

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Évaluation du potentiel des polymères superabsorbants comme agent de rétention de métaux lourds et métalloïdes des eaux minières et amendement de matériaux sableux dans les recouvrements de type sol

Fatoumata Binta Kanny DIALLO

Département des génies civil, géologique et des mines

Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

Génie minéral

Août 2022

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Ce mémoire intitulé:

Évaluation du potentiel des polymères superabsorbants comme agent de rétention de métaux lourds et métalloïdes des eaux minières et amendement de matériaux sableux dans les recouvrements de type sol

Présenté par

Fatoumata Binta Kanny DIALLO

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Benoît COURCELLES, Président

Tikou BELEM, membre et directeur de recherche

Mamert MBONIMPA, membre et codirecteur de recherche

Abdelkabir MAQSOUD, membre et codirecteur de recherche

Patrice RIVARD, membre externe

DÉDICACE

À ma famille et ma belle famille

À mon époux et mes filles

À mes collègues de l'ISMGB

REMERCIEMENTS

Je tiens sincèrement à remercier mon directeur de recherche, le professeur Tikou BELEM pour sa disponibilité, pour m'avoir fait confiance en m'acceptant comme son étudiante, car nul n'était son acceptation, je serai probablement dans une autre université. Merci pour son encadrement, ses précieux conseils et sa gentillesse. Durant ces années d'études, j'ai eu le privilège de bénéficier quotidiennement de sa rigueur, son souci du détail et de sa grande expérience. Le fait de travailler avec lui a été très enrichissant et je souhaite que cette collaboration se poursuive encore longtemps. Je remercie mes co-directeurs les professeurs Mamert MBONIMPA pour son écoute, sa patience que ce soit au niveau de la formation pendant les cours ou au niveau des essais de laboratoire et Abdelkabar MAQSOUUD pour son aide précieuse à l'entame du projet; ce qui m'a permis d'avoir une large vision pour les essais préliminaires de laboratoire. À mes deux co-directeurs, je vous remercie pour vos disponibilités.

Je voudrais aussi remercier l'équipe du Programme canadien des bourses de la francophonie (PCBF) pour leur soutien financier dans la réalisation des travaux de laboratoire de ma maîtrise.

Je tiens à remercier toute l'équipe de l'IRME de l'UQAT, en particulier le professeur Éric ROSA pour son soutien moral. Mes remerciements vont également à l'équipe de l'URSTM, Akué-Sylvette AWOH, Yvan POIRIER et Alain PERREAULT pour leur disponibilité pendant mes travaux de recherche. Je remercie aussi Isabelle COLLIN du SAÉ de l'UQAT pour son accompagnement et pour le soutien moral que j'ai reçu.

Mes remerciements vont aussi aux professeurs et dirigeants de mon établissement d'attache qui est l'Institut Supérieur des Mines et Géologie de Boké (ISMGB) en Guinée pour leurs encouragements et leur soutien moral.

Je remercie aussi mes collègues étudiants en recherche : Hâdé Jules W. DARANKOUM, Véronique LORD et Marlène Dolores TEMGOUA pour leur soutien à différents niveaux durant le projet.

Finalement je voudrais remercier ma famille et ma belle-famille, mais particulièrement mon cher papa Babemba DIALLO, mon frère Mamadou Fodé DIALLO, Ibrahima KEITA et mon époux ALSENY ainsi que mes deux filles. Leurs encouragements, leur patience, leur aide et leur soutien dans mes moments de stress m'ont permis de mener à terme ce projet de maîtrise.

RÉSUMÉ

L'industrie minière est confrontée à de nombreux défis liés à la production d'importantes quantités de rejets solides lors des activités d'exploitation (roches stériles) et de traitement des minerais (résidus miniers fins ou rejet de concentrateur). Ces rejets qui sont parfois sulfureux, sont entreposés dans des aires de stockage appelées respectivement haldes à stériles et parcs à résidus. Cependant, une gestion inadéquate pourrait entraîner certaines instabilités d'ordres physique ou chimique qui pourraient engendrer d'énormes dégâts à l'environnement. Un exemple d'instabilité physique peut être les ruptures de digues provoquant la libération d'énormes quantités de résidus miniers dans l'environnement, détruisant ainsi la faune et la flore sur leur passage. L'instabilité d'ordre chimique ou géochimique se produit lorsque les résidus sulfureux s'oxydent à la suite de leur exposition à l'oxygène de l'air et à l'eau des précipitations, et produisent le drainage minier acide (DMA). Le DMA est l'un des problèmes environnementaux miniers le plus important. Afin de limiter les risques liés aux instabilités physique (rupture de digues) et chimique (DMA) et leur impact à long terme sur l'environnement, les rejets sulfureux doivent être gérés de façon adéquate. De nombreuses techniques ont été développées pour la gestion des résidus miniers fins comme les méthodes de stockage en surface des résidus miniers fins sous forme densifiée (densification par déshumidification) et la gestion intégrée des résidus par différents types de recouvrement jouant le rôle de barrière à l'oxygène de l'air ou à l'eau pour limiter leur oxydation. Habituellement, des matériaux granulaires de nature géologique proches du site, des géocomposites ou des géomembranes sont utilisés à cette fin. En outre, l'utilisation des polymères superabsorbants (PSA) pour la déshumidification des résidus miniers fins en pulpe s'est avérée comme une alternative prometteuse pour la réduction des risques d'instabilité physique des digues des parcs à résidus.

La présente étude s'inscrit dans un projet de recherche visant à évaluer l'utilisation des polymères superabsorbants (PSA) de type polyacrylate de sodium (PA-Na) dans la gestion des résidus miniers fins. L'étude a donc pour but d'évaluer la faisabilité de création d'une couche de faible perméabilité (CFP) faite d'un mélange de sable ou de résidus miniers fins avec des PSA et pouvant servir comme matériau dans les systèmes de recouvrement des parcs à résidus miniers fins (phase 1). De plus, la performance des PSA dans l'enlèvement (total ou partiel) des métaux lourds dissous dans les effluents miniers a été évaluée dans le contexte de la CFP avec PSA (phase 2).

Dans la première phase, quatre types de PSA (M06K, M06L, M85F et A03P), fournis par la compagnie Drummondville, Recyc-PHP Inc., ont été caractérisés. Les analyses granulométriques à sec ont permis de les classer selon la taille moyenne des grains (du plus fin au plus grossier): M0685F < M06K < A03P < M06L. Les essais d'absorption et de désorption permettant d'évaluer la capacité d'absorption et de rétention de l'eau ou des effluents miniers des PSA ainsi que les essais préliminaires réalisés ont permis de : *i*) choisir les PSA à grains grossiers (M06K, A03P et M06L) et leur dosage (1 g/500 ml d'eau) pour la déshumidification des résidus en pulpe, *ii*) choisir le PSA à grains fins M85F et les différentes proportions (de 0,3% à 1% de la masse sèche de sable ou de résidus) dans les mélanges destinés à la création de la couche de faible perméabilité (CFP) dite de rétention d'humidité (CRH).

Les caractérisations hydrogéotechniques de la CFP en laboratoire (conductivité hydraulique saturée ou k_{sat} , courbes de rétention d'eau CRE) ont été réalisées avec des mélanges contenant uniquement les PSA à grains fins (M85F) à cause de leur capacité à former du gel (*gel blocking*). Les résultats obtenus révèlent que plus la proportion de PSA est importante dans le matériau, plus la conductivité hydraulique saturée du mélange devient faible, et atteint 10^{-7} à 10^{-8} m/s, alors que k_{sat} mesurée pour le sable (matériau témoin) était de 10^{-5} m/s, soit une réduction de 2 à 3 ordres de grandeur.

Dans la deuxième phase, des essais en colonne ont été réalisés pour évaluer le comportement de la CFP. Les résultats ont démontré que les mélanges de sable avec des PSA à grains fins (M85F) avaient une très grande capacité de rétention de l'eau absorbée et de l'humidité environnante. En effet, les CFP simulés en colonnes semblaient imperméables à l'eau après que le gel des PSA contenu dans le mélange se soit formé à la suite du rinçage/mouillage par suite du gel formé, dépendamment de la proportion des PSA. Dans cette phase, les essais d'enlèvement de métaux lourds dissous dans des solutions synthétiques (simulant le drainage neutre contaminé ou DNC) par les PSA ont montré des résultats concluants et très encourageants pour la gestion des eaux minières. En effet, les taux d'enlèvement d'éléments As, Co, Cu et Ni sont respectivement de 89,2 à 90,4% (avec les PSA M06L), 54,9 à 65,4% (avec les PSA M85F), 50,8 à 58,1% (avec les PSA A03P) et 55,9 à 62,7% (avec les PSA M06K).

Au terme de cette étude, les résultats obtenus montrent qu'il serait tout à fait faisable de créer une couche de faible perméabilité (CFP) dite de rétention d'humidité (CRH) en mélangeant un matériau de nature géologique (sable) avec de très faibles proportions ($\leq 1\%$ de la masse sèche de sable) de matériaux synthétiques (PSA de type PA-Na). Une telle couche CFP a démontré sa capacité à réduire drastiquement la perméabilité du sable qui devient un matériau quasi imperméable qui agira comme barrière à l'oxygène ou barrière à l'eau dans des systèmes de recouvrement pour la restauration des parcs à résidus. De plus, les PSA ont démontré un grand potentiel pour l'enlèvement significatif de certains métaux lourds ou métalloïdes dissous dans des eaux contaminées et auraient un potentiel d'utilisation dans la gestion du DNC, afin de réduire son impact sur l'environnement.

ABSTRACT

The mining industry faces many challenges related to the production of large quantities of solid waste during mining (waste rock) and mineral processing (fine or mill tailings) activities. These solid waste, often sulphide-rich, are stored in storage facilities known respectively as waste rock piles/dump and tailings impoundments. However, inadequate management could lead to certain physical or chemical instabilities that can cause enormous damage to the environment. An example of physical instability can be dyke failures causing the release of huge quantities of mine tailings into the environment, destroying the fauna and flora in their path. Chemical or geochemical instability occurs when sulphide-rich tailings oxidize because of exposure to oxygen from the air and water from precipitation, resulting in acid mine drainage (AMD). The AMD is one of the most important mining environmental concerns. To limit the risks associated with physical (e.g., dyke failures) and chemical (e.g., AMD) instabilities and their long-term impact on the environment, sulphide-rich tailings must be managed appropriately. Many techniques have been developed for the management of fine mine tailings, such as surface storage methods for mine tailings in densified form (densification by dehumidification) and the integrated tailings management using different cover systems acting as a barrier of oxygen from the air or of water to limit their oxidation. Usually, granular materials of a geological nature close to the site, geo-composites or geomembranes are used for this purpose. In addition, the use of superabsorbent polymers (SAPs) for the dehumidification of fine tailings slurry has proven to be a promising alternative for reducing the risk of physical instability of tailings dams.

The present study is part of a research project aimed at evaluating the use of the sodium polyacrylate (Na-PA) type of superabsorbent polymers (SAPs) in mine tailings management. The purpose of the study is therefore to assess the feasibility of a low permeability layer (LPL) made of a mixture of sand or non-acid generating mine tailings with SAPs and which can be used as a material in the cover systems for tailings (phase 1). In addition, the performance of the SAPs in the removal (total or partial) of heavy metals dissolved in mine effluents was evaluated in the context of LPL incorporating SAPs (phase 2).

In the first phase, four types of SAP (M06K, M06L, M85F and A03P), supplied by the Drummondville company Recyc-PHP inc., were characterized. The particle size distribution of the dry SAP allows classifying them according to the medium grain size (from the finer to the coarser): M85F < M06K < A03P < M06L. The absorption and desorption tests were used to assess the absorption and retention capacity of water or mine effluents from SAPs, as well as the preliminary tests carried out allows to choose : *i*) coarse-grained SAPs (M06K, A03P and M06L) and their dosage (1 g/500 ml of water) for the dehumidification of tailings slurry, *ii*) the fine-grained SAP (M85F) and the different proportions (from 0.3% to 1% of the dry mass of sand or tailings) in the mixtures intended for the creation of the low permeability layer (LPL) called moisture retention layer (MRL).

The hydro-geotechnical characterizations of the LPL in the laboratory (saturated hydraulic conductivity - k_{sat} , water retention curves - WRC) were carried out with mixtures containing only the fine-grained SAPs (M85F) because of their capacity to form gel blocking. The results obtained show that the higher the proportion of SAP in the mixture, the lower the saturated hydraulic conductivity of the mixture becomes, and it reaches 10^{-7} to 10^{-8} m/s, whereas k_{sat} measured for sand (control material) was 10^{-5} m/s, a reduction of 2 to 3 orders of magnitude.

In the second phase, column tests were carried out to evaluate the behavior of the LPL. The results demonstrated that sand mixes with fine-grained SAPs (M85F) had a very high capacity to retain absorbed water and surrounding moisture. Indeed, the simulated LPLs in columns appeared to be impervious to water after the SAP gel contained in the mixture was formed following rinsing/wetting because of the gel formed, depending on the SAP proportion. In this phase, tests for the removal of heavy metals dissolved in synthetic solutions (simulating contaminated neutral drainage or CND) by SAPs showed conclusive and very encouraging results for the mine waters management. Indeed, the removal rates of elements As, Co, Cu and Ni are respectively 89.2 to 90.4% (using SAP-M06L), 54.9 to 65.4% (using SAP-M85F), 50.8 to 58.1% (using SAP-A03P), and 55.9 to 62.7% (using SAP-M06K).

At the end of this study, the results obtained show that it would be quite feasible to create a low permeability layer (LPL) called moisture retention layer (MRL) by mixing a material of geological nature (sand) with very small proportions ($\leq 1\%$ of the dry mass of sand) of synthetic materials (Na-PA-type SAP, fine-grained). Such an LPL has demonstrated its ability to drastically reduce the permeability of sand, which becomes a quasi-impervious material that acts as an oxygen barrier or a water barrier in cover systems for the restoration of tailings impoundments. In addition, the SAPs have demonstrated great potential for a significant removal of certain dissolved heavy metals or metalloids from contaminated waters and would have potential for use in the management of CND to reduce its impact on the environment.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VIII
TABLE DES MATIÈRES	XI
LISTE DES TABLEAUX.....	XV
LISTE DES FIGURES.....	XVI
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XX
LISTE DES ANNEXES.....	XXIII
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Contexte	1
1.2 Problématique.....	2
1.3 Justification du projet de recherche.....	4
1.4 Objectifs et hypothèses de recherche	5
1.4.1 Objectifs du projet.....	5
1.4.2 Hypothèses de recherche.....	6
1.5 Structure du mémoire	7
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	8
2.1 Formation du drainage minier acide et du drainage neutre contaminé	8
2.1.1 Oxydation des sulfures et formation du DMA	8
2.1.2 Aperçu sur la formation du DNC	10
2.1.3 Méthodes de traitement du DMA.....	11

2.1.4	Méthodes/techniques de neutralisation du DMA	12
2.2	Prévention de la génération du DMA.....	14
2.2.1	Élimination des sulfures	14
2.2.2	Barrière à l'eau	14
2.2.3	Barrière à l'oxygène	15
2.3	Polymères superabsorbants et leurs propriétés.....	21
2.3.1	Définition, synthèse et types de polymères	21
2.3.2	Caractéristiques générales des PSA	23
2.3.3	Facteurs internes influençant la capacité d'absorption des PSA.....	25
2.3.4	Influence des paramètres physico-chimiques sur le gonflement des PSA	31
2.3.5	Rétention des métaux lourds par les PSA	36
2.3.6	Domaines d'application des PSA	38
2.4	Notions fondamentales sur l'écoulement de l'eau dans un milieu poreux tel que les parcs à résidus miniers.....	42
2.4.1	Écoulement de l'eau dans un milieu poreux saturé.....	44
2.4.2	Écoulement de l'eau dans un milieu poreux non saturé et zone vadose	46
2.4.3	Courbe de rétention d'eau	47
2.4.4	Estimation des propriétés des sols non saturés.....	48
2.5	Mouvements des gaz dans les milieux poreux	52
2.5.1	Lois de Fick.....	53
2.5.2	Estimation du coefficient de diffusion effectif (D_e) et du taux de réaction (K_r)	54
2.5.3	Mesure des coefficients de diffusion effectif (D_e) et de réaction (K_r)	56
2.6	Synthèse récapitulative.....	58
2.7	Besoins en recherche.....	58
	CHAPITRE 3 APPROCHES MÉTHODOLOGIQUES	60

3.1	Matériaux d'essais.....	60
3.1.1	Nature et provenance.....	60
3.1.2	PSA de type PA-Na provenant de Recyc PHP inc.....	60
3.2	Essais préliminaires.....	61
3.2.1	Essais d'absorption.....	61
3.2.2	Essais de détermination de la teneur en eau volumique du sable amendé avec des PSA 66	
3.3	Méthodologie adoptée pour le projet de recherche	70
3.3.1	Préparation des mélanges faits de sable et différents types de PSA	71
3.3.2	Caractérisation physique des matériaux de base	71
3.3.3	Évaluation du taux d'absorption et d'adsorption de métaux lourds contenus dans les effluents miniers synthétiques.....	75
3.3.4	Propriétés hydrogéotechniques	79
	CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	92
4.1	Essais d'absorption et d'adsorption.....	92
4.1.1	Capacité d'absorption des PSA dans l'eau déionisée (ED).....	92
4.1.2	Capacité de rétention de l'eau absorbée	92
4.1.3	Capacité d'absorption de l'eau déionisée à différentes températures	94
4.1.4	Capacité d'absorption en fonction du pH de la solution d'immersion.....	95
4.1.5	Capacité rétention de métaux lourds ou de métalloïdes par les PSA	96
4.2	Caractérisations hydrogéotechniques	102
4.2.1	Conductivité hydraulique saturée.....	102
4.2.2	Courbes de rétention d'eau des mélanges de sable et de PSA	105
4.2.3	Résultats des essais en colonnes.....	107

4.3	Impact de la granulométrie des PSA sur le taux d'absorption et de rétention d'eau dans les essais en colonnes.....	114
4.3.1	Colonne faite du mélange de sable et 1% de PSA	114
4.3.2	Mesure de la succion et du degré de saturation des mélanges de sable et de PSA ..	115
4.3.3	Dernières remarques à propos de l'utilisation des PSA dans la CFP	122
CHAPITRE 5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES		124
5.1	Conclusions	124
5.2	Perspectives	126
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		128
ANNEXE A – CALCULS DU COEFFICIENT DE DIFFUSION D'OXYGÈNE DANS LES COLONNES INSTRUMENTÉES.....		138
ANNEXE B – CALCULS DE VÉRIFICATION DES SONDÉS DE TENEUR EN EAU VOLUMIQUE		139

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.2-1: Types de matériau pouvant être utilisés dans les barrières hydrauliques (tiré de aubertin <i>et al.</i> , 2015)	17
Tableau 3.2-1 : Essais d'absorption en fonction du type de psa pour une pulpe à $C_{wi} = 43,6 \%$ et un dosage de 1 g de chaque type de PSA/500 ml de pulpe	65
Tableau 3.2-2 : Dosage des matériaux en pourcentage	66
Tableau 3.3-1 : Densité relative des matériaux de base testés	72
Tableau 3.3-2: Densité relative des mélanges sable-PSA pour la couche CFP	72
Tableau 3.3-3: Paramètres granulométriques des matériaux de base.....	75
Tableau 3.3-4 : Paramètres granulométriques des mélanges des matériaux de base	75
Tableau 3.3-6 : Concentrations initiales et pH initiaux des solutions synthétiques	78
Tableau 4.1-1: Variation du pH des solutions synthétiques d'hydroxyde de cobalt en fonction du type de PSA pour un temps de résidence de 2 heures	96
Tableau 4.1-2 : Concentrations finales en fonction du type de PSA dans les solutions synthétiques (dosage de 1,5 g/500 ml) à température ambiante	98
Tableau 4.1-3 : Prédiction du taux d'absorption à l'équilibre (Q_{eq}) pour les quatre types de psa ainsi que les éléments as, Co, Cu et Ni pour trois concentrations initiales (faible, moyen, fort).....	99
Tableau 4.1-4 : Calcul des masses initiales et finales et du taux d'enlèvement des métaux pour chaque type de PSA dans les solutions synthétiques (dosage de 1,5 g/500 ml)	100
Tableau 4.2-1 : Conductivité hydraulique (k_{sat}) mesurée pour les mélanges de sable et PSA-M85F	102
Tableau 4.2-2 : Valeurs de k_{sat} mesurée pour les mélanges de résidus goldex et de PSA-M85F	104
Tableau 4.3-1 : Gradients d'oxygène calculés pour le cas de la cfp avec 0,7% de PSA-M85F ..	120
Tableau 4.3-1 : Gradients d'oxygène calculés pour le cas de la cfp avec 1% de PSA-M85F	120
Tableau 4.3-3 : Flux d'oxygène calculés par la méthode de gradient d' O_2 à différents points de prélèvement dans la cfp avec 0,7% de PSA-M85F	121
Tableau 4.3-4 : Flux d'oxygène calculés par la méthode de gradient d' O_2 à différents points de prélèvement dans la cfp avec 1% de PSA-M4	121

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1-1: Étapes de formation du DMA (d'après Kleinman <i>et al.</i> , 1981)	9
Figure 2.1-2: Stratégie biologique et abiotique de traitement du DMA (tiré de Genty, 2012)	11
Figure 2.2-1: Modèles conceptuels de la nappe phréatique surélevée dans des résidus réactifs pour contrôler la génération du DMA (Aubertin <i>et al.</i> , 1999)	18
Figure 2.2-2 : Configuration typique d'un système de recouvrement multicouche CEBC (adapté de Aubertin <i>et al.</i> , 1999).....	19
Figure 2.3-1 : Mécanisme d'absorption du polyacrylate de sodium : a) PSA à l'état sec, b) PSA dans l'eau (d'après Hu <i>et al.</i> , 2004)	23
Figure 2.3-2 : Capacité d'absorption des grains de PSA de différents diamètres (D_p) (d'après Casquilho <i>et al.</i> , 2013)	27
Figure 2.3-3 : Cinétique de désorption de l'eau des grains de PSA de différents diamètres (D_p) pré-mélangés avec le sol (d'après Casquilho <i>et al.</i> , 2013).....	28
Figure 2.3-4 : Représentation schématique du mécanisme de blocage du gel ou gel-blocking (d'après Wack <i>et al.</i> , 2007)	30
Figure 2.3-5 : Dépendance du taux de gonflement Q_{eq} dans l'eau en fonction de la température (d'après Vivek <i>et al.</i> , 2008).....	31
Figure 2.3-6: Effet de la température sur le gonflement du polymère en fonction du temps de contact (d'après Ismi <i>et al.</i> , 2015).....	33
Figure 2.3-7 : Effet du pH sur la capacité d'absorption d'eau du superabsorbant poly(acide acrylique)/20% attapulгите (d'après Li <i>et al.</i> , 2004b)	34
Figure 2.3-8 : Capacité d'absorption d'eau d'un hydrogel superabsorbant dans des solutions aqueuses de NaCl, KCl, CaCl ₂ et MgCl ₂ (d'après Bao <i>et al.</i> , 2011).....	36
Figure 2.3-9 : Effet de la concentration initiale et du temps de contact sur l'adsorption du Cr (iii) par le polyacrylate de sodium (tiré de Ouass <i>et al.</i> , 2017).....	37
Figure 2.3-11 : Profils de distribution de la teneur en eau volumique dans un sol sableux traité aux PSA (tiré de Zhuang <i>et al.</i> , 2013).....	39
Figure 2.4-1 : Distinction entre la zone saturée et la zone non saturée d'un sol (tiré de Musy, 2005).....	43
Figure 2.4-2 : Courbes de rétention d'eau typiques pour un sable et un silt (Aubertin <i>et al.</i> , 1995)	48

Figure 2.4-3 : Effet d'hystérésis au niveau de la courbe de rétention d'eau (Maqsoud <i>et al.</i> , 2012)	49
Figure 2.5-1 : Appareil à deux chambres pour la détermination expérimentale de D_e (tiré de Mbonimpa <i>et al.</i> , 2003).	57
Figure 3.1-1 : Photo de poudre de PSA.	61
Figure 3.2-1 : Schématisation du protocole de déshumidification des résidus miniers fins en pulpe (adapté de Sahi <i>et al.</i> , 2019).	65
Figure 3.2-2 : Photo montrant le gel formé par du PSA de type M85F à grains fins après absorption (<i>gel-blocking</i>).	66
Figure 3.2-3 : Évolution de la teneur en eau volumique des matériaux de base (PSA et sable)....	68
Figure 3.2-4 : Évolution de la teneur en eau volumique des matériaux de base (PSA et sable) comparée du mélange de 1% de PSA avec le sable	69
Figure 3.3-1: Diagramme schématique de la méthodologie suivie pour le projet de recherche	70
Figure 3.3-2 : Pycnomètre à hélium	71
Figure 3.3-3: Granulomètre laser MASTERSIZER 3000 (Malvern Panalytical).....	73
Figure 3.3-4: Courbes de distribution granulométrique des matériaux de base.....	74
Figure 3.3-5: Étapes des essais d'adsorption de métaux par les PSA : a) PSA secs, b) processus d'adsorption après ajout de la solution métallique synthétique et c) séparation des PSA contenus dans un sachet de thé de la solution résiduelle sans y appliquer une pression	77
Figure 3.3-6 : Photos illustrant : (1) la phase de saturation du mélange sable et PSA dans le perméamètre à parois rigides; et (2) le gonflement du matériau après saturation complète..	81
Figure 3.3-7: Schéma d'un perméamètre à parois rigide.....	82
Figure 3.3-8 : Montage du matériau (mélange de sable et 1% PSA) dans la cellule triaxiale	84
Figure 3.3-9: Sonde de mesure de la TEV : (a) sonde EC-5 et (b) datalogger Em50.....	85
Figure 3.3-10 : Corrélation entre la tev mesurée par la sonde EC-5 et celle réelle calculée	86
Figure 3.3-11 : Bloc Watermark et data logger Watermark (irrometer)	88
Figure 3.3-12 : Schéma de la colonne de CFP qui est un mélange sable et de 0,5% de PSA.....	89
Figure 3.3-13 : Schéma de la colonne de CFP qui est un mélange sable et de 0,7% et 1% de PSA	89
Figure 3.3-14: Mélange de sable et 0,7% de PSA après séchage à l'étuve à 60°C pendant 72 h...91	91
Figure 4.1-1 : Capacité d'absorption d'eau des PSA en fonction du temps de résidence.....	92

Figure 4.1-2 : Capacité de rétention de l'eau des PSA en fonction du temps écoulé	93
Figure 4.1-3: Aspect textural des gels des quatre types de PSA après 5 semaines de désorption .	94
Figure 4.1-4: Impact de la température sur le gonflement des échantillons de PSA utilisés dans cette étude après un temps de résidence de 10 min.....	95
Figure 4.1-5: Capacité d'absorption des PSA en fonction du ph du fluide d'immersion et du temps de résidence (note : M085F et M85F sont les mêmes).....	96
Figure 4.1-6 : Histogrammes des taux d'enlèvement des métaux (a) et du pourcentage des métaux résiduels dans les solutions synthétiques (b).....	100
Figure 4.1-7 : Équations de régressions linéaires entre les concentrations finales [C_f] et initiales [C_i] pour les trois métaux (Co, Cu, Ni) et le métalloïde (As) testés.....	101
Figure 4.2-1 : Mélange de sable et 0,7% de PSA-m85f après séchage à l'étuve à 60°C pendant 3 jours et regonflement après rinçage/mouillage	105
Figure 4.2-2 : Courbe de rétention d'eau du sable utilisé (matériau témoin).....	106
Figure 4.2-3 : Image montrant l'essai en colonne avec le mélange de sable et de 0,5% PSA- M85F : a) à trois jours après le rinçage, b) après quinze jours	108
Figure 4.2-4 : Schématisation de la CFP faite de sable et de 0,5% de PSA-M85F	109
Figure 4.2-5 : Teneur en volumique de la CFP faite de sable et de 0,5% de PSA et à deux niveaux de la couche : niveau bas (sonde h1) et niveau haut (sonde h2)	110
Figure 4.2-6 : Configuration des colonnes de mélanges de sable avec 0,7% et 1% de PSA	111
Figure 4.2-7 : Évolution de la teneur en eau volumique de la CFP faite de sable et 0,7% PSA..	111
Figure 4.2-8 : Évolution du degré de saturation (S_r) de la couche du bris capillaire de la CFP faite de sable et de 0,7% PSA.....	112
Figure 4.2-9 : Évolution de la teneur en eau volumique (TEV) des résidus miniers fins de la mine Goldex au cours du temps de l'essai	113
Figure 4.2-10 : Évolution de la teneur en eau volumique du mélange de résidus miniers fins de Goldex et 0,05% PSA fins M85F.....	113
Figure 4.3-1 Évolution de la teneur en eau volumique dans la CFP avec 1% PSA-M85F en fonction du temps écoulé après deux rinçages	114
Figure 4.3-2 : Évolution du degré de saturation de la CFP faite de sable avec 1% PSA en fonction du temps écoulé (jours).....	115
Figure 4.3-3 : Photo des colonnes instrumentées	116

Figure 4.3-4 : Évolution de la succion dans les couches de la colonne faite d'un mélange de sable et de 0,7% de PSA-M85F en fonction du temps écoulé.....	116
Figure 4.3-5 : Variation du degré de saturation de la cfp avec 0,7% PSA en fonction du temps	117
Figure 4.3-7 : Coefficient de diffusion d'O ₂ à travers la CFP avec 0,7% PSA en fonction du temps écoulé.....	118
Figure 4.3-7 : Variation du coefficient de diffusion d'O ₂ (D _e) en fonction du degré de saturation (S _r) de la CFP avec 0,7% PSA	119

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AA	Acide Acrylique
AEV	<i>Air Entry Value</i>
AM	Acide Acrylamide
AUL	<i>Absorbency Under Load</i>
[O ₂]	Concentration d'oxygène dans l'air
CEBC	Couverture avec Effet de Barrière Capillaire
CFP	Couche de Faible Perméabilité
CRE	Courbe de Rétention d'Eau
CRH	Couche de Rétention d'Humidité
C _U	Coefficient d'uniformité
C _{wf}	Pourcentage solide final
C _{wi}	Pourcentage solide ajusté des résidus en pulpe
C _{w0}	Pourcentage solide initial (réception) des résidus en pulpe
D _e	Coefficient de diffusion effectif
D ₁₀	Diamètre de particules correspondant à 10 % passant massique
D ₆₀	Diamètre de particules correspondant à 60 % passant massique
DNC	Drainage neutre contaminé
DMA	Drainage minier acide
DmPSA	Dosage massique des polymères PSA

D_{mPSA-p}	Dosage massique des PSA par rapport à la masse de la pulpe
D_{mPSA-w}	Dosage massique des PSA par rapport à la masse de l'eau
D_vPSA	Dosage volumique des PSA
D_vPSA-p	Dosage volumique des PSA par rapport au volume de la pulpe
D_vPSA-w	Dosage volumique des PSA par rapport au volume d'eau dans la pulpe
K_{PSA}	Capacité d'absorption des polymères superabsorbants (PSA)
$k_{(u)}$	Conductivité hydraulique non saturée
k_{sat}	Conductivité hydraulique saturé
M_{T0}	Masse totale des résidus en pulpe tout venant (réception)
M_{Ti}	Masse totale des résidus en pulpe après l'ajout d'eau d'appoint
M_s	Masse des solides
M_{w0}	Masse d'eau initiale (à la réception)
M_{wi}	Masse de l'eau dans la pulpe
M_{w-aj}	Masse d'eau à ajouter dans la pulpe d'immersion
m_{PSA}	Masse des polymères secs
$m_{PSA-gonflés}$	Masse des hydrogels de PSA
$m_{Eau-PSA}$	Masse de l'eau contenue dans les PSA
n	Porosité totale
NPS	Nappe phréatique surélevée

PN	Potentiel de neutralisation
PSA	Polymère superabsorbants
Q_{eq}	Taux d'absorption des polymères superabsorbants
RE	Résidus épaissis
RF	Résidus filtrés
RP	Résidus en pâte
TEV	Teneur en eau volumique
V_{eau}	Volume total d'eau dans les résidus en pulpe
$V_{pulpe-résidu}$	Volume des résidus en pulpe
$V_{PSA_{gonflé}}$	Volume des PSA gonflés
$V_{PSA_{sec}}$	Volume des polymères secs
V_{eauPSA}	Volume de l'eau des PSA gonflés
W	Teneur en eau massique ou pondérale
WEV	<i>Water Entry Value</i>

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Calculs du coefficient de diffusion d’oxygène dans les colonnes instrumentées ...	138
Annexe B – Calculs de vérification des sondes de teneur en eau volumique	139

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte

L'industrie minière occupe une place très importante dans le développement socio-économique de nombreux pays au monde. Dans la province de Québec au Canada, environ 70% des activités minières du se trouve concentrées le long de la faille de Cadillac dans le district minier de l'Abitibi. L'activité minière a pour but d'extraire les ressources minérales économiquement exploitables (exploitation à ciel ouvert, souterraine ou mixte), de les traiter par les procédés minéralurgiques (flottation, séparation gravimétrique, etc.) en vue de récupérer le maximum de concentrés des minéraux utiles. L'exploitation des gîtes minéraux et le traitement des minerais génèrent d'énormes quantités de rejets solides dont les roches stériles (fraction grossière) et les rejets de concentrateur ou résidus miniers (fraction fine).

Les roches stériles sont des matériaux grossiers à granulométrie très étalée et sont extraites lors de l'exploitation minière avant de pouvoir atteindre les zones minéralisées où le minerai est économiquement exploitable. Les résidus miniers fins ou rejets de concentrateur représentent les rejets produits lors des procédés minéralurgiques pour obtenir les concentrés de minerai. Ces rejets solides sont généralement entreposés dans des aires de stockage de type haldes de stériles pour les roches stériles et de type parcs à résidus pour les rejets de concentrateur (Aubertin et al., 2005). Dans le but de se conformer aux textes de la législation pour le respect et la protection de l'environnement, l'industrie minière s'est donné le devoir de gérer de manière responsable ces rejets solides afin de limiter leurs impacts sur l'environnement (Aubertin *et al.*, 2002).

Les parcs à résidus sont généralement ceinturés de digues selon la topographie des lieux dont le fond peut ou ne pas être imperméabilisé. Les résidus miniers peuvent être entreposés sous différents états de consistance, à savoir sous forme de pulpe (méthode conventionnelle de dépôt) ou sous forme densifiée qui comprend trois classes de consistance : les résidus épais, les résidus en pâte (parfois avec ajout de ciment) et les résidus filtrés (à l'apparence sèche).

1.2 Problématique

Du point de vue géologique, le Canada est un pays favorable à l'activité minière qui contribue fortement à son développement économique. Cependant, l'industrie minière au Canada génère près de 800 millions de tonnes/an de rejets miniers solides lors des opérations d'exploitation des gisements de minerais (Lapointe, 2020). Pendant l'activité minière, les rejets solides générés sont entreposés en surface sur le site minier dans des haldes à stériles (pour les roches stériles) et sous forme de pulpe ou densifiée dans des parcs à résidus ceinturés de digues, parfois elles-mêmes construites avec les rejets de concentrateur.

Toutefois, dans le cas des résidus miniers, si leur gestion est inadéquate cela pourrait engendrer des instabilités d'ordre physique (facteurs géotechniques), comme les ruptures catastrophiques de digues de retenue, ou/et d'ordre chimique (facteurs hydrogéochimiques), comme le drainage minier contaminé. Parmi les nombreuses causes de rupture des digues de retenue, on peut citer la rupture de pente, la rupture de fondation, l'érosion de surface, l'érosion interne et les secousses sismiques. Ces deux types d'instabilité peuvent entraîner une pollution environnementale importante et une augmentation de l'empreinte écologique des mines. En effet, ces rejets solides qui forment les résidus miniers fins et les roches stériles, peuvent souvent contenir des sulfures métalliques, des métaux lourds tels que le cuivre (Cu) et le zinc (Zn) et/ou des métalloïdes tels que l'arsenic (As) (Aubertin *et al.*, 2002).

Les rejets de concentrateur peuvent parfois des teneurs variables en sulfures (cas des gisements polymétalliques), qui une fois exposés aux conditions climatiques naturelles (oxygène de l'air, eau des précipitations), peuvent s'oxyder pour former des eaux acides, appelées drainage minier acide (DMA), caractérisées par de faibles pH (environ $\text{pH} = 3$) et souvent, avec des concentrations élevées en métaux lourds et en sulfates. Le DMA en contact avec les eaux de surface ou souterraine entraîne d'énormes dégâts à l'environnement tels que la destruction de la flore et de la faune du milieu aquatique ainsi que l'intoxication des animaux et tout être vivant en contact (Demers, 2008; Lamontagne, 2001; Pabst *et al.*, 2010). Il existe également le drainage neutre contaminé (DNC) qui est généré dans certaines conditions spécifiques où le pH est proche de la neutralité et que les eaux de drainage contiennent des métaux lourds et des métalloïdes (e.g., Cd, Pb, Cu, Ni, Zn, Sb, Co, As, etc.) et plusieurs autres contaminants (Mayes *et al.*, 2009 ; Plante, 2010).

Au Québec, l'industrie minière doit gérer ses rejets miniers solides selon la prescription de la Directive 019 ainsi que plusieurs autres facteurs selon les lignes directrices édictées par le ministère de l'environnement du Québec (MDDELCC, 2015). Pour ce qui est du DMA, il existe des systèmes de traitement actif ou passif pour les mines en opération et lorsque sa formation s'est déjà déclenchée et permettent ainsi de le limiter ou de le traiter afin de recycler les eaux dans la production. En ce qui concerne les parcs à résidus, des techniques de restauration des sites miniers ont été développées afin de prévenir le contact des résidus potentiellement producteur d'acidité avec l'oxygène de l'air.

On peut distinguer (Aubertin *et al.*, 2002):

- i. le recouvrement en eau dont l'objectif est de limiter la migration de l'oxygène. En effet, l'eau est une excellente barrière à la migration des gaz du fait de la faible diffusivité de l'oxygène (principal oxydant des sulfures) qui est environ 10 mille fois plus faible que celle dans l'air libre,
- ii. le recouvrement de type sol ou couverture sèche (barrière à l'oxygène) dont la technique de monocouche avec l'utilisation d'une nappe phréatique surélevée (NPS). L'objectif étant de toujours maintenir les rejets générateurs de DMA saturés en eau,
- iii. le recouvrement de type couverture sèche (barrière à l'oxygène) dont la technique de multicouches, aussi appelée couverture avec effets de barrière capillaire (CEBC),
- iv. le recouvrement de type couverture étanche (barrière à l'eau) fait de matériaux peu perméables ou géosynthétiques,
- v. le recouvrement de type « stockage et relargage » ou *Store and Release* (SR) dont l'objectif est de stocker l'eau durant la saison humide et de retourner cette eau à l'atmosphère par évapotranspiration,
- vi. le recouvrement isolant dont l'objectif est de maintenir les rejets de concentrateur à des températures en bas de zéro degré dans le but de contrôler les réactions d'oxydation et de limiter la migration des contaminants.

Pour ce qui est des NPS et CEBC, des matériaux géologiques environnant le site (ex. sable, silt, gravier, etc.) ou des résidus silteux désulfurés (enlèvement du soufre) sont utilisés pour former soit la monocouche ou les différentes couches de la CEBC. La CEBC est généralement formée de la succession de cinq couches au-dessus des rejets potentiellement producteurs d'acidité qui sont : la couche de support, la couche de faible perméabilité (CFP), la couche drainante, la couche de protection et la couche superficielle.

1.3 Justification du projet de recherche

La gestion écoresponsable des résidus miniers en pulpe demeure au cœur des préoccupations de l'industrie minière, notamment au développement de nouvelles techniques de déshumidification afin de les densifier. C'est dans cette perspective que l'utilisation des polymères superabsorbants (PSA) pour la densification des résidus miniers fins en pulpe semble constituer une approche alternative pour l'industrie minière en raison notamment de leur capacité d'absorption et de rétention d'eau (Wang *et al.*, 2014). D'ailleurs, les PSA ont déjà été testés pour la déshydratation des particules fines de charbon (Dzinomwa *et al.*, 1997), pour flocculer efficacement les résidus fins matures des sables bitumineux (Wang *et al.*, 2010), et sont déjà utilisés comme amendement pour la rétention d'humidité, la réduction du taux d'infiltration et de la conductivité hydraulique des sols sableux dans l'agriculture et le génie environnemental (e.g., Zhuang *et al.*, 2013; Misiewicz *et al.*, 2020). Les PSA sont également utilisés en horticulture pour la rétention d'humidité, en génie électrique pour la prévention des fuites d'eau au niveau du gainage des fils électriques et le blocage d'eau pour les câbles électriques, et enfin en génie civil pour le colmatage et la cicatrisation des fissures des matériaux cimentaires.

Les travaux de maîtrise portant sur l'optimisation du dosage des PSA dans le processus de densification des résidus miniers fins en pulpe (Kabamba, 2019) réalisés dans le cadre d'un projet de recherche financé par le programme du FRQNT (Belem *et al.*, 2019) ont clairement démontré que ces PSA pourraient représenter une alternative possible et prometteuse de densification des résidus miniers en pulpe. En effet, les PSA sont des matériaux hydrophiles capables d'absorber et de stocker de grandes quantités d'eau (jusqu'à 240 fois leur propre masse dans de l'eau surnageant des résidus miniers) pour former un gel appelé « hydrogel ». Par ailleurs, le taux de gonflement à

l'équilibre des PSA augmentait au fur et à mesure que la taille des grains augmentait. En effet, lorsqu'un PSA est immergé dans de l'eau, les molécules d'eau commencent par faire gonfler la surface de l'échantillon, ensuite diffusent progressivement vers l'intérieur de celui-ci jusqu'à gonfler tout l'échantillon.

Toutefois, il peut arriver qu'au cours des premiers instants d'absorption de l'eau par les PSA, une couche d'hydrogel étanche se forme, empêchant ainsi la diffusion de l'eau aux couches adjacentes de particules de PSA encore secs, réduisant ainsi le taux d'absorption de l'hydrogel. Ce phénomène appelé *gel-blocking* ou blocage de gel dépend, entre autres, de la porosité de la couche de l'hydrogel gonflé. Les PSA de distributions granulométriques plus fines sont les plus exposés à ce phénomène *gel-blocking* (Wack et Ulbricht, 2007; Buchholz, 2006). Ces travaux ont démontré le potentiel d'utilisation de ces PSA pour imperméabiliser les matériaux sableux ou silteux, un peu comme leur utilisation en horticulture et en agriculture afin d'augmenter la rétention d'humidité dans le sol.

La question de recherche qui se pose est la suivante : « *Est-ce que du sable (fin ou grossier) amendé avec des PSA à grains fins pourrait créer une couche de rétention d'humidité (CRH) ou une couche de faible perméabilité (CFP) afin de jouer le rôle d'une couche barrière à l'oxygène dans les recouvrements miniers de type sol ?* »

1.4 Objectifs et hypothèses de recherche

1.4.1 Objectifs du projet

L'objectif principal du projet de recherche de maîtrise est de vérifier expérimentalement la faisabilité de la création d'une couche de faible perméabilité (CFP) ou de rétention d'humidité (CRH) dans les systèmes de recouvrements des résidus miniers fins sulfurés avec des couvertures sèches. Il pourrait s'agir d'une couverture de type **barrière à l'oxygène** telle qu'une monocouche (NPS) ou une multicouche (CEBC) ou d'une couverture de type **barrière à l'eau** (similaire aux géomembranes). La rétention d'humidité de la couche CFP (ou CRH) sera possible grâce au phénomène de "*gel-blocking*" (blocage d'hydrogel) dans l'optique d'une gestion écoresponsable qui viserait à remettre les sites miniers dans un état satisfaisant (ex. de la restauration minière). Le

principal défi pour cette CFP sera d'empêcher l'infiltration d'eau à long terme dans le contexte québécois d'un climat humide, eu égard à la durabilité inconnue de l'hydrogel.

En outre, il s'agira d'évaluer la performance technique et environnementale du phénomène du *gel-blocking* des PSA ayant une granulométrie fine à tester dans la couche CFP, puis d'évaluer leur capacité à absorber l'eau et potentiellement à retenir des métaux lourds ou des métalloïdes (enlèvement) lorsqu'ils seront mis en contact direct avec de l'eau surnageant ou de l'eau minière.

Pour atteindre cet objectif principal, le projet a été subdivisé en deux objectifs spécifiques ci-dessous:

- 1) Évaluer l'efficacité du phénomène de *gel-blocking* des PSA de granulométrie fine à créer une CFP qui pourrait jouer le rôle d'une couche, soit de type barrière à l'oxygène ou de type barrière à l'eau (couvertures de type monocouche ou multicouche);
- 2) Évaluer le potentiel d'adsorption de métaux par les PSA à travers le processus de déshumidification des résidus miniers en pulpe.

1.4.2 Hypothèses de recherche

À partir des objectifs spécifiques définis, plusieurs hypothèses peuvent être formulées afin d'être soumises à l'expérimentation pour vérification :

- 1) L'utilisation des PSA de type polyacrylate de sodium (PA-Na) permet d'augmenter la capacité de rétention d'eau d'une couche de matériau sableux ou silteux, même sous différents potentiels hydriques;
- 2) Le PA-Na contribue à diminuer considérablement la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) d'une couche de matériau sableux ou silteux;
- 3) Dans des conditions d'infiltration à charge d'eau constante, le PA-Na permet la diminution du taux d'avancement du front de mouillage;
- 4) Au cours de son gonflement, l'hydrogel de PA-Na retient également les cations des métaux lourds et métalloïdes (e.g., Cd, Pb, Cu, Ni, Zn, Sb, Co, As, etc.).

1.5 Structure du mémoire

Ce mémoire de maîtrise est composé de cinq chapitres.

- Le Chapitre 1 présente l'introduction générale qui inclut la mise en contexte, la problématique, les objectifs et les hypothèses de recherche.
- Le Chapitre 2 présente une revue de la littérature portant sur la formation du drainage minier acide (DMA) et du drainage neutre contaminé (DNC), la prévention et le contrôle de la formation du DMA, un aperçu sur les polymères PSA, l'adsorption de métaux lourds par les PSA, les notions fondamentales de l'écoulement de l'eau dans les parcs à résidus miniers et les mouvements des gaz en milieux poreux.
- Le Chapitre 3 présente les matériels et les méthodes utilisés dans le cadre de cette étude. Ceci comprend la caractérisation des matériaux utilisés, la description de la démarche suivie et du programme expérimental des essais de laboratoire.
- Le Chapitre 4 présente les principaux résultats obtenus lors des différents essais avec une discussion sur la portée et les limites de ces résultats.
- Le Chapitre 5 présente la conclusion et quelques recommandations pour des travaux futurs.

