for Static and Kinetic Testing. In *Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD) Vol. 1*, Vancouver, BC., Canada, pp. 15-30.
- Pronk J.T. et Johnson D.B. (1992). Oxidation and reduction of iron by acidophilic bacteria. *Geomicrobiology Journal* 10(3-4):153-171.
- Province of British Columbia (1992). *Waste Management Act: Special Waste Regulation Schedule 4, Parts 1 and 2*. Queen's Printer, Victoria, CB, Canada, pp. 72-79.
- Qian G., Yang X., Dong S., Zhou J., Sun Y., Xu Y. et Liu Q. (2009). Stabilization of chromium-bearing electroplating sludge with MSWI fly ash-based Friedel matrices. *Journal of Hazardous Materials* 165(1):955-960.
- Querol X., Alastuey A., Moreno N., Alvarez-Ayuso E., García-Sánchez A., Cama J., Ayora C. et Simón M. (2006). Immobilization of heavy metals in polluted soils by the addition of zeolitic material synthesized from coal fly ash. *Chemosphere* 62(2):171-180.
- Rait R., Trumm D., Pope J., Craw D., Newman N. et MacKenzie H. (2010). Adsorption of arsenic by iron rich precipitates from two coal mine drainage sites on the West Coast of New Zealand. *New Zealand Journal of Geology and Geophysics* 53(2-3):177-193.
- Rakotonimaro T.V., Neculita C.M., Bussière B. et Zagury G.J. (2017). Comparative column testing of three reactive mixtures for the bio-chemical treatment of iron-rich acid mine drainage. *Minerals Engineering* 111:79-89.
- Rakovan J., Reeder R.J., Elzinga E.J., Cherniak D.J., Tait C.D. et Morris D.E. (2002). Structural characterization of U (VI) in apatite by X-ray absorption spectroscopy. *Environmental Science and Technology* 36(14):3114-3117.
- Ramlan B. et Sheridan C. (2015). The potential utilisation of indigenous South African grasses for acid mine drainage remediation. *Water SA* 41(2):247-252.
- Rawlings D.E. et Kusano T. (2001). Molecular genetics of *Thiobacillus ferrooxidans*. *Microbiology Reviews* 58:39-55.
- Rawlings D.E. (2002). Heavy metal mining using microbes 1. *Annual Reviews in Microbiology* 56(1):65-91.
- Rawlings D.E. et Johnson D.B. (2007). The microbiology of biomining: Development and

- optimization of mineral-oxidizing microbial consortia. *Microbiology* 153(2):315-324.
- Reid S. et Cohen S. (2000). A new tool to predict lead mobility in shooting range soils: Predicting SPLP results. *The 16th Annual International Conference on Contaminated Soils, Sediments and Water*. University of Massachusetts, 16–19 octobre, Amherst, MA, USA, 16 p.
- Reinertsen S.A., Elliott L., Cochran V. et Campbell G. (1984). Role of available carbon and nitrogen in determining the rate of wheat straw decomposition. *Soil Biology and Biochemistry* 16(5):459-464.
- Rémillard J. (2012). *Influence de l'altération physique sur les caractéristiques physico-chimiques de monolithes de sols contaminés traités par stabilisation/solidification au ciment*. Mémoire de Maîtrise, École de Technologie Supérieure, Montréal, QC, Canada, 113 p.
- Robitaille V. et Tremblay D. (1997). *Mécanique des sols. Théorie et pratique*. Modulo Éditeur, Québec-Canada, p. 652.
- Rose, A. W., Parizek, R. R., & Phelps, L. B. (1995). Effectiveness of lime kiln flue dust in preventing acid mine drainage at the Kauffman Surface Coal Mine, Clearfield County, Pennsylvania (No. CONF-9506226-). *National Meeting American Society for Surface Mining and Reclamation*, 5-8 juin. Gillette, Wyoming (États-Unis) p. 159 - 171.
- Rose A.W., Means B. et Shah P.J. (2003). Methods for passive removal of manganese from acid mine drainage. *Proceedings of the 24th West Virginia Surface Mine Drainage Task Force Symposium* (<http://wvtaskforce.com/proceedings/2003.cfm>), 01 aout 2007, Virginia, USA, pp. 71-82.
- Ruttens A., Colpaert J., Mench M., Boisson J., Carleer R. et Vangronsveld J. (2006). Phytostabilization of a metal contaminated sandy soil. II: Influence of compost and/or inorganic metal immobilizing soil amendments on metal leaching. *Environmental Pollution* 144(2):533-539.
- Sabra N., Dubourguier H., Benmimouna A., Duval M., Camuzeaux S. et Hamieh T. (2011). Lithotrophic bacterial leaching of heavy metals from sediments dredged from the Deûle Canal, France. *Open Environmental Science* 5:18-29.

- Safronova T., Kuznetsov A., Korneychuk S., Putlyaev V. et Shekhirev M. (2009). Calcium phosphate powders synthesized from solutions with $[Ca^{2+}]/[PO_4^{3-}] = 1$ for bioresorbable ceramics. *Open Chemistry* 7(2):184-191.
- Santé Canada (2003). *Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada : Documentation à l'appui – Turbidité*. Bureau de la qualité de l'eau et de la santé, Direction générale de la santé environnementale et de la sécurité des consommateurs, Santé Canada, Ottawa, ON, Canada, 177 p.
- Santofimia E. et López-Pamo E. (2016). Performance of an open limestone channel for treating a stream affected by acid rock drainage (León, Spain). *Environmental Science and Pollution Research* 23(14):14502-14517.
- Santona L., Castaldi P. et Melis P. (2006). Evaluation of the interaction mechanisms between red muds and heavy metals. *Journal of Hazardous Materials* 136(2):324-329.
- Sasek V., Glaser J.A. et Baveye P. (2012). *The utilization of bioremediation to reduce soil contamination: Problems and solutions*. Springer Science & Business Media, 417 p.
- Schönborn W. et Hartmann H. (1978). Bacterial leaching of metals from sewage sludge. *European Journal of Applied Microbiology and Biotechnology* 5(4):305-313.
- Shanmuganathan P., Lakshmiathiraj P., Srikanth S., Nachiappan A. et Sumathy A. (2008). Toxicity characterization and long-term stability studies on copper slag from the ISASMELT process. *Resources Conservation and Recycling* 52(4):601-611.
- Sheoran V., Sheoran A. et Poonia P. (2010). Soil reclamation of abandoned mine land by revegetation: a review. *International Journal of Soil Sediment and Water* 3(2):13.
- Sheridan C., Harding K., Koller E. et De Pretto A. (2013). A comparison of charcoal-and slag-based constructed wetlands for acid mine drainage remediation. *Water SA* 39(3):369-374.
- Shieh C. (2001). *Criteria of selecting toxicity characteristics leaching procedure (TCLP) and synthetic precipitation leaching procedure (SPLP) tests to characterize special wastes*. Report:01-02, Florida Center for Solid and Hazardous Waste Management, University of Florida, Floride, FL, USA, 39 p.
- Simonton, S., Dimsha, M., Thomson, B., Barton, L. L., & Cathey, G. (2000). Long-term stability