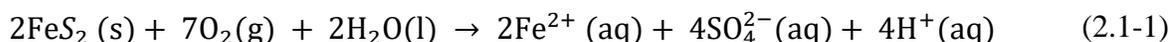
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

L'objectif de ce chapitre est de présenter une revue de littérature sur le processus de formation du DMA, les moyens de sa prévention, et partiellement les méthodes de traitement (actif et passif) de ce phénomène. Ce chapitre présente également les caractéristiques physico-chimiques des polymères superabsorbants (PSA), en particulier les Polyacrylate de sodium (PA-Na) réticulés, leur domaine d'emploi et leur potentiel d'utilisation dans la gestion des résidus miniers. De plus, on présente dans ce chapitre, les notions fondamentales de l'écoulement des fluides (eau et gaz) dans les sols granulaires, dans les polymères superabsorbants ainsi que dans leur mélange avec du sol.

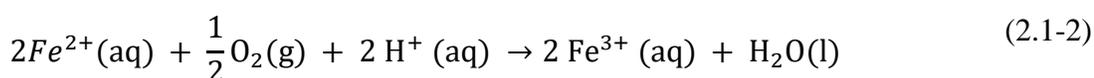
2.1 Formation du drainage minier acide et du drainage neutre contaminé

2.1.1 Oxydation des sulfures et formation du DMA

Les résidus miniers provenant du traitement des minerais issus de gisements polymétalliques sont souvent sulfureux. Les principaux minéraux sulfureux contenus dans ces résidus miniers sont la pyrite (FeS_2), la pyrrhotite (Fe_{1-x}S , $0 < x < 0,20$) et l'arsénopyrite (FeAsS). Lorsqu'ils sont en surface et exposés à l'air et à l'eau, ces sulfures peuvent s'oxyder et engendrer le drainage minier acide (DMA). En effet, le DMA résulte de l'oxydation soit naturelle, chimique, et ou électrochimique de ces résidus sulfureux (Gray, 1997; Kleinmann, 1979; Nordstrom *et al.*, 1999). La pyrite et la pyrrhotite représentent souvent les principaux minéraux préoccupants dans le processus de production de DMA et de libération de sulfate (SO_4^{2-}), de fer et de métalloïdes dissouts. Des réactions simplifiées du processus chimique d'oxydation directe (cas de la pyrite) sont données ci-dessous :



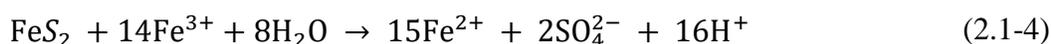
La réaction (2.1-1) représente la réaction d'oxydation directe de la pyrite. Pour deux moles de pyrite, et à un pH proche de la neutralité ($\text{pH} = 7$), il y a libération de deux moles de fer ferreux (Fe^{2+}), quatre moles de sulfate (SO_4^{2-}) et forme quatre moles d'ions H^+ . Le fer ferreux s'oxyde en fer ferrique (Fe^{3+}) en présence d'un excès d'oxygène, en consommant deux moles de H^+ réaction (2.1-2).



Ensuite, la réaction d'hydrolyse du fer ferrique s'effectue et engendre la précipitation du fer sous forme d'hydroxyde de fer et formera des ions H^+ supplémentaires; réaction (2.1-3):



La production d'ions d'hydrogène contribuera à faire chuter le pH de plus en plus bas ($pH = 3,5$), ce qui contribue davantage à acidifier le milieu. Dans ces conditions acides, le fer ferrique reste en solution, ainsi la réaction d'oxydation indirecte de la pyrite s'active (2.1-4) :



Le fer ferrique demeure en solution et oxyde directement la pyrite, engendrant un processus cyclique et rapide impliquant les réactions (2.1-2) et (2.1-4). Le fer ferreux généré lors de l'oxydation de la pyrite par le fer ferrique peut être oxydé en fer ferrique par l'oxygène réaction (2.1-2). Ensuite, ce fer ferrique oxyde la pyrite par l'intermédiaire de la réaction (2.1-4); ce qui produit à son tour du fer ferreux, et ainsi de suite.

Certaines bactéries, en particulier les *Thiobacillus ferrooxidans*, sont connues pour catalyser des réactions (2.1-1) à des pH très faibles, favorisant ainsi l'augmentation de la vitesse de réaction de plusieurs ordres de grandeur (10^3 à 10^6) (Nordstrom *et al.*, 2000). Dans la Figure 2.1-1 sont illustrées les phases et les équations de formation du DMA en fonction du temps et du pH de l'eau.

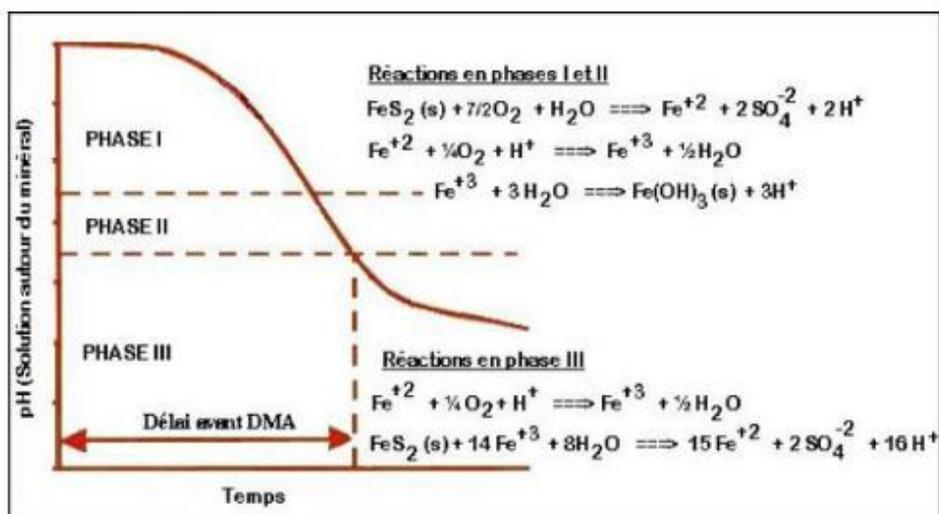


Figure 2.1-1: Étapes de formation du DMA (d'après Kleinman *et al.*, 1981)

2.1.2 Aperçu sur la formation du DNC

Le drainage neutre contaminé se définit par un drainage minier dont la qualité chimique a été affectée par le passage à travers le rejet minier, même si ce drainage n'est pas acide (Bussièrre *et al.*, 2005). Le drainage neutre contaminé résulte de différents processus, mais il existe trois contextes généraux pour ce phénomène (MEND, 2004), ainsi le DNC est produit dans les cas suivants :

- Le **premier** procédé est le phénomène d'oxydation des sulfures et la génération d'acide dans lequel les métaux sont initialement solubles et libérés. Comme vu ci-dessus, après la génération d'acide avec un faible pH, le drainage peut contenir des niveaux élevés de nombreux métaux. Puis, il entre en contact avec des solides ayant un potentiel de neutralisation (PN) suffisant pour consommer l'acide et rétablir des conditions de pH neutre. Lors du processus de neutralisation, certains métaux (mais pas tous) peuvent être éliminés de la solution par précipitation. Ainsi, les métaux qui ne sont pas affectés par la neutralisation peuvent rester à des niveaux élevés dans la solution; d'où la génération du DNC. Ensuite, dans le cas du traitement d'un effluent contaminé afin d'atteindre la conformité avec les objectifs réglementaires, on procède par l'ajustement du pH, habituellement avec de la chaux, de sorte que les métaux retirés de la solution peuvent se déposer en particules, formant une boue qui peut être contenue et gérée. De nombreux métaux qui sont associés à un drainage neutre ne sont pas complètement retirés par un traitement à la chaux ou à d'autres produits chimiques alcalins. Le traitement de plusieurs métaux dans un drainage neutre n'est pas une pratique courante facile et nécessite une application au cas par cas des méthodes spécifiques pour chacun de ces métaux.
- **Deuxièmement**, lorsqu'il s'agit des résidus potentiellement générateurs d'acides, on procède par le mécanisme de lixiviation en appliquant des mesures d'atténuation afin de prévenir l'oxydation comme la technique d'inondation des résidus sous un recouvrement à l'eau. Ainsi, les résidus inondés et les stériles peuvent rester neutres cependant, dans certains cas ils sont susceptibles de libérer des métaux comme le nickel et le zinc souvent solubles à pH neutre. Généralement, il peut y avoir de lixiviation des métaux à partir des rejets inondés lorsque ceux-ci avaient été exposés préalablement aux conditions climatiques (précipitation, air de l'atmosphère) préalablement. Il arrive aussi que les rejets réactifs envoyés s'oxydent

légèrement et génèrent des concentrations en métaux dépassant les normes tout en ayant un pH proche de la neutralité.

- Enfin **troisièmement**, la lixiviation des métaux peut se réaliser en l'absence de génération d'acidité. Souvent, cela se produit à l'intérieur des gisements dans lesquels la teneur en sulfure est insuffisante pour produire de l'acide ou dans le cas où les résidus renferment des sulfures non générateurs d'acide tels que la sphalérite et la galène. L'oxydation des minéraux d'arsenic dans les rejets de mines d'or en est un exemple de ce cas.

2.1.3 Méthodes de traitement du DMA

Lorsque le processus de génération du drainage minier acide est démarré, il devient nécessaire de procéder au traitement chimique des eaux de drainage qui consiste à collecter toutes les eaux de drainage du site minier actif dans des grands bassins puis les traiter avant de les réutiliser à l'usine ou les déverser dans l'environnement. La réglementation au Québec impose à travers la Directive 019 sur l'industrie minière les limites annuelles des effluents finaux comme suit : 0,2 mg/L pour As et le Pb; 0,5 mg/L pour Ni et Zn; 0,3 mg/L pour le Cu; 3 mg/L pour le Fe et un pH compris entre 6 et 9 (Directive 019, 2005, 2012).

Il existe deux techniques de traitement chimiques des eaux de drainage : les systèmes **actifs** et les systèmes **passifs** comme l'illustre la Figure 2.1-2 (Genty, 2012).

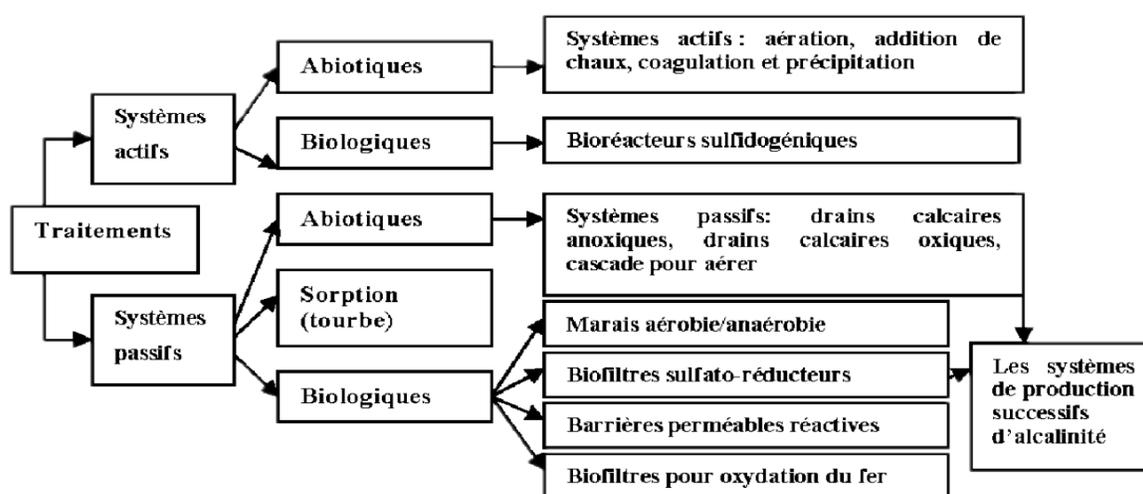


Figure 2.1-2: Stratégie biologique et abiotique de traitement du DMA tiré de (Genty, 2012)

a) Traitement actif

Il représente une méthode qui consiste à collecter par un système de canalisation toutes les eaux (ruissellement,) du parc à résidu, de la mine à l'usine dans un bassin où elles sont traitées chimiquement par l'ajout d'un neutralisant le plus souvent la chaux. Cette addition d'oxydant chimique (sous l'aération) et du neutralisant, permet d'accélérer l'oxydation des ions métalliques en solution et d'augmenter le pH de l'effluent. En plus on ajoute des flocculants pour faciliter l'agglomération et la précipitation. Le traitement actif s'applique seulement pour des sites en activité pendant la phase opérationnelle de l'usine et peut engendrer des quantités très importantes de boues qui nécessitent à leur tour une gestion convenable pour la protection de l'environnement.

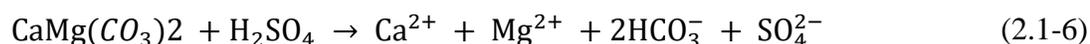
b) Traitement passif

Contrairement aux traitements actifs, les systèmes passifs sont moins coûteux et sont plus envisagés pour les sites miniers abandonnés. Son principe consiste à faire circuler les effluents miniers à travers des matériaux qui génèrent suffisamment d'alcalinités pour neutraliser l'acidité ainsi diminuer la charge des métaux comme l'exemple des bioréacteurs passifs. Ces derniers ont eu une importante utilisation dans le traitement du drainage minier acide et offrent des avantages économiques, (coûts d'exploitation très faible, consommation d'énergie minimale) et techniques (destruction élevée des métaux à pH faible). Les méthodes passives utilisent généralement des réactions catalysées par des bactéries anaérobies ou aérobies avec des matières résiduelles ou matériaux naturels au lieu des produits chimiques, tout en réduisant les quantités de boues générées. Les principales méthodes de traitements passifs sont les drains oxiques calcaires, les drains anoxiques calcaires et les biofiltres passifs sulfato-réducteurs

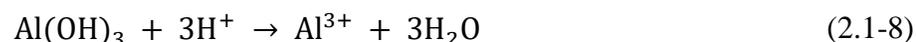
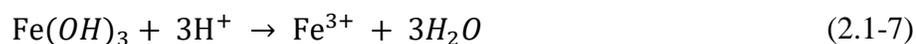
2.1.4 Méthodes/techniques de neutralisation du DMA

La formation du drainage minier acide est aussi fonction de la présence ou de l'absence des minéraux neutralisants ou acidivores. Souvent les résidus renfermant les minéraux sulfureux peuvent contenir des minéraux ayant le pouvoir neutralisant de l'acidité produit lors des réactions d'oxydation. Ainsi, leur dissolution est l'un des principaux facteurs de contrôle du pH des eaux interstitielles et de drainage, de la mobilité des métaux et métalloïdes et du taux d'oxydation des minéraux sulfureux (Bussière *et al.*, 2005). Parmi les minéraux neutralisants on retrouve les carbonates tels que la calcite (CaCO_3) et la dolomie ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) possèdent le meilleur potentiel de neutralisation. Ensuite de façon moindre, les oxydes, les hydroxydes et les silicates solubles

peuvent participer à la neutralisation du milieu. En pratique, la dissolution des carbonates consomme l'ion (H^+), libère des cations divalents (par exemple Ca^{2+} , Mg^{2+}) et génère des ions carbonates ou bicarbonates en solution. Les mécanismes de neutralisation de l'acide sulfurique par la calcite et la dolomie sont représentés par les équations suivantes (Aubertin *et al.*, 2002a; Strömberg *et al.*, 1999) :



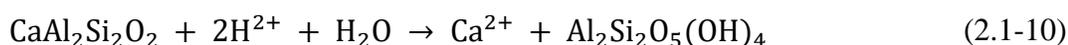
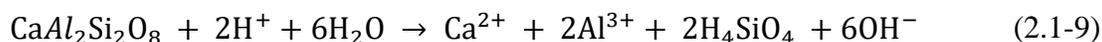
Une oxydation importante des sulfures peut générer des eaux très acides caractérisées par des concentrations élevées de Fe dissous (Moncur *et al.*, 2005; Strömberg *et al.*, 1999). La dissolution consécutive des minéraux aluminosilicates dans le milieu d'oxydation des sulfures contribue également à la mise en solution de l'Al (Jurjovec *et al.*, 2002). Les phases (oxy)hydroxyde de fer (III) et d'Al précipitent sous la zone d'oxydation lorsque l'eau acide migre vers le bas et elle est neutralisée par la dissolution des minéraux carbonatés (Moncur *et al.*, 2005). Ces (oxy)hydroxydes contribuent ensuite à la neutralisation de l'acide après épuisement des minéraux carbonatés dû à une oxydation soutenue des minéraux sulfureux. Dans des conditions acides, la dissolution à l'équilibre de ces phases consomme les ions (H^+) et libère soit Fe (III) ou Al comme illustré dans les réactions (2.1-7) et (2.1-8) :



La contribution relative de ces minéraux carbonatés à la neutralisation des acides dépend de leur abondance et de leur réactivité. Des études en laboratoire sur la dissolution des carbonates dans les stériles sulfurés ont démontré que la taille des grains et, par conséquent, la surface sont des facteurs importants pour la neutralisation des acides (Strömberg *et al.*, 1999).

De plus, dans les résidus riches en sulfures, la dissolution des silicates devient la principale réaction de neutralisation de l'acide après épuisement des phases carbonatées et des (oxy)hydroxydes (Jambor *et al.*, 2002; Plante *et al.*, 2012).

La dissolution des silicates peut être congruente ou incongruente. La dissolution congruente représente une phase solide qui se transforme en composantes solubles. La dissolution incongruente représente la dissolution la plus courante des silicates dans les systèmes naturels où une phase solide est transformée en une autre phase solide. Par exemple, la dissolution du membre terminal du feldspath plagioclase, l'anorthite, peut être présentée comme congruente (2.1-9) ou incongrue (2.1-10) (Sherlock *et al.*, 1995).



2.2 Prévention de la génération du DMA

2.2.1 Élimination des sulfures

Généralement pour exclure les sulfures on procède à la désulfuration des résidus sulfureux. C'est une pratique qui consiste à retirer assez de sulfures pour rendre les résidus non générateurs de DMA. La désulfuration s'applique pour les résidus du concentrateur à l'aide des procédés minéralurgiques tels que la flottation ou la séparation gravimétrique à leur sortie du concentrateur (Demers, 2008; Mermillod-Blondin *et al.*, 2005). Cette technique génère un concentré de sulfure et des résidus désulfurés contenant une teneur résiduelle en sulfures mais qui sont non générateurs d'acide. Le concentré de sulfure peut être retourné sous terre sous forme de remblai minier (Benzaazoua *et al.*, 2008; Hamdi, 2011). La partie désulfurée peut être utilisée comme matériau de recouvrement jouant le rôle de barrière à l'oxygène. La teneur résiduelle en sulfure du recouvrement constitue un atout car le recouvrement consomme de l'oxygène sans générer de DMA et le flux d'oxygène qui atteint les résidus peut être réduit (Benzaazoua *et al.*, 2008; Demers *et al.*, 2008; Mermillod-Blondin *et al.*, 2005).

2.2.2 Barrière à l'eau

Techniquement, il consiste à exclure l'eau provenant de l'environnement extérieur vers les résidus miniers afin de prévenir la production de drainage minier acide. L'exclusion de l'eau peut être réalisée par la mise en place de recouvrements de type barrière étanche empêchant ainsi l'infiltration d'eau de la surface vers les résidus miniers. Ce type de recouvrement imperméable

peut être constitué d'un système multicouche et vise à limiter selon le climat du milieu (humide, aride ou semi-aride) l'infiltration de l'eau vers les résidus miniers en utilisant des matériaux appropriés. Généralement, dans les milieux à climats humides, l'exclusion de l'eau se fait à l'aide de recouvrements étanches souvent constitués de plusieurs couches distinctes ayant chacune un rôle spécifique. En milieux arides ou semi-arides, on utilise des couvertures avec effet de barrière capillaire de type stockage et relargage. Ainsi, la couche de rétention d'eau faite de matériaux fins accumule les eaux durant la saison de pluie, puis cette eau retourne à l'atmosphère par évaporation pendant la période chaude. En pratique, lorsqu'on construit un recouvrement de nature stockage et relargage (climat aride) ou de CEBC (en climat humide) en pente, se produit le phénomène de déviation de l'eau à l'interface entre le matériau grossier et le matériau fin, souvent appelé déviation de l'eau de barrières capillaires inclinées. La configuration d'un tel recouvrement est habituellement composée d'une couche de barrière capillaire ou couche de faible perméabilité qui doit être faite par des matériaux pouvant atteindre une conductivité hydraulique très faible allant à 10^{-7} cm/s sur laquelle on peut ajouter au moins une ou plusieurs couches constituées de matériaux. Ces matériaux peuvent être soit naturels (sols fins ou mélange de différents sols) ou géosynthétiques (géomembrane, géocomposites bentonitiques et composites polymériques). Le Tableau 2.2-1 présente les caractéristiques spécifiques, avantages et inconvénients de l'utilisation de ces matériaux comme barrière hydraulique pour empêcher l'infiltration de l'eau vers les résidus réactifs.

2.2.3 Barrière à l'oxygène

2.2.3.1 Recouvrement en eau

Le recouvrement en eau permet de créer une barrière à l'oxygène de l'air en couvrant les résidus sulfureux d'une couverture d'eau c'est-à-dire les maintenir sous l'eau afin de diminuer la diffusion de l'oxygène vers les résidus sulfureux. Cette technique repose sur le fait que le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau ($D_w^o = 2,5 \times 10^{-9}$ m²/s) est 10 000 fois plus faible que celui dans l'air ($D_a^o = 1,8 \times 10^{-5}$ m²/s). Il s'agit de placer sur les résidus potentiellement générateurs de DMA une couche d'au moins 1 mètre d'eau. En pratique pour réaliser un tel recouvrement, il est nécessaire que la géométrie du parc à résidus soit d'une forme étanche permettant de contenir un bilan d'eau important (les apports d'eau doivent être supérieurs aux pertes d'eau) pour maintenir à long terme les résidus sous l'eau (Aubertin *et al.*, 2015; Cosset, 2009).

Le recouvrement en eau se décline en deux techniques principales de dépositions des résidus : la déposition subaquatique lorsque les résidus non oxydés provenant du concentrateur sont directement déposés sous l'eau; et l'inondation ou l'ennoiement qui consiste à recouvrir totalement de l'eau sur les résidus préalablement entreposés dans le parc à résidus et peut être partiellement oxydés, d'où la possibilité de relargage des métaux et des sulfates dans la couverture aqueuse pour la technique d'inondation (Awoh, 2012).

2.2.3.1 Couverture monocouche avec nappe phréatique surélevée (NPS)

La méthode de recouvrement qui est souvent employée dans le cadre de la restauration des parcs à résidus par nappe surélevée avec une seule couche. Une nappe surélevée consiste à rehausser volontairement le niveau naturel de la nappe phréatique pour maintenir les résidus miniers à un degré de saturation élevé en permanence, soit par submersion ou capillarité permettant ainsi de limiter leur oxydation (Cosset, 2009; Ouangrawa *et al.*, 2005).

Tandis que, le recouvrement monocouche lui permet de limiter l'érosion des rejets, de réduire les ruissellements et l'évaporation, de maximiser les infiltrations et d'empêcher la remontée d'eau contaminée provenant du parc à résidus. La couverture peut être constituée d'un seul matériau grossier (sable, gravier, roches concassées, etc.), des matériaux fins (argile compactée), des résidus non générateurs de DMA ou résidus désulfurés et autres matériaux comme les enduits de surface, les boues de désencrage, les copeaux de bois, des mélanges de boues et sols. Pour rendre efficace et rapide cette technique, souvent pour les résidus frais (non oxydé), il est demandé que leur épaisseur au-dessus de la nappe phréatique soit inférieure à la moitié de la pression d'entrée d'air du matériau; et au cas où ils sont déjà exposés (partiellement oxydés), il est souvent recommandé de rehausser la nappe à la surface des résidus. Comme le recouvrement en eau, cette technique tire profit de la faible diffusivité de l'oxygène dans ces couches de matériaux partiellement saturés.

Cependant la nappe surélevée présente plus d'avantages géotechniques par rapport au recouvrement en eau puisque le niveau d'eau est plus bas au sein du parc à résidus, et les pressions d'eau sont plus faibles. Dagenais *et al.* (2006) dans l'étude paramétrique pour évaluer l'effet de divers facteurs sur les profils de teneur en eau des résidus réactifs, ont montré l'effet de la position de la nappe phréatique sur les profils de teneur en eau et sur le flux d'oxygène à la surface des résidus.

Tableau 2.2-1: Types de matériau pouvant être utilisés dans les barrières hydrauliques (tiré de Aubertin *et al.*, 2015)

Recouvrement	Caractéristiques et recommandations	Avantages	Inconvénients
Sols fins	<ul style="list-style-type: none"> - k_{sat} visée, typiquement de l'ordre de 10^{-7} cm/s - Les limites de consistance (Atterberg) du sol doivent être évaluées et contrôlées 	<ul style="list-style-type: none"> - Empêcher l'infiltration d'eau; - Matériaux d'emprunt (disponible, pas cher) 	Influence du degré de compaction et de plusieurs autres facteurs, incluant la chimie du lixiviat, sur la valeur de k_{sat} in-situ et l'effet du gel/dégel.
Géomembranes	Tenir compte de leurs propriétés physiques (épaisseur, densité, transmissivité de vapeur), mécaniques (résistance à la traction, au déchirement et à la perforation, déformabilité, résistances des joints), chimiques (résistance aux attaques par l'eau, l'ozone, les rayons ultraviolets et les acides), biologiques (altération par les bactéries, les champignons etc.) et thermiques (effets des températures extrêmes sur la résistance mécanique).	<ul style="list-style-type: none"> Leur utilisation dans l'industrie minière est plus récente et plus limitée, mais elle progresse rapidement; Tapis d'étanchéité sous les zones de traitement du minerai (par lixiviation) et sous les bassins de stockage de solutions mères ou percolées » 	<ul style="list-style-type: none"> Peuvent être instables dans le cas de sollicitations dynamiques; ce qui constitue un inconvénient à leur utilisation, puisque leur angle de friction au contact des sols (ou d'autres géosynthétiques) est relativement faible, surtout à long-terme (en raison des effets de fluage); Durée de vie n'est pas connue avec exactitude.
Géocomposites bentonitiques	<ul style="list-style-type: none"> Constitués d'une couche de bentonite sodique ou potassique placée entre deux géotextiles; Faible k_{sat} ($\sim 10^{-9}$ cm/s) lorsqu'ils sont en bon état; Solution complémentaire ou de remplacement aux géomembranes et aux sols fins comme composante de faible perméabilité. 	<ul style="list-style-type: none"> Capacité d'autoréparation à la suite de l'hydratation de la bentonite; Comportement peu affecté par les cycles de mouillage – séchage ou de gel- dégel; Bonne résistance aux tassements différentiels et aux perforations accidentelles. 	<ul style="list-style-type: none"> Composition chimique du lixiviat peut accroître la conductivité hydraulique de la bentonite; Leur faible angle de friction limite la pente maximale permise; Leur faible épaisseur favorise les mécanismes de transfert par diffusion, incluant les flux d'oxygène.

Le degré de saturation (S_r) à la surface des résidus, couverts par une couche de protection en sable peut varier entre 90 et 99% (Figure 2.2-1) pour une valeur de profondeur de la nappe phréatique inférieure ou égale à la valeur de la pression d'entrée d'air des résidus (ψ_a). Ces valeurs élevées de (S_r) donnent un coefficient de diffusion effectif (D_e) comparable à celui de la diffusion de l' O_2 dans l'eau. Par contre, l'efficacité du concept de nappe phréatique élevée peut être affectée négativement lorsque les résidus sont très réactifs (Dagenais *et al.*, 2006; Ouangrawa *et al.*, 2007).

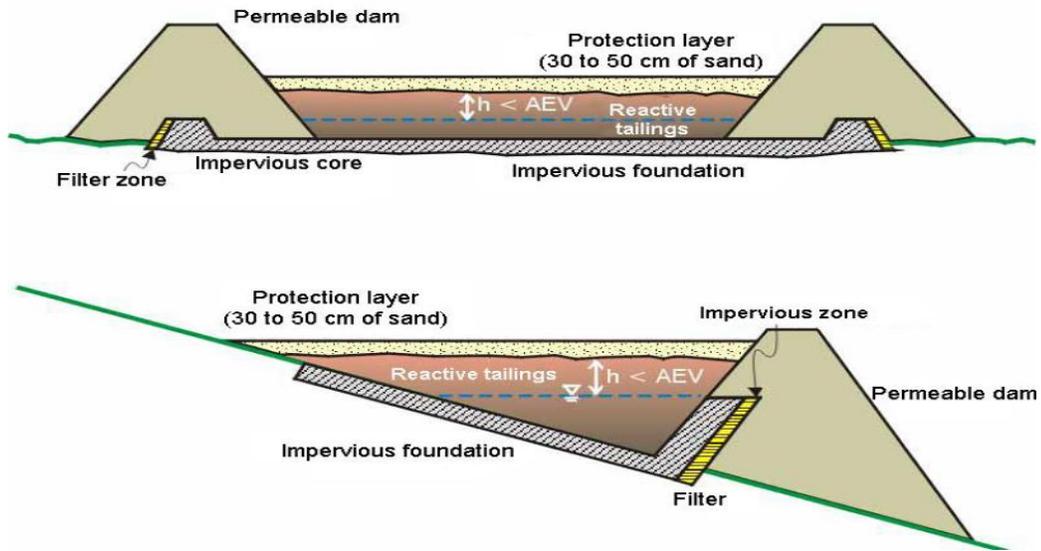


Figure 2.2-1: Modèles conceptuels de la nappe phréatique surélevée dans des résidus réactifs pour contrôler la génération du DMA (Aubertin *et al.*, 1999)

2.2.3.2 Recouvrement de type multicouches

Le recouvrement de type multicouches encore appelé couverture avec effets de barrière capillaire (CEBC) représente un type de recouvrement constitué de plusieurs couches composées de différents types de sol ou de matériaux géosynthétiques. En principe, il consiste à la mise en place d'une couche de sol relativement fin sur un matériau grossier. Un tel recouvrement a pour fonction soit de limiter l'infiltration d'eau, l'apport d'oxygène et ou les deux à la fois vers les résidus miniers réactifs. En milieux humides, on utilise souvent le recouvrement (CEBC) pour limiter la diffusion de l'oxygène dans les résidus réactifs et réduire ainsi l'oxydation des sulfures et la production du drainage minier acide. Il peut être construit sur les parcs à résidus de concentrateur ainsi que sur les haldes à stériles (Aubertin *et al.*, 1995, 2002b). Les matériaux souvent utilisés pour confectionner un tel recouvrement sont de texture et de granulométrie différentes favorisant la création des effets de barrière capillaire.

En effet la différence au niveau des propriétés hydrogéologiques des matériaux saturés et non-saturés de ces couches superposées sert à empêcher la percolation de l'eau dans les résidus; ainsi le matériau grossier se désature plus vite et sa conductivité hydraulique non saturée devient plus faible que celle de la couche à matériaux fins. Souvent les relations entre succion-teneur en eau et conductivité hydraulique – teneur en eau des couches de ces matériaux sont indispensables pour contrôler ce phénomène de barrière. L'idée est de maintenir au moins une des couches du recouvrement à un très haut degré de saturation (couche de rétention d'humidité ou CRH). Contrairement aux matériaux de granulométrie grossière, les matériaux à texture plus fine correspondent bien à cette CRH puisqu'ils peuvent avoir des succions faibles, donc, demeurer saturés à des hauteurs de quelques mètres au-dessus de la surface de la nappe phréatique, et avec une conductivité hydraulique très faible qui favorise leur saturation progressive et ralentit l'écoulement de l'eau de ces matériaux. Pour construire les différentes couches d'une CEBC (Figure 2.2-2), divers matériaux sont utilisés comme les matériaux géologiques (sable, gravier, silt, argile, pierre concassée etc.), synthétiques (géotextiles, géomembrane, bitumes, ciments, etc.) ou composites (géocomposites bentonitiques, etc.).

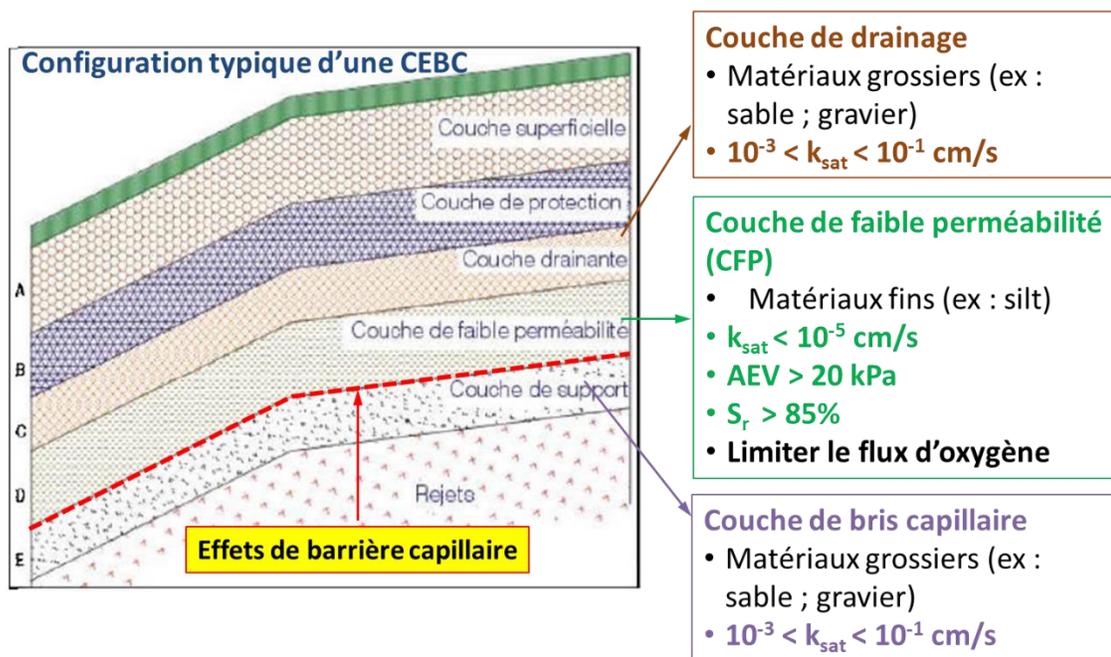


Figure 2.2-2 : Configuration typique d'un système de recouvrement multicouche CEBC (adapté de Aubertin *et al.*, 1999)

Selon la Figure 2.2-2) et du haut vers le bas, le recouvrement de type multicouche est constitué des couches suivantes :

- La couche superficielle (A), d'une épaisseur variable soit de 10 – 20 cm à 50 cm et plus selon les cas, est placée en surface du recouvrement. Elle a pour objectif de séparer les couches inférieures du milieu extérieur, de permettre la réintégration paysagère du site, de réduire les effets de fluctuation de température et d'humidité de résister à l'érosion. Elle est le plus souvent composée de sol organique ainsi que des géosynthétiques ou des lits de gravier et des enduits routiers.
- La couche de protection (B) a une épaisseur variable jusqu'à un mètre et accomplit plusieurs fonctions simultanément soit : empêcher les racines et les animaux de parvenir jusqu'aux couches adjacentes, minimiser les intrusions humaines à travers la barrière. Elle joue également les rôles de réservoir pour retenir ou stocker provisoirement une portion des eaux d'infiltration jusqu'à leur élimination par évapotranspiration et de protection des matériaux sous adjacents contre les cycles climatiques (gel – dégel et précipitations). Pour des raisons économiques, souvent on utilise des matériaux tout près du site comme les silts sableux par exemple.
- La couche drainante C est la couche drainante qui permet de réduire le gradient hydraulique de la couche adjacente favorisant ainsi la réduction du débit d'infiltration dans la couche D ainsi que les pressions interstitielles ce qui augmente sa stabilité. Elle permet également de contrôler les écoulements dans les couches supérieures (A, B) pour augmenter leur capacité de stockage d'eau. La couche C a souvent une épaisseur de 30 cm avec une conductivité hydraulique suffisamment élevée ($k > 10^{-3}$ cm/s) ce qui permet de produire un contraste important entre elle et le matériau de la couche D. Les matériaux constituant la couche C incluent les sols pulvérulents (sable, gravier), des matériaux synthétiques (géotextile) ou des matériaux composites conçus pour des fins de drainage.
- La couche de faible perméabilité (D) la couche D est la principale couche de barrière aux échanges entre les résidus et l'extérieur avec une épaisseur qui varie de 50 à 100 cm. Elle permet de limiter dans les zones humides, la diffusion de l'oxygène vers les résidus grâce à sa capacité de rétention d'eau élevée. Dans les milieux arides et semi-arides, elle vise principalement à contrôler l'infiltration de l'eau, afin de minimiser la production du DMA. En effet, les propriétés de barrière résultant du contraste de rétention d'eau entre les couches C et E permettent à la couche D de demeurer saturée à un haut degré de saturation. Les principaux matériaux constituant cette couche

sont les sols fins (argiles, silt). Elle peut aussi être constituée de matériaux géosynthétiques comme la géomembrane.

- La couche de support est la couche de support de toutes les couches sus-jacentes, son épaisseur varie de 30 cm et plus. Elle empêche la remontée capillaire du lixiviat contaminé provenant des résidus. Habituellement, les matériaux utilisés pour la construction de cette couche sont les sables et les graviers ayant une conductivité hydraulique comprise entre 10^{-3} et 10^{-1} cm/s.

2.3 Polymères superabsorbants et leurs propriétés

2.3.1 Définition, synthèse et types de polymères

Du grec « polu » plusieurs, et « meros » partie, le polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée par la répétition d'un même motif, le monomère, reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes. Les polymères superabsorbants représentent des structures tridimensionnelles de chaînes polymères hydrophiles, capables de gonfler dans l'eau, les fluides biologiques ou les solutions aqueuses sans se solubiliser. Ils forment des hydrogels tout en conservant leurs propriétés mécaniques (Chen *et al.*, 2004; Hu *et al.*, 2004; Karadağ *et al.*, 2000). Les PSAs constituent une catégorie de matériaux macromoléculaires à part entière qui se distingue par ses propriétés de réservoir original en interaction avec leur environnement.

Il existe deux catégories de réactions chimiques permettant la préparation des polymères (Irmouli *et al.*, 2009). La polycondensation encore appelée polymérisation par étape permet l'édification des macromolécules à partir des monomères di ou plurifonctionnels. La chaîne se forme par l'intermédiaire des réactions de condensation successive entre groupements fonctionnels portés par les molécules de monomères et par les molécules de polymère en formation. Souvent utilisée pour la synthèse des matériaux comme le polyéthylène, le polystyrène, le polypropylène.

La polymérisation en chaîne est une préparation de polymères par addition successive de monomères sur une extrémité active de la chaîne macromoléculaire (par exemple le polyéthylène téréphtalate (PET). Les polymères superabsorbants (PSA) sont faits de produits entièrement synthétiques ou d'origine pétrochimique. Les PSA sont préparés à partir de monomères acryliques (l'acide acrylique (AA), ses sels et l'acrylamide (AM)), par polymérisation, et réticulation simultanée soit avec un agent de réticulation polyvinylique ou par un agent de réticulation polyfonctionnel. La copolymérisation de l'acide acrylique avec d'autres monomères vinyliques hydrophiles tels que l'acrylamide a largement étendu les applications des PAS. Les types de monomères, de liaison et de réticulation jouent un rôle

important dans la conception des propriétés et leurs applications (Hu *et al.*, 2004; Kiatkamjornwong, 2007).

Les PSA gonflés d'eau ou hydrogels sont des structures de polymères hydrophiles qui peuvent s'imprégner de grande quantité d'eau. Ils représentent des gels polymères macromoléculaires insolubles dans l'eau construits à partir d'un réseau de chaînes polymères réticulées. Ces dernières sont synthétisées à partir de monomères hydrophiles par croissance en chaîne ou par étapes, avec un agent de réticulation fonctionnel pour favoriser la formation du réseau. Les polymères peuvent être classés selon leur origine (synthétiques ou naturels), leur structure chimique, leur morphologie ou par leur usage technologique.

Du point de vue leur source, on distingue les polymères d'origine naturels obtenus par copolymérisation par greffage de monomères vinyliques sur des polysaccharides. Ce sont de hydrogels à base de polysaccharides ou à base de polypeptides; et les polymères synthétiques sont les plus nombreux et souvent obtenus à la base des produits pétrochimiques. Ils peuvent aussi être classés du point de vue chimique en fonction du type d'unités monomères utilisées dans leur structure pendant leur fabrication ou polymérisation. C'est le cas des acides polyacrylates (AA) ou polyacrylamides (AM) réticulés.

Les polymères superabsorbants peuvent être classés sur la base de la présence ou l'absence des charges électriques en quatre types, à savoir :

- Les ioniques (présence des anions et cations),
- Les non-ioniques,
- Les électrolytes amphotères (ou ampholytes) contenant à la fois des groupes acides et basiques,
- Les Zwitterioniques (polybétaines) contenant à la fois des groupes anionique et cationique dans chaque unité structurelle répétitive.

Les polyacrylates et les polyacrylamides sont les plus couramment commercialisés. Les polyacrylates et ses sels copolymères d'acide acrylique et d'acrylate de sodium réticulés se distinguent des polyacrylamides par leur grande capacité d'absorption d'eau en quelques dizaines de secondes (Zohuriaan-Mehr *et al.*, 2008).

2.3.2 Caractéristiques générales des PSA

Les polymères possèdent diverses caractéristiques en fonction de leur application et leurs propriétés. Les propriétés des polymères superabsorbants peuvent comprendre deux parties essentielles (Zhang *et al.*, 2005; Zouhourian *et al.*, 2008) :

- les caractéristiques liées au processus technologique de leur fabrication (chimique, physique), leur durabilité et stabilité dans l'environnement de gonflement, la granulométrie (grosseur des particules, densité des grains), le degré de réticulation ou le taux de monomères résiduels;
- les propriétés liées à la capacité d'absorption, une plus grande capacité d'absorption et de rétention des liquides sous charge (*Absorption Under Load – AUL*). Il est souhaité que le liquide absorbé par le polymère soit fortement retenu. En principe, le liquide ne doit pas être relargué même si le polymère est soumis à une charge.

À l'état d'hydrogels, les PSA peuvent, par rapport à leur propre masse, absorber et retenir des quantités très importantes d'eau ou de solutions aqueuses. Ces matériaux ont une très forte capacité d'absorption jusqu'à 1 000 à 100 000 % (10 – 1 000 g/g) dans l'eau déionisée alors que la capacité d'absorption des hydrogels courants ne dépasse pas 100 % (1 g/g). La Figure 2.3-1 illustre un hydrogel superabsorbant anionique à base d'acrylique à l'état sec et gonflé par l'eau.

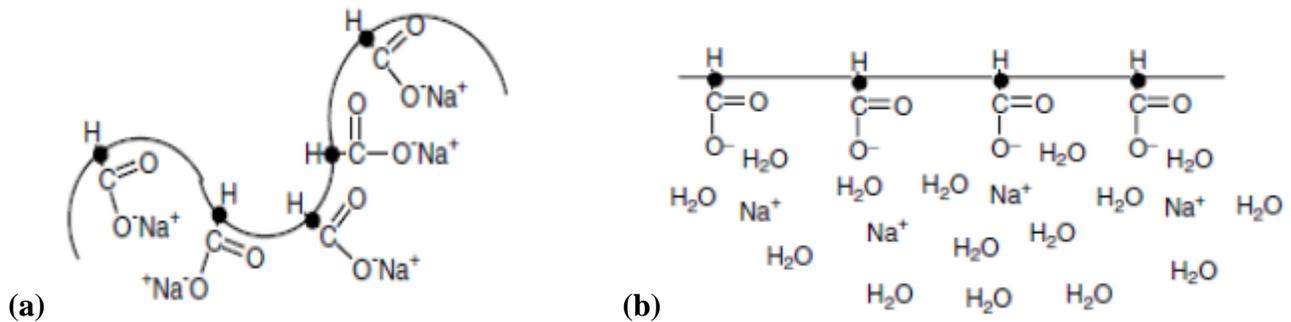


Figure 2.3-1 : Mécanisme d'absorption du polyacrylate de sodium : a) PSA à l'état sec, b) PSA dans l'eau (d'après Hu *et al.*, 2004)

Les polymères immobilisent le liquide et empêchent sa redistribution vers l'extérieur. La capacité d'absorption (K_{PSA}) est mesurée expérimentalement en plaçant une masse connue d'un échantillon de polymère sec (M_0) dans un liquide pendant un temps suffisamment long pour le saturer, puis après avoir retiré l'excès du liquide par égouttage, le gel obtenu est pesé pour en déterminer sa masse (M).

Cette capacité d'absorption peut dépendre à la fois de la nature du polymère superabsorbant, du liquide d'immersion et peut être exprimée par la relation suivante :

$$K_{PSA} = \frac{M}{M_0} \quad (2.3-1)$$

où M et M_0 désignent respectivement la masse des grains de PSA gonflés par l'eau et la masse des grains de PSA à l'état sec.

Dans un état sec, le polymère PSA est un matériau solide. Lorsqu'un solvant est ajouté, il gonfle et atteint l'équilibre de gonflement d'où le taux d'absorption à l'équilibre ($Q_{\text{éq}}$) qui est un aspect fondamental du processus d'absorption. Il désigne la quantité maximale à l'équilibre de liquide qui peut être absorbée par une quantité de PSA donnée. On peut le déterminer par, soit la quantité de liquide absorbée par une quantité de polymère pesée équation (2.3-2) dans un temps fixé (facteur de vitesse), ou soit par le temps nécessaire à l'échantillon de polymère pour absorber une quantité donnée de liquide.

$$Q_{\text{éq}} = \frac{M - M_0}{M_0} = K_{PSA} - 1 \quad (2.3-2)$$

Généralement, les PSA sont des matériaux hygroscopiques qui absorbent les liquides par le mécanisme de piégeage physique de l'eau, et que le transport des liquides à travers le polymère PSA est accompli initialement grâce à des phénomènes de capillarité puis de diffusion par l'hydratation des groupes fonctionnels favorisant l'expansion des chaînes macromoléculaires. La vitesse à laquelle le polymère sera entièrement imprégné dépend de la granulométrie et la porosité des particules, de leur densité, de la polarité des molécules de polymère, ainsi que de son degré de réticulation. Les propriétés des PSA y compris leur équilibre et aspects dynamiques, sont définis par l'interaction entre le PSA et son milieu d'immersion. De nombreux facteurs de fabrication, physiques ou environnemental pouvant significativement affecter la capacité de gonflement des PSA sont détaillés dans la littérature (Zdravković *et al.*, 2017; Zhao *et al.*, 2010; Zhao *et al.*, 2005).

2.3.3 Facteurs internes influençant la capacité d'absorption des PSA

2.3.3.1 Effet du contenu monomérique

Le gonflement est l'une des importantes caractéristiques des hydrogels. Généralement les capacités de gonflement des PSA ainsi que leurs propriétés finales sont liées à leur composition monomérique, leur structure chimique, ainsi qu'à la nature du solvant (Lee *et al.*, 1999). Lorsqu'un polymère superabsorbant est immergé dans un solvant, ses chaînes tendent à se disperser et forment une solution dépendant de l'affinité de la solution d'immersion. La théorie du gonflement ionique (Flory *et al.*, 1943) indique que la force de gonflement d'un gel dépend de l'élasticité caoutchouteuse, de la pression osmotique ionique et de l'affinité du gel avec l'eau. Le taux d'absorption est proportionnel au contenu total de monomère dans le polymère superabsorbant. En outre, Lee *et al.* (1999) ont montré l'effet de la teneur en sulfobétaïne lors de l'étude du comportement de gonflement des poly (acrylate de sodium-cosulfobétaïnes) réticulés dans les solutions salines aqueuses. En effet les capacités d'absorption d'eau de ces hydrogels ont augmenté significativement dans l'eau désionisée ainsi que dans diverses solutions (saline ou aqueuses) avec l'ajout du monomère zwitterionique pendant la copolymérisation du superabsorbant. Plusieurs recherches (Lee et Yeh, 1997b; Li et Wang, 2005; Zhang *et al.*, 2005), ont rapporté des résultats similaires sur la capacité d'absorption d'eau à l'équilibre élevée des hydrogels en augmentant le nombre de groupes hydrophiles dans le gel.

2.3.3.2 Effet du taux de réticulation

La réticulation, processus de stabilisation chimique des polymères qui conduit à l'extension multidimensionnelle de la chaîne polymère résultant en une structure de réseau. C'est cette liaison qui relie une chaîne de polymère à une autre, et, peut-être ionique ou covalente. Les polymères réticulés sont importants, car ils sont mécaniquement solides et résistants à la chaleur, à l'usure et aux attaques des solvants. La réticulation (physique ou chimique) donne à l'hydrogel une structure de réseau en 3D, ce qui le rend insoluble.

La densité de réticulation qui se définit par la quantité du réticulant par unité de volume de PSA est un paramètre très important pour le contrôle du comportement d'absorption des PSA. Plusieurs recherches (Aiouaz, 2013; Khan *et al.*, 2014; Lee et Yeh, 1997a; Li et Wang, 2005; Li *et al.*, 2004a, 2004b; Li, Zhang, *et al.*, 2005; Zhang *et al.*, 2006b) ont mis en évidence l'effet du taux de réticulation sur le gonflement des PSA, et les résultats ont prouvé que le taux de gonflement pendant l'absorbance

saturée d'un superabsorbant est inversement proportionnel à la densité de réticulation. Le degré de réticulation élevé influe sur la capacité d'absorption des PSA, cette dernière diminue avec l'augmentation de la densité de réticulation. Donc, pour un niveau de réticulation faible, le taux d'absorption du PSA est élevé, mais en revanche, sa résistance devient faible (Bajpai et Tankhiwale, 2006; Bajpai et Singh, 2006).

2.3.3.3 Influence de la taille des particules de grains de polymères

La granulométrie des particules de PSA a un effet considérable sur leur capacité d'absorption. Plusieurs études (Belem *et al.*, 2019; Buchholz, 2006; Casquilho *et al.*, 2013; Esteves, 2010; Omidian *et al.*, 1999; Zohuriaan-Mehr *et al.*, 2008) ont examiné l'influence de la taille des particules de PSA sur leur gonflement. Les résultats ont montré que la taille des particules de PSA influence non seulement la vitesse d'absorption, mais aussi le taux d'absorption des PSA. En effet, ces résultats confirment que, plus les particules de PSA sont petites plus la vitesse d'absorption est rapide (Kabamba, 2019; Addi, 2020; Poudama, 2020 et El Mahboub, 2021).

L'étude de Omidian *et al.* (1999) a montré que le taux d'absorption de l'eau par les particules fines de PSA est plus élevé que celui des particules grossières. Ce comportement dépend donc du degré de réticulation des PSA. Leur expérimentation a révélé pendant l'absorption de l'eau d'environ une demi-minute, que la dimension des particules de polymères superabsorbants à base acrylique influe sur le gonflement et sur la cinétique de gonflement des PSA, plus la taille des particules est grossière moins le taux d'absorption est élevé.

Par ailleurs, l'influence de la surface spécifique des PSA par suite de sa granulométrie (diminution de leur taille) a été aussi confirmée par (Casquilho *et al.*, 2013; Esteves, 2010). Les résultats de ces expérimentations ont permis de constater que le taux de gonflement pouvait augmenter avec l'augmentation de la surface spécifique. Cette dernière peut être expliquée par du fait de la diminution de la taille des particules, ce qui se traduit par une absorption d'eau plus rapide à la surface des particules. Ainsi, plus la surface spécifique est grande plus le taux d'absorption est élevé comme le montre la Figure 2.3-2. Toutefois, les études menées par Buchholz (2006) ont défini la surface spécifique dans un milieu de gonflement par le rapport entre la surface et le volume des particules composant le composite. L'étude a porté sur des particules mélangées, mais non consolidées des tampons absorbants constitués de particules des fibres et des granulés de polymère. La forme des fibres

était approximativement un cylindre, et celle des granules de polymère est sphérique. La surface spécifique du mélange de fibres et de granules a été donnée par la relation suivante :

$$S_0 = \frac{A_{Particules}}{V_{Particule}} = \frac{A_{fibres} + A_{granules}}{V_{fibre} + V_{granules}} = \frac{n_f a_f f_1(Q_f) + n_g a_g f_1(Q_g)}{n_f v_f f_2(Q_f) + n_g v_g f_2(Q_g)} \quad (2.3-3)$$

Où A = somme des aires des particules, V = volume total des particules, n_f , n_g = nombre de fibres et de granules, v_f , v_g = volume d'une fibre et d'un granule; $f_1(Q)$ et $f_2(Q)$ = respectivement les facteurs de surface et de volume.

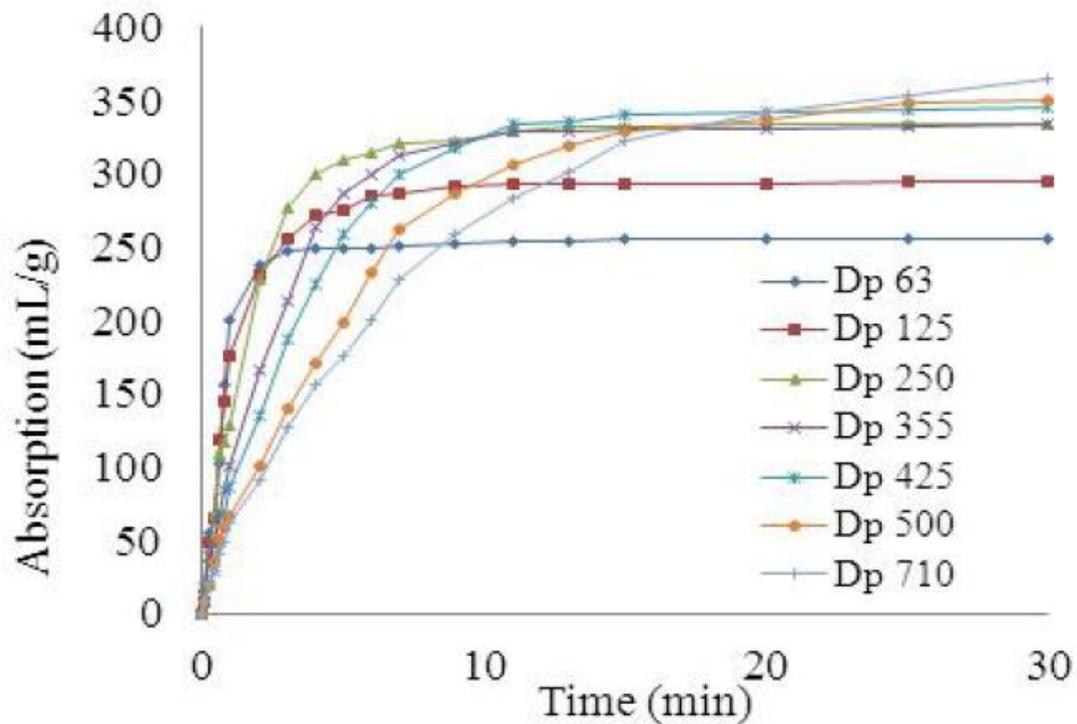


Figure 2.3-2 : Capacité d'absorption des grains de PSA de différents diamètres (D_p) (d'après Casquilho *et al.*, 2013)

Casquilho *et al.* (2013) ont mentionné que l'effet de la granulométrie sur la cinétique de désorption de l'eau des particules de polymères pré-mélangés avec du sol pur était négligeable comme illustré sur la Figure 2.3-3. Cependant un effet significatif a été constaté par suite de la présence de PSA de différente granulométrie dans du mélange PSA et sol par rapport au sol pur sans PSA. En résumé, le

temps de désorption du mélange de PSA avec du sol pur était tardif en comparaison avec le sol pur sans polymère. Donc, il a fallu 13 jours pour la désorption des sols incorporés au PSA contre 9 jours pour les sols purs.

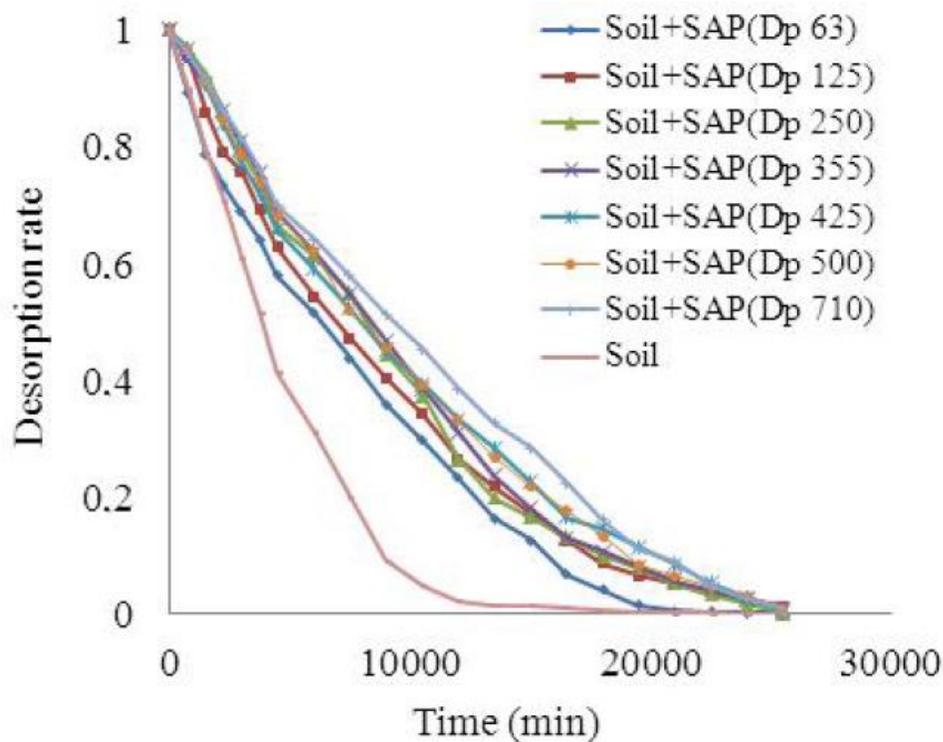


Figure 2.3-3 : Cinétique de désorption de l'eau des grains de PSA de différents diamètres (D_p) pré-mélangés avec le sol (d'après Casquilho *et al.*, 2013)

En outre, Esteve (2010) a supposé que le gonflement des PSA serait contrôlé par un processus de diffusion, après une absorption spontanée de la phase liquide, la pression hydrostatique peut être considérée comme constante et le paramètre physique fondamental affectant le taux d'absorption est la taille de la particule de polymère, donc une dimension physique liée à la structure de réticulation des différentes particules. Ces résultats ont révélé que la taille des particules exerce une influence importante sur la vitesse d'absorption aussi bien que sur le taux de gonflement versus la capacité finale de gonflement des PSA. La vitesse d'absorption pour les particules de petite taille était très rapide contrairement à celles de tailles grossières. Dans l'étude de suivi de l'évolution de diamètre des grains de PSA en fonction du temps en contact avec une solution liquide synthétique, à l'aide d'un microscope optique, Esteve (2010) trouve qu'une particule de polymère à base polyacrylate de diamètre 50 μm à l'état sec peut absorber en une minute seulement 11 ml/g de solution alors qu'une particule de taille

dix fois supérieure a absorbé 16 ml/g en une heure. En effet, deux minutes suffisent pour qu'un grain de PSA de 113 μm atteigne sa capacité maximale d'absorption. Cependant, il faut environ 20 minutes pour un grain de 309 μm de diamètre. Ces résultats observés ont mis en évidence la cinétique d'absorption des PSA en fonction de la taille de leurs grains. Plus la taille des grains est fine, plus la vitesse d'absorption est élevée. Pour décrire la cinétique d'absorption d'un polymère superabsorbant à base de polyacrylate en fonction de la distribution granulométrique, Esteve (2010) s'est servi de la seconde loi de Fick telle que donnée par l'équation (2.3-4) :

$$\frac{dQ}{dt} = k (Q_{max} - Q) \quad (2.3-4)$$

Où Q_{max} représente le taux maximal d'absorption exprimé en ml/g ou g/g; Q est le taux d'absorption en un instant t (min) en g/g ou ml/g.

Le taux d'absorption en un instant t (min), Q , peut être déterminé par la relation suivante :

$$Q(t) = Q_{max} (1 - e^{-kt}) \quad (2.3-5)$$

où k est la constante du taux d'absorption (g/g ou ml/g) qui dépend du coefficient de diffusion des molécules de solvant à l'intérieur des particules de PSA et de leur taille. La valeur de k est comprise entre 0 et la valeur de Q_{max} (taux maximum d'absorption).

Le taux d'absorption k peut être déterminé pour une gamme de taille des grains de PSA compris entre 0 et 500 micromètres, par une relation empirique de la constante de vitesse d'absorption des PSA en fonction du diamètre d (μm) des particules (Esteve, 2010) :

$$k = 2,27 \times 10^3 \times d^{-1,567} \quad (2.3-6)$$

Les travaux de Bao *et al.* (2011) ont aussi montré l'influence de la taille des grains de polymère sur la cinétique d'absorption, le taux de gonflement à l'équilibre ($Q_{\text{éq}}$) ainsi que le taux de rétention d'eau. En effet, comme les résultats de l'étude de Omidian *et al.* (1999) le montrent, la cinétique d'absorption des polymères ainsi que le taux de rétention d'eau augmentaient au fur et à mesure que la granulométrie des polymères diminuait. Cependant, le taux d'absorption à l'équilibre de gonflement augmentait au

fur et à mesure que la granulométrie des polymères augmentait également. Les résultats ont révélé une augmentation des taux d'absorption par des diamètres de polymère qui peuvent atteindre 177 μm . Au-delà de cette taille il a été observé une baisse progressive du taux d'absorption au fur et à mesure que la granulométrie des polymères continuait d'augmenter. La diminution progressive du taux d'absorption, après avoir atteint cette valeur supposée être le pic, peut être expliquée par le phénomène de *gel-blocking*. Toutefois, des résultats de l'étude sur la déshumidification des résidus miniers en pulpe par les PSA (Ngandu Kabamba, 2019) ont aussi montré que les PSA à granulométrie plus fine ont été les plus exposés au phénomène de *gel-blocking* et que la déshumidification nécessitant un dosage de PSA plus élevé lorsque la teneur en eau augmentait.

Par ailleurs, Wack *et al.* (2007) ont montré que lors du gonflement des grains de polymère qu'une coexistence entre deux phases se produisait : i) la formation d'une couche gonflée extérieure, puis ii) un noyau sec interne (phase diluée et phase dense). Le développement de cette couche de gel superficielle faiblement perméable bloque toute diffusion du liquide vers l'intérieur de la masse de polymère non gonflé. Ce phénomène assez fréquent est connu sous le nom de 'gel blocking'. Cependant, il dépend entre autres de la porosité de la couche de l'hydrogel gonflé ou de la granulométrie. Les résultats ont confirmé que les polymères de grains plus fins sont les plus exposés à ce phénomène de *gel-blocking* comme illustré sur la Figure 2.3-4.

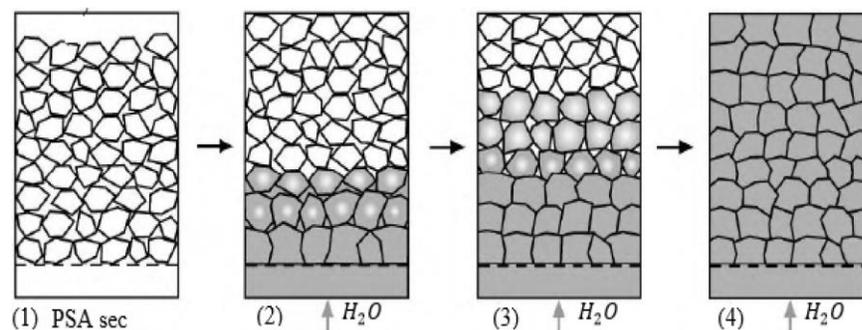


Figure 2.3-4 : Représentation schématique du mécanisme de blocage du gel ou ge-blocking (d'après Wack *et al.*, 2007)

2.3.4 Influence des paramètres physico-chimiques sur le gonflement des PSA

2.3.4.1 Effet de la température

L'influence de la température de solution d'immersion sur la variation des propriétés d'absorption des polymères superabsorbants a été largement étudiée par de nombreux chercheurs (Bahaj *et al.*, 2009, 2010; Ismi *et al.*, 2015a; Rodriguez *et al.*, 2006; Vivek *et al.*, 2008). Ces études ont permis de comprendre l'effet de la température sur les interactions inter et intramoléculaires entre les groupements carboxylates chargés négativement (COO^-) et les molécules de la solution d'immersion des PSA et par la suite d'analyser leur capacité d'absorption en fonction de la température. En effet, la température est susceptible d'affecter les propriétés élastiques des chaînes macromoléculaires et de réduire, par conséquent, le taux de gonflement à l'équilibre des hydrogels. Les résultats de l'expérience de (Vivek *et al.*, 2008) réalisée avec des polymères à base de polystyrène-greffé-poly (méthacrylate de N, N-diméthyl-2-aminoéthyle) synthétisés à partir de polystyrène bromé, comme illustré à la Figure 2.3-5, montrent que le taux de gonflement à l'équilibre ($\text{Masse-PSA-gonflé}/\text{Masse-PSA-sec}$) augmente avec la température jusqu'à 40°C et ce, quel que soit la valeur du pH du milieu absorbant. Cependant, au-delà de cette température, une diminution du taux d'absorption a été observée au fur et à mesure que la température du milieu immergé augmentait ($T > 40^\circ\text{C}$).

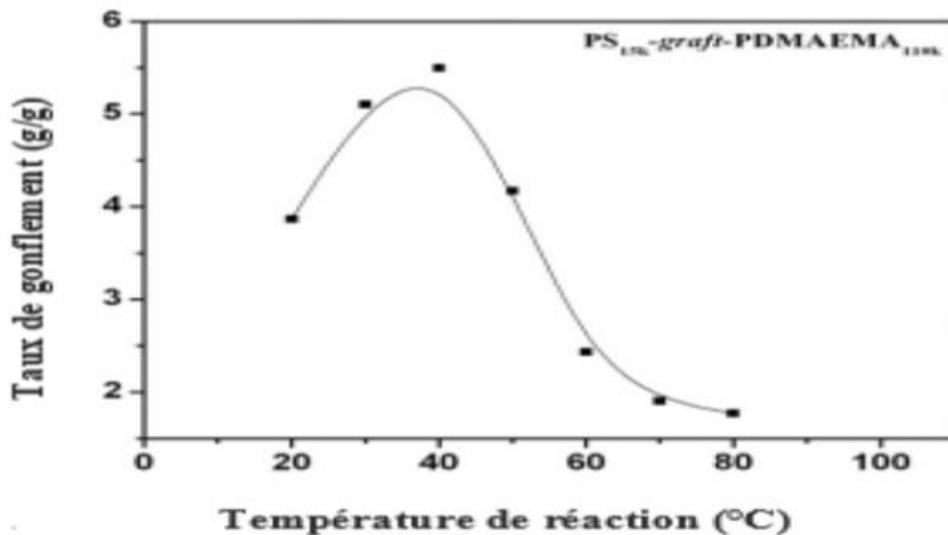


Figure 2.3-5 : Dépendance du taux de gonflement Q_{eq}) dans l'eau en fonction de la température (d'après Vivek *et al.*, 2008)

En outre, Bahaj *et al.* (2009) ont évalué la variation de la capacité maximale d'absorption des polymères en utilisant différentes valeurs de pH (2, 7 et 10). Les résultats confirment ceux de Vivek *et al.* (2008) et ont révélé que quel que soit la valeur du pH de la solution d'immersion, le taux d'absorption demeure presque constant pour des valeurs de température comprises entre 10 et 40°C. Cependant, la capacité d'absorption diminue au fur et à mesure que la température de la solution d'immersion croît et ce quel que soit le pH de la solution. En effet, cette diminution de la capacité d'absorption sous haute température peut être expliquée par la sensibilité des chaînes macromoléculaires de la matrice polymère à l'égard de la température. Ainsi, l'augmentation de la température favorise la dilatation et l'éloignement des chaînes macromoléculaires les unes par rapport aux autres et deviennent par la suite incapables de retenir les molécules d'eau entre elles. Ce qui provoque la désorption de l'eau libre présente dans le réseau polymérique et réduit par conséquent le taux d'absorption du système polymérique.

En outre, l'étude de Li *et al.* (2004) sur l'analyse de l'impact de la variation de température de 20 à 80°C sur le comportement d'absorption du composite superabsorbant à base d'acide acrylique et d'attapulgite, montre une diminution du taux d'absorption de l'hydrogel avec l'accroissement de la température jusqu'à 60°C suivie d'une légère augmentation au-delà de cette température. La diminution d'absorption à mesure que la température augmente a été reliée à l'effet de l'élévation de la température qui a fait transformer les molécules d'eau liées dans le réseau du polymère en des molécules libres; ce qui fait accélérer la migration des molécules d'eau vers l'extérieur du réseau polymérique. La légère augmentation du taux d'absorption observée lorsque la température dépasse 60°C se traduit par l'énergie cinétique des molécules d'eau qui est suffisamment élevée pour que l'eau libre ait assez d'énergie pour se déplacer à l'intérieur des chaînes polymériques sous hautes températures; ce qui a pour effet d'augmenter le taux d'absorption de l'hydrogel.

Par la suite les résultats de Bahaj (2010) sur l'effet de la température du milieu sur le taux d'absorption d'un polymère superabsorbant à base d'acide acrylique fortement ionisé dans la gamme de température allant de 10 à 90°C ont montré un comportement distinct de celui observé par Bahaj *et al.* (2009). En effet, dans la gamme de température allant de 10 à 50°C, les résultats montrent une augmentation du taux d'absorption mais qui diminue légèrement au fur et à mesure que la température augmente de 50 à 90°C. L'amélioration d'absorption constatée a été attribuée, d'une part, à un effet purement chimique

qui fait déplacer l'équilibre de la réaction acido-basique vers la formation des ions carboxylates COO^- avec l'augmentation de la température, favorisant ainsi l'intensité des forces répulsives entre les groupements carboxylates chargés. Et d'autre part, ce comportement peut être expliqué par la flexibilité des chaînes polymériques qui s'accroissent lorsque la température de la solution d'absorption s'élève; ce qui facilite l'insertion de molécules d'eau entre celles-ci. Cependant, la légère diminution du taux d'absorption au-delà de 50°C a été expliquée par le fait que le polymère superabsorbant acquiert une plus grande capacité de déformation des chaînes macromoléculaires par la mobilité des molécules d'eau qui augmente énormément avec l'accroissement de la température. Ceci réduit la capacité des chaînes polymériques à piéger les molécules d'eau entre elles; ce qui se traduit par une réduction de la quantité d'eau retenue par l'hydrogel.

De plus, Ismi *et al.* (2015) ont indiqué, lors de l'évaluation de l'effet de la température du liquide absorbé sur le taux d'absorption du polyacrylate de sodium, que le taux d'absorption du polymère superabsorbant augmente proportionnellement avec la température lorsqu'elle augmente de 25 à 70°C (Figure 2.3-6). En effet, le taux d'absorption d'eau déionisée a quasiment doublé en passant d'une température de 25 à 70°C . Ceci a été expliqué par le comportement élastique des chaînes macromoléculaires dilatées permettant l'absorption d'importantes quantités d'eau. Cependant, Rodriguez *et al.* (2006) ont expliqué l'augmentation du taux d'absorption des polyacrylates de sodium à haute température par l'accroissement de l'énergie cinétique des molécules d'eau; ce qui facilite leur mouvement du milieu extérieur vers le réseau polymérique.

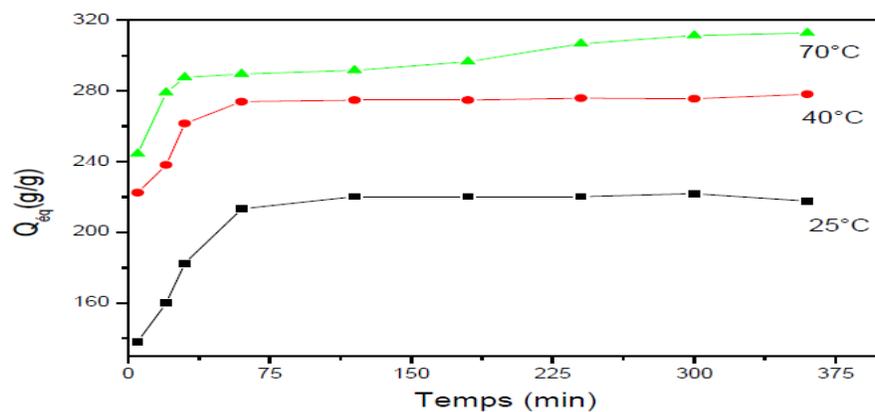


Figure 2.3-6: Effet de la température sur le gonflement du polymère en fonction du temps de contact (d'après Ismi *et al.*, 2015)

2.3.4.2 Effets du pH de la solution d'immersion

Comme présenté ci-dessus, les polymères superabsorbants sont composés de monomères et de groupements fonctionnels qui peuvent être acides ou basiques. De nombreuses études sur le comportement d'absorption des superabsorbants en fonction du pH de leur environnement ou de la solution d'absorption ont été réalisées, ceci, en vue d'évaluer la faisabilité de leur application dans un domaine souhaité. Les études réalisées sur des polymères superabsorbants à base du polyacrylate de sodium ou d'acide acrylique (Bao *et al.*, 2011; Ismi *et al.*, 2015a; Ismi *et al.*, 2013; Lee *et al.*, 1999; Lee et Wu, 1997; Lee et Yeh, 1997a; Li *et al.*, 2004b; Pourjavadi *et al.*, 2006) ont montré que le pH de la solution a un effet considérable sur le comportement d'absorption des gels résultants comme l'illustre Figure 2.3-7.

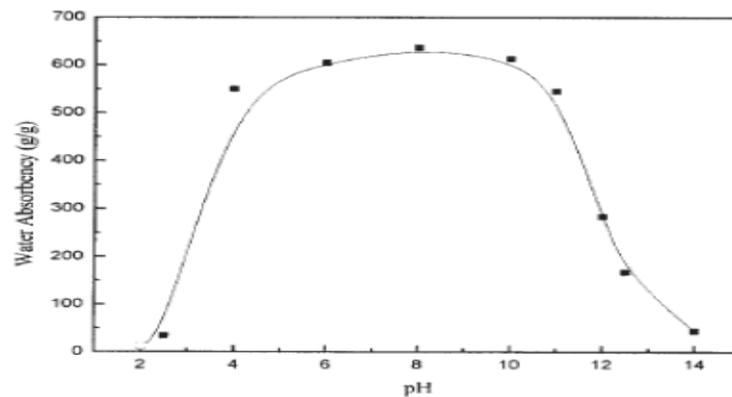


Figure 2.3-7 : Effet du pH sur la capacité d'absorption d'eau du superabsorbant Poly(acide acrylique)/20% Attapulgate (d'après Li *et al.*, 2004b)

En effet, il a été observé pour la majorité des résultats que dans une solution aqueuse à de faible pH, les groupes carboxylates de la chaîne polymère peuvent se transformer en groupes acides carboxyliques. Ces dernières présentent une charge électrique neutre tout en entraînant une réduction de la répulsion entre les groupes de la chaîne polymère. Par conséquent, on observe une diminution de la répulsion électrostatique des chaînes du polymère, provoquant ainsi la réduction de la capacité d'absorption de l'eau. Cependant, à un pH élevé, supérieur à celui de la neutralité, diverses explications sont données dans la littérature. Les résultats de Pourjavadi *et al.* (2006) montrent qu'à pH = 8, les groupes acides carboxyliques de la chaîne polymère s'ionisent et se transforment en groupes carboxylate de sodium, ensuite, la force de répulsion électrostatique entre les sites chargés (COO⁻) provoque une augmentation du gonflement, par la suite, une diminution du taux d'absorption s'effectue

lorsque le pH devient supérieur à cette valeur. Ceci est rapporté à un effet de blindage de contre- ion ou effet d'écran de charge de l'excès de Na^+ dans le milieu gonflant, qui protège la charge des anions carboxylates et empêche une répulsion efficace, ensuite conduit à l'effondrement du gel. Des résultats similaires ont été trouvés dans les travaux réalisés par Li *et al.* (2004b), Lee *et al.* (1996, 1997) et Bahaj *et al.* (2010).

2.3.4.3 Effet de la solution saline sur l'absorption d'eau

De nombreuses études ont révélé que les valences des charges et la concentration en sel de la solution d'immersion exercent une influence significative sur le taux d'absorption des polymères superabsorbants. Il a été constaté que les valeurs du taux d'absorption des hydrogels ioniques dans l'eau désionisée sont fortement supérieures par rapport à celles mesurées dans les solutions salines (Ismi *et al.*, 2015a; Lanthong *et al.*, 2006; Zhao *et al.*, 2005). Ce phénomène a été attribué à un effet d'écran de charge de surplus de cations provoquant ainsi une répulsion électrostatique anion-anion non parfaite, et qui conduit à une diminution de la différence de pression osmotique (pression ionique) entre le réseau d'hydrogel et la solution d'immersion.

Les résultats des expérimentations de Lanthong *et al.* (2005) et Bao *et al.* (2011) respectent l'équation(2.3-7) de Flory *et al.* (1996). Cette équation décrit la contribution des charges ioniques entre le polymère et la solution et l'affinité entre le réseau de polymère et le solvant.

$$Q_e^{5/3} = \frac{(i/2V_u S^{1/2})^2 + \left(\frac{1}{2} - X_1\right)/V_1}{V_E/V_0} \quad (2.3-7)$$

où Q_e est le taux de gonflement du réseau polymérique à l'équilibre (g/g), i est le degré d'ionisation multiplié par la valence de la charge fixe du réseau (%), V_u est le volume molaire d'une unité de structure (l), S^* est la force ionique de la solution externe (mmol.l⁻¹), V_1 est le volume molaire de la solution (l), v_e est le nombre effectif des chaînes dans le réseau polymérique, et V_0 est le volume du réseau polymérique non gonflé (l). En effet, l'absorption d'eau diminue lorsque la force ionique de la solution saline augmente.

Ce phénomène est principalement causé par la présence des cations dans les différentes solutions salines. La pression osmotique entre le réseau polymérique et la solution saline externe diminue avec

l'augmentation de la concentration de la solution saline. La Figure 2.3-8 montre la mise en évidence de l'effet des différents cations sur le gonflement.

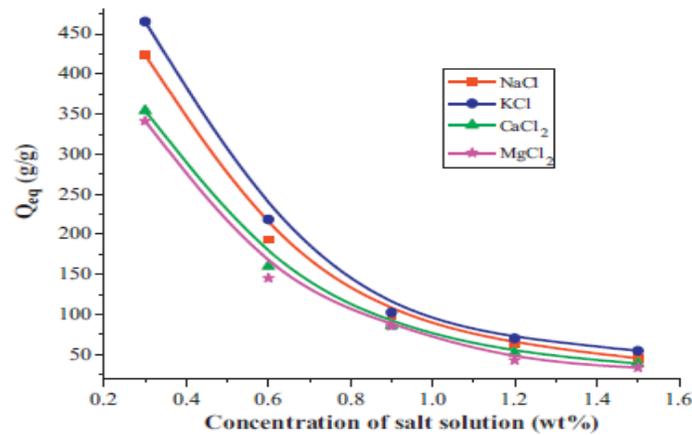


Figure 2.3-8 : Capacité d'absorption d'eau d'un hydrogel superabsorbant dans des solutions aqueuses de NaCl, KCl, CaCl₂ et MgCl₂ (d'après Bao *et al.*, 2011).

En outre, les résultats obtenus de l'étude réalisée par (Ismi *et al.*, 2015a) sur le taux de gonflement d'un polymère à base de polyacrylate de sodium (PA-Na) en présence de NaCl et de KCl ont révélé que la quantité d'eau absorbée dans le réseau macromoléculaire est conditionnée par la présence de sel dans la solution d'immersion. Elle est d'autant plus importante que la concentration en sel est faible. En effet, le taux de gonflement passe de 214 g/g en l'absence de sel (eau distillée – concentration = 0 mol/L) à 6,14 g/g et 17 g/g, respectivement pour le NaCl et le KCl lorsque la concentration des sels est de 1 mol/L (Figure 2.3-8). Ceci se traduit par la fixation des ions Na⁺ et K⁺ entre les chaînes de polymères, provoquant par la suite un effet d'écran sur les groupes carboxylates et limite l'intensité des répulsions électrostatiques entre les charges négatives (COO⁻). Par ailleurs, l'effet d'osmose dû à la différence de concentration entre le milieu interne des polymères et le milieu externe contenant l'eau chargée en sel empêche l'eau de pénétrer dans le réseau macromoléculaire. C'est pourquoi le polymère absorbe moins d'eau chargée en sel qu'il n'absorbe d'eau pure.

2.3.5 Rétention des métaux lourds par les PSA

Les études sur l'extraction des métaux lourds contenus dans les solutions aqueuses par les polymères polyacrylates de sodium a aussi attiré l'attention de nombreux chercheurs ou groupes de recherche (Ismi *et al.*, 2014; Ouass *et al.*, 2017; Rifi *et al.*, 2003; Taouil *et al.*, 2014). En effet, la concentration initiale des métaux peut exercer une influence significative sur la capacité de rétention ou

« d'adsorption » des polymères. L'expérience de (Ouass *et al.*, 2018) sur l'adsorption du chrome trivalent (Cr^{3+}) par le polyacrylate de sodium (Figure 2.3-9) montre que la quantité de chrome adsorbée à forte concentration (20 mg/L) atteint le temps d'équilibre d'adsorption très rapidement (30 mn) contrairement à celle d'une concentration faible. Donc, la capacité d'adsorption du chrome est fonction de l'évolution de sa concentration. Des résultats similaires pour le Cu^{2+} sont rapportés par Ismi *et al.* (2014) montrant que la capacité d'adsorption du cuivre par le gel polyacrylate de sodium est influencée par la variation de la concentration initiale; plus cette dernière est faible, plus la capacité d'adsorption à l'équilibre est grande.

En outre les résultats de recherche de (Addi, 2020) ont révélé différents comportements sur le pouvoir de séquestration de la plupart des métaux lourds contenus dans les eaux surnageantes des parcs à résidus miniers fins du concentrateur en utilisant le polyacrylate de sodium. En effet, on constate une proportionnalité entre la concentration de soluté dans les solutions avec le pouvoir d'adsorption c'est le cas du Co, Cu et Pb, tant dis que pour le Zn, l'As, le Cd et le Ni, le pouvoir de séquestration diminue au fur à mesure que la concentration de soluté augmente.

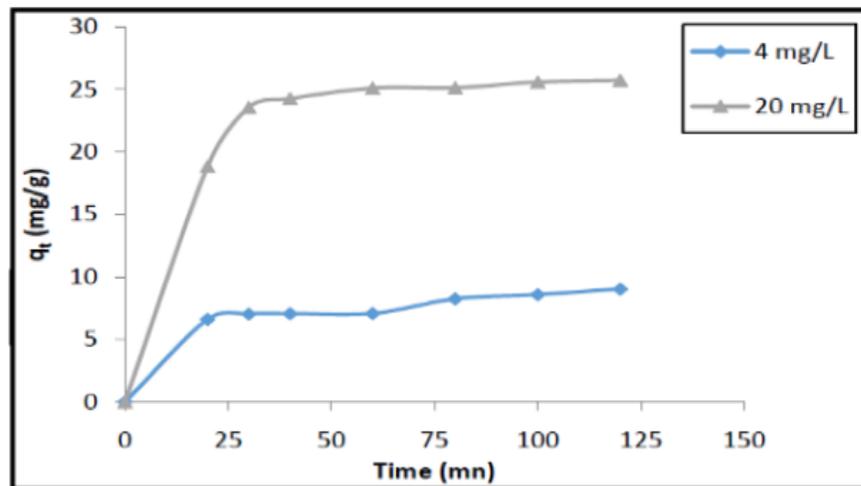


Figure 2.3-9 : Effet de la concentration initiale et du temps de contact sur l'adsorption du Cr(III) par le Polyacrylate de sodium (tiré de Ouass *et al.*, 2017)

2.3.6 Domaines d'application des PSA

Traditionnellement, les PSA ont servi pour des fins hygiéniques, et médicales. Ainsi, ils ont été utilisés grâce à leur propriété supérieure d'absorption de l'eau pour fabriquer des couches pour bébé et l'incontinence adulte, des produits d'hygiène féminines. De plus. En raison de leurs excellentes caractéristiques, les PSA sont largement utilisés dans de nombreux domaines en médecine tels que la biomédecine, la biotechnologie, la pharmacie, la médecine vétérinaire, écologiques et biologiques (Haraguchi *et al.*, 2006; Hüttermann *et al.*, 1999; Karadağ *et al.*, 2002; Peppas *et al.*, 2000; Vera-Avila *et al.*, 2012; Webber *et al.*, 2004). En outre, les grands attributs que possèdent les PSA les rendent très attrayant dans de nombreuses applications différentes. En effet, les PSA sont largement utilisés dans de nombreux domaines, tels que l'agriculture, l'horticulture, le génie civil, l'industrie pétrolière et la gestion des rejets miniers (ex., déshumidification des résidus fins maturés des sables bitumineux, densification des rejets de concentrateur et la séquestration de métaux lourds des eaux minières).

2.3.6.1 Secteur de l'agriculture et de l'horticulture

Les PSA ont été utilisés intensément dans l'agriculture et ont montré leur efficacité dans l'amendement des sols sableux afin d'augmenter leur rétention d'eau au voisinage des racines des plantes ou encore le contrôle de l'humidité (Casquilho *et al.*, 2013; Hüttermann *et al.*, 1999; Parvathy *et al.*, 2014; Zhuang *et al.*, 2013). Ces auteurs ont constaté que l'ajout de PSA dans le sol pouvait améliorer la force de liaison entre les particules qui sont faciles à disperser et former une structure d'agrégats plus importante. En outre, les résultats de Hüttermann *et al.* (1999) ont montré que plus la concentration d'hydrogels augmentait, plus la rétention d'eau du sol augmentait; ce qui par conséquent, augmentait la survie des plantes et leur croissance. Ces observations ont été confirmées par plusieurs autres études (Casquilho *et al.*, 2013; Chen *et al.*, 2004; Karadağ *et al.*, 2002). Une étude en laboratoire par Zhuang *et al.* (2013) a mis en exergue les effets du polyacrylate de sodium (PSA) sur la rétention d'eau, la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}), les caractéristiques d'infiltration et les profils de distribution d'eau d'un sol sableux. L'étude a porté sur cinq traitements de PSA de 0,08%, 0,2%, 0,5%, 1% et 0,00% (noté CK, pour sol témoin non traité). Ainsi, les résultats ont montré que la diminution de la conductivité hydraulique saturée du sol sableux était proportionnelle à la quantité de PSA utilisée. De plus, ceci favorise la diminution de la vitesse de migration de l'eau vers la couche profonde; ce qui réduit le taux d'infiltration du sol sableux, et ce, au fur et à mesure que le taux de PSA augmente. L'utilisation de ces taux de PSA dans le sol sableux a montré des taux d'infiltration extrêmement faibles pouvant empêcher complètement l'infiltration de l'eau dans le sous-sol (e.g., à un taux de 1%). Ce phénomène

peut être expliqué par le taux élevé de rétention d'eau et la capacité d'absorption d'eau des PSA. Cependant, il serait important de noter que la distribution de l'eau était plus évidente vers la couche supérieure (haut du mélange) et très peu vers les couches plus profondes due à l'effet de PSA ajouté dans le sol.

Plusieurs autres auteurs (Akhter *et al.*, 2004; Bai *et al.*, 2010; Baran *et al.*, 2015; Lejcuś *et al.*, 2018) ont constaté une diminution de la conductivité hydraulique saturée et du taux d'infiltration des sols sableux placés, en expérimentation, en dessous d'une colonne d'eau constante, après l'application d'un agent de rétention d'eau à base de polymère. Zhuang *et al.* (2013) ont souligné l'effet de l'ajout du PSA sur la teneur en eau en fonction de la profondeur du sol (Figure 2.3-10). En effet, on peut constater sur la Figure 2.14 que la teneur en eau de la couche saturée et de la région de transition augmente considérablement avec l'augmentation de la quantité de PSA ajouté. Pour le PSA1 (taux de 1%), la teneur en eau volumique augmente de façon relativement importante par rapport aux autres traitements (CK, PSA0,08, PSA0,2 et PSA0,5); ceci se traduit par une diminution de la teneur en eau volumique avec la profondeur du sol dans la couche humide.

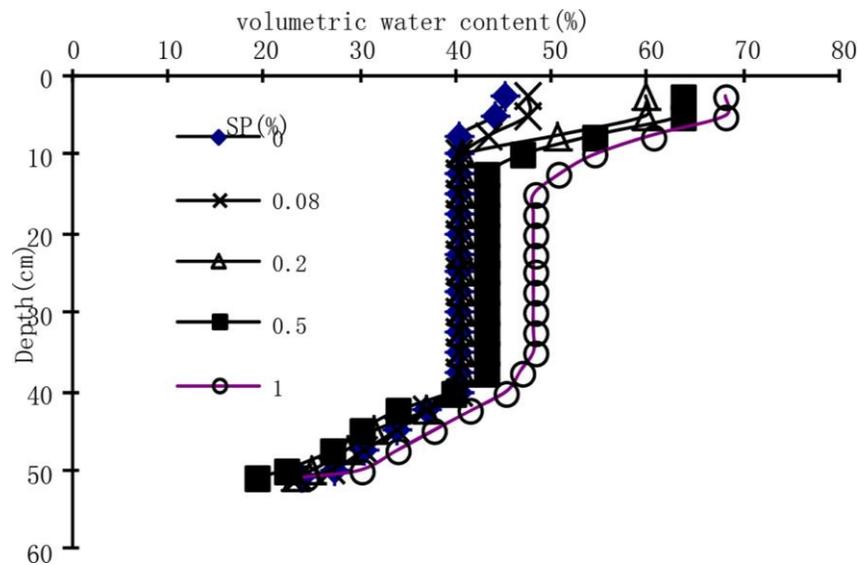


Figure 2.3-10 : Profils de distribution de la teneur en eau volumique dans un sol sableux traité aux PSA (tiré de Zhuang *et al.*, 2013)

2.3.6.2 Secteur pétrolier et des hydrocarbures

En raison de leur capacité d'absorption d'eau (taux de gonflement) élevée, d'effet de barrière et du pouvoir de séquestration de certains métaux lourds à l'exception de certains cations divalents, les PSA sont utilisés dans le secteur des hydrocarbures. Plusieurs auteurs ont évalué le rôle décisif des PSA dans la gestion des résidus fins maturés des sables bitumineux (Farkish *et al.*, 2013; Peer *et al.*, 2003; Roshani *et al.*, 2017; Wang *et al.*, 2010). Dans leur étude, Wang *et al.* (2010) ont utilisé deux types de PSA, le premier synthétisé à l'interne « AI-PAM » est un hybride $\text{Al}(\text{OH})_3$ -polyacrylamide avec une liaison ionique entre les colloïdes $\text{Al}(\text{OH})_3$ et les chaînes de polyacrylamide, et le deuxième type est un polyacrylamide synthétique partiellement hydrolysé connu sous le nom commercial de « MAGNAFLOC 101, PERCOL 727 ».

Le but de leur étude était d'agglomérer en flocons de plus grosse taille les résidus fins maturés des sables bitumineux à haute et faible concentration en matériaux fins. Ceci dans le but d'augmenter la stabilité des bassins de retenue des résidus de sables bitumineux et/ou éliminer la nécessité de construction de vastes digues pour la rétention de ces résidus de sable bitumineux. Après le dépôt de ces résidus fins de sables bitumineux dans les bassins de retenue, les particules grossières se déposent plus rapidement alors qu'une grande partie des solides fins et du bitume résiduel reste en suspension, entraînant ainsi la formation de résidus fins maturés qui peuvent contenir souvent 30% massique de solides pendant plus de deux ou trois ans après leur dépôt. Ce qui constitue une véritable problématique pour l'industrie pétrolière des sables bitumineux. Les résultats obtenus, particulièrement avec le type AI-PAM, ont permis de conclure qu'il était possible d'utiliser les PSA pour flocculer efficacement les résidus fins maturés des sables bitumineux en vue d'améliorer la décantation des résidus dans les bassins de retenue.