- of metals immobilized by microbial reduction. *Environmental Engineering* 121(11): 798-804.
- Singer P.C. et Stumm W. (1970a). Acidic mine drainage: the rate-determining step. *Science* 167(3921):1121-1123.
- Singer P.C. et Stumm W. (1970b). The solubility of ferrous iron in carbonate-bearing waters. *American Water Works Association* 62(3):198-202.
- Sirven J.B. (2006). *Détection de métaux lourds dans les sols par spectroscopie d'émission sur plasma induit par laser (LIBS)*. Rapport Technique, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, Bordeaux, France, 253 p.
- Skousen J., Hilton T. et Faulkner B. (1996). Overview of acid mine drainage treatment with chemicals. *Green Lands* 26(3):40-49.
- Skousen J., Sexstone A. et Ziemkiewicz, P. (2000). *Acid mine drainage treatment and control. Reclamation of drastically disturbed lands*. American Society of Agronomy, Madison, WI, USA, pp. 131-168.
- Skousen J., Zipper C.E., Rose A., Ziemkiewicz P.F., Nairn R., McDonald L.M. et Kleinmann R.L. (2017). Review of passive systems for acid mine drainage treatment. *Mine Water and the Environment* 36(1):133-153.
- Snars K. et Gilkes R. (2009). Evaluation of bauxite residues (red muds) of different origins for environmental applications. *Applied Clay Science* 46(1):13-20.
- Sobek A.A., Schuller W.A. et Freeman J.R. (1978). *Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils*. US EPA, Cincinnati, Ohio, USA, 216 p.
- Song Y. (2003). *Mechanisms of lead and zinc removal from lead mine drainage in constructed wetland*. Thèse de Doctorat, Dissertation, Civil Engineering Departement, Faculty of Graduate School, University of Missouri, Rolla, 164 p.
- Song Z., Yang G., Guo Y. et Zhang T. (2012). Comparison of two chemical pretreatments of rice straw for biogas production by anaerobic digestion. *BioResources* 7(3):3223-3236.
- Sorrenti E. (2007). *Étude de la passivation de la pyrite: chimie de surface et réactivité*. Thèse de Doctorat, Institut National de Polytechnique de Lorraine, Vandoeuvre-les-Nancy, France, 247 p.

- Strydom C., Roode Q. et Potgieter J. (1996). Thermogravimetric and X-ray powder diffraction analysis of precipitator dust from a rotating lime kiln. *Cement and Concrete Research* 26(8):1269-1276.
- Stumm W. et Morgan J.J. (1996). *Aquatic chemistry*, 3rd ed. Wiley and Sons, New York, 1022 pp.
- Sun, W., Nešić, S., et Woollam, R. C. (2009). The effect of temperature and ionic strength on iron carbonate (FeCO₃) solubility limit. *Corrosion Science*, 51(6), 1273-1276.
- Suzuki T., Sasaki K., Takeda M. et Uchiyama M. (1984). Metabolism of tributyl phosphate in male rats. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 32(3):603-610.
- Suzuki Y. et Takeuchi Y. (1994). Uptake of a few divalent heavy metal ionic species by a fixed bed of hydroxyapatite particles. *Journal of Chemical Engineering of Japan* 27(5):571-576.
- Tabak H.H., Scharp R., Burckle J., Kawahara F.K. et Govind R. (2003). Advances in biotreatment of acid mine drainage and biorecovery of metals: 1. Metal precipitation for recovery and recycle. *Biodegradation* 14(6):423-436.
- Tack F., Lapauw F. et Verloo M. (1997). Determination and fractionation of sulphur in a contaminated dredged sediment. *Talanta* 44(12):2185-2192.
- Takeuchi Y. et Arai H. (1990). Removal of coexisting Pb²⁺, Cu²⁺ and Cd²⁺ ions from water by addition of hydroxyapatite powder. *Journal of Chemical Engineering of Japan* 23(1):75-80.
- Tang H., Xin T. et Wang F. (2013) Calcium phosphate/titania sol-gel coatings on AZ31 magnesium alloy for biomedical applications. *International Journal of Electrochemical Science* 8(8115): 8125.
- Tebo B.M., Johnson H.A., McCarthy J.K. et Templeton A.S. (2005). Geomicrobiology of manganese (II) oxidation. *Trends in Microbiology* 13(9):421-428.
- Tessier A., Campbell P.G.C. et Bisson M. (1979). Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry* 51(7):844-851.
- Thy P., Jenkins B., Grundvig S., Shiraki R. et Lesher C. (2006). High temperature elemental losses and mineralogical changes in common biomass ashes. *Fuel* 85(5):783-795.

- Tiwari M.K., Bajpai S., Dewangan U. et Tamrakar R.K. (2015). Suitability of leaching test methods for fly ash and slag: A review. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences* 8(4):523-537.
- Toor G., Condrón L., Cade-Menun B., Di H. et Cameron K. (2005). Preferential phosphorus leaching from an irrigated grassland soil. *European Journal of Soil Science* 56(2):155-168.
- Townsend T., Jang Y.C., Tolaymat T. et Jambeck J. (2003). *Leaching tests for evaluating risk in solid waste management decision making*. Report (03-01), Florida Center for Solid and Hazardous Waste Management, Gainesville, FL, USA, 134 p.
- Trolez G. (1995) *Métabolisme oxydatif et réducteur des bactéries du soufre dans le péloïde de Luchon*. Thèse de Doctorat, Université de Montpellier 1, Montpellier, France, 193 p.
- Tsiridis V., Petala M., Samaras P., Hadjispyrou S., Sakellaropoulos G. et Kungolos A. (2006). Interactive toxic effects of heavy metals and humic acids on *Vibrio fischeri*. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 63(1):158-167.
- Tsukamoto T. et Miller G. (1999). Methanol as a carbon source for microbiological treatment of acid mine drainage. *Water Research* 33(6):1365-1370.
- Tsukamoto T., Killion H. et Miller G. (2004). Column experiments for microbiological treatment of acid mine drainage: low-temperature, low-pH and matrix investigations. *Water Research* 38(6):1405-1418.
- Tuovinen O.H. et Kelly D. (1972). Biology of *Thiobacillus ferrooxidans* in relation to the microbiological leaching of sulphide ores. *Zeitschrift für allgemeine Mikrobiologie* 12(4):311-346.
- US EPA (1992). *Toxicity characteristic leaching procedure, method 1311*. United States Environmental Protection Agency. Disponible à l'adresse suivante : <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/1311.pdf>. Consulté en novembre 2011.
- US EPA (1994). *Synthetic precipitation leaching procedure, method 1312*. United States Environmental Protection Agency. Disponible à l'adresse suivante : <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/1312.pdf>. Consulté

en novembre 2011.

- US EPA (1996). *Test methods for evaluating solid waste - Physical/chemical methods (SW-846)*. United States Environmental Protection Agency, Washington, DC, USA, ??? p.
- US EPA. (2004). *Treatment technologies for site clean up: annual status report*. Report EPA5 42-R-03-009. Office of Solid Waste and Emergency Response, United States Environmental Protection Agency, Washington, DC, USA, ??? p.
- Utgikar V.P., Chen B.Y., Chaudhary N., Tabak H.H., Haines J.R. et Govind R. (2001). Acute toxicity of heavy metals to acetate-utilizing mixed cultures of sulfate-reducing bacteria: EC100 and EC50. *Environmental Toxicology and Chemistry* 20(12):2662-2669.
- Vachon P (1992). *Essai de lixiviation de l'aluminium contenu dans les boues rouges par voies chimique et biologique*. Mémoire, Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec, QC, Canada, 142 p.
- Vachon P., Tyagi R.D., Auclair J.C. et Wilkinson K.J. (1994). Chemical and biological leaching of aluminum from red mud. *Environmental Science and Technology* 28(1):26-30.
- Vadapalli V., Klink M., Etchebers O., Petrik L., Gitari W., White R., Key D. et Iwuoha E. (2008). Neutralization of acid mine drainage using fly ash, and strength development of the resulting solid residues. *South African Journal of Science* 104(7-8):317-322.
- Van Loo S. et Koppejan J. (2008). *Handbook of biomass combustion and co-firing*. Londres, Royaume-Uni, 442 p.
- Vangronsveld J., Herzig R., Weyens N., Boulet J., Adriaensen K., Ruttens A., Thewys T., Vassilev A., Meers E. et Nehnevajova E. (2009). Phytoremediation of contaminated soils and groundwater: lessons from the field. *Environmental Science and Pollution Research* 16(7):765-794.
- Vasquez Y., Escobar M.C., Neculita C.M., Arbeli Z. et Roldan F. (2016a). Biochemical passive reactors for treatment of acid mine drainage: effect of hydraulic retention time on changes in efficiency, composition of reactive mixture, and microbial activity. *Chemosphere* 153:244-253.
- Vasquez Y., Escobar M.C., Neculita C.M., Arbeli Z. et Roldan F. (2016b). Selection of reactive mixture for biochemical passive treatment of acid mine drainage. *Environmental Earth*

Sciences 75(7):576.

Vassilev S.V., Baxter D., Andersen L.K. et Vassileva C.G. (2010). An overview of the chemical composition of biomass. *Fuel* 89(5):913-933.

Vester, F., & Ingvorsen, K. (1998). Improved most-probable-number method to detect sulfate-reducing bacteria with natural media and a radiotracer. *Appl. Environ. Microbiol.*, 64(5) : 1700-1707.

Villeneuve M. (2004). *Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques*. Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, QC, Canada, 576 p.

Vitor G., Palma T., Vieira B., Lourenço J., Barros R. et Costa M.C. (2015) Start-up, adjustment and long-term performance of a two-stage bioremediation process, treating real acid mine drainage, coupled with biosynthesis of ZnS nanoparticles and ZnS/TiO₂ nanocomposites. *Minerals Engineering* 75:85-93.

Vodyanitskii Y.N. (2010). Iron hydroxides in soils: A review of publications. *Eurasian Soil Science* 43(11):1244-1254.

Vories K.C. et Center M.C.R.C. (2002). The surface mining control and reclamation act: A response to concerns about placement of coal combustion by-products at coal mines. Mine Placement of Coal Combustion Waste Meeting. *Proceedings Of Coal Combustion By-Products And Western Coal Mines: A Technical Interactive Forum*: 16-18 avril, 2002, Golden, Colorado, USA, 327 p.

Wang C., Yin L., Zhang L., Xiang D. et Gao R. (2010). Metal oxide gas sensors: sensitivity and influencing factors. *Sensors* 10(3):2088-2106.

Wang M. et Zhou L. (2012). Simultaneous oxidation and precipitation of iron using jarosite immobilized *Acidithiobacillus ferrooxidans* and its relevance to acid mine drainage. *Hydrometallurgy* 125:152-156.

Warrender, R., & Pearce, N. J. (2007). Remediation of circum-neutral, low iron waters by permeable reactive media. *Proceedings of IMWA Symposium*, 27-31 mai 2007, Cagliari, Italy, pp. 289-293.

Waybrant K., Blowes D. et Ptacek C. (1995). Selection of reactive mixtures for the prevention

- of acid mine drainage using in situ porous reactive walls. *Proceedings of Sudbury '95 – Mining and the environment*, 28 mai -01 juin 1995, Sudbury, ON, Canada, pp. 945-953.
- Waybrant K., Blowes D. et Ptacek C. (1998). Selection of reactive mixtures for use in permeable reactive walls for treatment of mine drainage. *Environmental Science and Technology* 32(13):1972-1979.
- Waybrant K.R., Ptacek C.J. et Blowes D.W. (2002). Treatment of mine drainage using permeable reactive barriers: column experiments. *Environmental Science and Technology* 36(6):1349-1356.
- White C. et Gadd G.M. (1996). Mixed sulphate-reducing bacterial cultures for bioprecipitation of toxic metals: factorial and response-surface analysis of the effects of dilution rate, sulphate and substrate concentration. *Microbiology* 142(8):2197-2205.
- White, C., & Gadd, G. M. (2000). Copper accumulation by sulfate-reducing bacterial biofilms. *FEMS Microbiology Letters*, 183(2), 313-318.
- Whitehead D., Boelman N.T., Turnbull M.H., Griffin K.L., Tissue D.T., Barbour M. et Peltzer D.A. (2005). Photosynthesis and reflectance indices for rainforest species in ecosystems undergoing progression and retrogression along a soil fertility chronosequence in New Zealand. *Oecologia* 144(2):233-244.
- Wildeman T., Gusek J. et Higgins J. (2006). Passive treatment of mine influenced waters. Course Material for the ARD Treatment Short Course. 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), 25 au 30 juin, St-Louis, MO, USA.
- Willow M.A. et Cohen R.R. (2003). pH, dissolved oxygen, and adsorption effects on metal removal in anaerobic bioreactors. *Journal of Environmental Quality* 32(4):1212-1221.
- Wilson M. (2004). Weathering of the primary rock-forming minerals: processes, products and rates. *Clay Minerals* 39(3):233-266.
- Widdel, F., & Pfennig, N. (1981). Studies on dissimilatory sulfate-reducing bacteria that decompose fatty acids. *Archives of microbiology*, 129(5), 395-400.
- Wolin, E. A., Wolin, M., & Wolfe, R. S. (1963). Formation of methane by bacterial extracts. *Journal of Biological Chemistry*, 238(8), 2882-2886.
- Wright J., Rice K.R., Murphy B. et Conca J. (2004). PIMS using Apatite II™: How it works to