Les résultats de l'étude de Farkish *et al.* (2013) sur l'utilisation des polyacrylates de sodium (PSA) pour la déshydratation rapide de résidus fins maturés des sables bitumineux confirment ceux de Wang *et al.* (2010). Lors des expérimentations, ces chercheurs ont employé deux méthodes d'ajout (directe et indirecte) des PSA à des taux différents de 0,5, 1 et 3% par rapport à la pulpe de résidus fins maturés. Les résultats ont démontré la capacité des PSA à augmenter de manière significative la vitesse de consolidation des résidus fins maturés ainsi que leur résistance au cisaillement non drainée.

2.3.6.3 Secteur du génie civil

Les PSA jouent un rôle significatif dans les travaux de génie civil, notamment pour le durcissement de matériaux cimentaires afin de réduire l'auto-dessiccation due au retrait autogène du matériau. On entend par retrait autogène le phénomène qui peut conduire à la fissuration et affecter la résistance et la durabilité du béton. Il est considéré comme un défi technologique pour le béton à haute performance (Jensen *et al.*, 2001). Les résultats de l'étude de Jensen (2001) ont révélé que l'ajout de polymère superabsorbant (le polyacrylate de sodium ou PA-Na ou PSA) dans le béton à ultra-hautes performances peut réduire ce phénomène de retrait autogène. Ceci peut être expliqué par la capacité du PSA à augmenter l'humidité relative interne de la pâte de ciment. En outre, l'utilisation du PSA dans le béton a permis de réduire ou d'éliminer l'accumulation de contraintes et la fissuration qui en découle pendant le durcissement sous contrainte de ces matériaux cimentaires à haute performance (Jensen *et al.*, 2002). Également, dans un environnement où les cycles de gel-dégel sont fréquents, l'utilisation d'un PSA fournit au béton une protection contre le gel.

Snoeck *et al.*, (2012) ont conduit une étude sur l'utilisation de PSA dans le mécanisme de colmatage et de cicatrisation des fissures de matériaux cimentaires. L'objectif de leur étude consistait à empêcher l'écoulement des fluides par le gonflement des PSA après leur exposition à l'environnement humide et de faciliter la cicatrisation des petites fissures par l'utilisation dans les matériaux cimentaires renforcés de fibres qui ont la capacité de restaurer les propriétés mécaniques. Les résultats ont montré que les PSA sont capables, non seulement de colmater une fissure, mais aussi de sceller une fissure contre l'intrusion d'un flux d'eau.

2.3.6.4 Secteur de la gestion environnementale des rejets miniers

Une étude exploratoire récente en laboratoire sur la densification des résidus miniers en pulpe à l'aide des PSA (El Mahboub, 2021; Addi, 2020; Poudama, 2020; Belem *et al.*, 2019; Kabamba, 2019) a relevé des résultats prometteurs pour la gestion environnementale de ces résidus miniers fins. De plus, les PSA ont démontré leur capacité à séquestrer certains métaux lourds dissous dans les eaux minières via le processus d'adsorption chimique. Par ailleurs, une autre utilisation des PSA dans un système de recouvrement sec pour la restauration de sites miniers générateurs d'acidité a déjà été testée par Zhou (1993). Le potentiel des PSA à jouer le rôle de barrière à l'oxygène a été testé en vue de la limitation de la génération du drainage minier acide. Dans l'étude, deux modes d'emploi ont été évalués; la première consistait à évaluer le potentiel de barrière imperméable des PSA contenus dans une couche

de matériau composite placés sur les résidus générateurs d'acidité. En effet, du fait de leur grande capacité d'absorption d'eau et de pression de gonflement, les résultats ont montré que ces PSA pouvaient "sceller" les résidus miniers. Le second mode d'utilisation est comme une couche de revêtement au fond d'un bassin de polissage pour empêcher l'infiltration du lixiviat acide vers les eaux souterraines. Cependant, cette deuxième utilisation s'était avérée moins concluante du fait de la physico-chimie des interactions entre les PSA et le lixiviat des résidus (e.g., présence de cations divalents) qui peut provoquer la dégradation des PSA.

2.4 Notions fondamentales sur l'écoulement de l'eau dans un milieu poreux tel que les parcs à résidus miniers

La prédiction du mouvement des fluides en zone saturée et non saturée est une problématique importante en hydrogéologie ainsi que pour certains domaines techniques tels que l'entreposage des rejets miniers et la restauration des sites miniers. Les résidus miniers sont généralement entreposés dans des parcs à résidus sur de grandes étendues de surface ceinturés de digues permettant de contrôler des exfiltrations à l'extérieur du site, dont le fond est composé d'un sol de faible perméabilité ou d'une géomembrane ayant la même caractéristique. Dans les régions à climat humide, les CEBC sont utilisés comme une technique de prévention de la production du drainage minier acide. Ces CEBC jouent principalement le rôle de barrière à l'oxygène de l'air, de réduction de l'infiltration des eaux vers les résidus miniers réactifs sous la couverture tout en maintenant une des couches des matériaux proches de la saturation. Afin d'évaluer techniquement la performance d'une CEBC à maintenir un degré de saturation élevé ($\geq 85\%$) dans la couche de rétention d'eau, il est important de s'assurer du respect de leurs caractéristiques hydrogéologiques. Il faudrait alors répondre à la question sur les capacités de contrastes suffisantes des matériaux utilisés pour créer les effets de barrière capillaire en condition non saturée et cela, en évaluant leurs caractéristiques hydriques.

Pour un site minier donné, le degré de saturation des résidus miniers peut varier selon leur position topographique à l'intérieur du parc à résidus et dépend aussi fortement des conditions climatiques environnantes. Souvent, les résidus miniers déposés à la surface du parc se retrouvent à l'état non saturé parce qu'ils sont en contact direct avec l'atmosphère et subissent de l'évaporation, tandis que les résidus en profondeur sont fréquemment à l'état saturé puisqu'ils se trouvent sous le niveau de la nappe phréatique. Les résidus miniers ainsi que le sol peuvent être considérés comme un système hétérogène

complexe, composé de trois phases : la phase solide constituée des particules du sol (minéraux), la phase liquide composée d'eau et la phase gazeuse représentée par de l'air. Un milieu est dit saturé lorsque la phase gazeuse est absente de la matrice poreuse. Ainsi, à proximité de la surface, le sol présente des zones plus ou moins humides assimilables à des milieux poreux non saturés (Figure 2.4-1).

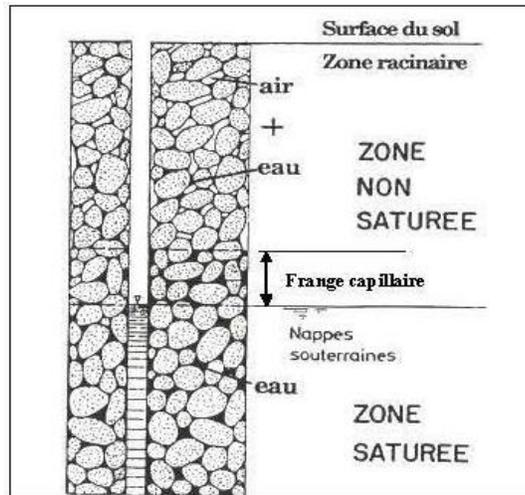


Figure 2.4-1 : Distinction entre la zone saturée et la zone non saturée d'un sol (tiré de Musy, 2005)

Plusieurs paramètres permettent de caractériser le sol en tant que milieu poreux et qui sont :

- la courbe granulométrique qui renseigne sur la proportion relative des différentes tailles des particules (argiles, sables, silt et gravier) formant la structure du sol;
- la porosité (n) qui traduit l'importance de l'espace occupé par les pores remplis de différents constituants, liquides et gazeux;
- le degré de saturation (S_r) qui renseigne sur la proportion des pores qui est occupée par l'eau.

Dans un sol saturé ($S_r = 1$), tous les vides sont saturés par de l'eau, donc la teneur en eau volumique (θ_w) du sol est égale à la porosité (n) du sol selon la relation suivante:

$$\theta_w = n \cdot S_r \quad (2.4-1)$$

La porosité (n) est reliée à l'indice des vides (e) par l'équation :

$$e = \frac{n}{1 - n} = w G_s / S_r \quad (2.4-2)$$

où w est la teneur en eau massique, G_s est la densité relative.

2.4.1 Écoulement de l'eau dans un milieu poreux saturé

Dans un matériau poreux saturé, Darcy a démontré expérimentalement que la vitesse du mouvement de l'eau à travers un sol est proportionnelle au gradient hydraulique. Pour un milieu à une dimension, la loi de Darcy s'exprime, par (e.g., Hillel, 1998) :

$$Q = -k_{w-sat} \cdot \frac{\Delta H \cdot A}{L} = k_{w-sat} \cdot A \cdot i \quad (2.4-3)$$

$$v = \frac{k_{w-sat} \cdot A \cdot i}{A} = k_{w-sat} \cdot i \quad (2.4-4)$$

Où Q est le débit [L^3/T], k_{w-sat} est la conductivité hydraulique saturée ou coefficient de perméabilité de Darcy (L/T); ΔH est la charge hydraulique (différence des hauteurs piézométriques entre l'amont et l'aval de l'échantillon) [L]; A est la section d'écoulement du milieu poreux [L^2]; L est la longueur de la colonne [L]; v est le débit spécifique ou vitesse de Darcy (L/T), i est le gradient hydraulique (L/L). Le gradient hydraulique (i) est le rapport de la différence des charges hydrauliques entre deux points étudiés par la distance entre ces deux points, est défini comme suit :

$$i = \frac{\partial h}{\partial z} \quad (2.4-5)$$

Où h représente la charge hydraulique d'un fluide incompressible exprimée par (De Marsily, 1986) :

$$h = \frac{v^2}{2g} + \frac{p}{\rho g} + z \quad (2.4-6)$$

Où v est la vitesse réelle de l'eau au point donné [L/T], p la pression de l'eau [$ML^{-1}T^{-2}$], z l'élévation du point par rapport à un plan de référence [L], g est l'accélération de la pesanteur [LT^{-2}] et ρ la masse volumique de l'eau [ML^{-3}].

En milieu poreux, les vitesses réelles sont habituellement très faibles et le terme de charge dynamique $\frac{v^2}{2g}$ est négligeable en comparaison aux autres termes de l'équation (2.4-6). La charge hydraulique se réduit à la pression statique et s'écrit comme suit :

$$h = \frac{p}{\rho g} + z \quad (2.4-7)$$

Pour un milieu à trois dimensions (cartésien) et anisotrope, l'expression (tensorielle) de la loi de Darcy peut être étendue comme suit :

$$q = \begin{pmatrix} qx \\ qy \\ qz \end{pmatrix} = -[k_{ij}] \times \begin{bmatrix} ix \\ iy \\ iz \end{bmatrix} \quad (2.4-8)$$

où q_x , q_y , q_z représentent les débits spécifiques (vitesses de Darcy) suivant les axes x , y et z , i_x , i_y et i_z les gradients hydrauliques suivant les axes x , y et z et k_{ij} le tenseur de deuxième ordre de la conductivité hydraulique. La loi de Darcy n'est valide que si certaines conditions sont vérifiées comme : fluide incompressible, milieu saturé en eau, écoulement laminaire et homogène sans seuil et condition isotherme (Pabst, 2011). Toutefois, cette linéarité de la relation entre q et i peut être modifiée en écoulement turbulent à la suite de la présence de macropores et de fractures (dessiccations, fissuration).

2.4.1.1 Mesure de la conductivité hydraulique saturée k_{sat}

La conductivité hydraulique saturée est la grandeur ou le paramètre qu'exprime l'aptitude d'un milieu poreux à laisser passer un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Elle caractérise la facilité d'une formation géologique à laisser l'eau s'écouler, chose qui peut varier en fonction de l'hétérogénéité granulaire et de la densité des fissures dans le matériau considéré. Ce caractère des roches, des résidus miniers ou des matériaux synthétiques de retenir ou de laisser passer l'eau représente la propriété hydrogéologique la plus importante et peut être mesurée au laboratoire à l'aide de perméamètre. On en distingue plusieurs de types perméamètres:

- le perméamètre à parois rigide : permet de réaliser des essais de perméabilité à charge constante pour les matériaux grossiers ($k_{sat} \geq 10^{-5}$ cm/s) et à charge variable pour les matériaux fins ($k_{sat} < 10^{-5}$ cm/s);
- le perméamètre à paroi flexible ou la cellule triaxiale : est utilisé souvent pour des matériaux possédant une perméabilité très faible ($k_{sat} < 10^{-5}$ cm/s).

Sur le terrain, la mesure de k_{sat} peut être obtenue soit à l'aide du perméamètre de Guelph ou par des essais de pompage en utilisant des puits de pompage et les piézomètres.

2.4.1.2 Estimation de la conductivité hydraulique saturée k_{sat}

Il est possible d'estimer la conductivité hydraulique saturée des matériaux granulaires (sable, gravier) par des formules empiriques. Pour les sols fins ou grossiers, plastiques ou à faible plasticité, il existe

plusieurs méthodes pour prédire la valeur de la conductivité hydraulique saturée (Chapuis, 2004; Chapuis *et al.*, 2003). Le modèle de Kozeny-Carman modifié (KCM) (Mbonimpa *et al.*, 2002) est l'une des méthodes d'estimation de la conductivité hydraulique la plus courante. Il tient compte du facteur de tortuosité de la porosité déterminée à l'aide de l'analyse granulométrique permettant d'exprimer la surface spécifique en fonction du coefficient d'uniformité $C_u (= D_{60}/D_{10})$ ainsi que de l'indice des vides (e) du matériau. L'expression du modèle KCM est donnée comme suit :

$$k_{sat}(\text{cm/s}) = \left(0,1 \frac{\gamma_w}{\mu_w}\right) \times \frac{e^5}{1+e} C_u^{1/3} D_{10}^2 \quad (2.4-9)$$

Où γ_w = le poids volumique de l'eau et vaut $1000 \times 9,8 \text{ Pa/m} = 10 \times 9,8 \text{ Pa/cm}$; μ_w = la viscosité dynamique de l'eau et vaut 10^{-3} Pa.s ; D_{10} en cm. De plus, le terme $(0,1 \times \gamma_w / \mu_w)$ correspond approximativement à $980 \text{ cm}^{-1} \text{ s}^{-1}$.

2.4.2 Écoulement de l'eau dans un milieu poreux non saturé et zone vadose

La zone vadose représente la portion de sol située entre la surface du niveau de la nappe phréatique jusqu'à la surface du sol. C'est dans cette zone qu'a lieu les échanges entre les différentes phases solide, liquide et gazeux. Elle est aussi qualifiée de zone partiellement saturée. Au niveau de la surface phréatique, la pression devient nulle parce que la pression interstitielle de l'eau u_w est égale à la pression interstitielle de l'air u_a . La pression effective de l'eau du sol appelée succion (ψ) est négative ($-p = \psi$) et est définie comme étant la différence entre la pression de l'air et la pression de l'eau ($\psi = u_a - u_w$). Au-dessus de la nappe phréatique, la pression d'entrée de l'eau est plus faible que celle de l'air, c'est pourquoi on retrouve à ce niveau des succions positives. Ainsi, la charge hydraulique est exprimée par unité de hauteur ou de pression :

$$h = \psi + z \quad (2.4-10)$$

où z est l'élévation par rapport à la nappe phréatique, ψ est la succion.

La loi de Richard (1931) qui décrit les écoulements en milieu non saturé, ne sera pas présentée ici, permet de trouver la relation entre la teneur en eau volumique et la succion; d'où la nécessité de la courbe de rétention d'eau (CRE).

2.4.3 Courbe de rétention d'eau

La courbe de rétention d'eau (CRE) d'un matériau poreux est la fonction qui décrit la relation entre la variation de la teneur en eau volumique (θ_w) de ce matériau en fonction de la succion (ψ) qui lui est appliquée. La succion est définie par la différence entre la pression d'air (u_a) et d'eau interstitielle (u_w):

$$\psi = u_a - u_w \quad (2.4-11)$$

La CRE dépend des caractéristiques physiques intrinsèques du matériau (granulométrie, porosité, densité relative des solides, etc.) et permet d'évaluer la remontée capillaire de l'eau au-dessus de la nappe phréatique pour les dépôts homogènes dans des conditions stationnaires. De la représentation graphique d'une CRE, on obtient deux paramètres caractéristiques : la pression d'entrée d'air (ψ_a) ou AEV (*Air Entry Value*) qui correspond à la pression au début de la désaturation ($S_r < 100\%$) (début de drainage) et la pression résiduelle (ψ_r) qui correspond à la pression où la teneur volumique d'eau du sol est égale à la teneur en eau résiduelle (θ_r) (Aubertin *et al.*, 1998). Dans ce cas, presque tous les vides sont remplis d'air et il ne reste que l'eau retenue par adhésion à la surface des grains et ou très peu d'eau isolée retenue par tension capillaire. Habituellement, on peut déterminer la valeur de ces deux paramètres par la méthode graphique. L'AEV est obtenu par l'intersection des tangentes à la courbe de saturation complète et celle à la désaturation du sol dans un plan semi-log, et la WEV est l'intersection des tangentes entre la pente de désaturation et la droite de teneur en eau résiduelle. En laboratoire, il existe plusieurs méthodes qui permettent d'obtenir la CRE telles que :

- les cellules Tempe souvent employées pour des résidus miniers et permettent des mesures de succions comprises entre 10 et 1500 kPa;
- les cellules de pression de 100 bars (10 000 kPa), ou extracteurs pour les matériaux fins et déformables
- les cellules triaxiales et avec une plaque drainante pour des matériaux grossiers avec des succions allant de 10 à 10 000 kPa;
- les solutions salines utilisées pour des succions plus élevées de 3 000 à 1 000 000 kPa.

Un exemple de courbe de rétention d'eau montrant la désaturation du sable et du silt en fonction de la succion est présenté à la Figure 2.4-2.

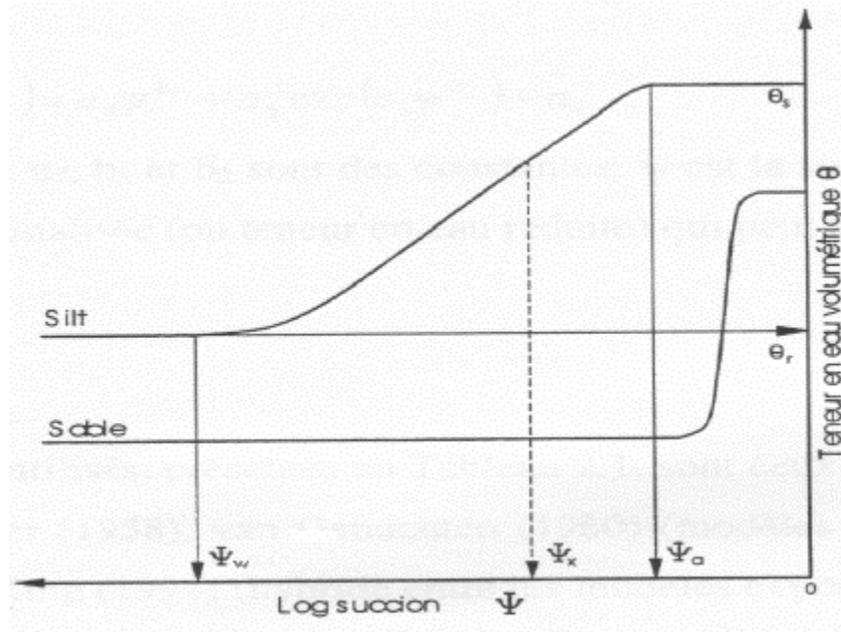


Figure 2.4-2 : Courbes de rétention d'eau typiques pour un sable et un silt (Aubertin *et al.*, 1995)

2.4.4 Estimation des propriétés des sols non saturés

Pour un milieu non saturé, la conductivité hydraulique non saturée change en fonction de la teneur en eau volumique du milieu, contrairement à celui dit saturé où la conductivité hydraulique est souvent considérée constante. Dans un milieu poreux, lorsqu'on applique une succion, son degré de saturation diminue, l'air occupe une grande proportion des pores du milieu et l'écoulement devient facile et rapide; ce qui favorise la diminution de la conductivité hydraulique du milieu. Les méthodes d'évaluation de la courbe de rétention d'eau au laboratoire permettent d'obtenir plusieurs points dans le plan de teneur en eau et succion mais souvent nécessite un temps très long. Lors de la phase de préféabilité d'un projet, il est primordial de réaliser des analyses des propriétés de base des matériaux pour calculer les paramètres clés de la CRE (Bussière, 1999). Il existe plusieurs modèles mathématiques qui permettent de prédire ces paramètres tels que le modèle de Kovács modifié (Aubertin *et al.*, 1998; Kovács, 1981; Mbonimpa *et al.*, 2006) ou de décrire la courbe de rétention d'eau mesurée des sols et ou mélange de matériaux (Brooks et Corey, 1964; van Genuchten, 1980; Fredlund et Xing, 1994).

2.4.4.1 Modèles prédictifs de la CRE

Les modèles prédictifs décrits dans la littérature permettent de relier les caractéristiques de rétention d'eau interstitielle avec les propriétés physiques des sols telles que la granulométrie et l'indice des vides (Arya et Paris, 1981; Kovács, 1981; Aubertin *et al.*, 1998; Arya *et al.*, 1999).

Aubertin *et al.* (1998, 2003) et (Mbonimpa *et al.*, 2006b) ont développé le modèle de prédiction de Kovács Modifié (MK) en s'appuyant sur le modèle originalement proposé par Kovács (1981). Dans ce modèle, il est supposé que l'eau soit retenue dans les matériaux granulaires par des forces de capillarité (S_c) et des forces d'adhésion (S_a). Il est l'un des modèles les plus utilisés et qui donne des résultats satisfaisants pour les matériaux granulaires utilisés dans les couvertures avec effet de barrière capillaire. Le modèle Kovács modifié est applicable aux sols compressibles (Mbonimpa *et al.*, 2006a) et prend en considération les effets d'hystérésis (Maqsood *et al.*, 2012).

Au cours d'essais de cycles de mouillage ou de drainage d'un échantillon de sol saturé, les CRE obtenues sont différentes. Pour une succion donnée, la teneur en eau est croissante en drainage qu'en mouillage. L'effet d'hystérésis est à la base de cette différence. Ce phénomène d'hystérésis est fonction des caractéristiques des matériaux; souvent il est plus prononcé pour des matériaux de granulométrie variable. Le modèle de Kovács a été utilisé par (Maqsood *et al.*, 2006, 2004, 2012) pour prédire ces phénomènes d'hystérésis avec les courbes principales limites et primaires de séchage et de mouillage (Figure 2.4-3).

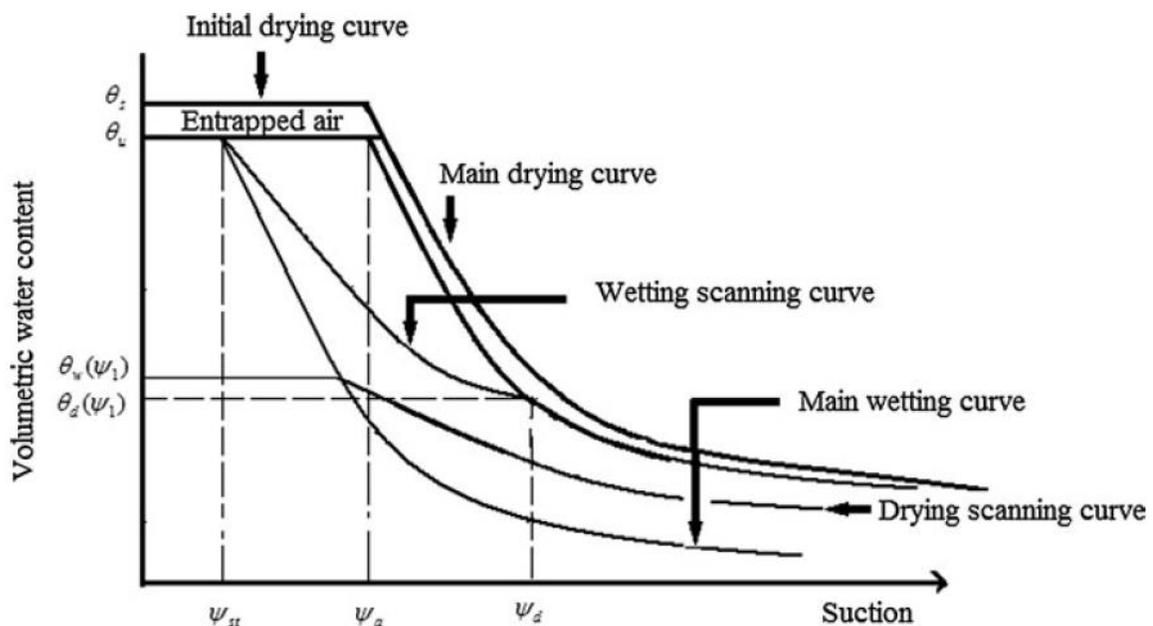


Figure 2.4-3 : Effet d'hystérésis au niveau de la courbe de rétention d'eau (Maqsood *et al.* 2012)

2.4.4.2 Modèles descriptifs de la CRE

Il existe dans la littérature plusieurs modèles descriptifs de la courbe de rétention d'eau qui sont classés en cinq catégories basées sur la formulation mathématique tels que les modèles:

- i. de loi puissance,
- ii. exponentiels,
- iii. polynomiaux,
- iv. cosinus hyperboliques, et
- v. avec fonctions d'erreurs.

Les plus utilisés sont ceux proposés par Gardner (1958), Brooks et Corey ou B-C (1964), van Genuchten ou v-G (1980) et Fredlund et Xing (1994). Le modèle descriptif de van Genuchten (1981) est le plus utilisé pour interpréter les résultats de laboratoire. Ce modèle relie la succion au degré de saturation par la relation (2.5-11) ainsi qu'à la teneur en eau volumique (2.5-12):

$$S_{re} = \left[\frac{1}{1 + (\alpha_v \psi)^{n_v}} \right]^{m_v} \quad (2.4-12)$$

$$\theta = \left(\frac{\theta_s - \theta_r}{[1 + (\alpha_v \psi)^{n_v}]^{m_v}} \right) + \theta_r \quad (2.4-13)$$

Où S_{re} est le degré de saturation effectif ou réduit [L^3/L^3], ψ est la succion [L], α_v est un paramètre qui est environ égal à $(1/\psi_a)$ [L^{-1}], m_v et n_v sont les constantes d'ajustement du modèle ($m_v = 1 - 1/n_v$), θ est la teneur en eau volumique, θ_s la teneur en eau volumique à saturation, θ_r la teneur en eau résiduelle.

Le degré de saturation effectif ou réduit (S_{re}) [L^3/L^3] (van Genuchten, 1980) et la teneur en eau effective ou réduite (θ_e) (Brooks et Corey (1964) sont déterminés respectivement par les relations suivantes :

$$S_{re} = \frac{(\theta - \theta_r)}{(\theta_s - \theta_r)} \quad (2.4-14)$$

$$\theta_e = \frac{\theta - \theta_r}{\theta_s - \theta_r} = [1 + \alpha_v \psi^n]^{-m} \quad (2.4-15)$$

Où θ_r est la teneur en eau résiduelle, θ_s la teneur en eau à saturation ($\theta_s = n$).

Les modèles B-C (non présenté) et v-G sont intégrés dans des codes numériques (ex. du logiciel RETC) (van Genuchten *et al.*, 1991). Ces codes utilisent une méthode non linéaire des moindres carrés qui détermine automatiquement les paramètres α et n avec les données obtenues de la courbe de rétention d'eau permettant ainsi d'ajuster l'équation (2.4-12).

2.4.4.3 Fonction de perméabilité

Dans un sol saturé considéré biphasique, il y'a seulement la présence de particules solide et de l'eau, tandis qu'un sol non saturé est constitué de solides, liquide et gaz. L'étude de l'écoulement de l'eau dans un milieu non saturé est complexe et a toujours nécessité la résolution des équations de Richard (1931) qui ne sont pas présentées ici. Pour ce faire, la connaissance de la fonction de perméabilité ou conductivité hydraulique non saturée (k_u ou $k(\psi)$ ou $k(\theta)$) devient primordiale. Elle représente la capacité qu'a un sol non saturé de transporter ou de conduire l'eau, et peut être estimée en fonction de la succion ou de la teneur en eau du sol. Cette fonction peut être déterminée au laboratoire à l'aide de différentes techniques : méthodes de débits sortants, méthode par régime permanent et méthode de profils instantanés. Ces techniques se font par des mesures en perméamètre ou en colonne dans des conditions contrôlées avec des suivis de la teneur en eau et de la succion appliquée au milieu. Ces essais sont généralement très longs et dispendieux. Voilà pourquoi on procède souvent par déduction (méthode indirecte) à partir de la courbe de rétention d'eau ou par des modèles empiriques macroscopique et statistique permettant de calculer la conductivité hydraulique en fonction de la succion $k(\psi)$ ou de la teneur en eau $k(\theta)$ à partir de la conductivité hydraulique saturée k_{sat} . Ces modèles mathématiques sont présentés en détail dans Bussière (1999) et Mbonimpa *et al.* (2006b). La fonction de conductivité hydraulique non saturée obtenue directement par Mualem – van Genuchten (1980) (Mualem, 1976, 1986; van Genuchten *et al.*, 1991) en fonction de la teneur en volumique effective ou normalisée (θ_e) est donnée par la relation suivante :

$$k_u = k_{sat} \cdot k_r = k_{sat} \cdot (\theta_e)^{0,5} \left[1 - \left(1 - \theta_e^{1/mv} \right)^{mv} \right]^2 \quad (2.4-16)$$

2.4.4.4 Conductivité hydraulique des matériaux polymériques

Comme indiqué dans la section sur les PSA, quelques recherches sur leur capacité de rétention d'eau et la faible conductivité hydraulique des hydrogels ont été réalisées (Alexandre *et al.*, 2009; Tan *et al.*, 2016; Zhou *et al.*, 1993). En effet, lors du gonflement, les particules de PSA s'immiscent dans les macropores et entre les grains du sable, puis il peut en résulter une élévation de la rétention d'eau qui

se traduit par la diminution presque équivalente de la porosité d'air (vides intergranulaires). Zhou *et al.* (1993) dans leur étude ont développé des techniques permettant de calculer la perméabilité intrinsèque ainsi que la conductivité hydraulique des échantillons. Plusieurs scénarios ont été réalisés parmi lesquels figuraient des mélanges de polymères et de matériaux géologiques (sable, argile, silt, etc.) et des résidus désulfurés et d'autres sans PSA. Ces mélanges étaient composés de 1% de PSA dans chaque cas, avec 99% de sable (scénario B), ou 99% de résidus désulfurés (scénario E), ou 89% de résidus désulfurés et 10% de silts. L'idée était de comparer l'efficacité des mélanges de PSA avec des sols dans un recouvrement pour créer l'imperméabilité ou une barrière à l'eau ou à l'oxygène dans le système de multicouches. Dans cette étude, la perméabilité a été calculée selon la loi de Darcy

$$k = \left(\frac{Q}{A}\right) \left(\frac{\Delta L}{\Delta P}\right) \eta \quad (2.4-17)$$

k est la perméabilité, Q est le débit, A la section transversale du milieu, ΔL la distance entre les capteurs de pression, ΔP la variation de la pression et η est la viscosité.

La conductivité hydraulique k (m/s) est liée à la perméabilité intrinsèque par la relation suivante :

$$K = \left(\frac{\rho g}{\eta}\right) k \quad (2.4-18)$$

Où ρ est la masse volumique du fluide (kg/m^3), g est l'accélération de la pesanteur (m/s^2).

Les résultats ont révélé que les scénarios (G) et (B) avaient les plus faibles valeurs de perméabilité et de conductivité hydraulique k inférieure à 10^{-7} cm/s pour (G). Ce qui fait croire à la possibilité de sa réalisation au cas d'insuffisance de matériaux géologique (sable, silt), le PSA serait adapté comme appoint dans les recouvrements.

2.5 Mouvements des gaz dans les milieux poreux

Pour prévenir la production du DMA, plusieurs techniques sont employées qui sont entre autres la désulfuration, l'exclusion de l'oxygène de l'air, ou le contrôle de l'infiltration de l'eau vers les résidus miniers sulfureux. La méthode la plus efficace pour empêcher le contact des résidus avec l'oxygène de l'air consiste à créer des barrières à l'oxygène en utilisant les systèmes de recouvrement de type sol (multicouches de type CEBC et monocouche). Souvent ce contact est effectué par le transport de gaz à travers les matériaux poreux dans les haldes à stériles ou parcs à résidus. Dans la zone vadose du parc

à résidus (zone partiellement saturée), l'oxygène peut se déplacer soit sous forme gazeuse, dissoute ou les deux à la fois en fonction de l'interconnectivité des pores et du degré de saturation. Les mécanismes contribuant au flux de l'air et le transport d'oxygène sont : la diffusion moléculaire causée par la concentration ou les gradients de pression partielle qui ont lieu entre les zones de forte concentration en oxygène et celles de faible concentration, la convection se produit sous l'influence des gradients de température et l'advection sous les gradients de pression. Ces deux derniers se produisent souvent dans les haldes à stériles. Dans les résidus miniers fins de faible perméabilité et les matériaux utilisés pour les recouvrements, la diffusion moléculaire est le seul moyen de transport de l'oxygène (Mbonimpa, *et al.*, 2003).

2.5.1 Lois de Fick

La diffusion moléculaire peut se produire dans la phase gazeuse ainsi que dans la phase aqueuse du milieu. La diffusion de l'oxygène est créée par des gradients de concentration (ou pression partielle) résultant de la zone de fortes concentrations d'oxygène et celles de faibles concentrations mesurées à des niveaux différents. Pour les matériaux granulaires à nature non réactif ou inerte en régime permanent, le flux d'oxygène peut être calculé par la première loi de Fick en 1D d'après la relation de Hillel (1998) et (Aachib, *et al.*, 2004) :

$$F(z, t) = - D_e \frac{\partial C(z, t)}{\partial z} \quad (2.5-1)$$

Où F = le flux d'oxygène en [$\text{mol m}^{-2} \text{an}^{-1}$], D_e = le coefficient de diffusion effectif [m^2/an], C = la concentration des gaz en [mol/m^3], t = le temps en [an] et z = la profondeur ou distance en [m].

En régime transitoire, pour un milieu triphasique et inerte (comme les parcs à résidus et leurs recouvrements faits de matériaux non-consommateurs et ni producteurs d'oxygène), on assiste à des concentrations d'oxygène qui varient en fonction de la position (z) et du temps (t), souvent la deuxième loi de Fick est utilisée :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\theta_{eq} \cdot C) = \frac{\partial}{\partial z} (D_e \frac{\partial C}{\partial z}) \quad (2.5-2)$$

Où θ_{eq} est la teneur en eau équivalente qui est déterminée par la relation suivante :

$$\theta_{eq} = \theta_a + H \cdot \theta_w \quad (2.5-3)$$

où θ_w est la teneur en eau volumique du matériau exprimée par ($\theta_w = n \cdot S_r$) où n et S_r sont respectivement la porosité et le degré de saturation; θ_a exprimé par la relation ($\theta_a = n - \theta_w$) représente la teneur en air volumique, H la constante de Henry estimée approximativement à 0,03 à 20°C, t le temps, D_e est le coefficient de diffusion effectif qui tient compte de la quantité de pores remplie d'air et se calcule par la relation : $D_e = \theta_{eq} D^*$ où D^* est le coefficient de diffusion intrinsèque du matériau. Lorsque le matériau utilisé est de nature réactif (ex. présence de sulfure), l'oxygène peut réagir avec les sulfures; ce qui engendrera sa consommation par les réactions d'oxydation des minéraux sulfureux. En régime permanent, la première loi de Fick reste valide. Cependant, la deuxième loi de Fick (étant une équation de continuité), elle, tiendra compte de la consommation d'oxygène par les sulfures, donc va être modifiée afin de décrire la consommation d'oxygène dans le matériau réactif. Les réactions d'oxydation des sulfures sont considérées comme des réactions cinétiques de premier ordre. Donc, la deuxième loi de Fick modifiée devient (Aachib *et al.*, 2004; Mbonimpa *et al.*, 2003) :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\theta_{eq} \cdot C) = \frac{\partial}{\partial z} (D_e \frac{\partial C}{\partial z}) - K_r \cdot C \quad (2.5-4)$$

Où K_r est le coefficient du taux de réaction (consommation) d'oxygène [$m^3(O_2)/m^3(\text{rejets}) \cdot s$].

2.5.2 Estimation du coefficient de diffusion effectif (D_e) et du taux de réaction (K_r)

Il est possible au début d'un projet de restauration d'un site minier, d'utiliser les modèles prédictifs pour déterminer les paramètres des équations du flux d'oxygène comme le coefficient de diffusion effectif (D_e) et le coefficient du taux de réaction (K_r).

2.5.2.1 Estimation du coefficient de diffusion effectif (D_e)

Dans le cas des matériaux géologiques granulaires, les propriétés des milieux diffusifs peuvent être différentes. La première et la deuxième loi de Fick contiennent un coefficient spécifique et qui dépend des propriétés intrinsèques du milieu. Habituellement, on utilise des méthodes indirectes pour prédire le coefficient de diffusion effectif (D_e). Il existe plusieurs modèles d'estimation utilisant les formules empiriques et semi empiriques.

Le modèle de Millington et Shearer (1971) fut l'une des meilleures approches. Dans ce modèle, les auteurs ont tenu compte de la distribution des pores et de leur géométrie. Le modèle de Millington et Shearer (1971) a été étudié et développé par Collin et Rasmuson (1988). Et par la suite il a été modifié

pour intégrer la diffusion à travers l'eau contenue dans les pores par Aubertin *et al.* (2000), Mbonimpa *et al.* (2003) et Aachib *et al.* (2004) selon la relation suivante :

$$D_e = \frac{1}{n^2} (D_a^0 \theta_a P_a + H D_w^0 \theta_w P_w) \quad (2.5-5)$$

Où n est la porosité totale, D_a^0 est le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'air ($1,8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ à 25°C), D_w^0 est le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau ($2,5 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ à 25°C), θ_a est la teneur en air volumique du matériau [L^3/L^3], θ_w est la teneur en eau volumique du matériau [L^3/L^3], H est la constance de Henry ($\approx 0,03$ à 25°C), P_a et P_w sont les paramètres reliés à la tortuosité.

Ces paramètres sont déterminés par les relations suivantes :

$$P_a = 1,201 \cdot \theta_a^3 - 1,515 \cdot \theta_a^2 + 0,987 \cdot \theta_a + 3,119 \quad (2.5-6)$$

$$P_w = 1,201 \cdot \theta_w^3 - 1,515 \cdot \theta_w^2 + 0,987 \cdot \theta_w + 3,119 \quad (2.5-7)$$

Généralement, de bonnes prédictions de la valeur de D_e peuvent être obtenues en considérant $P_a = P_w = 3,33$ (Aubertin *et al.*, 2000; Mbonimpa *et al.*, 2002, 2003).

2.5.2.2 Estimation du coefficient du taux de réaction (K_r)

Le coefficient du taux de réaction K_r reflète la vitesse de consommation de l'oxygène par les minéraux sulfureux. Pour le cas spécifique des rejets de concentrateur, le coefficient du taux de réaction peut être déterminé en utilisant soit le modèle de Collin (1987) ou le modèle du noyau de réaction.

Le modèle de Collin (1987) est basé sur la cinétique de surface et dont le taux de réaction varie linéairement avec la proportion des minéraux sulfureux contenus dans les résidus. Dans ce cas, on pose l'hypothèse que la pyrite peut être directement en contact avec l'oxygène librement disponible, donc, la surface de la pyrite par unité de volume de pyrite est la même que pour le solide (m^2 de pyrite par m^3 de pyrite est égale à m^2 de solide par m^3 de solide). L'équation de Collin tient compte aussi de la porosité et de la surface réagissant par l'entremise du paramètre D_H déterminé à l'aide des paramètres de la courbe granulométrique selon la relation (Gosselin *et al.*, 2007; Mbonimpa, Aubertin, *et al.*, 2003) suivante :

$$D_H = [1 + 1,17 \log(C_U)] D_{10} \quad (2.5-8)$$

Le modèle de Collin (1987) adapté de Mbonimpa *et al.* (2003) peut être écrit dans la forme suivante :

$$K_r = k' \frac{6}{D_H} (1 - n) C_p \quad (2.5-9)$$

Où k' représente la réactivité de la pyrite avec l'oxygène ($k' \approx 5 \times 10^{-10} \text{ m}^3 \text{ O}_2/\text{m}^2 \text{ pyrite/s}$ ou $4,3 \times 10^{-4} \text{ m}^3 \text{ O}_2/\text{m}^2 \text{ pyrite/j}$), C_p est la quantité de pyrite contenue dans le matériau sec (kg/kg), n = porosité.

2.5.3 Mesure des coefficients de diffusion effectif (D_e) et de réaction (K_r)

2.5.3.1 Matériaux géologiques granulaires

Le coefficient de diffusion effectif peut être déterminé en laboratoire en régime stationnaire ou en régime transitoire. Habituellement, le D_e se mesure en régime transitoire à l'aide de deux techniques expérimentales à savoir: les essais à une chambre et les essais à deux chambres (El-Farhan *et al.*, 1996).

L'essai à une chambre consiste à mettre en contact un échantillon de matériel avec un réservoir scellé, appelé réservoir source qui sera purgé à l'aide d'un gaz inerte. Au début de l'essai, de l'air ou de l'oxygène est injecté dans le réservoir source puis scellé. Une sonde à oxygène mesure la diminution de la concentration d'oxygène dans le réservoir source au cours du temps. Selon la courbe de diminution de la concentration d'oxygène avec le temps, le coefficient de diffusion peut être déterminé numériquement à l'aide des codes numériques tels que POLLUTE (Barbour *et al.*, 1996; Lim *et al.*, 1998).

L'essai à deux chambres ou cellules Figure 2.5-1 peut mesurer environ 10 cm de diamètre et 21 cm de hauteur et ces chambres sont toutes équipées de sondes d'oxygène reliées à un système d'acquisition. Cet essai fonctionne à peu près de la même manière que celui d'une chambre. Cependant, il est possible dans ce cas-ci de mesurer la variation de la concentration d'oxygène dans le réservoir inférieur. Pour un matériau réactif, la mesure des coefficients de diffusion et du taux de réaction effectifs se fait simultanément en laboratoire. L'échantillon de matériel est placé sur une plaque perforée dans la cellule à un degré de saturation et une porosité prédéterminée.

L'oxygène est évacué de la cellule, pour ensuite être introduit seulement dans la section au-dessus de l'échantillon. Des sondes à oxygène enregistrent pendant une période déterminée la diminution de la concentration d'oxygène dans le réservoir source ainsi que l'augmentation de la concentration dans la section en dessous de l'échantillon. L'évolution des concentrations mesurées dans les deux réservoirs en combinant avec le bilan de masse permet de déterminer le D_e^* et K_r^* ou D_e et K_r . Le code numérique

POLLUTE peut être utilisé (Aachib, Mbonimpa et Aubertin, 2004; Aubertin *et al.*, 2000; Mbonimpa, Aubertin, *et al.*, 2003; Yanful *et al.*, 1993).

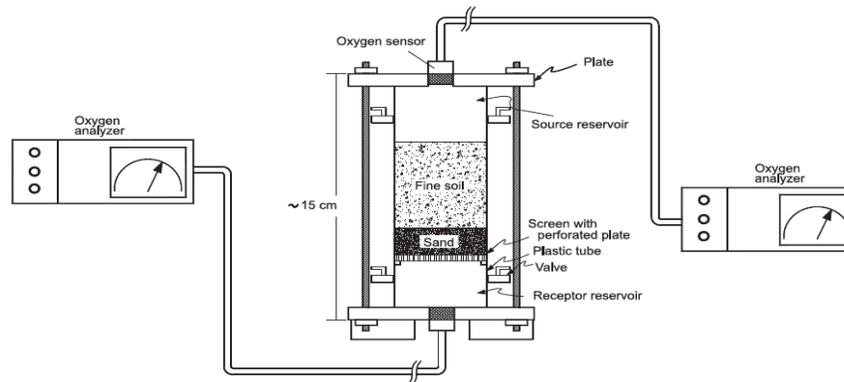


Figure 2.5-1 : Appareil à deux chambres pour la détermination expérimentale de D_e (tiré de Mbonimpa *et al.*, 2003).

Les résultats des travaux expérimentaux de certains auteurs (Elberling *et al.*, 1994; Gosselin *et al.*, 2007) montrent que la saturation du milieu joue un rôle non négligeable dans la réactivité des matériaux sulfureux. Le coefficient de diffusion (D_e) est fortement influencé par le degré de saturation (S_r) et la porosité (n). Pour une saturation comprise entre 20 et 80%, les rejets sont plus réactifs et le sont nettement moins quand la saturation est inférieure à 20% ou supérieure à 80%. La réactivité est optimale pour un degré de saturation autour de 50%. Dans les sols, le coefficient de diffusion effectif diminue au fur et à mesure que la teneur en eau du sol augmente et atteint sa valeur minimale à pleine saturation.

2.5.3.2 Diffusion de l'oxygène dans les matériaux polymérique

Les propriétés de barrière au gaz des polymères dans le cadre de la perméation des gaz ou des vapeurs à travers les films ou revêtement de polymères ont été rapportées par de nombreux chercheurs (Alexandre *et al.*, 2009; Duan *et al.*, 2013; Tan *et al.*, 2016). En effet, la perméation à travers un revêtement de polymère peut impliquer à la fois la nature de la molécule pénétrante dans le polymère, sa concentration et aussi, la diffusion à travers celui-ci.

Pour les polymères sans sites de liaison hydrogène (hydrophobes), pendant l'absorption, le regroupement des molécules d'eau se produit grâce aux fortes énergies d'action entre les molécules d'eau; ce qui conduit à une diminution du coefficient de diffusion en fonction de la concentration d'eau dans les plis. Au contraire, dans les polymères hydrophiles, les coefficients de diffusion vont augmenter avec la concentration d'eau à la suite d'effets de la plastification. Tan *et al.* (2016) dans leurs travaux

sur les propriétés de barrière à l'eau des polymères/argiles et ceux du Graphene nano-composite ont décrit la diffusion dans des systèmes polymères à l'aide de la première et de la deuxième loi de Fick (2.5-1) et (2.5-2).

2.6 Synthèse récapitulative

Le polyacrylate de sodium $[-CH_2-CH(COONa)-]_n$ forme un gel au contact de l'eau et est capable de gonfler jusqu'à 1000 fois sa masse initiale en eau. Il s'agit de polymères superabsorbants (PSA) qui ont été utilisés dans beaucoup de domaines industriels et représentent une alternative de matériaux dans le secteur minier et environnemental.

Le drainage minier acide (DMA) est l'un des problèmes les plus préoccupant de l'industrie minière canadienne. En effet, le DMA peut être causé par l'oxydation des sulfures des rejets de concentrateur dans les parcs à résidus à la suite de leur exposition à l'air libre de l'atmosphère. Afin d'y remédier, plusieurs techniques de gestion (en cas d'oxydation) et de prévention ont été développées par de nombreux chercheurs parmi lesquelles, la méthode de prévention par les recouvrements de type sols ou couvertures multicouches avec effet de barrière capillaire (CEBC).

Ces couvertures permettent de limiter ou de minimiser la quantité d'air qui se diffuse vers les résidus sulfureux. Ainsi, dans une situation en manque de matériaux adaptés (silt, résidus désulfurés, etc.), il pourrait être envisageable d'utiliser des PSA mélangés avec du sable ou des résidus miniers fins non générateurs d'acidité disponibles pour former la couche de faible perméabilité (la couche D, Figure 2.2-2) d'une CEBC.

Le but serait de réduire la conductivité hydraulique du sable, de maintenir le matériau à un haut degré de saturation ($\geq 85\%$) grâce au pouvoir d'absorption et de maintien de l'eau élevé des PSA. De plus, les PSA pourraient également retenir des métaux lourds et des métalloïdes dissous lors de l'absorption de l'eau minière. Toutefois, il est aussi important de s'assurer de la durabilité de la couche D parce que l'intérêt est qu'elle tienne longtemps.

2.7 Besoins en recherche

En vue d'empêcher la formation du drainage minier acide (DMA) par l'utilisation des techniques de restauration des sites miniers, principalement celle du recouvrement de type couverture multicouches avec effet de barrière capillaire (CEBC), plusieurs matériaux (ex. matériaux géologiques granulaires fins et grossiers ainsi que leur mélange, boues de traitement de DMA, tills, etc.) ont largement été testés

aussi bien en laboratoire que sur le terrain afin de vérifier leur adéquation par rapport aux exigences de performance des différentes couches de la technique.

Toutefois, les sols (sable, silts, etc.) amendés avec des polymères superabsorbants (PSA) n'ont été utilisés que très rarement en expérimentation au laboratoire en vue d'une application comme matériau de recouvrement des résidus miniers problématiques. Il apparaît donc opportun d'évaluer la faisabilité de l'utilisation des PSA de type polyacrylate de sodium (PA-Na) pour créer une couche de faible perméabilité (CFP) destinée à limiter la diffusion de l'oxygène vers les résidus miniers sulfurés au moyen d'essais en colonnes au laboratoire.

Les paramètres à mesurer seront le taux d'infiltration de l'eau, la conductivité hydraulique saturée, la capacité de rétention d'eau et le potentiel d'adsorption (enlèvement) de métaux lourds contenus dans les eaux minières.

CHAPITRE 3 APPROCHES MÉTHODOLOGIQUES

Les approches méthodologiques retenues pour cette étude comprennent l'échantillonnage des matériaux d'essais, leur caractérisation physique (densité relative et distribution granulométrique), les essais préliminaires sur les matériaux (dosage des mélanges, calibrage des capteurs, etc.), et la caractérisation des propriétés hydriques des matériaux (courbes de rétention d'eau, conductivité hydraulique saturée). De plus, des essais d'absorption d'eau surnageant synthétique par les PSA seront réalisés afin d'estimer leur potentiel d'enlèvement des métaux lourds par adsorption.

3.1 Matériaux d'essais

3.1.1 Nature et provenance

Dans cette étude, du **sable** normal de béton et des **résidus** miniers non générateurs d'acidité seront utilisés comme matériaux de base qui seront ensuite amendés avec des PSA de type PA-Na (pour former des mélanges sol-PSA) afin de créer des couches de faible perméabilité (CFP) destinées à limiter ou empêcher la diffusion de l'oxygène vers les couches de résidus producteurs d'acidité. Le choix du sable (k_{sat} variant entre 10^{-5} et 10^{-3} m.s⁻¹) réside dans le fait qu'il soit inerte mais aussi parce qu'il est souvent utilisé dans la restauration des parcs à résidus miniers fins à l'aide des multicouches, notamment dans les couches C (couche drainante) et E (couche de bris capillaire) du système de recouvrement multicouche de type CEBC (cf. Figure 2.2-2). En effet, la couche drainante doit avoir une conductivité hydraulique saturée très élevée, tandis que la couche de bris capillaire utilise le contraste granulométrique entre le sable et les particules fines de PSA. Le sable utilisé provient du marché, tandis que les résidus miniers sont échantillonnés à la mine Goldex, propriété de Mines Agnico Eagle Ltée. Les PSA nous ont été fournis par Recyc PHP inc. de Drummondville (Québec, Canada).

3.1.2 PSA de type PA-Na provenant de Recyc PHP inc.

Les PSA utilisés dans cette étude sont de type polyacrylate de sodium (noté PA-Na) fournis par Recyc PHP inc. de Drummondville (Québec, Canada). Les PSA de type PA-Na sont des polymères superabsorbants, de formule générale $[-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COO.Na})^-]_n$, qui sont obtenus par polymérisation de l'acide acrylique mélangé à l'hydroxyde de sodium en présence d'un initiateur pour former un

sel de sodium acide polyacrylique encore appelé polyacrylate de sodium (PA-Na). Quatre types de PSA PA-Na nous ont été fournis par la compagnie Recyc PHP. Tous ces quatre types de PSA présentent un taux d'absorption compris entre 270 et 300 fois leur propre masse sèche dans l'eau déionisée. Il s'agit de PSA récupérés à partir de couches hygiéniques défectueuses non utilisées. Ces PSA sont sous forme de poudre ou de granules de couleur blanche (Figure 3.1-1) et ayant plusieurs granulométries différentes. Ces quatre types de PSA sont le SAG-M06L à grains grossiers, les SAG-A03P et SAG-M06K de granulométrie moyenne et le SAG-M85F de granulométrie très fine.



Figure 3.1-1 : Photo de poudre de PSA

3.2 Essais préliminaires

Des essais préliminaires ont été réalisés sur les échantillons de PSA seul et de PSA mélangés avec du sable afin d'identifier parmi les quatre types de PSA disponibles, ceux qui seraient le plus adéquats pour les amendements afin de créer la CFP.

3.2.1 Essais d'absorption

3.2.1.1 Préparation des échantillons d'essais

L'essai d'absorption va porter sur l'absorption des effluents surnageants des résidus de mine de Goldex et de l'eau désionisée. La teneur en eau initiale de départ (w_0) de l'échantillon étant de 68,9% avec un pourcentage solide (C_{w0}) de 59,2%, ainsi pour une masse totale connue (M_{T0}), la masse d'eau initiale (M_{w0}) peut être calculée comme suit :

$$M_{w0} = M_s \times w_0 = M_s(1/C_{w0} - 1) = (M_{T0}C_{w0})(1/C_{w0} - 1) \quad (3.2-1)$$

où M_s = la masse sèche des grains solide. L'équation (3.2-1) peut aussi s'écrire comme suit :

$$M_{w0} = (M_{T0} - M_s) = (M_{T0} - M_{T0}C_{w0}) = M_{T0}(1 - C_{w0}) \quad (3.2-2)$$

$$\text{avec } C_{w0} = M_s/M_{T0} \text{ ou } M_s = M_{T0}C_{w0} \quad (3.2-3)$$

Pour une teneur en eaux initiale (w_i) visée pour une pulpe de résidus utilisée pour le test d'absorption par immersion ou par trempage des PSA, la masse d'eau surnageant à ajouter (M_{w-aj}) aux résidus pour obtenir la pulpe peut être calculée comme suit :

$$M_{w-aj} = M_{w_i} - M_{w0} = M_{T_i}(1 - C_{w_i}) - M_{T0}(1 - C_{w0}) = M_{T0}C_{w0}(w_i - w_0) \quad (3.2-4)$$

$$\text{avec } M_{T_i} = M_{T0} \times (C_{w0}/C_{w_i}) \quad (3.2-5)$$

$$M_{w-aj} = M_{T0} \times (C_{w0}/C_{w_i} - 1) \quad (3.2-6)$$

Où M_{w_i} = la masse d'eau contenue dans les résidus utilisés pour le test d'absorption par immersion des PSA, M_{T_i} = la masse totale de la pulpe après l'ajout d'eau pour le test d'absorption, C_{w_i} = le pourcentage solide massique de la pulpe d'essai d'absorption.

Pour ces essais préliminaires, une pulpe dont la teneur en eau massique initiale w_i de 129% a été utilisée pour l'essai d'absorption par immersion des PSA, ce qui correspond à un pourcentage solide massique $C_{w_i} = 43,6\%$.

3.2.1.2 Dosage des PSA et détermination de la capacité d'absorption

Le dosage des PSA peut être fait en massique (D_{mPSA}) ou en volumique (D_{vPSA}). De plus, la quantité de PSA peut être calculée soit par rapport à la masse totale des résidus miniers en pulpe (D_{mPSA-p} ou D_{vPSA-p}), soit par rapport uniquement à la masse de l'eau libre contenue dans les résidus miniers fins (D_{mPSA-w} ou D_{vPSA-w}). Les dosages massiques sont donc définis comme étant le rapport entre la masse des PSA secs ($m_{PSA_{sec}}$) et la masse totale des résidus miniers fins en pulpe ($m_{pulpe_{résidus}}$) ou la masse de l'eau libre contenue dans les résidus miniers fins (m_{eau}). Ils peuvent respectivement être exprimés selon les formules suivantes (Ismi *et al.*, 2015b; Lee *et al.*, 2004; Macron, 2014; Sadeghi, 2012; Sahi *et al.*, 2017; Sahi *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2006a):

$$D_{mPSA-p} = m_{PSA-sec} / m_{Pulpe_résidus} \quad (3.2-7)$$

$$D_{mPSA-w} = m_{PSA-sec} / m_{Eau} \quad (3.2-8)$$

Ces dosages massiques des PSA (D_{mPSA-p} ou D_{mPSA-w}) peuvent être exprimés en kg/t, g/kg ou g/g (ou en kg/kg, t/t). Les dosages volumiques sont définis comme le rapport entre la masse des PSA secs ($m_{PSA-sec}$) et le volume de la pulpe de résidus miniers fins ($v_{pulpe_résidus}$), ou uniquement le volume de l'eau libre contenue dans les résidus miniers (v_{eau}). Ils peuvent respectivement être exprimés selon les formules suivantes (Sahi *et al.*, 2017, 2019):

$$D_{vPSA-p} = \frac{m_{PSA-sec}}{v_{Pulpe_résidus}} = \rho_{Pulpe_résidus} D_{mPSA-p} \quad (3.2-9)$$

$$D_{vPSA-w} = \frac{m_{PSA-sec}}{v_{Eau}} = \rho_w D_{mPSA-w} \quad (3.2-10)$$

où $\rho_{pulpe_résidus}$ = masse volumique totale de la pulpe de résidus miniers fins en g/cm^3 , kg/m^3 ou t/m^3 . La masse volumique de l'eau à 4°C ρ_{eau} (ou ρ_w) est de 1 g/cm^3 (ou 1000 kg/m^3 ou 1 t/m^3). Les dosages volumiques des PSA (D_{vPSA-p} ou D_{vPSA-w}) peuvent être exprimés en kg/m^3 , en g/L, en t/m^3 (ou en g/mL).

Afin de pouvoir déterminer le pourcentage solide massique final (C_{w-f}) après absorption, le taux (ou la capacité) d'absorption à l'équilibre de gonflement (Q_{eq}) peut être calculé. La capacité d'absorption (Q_{eq}) correspond à la quantité d'eau des pulpes des résidus miniers que les PSA sont capables d'absorber pendant la durée de leur immersion ($t = 2$ h, arbitrairement) dans les résidus miniers fins. La capacité d'absorption des polymères peut être déterminée selon la méthode massique (ou gravimétrique), ou la méthode volumique (Gao, 2002). Les deux méthodes, volumique (v) et massique (m) peuvent être exprimées, respectivement par les équations suivantes:

$$Q_{eq} = \frac{v_{PSA-gonflé} - v_{PSA-sec}}{v_{PSA-sec}} = \frac{v_{Eau-PSA}}{v_{PSA-sec}} \quad (3.2-11)$$

$$Q_{eq} = \frac{m_{PSA-gonflé} - m_{PSA-sec}}{m_{PSA-sec}} = \frac{m_{Eau-PSA}}{m_{PSA-sec}} \quad (3.2-12)$$

où $V_{PSA-gonflé}$, $m_{PSA-gonflé}$ = volume et masse des PSA gonflés après leur immersion; $V_{PSA-sec}$, $m_{PSA-sec}$ = volume et masse des PSA secs; $V_{Eau-PSA}$ et $m_{Eau-PSA}$ = volume et masse d'eau contenue dans les PSA après leur gonflement.

À la fin du test d'absorption, le pourcentage solide massique final (C_{wf}) peut être calculé en fonction de la masse totale initiale des échantillons des résidus miniers en pulpe à l'instant $t = 0$ (M_{Ti}), du pourcentage solide massique initial au moment de l'immersion C_{wi} (43,6%), à l'instant $t = 0$, et de la nouvelle masse des PSA gonflés après absorption ($m_{PSA-gonflé}$) à l'instant $t > 0$. Ainsi, le pourcentage solide massique final (C_{wf}) peut être déterminé à partir de l'une des équations de base suivantes (Kabamba *et al.*, 2019):

$$C_{wf}(\%) = \frac{C_{wi}(\%)}{1 - \left(\frac{m_{PSA-gonflé} - m_{PSA-sec}}{M_{Ti}} \right)} \quad (3.2-13)$$

$$C_{wf}(\%) = 100 \times \frac{100}{100 + w_f(\%)} = 100 \times \left(1 + \frac{w_f(\%)}{100} \right)^{-1} \quad (3.2-14)$$

$$C_{wf}(\%) = \frac{C_{wi}(\%)}{1 - Q_{eq} \left(\frac{m_{PSA-sec}}{M_{Ti}} \right)} \quad (3.2-15)$$

Tous les paramètres dans ces équations ont déjà été définis dans les paragraphes ci-dessus.

3.2.1.3 Protocole expérimental

La Figure 3.1-2 illustre schématiquement le protocole expérimental de déshumidification des résidus miniers en pulpe utilisés dans ces essais préliminaires. Selon les dosages retenus arbitrairement de 1 et 1,5 g de PSA (seulement en massique pour ces essais) et placés dans des sacs en géotextile de porosité comparable à celle du papier filtre. Ce qui correspondait à des dosages de 1 et 1,5 g de PSA/500 ml de pulpe. Les masses des sacs à l'état humide, ont également été obtenues préalablement. Pendant le processus de déshumidification, les grains de PSA gonflent au maximum selon les caractéristiques d'absorption (i.e. leur capacité d'absorption) et leur masse finale augmente en conséquence.

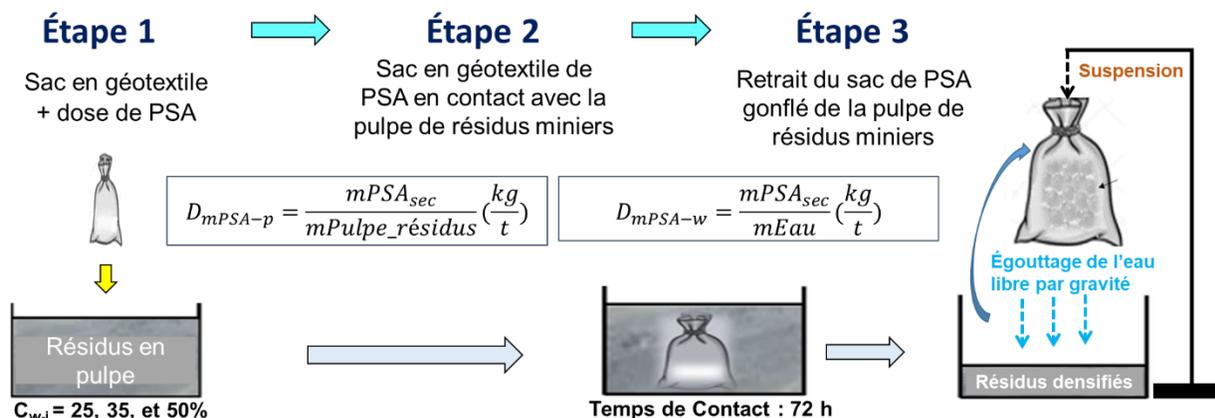


Figure 3.2-1 : Schématisation du protocole de déshumidification des résidus miniers fins en pulpe (adapté de Sahi *et al.*, 2019)

3.2.1.4 Résultats préliminaires

Les résultats des tests d'absorption selon le type de PSA sont présentés dans le Tableau 3.2-1).

Tableau 3.2-1 : Essais d'absorption en fonction du type de PSA pour une pulpe à $C_{wi} = 43,6\%$ et un dosage de 1 g de chaque type de PSA/500 ml de pulpe

Résidus en pulpe	w_i (%)	C_{wi} (%)	Types de PSA	Après absorption par immersion des PSA	
				w_f (%) ¹	C_{wf} (%) ²
Mine Goldex	129,2	43,6	SAG-M06K	88,3	53,1
			SAG-M06L	91,0	52,3
			SAG-M85F	91,9	52,1
			SAG-A03P	81,9	55,0

¹déterminée à l'étuve, à 80°C pendant 48 h; ²calculé à partir de w_f (%) selon la relation suivante : $C_{wf} (\%) = 100^2/[100 + w_f (\%)]$.

Les résultats présentés ici indiquent des capacités d'absorption plus grandes et une cinétique d'absorption plus lente pour les PSA des grains grossiers (M06L, A03P et M06K) que pour le PSA de grains fins (M85F). Ces résultats ont permis de confirmer ceux des études antérieures sur les PSA (e.g., Sahi *et al.*, 2017; 2019; Kabamba, 2019; Addi, 2020; Poudama, 2020). De plus, au cours du processus d'absorption, les grains fins de PSA forment un écran qui les empêche d'absorber davantage d'eau et c'est le phénomène du blocage de gel ou *gel-blocking* (Figure 3.2-2). Cela veut dire qu'un dosage moyen des PSA à grains fins serait souhaitable pour favoriser la création du *gel-blocking*. En effet, seul ce type de granulométrie de PSA permet de retenir l'eau absorbée pendant

longtemps. De plus, il se transforme en gel, créant ainsi une sorte d'écran capable de bloquer ou d'empêcher l'infiltration de l'eau à travers le gel formé.



Figure 3.2-2 : Photo montrant le gel formé par du PSA de type M85F à grains fins après absorption (*gel-blocking*)

3.2.2 Essais de détermination de la teneur en eau volumique du sable amendé avec des PSA

3.2.2.1 Amendement du sable avec des PSA à grains fins (SAG-M85F)

Afin d'essayer de comprendre la réponse hydrique du sable amendé avec des PSA, des essais préliminaires ont été réalisés au laboratoire. Le Tableau 3.2-2 présente trois scénarios de mélanges de sable normal de béton avec différentes proportions de PSA à grains fins (SAG-M85F).

Tableau 3.2-2 : Dosage des matériaux en pourcentage

Scénarios	Matériaux de bases	
	PSA (%)	Sable normal de béton (%)
PSA (témoin)	100	0
Sable (témoin)	0	100
MSPSA (a)	0,5	99,5
MSPSA (b)	1	99
MSPSA (c)	5	95

Le but de ces essais était de déterminer, en premier lieu, le dosage optimum de PSA à utiliser dans les mélanges sable-PSA (ou résidus-PSA, le cas échéant), c'est-à-dire, quel pourcentage de PSA serait nécessaire pour le mélange optimal qui pourrait être utilisé dans le mélange pour créer une

couche de faible perméabilité (CFP). En deuxième lieu, il fallait procéder aux mesures de la teneur en eau volumique en fonction du temps ($\theta_w(t)$). Cette étape nécessite de calibrer les sondes de type EC-5 pour les mesures des teneurs en eau volumiques.

Les essais ont été réalisés dans des moules en plastique à fond perforé de 4 pouces de diamètre et 8 pouces de hauteur (4 × 8) équipés des sondes EC-5 placées verticalement dans le matériau à l'intérieur des moules, puis reliées à un système d'acquisition des données de type Em-50 pour l'enregistrement des mesures en continu des teneurs en eau volumiques. Avant de les mélanger, les matériaux sont d'abord séchés à l'étuve à une température de 60 °C, refroidis ensuite, et finalement mélangés au PSA, ceci pour éviter l'hydrolyse des PSA et pour faciliter leur homogénéisation. Les matériaux pesés et bien mélangés ont été placés dans les moules perforés. Une quantité de 2 litres d'eau déionisée, suffisante pour saturer le moule de sable seul, a été ensuite ajoutée à tous les échantillons d'essais (volume d'eau constant). Il faut noter qu'en ce qui concerne les PSA seuls (témoin) et le sable normal de béton mélangé avec 1% massique de PSA à grains fins (SAG-M85F), l'eau n'a pas percolé durant toute la durée de l'essai (≈ 72 h), contrairement au sable de béton seul sans PSA (témoin). Dans le cas du 0,5% de PSA, les 2 L d'eau ont suffi pour mouiller le matériau sans percoler (impossible de statuer sur l'état de saturation). Pour ce qui est des 5% de PSA, presque la totalité des 2 L d'eau a été absorbée par les PSA au niveau de la surface.

3.2.2.2 *Évolution de la teneur en eau volumique pendant l'essai de percolation*

Pour les mesures des teneurs en eau volumiques des échantillons testés (sable mélangé avec des PSA, sable seul, PSA seul), les sondes EC-5 pré-calibrées (par le fabricant) ont été préalablement vérifiées. Par la suite, les matériaux ont été rincés avec les 2 L d'eau jusqu'à leur mouillage partiel ou total selon l'échantillon. Il faut noter que les moules avaient été placés directement dans des béciers afin de contenir les eaux drainées. Toutefois, cette façon de disposer le moule ne permettait pas de contrôler l'eau drainée. Les mesures des teneurs en eau volumiques (TEV) sont prises après le mouillage des matériaux. À noter que dans la pratique de l'essai, les caractéristiques physiques (granulométrie) des matériaux n'ont été pas déterminées, donc la porosité des matériaux lors de leur mise en place dans les moules n'a pas été calculée. La Figure 3.2-3 compare l'évolution de θ_w au cours temps écoulé.

Cette figure montre que la teneur en volumique initiale à saturation ($\theta_w = n$) est de 0,33 pour le sable seul et de 0,79 pour le PSA seul (soit plus du double que celle du sable). Cette dernière teneur en eau correspondant à la porosité a été calculée connaissant le volume total du moule et le volume total d'eau absorbé par les PSA. Pendant le processus d'absorption de l'eau par les PSA seuls, il est possible d'observer deux phases distinctes : la première phase correspond à l'état gonflé jusqu'à l'équilibre d'absorption Q_{eq} ($\theta_w = 0,79$), tandis que la seconde phase se traduit par un état d'effondrement des PSA dans la solution lorsqu'ils se transforment totalement en gel. Cependant, lorsque les PSA deviennent totalement sous forme de gel, ils semblent perdre toute leur capacité de rétention d'eau (l'eau du gel n'est pas disponible car ne semble plus être de l'eau libre), c'est-à-dire que les mesures des teneurs en eau volumiques diminuaient progressivement jusqu'à $\theta_w = 0,20$ (soit une baisse de près de 54%).

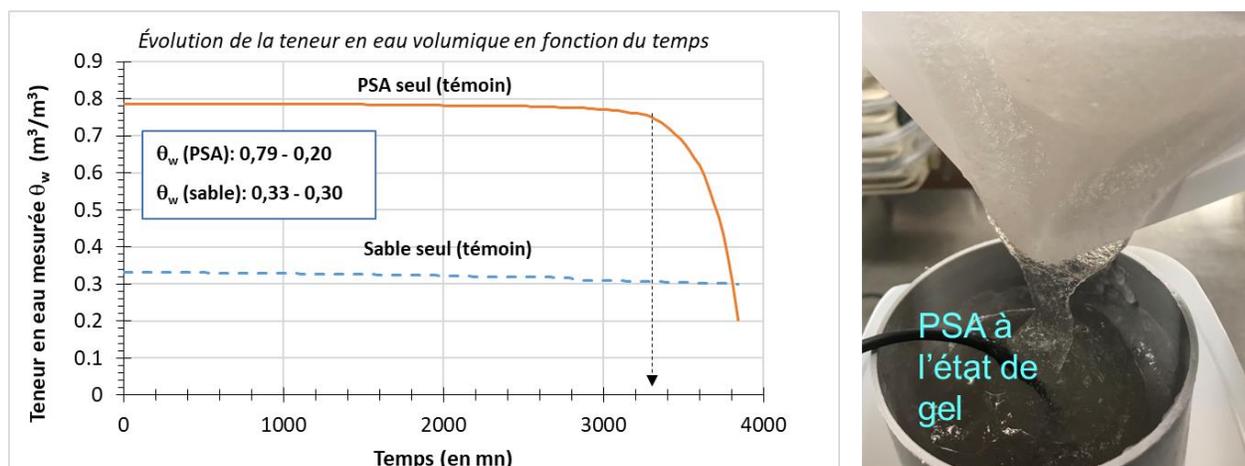


Figure 3.2-3 : Évolution de la teneur en eau volumique des matériaux de base (PSA et Sable)

Les résultats pour le sable semblent incohérents car le sable aurait dû se désaturer très rapidement. Toutefois, cette incohérence pourrait s'expliquer aisément par le fait que le moule d'essai contenant le sable et muni de la sonde de mesure de la teneur en eau volumique EC-5 positionnée verticalement, était placé au fond d'un bécher. De ce fait, l'eau qui se drainait du moule restait dans le bécher et re-saturait le sable dans le moule. Il s'agissait donc plus d'un artéfact expérimental qu'une erreur de mesure ou d'un dysfonctionnement de la sonde EC-5.

La Figure 3.2-4 montre ainsi que l'ajout de 1% massique de PSA au sable entraînait un changement de comportement en termes d'évolution de la teneur en eau volumique au cours du temps écoulé. Sur cette figure, on peut observer une augmentation de θ_w jusqu'à une valeur de 0,69 contre 0,33

pour le sable seul (témoin) avant de se stabiliser à 0,53 pendant tout le reste de la durée du test. Cette chute de la teneur eau correspond à la phase de drainage avant la transformation des PSA à l'état de gel. À noter qu'en termes de percolation, le mélange sable et 1% PSA était resté imperméable pendant et après la saturation complète.

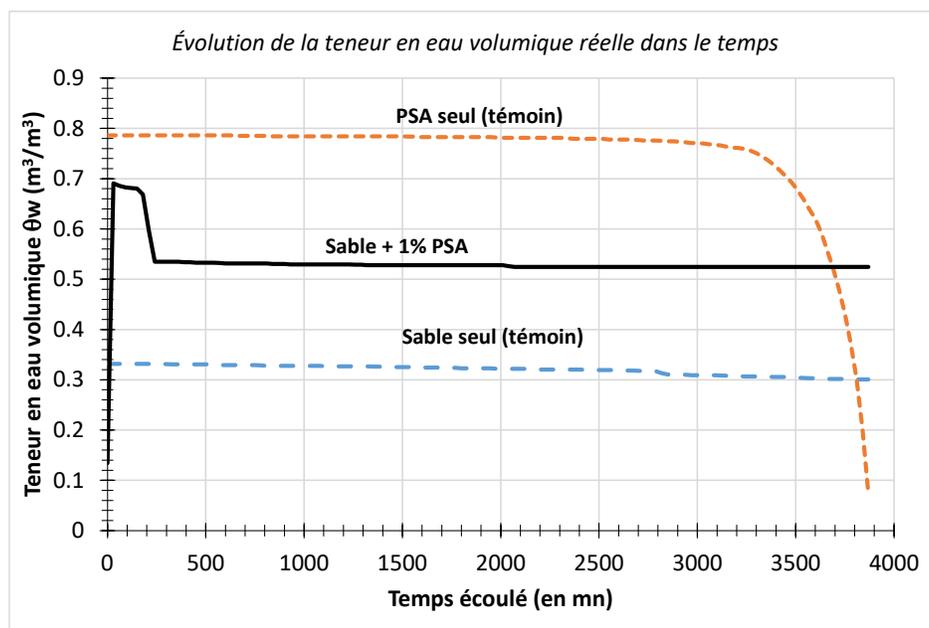


Figure 3.2-4 : Évolution de la teneur en eau volumique des matériaux de base (PSA et Sable) comparée du mélange de 1% de PSA avec le sable

3.2.2.3 Implications pour la suite des travaux de laboratoire

Les résultats de ces essais préliminaires ont confirmé les résultats des études précédentes à savoir que les PSA pourraient être utilisés pour la déshumidification des résidus miniers fins en pulpe et pour atteindre des pourcentages solides massiques souhaités en optimisant leur dosage. En ce qui est leur utilisation potentielle comme amendement du sable (ou des résidus non générateurs d'eau acide) afin de créer une couche de faible perméabilité (CFP), les résultats préliminaires montrent qu'un faible pourcentage de PSA (entre 0,5 et 1% massique) pourrait être utilisé à cet effet à cause de l'absence de percolation de l'eau. En effet, les essais préliminaires ont montré qu'avec de 0,5 à 1% au maximum de PSA mélangé à du sable, après absorption de l'eau, les PSA se gonflent et contribuent à combler les pores du matériau. Cela a tendance à réduire drastiquement la percolation du mélange ainsi créé. Il est donc raisonnable de croire au potentiel des PSA à pouvoir à former le gel bloquant (*gel-blocking*) afin d'aider à créer une CFP destinée à jouer le rôle d'une barrière à

l'eau ou à l'oxygène dans un système de recouvrement des parcs à résidus sulfurés. Ce qui sera vérifié dans la suite du mémoire.

3.3 Méthodologie adoptée pour le projet de recherche

La Figure 3.3-1 présente le diagramme schématique de la méthodologie qui a été suivie pour le projet de recherche. On y distingue trois grandes phases : 1) la caractérisation physique des matériaux, 2) les essais d'absorption d'eau par les PSA et leur potentiel d'adsorption de métaux lourds et 3) la caractérisation des propriétés hydrogéotechniques des matériaux testés.

La phase 1 comprend essentiellement la détermination de la masse volumique des grains solides (ou le calcul de leur densité relative G_s ou D_R) et les courbes de distribution granulométrique des matériaux qui seront testés. La phase 2 prendra en compte les variables tel que le temps de séjour des PSA dans l'eau surnageant, la classe granulométrique des PSA et différents métaux lourds dissous dans l'eau surnageant. La phase 3 comprend des essais d'infiltration en colonnes, la détermination de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) et la détermination des courbes de rétention d'eau (CRE), sans oublier la détermination des gradients d'oxygène, la diffusion effective et le flux d'oxygène dans les colonnes.

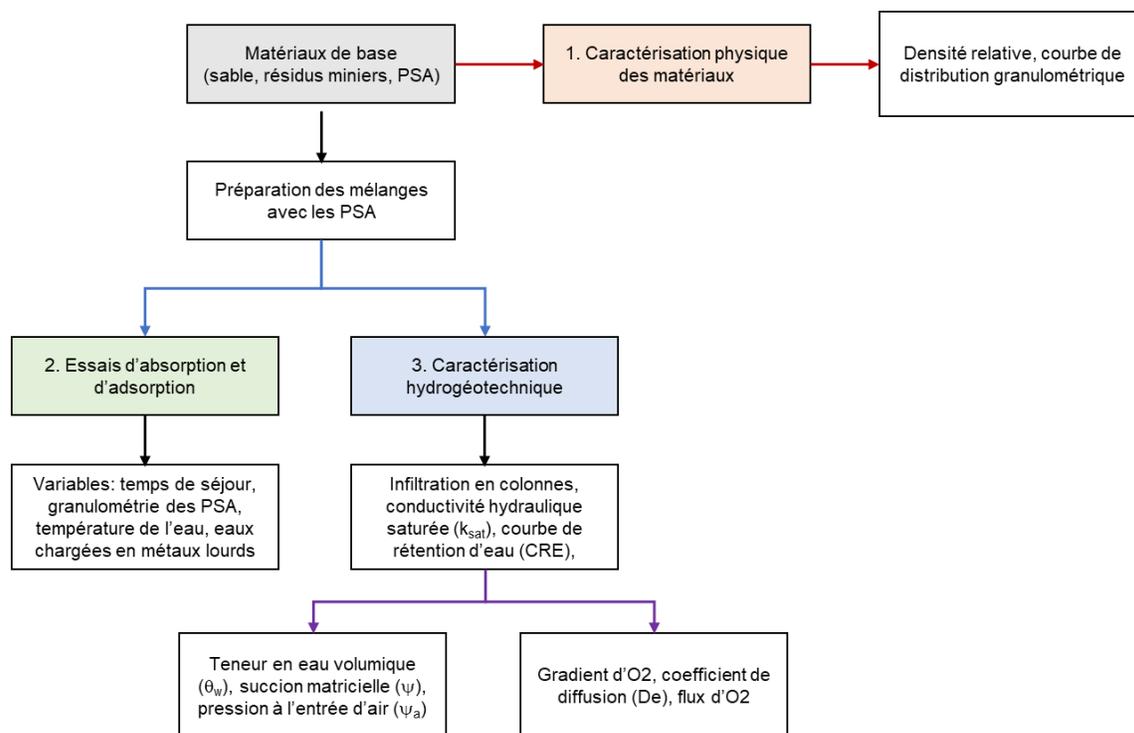


Figure 3.3-1: Diagramme schématique de la méthodologie suivie pour le projet de recherche

3.3.1 Préparation des mélanges faits de sable et différents types de PSA

Comme déjà indiqué dans la section sur les essais préliminaires, deux types de matériaux ont été utilisés pour la préparation des mélanges avec les différents types de PSA pour créer différentes possibilités de la couche de faible perméabilité (CFP), à savoir le sable normal et des résidus miniers fins non générateurs d'eau acide (mine Goldex). Le sable de construction est utilisé tel quel (tout-venant) sans tamisage, et par conséquent, peut contenir quelques grains grossiers de type gravier et de particules de taille moyenne dans sa distribution granulométrique. À partir des résultats des essais préliminaires, sept dosages différents de PSA ont été définis pour la préparation des mélanges à savoir 0.3, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 et 1% massique de PSA. De plus, même si tous les PSA utilisés sont de type polyacrylate de sodium (PA-Na), il n'en demeure pas moins qu'en regard à leur différence granulométrique, leur réponse dans les mélanges pourrait bien différer. Une fois les différentes pesées d'échantillons effectuées, le tout est mélangé et soigneusement homogénéisé.

3.3.2 Caractérisation physique des matériaux de base

3.3.2.1 Masse volumique spécifique des grains solides et densité relative (G_s)

Le pycnomètre à hélium (Figure 3.3-2) a servi pour déterminer la masse volumique des grains solides (ρ_s) des matériaux de base et leurs mélanges et d'en déduire leur densité relative G_s ou D_R ($= \rho_s/\rho_w$).



Figure 3.3-2 : Pycnomètre à hélium

Pour ce faire, une masse de matériau est pesée puis introduite dans la chambre d'analyse. Ensuite, le matériau est pressurisé avec de l'hélium jusqu'à une pression prédéterminée. Le gaz hélium pouvant circuler facilement dans la chambre d'expansion à un volume connu, mesure ensuite la

pression d'équilibre. Le volume de l'échantillon analysé peut ainsi être calculé à l'aide de la loi des gaz parfaits, et le rapport de la masse sur le volume donne la valeur de ρ_s en g/cm^3 (G_s ou $D_R = \rho_s/\rho_w$), avec une erreur de l'ordre de $\pm 0,01 \text{ g/cm}^3$.

Dans les Tableaux 3.3-1 et 3.3-2 sont présentés les résultats de la détermination de la densité relative (D_R ou G_s) des différents matériaux de base et leurs mélanges, au moyen du pycnomètre à hélium. On peut observer que la densité relative (G_s) des types de PSA SAG-M85F, SAG-A03P et SAG-M06K est identique. Le G_s pour le PSA de type SAG-M06L est légèrement inférieure à celle des trois autres PSA. La densité relative moyenne des PSA est de 1,62 et a été déterminée en mélangeant tous les quatre types de PSA pour former le PSA de type SAG-M4.

Tableau 3.3-1 : Densité relative des matériaux de base testés

Matériau	SAG-M85F	SAG-A03P	SAG-M06K	SAG-M06L	SAG-M4	Sable	Résidus Goldex
G_s	1,61	1,63	1,62	1,58	1,62	2,72	2,79

La densité relative des mélanges de sable et de PSA et de résidus de la mine Goldex et de PSA a été calculée en utilisant la relation suivante (Belem, 2022, note de cours sur les remblais miniers):

$$G_{s_mélange} = \left[\frac{x_{PSA}}{G_{s_PSA}} + \frac{x_{granulat}}{G_{s_granulat}} \right]^{-1} \quad (3.3-1)$$

où x_{PSA} = proportion (fraction) de PSA; $x_{granulat}$ = proportion (fraction) de sable ou de résidus dans le mélange sable-PSA ou résidus-PSA, avec ($x_{PSA} + x_{granulat} = 1$); G_{s_PSA} et $G_{s_granulat}$ = densité relative du PSA et du sable seul ou des résidus seuls.

Le Tableau 3.3-2 montre que la densité relative des mélanges est contrôlée par celle du granulat (sable ou résidus miniers).

Tableau 3.3-2: Densité relative des mélanges sable-PSA pour la couche CFP

Mélange	Densité relative (G_s) des mélanges						
	0,3% PSA	0,5% PSA	0,6% PSA	0,7% PSA	0,8% PSA	0,9% PSA	1% PSA
PSA + sable	2.714	2.711	2.709	2.707	2.705	2.703	2.702
PSA + résidus Goldex	2.784	2.780	2.778	2.776	2.774	2.772	-

3.3.2.2 Analyse granulométrique des matériaux

L'analyse de la distribution de la taille des grains de PSA est importante pour comprendre leur propriété d'absorption et de rétention d'eau, et surtout leur potentiel à former du blocage de gel à l'intérieur des mélanges. Les analyses granulométriques des échantillons de PSA utilisés dans cette étude ont été réalisées à l'état sec à l'aide du granulomètre au laser MASTERSIZER 3000 de Malvern Panalytical. Ce granulomètre utilise la diffraction laser pour mesurer la distribution granulométrique volumique des matériaux.

Concrètement, le MASTERSIZER mesure l'intensité de la lumière diffusée lorsqu'un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées. Ces données sont ensuite analysées pour calculer la taille des particules qui ont créé le motif de diffusion. Le MASTERSIZER 3000 présenté à la Figure 3.3-3) dispose des accessoires de dispersion humide pour l'analyse de la distribution granulométrique des résidus Goldex, du sable et un système de dispersion à sec qui permet une dispersion rapide de poudre, même pour les matériaux les plus fragiles (ex. des PSA).

Ce granulomètre laser est recommandé pour les fractions granulométriques comprises entre 0,05 μm et 879 μm . La précision de mesure est de $\pm 2\%$ pour le diamètre des particules.



Figure 3.3-3: Granulomètre laser MASTERSIZER 3000 (Malvern Panalytical)

La Figure 3.3-3 présentent les courbes de distribution granulométrique des matériaux testés, à savoir les quatre types de PSA, le sable normal de béton et les résidus de la mine Goldex (non générateurs d'acidité).

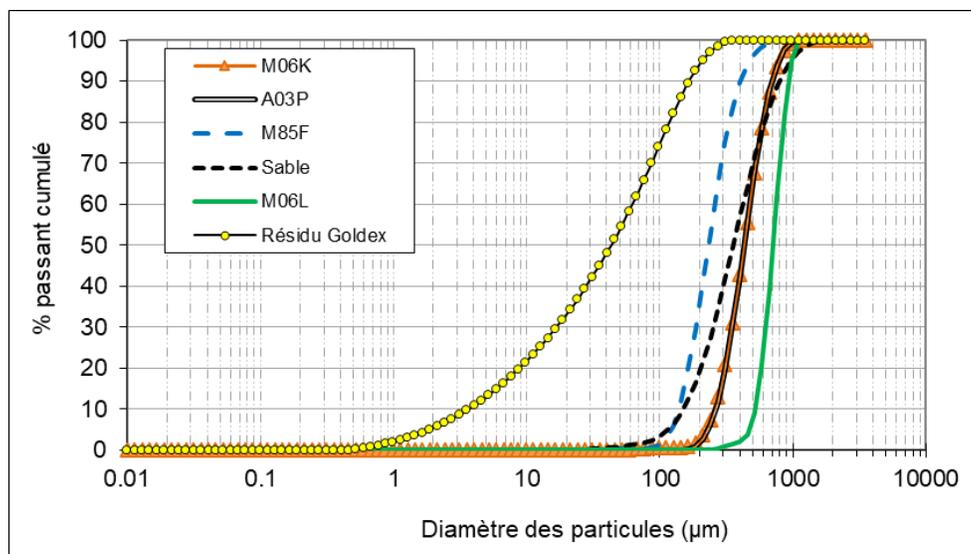


Figure 3.3-4: Courbes de distribution granulométrique des matériaux de base

Généralement, les courbes de distribution granulométrique permettent de déterminer les paramètres importants de gradation tels que les coefficients d'uniformité (équation (3.3-2)) et de courbure (équation (3.3-3)) à partir du diamètre effectif (D_{10}) et des diamètres D_{30} et D_{60} qui représentent respectivement les diamètres des particules correspondant à 10%, 30% et 60% des passants sur la courbe granulométrique. Le coefficient d'uniformité renseigne sur l'homogénéité granulométrique du matériau. Ainsi, lorsque $C_U \geq 6$ le matériau est dit de granulométrie étalée. Le matériau est dit uniforme lorsque $C_U < 3$.

$$C_U = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (3.3-2)$$

$$C_C = \frac{D_{30}^2}{D_{10} \cdot D_{60}} \quad (3.3-3)$$

Les Tableaux 3.3-3 et 3.3-4 présentent les résultats de l'analyse granulométrique des matériaux de base et de leurs différents mélanges. Les valeurs des principaux paramètres granulométriques de tous les matériaux de base : sable seul et les échantillons de PSA (M85F, M06L, M06K et A03P) présentées dans le Tableau 3.3-3 ainsi que les valeurs de C_U calculées indiquent que la distribution de la taille des particules des PSA est très serrée ou uniforme ($C_U = D_{60}/D_{10} < 2$). Le diamètre effectif (D_{10}) varie comme suit : $M85F < M06L < M06K < A03P$. Les valeurs de C_U pour les mélanges avec différents pourcentages de PSA (Tableau 3.3-4) montrent une distribution granulométrique serrée ($2 < C_U \leq 5$).

Tableau 3.3-3: Paramètres granulométriques des matériaux de base

Matériaux	D ₁₀ (µm)	D ₃₀ (µm)	D ₆₀ (µm)	C _u
Sable	150	251	421	2,80
Résidus Goldex	3.7	16.8	62.5	17,05
M85F	139	187	259	1,87
M06K	254	346	476	1,87
A03P	261	350	477	1,83
M06L	522	625	750	1,44
M4	198	309	516	2,60

Tableau 3.3-4 : Paramètres granulométriques des mélanges des matériaux de base

Matériaux	D ₁₀ (µm)	D ₃₀ (µm)	D ₆₀ (µm)	C _u
Sable + 0,5% M85F	142	207	315	2,22
Sable + 0,6% M85F	142	202	302	2,13
Sable + 0,7% M85F	140	198	291	2,08
Sable + 0,8% M85F	139	193	280	2,01
Sable + 0,9% M85F	139	190	270	1,94
Sable + 1,0% M85F	138	186	261	1,89
Résidus + 0,3% M85F	9	62	182	20.57
Résidus + 0,7% M85F	20	130	220	10.88

3.3.3 Évaluation du taux d'absorption et d'adsorption de métaux lourds contenus dans les effluents miniers synthétiques

Pour toute utilisation des PSA, la connaissance de leur taux d'absorption est essentielle. De plus, leur mélange avec un sol pour créer une couche de faible perméabilité (CFP) comme élément d'un recouvrement nécessite de connaître leur capacité de rétention d'eau. Ce qui a conduit à déterminer préalablement leur capacité d'absorption dans l'eau déionisée à différentes températures. Récemment, des essais ont été réalisés au laboratoire pour l'évaluation du taux d'absorption des PSA dans des effluents miniers, à la fois pour déterminer leur potentiel de densification des résidus miniers en pulpe et de séquestration de métaux lourds contenus dans ces effluents miniers (Addi, 2020; Kabamba, 2019). Dans le présent projet, le taux d'absorption des PSA sera évalué afin de déterminer leur taux de rétention d'eau dans la matrice polymère. Pour ce faire, une masse identique d'un gramme (1 g) de tous les quatre types de PSA (M85F, M06L, M06K et A03P) sec a été immergée dans un même volume d'eau déionisée de 350 ml pendant un temps fixe d'une heure. Après filtration à l'aide d'un filtre à thé et du filtre à air pour éliminer toute l'eau interstitielle (l'eau entre les grains de PSA gonflés), l'hydrogel est pesé pour obtenir la masse de PSA à

l'équilibre de gonflement et la capacité ou le taux d'absorption à l'équilibre peut être calculé à l'aide de l'équation (2.3-1) ou de l'équation (3.2-12).