- remediate soil and water. Dans: *Sustainable Range Management*. Proceeding of the Conference on Sustainable Range Management, January 5-8, 2004, New Orleans, Battelle Memorial Institute (Éditeurs), Columbus, OH, USA, 8 p.
- Xenidis A., Stouraiti C. et Papassiopi N. (2010). Stabilization of Pb and As in soils by applying combined treatment with phosphates and ferrous iron. *Journal of Hazardous Materials* 177(1):929-937.
- Yang W., Marshall A., Wanatowski D. et Stace L. (2017). An experimental evaluation of the weathering effects on mine shaft lining materials. *Advances in Materials Science and Engineering*. Volume (2017): 1-12.
- Yim G., Ji S., Cheong Y., Neculita C.M. et Song H. (2015). The influences of the amount of organic substrate on the performance of pilot-scale passive bioreactors for acid mine drainage treatment. *Environmental Earth Sciences* 73(8):4717-4727.
- Zagury G., Colombano S., Narasiah K. et Ballivy G. (1997). Neutralization of acid mine tailings by addition of alkaline sludges from pulp and paper industry. *Environmental Technology* 18(10):959-973.
- Zagury G.J., Kulnieks V.I. et Neculita C.M. (2006). Characterization and reactivity assessment of organic substrates for sulphate-reducing bacteria in acid mine drainage treatment. *Chemosphere* 64(6):944-954.
- Zaluski M.H., Trudnowski J.M., Harrington-Baker M.A. et Bless D.R. (2003). Post-mortem findings on the performance of engineered SRB field-bioreactors for acid mine drainage control. *Proceedings of the 6th International Conference on Acid Rock Drainage*. 12- 18 juillet 2003, Cairns, Australie, pp. 12-18.
- Zhang M. et Wang H. (2014). Organic wastes as carbon sources to promote sulfate reducing bacterial activity for biological remediation of acid mine drainage. *Minerals Engineering* 69:81-90.
- Zhang, T., Tu, Z., Lu, G., Duan, X., Yi, X., Guo, C., & Dang, Z. (2017). Removal of heavy metals from acid mine drainage using chicken eggshells in column mode. *Journal of environmental management*, 188, 1-8.
- Ziemkiewicz P.F., Skousen J.G. et Simmons J. (2003). Long-term performance of passive acid

mine drainage treatment systems. *Mine Water and the Environment* 22(3) :118-129.

Ziemkiewicz P.F. et Knox A.S. (2006). Prediction of coal ash leaching behavior in acid mine water: Comparison of laboratory and field studies. Dans: *Coal combustion byproducts and environmental issues*. Springer, New York, NY, USA, pp. 50-58.

Zhu, C., Luan, Z., Wang, Y., & Shan, X. (2007). Removal of cadmium from aqueous solutions by adsorption on granular red mud (GRM). *Separation and Purification Technology*, 57(1), 161-169.

ANNEXE 1

Dénombrement des bactéries sulfato-réductrices (Adapté du CTRI)

- **Composition du milieu de culture et préparation des solutions entrant dans sa composition**

Le milieu de culture est préparé en suivant les proportions indiquées dans le Tableau ci-dessous.

- **Composition du milieu de culture : Vester et Ingvorsen (1998), Pautremat (2005)**

Produits chimiques	Concentration (g/L) ou volume ajouté (mL)
NH ₄ Cl	1 g/L (source d'azote)
KH ₂ PO ₄	0,3 g/L
K ₂ HPO ₄	0,3 g/L
CaCl ₂ .2H ₂ O	0,1 g/L
KCl	0,1 g/L
NaCl	1 g/L
Cystéine.HCl.H ₂ O	0,5 g/L
Na ₂ SO ₄	1 g/L
Extrait de levure	1 g/L
Solution Widdel	1 mL
Résazurine à 0.1%	1 mL
Eau déionisée	1 000 mL
pH (ajusté avec solution de KOH 10 M)	7,00

Ce milieu est préparé sous anaérobiose, puis distribué dans des tubes Hungate (4 mL dans chaque tube). Les tubes sont ensuite stérilisés pendant 45 min à 110°C dans une autoclave.

Aux tubes contenant 4 mL de milieu, il est nécessaire d'ajouter

- 1) $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$: 0,1 mL de Na_2S (20 g/L)/5 mL (réducteur fort, effet supérieur à Cystéine.HCl) pour obtenir $[\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}] = 0,4$ g/L de milieu de culture
- 2) NaHCO_3 : 0,1 mL de NaHCO_3 (100 g/L)/5 mL pour obtenir $[\text{NaHCO}_3] = 2$ g/L de milieu de culture (Tampon)
- 3) MgCl_2 : 0,1 mL de MgCl_2 (150 g/L)/5 mL pour obtenir $[\text{MgCl}_2] = 3$ g/L de milieu de culture (source de Mg)
- 4) Substrat : 0,1 mL de Lactate (1 M)/5 mL pour obtenir $[\text{Lactate}] = 20$ mM
- 5) Solution de vitamines : 0,1 mL de solution de vitamines diluée

Ces solutions sont préparées séparément sous anaérobiose et stérilisées par autoclave ou par filtration à 0,2 μm pour la solution de vitamines.

- **Préparation de la résazurine à 0,1%**

Peser 0,1 g de résazurine et ajouter 100 mL d'eau déionisée

- **Préparation et composition de la solution d'oligo-éléments : Widdel et Pfenning (1981)**

Dissoudre le chlorure ferreux dans l'acide chlorhydrique. Ajouter l'eau déionisée puis les sels des différents oligo-éléments. Ajuster le pH entre 7,1 et 7,3 avec HCl ou Na_2CO_3 .

Produits chimiques	Concentration (g/L) ou volume ajouté (mL)
HCl à 25%	10 mL
$\text{FeCl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1,50 g/L

CoCl ₂ .6H ₂ O	0,19 g/L
MnCl ₂ .4H ₂ O	0,10 g/L
ZnCl ₂	0,07 g/L
H ₃ BO ₃	0,062 g/L
Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O	0,036 g/L
NiCl ₂ .6H ₂ O	0,024 g/L
CuCl ₂ .2H ₂ O	0,017 g/L
pH (ajusté avec HCl ou Na ₂ CO ₃)	7,20
Eau déionisée	1 000 mL

○ **Préparation et composition de la solution de vitamines : Wolin *et al.* (1963)**

Produits chimiques	Concentration (g/100 mL) ou volume ajouté (mL)
Thiamine HCl	0,01 g/100 mL
Pyroxidine HCl (vitamine B6)	0,01 g/100 mL
Acide Nicotinique	0,05 g/100 mL
Biotine	0,0225 g/100 mL
Acide folique dihydrate	0,01 g/100 mL
Panthoténate de calcium	0,01 g/100 mL
Riboflavine	0,01 g/100 mL
Eau déionisée	100 mL

Filtrer la solution sur 0,2 µm.