En rappel, le taux d'absorption représente la quantité maximale d'eau ou de solution que peuvent absorber les échantillons de PSA à l'équilibre. En outre, des essais de désorption des PSA gonflés au cours du temps vont permettre d'évaluer le taux de rétention d'eau des PSA à l'état libre (condition ambiante). Pour ce faire, les échantillons d'hydrogels gonflés jusqu'à l'équilibre sont laissés à l'air libre au laboratoire puis leurs masses finales sont pesées régulièrement à différents temps écoulés (après 2, 5, 9, 13, 16, 23, 30 et 37 jours temps à partir duquel, on observe plus de variation de masse des PSA). Soit $K_{PSA-gels}(t_0)$ la capacité d'absorption d'eau des PSA après un taux de résidence d'au moins 24 heures (= $M_{PSA-gels}(t_0) / M_{PSA-secs}$). Afin de déterminer le taux de désorption (ou la capacité de rétention d'eau), les gels de PSA sont laissés à l'air libre et sont ensuite pesés après différents temps écoulés (2, 5, 9, 13, 16, 23, 30, et 37 jours). Soit $M_{PSA-gels}(t)$, la masse de gel de PSA après le temps écoulé t (jours). Le taux de désorption ou la capacité de rétention d'eau (%CR) peut être calculé comme suit :

$$\%CR = \frac{K_{PSA-gels}(t)}{K_{PSA-gels}(t_0)} = \frac{M_{PSA-gels}(t)/M_{PSA-secs}}{M_{PSA-gels}(t_0)/M_{PSA-secs}} = \frac{M_{PSA-gels}(t)}{M_{PSA-gels}(t_0)} \quad (3.3-4)$$

où $K_{PSA-gels}(t)$ est la capacité de rétention de l'eau ou le taux de désorption des gels de PSA après leur temps (t) d'exposition à l'air ambiant.

3.3.3.1 Essais d'absorption de l'eau déionisée à différentes températures

Les tests d'absorption de l'eau déionisée chauffée à différentes températures (de 40°C à 80°C) ont été réalisés au laboratoire à l'aide d'une plaque chauffante et d'un thermomètre. Ainsi, ce dispositif permet de chauffer l'eau déionisée tout en mesurant la température correspondante. Le but de ce test est de comprendre le comportement d'absorption des PSA dans différentes conditions de température. Pour ce faire, une masse fixe de 0,5 mg de type de PSA est introduite dans une quantité arbitraire de 300 ml d'eau chauffée jusqu'à la température comprise entre 40 et 80°C pendant 10 min, puis l'hydrogel retiré de l'eau est pesé après avoir été filtré pour éliminer toute l'eau intergranulaire du PSA.

3.3.3.2 Essais d'absorption à différents pH

Plusieurs solutions à pH différents ont été préparées au laboratoire par l'ajout des solutions concentrées d'acide chlorhydrique (HCl) et d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans de l'eau déionisée dans le but d'obtenir des solutions de pH basique et de pH acide pour les essais sur l'influence du pH sur le taux d'absorption. Le pH-mètre de marque VWR-collection a été utilisé pour l'ajustement des mesures du pH. Quatre valeurs de pH ont été retenues pour les essais d'absorption, à savoir : deux pH acides (3,45 et 5,86) et deux pH basiques (8,69 et 10,54). Les essais consistent à immerger une même masse de 0,5g de chaque type de PSA dans une quantité connue de 300 ml de solution basique ou acide pour un temps de séjour de 30 min, 1 h, 8 h et 24 h. Les taux d'absorption ainsi obtenus seront comparés à ceux obtenus dans l'eau déionisée.

3.3.3.3 Évaluation du taux de rétention de métaux lourds par les PSA

Afin d'évaluer le potentiel d'adsorption de métaux lourds tels que Co, Zn, Cu, Pb, As, Al, Fe, Cr, Ni et S par les PSA, des solutions synthétiques d'effluents contaminés à partir de leurs sels dissous dans de l'eau déionisée ont été préparées au laboratoire. La Figure 3.3-5 présente les étapes des essais destinés pour estimer la capacité d'adsorption de métaux par les quatre types de PSA.

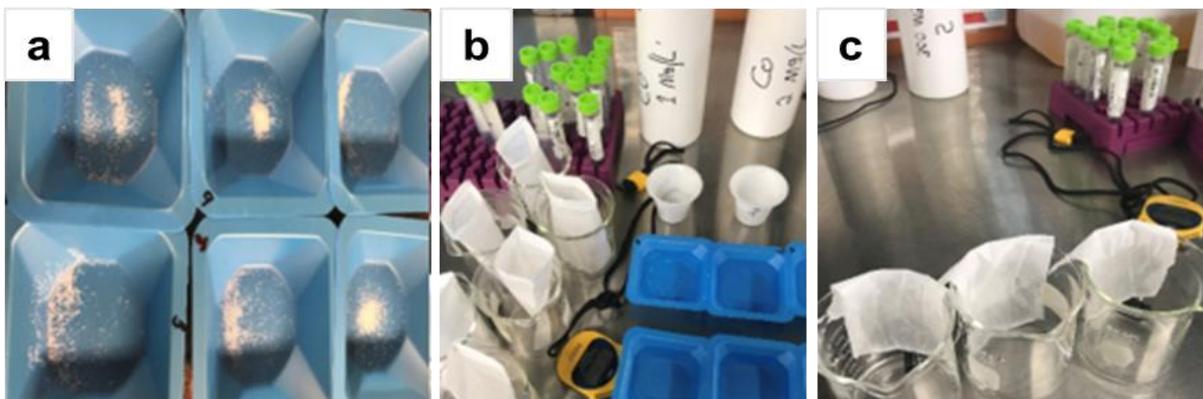


Figure 3.3-5: Étapes des essais d'adsorption de métaux par les PSA : a) PSA secs, b) processus d'adsorption après ajout de la solution métallique synthétique et c) séparation des PSA contenus dans un sachet de thé de la solution résiduelle sans y appliquer une pression.

Le but étant de simuler au mieux la composition chimique des eaux surnageantes des parcs à résidus potentiellement contaminées. Trois concentrations ont été synthétisées (forte, moyenne et faible) soit de 3, 2 et 1 ppm \pm 0,001, soit trois échantillons pour chaque élément chimique. Pour ce faire, connaissant les concentrations finales souhaitées ainsi que le volume de chaque solution, la relation

de calcul de la concentration a été utilisée pour déterminer les masses des solutés à dissoudre dans l'eau déionisée :

$$[C] = M/V \Rightarrow M = [C] \times V \quad (3.3-5)$$

Un dosage massique de 1,5 g/500 ml (soit 0,03 g/ml ou g/cm³) de chaque échantillon de PSA a été testé pour les trois concentrations en métaux lourds (solutions synthétiques). Ainsi, la masse de chaque type de PSA est immergée dans 500 ml de solution synthétique pendant un temps de séjour d'environ 2 heures pour favoriser l'adsorption des métaux lourds. Après ce temps d'immersion, la quantité de solution synthétique résiduelle (celle qui n'a pas été absorbée) est conditionnée dans des tubes à essais destinées aux analyses élémentaires à l'ICP-MS (spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif) pour déterminer la concentration finale de l'élément lourd concerné.

Le Tableau 3.3-6 présente les concentrations initiales des solutions synthétiques pour quelques éléments (As, Co, Cu et Ni), ainsi que les valeurs de pH de ces solutions synthétiques avant les essais d'adsorption.

Tableau 3.3-5 : Concentrations initiales et pH initiaux des solutions synthétiques

Élément chimique	Concentration initiale (mg/L ou ppm)	pH initial
[As]1	1,22	4,11
[As]2	2,39	3,95
[As]3	3,41	3,77
[Co]1	1,12	3,68
[Co]2	2,14	3,95
[Co]3	3,75	4,18
[Cu]1	1,27	4,24
[Cu]2	2,28	4,74
[Cu]3	3,63	5,63
[Ni]1	1,25	5,21
[Ni]2	2,28	4,35
[Ni]3	3,53	4,14

1 : concentration faible; 2 : concentration moyenne; 3 : concentration forte

3.3.4 Propriétés hydrogéotechniques

Le comportement hydrique d'un matériau peut être étudié au travers de la détermination de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) et de la courbe de rétention d'eau (CRE). De plus, ce sont ces deux propriétés ($k_{\text{sat}} > 10^{-7}$ m/s; $\psi_a > 20$ kPa; $S_r > 85\%$) qui permettent généralement de qualifier l'adéquation de la CFP et des couches drainante et de bris capillaire dans le cas des couvertures avec effet de barrière capillaire (CEBC). Rappelons à nouveau que lorsque les PSA à grains fins sont gonflés d'eau (de 200 à 300 fois leur propre masse en eau), ils se transforment généralement en gel. Il est alors important de comprendre le comportement hydrique des mélanges de matériaux granulaires tel que le sable et les résidus miniers fins qui ne sont pas générateurs d'acidité avec des PSA.

3.3.4.1 Essais de perméabilité

La conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) est un paramètre qui traduit la facilité qu'a un matériau poreux à se laisser traverser par un fluide et peut permettre aussi de quantifier le débit du fluide à travers l'échantillon analysé. Au cours de l'essai de perméabilité, plusieurs paramètres entrent en jeu pour la détermination de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) qui sont, entre autres, l'indice des vides (e) et le degré de saturation (S_r). Avant le début des essais, il est recommandé que le matériau soit totalement saturé ($S_r = 100\%$). Les essais de perméabilité seront réalisés afin de déterminer les valeurs de conductivité hydraulique des matériaux de base (résidus miniers non générateur, sable normal de béton) et tous les échantillons des mélanges sable-PSA et résidus-PSA. Il est à noter qu'il n'était pas pertinent de réaliser des essais de perméabilité directement sur des PSA gonflés (hydrogel) en raison de la difficulté liée à leur saturation complète dans le perméamètre ainsi qu'à leur aspect gélatineux après saturation.

La conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) peut être déterminée au laboratoire par les méthodes directes à l'aide des essais soit à charge constante (*constant head*) ou à charge variable (*falling head*). Les essais à charge constante sont réalisés sur des matériaux grossiers comme les sables et les graviers qui sont très perméables ($k_{\text{sat}} \geq 10^{-5}$ cm/s ou 10^{-7} m/s). Les essais à charge variable sont réalisés sur des matériaux fins comme les sables fins ou les silts qui sont faiblement perméables ($k_{\text{sat}} < 10^{-5}$ cm/s ou 10^{-7} m/s). De plus, les essais à charge constante peuvent être réalisés à l'aide de perméamètres à parois rigides (ex. œdomètre), tandis que les essais à charge variable peuvent être réalisés à l'aide de perméamètres à parois rigides et flexibles (ex. cellule triaxiale).

Seuls les échantillons des mélanges de sable avec 0,8%, 0,9% et 1% de PSA seront utilisés pour les essais de perméabilité au perméamètre à parois flexibles en suivant la norme ASTM D5084-90. Toutefois, l'essai sur le sable (témoin) sera réalisé à charge constante au perméamètre à parois rigides selon la norme ASTM D2434-06, tandis que les essais sur les échantillons des mélanges de sable avec 0,5%, 0,6% et 0,7% de PSA seront réalisés à charge variable au perméamètre à parois rigides selon la norme ASTM D5856-95.

Il est à noter que dû au fait que les PSA ont deux comportements distincts à sec et après gonflement et qu'ils se gonflent beaucoup après absorption de l'eau disponible dans le mélange jusqu'à leur équilibre d'absorption, la détermination de l'indice des vides (e) et du coefficient d'uniformité (C_U) des mélanges sable-PSA n'ont pas été faites. Par conséquent, le model de Kozeny-Carman Modifié (KCM) (Mbonimpa *et al.*, 2002) ne pourra donc pas être utilisé pour estimer k_{sat} . La même limitation se posera pour la prédiction des courbes de rétention d'eau (CRE).

A. Protocol d'essais avec le perméamètre à parois rigides

La réalisation de l'essai de perméabilité avec le perméamètre à parois rigides se résume aux étapes suivantes : montage du perméamètre, mise en place du matériau, saturation du matériau dans le perméamètre suivi de la conduite de l'essai. Le perméamètre à parois rigides est composé d'une embase inférieure, d'une embase supérieure, d'un cylindre, de deux pierres poreuses et du géotextile, d'un ressort et d'un cadre.

Lors du montage de l'appareillage, de la graisse d'étanchéité est appliquée à l'embase inférieure ainsi que sur les pourtours inférieur et supérieur du cylindre puis le tout est serré à l'aide d'écrous du cadre posé sur le cylindre. Par la suite et à l'aide d'un pied à coulisse, une valeur moyenne des mesures des épaisseurs du géotextile et de la pierre poreuse est calculée avant qu'ils ne soient placés au fond du cylindre et sur l'embase inférieure. Ensuite, les valeurs moyennes des mesures de la hauteur avant (h_1) et la masse (m_1) du perméamètre vide sont calculées ainsi que celles (h_2) et (m_2) après la mise en place du matériau et son compactage dans le cylindre. Dans notre cas le matériau a été compacté dans le cylindre dû à la difficulté de compaction du mélange sable et PSA.

La masse du montage embase inférieure et cylindre est prise, puis, la masse du matériau compacté dans le cylindre peut être déterminée en faisant la différence entre la masse du montage après compaction et celle avant la mise en place du matériau dans le cylindre. Afin de faciliter à la fois la compaction de l'échantillon dans le perméamètre et sa saturation, environ 8% de la masse du

matériau sec en eau y est ajoutée. Ceci dépend de la nature du matériau. La différence entre les hauteurs h_1 et h_2 permet de calculer la hauteur de l'échantillon dans le perméamètre. On termine le montage en posant sur la partie supérieure de l'échantillon le second géotextile et la pierre poreuse tout en fixant bien le ressort et l'embase supérieure du perméamètre.

Avant de saturer l'échantillon, on s'assure d'avoir retiré toutes les bulles d'air dans le matériau en procédant à son remplissage complet par de l'eau déionisée, puis on pèse l'échantillon avant la saturation. Ensuite, on procède à la phase de saturation sous vide avec de l'eau désaérée du bas vers le haut du perméamètre avec un faible gradient pour permettre, non seulement l'absorption de l'eau par les PSA, mais surtout la saturation complète des pores de l'échantillon. Dans ce cas-ci, la durée de cette opération dépendait du pourcentage de PSA dans le mélange. La durée a été très longue lorsque la masse de PSA utilisée dans le mélange était élevée, souvent de 48 h à 96 h selon le taux de PSA dans le mélange (Figure 3.3.-6). La masse après saturation complète est prise pour permettre le calcul du degré de saturation par la méthode des masses et de volumes.



Figure 3.3-6 : Photos illustrant : (1) la phase de saturation du mélange sable et PSA dans le perméamètre à parois rigides; et (2) le gonflement du matériau après saturation complète.

Avant le début de l'essai, il est important de surveiller le niveau d'eau désaérée dans le tube cylindrique (tube de lecture de la variation de la hauteur d'eau en fonction du temps).

↳ *Essais à charge variable* : on ouvre la valve pour permettre la circulation de l'eau à travers l'échantillon pendant un temps (t_1), et on note le niveau d'eau dans le tube (h_1); au temps t_2 on note la hauteur d'eau h_2 , et ainsi de suite.

↳ *Essais à charge constante* : on ouvre la valve pour permettre la circulation de l'eau à travers l'échantillon et l'on s'assure de la stabilité du niveau d'eau dans les deux tubes cylindriques, puis on note le temps fixe, la variation ($h_2 - h_1$) et le volume d'eau qui s'est écoulé pendant l'intervalle de temps.

Dans cette étude, la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) du sable (témoin) a été déterminée par l'essai à *charge constante* et à l'aide de la relation suivante :

$$k_{sat} = \frac{V_{eau}}{t} \times \frac{L}{A.H} = \frac{Q.L}{A.H} \quad (3.3-6)$$

Avec k_{sat} = la conductivité hydraulique saturée (cm/s); V_{eau} = volume d'eau (cm³); A = aire de l'échantillon (cm²); H = hauteur de l'échantillon (cm); t = temps écoulé (s); Q = débit d'eau (cm³/s).

La conductivité hydraulique k_{sat} des mélanges sable et PSA (PSAM3) de 0,5 à 0,8% a été déterminée par l'essai à *charge variable* avec le perméamètre à parois rigides (Figure 3.3-7) à l'aide de la relation suivante:

$$k_{sat} = \frac{a.L}{A(t_2 - t_1)} \ln\left(\frac{h_1}{h_2}\right) \quad (3.3-7)$$

Avec A et a = les surfaces respectives du perméamètre et du tube cylindrique (cm²); h_1 et h_2 = les hauteurs d'eau dans le tube (cm); t_1 et t_2 le temps écoulé (s).

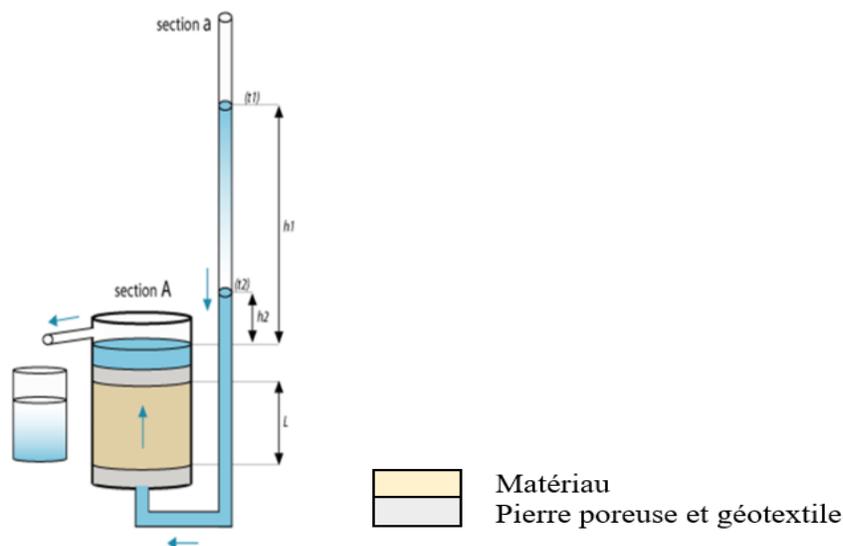


Figure 3.3-7: Schéma d'un perméamètre à parois rigide

B. Protocol d'essais avec le perméamètre à paroi flexible (cellule triaxiale)

Pour les mélanges de sable et PSA à pourcentage élevé, le perméamètre à paroi flexible a été utilisé car dans le perméamètre à paroi rigide, le matériau restait plus d'une dizaine de jours sans pouvoir se saturer. Ceci se traduisait par une situation d'un énorme gonflement à la suite d'une forte absorption d'eau et à un état gélatineux de l'échantillon. Ce qui pouvait endommager les conduites du perméamètre, puisque le gel ne s'écoule pas facilement par gravité. D'où la nécessité d'opérer avec la cellule triaxiale (Figure 3.3-8).

Le perméamètre à paroi flexible est composé d'un cylindre en acier avec collier de serrage, une membrane flexible, un cylindre en plastique, deux pierres poreuses, quatre joints toriques, deux papiers filtres, le mouton et une poire en caoutchouc. Avant la réalisation de l'essai, le matériau doit être soigneusement homogénéisé avec une teneur en eau bien connue. Dans notre cas, il a fallu humidifier suffisamment le mélange sable et PSA afin de permettre un minimum d'absorption de l'eau par les PSA et ainsi faciliter une bonne compaction de l'échantillon. Ensuite, on procède à la mise du matériau comme suit :

- Remplir le cylindre en acier avec l'échantillon en fines couches compactées;
- Araser le surplus sur le dessus avec une règle métallique;
- Installer la membrane flexible à l'intérieur du cylindre en plastique tout en vidant tout l'air entre le cylindre et la membrane à l'aide de la poire en caoutchouc;
- Démouler délicatement l'échantillon du cylindrique en acier et le placer dans le cylindre en plastique et la membrane;
- Retirer le cylindre en plastique et la poire;
- Placer une pierre poreuse saturée et un filtre papier en haut et au bas de l'échantillon, puis les deux joints toriques à l'aide du cylindre en plastique de haut en bas;
- Installer l'échantillon sur l'embase de la cellule, placer la paroi en le centrant bien, et serrer tous les écrous tout en s'assurant de leur étanchéité;
- Remplir la cellule avec de l'eau désaérée, vérifier toutes les connexions (conduites d'eau et d'air) pour éliminer toute source de fuite;
- Procéder à la saturation de l'échantillon, puis à l'essai en suivant la même démarche que celle réalisé à l'aide du perméamètre à paroi rigide et à charge variable après la purge (confirmation de l'état de saturation).



Figure 3.3-8 : Montage du matériau (mélange de sable et 1% PSA) dans la cellule triaxiale

3.3.4.2 Courbe de rétention d'eau (CRE)

La courbe de rétention d'eau (CRE) est une fonction indispensable pour définir le comportement non saturé des sols et leur mélange. Elle représente la relation entre la teneur en eau ou le degré de saturation en fonction de la succion appliquée. Autrement dit, la CRE est représentée par les valeurs des mesures d'eau perdue du matériau pendant la désaturation sous une pression donnée. Cette CRE peut être décrite selon la granulométrie, la forme, la minéralogie et la surface spécifique des grains, la porosité et la composition chimique de l'eau interstitielle (Aubertin *et al.*, 2003). S'agissant des mélanges de sable et de PSA de différentes proportions, la CRE peut en plus de ces paramètres, dépendre du taux d'absorption et de la masse des PSA contenus dans le mélange. Ainsi, dans l'optique de déterminer le comportement hydrique des mélanges de sable et de PSA, des essais de mesures de la courbe de rétention d'eau dans des cellules de pression (ou *Tempe cells*) ont été réalisés au laboratoire. Le principe de l'essai consiste à appliquer des paliers de pression (jusqu'à 1500 kPa) au-dessus de l'échantillon, puis de suivre l'évolution de la teneur en eau volumique du mélange. En ce qui concerne les sols granulaires ou leur mélange (sable, résidus, boues, etc.), la saturation est simple et moins contraignante contrairement aux mélanges de sable et de PSA. En effet, dans ce cas il faudrait permettre aux PSA contenus dans le mélange d'absorber l'eau jusqu'à l'équilibre, puis jusqu'à ce qu'il devienne gélatineux. À ce stade, il est supposé être saturé. Pendant la saturation des différents mélanges de sable et de PSA, on s'est servi du pouvoir d'absorption

d'eau des PSA, 1 g de PSA pouvant absorber environ 300 à 350 ml d'eau pour assurer une saturation parfaite des mélanges.

3.3.4.3 Mesures des teneurs en eau volumiques et des succions

a) Teneurs en eau volumiques (TEV)

La teneur en eau volumique dans les montages des essais en colonne a été mesurée à l'aide de sondes de teneur en eau volumique type EC-5 (Figure 3.3-9) qui détermine la constante diélectrique des milieux grâce à la technologie de réflectométrie dans le domaine fréquentiel. Les lectures des sondes sont stockées dans un enregistreur de données (*data logger* Em50) et collectées à l'aide du logiciel Echo20 qui permet également de configurer la fréquence (en Hz) d'acquisition des données. Dans chaque couche d'épaisseur connue, deux sondes EC-5 sont placées à 30 cm du haut et 10 cm en bas de la couche de 40 cm, et les mesures de teneur en eau volumique (θ_w).



Figure 3.3-9: Sonde de mesure de la TEV : (a) Sonde EC-5 et (b) Datalogger Em50

Puisque les sondes EC-5 sont pré-calibrées par le fabricant, elles fournissent directement les mesures de la teneur en eau volumique ou TEV ($m^3.m^{-3}$). En principe, les sondes devaient fournir les lectures en millivolts qui seraient ensuite calibrées avec les valeurs réelles de TEV calculées car le voltage mesuré par les sondes est affecté par le milieu de mesure (par exemple, la présence de sulfates dissous). Néanmoins, à défaut de disposer des mesures des voltages, il est possible de corréler les valeurs de TEV mesurées par les sondes EC-5 avec les valeurs réelles calculées. À cet effet, les différents matériaux d'essais ont été placés dans des moules en plastique de volume (V_{moule}) variant entre 690 et 717 cm^3 . Les sondes EC-5 y sont introduites et de l'eau est progressivement ajoutée jusqu'à saturation tout en prenant les mesures de TEV (Figure 3.3-10).

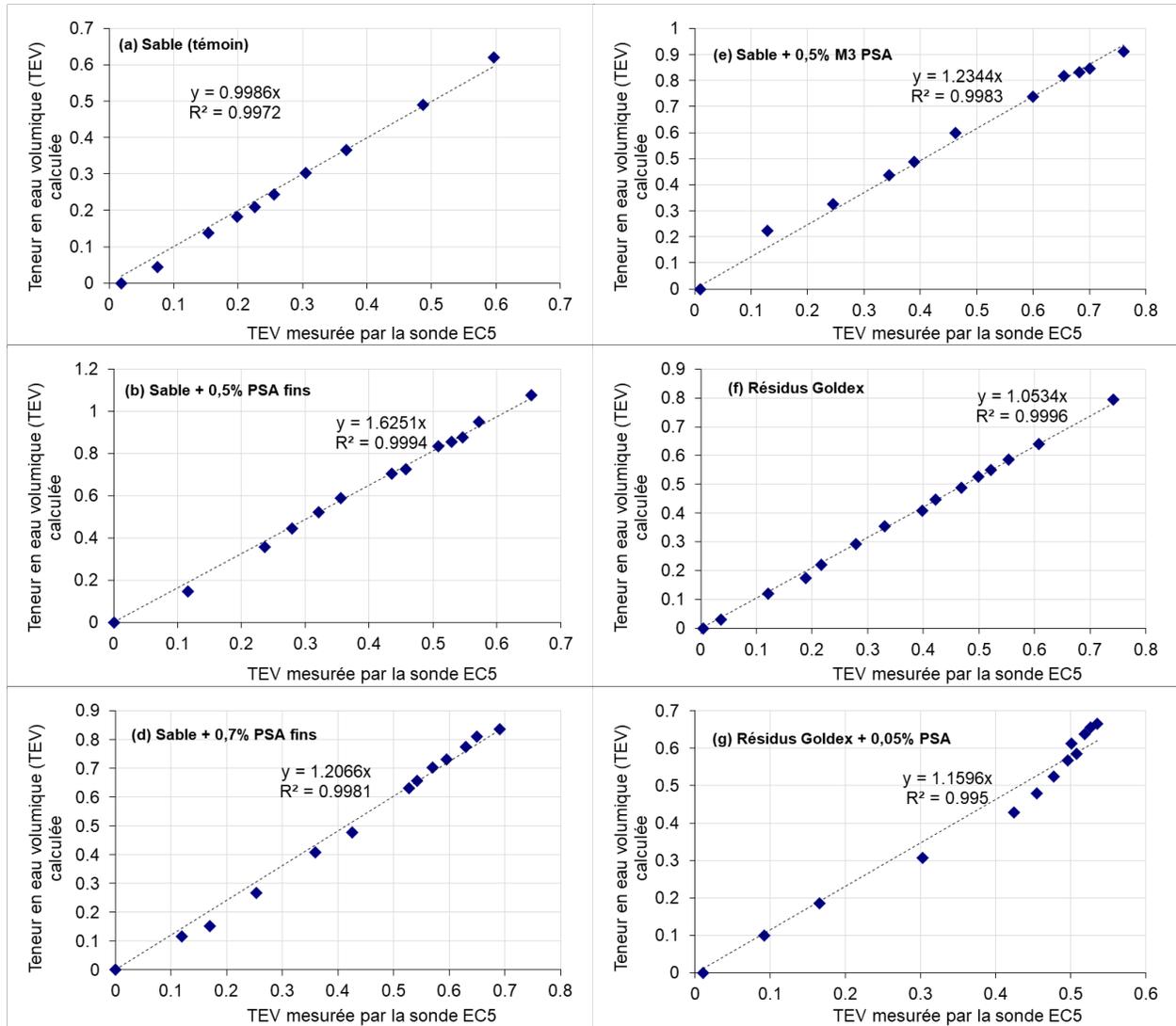


Figure 3.3-10 : Corrélation entre la TEV mesurée par la sonde EC-5 et celle réelle calculée

La teneur en eau volumique réelle ($TEV_{réelle} = \theta_{réelle}$) peut être calculée à l'aide des relations suivantes :

$$TEV_{réelle} = \theta_{réelle} = \frac{M_{solide}}{V_{moule} \cdot \rho_w} \left(\frac{1}{C_w} - 1 \right) \quad (3.3-8)$$

$$TEV_{réelle} = \theta_{réelle} = \frac{M_{humide} \cdot C_w}{V_{moule} \cdot \rho_w} \left(\frac{1}{C_w} - 1 \right) \quad (3.3-9)$$

Avec n = porosité, w = teneur en eau massique ou pondérale, $G_s = D_R$ = densité relative, ρ_d = masse volumique sèche (ML^{-3}), ρ_s = masse volumique des grains solides (ML^{-3}), $\rho_h = M_h/V_T$ = masse volumique humide (ML^{-3}), C_w = pourcentage solide massique (décimal). De plus,

$$\theta = (1 - n)wG_s$$

$$n = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad \text{donc } n = 1 - \frac{C_w \rho_h}{\rho_s}$$

$$\rho_s = G_s \rho_w$$

$$\rho_d = C_w \rho_h$$

$$C_w = M_{\text{solide}}/M_{\text{humide}}$$

$$w = (1/C_w - 1)$$

La méthode la plus simple et la plus fiable est de calculer la masse maximale de solide que le moule peut contenir (connaissant ρ_s) sans aucun vide (M_{s0}), d'estimer ensuite la masse fixe de solide qui doit être introduite dans le moule pour toutes les mesures subséquentes ($M_s = M_{\text{solide}}$). Le calcul du volume de solide ($V_s = V_{\text{solide}} = M_{\text{solide}}/\rho_s$) permet d'estimer le volume des vides (V_v) dans le moule contenant le matériau d'essai ($V_v = V_{\text{moule}} - V_s$). Connaissant V_v , le volume d'eau (V_w) ou la masse d'eau totale (M_w) à ajouter au matériau d'essai pour le saturer sont connus. Avant de débiter les mesures, il est souhaitable de définir le nombre (N) d'incrément (ex. $N = 10$ points de mesure) qui servira à calculer le volume incrémental d'eau $\Delta V_w (= V_w/[N - 1])$ ou la masse incrémentale d'eau $\Delta M_w (= M_w/[N - 1])$ à ajouter pour chaque point de mesure (pour le premier point, $\Delta V_w = \Delta M_w = 0$). Il est préférable que pour le deuxième point, le matériau sec et le volume incrémental d'eau soient mélangés correctement ensemble avant de les placer dans le moule pour débiter les mesures. Ceci facilitera également le mouillage et l'écoulement de l'eau dans le moule lors des prises de mesure pour les autres points.

Les résultats des mesures présentés dans la Figure 3.3-10 montrent que mis à part pour le sable où la pente de la droite de régression est inférieure à 1, pour tous les autres matériaux (mélanges sable et PSA, résidus Goldex, mélange de résidus Goldex et PSA) cette pente est supérieure à 1. Ce qui suggère que les sondes EC-5 sous-estiment la valeur réelle de la teneur en eau volumique. Cette façon de faire *n'est pas réellement un calibrage, mais plutôt une corrélation* entre les valeurs de TEV. L'équation générale de corrélation est de type affine (avec $R^2 > 0.98$) :

$$TEV_{réelle} = \theta_{réelle} = a \cdot \theta_{EC-5} \quad (3.3-10)$$

Avec la pente $a = 0.9986$ pour le sable, $a = 1.6251$ pour le sable et 0,5% de PSA fins, $a = 1.2066$ pour le sable et 0,7% de PSA fins, $a = 1.2344$ pour le sable et 0,5% de PSA M3 (mélange), $a = 1.0534$ pour les résidus Goldex, $a = 1.1596$ pour les résidus Goldex et 0,05% de PSA.

b) Succions

Pour ces essais, seuls les sondes *Watermark* étaient disponibles. La sonde de succion (ex. *Watermark*) permet de mesurer le potentiel hydrique ou chimique (énergie interne) d'un matériau (ou sol) poreux contenant un fluide tel que l'eau. Cette sonde est munie d'un dispositif de semi-conducteur permettant de détecter la résistance électrique du milieu poreux non saturé; ce qui permet par la suite de mesurer la tension capillaire de l'eau contenue dans ce milieu poreux non saturé. Une fois la sonde en contact avec l'échantillon, la tension s'équilibre à l'intérieur de la sonde, puis la lecture est faite à l'aide du moniteur *Watermark* (Figure 3.3-11) qui permet de lire la valeur en kilopascal (kPa) ou centibar (cbar). Il est à noter que plus le matériau est saturé, plus cette valeur tend vers zéro. Et lorsque le matériau est à peu près sec, la mesure devient supérieure à 10 et peut aller jusqu'à environ 189 kPa. La plage de mesure du *Watermark* est comprise entre zéro et environ 200 kPa.



Figure 3.3-11 : Bloc Watermark et data logger Watermark (Irrometer)

3.3.4.4 Montage des essais en colonnes

Les essais en colonnes vont permettre d'évaluer le comportement hydrique des différents mélanges de sable et de PSA (teneur en eau volumique, succion) et d'évaluer leur capacité à réduire la diffusion d'oxygène dans le milieu. Pour ce faire, quatre colonnes instrumentées de sondes de teneur en eau (de type EC-5), de succion et des tubes d'échantillonneurs de gaz ont été utilisés. Deux configurations de colonnes ont été utilisées : une configuration représentant uniquement la

couche de faible perméabilité (CFP) qui est un mélange de sable avec 0,5% de PSA (Figure 3.3-12) et une configuration représentant un bris capillaire avec la couche CFP en sandwich entre deux couches de sable (Figure 3.3-12). Dans ce cas, les proportions de 0,7% et de 1% de PSA ont été utilisées dans les mélanges avec le sable, et l'épaisseur de chacune des deux couches de sable intercalaires est de 20 cm; ceci, dans le but de réduire les effets de gonflement des PSA dans la colonne.

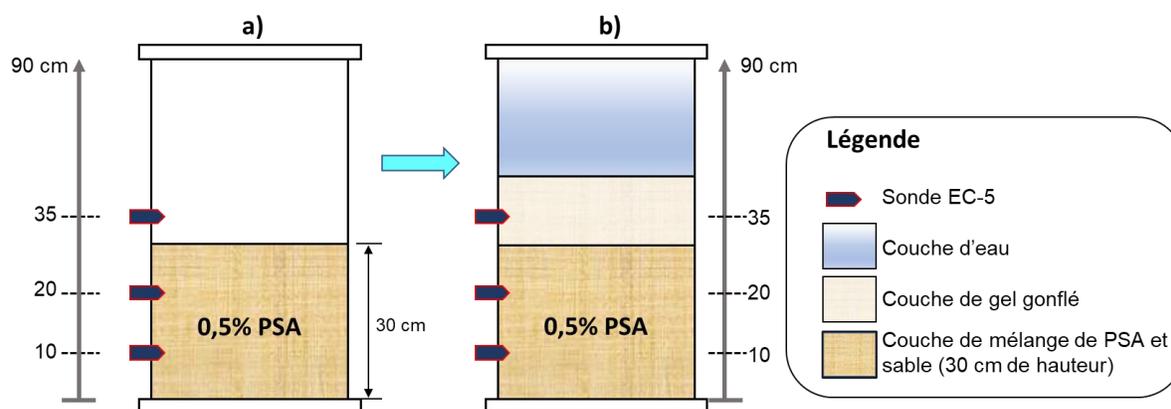


Figure 3.3-12 : Schéma de la colonne de CFP qui est un mélange sable et de 0,5% de PSA

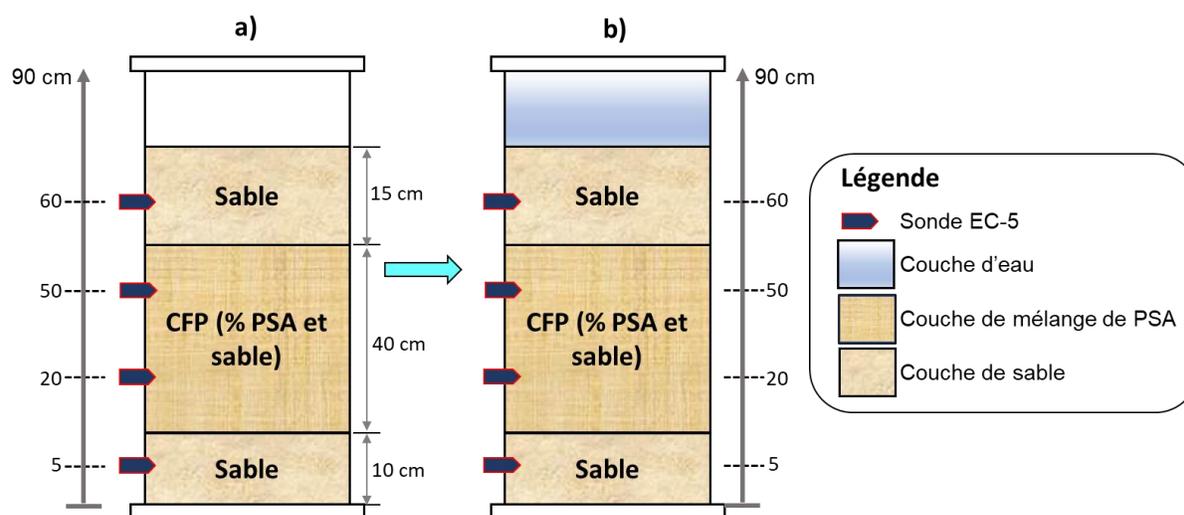


Figure 3.3-13 : Schéma de la colonne de CFP qui est un mélange sable et de 0,7% et 1% de PSA

On peut donc dire que la configuration de la Figure 3.3-12 représente une couverture de type monocouche, tandis que la configuration de la Figure 3.3-13 représente le cas d'un recouvrement

avec effet de barrière capillaire (mélange de sable avec 0,7% PSA). Dans ce cas, on s'attend à une réduction du gonflement des PSA dans la couche de faible perméabilité (CFP), eu égard à l'effet de la charge exercé par la couche de sable placée au-dessus de la CFP. Lors des essais préliminaires, il a été observé pour les colonnes de mélanges de sable avec 0,7% et 1% PSA, le volume de la CFP était resté presque inchangé. Toutefois, la percolation de l'eau à travers la couche était assez réduite malgré le fait de la présence de la couche superficielle. Après l'absorption à saturation dès le premier rinçage, le matériau est quasiment resté imperméable lors du deuxième cycle de rinçage. Ce phénomène se traduit par le passage du PSA solide à l'état gélatineux présentant ainsi l'aspect d'un écran qui bloque l'eau à la surface de la couche supérieure du sable (effet du *gel-blocking*).

Dans le cas de la configuration de la Figure 3.3-13 où la couche CFP est un mélange de sable et de PSA sans couches intercalaires de sable (état non confiné), son degré d'imperméabilité pourrait la faire jouer soit le rôle d'une couverture de type barrière à l'eau (i.e. conductivité hydraulique très faible, $k_{\text{sat}} \leq 10^{-9}$ m/s), ou bien le rôle d'une monocouche de type nappe phréatique surélevée (i.e., que le bilan hydrique sera contrôlé par les apports d'eau vers les résidus qui seront maintenus à un haut degré de saturation, $S_r > 85\%$).

La question qui pourrait se poser est de savoir si la CFP peut se comporter comme une couche de stockage de l'eau durant la saison pluvieuse et la retourner à l'atmosphère par évaporation pendant la saison sèche comme dans le cas d'un recouvrement de type stockage et relargage ou *store and release* (SR) souvent appliqué dans les régions arides. En effet, un tel système devra avoir une grande capacité de rétention de l'humidité afin de pouvoir limiter l'écoulement de l'eau vers la couche de résidus réactifs sous-jacente. Une CFP fait d'un mélange de sable avec des PSA serait capable d'absorber des quantités importantes d'eau avec un très faible taux de percolation lorsque les PSA sont complètement transformés en gel. Toutefois, toute variation des niveaux de précipitation pourrait constituer une limitation du bon fonctionnement d'un tel type de CFP contenant des PSA. Afin d'élucider ce phénomène, le matériau après les essais de perméabilité a été séché et soumis à un test de regonflement en le rinçant de nouveau pour comprendre le comportement du gel après séchage (Figure 3.3.-14).



Figure 3.3-14: Mélange de sable et 0,7% de PSA après séchage à l'étuve à 60°C pendant 72 h

3.3.4.5 Flux d'oxygène à travers les différents matériaux

Le contrôle du degré de diffusion de l'oxygène à travers le matériau de la couche de faible perméabilité (CFP) comme barrière à l'oxygène et/ou à l'eau permet d'évaluer sa capacité et son efficacité à empêcher ou à réduire considérablement ou pas l'oxydation des résidus sulfureux sous-jacents. Plusieurs méthodes expérimentales existent pour estimer le flux d'oxygène à travers la CFP à savoir la méthode de l'épuisement des sulfates, celle de la consommation d'oxygène et la méthode du gradient. Dans ce mémoire, c'est la méthode du gradient qui sera utilisée à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse. Pour que la CFP puisse être considérée comme efficace, il est important que la quantité d'oxygène qui pourrait être diffusée par an soit dans la gamme de valeurs comprises entre 20 et 40 g d'O₂/m²/an (Bussière *et al.*, 2009; Dagenais, 2005)

La méthode du gradient d'oxygène consiste à prendre des mesures de la concentration d'oxygène au moins à deux niveaux d'élévation différents dans le matériau de la CFP. Ces mesures peuvent être faites soit au laboratoire dans des colonnes instrumentées ou in situ sur des recouvrements déjà en place. C'est une méthode assez pratique qui peut être appliquée sur des matériaux inertes ou réactifs et en régime permanent. Ainsi, en connaissant le coefficient de diffusion effectif (D_e) qui aurait été estimé ou déterminé expérimentalement et disposant des valeurs des mesures de concentration d'oxygène, il s'agira d'appliquer par la suite la première loi de Fick pour calculer le flux d'oxygène qui traverse la CFP.

La procédure expérimentale utilisée ici consiste à extraire un échantillon d'air de 3 à 5 ml, à l'aide d'une seringue de cinq millilitres, dans les ports d'échantillonnage de gaz installés à cet effet sur les colonnes. Par la suite, l'air prélevé est introduit dans le chromatographe à phase gazeuse Agilent microGC qui fonctionne avec le logiciel *Agilent Cerity Data System*. Le gaz peut ainsi être analysé à l'aide des détecteurs d'O₂, d'azote et des bobines de détection du CO₂

CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSION

4.1 Essais d'absorption et d'adsorption

4.1.1 Capacité d'absorption des PSA dans l'eau déionisée (ED)

Les résultats présentés dans la Figure 4.1-1 (absorption dans l'eau déionisée dont le pH = 6,45) montrent, qu'après 24 heures de temps de résidence, ce sont les PSA SAG-A03P qui possèdent la capacité d'absorption (K_{PSA}) la plus élevée; soit plus de 279 fois leur propre masse, contrairement aux PSA SAG-M85F qui sont les plus fins des quatre types de PSA qui absorbent 196 fois leur masse en eau. Toutefois, après 8 heures de temps de résidence la capacité d'absorption est similaire ($K_{PSA} = 225 \pm 2$) pour les PSA les plus grossiers M06L ($D_{10} = 522 \mu\text{m}$) et les moyennement grossiers A03P ($D_{10} = 261 \mu\text{m}$). Ces résultats confirment ceux déjà obtenus (Kabamba, 2019; Kabamba *et al.*, 2019).

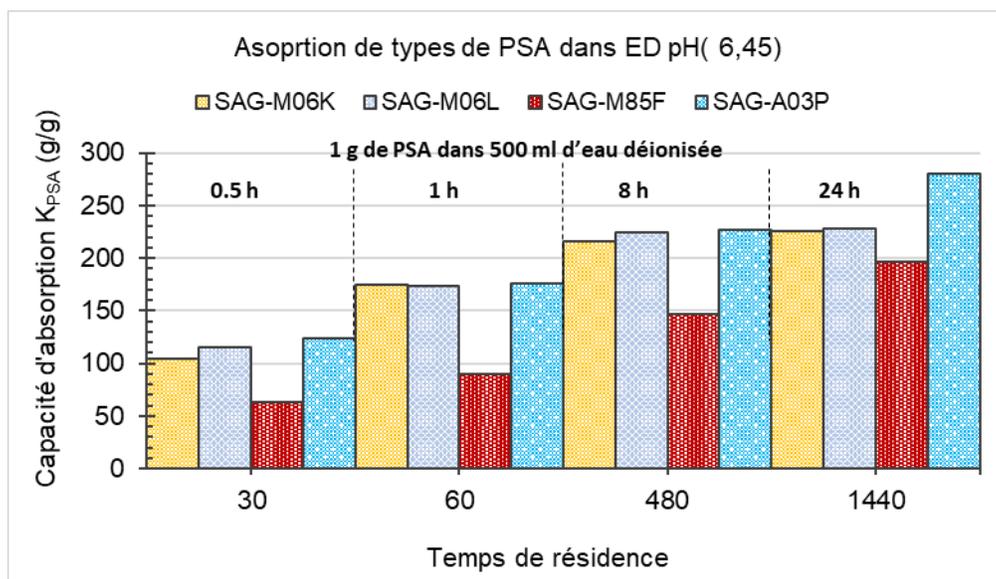


Figure 4.1-1 : Capacité d'absorption d'eau des PSA en fonction du temps de résidence

4.1.2 Capacité de rétention de l'eau absorbée

La détermination de la capacité de rétention (en pourcentage) de l'eau absorbée par les PSA (%CR) permet d'évaluer leur potentiel à conserver l'humidité dans les matériaux faits de leur mélange avec du sable ou des résidus non générateurs d'acidité. Si cette capacité de rétention (%CR) est

suffisante (par ex. $> 85\%$ arbitrairement, et par analogie au degré de saturation), il serait envisageable de pouvoir les utiliser dans une CFP de type barrière l'oxygène ou à l'eau en vue d'une application potentielle dans les systèmes de recouvrement avec de couvertures sèches.

La Figure 4.1-2 : Capacité de rétention de l'eau des PSA Figure 4.1-2 présente les résultats des calculs des capacités de rétention de l'eau par les PSA après 37 jours de désorption dans les conditions de laboratoire (température autour de $22\text{ }^{\circ}\text{C}$ et un taux d'humidité autour de 83%). On peut constater que la meilleure capacité de rétention de l'eau a été observée avec les PSA à grains plus fins (SAG-M85F) qui gardent encore 90% de l'eau absorbée après 5 semaines de temps désorption. Cette performance n'est possible pour les PSA à grains plus grossiers (SAG-M06L et SAG-A03P) que pour les deux premières semaines de temps d'exposition à l'air libre. Cette figure montre également qu'après 5 semaines de désorption la plus faible capacité de rétention est de 70% (i.e. un maximum de 30% de l'eau des PSA qui est libérée et qui a été observée avec M06L et A03P).

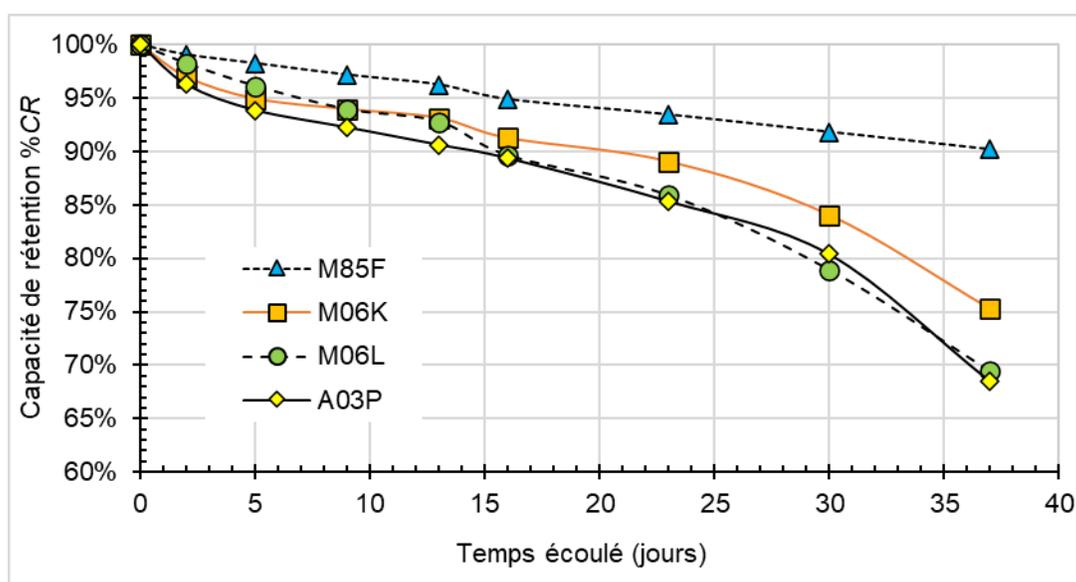


Figure 4.1-2 : Capacité de rétention de l'eau des PSA en fonction du temps écoulé

La Figure 4.1-2 présente les images des textures des gels de PSA après les tests de désorption (la Figure 4.1-2 est reprise pour montrer les correspondances avec la capacité de rétention des PSA). Il faudrait rappeler que ce sont les PSA de types M06L et A03P qui semblent moins bien retenir l'eau après 5 semaines (Figures 4.1-3a & c).

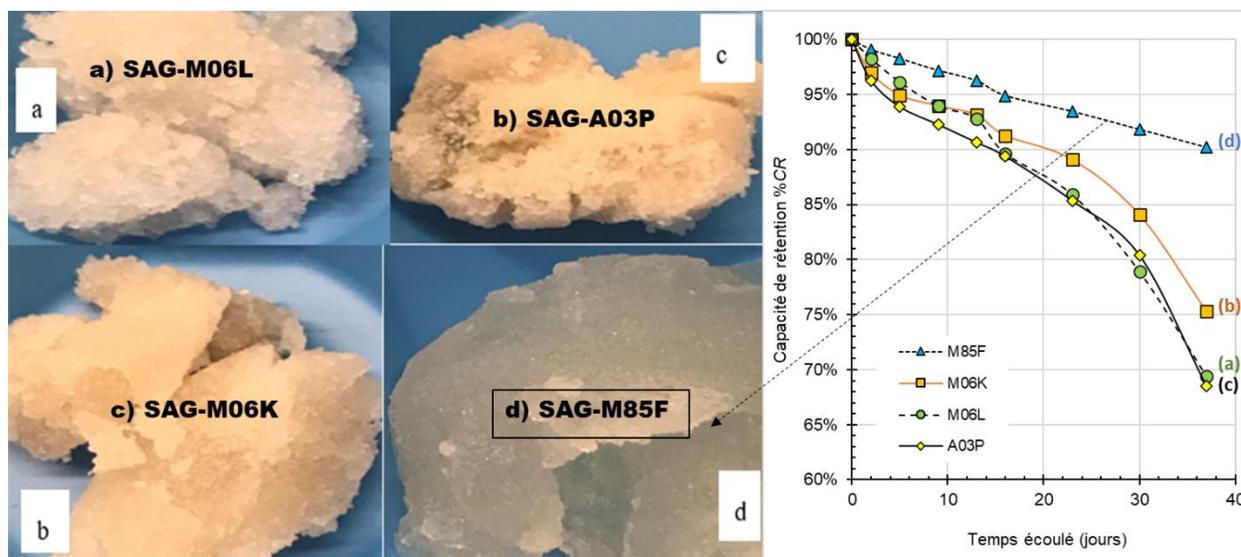


Figure 4.1-3: Aspect textural des gels des quatre types de PSA après 5 semaines de désorption

De la même façon que les PSA à grains fins absorbent moins d'eau (ex. M85F) que les PSA à grains grossiers (ex. M06L et A03P), ce sont les PSA à grains fins qui retiennent l'eau plus longtemps (ex. M85F) que les PSA à grains grossiers qui se désorbent le plus rapidement (ex. M06L et A03P). En effet, après leur absorption d'eau à l'équilibre, les PSA à grains fins présentent une texture gélatineuse qui ne favorise pas l'écoulement libre de l'eau emprisonnée dans leurs chaînes macromoléculaires; d'où leur pouvoir de rétention de l'eau plus élevé. À partir de ces observations, il est possible de conclure que les PSA à grains fins SAG-M85F seraient appropriés pour retenir l'humidité dans un mélange de sable et de PSA (c'est d'ailleurs ce type de PSA qui a été retenu pour la réalisation des essais hydrogéotechniques).

4.1.3 Capacité d'absorption de l'eau déionisée à différentes températures

Les résultats présentés de la Figure 4.1-4 montrent que pour tous les quatre types de PSA testés, leur capacité d'absorption après 10 min de temps de résidence diminue drastiquement lorsque la température de l'eau augmente (entre 40 et 80°C), en comparaison avec leur capacité d'absorption à température ambiante de 22°C (cf. Figure 4.1-1). Même dans ces conditions particulières où la température de l'eau a été augmentée par chauffage, ce sont les PSA de type M06L, A03P et M06K (les plus grossiers) qui ont la plus grande capacité d'absorption, tandis que ce sont les PSA de type M85F (les plus fins) qui ont la plus faible capacité d'absorption. On peut noter qu'en passant de 22°C à 40°C, la capacité d'absorption a baissé de 89% pour le PSA A03P et de 92% pour le PSA

M85F. Lorsque la température de l'eau a été portée à 80°C, la capacité d'absorption a baissé de 95% pour le PSA A03P et de 97% pour le PSA M85F. Rappelons que la capacité d'absorption des PSA dépend de leurs caractéristiques physico-chimiques, du nombre de monomères, du nombre de réticulations et de la technique de leur synthèse.

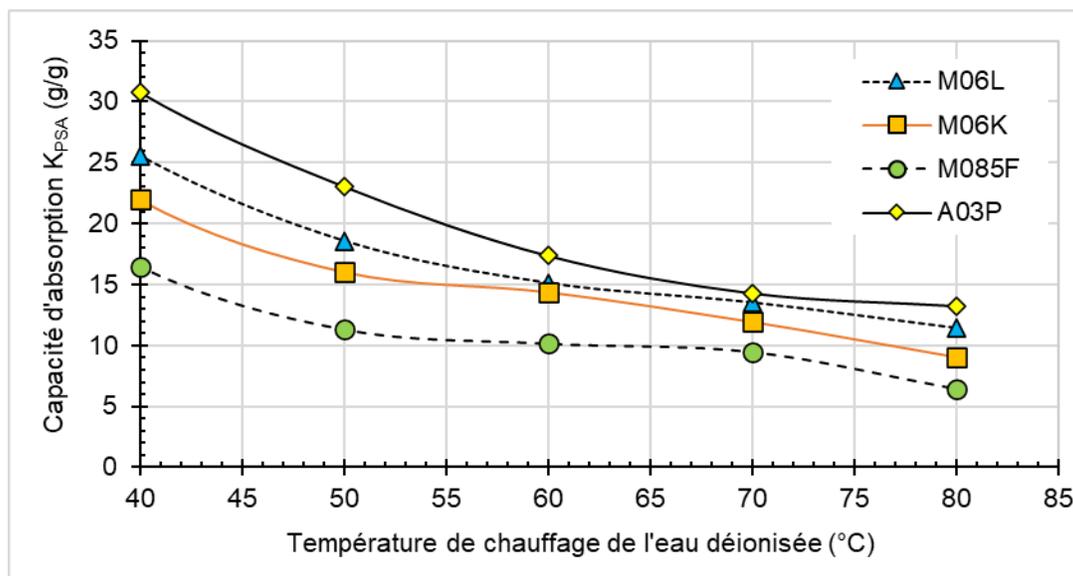


Figure 4.1-4: Impact de la température sur le gonflement des échantillons de PSA utilisés dans cette étude après un temps de résidence de 10 min

4.1.4 Capacité d'absorption en fonction du pH de la solution d'immersion

La Figure 4.1-5 présente les capacités d'absorption d'eau par les PSA en fonction du pH de la solution d'immersion et à différents temps de résidence. On peut noter que la capacité d'absorption d'eau par les PSA à grains fins (PSA de type M85F) est plus affectée dans les solutions à pH acide que dans les solutions à pH basique. De plus, dans la solution à pH = 3,45 et pour un temps de résidence de 1440 minutes (24 h), on note une capacité d'absorption K_{PSA} de 2,3 g/g comparativement à K_{PSA} de 181,2 g/g dans l'eau déionisée (pH = 6,43); soit une baisse de 99% de la capacité d'absorption. Avec un K_{PSA} de 57,6 g/g dans la solution alcaline (pH = 8,7) et après 24 h, la baisse de la capacité d'absorption n'était que de 68%. Ces résultats confirment l'impact du pH sur la capacité d'absorption d'eau des PSA et ce, selon leurs types.

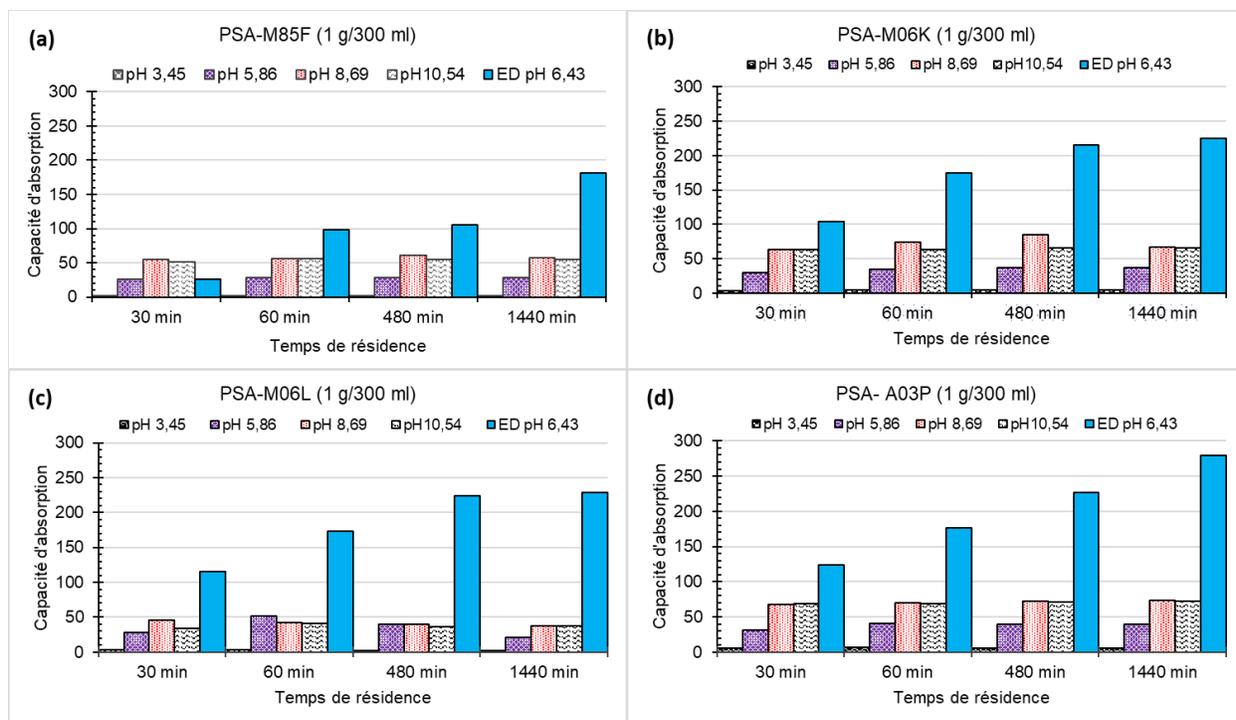


Figure 4.1-5: Capacité d'absorption des PSA en fonction du pH du fluide d'immersion et du temps de résidence

4.1.5 Capacité rétention de métaux lourds ou de métalloïdes par les PSA

Le protocole de l'essai consistait à placer une masse identique de chaque polymère dans 500 ml de solution synthétique pour une durée de 2 heures qui est considérée suffisante pour l'adsorption potentielle de métaux dissous. À noter que le pH des différentes solutions est mesuré avant l'essai de rétention et après l'essai de rétention par les PSA dans les solutions dont l'exemple typique du Co est seulement présenté dans le Tableau 3.3-5.

Tableau 4.1-1: Variation du pH des solutions synthétiques d'hydroxyde de cobalt en fonction du type de PSA pour un temps de résidence de 2 heures

Type de PSA (1,5 g)	Volume (ml)		pH (-)	
	Initial	Final	Initial	Final
M85F	500	389,2	4,2	9,0
M06K		365,3	3,8	8,1
M06L		334,1	3,9	8,5
A03P		497,8	3,5	7,9

Ces mesures de pH confirment les résultats déjà obtenus dans d'autres travaux antérieurs (cf. Addi, 2020). Cette augmentation du pH (de l'acidité à la neutralité ou jusqu'à l'alcalinité) après l'ajout des PSA peut s'expliquer par le phénomène d'échange cationique des cations Na^+ des PSA et les autres éléments ajoutés dans les solutions (cf. Addi, 2020). Dans la littérature sur les PSA, il est rapporté que l'augmentation du pH est généralement accompagnée d'une augmentation du caractère oxydant du milieu aqueux d'immersion très oxydant (Faris *et al.*, 2021; Serpaud *et al.*, 1994). De telles conditions favoriseraient, par la suite, la mobilité des métaux dissous et leur précipitation sous forme d'oxydes et d'hydroxydes. Après enlèvement par chaque type de PSA (M85F, M06K, M06L, A03P) dans les solutions métalliques synthétiques, les solutions résiduelles ont ensuite été soumises à l'analyse chimique élémentaire par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS) afin de déterminer les concentrations finales des éléments chimiques dominants dans les solutions métalliques synthétiques (Al, As, Co, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn). Pour des raisons de limitation de budget de recherche, il n'a pas été possible d'effectuer les analyses chimiques à l'ICP-MS pour tous les éléments testés avec les quatre types de PSA. Par exemple, l'ensemble des éléments composant les solutions synthétiques a pu être analysé à l'ICP-MS après rétention seulement pour le PSA M06K. Pour les trois autres types de PSA, il n'a pas été possible d'analyser les éléments suivants : *i*) les éléments Cu, Fe, Ni, Pb, S et Zn pour le PSA M85F, *ii*) les éléments Ni, S et Zn pour le PSA M06L, *iii*) les éléments Fe, Ni, Pb, S et Zn pour le PSA A03P.

Le Tableau 4.1-2 présentent une partie des résultats de ces analyses chimiques à l'ICP-MS, notamment ceux pour lesquels la concentration finale n'est pas supérieure à la concentration initiale. En effet, certains résultats des analyses chimiques semblaient être clairement aberrants puisque l'eau utilisée pour les solutions synthétiques était de l'eau déionisée, et par conséquent, il n'existait aucune source extérieure qui pourrait justifier une augmentation des concentrations finales élémentaires après adsorption. Il en résulte que les résultats étaient exploitables pour au moins un seul élément avec les trois concentrations initiales (minimum, medium, maximum) pour chacun des quatre types de PSA : l'élément **Co** pour le PSA de type **M85F**, l'élément **As** pour le PSA de type **M06L**, l'élément **Ni** pour le PSA de type **M06K**, et l'élément **Cu** pour le PSA de type **A03P**. En l'état actuel des choses, il n'est pas possible d'affirmer qu'il y'aurait une affinité particulière de rétention d'un type d'élément chimique par rapport à un type donné de PSA. Il se pourrait que les résultats d'analyse erronés soient dus à une contamination chimique des solutions préparées pour les analyses à l'ICP-MS.

Tableau 4.1-2 : Concentrations finales en fonction du type de PSA dans les solutions synthétiques (dosage de 1,5 g/500 ml) à température ambiante

Type de PSA *	Solution synthétique	Unité	LDT**	Concentration initiale (mg/L)	Concentration finale (mg/L)
M06L	[As]1	mg/L	0,0005	1,2201	0,2083
	[As]2			2,3882	0,3755
	[As]3			3,4065	0,5967
M85F	[Co]1			1,1171	0,6256
	[Co]2			2,1410	1,4225
	[Co]3			3,7458	1,8956
A03P	[Cu]1			1,2700	0,9300
	[Cu]2			2,2800	1,4200
	[Cu]3			3,6300	2,4000
M06K	[Ni]1			1,2549	0,8199
	[Ni]2			2,2787	1,4082
	[Ni]3			3,5325	1,9389

*les éléments suivants n'ont pas été analysés : Cu, Fe, Ni, Pb, S et Zn pour M85F, Ni, S et Zn pour M06L, et Fe, Ni, Pb, S et Zn pour A03P; **limite de détection de la technique (LDT); les chiffres de dosage : 1 = faible (= 1 mg/L $\pm 0,001$), 2 = moyen (= 2 mg/L $\pm 0,001$), 3 = fort (= 3 mg/L $\pm 0,001$)

En utilisant l'équation (3.3-5), il est possible de calculer la masse de soluté dans chaque solution synthétique initiale ($M_i = [C_i] \cdot V_i$) et la masse de soluté dans chaque solution synthétique finale restante ($M_f = [C_f] \cdot V_f$) après rétention par les PSA. Par la suite, il est possible de calculer le taux rétention ($P_{rét}$) des métaux lourds par les différents PSA dans les solutions synthétiques qui peut aussi être désigné comme le taux d'enlèvement (P_{enl}) ou le potentiel de séquestration des métaux, $P_{séc}$ (Addi, 2020) et qui est donnée comme suit :

$$P_{rét} = P_{enl} = P_{séc} = 100 \times \frac{M_i - M_f}{M_i} = 100 \times \frac{[C_i]V_i - [C_f]V_f}{[C_i]V_i} \quad (4.1-1)$$

Le volume initial V_i était de 1 litre (1 L) et le dosage en PSA était de 1,5 g/500 ml (ou 3 g/L ou 10^{-3} kg/L) de solution synthétique. Si V_{w-PSA} est le volume d'eau (en L) contenu dans les PSA gonflés en eau synthétique contenant un élément métallique (M_{w-PSA} = masse de cette eau), le volume final d'eau résiduelle non absorbée après l'essai de rétention (V_f) est la différence entre le volume initial V_i et V_{w-PSA} ($V_f = V_i - V_{w-PSA}$), et $V_{w-PSA} = M_{w-PSA}/\rho_w$. La masse d'eau (en kg) contenue dans les PSA gonflés en eau synthétique contenant un élément métallique (M_{w-PSA}) peut être déterminée en connaissant le taux d'absorption d'eau synthétique à l'équilibre ($Q_{eq} = K_{PSA} - 1$) et la masse de

PSA secs utilisée ($M_{w-PSA} = Q_{eq} \times M_{PSA-sec}$). Les travaux de maîtrise de Addi (2020) sur le potentiel de séquestration des métaux par les PSA ont montré que la valeur de Q_{eq} (relations 2.3-1, 3.2-11 ou 3.2-12) dépendait fortement de l'élément métallique présent dans la solution synthétique. Une équation de régression statistique a été proposée pour prédire Q_{eq} en fonction du rayon ionique (r en Ångström) de l'élément i et de sa concentration initiale $[C_i]$ (en mg/l) dans la solution synthétique et est donnée par la relation suivante (Addi, 2020):

$$(Q_{eq})_i = 96.84r_i + 14.22/r_i^3 + 0.3116[C_i] - 1.023\ln[C_i]^3 \quad (4.1-2)$$

Les rayons ioniques sont de 0.58 Å pour l'arsenic, 0.74 Å pour le cobalt, 0.96 Å pour le cuivre et de 0.72 Å pour le nickel. Il devient alors possible de prédire le taux d'absorption à l'équilibre (Q_{eq}) pour chaque élément i en utilisant l'équation (4.1-2) et en connaissant la concentration initiale de l'élément i en question $[C_i]$. Par la suite le volume d'eau contenu dans les PSA gonflés en présence des éléments métalliques est calculé comme suit : V_{w-PSA} (en L) = $(Q_{eq} \times M_{PSA-sec}) / \rho_w$; avec $M_{PSA-sec} = 10^{-3}$ kg (dans 1 L) et $\rho_w = 1$ kg/L. Le Tableau 4.1-2 présente les résultats des prédictions de Q_{eq} pour les quatre éléments et leurs concentrations présentés dans le Tableau 4.1-2. Ainsi le calcul du volume d'eau absorbée par les PSA en présence des éléments métalliques (As, Co, Cu et Ni).

Tableau 4.1-3 : Prédiction du taux d'absorption à l'équilibre (Q_{eq}) pour les quatre types de PSA ainsi que les éléments As, Co, Cu et Ni pour trois concentrations initiales (faible, moyen, fort)

Type de PSA	*Élément i	r (Å)	$[C_i]$ mg/L	Q_{eq} (prédit)	M_{w-PSA} (kg)	V_{w-PSA} (L)
M06L	As(1)	0.58	1.2201	129.4	0.388	0.388
	As(2)		2.3882	129.1	0.387	0.387
	As(3)		3.4065	128.2	0.385	0.385
M85F	Co(1)	0.74	1.1171	107.1	0.321	0.321
	Co(2)		2.141	107.0	0.321	0.321
	Co(3)		3.7458	105.6	0.317	0.317
A03P	Cu(1)	0.96	1.27	109.4	0.328	0.328
	Cu(2)		2.28	109.2	0.328	0.328
	Cu(3)		3.63	108.0	0.324	0.324
M06K	Ni(1)	0.72	1.2549	108.2	0.325	0.325
	Ni(2)		2.2787	108.0	0.324	0.324
	Ni(3)		3.5325	106.9	0.321	0.321

*les chiffres de dosage : 1 = faible (= 1 mg/L \pm 0,001), 2 =moyen (= 2 mg/L \pm 0,001), 3 = fort (= 3 mg/L \pm 0,001)

Tableau 4.1-4 : Calcul des masses initiales et finales et du taux d'enlèvement des métaux pour chaque type de PSA dans les solutions synthétiques (dosage de 1,5 g/500 ml)

Type de PSA	*Solution synthétiques	Volume initial V_i (L)	Masse initiale M_i (g)	Volume final V_f (L)	Masse finale M_f (g)	$P_{rét}$ (%)	Résiduel (%)
M06L	[As]1	1	0.0012201	0.6117384	0.0001607	-89.6	10.4
	[As]2	1	0.0023882	0.612647	0.0002897	-90.4	9.6
	[As]3	1	0.0034065	0.6153215	0.0004604	-89.2	10.8
M85F	[Co]1	1	0.0011171	0.6787	0.0005029	-62.0	38.0
	[Co]2	1	0.002141	0.6790927	0.0011434	-54.9	45.1
	[Co]3	1	0.0037458	0.6833073	0.0015237	-65.4	34.6
A03P	[Cu]1	1	0.00127	0.6717377	0.0006698	-50.8	49.2
	[Cu]2	1	0.00228	0.6724698	0.0010228	-58.1	41.9
	[Cu]3	1	0.00363	0.6760661	0.0017286	-55.3	44.7
M06K	[Ni]1	1	0.0012549	0.6753945	0.0006349	-55.9	44.1
	[Ni]2	1	0.0022787	0.6761161	0.0010905	-58.2	41.8
	[Ni]3	1	0.0035325	0.679398	0.0015014	-62.7	37.3

*les chiffres de dosage : 1 = faible (= 1 mg/L \pm 0,001), 2 =moyen (= 2 mg/L \pm 0,001), 3 = fort (= 3 mg/L \pm 0,001)

Le Tableau 4.1-2 présente les résultats des calculs du taux d'enlèvement (P_{eni}) des quatre métaux (As, Co, Cu, Ni) par les quatre types de PSA (M06L, M85F, A03P, M06K). On peut noter que le taux d'enlèvement de l'As par les PSA M06L est de 90% en moyenne pour les trois concentrations initiales, tandis que le taux d'enlèvement du Co par les PSA M85F (à grains fins) est de 61% en moyenne pour les trois concentrations initiales. Le taux d'enlèvement du Cu par les PSA de type A03P (les plus grossiers) est en moyenne de 55% et le taux d'enlèvement du Ni par les PSA de type M06K est en moyenne de 59%. La Figure 4.1-6 présente les histogrammes des taux d'enlèvement des quatre métaux (ainsi que le pourcentage de métaux résiduels).

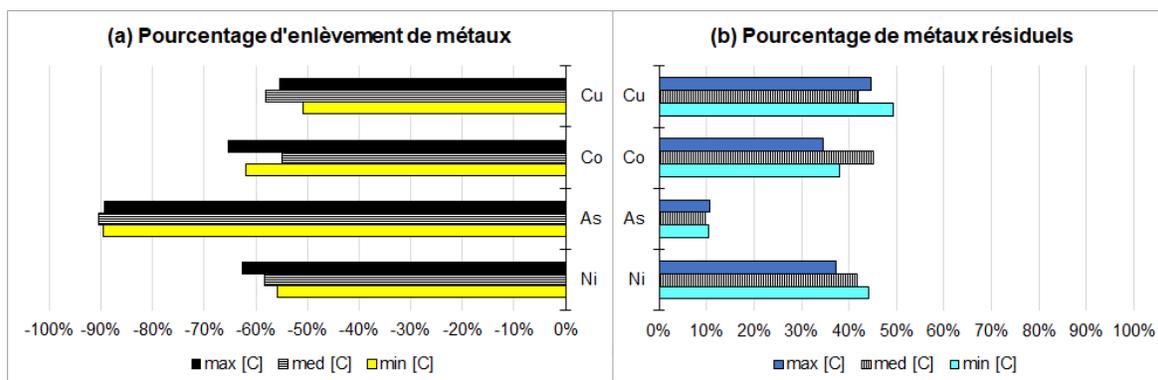


Figure 4.1-6 : Histogrammes des taux d'enlèvement des métaux (a) et du pourcentage des métaux résiduels dans les solutions synthétiques (b)

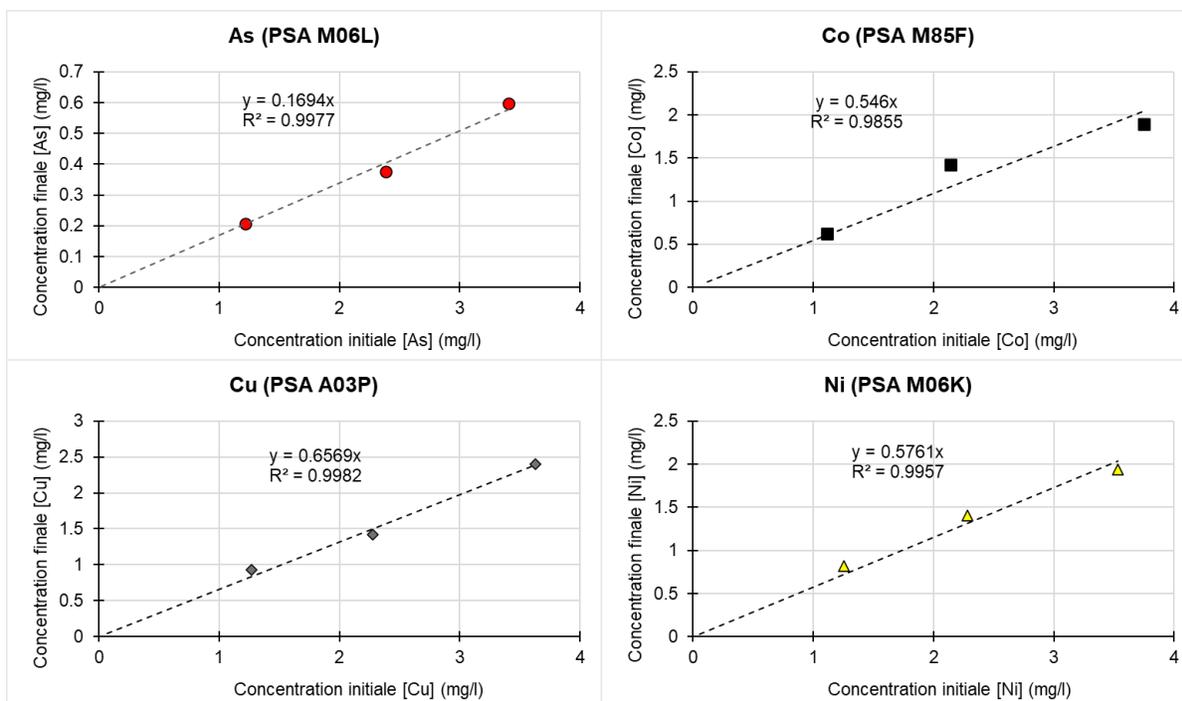


Figure 4.1-7 : Équations de régressions linéaires entre les concentrations finales $[C_f]$ et initiales $[C_i]$ pour les trois métaux (Co, Cu, Ni) et le métalloïde (As) testés

Puisque trois concentrations initiales ont été testées pour l'adsorption physico-chimique des métaux aux PSA (enlèvement des métaux) il est possible de déterminer la corrélation entre la masse finale de métaux après adsorption et la masse initiale (cf. Tableau 4.1-4). Si la relation est linéaire, il serait possible de prédire le taux d'enlèvement des métaux pour des concentrations initiales différentes de celles utilisées lors des essais. En effet, les données disponibles montrent l'existence d'une relation linéaire de type affine ($y = ax$) entre la concentration finale des métaux après rétention $[C_f]$ à partir de la concentration initiale des métaux $[C_i]$. La Figure 4.1-7 présente les droites de régression ainsi que les équations empiriques et leur coefficient de détermination ($R^2 \geq 0,99$ pour le Cu, Ni, As et $R^2 \geq 0,98$). On observe que la pente de la droite est de 0,1694 pour [As], de 0,546 pour le [Co], de 0,6569 pour le [Cu] et de 0,5761 pour le [Ni].

Ces résultats sont très importants, car ils montrent que le protocole d'enlèvement des métaux par adsorption physico-chimique sur les PSA pourrait être éventuellement appliqué à grande échelle pour la dépollution des eaux minières contaminées. Mais pour en arriver à cela, il faudrait vérifier si le taux d'enlèvement des différents éléments toxiques pourrait permettre de respecter des seuils fixés (concentration moyenne mensuelle acceptable, concentration maximale acceptable) par la

Directive 019 sur l'industrie minière (MDDEP, 2012). En prenant par exemple le cas de la mine Éléonore (Newmont) qui est confrontée au problème de la présence d'arsenic (As) dans l'eau interstitielle des résidus à une concentration [As] variant entre 0,208 et 1,14 mg/L (Rakotonimaro *et al.*, 2019), la valeur minimale correspond exactement à la concentration moyenne mensuelle acceptable (CMMA) selon la Directive 019 ([As]_{CMMA} = 0,2 mg/L), tandis que la concentration maximale dépasse largement la concentration maximale acceptable (CMA) selon la Directive 019 ([As]_{CMA} = 0,4 mg/L). En utilisant l'équation empirique de la Figure 4.1-7 pour l'[As], la gamme de la concentration finale [As]_f après rétention partielle de l'As par les PSA de type M06L serait entre 0,04 et 0,19 mg/L. Ce qui respecterait entièrement les recommandations de la Directive 019. Par la suite, les métaux retenus à la surface des polymères pourraient être précipités dans une solution à pH contrôlé. Il est donc permis de penser qu'il faudrait poursuivre les travaux de recherche dans ce sens.

4.2 Caractérisations hydrogéotechniques

4.2.1 Conductivité hydraulique saturée

Les résultats des mesures de k_{sat} du sable et des mélanges du PSA de type M85F avec le sable à l'aide des perméamètres à parois rigide et flexible sont présentés dans le Tableau 4.2-1).

Tableau 4.2-1 : Conductivité hydraulique (k_{sat}) mesurée pour les mélanges de sable et PSA-M85F

Échantillon	k_{sat} mesurée (m/s)	k_{sat} prédite (m/s)*	Indice des vides (e) calculé	Porosité calculée (n)
Sable	$2,21 \times 10^{-5}$	$1,40 \times 10^{-4}$	0.59	0,37
Sable + 0,5% PSA	$4,34 \times 10^{-7}$	$1,78 \times 10^{-4}$	0.64	0,39
Sable + 0,6% PSA	$3,48 \times 10^{-7}$	$2,04 \times 10^{-4}$	0.67	0,40
Sable + 0,7% PSA	$3,65 \times 10^{-7}$	$1,37 \times 10^{-4}$	0.62	0,38
Sable + 0,8% PSA	$3,51 \times 10^{-7}$	$3,43 \times 10^{-3}$	1.27	0,56
Sable + 0,9% PSA**	$2,94 \times 10^{-7}$	$1,96 \times 10^{-2}$	1.91	0,66
Sable + 1% PSA**	$2,07 \times 10^{-8}$	$4,86 \times 10^{-3}$	1.38	0,58

*prédiction à l'aide de l'équation (2.5-8) de Mbonimpa *et al.* (2002) en considérant l'indice des vides initial avant gonflement des PSA; **Obtenus avec le perméamètre à paroi flexible

On peut observer que les valeurs de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) mesurées du sable et des mélanges de sable et de PSA sont comprises entre 10^{-5} m/s et 10^{-8} m/s (matériaux semi-perméables). À partir des paramètres des essais, l'indice des vides théorique (e) des échantillons testés a pu être calculé. Connaissant les paramètres granulométriques des différents échantillons

(D_{10} et C_u), l'équation (2.5-8) proposée par Mbonimpa *et al.* (2002) a pu être utilisée afin de comparer/confirmer les ordres de grandeur de k_{sat} mesurés. Ces résultats montrent clairement que l'amendement du sable avec une infime quantité de PSA-M85F (de 0,3 à 1% de la masse sèche de sable) a entraîné une réduction significative, de deux ordres de grandeur, des valeurs de k_{sat} selon la proportion de PSA-M85F dans le mélange.

On peut aussi noter que les valeurs de k_{sat} prédites sont de 2 à 5 ordres de grandeur plus élevées que les valeurs mesurées. La principale raison à cela est le fait que l'indice des vides théoriques calculé (e) ne correspond pas à l'indice des vides réel qui est fortement affecté par le gonflement des PSA-M85F qui contribue à combler davantage de vides. En effet, soit V_T le volume total du moule du perméamètre (= V_{moule}), V_{s0} le volume initial de solides (granulat + PSA secs), e_0 l'indice des vides initial à la mise en place des matériaux à l'état sec, V_{sf} le volume final de solides (granulat + PSA-M85F gonflés), e_f l'indice des vides final après absorption sous charge des PSA-M85F jusqu'à l'équilibre ($Q'_{eq} = M_{w-PSA}/M_{PSA-sec}$) et après saturation de l'échantillon de test. Les indices des vides initiaux (e_0) et finaux (e_f) peuvent être calculés à l'aide des relations suivantes :

$$e_0 = \frac{V_T - V_{s0}}{V_{s0}} = \frac{V_{moule} - (V_{PSA-sec} + V_{granulat})}{V_{PSA-sec} + V_{granulat}} = \frac{V_{moule}}{V_{PSA-sec} + V_{granulat}} - 1 \quad (4.2-1)$$

$$e_f = \frac{V_T - V_{sf}}{V_{sf}} = \frac{V_{moule} - [(1 + Q'_{eq})V_{PSA-sec} + V_{granulat}]}{(1 + Q'_{eq})V_{PSA-sec} + V_{granulat}} = \frac{V_{moule}}{(1 + Q'_{eq})V_{PSA-sec} + V_{granulat}} - 1 \quad (4.2-2)$$

L'équation (4.2-2) suggère que l'eau absorbée par les PSA-M85F n'est plus disponible dans les pores du matériau et par conséquent, les PSA-M85F gonflés sont considérés comme faisant partie des solides. Toutefois, il n'est pas aisé de pouvoir déterminer le taux d'absorption sous charge (Q'_{eq}) qui permet de déterminer la capacité d'absorption des PSA-M85F utilisés comme amendement dans un sol quelconque (e.g. (Lejcuś *et al.*, 2018; Misiewicz *et al.*, 2019). Bien entendu, la valeur de Q'_{eq} dépendra également du dosage initial en PSA-M85F dans le mélange.

Le Tableau 4.2-2 présente quant à lui les résultats des mesures de k_{sat} de quelques mélanges avec des résidus de la mine Goldex (qui sont non générateurs d'acidité). On peut observer que les valeurs de k_{sat} mesurées des résidus de Goldex et des mélanges de résidus et de PSA-M85F sont de l'ordre 10^{-7} m/s (matériau semi-perméable).

Tableau 4.2-2 : Valeurs de k_{sat} mesurée pour les mélanges de résidus Goldex et de PSA-M85F

Échantillon	k_{sat} mesurée (m/s)	k_{sat} prédite (m/s)	Indice des vides (e) calculé	Porosité (n) calculée
Résidus Goldex	$2,23 \times 10^{-7}$	$5,68 \times 10^{-8}$	0,48	0,32
Goldex + 0,3% PSA	$6,73 \times 10^{-7}$	$3,37 \times 10^{-7}$	0,47	0,32
Goldex + 0,7% PSA	$5,26 \times 10^{-7}$	$1,36 \times 10^{-6}$	0,47	0,32

On peut noter cette fois-ci que les valeurs de k_{sat} prédites sont plus faibles d'un ordre de grandeur par rapport aux valeurs mesurées. Ce qui semble démontrer qu'il y'aurait eu un problème lors des essais de perméabilité. En effet, à partir des observations visuelles de l'état des échantillons d'essais, il est possible d'affirmer que les résultats des mesures de k_{sat} sur les mélanges de PSA-M85F et des résidus Goldex (non générateurs d'acidité) n'ont pas été concluant. Tout se passe comme si l'ajout des PSA-M85F a plutôt entraîné l'augmentation de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}); ce qui n'est pas le résultat attendu.

Ce phénomène pourrait s'expliquer par la présence de cations divalents tels que le Ca^{2+} (≈ 60 mg/L; cf. El Mahboub, 2021) dans l'eau des pores des résidus Goldex. En effet, les PSA de type PA-Na sont très vulnérables en présence des cations Ca^{2+} qui les dégradent en les transformant en gel liquide et les faisant perdre toute leur capacité d'absorption. C'est le comportement de ce gel liquide qui s'est traduit par l'augmentation de k_{sat} mesurée après amendement des résidus Goldex avec 0,3 et 0,7% de PSA-M85F.

De plus, après séchage complet du matériau de la CFP, il ne restait à la fin que de la matière solide du matériau granulaire soit le sable. Le second mouillage du mélange a montré simplement que la présence des PSA par le regonflement de ce dernier. Ce comportement pourrait être assimilé à des matériaux d'une sorte de recouvrement de type store-and-release (SR) où l'eau pourrait s'évaporer en période de grande chaleur (ex. en zones semi-arides ou arides), mais que lorsqu'il pleuvra les PSA se regonfleront et formeront un gel une fois en contact avec l'eau (Figure 4.2-1).

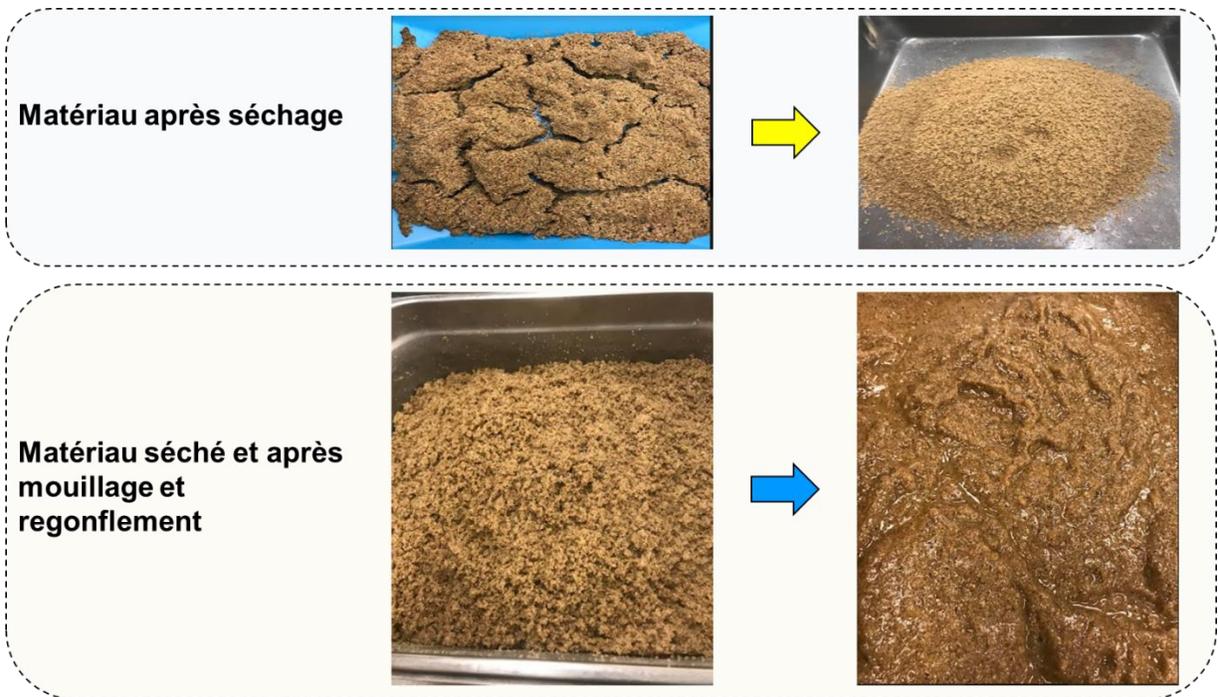


Figure 4.2-1 : Mélange de sable et 0,7% de PSA-M85F après séchage à l'étuve à 60°C pendant 3 jours et regonflement après rinçage/mouillage

4.2.2 Courbes de rétention d'eau des mélanges de sable et de PSA

Les essais sur la détermination des courbes de rétention d'eau (CRE) des échantillons de sable et les mélanges de sable et de PSA-M85F ont été effectués à l'aide des cellules de pression (ou *Tempe cells*) selon le protocole décrit dans la sous-section 3.3.4.2.

Ces essais doivent permettre de déterminer les valeurs à l'entrée d'air (AEV ou ψ_a) qui serviront à statuer si une couche pourrait jouer le rôle d'une couche de rétention d'humidité dans un système de recouvrement, c'est-à-dire que l'AEV devrait être comprise entre 20 et 50 kPa (Aubertin *et al.*, 1991) Il faut rappeler que l'AEV est la valeur de succion (ψ_a) qui se développe dans un matériau lorsque celui-ci entame sa phase de désaturation. Selon (Mbonimpa *et al.*, (2006b)), l'AEV devrait être évaluée à partir de la CRE exprimée par la relation entre le degré de saturation (S_r) et la succion matricielle (ψ) pour les matériaux compressibles (ou déformables). Pour les matériaux incompressibles comme le sable normal de béton, l'AEV pourrait être déterminée directement à partir de la CRE exprimée entre la teneur en eau volumique (θ) et la succion matricielle (ψ). Généralement la valeur de l'AEV est prise égale à la pression où la CRE commence à dévier de la

ligne de saturation (horizontale à $S_r = 100\%$, où $S_r = \theta/n$). Mais en appliquant la méthode des tangentes usuelles (Fredlund *et al.*, 1994) pour évaluer l'AEV, la valeur obtenue sera plus grande que celle prise au début de la désaturation.

La Figure 4.2-2 présente la CRE pour le sable normal de béton utilisé comme matériau témoin. En y appliquant la méthode des tangentes sur les courbes une valeur moyenne de 1,96 kPa est obtenue comme valeur de l'AEV qui semble être conforme avec les données de la littérature.