● **Préparation du milieu de culture sous anaérobiose**

- Choisir un récipient à col étroit (ballon ou Erlenmeyer) de volume 2 fois supérieur au volume de milieu à réaliser.
- Peser les différents constituants du milieu dans un bécher et les dissoudre dans un volume suffisant d'eau déionisée en utilisant un agitateur magnétique.

- Ajouter la résazurine. La résazurine donne une coloration violette à la solution en présence d'oxygène.
- Mesurer le pH.
- Ajuster le pH (toujours ajuster avec $\sim 0,3$ unité supérieure que souhaité. Ex : pour pH = 7,0, il faut ajuster à 7,3)
- Verser le milieu de culture dans le ballon et compléter le volume nécessaire avec de l'eau déionisée.
- Marquer le niveau de l'eau et ajouter un volume d'eau supplémentaire pour éviter les pertes d'eau suite à l'évaporation.
- Sur un bec bunsen, porter à ébullition le milieu préparé. Le haut du col doit être couvert d'une feuille de papier aluminium percée d'un trou pour permettre le dégagement de l'O₂ en limitant les risques d'entrée d'O₂ et balayer au N₂. Introduire le N₂ dans le récipient avant la fin du chauffage.
- La fin du chauffage est déterminée par la décoloration complète du milieu et l'obtention d'un niveau de liquide identique à l'initial.
- Retirer le récipient de la flamme et laisser refroidir le liquide toujours sous un flux de N₂ et avec l'aluminium couvrant le col du récipient, pour éviter l'entrée d'O₂.

- **Stockage du milieu sous anaérobiose**

- Le milieu refroidi sera transféré à l'aide d'un entonnoir dans un flacon.

- Avant de remplir le flacon avec le milieu, la bouteille est mise sous un flux de N_2 par l'ouverture latérale.
 - L'ajout du milieu se fait par le col du haut du flacon à l'aide d'un entonnoir, en maintenant un flux de N_2 par l'ouverture latérale.
 - Aussitôt le milieu versé dans le flacon, fermer avec le bouchon à vis le col supérieur du flacon. Maintenir le flux de N_2 afin d'obtenir une atmosphère de N_2 dans le flacon.
 - Après 10 min, refermer le col latéral à l'aide d'un bouchon en retirant au dernier moment le tuyau de N_2 .
 - Une capsule d'aluminium permettra une fermeture parfaitement hermétique.
- **Préparation des tubes Hungate de culture**
 - Effectuer le milieu de culture comme précédemment, jusqu'à la phase de refroidissement du milieu.
 - Simultanément à la phase de chauffage du milieu, disposer sur un rack le nombre de tubes nécessaires. Les rincer à l'eau déionisée, les sécher à l'étuve à 80°C ou avec de l'air comprimé.
 - Avant d'y verser le milieu, balayer ces tubes au N_2 .
 - Le milieu sera prélevé à l'aide d'une pipette, il est donc nécessaire de la rincer au N_2 .
 - Plonger la pipette dans l'atmosphère du flacon, prélever une aliquote (l'aluminium est maintenu sur le col du récipient, la pipette est insérée par le trou initialement effectué).

- Rejeter l'aliquot à l'extérieur du flacon et renouveler 3 fois ce rinçage.
 - Prélever 8 mL et ajouter 4 mL dans chaque tube, opération par 2 tubes.
 - Aussitôt après avoir versé l'aliquot dans les 2 tubes l'un après l'autre, replonger la pipette dans le récipient.
 - Refermer les 2 tubes en pressant le bouchon contre le tuyau de N₂ pour le retirer au dernier moment et ainsi préserver une atmosphère de N₂.
 - Déplacer les tuyaux de N₂ dans d'autres tubes pour les balayer.
 - Les tubes sont ensuite stérilisés à l'autoclave pendant 45 min à 110°C.
- **Préparation d'un litre d'une solution de NaCl à 0,8 % pour les dilutions**
 - Peser 8 g de NaCl.
 - Ajouter 1 000 mL d'eau déionisée.
 - Suivre les mêmes étapes comme pour la préparation du milieu de culture.
 - Distribuer le NaCl dans des tubes Hungate en ajoutant 8 mL dans chaque tube.
 - Les tubes sont ensuite stérilisés à l'autoclave pendant 45 min à 110°C.
- **Préparation des solutions Na₂S, NaHCO₃, MgCl₂ et Lactate :**
 - ❖ Préparer une solution de Na₂S.9H₂O à 20 g/L :
Mélanger 2 g de Na₂S dans 100 mL d'eau déionisée.
 - ❖ Préparer une solution de NaHCO₃ à 100 g/L :
Mélanger 10 g de NaHCO₃ dans 100 mL d'eau déionisée.
 - ❖ Préparer une solution de MgCl₂ à 150 g/L :
Mélanger 32 g de MgCl₂.6H₂O dans 100 mL d'eau déionisée.

- ❖ Préparer une solution de lactate 1M :

Mélanger 12,82 g de lactate de magnésium ($\text{Mg}(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans 100 mL d'eau déionisée.

Préparer un flacon de 100 mL de chaque solution

- Rincer 4 flacons à septum de 100 mL avec de l'eau déionisée.
 - Marquer sur chaque flacon un trait qui représente un volume de 100 mL.
 - Les sécher à l'étuve à 80°C ou avec de l'air comprimé.
 - Faire bouillir sous un flux de N_2 un volume suffisant d'eau déionisée au travers d'un papier d'aluminium.
 - Peser le Na_2S , le NaHCO_3 , le MgCl_2 et le lactate et les répartir dans les flacons à septum secs.
 - Mettre ces flacons sous un flux d'azote.
 - Distribuer l'eau après refroidissement dans les flacons à septum à l'aide d'une pipette en maintenant le flux d'azote. Le volume d'eau ajouté doit arriver au niveau du trait marqué précédemment (100 mL).
 - Stériliser à l'autoclave pendant 45 min à 110°C.
- **Préparation de la solution de vitamines diluée**

Préparer 100 mL de solution de vitamines (composition donnée auparavant)

- Rincer 2 flacons à septum de 100 mL avec de l'eau déionisée.
- Marquer sur un flacon un trait qui représente un volume de 100 mL.
- Les sécher à l'étuve à 80°C ou avec de l'air comprimé.

- Faire bouillir un volume suffisant d'eau déionisée sous un flux de N₂ au travers d'un papier d'aluminium.
 - Laisser refroidir sous le flux de N₂.
 - Dans un flacon à septum ayant un barreau aimanté, ajouter sous balayage N₂ les vitamines en respectant les doses données auparavant.
 - Ajouter 100 mL d'eau après refroidissement dans le flacon à septum qui contient les vitamines à l'aide d'une pipette en maintenant le flux d'azote.
 - Attendre la dissolution complète pour récupérer le barreau et fermer le flacon.
 - Mettre le 2^{ème} flacon vide sous un flux d'azote.
 - Ajouter 75 mL d'eau après refroidissement dans le flacon à septum vide à l'aide d'une pipette en maintenant le flux d'azote.
 - Autoclaver le flacon qui contient l'eau pendant 45 min à 110°C.
 - Prendre une seringue de 10 mL et la purger à l'azote.
 - Prélever 25 mL de la solution de vitamines non stérile.
 - Faire le transfert dans le flacon qui a été stérilisé en filtrant à 0,2 µm.
- **Ajout des solutions dans les tubes de Hungate**
 - La fin de la préparation du milieu de culture comprend l'ajout de Na₂S (Réducteur), NaHCO₃, MgCl₂, lactate et la solution de vitamines.
 - Aux tubes contenant 4 mL de milieu, il est nécessaire d'ajouter
 1. Na₂S.9H₂O : 0,1 mL de Na₂S (20 g/L)/5 mL (réducteur fort, effet supérieur à Cystéine.HCl) pour obtenir [Na₂S.9H₂O] = 0,4 g/L de milieu de culture

2. NaHCO_3 : 0,1 mL de NaHCO_3 (100 g/L)/5 mL pour obtenir $[\text{NaHCO}_3] = 2 \text{ g/L}$ de milieu de culture (Tampon)
3. MgCl_2 : 0,1 mL de MgCl_2 (150 g/L)/5 mL pour obtenir $[\text{MgCl}_2] = 3 \text{ g/L}$ de milieu de culture (source de Mg)
4. Substrat : 0,1 mL de Lactate (1 M)/5 mL pour obtenir $[\text{Lactate}] = 20 \text{ mM}$
5. Solution de vitamines : 0,1 mL de solution de vitamines diluée

- Les tubes peuvent être conservés en attendant l'inoculation.

- **Préparation d'un mélange des 5 solutions**

- Allumer le bec bunsen.
- Flamber l'aiguille du dispositif de N_2 , laisser le bec bunsen allumé tout au long des manipulations ainsi que l'arrivée de N_2 .
- Toujours manipuler proche de la flamme pour ne pas contaminer
- Nettoyer les septums des flacons qui contiennent les 5 réactifs avec de l'alcool.
- Prendre un flacon à septum stérile préalablement purgé à l'azote et nettoyer son septum avec de l'alcool.
- Sortir une seringue de 10 mL de son étui stérile avec l'embout en direction de la flamme. De même en direction de la flamme, sortir de l'étui plastique l'aiguille.
- Monter l'aiguille sur la seringue et sortir l'aiguille alors de son bouchon toujours proche de la flamme.

- Insérer la pointe de l'aiguille de la seringue de prélèvement dans l'aiguille d'embout du dispositif N₂.
 - Faire 3 allers-retours pour balayer la seringue avec le N₂ et éviter les contaminations par l'O₂.
 - Prélever 10 mL* de N₂ (* quantité identique au prélèvement de réactif).
 - En retournant le flacon du réactif (toujours proche de la flamme), piquer à travers le bouchon, injecter le gaz puis prélever une quantité similaire de réactif (Opération pour limiter les dépressions dans le flacon).
 - Ensuite, toujours proche de la flamme, injecter dans le flacon à septum vide le réactif prélevé.
 - Suivre la même procédure pour les autres réactifs.
 - La solution obtenue à la fin contient un mélange des 5 réactifs (20 mL de chaque).
- **Ajout du mélange dans les tubes Hungate qui contiennent le milieu de culture**
 - Stériliser les septums des tubes Hungate en utilisant de l'alcool.
 - Simultanément, sortir une seringue de 3 mL de son étui stérile avec l'embout en direction de la flamme. De même en direction de la flamme, sortir de l'étui plastique l'aiguille.
 - Monter l'aiguille sur la seringue et sortir l'aiguille alors de son bouchon toujours proche de la flamme.
 - Insérer la pointe de l'aiguille de la seringue de prélèvement dans l'aiguille d'embout du dispositif N₂.

- Faire 3 allers-retours pour balayer la seringue avec le N₂ et éviter les contaminations par l'O₂.
- Prélever 3 mL* de N₂ (* quantité identique au prélèvement de réactif).
- En retournant le flacon du réactif (toujours proche de la flamme), piquer à travers le bouchon, injecter le gaz puis prélever une quantité similaire de réactif (Opération pour limiter les dépressions dans le flacon)
- Ensuite, toujours proche de la flamme, injecter dans chaque tube 0,5 mL de réactif en prenant garde de ne pas contaminer les tubes (ex : toucher les bouchons avec les doigts, manipuler au-dessus des tubes qui vont prochainement être injectés).
- Suivre la même procédure pour tous les tubes (ne pas rincer la seringue au N₂, les gouttes restantes du précédent prélèvement contaminerait le dispositif N₂).
- Au dernier tube, jeter les aiguilles dans des récipients spécifiques. Les emballages, les seringues et autres déchets sont jetés dans les poubelles habituelles.

- **Préparation des dilutions**

Faire des dilutions successives au 5^{ème}

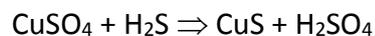
- Suivre la même procédure utilisée pour l'ajout des réactifs (travail en conditions stériles et sous azote)
- Prélever 2 mL d'échantillon à l'aide d'une seringue de 3 mL et les transférer dans un tube contenant 8 mL de solution de NaCl à 0,8%.

- Prélever 2 mL de la dilution N° 1 et les transférer dans un autre tube de NaCl pour faire la dilution N° 2.
 - Poursuivre la même procédure pour faire le nombre de dilutions nécessaires.
- **Inoculation**
 - L'inoculation s'effectue de manière similaire. Pour une inoculation à 10%, injecter 0,5 mL de la dilution dans chaque tube de Hungate. Manipuler toujours proche de la flamme et sous azote.
 - Pour chaque dilution, inoculer 5 tubes.
 - Les tubes inoculés sont disposés dans une étuve à l'obscurité et à 30°C pendant 10 jours.
 - **Lecture des résultats**

Il existe 2 réactifs qui permettent la lecture des résultats.

1- Réactif CuSO₄ pour vérifier la présence de H₂S

La présence ou l'absence de bactérie dans les tubes est notée en fin d'incubation. Les sulfato-réducteurs sont mis en évidence à l'aide d'un réactif de cuivre composé de 50 mM d'HCl et 5 mM de CuSO₄.



2- Réactif pour vérifier la présence de H₂S

❖ Solution stock de chlorure ferrique (FeCl₃.6H₂O)

Dissoudre 13,5 g de chlorure ferrique dans un mélange de 250 mL d'eau et 250 mL de HCl. Placer dans un contenant ambré et scellé pour éviter tout contact avec l'air, conserver à 4°C. Cette solution doit être renouvelée à chaque mois.

❖ Solution stock de dihydrochlorure p-aminodimethylaniline

Dissoudre 1 g de dihydrochlorure p-aminodimethylaniline ($C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$) dans 500 mL de HCl (6 N). Conserver à 4°C jusqu'à 1 mois dans un contenant ambré et bien scellé.

Après la période d'incubation, observer chaque tube. Si un précipité noir s'est formé, le tube est compté positif. Si un dépôt clair s'est formé dans le tube ou le tube est demeuré limpide comme les contrôles, le tube est compté négatif.

S'il y a un doute du résultat d'un tube :

- Ajouter 0,5 mL de la solution de chlorure ferreux
- Ajouter 0,5 mL de la solution stock p-aminodimethylaniline

Les réactifs doivent être ajoutés au fond du tube à l'aide d'une seringue ou d'une longue pipette pasteur. Une couleur bleu apparaissant au bout de 10 minutes signifie qu'il y a du H_2S , donc un tube positif.

Dénombrement des bactéries hétérotrophes acidophiles totales

(Le milieu FeTSB, adapté de Johnson *et al.*, 1987)

Préparation

- 1- Préparation de la solution A
 - Dissoudre 10,0 g of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dans 300 mL de l'eau distillée;
 - Ajuster le pH à 2,0 avec l'acide concentré H_2SO_4 ;
 - Stériliser la solution par filtration membranaire.
- 2- Préparation de la solution B
 - Dissoudre 1,26 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 0.49 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.25 g tryptone soya broth dans 700 mL de l'eau distillée;
 - Ajuster le pH à 2,5 avec l'acide concentré H_2SO_4 ;
 - Stériliser la solution à 121°C pendant 20 min.
- 3- Additionner la solution A à la solution B une fois sa température descendue à environ 50°C.
- 4- Distribuer le mélange des deux solutions dans des tubes stériles à raison de 9 mL par tube.

Inoculation

- 1- L'inoculation s'effectue de manière similaire. Pour une inoculation à 10%, injecter 1 mL de la dilution dans chaque tube;
- 2- Pour chaque dilution, inoculer 3 tubes;
- 3- Les tubes inoculés sont disposés dans un incubateur agitateur (150 rpm) à température ambiante pour environ 30 jours.

Lecture des résultats

Les tubes contenant le milieu FeTSB sont considérés positifs quand leur couleur vire vers l'orange.

Dénombrement des bactéries sulfato-oxydantes

(Sulfur liquid medium)

Préparation

- 1- Dissoudre 0,2 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 0,35 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0,1 g CaCl_2 et 1,0 g KH_2PO_4 dans 1 L de l'eau distillée.
- 2- Ajuster le pH à 2,0 avec l'acide H_2SO_4 .
- 3- Distribuer 9 mL dans chaque tube
- 4- Ajouter 0,1 g de soufre élémentaire dans chaque tube
- 5- Stériliser les tubes selon la méthode de tyndallisation (30 minutes par jour, pendant trois jour)

Inoculation

- 1- L'inoculation s'effectue de manière similaire. Pour une inoculation à 10%, injecter 1 mL de la dilution dans chaque tube.
- 2- Pour chaque dilution, inoculer 3 tubes.
- 3- Les tubes inoculés sont disposés dans un incubateur agitateur (150 rpm) à température ambiante pour environ 30 jours.

Lecture des résultats

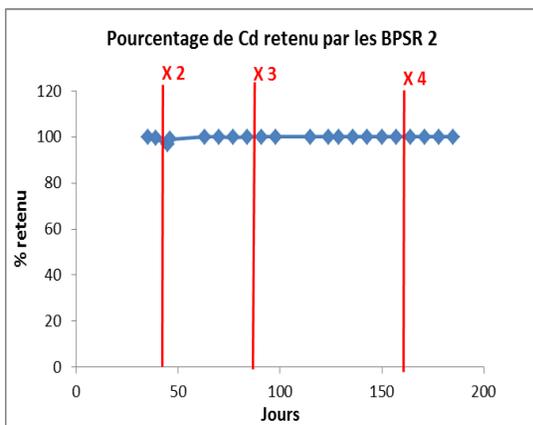
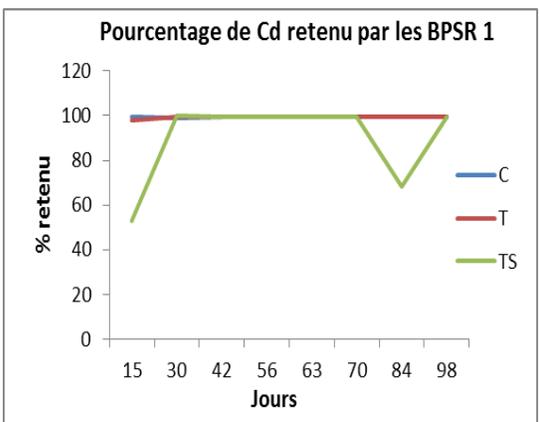
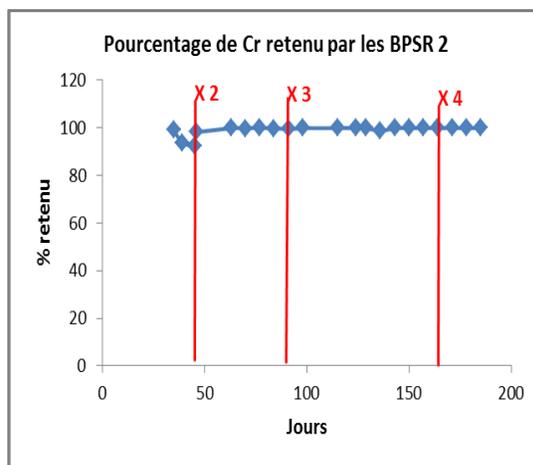
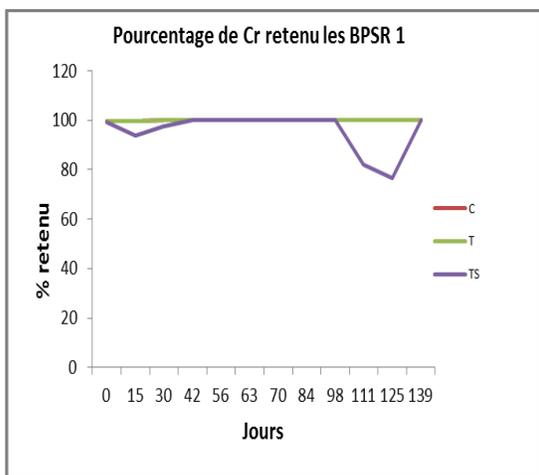
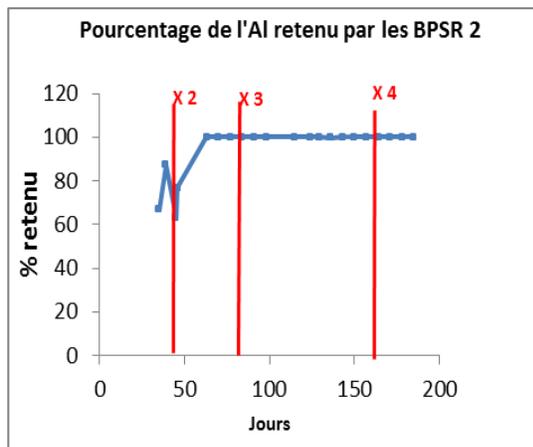
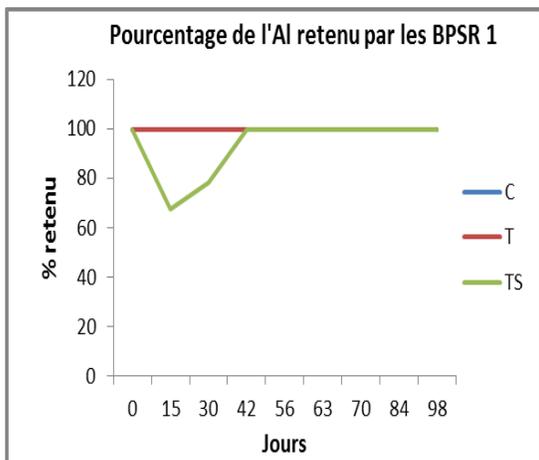
La croissance des BSO est marquée par un trouble du milieu SLM avec un dépôt noir (S_2) au fond des tubes.

ANNEXE 2

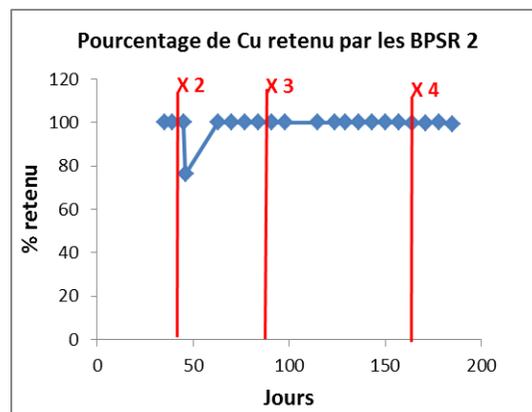
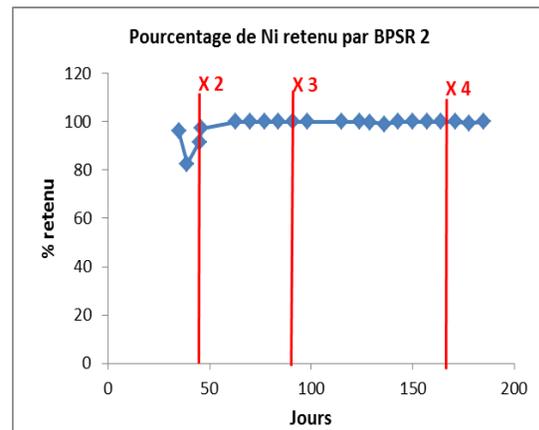
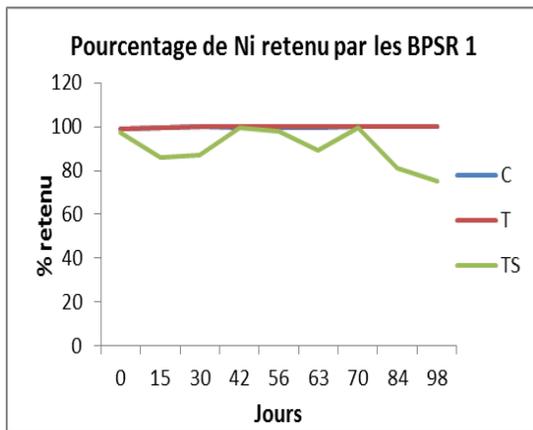
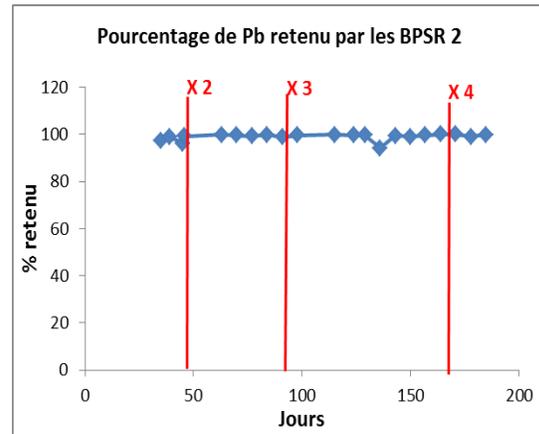
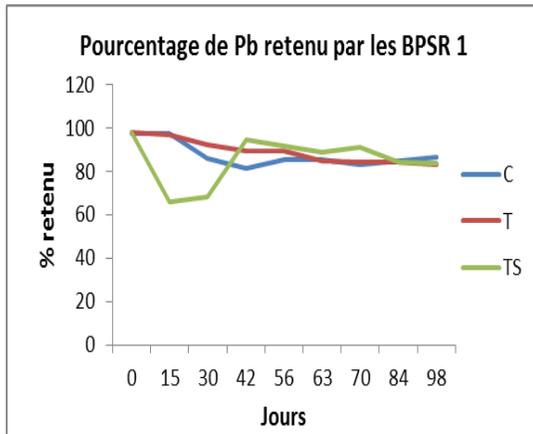
Concentrations en métaux (% p/p) dans les matériaux composants le mélange réactif

Matériaux	Métaux									
	Al	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn	Fe	C	S
Boues papetières	1,202	0,005	0,005	0,191	0,002	0,004	0,029	1,006	45,11	0,580
Fumier poule 1	0,090	0,001	0,003	0,041	0,001	0,000	0,080	0,180	31,95	1,100
Compost végétal	2,180	0,003	0,003	0,034	0,001	0,002	0,009	1,120	27,10	0,690
Sciure d'érable	0,038	0,000	0,003	0,012	0,000	0,000	0,001	0,027	48,46	0,710
Copeau d'érable	0,020	0,000	0,004	0,007	0,000	0,000	0,000	0,015	48,47	0,670
Calcite	0,110	0,004	0,000	0,006	0,002	0,000	0,003	0,071	-	-
Calcaire	0,010	0,000	0,001	0,017	0,001	0,000	0,002	0,128	-	-
Fumier poule 2	0,058	-	0,029	0,112	0,035	-	0,122	0,457	35,69	0,400
Copeaux Bouleau	0,000	0,000	0,002	0,031	0,019	0,000	0,009	0,003	51,40	< 0,200
Écorce tremble	0,000	0,000	0,007	0,005	0,030	0,000	0,014	0,005	47,65	< 0,200
Écorce Bouleau	0,000	0,000	0,000	0,056	0,000	0,000	0,011	0,006	63,96	< 0,200
Sable	0,079	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,089	-	-

ANNEXE 3



ANNEXE 3 (SUITE)



ANNEXE 3 (SUITE)