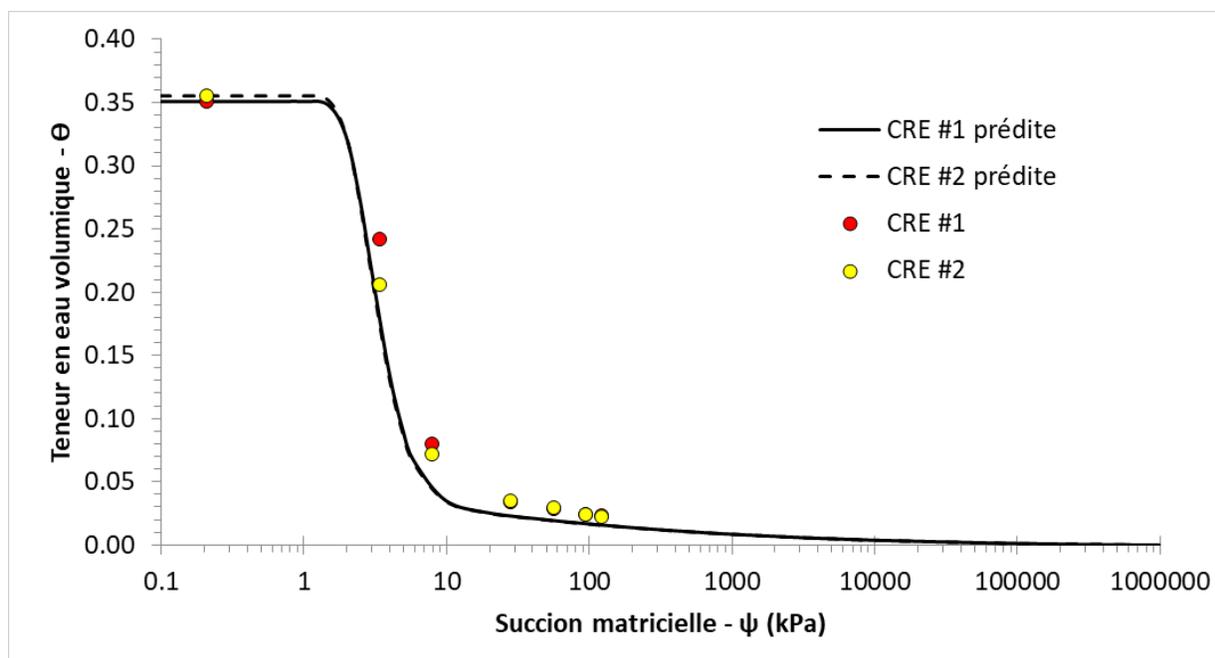


Figure 4.2-2 : Courbe de rétention d'eau du sable utilisé (matériau témoin)

Toutefois, les essais réalisés sur les mélanges n'ont pas été concluants du fait de la non-stabilisation du drainage du matériau même après plus que trois semaines. En effet, après le lancement du premier palier de pression (1,42 psi soit ≈ 10 kPa), il n'y a pas eu d'arrêt ou de stabilisation de la perte d'eau du matériau. En effet, à chaque pesée, il y'avait toujours une différence de masse d'eau par rapport à la pesée précédente. Ce phénomène pourrait s'expliquer par la nature gélatineuse des PSA gonflés d'eau et par une possible sursaturation des échantillons lors de la préparation des essais. En effet, avant chaque essai, il a fallu tout d'abord faire absorber l'eau par les PSA-M85F dans le mélange jusqu'à leur saturation, c'est-à-dire, leur transformation à l'état de gel. Par la suite, il fallait faire circuler l'eau dans l'échantillon afin de le saturer totalement. Ce qui entraîne une sursaturation du matériau lors de sa préparation. Ces observations montrent que les cellules de

pression (*Tempe Cells*) ne sont pas adaptées pour la détermination de la CRE de mélanges de sable et de PSA.

De plus, même l'utilisation des plaques de pression (*Pressure plates*) n'a pas été concluante non plus. Probablement que les CRE des mélanges de sable et de PSA ou de résidus et de PSA pourraient être déterminées par d'autres techniques de mesure telles que l'entonnoir de Büchner (*Büchner funnel*) avec la colonne d'eau suspendue (*hanging water column*), ou l'analyseur du potentiel hydrique basé sur la mesure du point de rosée à l'aide d'un miroir refroidi, modèle WP4C (*chilled mirror Dewpoint Water Potential Meter from METER Group, Inc., Pullman, USA*).

4.2.3 Résultats des essais en colonnes

Rappelons que parmi les échantillons simulant la CFP testés, seuls le mélange de sable avec 1% de PSA-M85F et une partie du mélange de sable avec 0,7% de PSA-M85F ont été d'abord humidifiés avant d'être mis en place dans la colonne. Tout le reste des couches simulant la CFP était placé à l'état sec dans les colonnes afin de comprendre son comportement lors du mouillage ou de l'humidification dans le contexte où la CFP serait mise en place à l'état sec (poudre) sur une couche de sable dans un parc à résidus. Les colonnes étaient équipées de sondes EC-5 connectées à l'enregistreur de données ou *data logger* Em50 qui enregistre les mesures de teneur en eau volumique (TEV) en continu (une mesure toutes les 6 heures).

Le sable a été choisi dans cette étude, car il est souvent utilisé comme matériau dans les systèmes de recouvrement monocouche et multicouche pour jouer différentes fonctions. Lorsqu'il est utilisé en monocouche avec nappe phréatique surélevée (NPS), le sable sert à empêcher la remontée des particules de résidus problématiques sous-jacents, à maximiser les apports en eau dans les résidus problématiques afin de maintenir le niveau de la nappe (empêcher l'évaporation). Lorsqu'utilisé en multicouche, le sable peut servir de couche semi-drainante pour permettre l'humidification de la CFP (ou couche CRH ou couche D, cf. Figure 2.2-2), ou pour le drainage des eaux excédentaires à travers l'inclinaison du système, de contraste avec le matériau fin de la CFP pour créer un bris capillaire (effets de barrière capillaire).

4.2.3.1 Essais en colonnes avec 0,5% et 0,7% PSA

Deux colonnes ont été préparées avec du sable dans lequel on y ajoute 0,5% et 0,7% de PSA-M85F afin de vérifier les caractéristiques hydrogéologiques dans le contexte de leur utilisation comme

CFP. Les mélanges faits de sable et de 0,5% et 0,7% de PSA-M85F (par rapport à la masse sèche de sable) sont soigneusement homogénéisés avant d'être mis à l'état sec dans les colonnes en plexiglass. Une masse connue de chaque mélange est mise dans la colonne en plexiglass jusqu'à une hauteur de 40 cm. La Figure 4.2-3 présente des images de la colonne en cours d'essai.

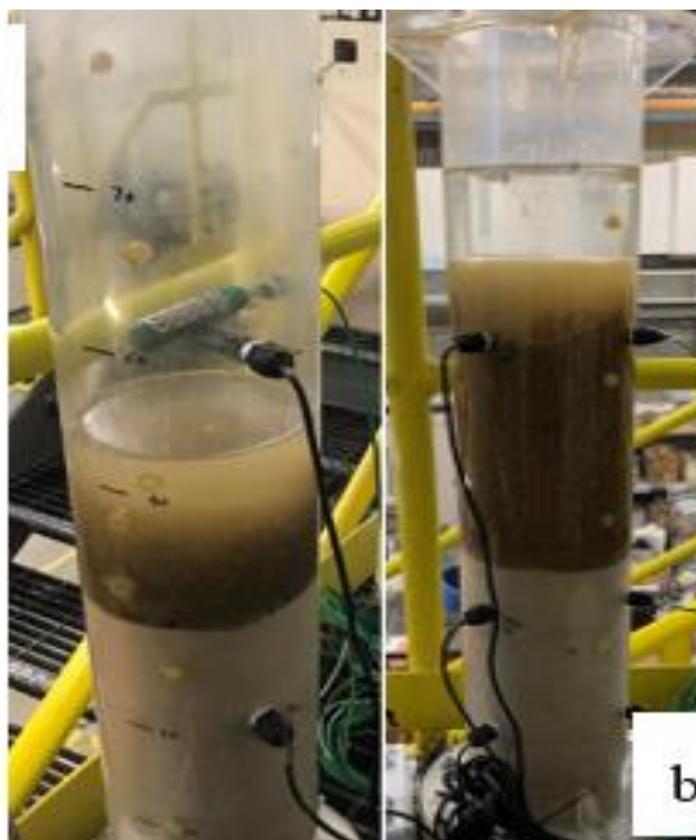


Figure 4.2-3 : Image montrant l'essai en colonne avec le mélange de sable et de 0,5% PSA-M85F : **a)** à trois jours après le rinçage, **b)** après quinze jours

De l'eau déionisée a été utilisée pour le rinçage pendant les essais. Le but de ces essais est de déterminer le taux de percolation de l'eau à travers le mélange par le biais de la mesure de la teneur en eau volumique du mélange (cf. Figure 4.2-3).

Les résultats du test de percolation de l'eau montrent qu'il faut un temps long d'au moins 2 semaines pour humidifier une épaisseur de moins de 2 cm de profondeur, et ceci, malgré le fait que le sable seul est très perméable. Ceci est dû à une forte réduction de la perméabilité du mélange de sable et de 0,5% de PSA-M85F. Cette réduction de la perméabilité du mélange de sable et de PSA est visible à l'œil nu avec l'eau stagnante à la surface de la colonne (Figure 4.2-3) et ne peut

s'expliquer que par la présence de la faible quantité de PSA dans le mélange. En effet, les PSA dans la partie supérieure de la colonne ont gonflé assez rapidement et sont remontés de plusieurs centimètres vers le haut de la colonne. Par la suite, un phénomène de *gel blocking* a eu lieu, ce qui retient l'eau à la surface. Ce comportement d'augmentation de volume vers le haut de la colonne s'explique par le fait que les PSA à la surface de la colonne n'étaient sous aucune charge pouvant les empêcher de gonfler.

Pour s'assurer de la possibilité de drainage d'eau à travers la CFP de la colonne faite du mélange de sable et de 0,5% PSA-M85F, une succion de 3 m a été appliquée. Le but étant de favoriser le drainage de l'eau stagnée à la surface à travers la couche de faible perméabilité (CFP). Ainsi, les résultats montrent qu'après une période de 2 semaines de succion, la partie sèche du matériau a pu être humidifiée en entier. Par la suite, il a été observé que le matériau était devenu imperméable, car l'eau ne percolait plus durant le cycle de rinçage suivant.

Les valeurs de succion mesurées indiquent que bien le matériau soit mouillé, il n'était toujours pas saturé alors que l'eau est restée stagnée à la surface de la colonne et au-dessus d'une couche de PSA en forme de gel. C'est cette propriété de gélification des PSA qui entraîne une forte réduction de la perméation à l'eau dans le matériau simulant la CFP (cf. Figure 4.2-4 et Figure 4.2-5).

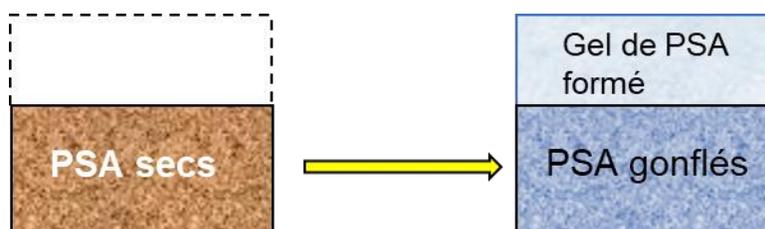


Figure 4.2-4 : Schématisation de la CFP faite de sable et de 0,5% de PSA-M85F

En effet, la Figure 4.2-5 présente l'évolution de la teneur en eau volumique dans la colonne simulant une CFP faite d'un mélange de sable et de 0,5% de PSA de type M85F. On peut observer qu'après 3 jours les sondes EC-5 baignent dans de l'eau.

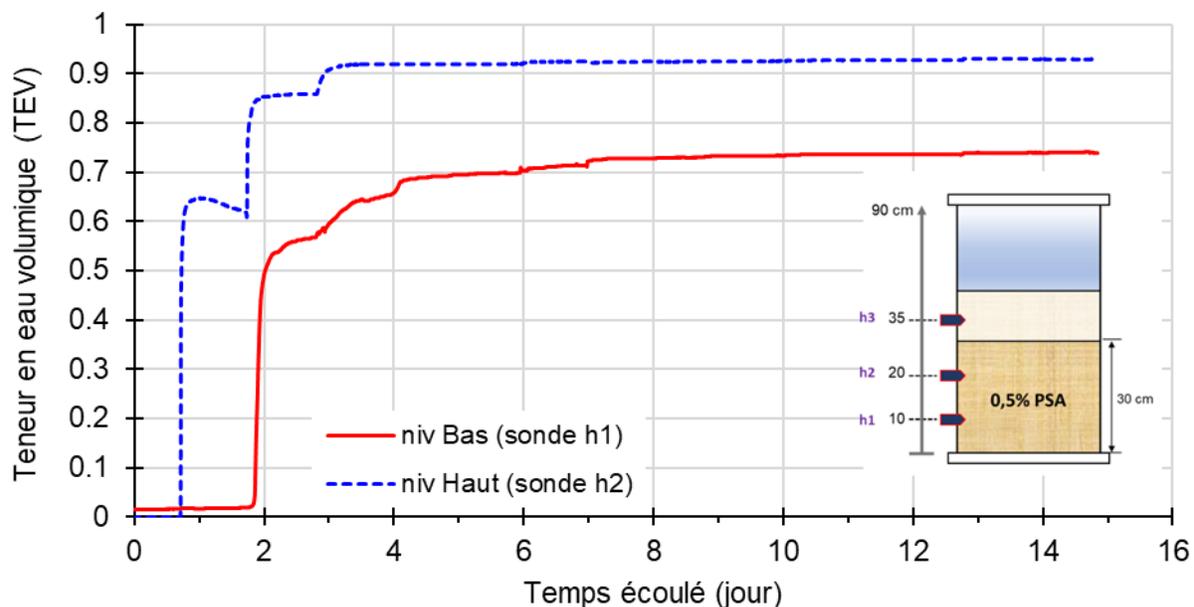


Figure 4.2-5 : Teneur en volumique de la CFP faite de sable et de 0,5% de PSA et à deux niveaux de la couche : niveau bas (sonde h1) et niveau haut (sonde h2)

Quant à la colonne faite du mélange de sable et de 0,7 % PSA-M85F (cf. Figure 4.2-6), la couche de sable au-dessus de la CFP (couche de mélange de sable et de 0,7% de PSA-M85F) sert de couche de charge qui lui exerce une certaine pression géostatique.

En effet, cette couche de sable empêche un gonflement marqué du PSA en plus de faciliter une bonne percolation de l'eau vers la CFP sous-jacente. Cette configuration a conduit au mouillage du mélange dès les 2 premières semaines de rinçage, contrairement à la CFP faite du mélange de sable et de 0,5% de PSA-M85F.

Après le mouillage complet, la CFP est restée sans drainer aucune goutte d'eau pendant les rinçages suivants comme le montre la Figure 4.2-7 (cf. l'image de laFigure 4.2-7 : Évolution de la teneur en eau volumique de la CFP faite de sable et 0,7% PSA Figure 4.2-72) qui a atteint un plateau (stabilité) à une valeur de TEV de 0,4; ce qui traduit l'effet de la présence des PSA dans le mélange.

À ce stade, les PSA contenus dans le mélange se sont transformés complètement en gel, qui par la suite a occupé tous les pores du mélange.

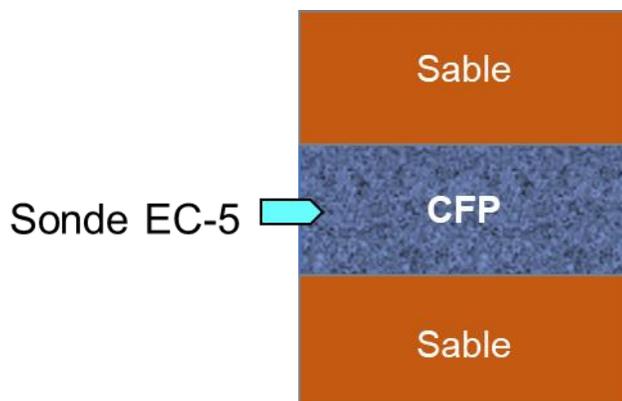


Figure 4.2-6 : Configuration des colonnes de mélanges de sable avec 0,7% et 1% de PSA

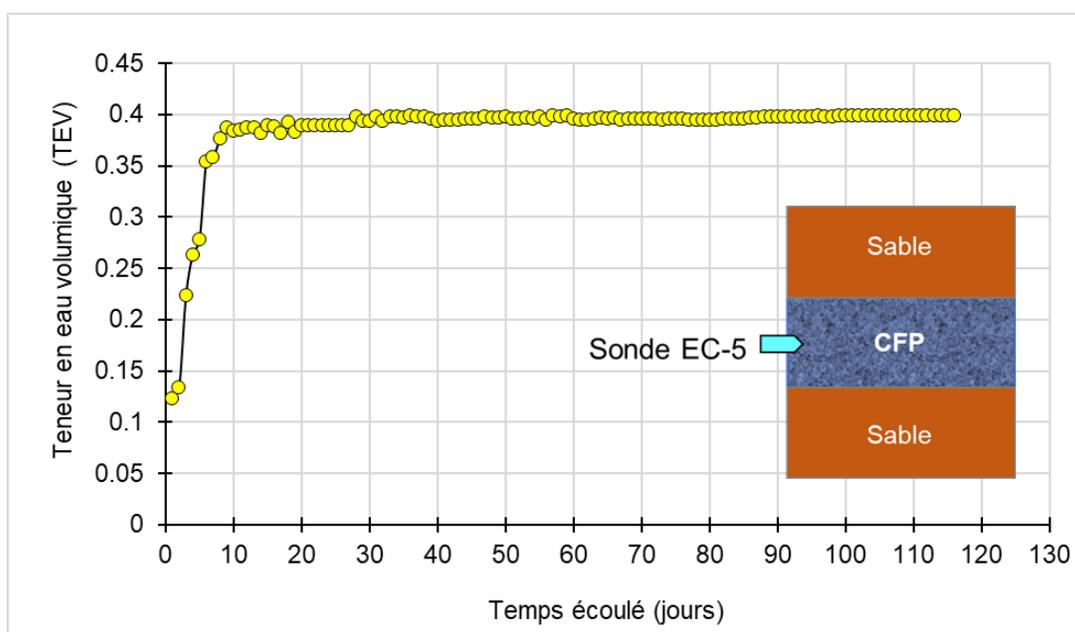


Figure 4.2-7 : Évolution de la teneur en eau volumique de la CFP faite de sable et 0,7% PSA

Le gel qui est ainsi formé joue deux rôles principaux : l'un comme matériau de rétention d'eau et le second comme matériau de comblement des pores du mélange de sable et de PSA sous forme de gel. À ce stade, il devient difficile de distinguer l'eau contenue dans l'hydrogel de l'eau libre entre les grains du matériau. La Figure 4.2-8 présente l'évolution du degré de saturation ($S_r = \theta_w/n$) en considérant une porosité $n = 0,4$. On observe que la saturation du matériau est atteinte après une centaine de jours.

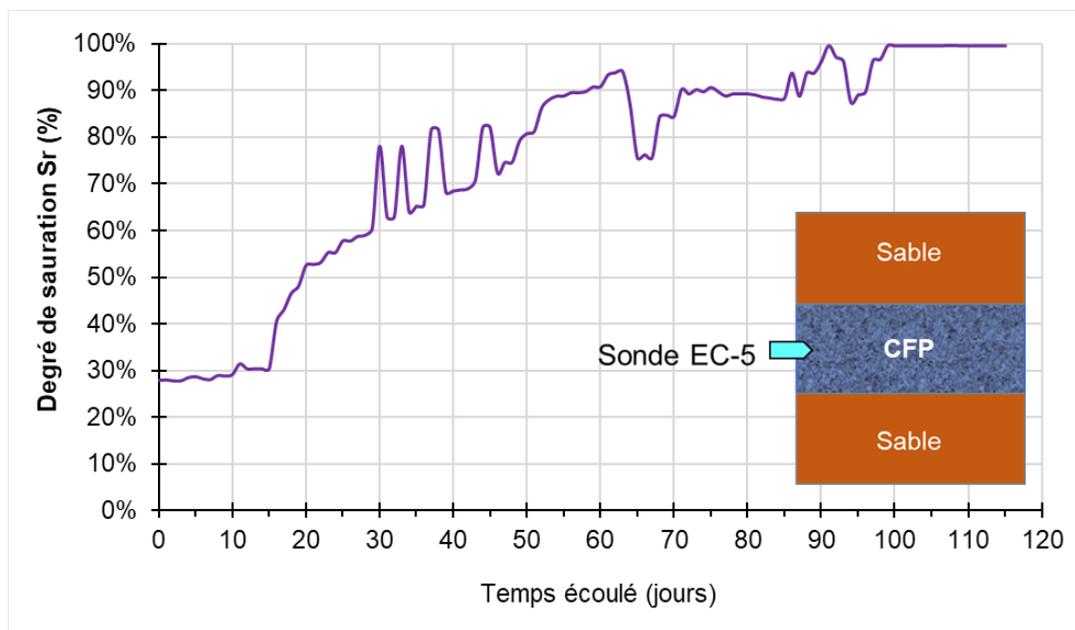


Figure 4.2-8 : Évolution du degré de saturation (S_r) de la couche du bris capillaire de la CFP faite de sable et de 0,7% PSA

La Figure 4.2-9 présente l'évolution de la teneur en eau volumique des résidus de Goldex sans PSA en fonction du temps écoulé. Cette figure montre une teneur en eau plus élevée à la surface de la « CFP » après le rinçage.

En ce qui concerne les mélanges des résidus de la mine Goldex avec 0,05% de PSA-M85F, les résultats des mesures de la teneur en eau volumique présentés dans la Figure 4.2-10 indiquent différents comportements. En effet, avec l'ajout de 0,05% de PSA à grains fins (M85F), la teneur en eau est plus élevée dans la partie inférieure (en bas) de la couche de résidus.

Ceci peut s'expliquer par la présence du PSA contenu vers le bas du matériau. Ce qui pourrait indiquer que la présence des PSA dans la CFP permet de maintenir le maximum d'humidité.

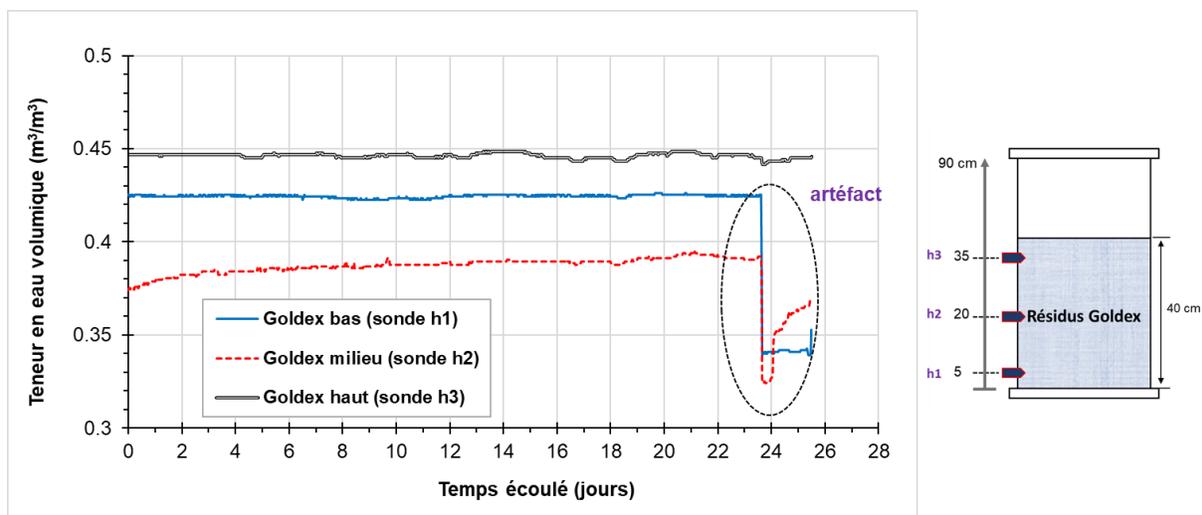


Figure 4.2-9 : Évolution de la teneur en eau volumique (TEV) des résidus miniers fins de la mine Goldex au cours du temps de l'essai

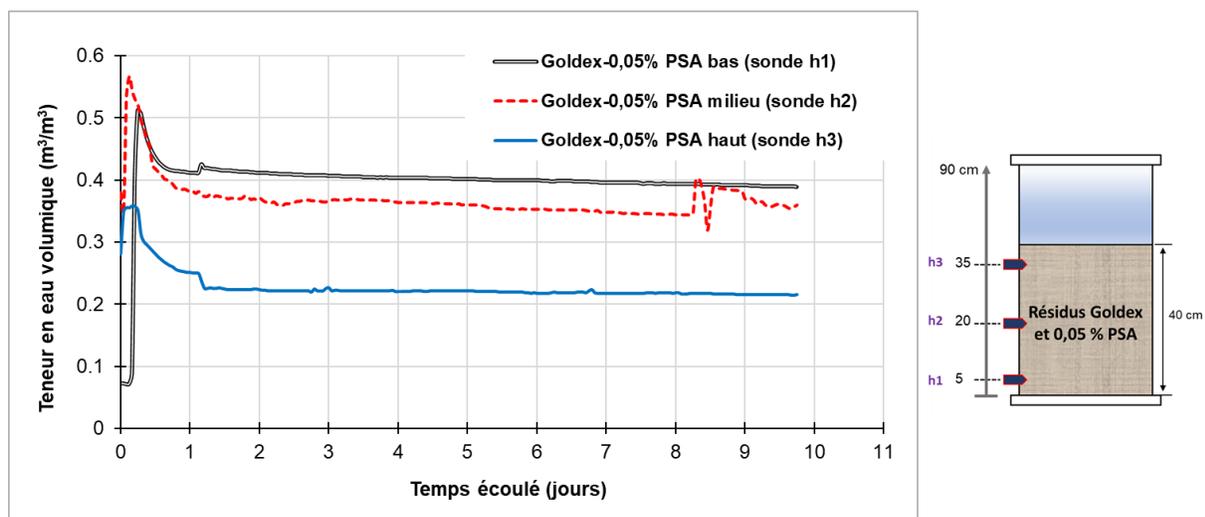


Figure 4.2-10 : Évolution de la teneur en eau volumique du mélange de résidus miniers fins de Goldex et 0,05% PSA fins M85F

4.3 Impact de la granulométrie des PSA sur le taux d'absorption et de rétention d'eau dans les essais en colonnes

4.3.1 Colonne faite du mélange de sable et 1% de PSA

Le matériau du mélange fait de sable avec 1% PSA a été humidifié (gonflé) avec de l'eau déionisée avant d'être placé dans la colonne. Cette méthode a été testée dans le but de vérifier l'effet d'utiliser des PSA déjà gonflés dans une couche simulant la CFP. Ainsi, une seconde couche de sable a été placée au-dessus de cette couche afin de minimiser l'effet du gonflement des PSA. Après le premier cycle de rinçage, l'eau a lentement percolé pendant presque deux semaines et contrairement aux cas précédents, les succions dans la colonne sont restées nulles, indiquant le fait que le matériau était saturé (Figure 4.3-1). Ce résultat s'explique par la présence de l'eau absorbée par les PSA avant leur mise en place dans la colonne. Ce qui veut dire que le processus d'expansion des chaînes macromoléculaires des PSA une fois en contact avec l'eau est réduit, et la percolation de l'eau à travers la CFP faite de sable et de 1% PSA est moins lente dans ces conditions.

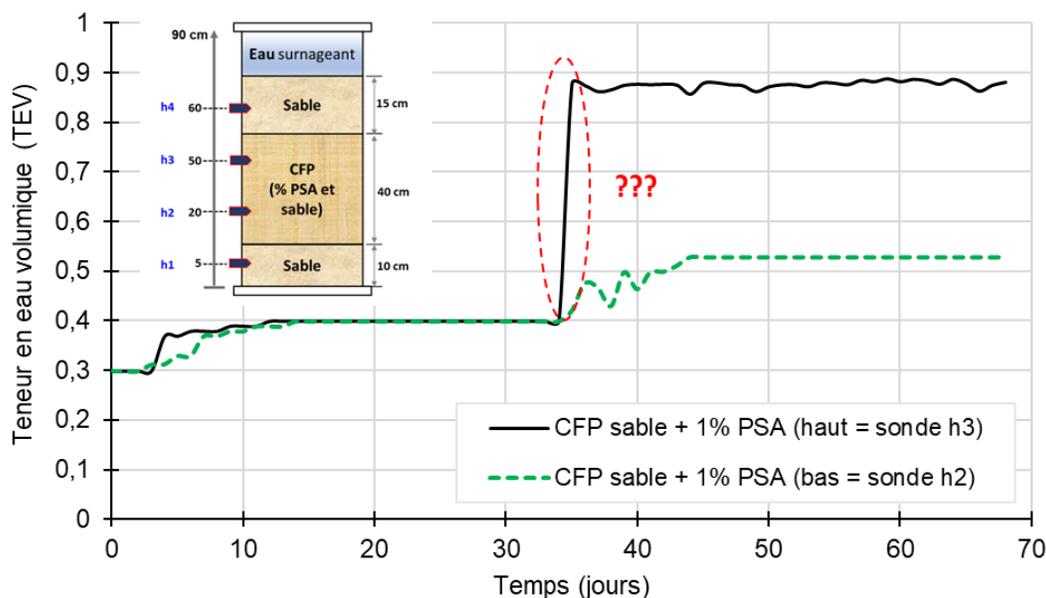


Figure 4.3-1 Évolution de la teneur en eau volumique dans la **CFP** avec 1% PSA-M85F en fonction du temps écoulé après deux rinçages

4.3.2 Mesure de la succion et du degré de saturation des mélanges de sable et de PSA

La Figure 4.3-2 présente les courbes d'évolution du degré de saturation (S_r) en haut et au bas de la CFP au cours temps écoulé pendant près de 70 jours. Cette figure montre que l'effet du phénomène de *gel blocking* est apparent au niveau du haut de la couche de faible perméabilité (CFP) faite sable mélangé avec 1% de PSA-M85F. En effet, après 35 jours et un nouveau rinçage, toute l'eau ajoutée est restée stagnante à la surface et toute la CFP était à saturation. Ces résultats montrent que les PSA à grains fins (M85F) peuvent clairement réduire non seulement l'infiltration de l'eau à travers les couches sous-jacentes, mais également à la retenir au niveau de la CFP sous deux formes : la première représente une couche de gel et la seconde une couche d'eau par-dessus le gel qui à son tour devrait pouvoir empêcher totalement la diffusion de l'oxygène de l'air à travers la CFP. De manière générale, l'utilisation des PSA à grains fins dans le contexte d'un recouvrement employant une couche de faible perméabilité (CFP) peut lui permettre de jouer le double rôle d'une barrière à l'eau lorsqu'elle est totalement saturée et de celui d'une barrière à l'oxygène lorsque les PSA sont transformés en gel et forment une sorte d'écran qui ne laisse plus passer l'eau.

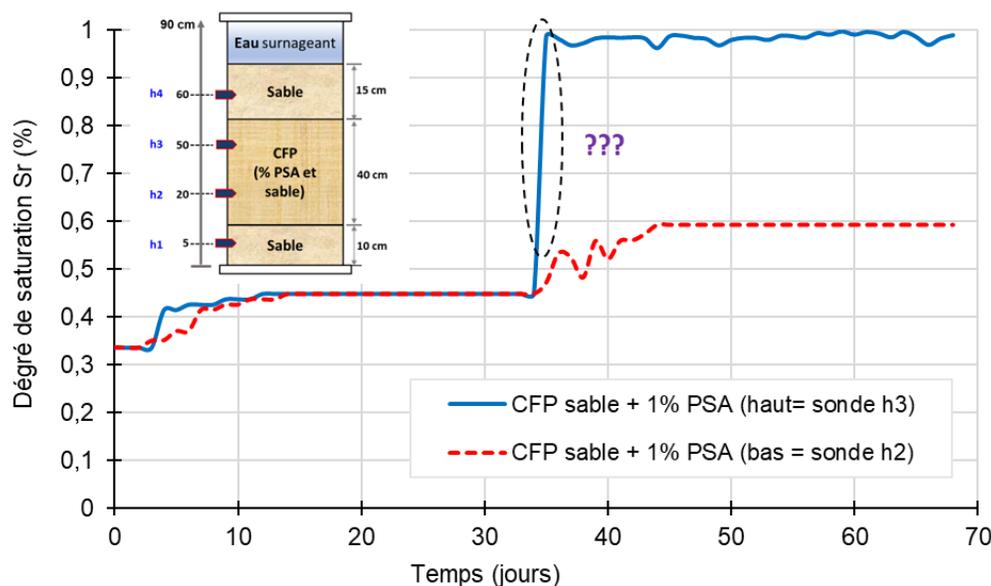


Figure 4.3-2 : Évolution du degré de saturation de la **CFP** faite de sable avec 1% PSA en fonction du temps écoulé (jours)

Dans les colonnes instrumentées (cf. Figure 4.3-3), des mesures de succion à différents niveaux de la CFP de certaines colonnes d'essais ont été effectuées. Ceci a permis de représenter sur la Figure

4.3-4) la variation de la succion en fonction du temps écoulé de la colonne de CFP 0,7% de PSA-M85F.



Figure 4.3-3 : Photo des colonnes instrumentées

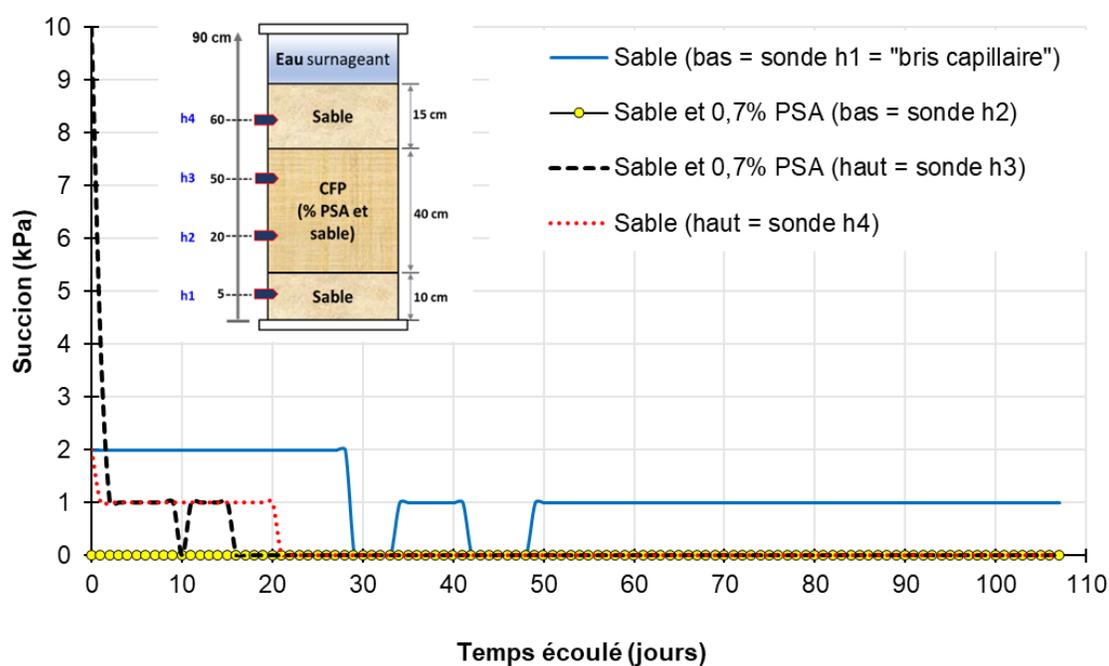


Figure 4.3-4 : Évolution de la succion dans les couches de la colonne faite d'un mélange de sable et de 0,7% de PSA-M85F en fonction du temps écoulé

La Figure 4.3-4 présente des valeurs de succion mesurées presque nulles à partir du quinzième jour d'humidification pour le niveau haut (sonde h3). Pour le niveau bas (sonde h2) de la CFP contenant 0,7% de PSA-M85F qui était déjà mouillé pendant la mise en place, les valeurs de succion sont

restées nulles pour toute la durée des essais. Ces résultats attirent notre attention sur le fait que le simple mouillage des PSA contenus dans le sable amendé a été assimilé à une saturation du matériau pendant la période de suivi des mesures par les sondes de succion.

La Figure 4.2-3 présente l'évolution de la saturation de la CFP à la suite des rinçages et de la percolation de l'eau en haut de la couche CFP avec 0,7% PSA (matériau sec en haut) lors de la mise en place. Par la suite, le matériau est progressivement saturé sur une période de trois semaines avant d'être totalement saturé ou bien transformé en gel. Dans le même temps, les valeurs des succions sont restées nulles pendant toute la durée de l'essai (cf. Figure 4.3-4). Ceci s'est traduit au niveau de la couche supérieure de sable (sonde h4) où l'eau est restée stagnante durant tout le reste du temps de l'essai, car le gel ne laissait plus passer l'eau à travers le matériau (cf. Figure 4.3-4).

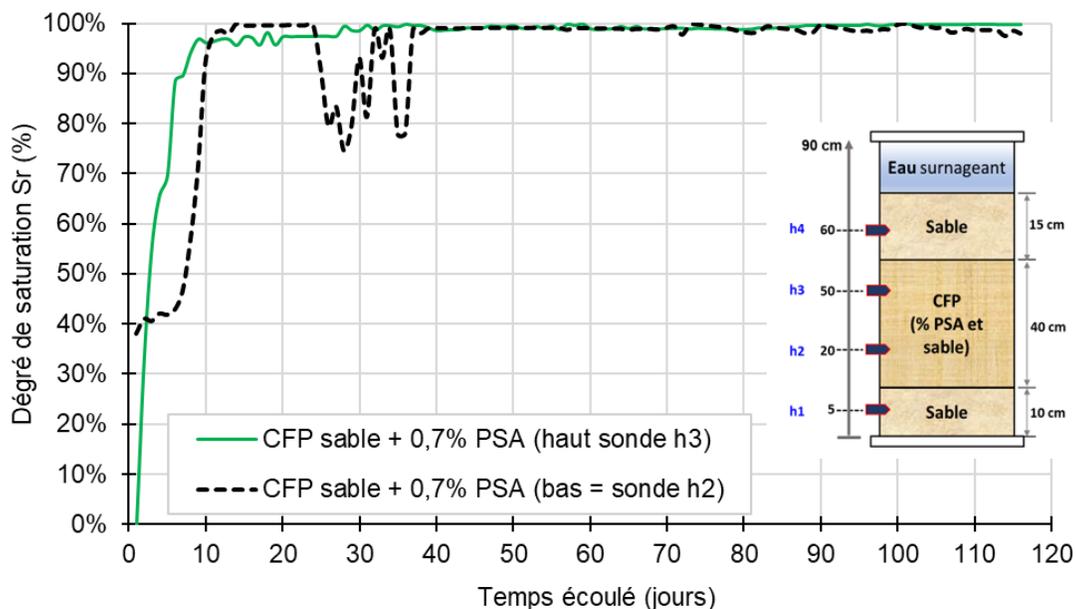


Figure 4.3-5 : Variation du degré de saturation de la CFP avec 0,7% PSA en fonction du temps

Pour faire une synthèse, on peut retenir que les valeurs de la teneur en eau volumique (TEV) mesurées comprennent l'eau libre intergranulaire dans le mélange et l'eau absorbée par les PSA. En effet, le gel formé est sous forme d'un liquide visqueux qui s'introduit entre les grains de sable ou de résidus constituant le mélange simulant la CFP.

Les calculs du degré de saturation (S_r) donnent des résultats qui montrent que les échantillons des CFP testés étaient très saturés. Toutefois, les observations faites à l'œil nu semblent plutôt montrer

un matériau qui paraît (texture) non-saturé ou partiellement saturé. Ceci pourrait sous-entendre que le gonflement des PSA à la suite de l'absorption d'eau pourrait faire apparaître un comportement d'un matériau saturé dû à l'effet du gel formé qui pourrait être assimilé à de l'eau par les sondes EC-5 ou les sondes de succion. En effet, pendant toute la durée des essais, les sondes de succion indiquaient des valeurs nulles après le contact des PSA avec l'eau dans le mélange. De plus, le fait que le mélange de sable avec des PSA gonfle après leur mise en place dans la colonne a aussi impacté la précision des mesures des TEV sans oublier le fait que ce phénomène avait tendance à modifier constamment la porosité initiale du matériau. Par conséquent, la conversion de la TEV en degré de saturation doit être prise avec beaucoup de précaution.

4.3.2.1 Calcul du coefficient de diffusion d'oxygène (D_e)

Les mesures de la teneur en eau volumique (TEV) en plus des valeurs de porosité (n) de mise en place du matériau dans les colonnes ont permis de calculer les valeurs des coefficients de diffusion d'oxygène effectif (D_e) dans chaque CFP à l'aide des équations développées par (Aachib *et al.*, 2004). La Figure 4.3-6 présente l'évolution du coefficient de diffusion effectif en fonction du temps écoulé.

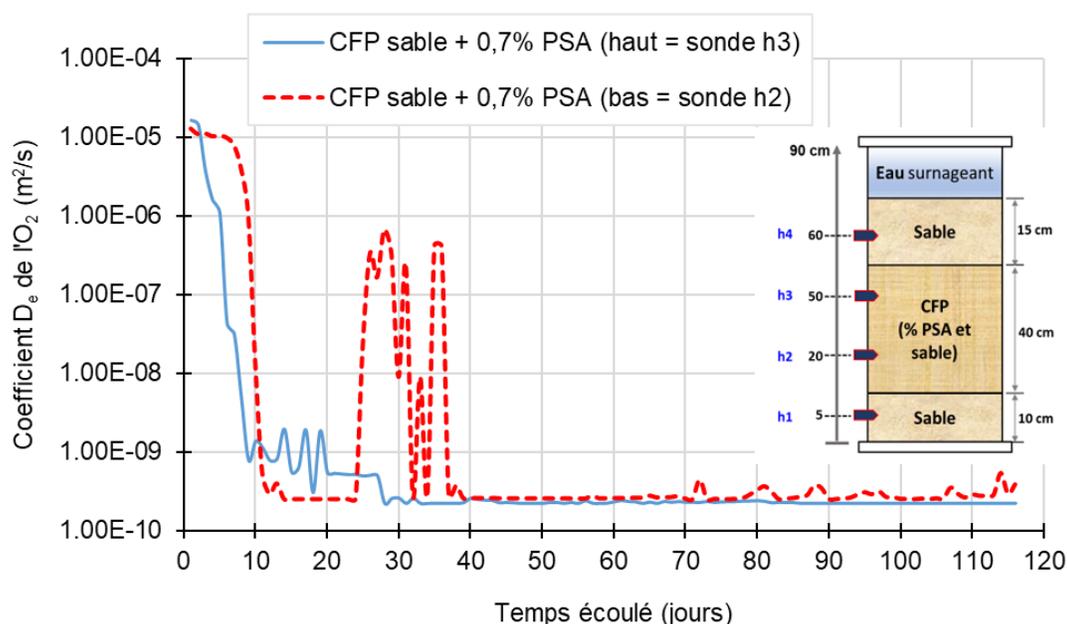


Figure 4.3-6 : Coefficient de diffusion d'O₂ à travers la CFP avec 0,7% PSA en fonction du temps écoulé

Cette figure montre qu'après environ une semaine de rinçage pour le haut de la CFP (sonde h3) et une dizaine de jours pour le bas de la CFP (sonde h2), le coefficient de diffusion d'oxygène devient quasi nul, et ce, pendant tout le reste de la durée de l'essai. Ce qui confirme son rôle de barrière à l'oxygène.

D'autre part, ces résultats confirment que le coefficient de diffusion d'oxygène (D_e) varie en fonction du degré de saturation (S_r). En effet, plus S_r est faible, et plus le coefficient de diffusion (D_e) est élevé et devient progressivement faible lorsque la saturation augmente au fur et à mesure jusqu'à 100%. Les résultats des calculs montrent que les coefficients de diffusion (D_e) varient entre 10^{-5} et 10^{-8} pour le sable (bris capillaire = sonde h1) et jusqu'à 10^{-10} pour la couche CFP avec 0,7% PSA (Figure 4.3-7).

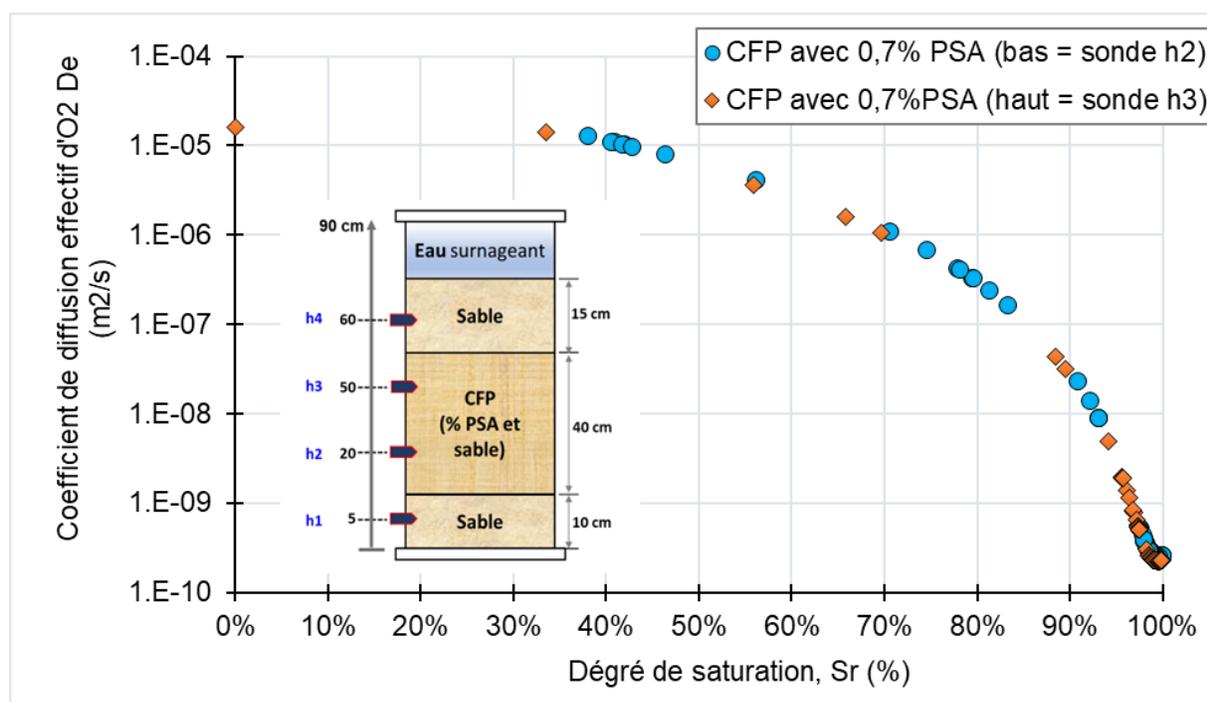


Figure 4.3-7 : Variation du coefficient de diffusion d'O₂ (D_e) en fonction du degré de saturation (S_r) de la CFP avec 0,7% PSA

4.3.2.2 Calcul du flux d'oxygène en milieu non réactif

Dans cette étude, c'est la méthode des gradients d'oxygène (O₂) qui a été utilisée pour calculer le flux d'O₂ en sachant que cette méthode des gradients dépend en grande partie de la précision des

mesures de concentration d'oxygène par le chromatographe à phase gazeuse et des mesures de teneur en eau volumique (TEV). Les Tableaux 4.3-1 et 4.3-2 présentent les valeurs des gradients d'oxygène calculés, respectivement pour la colonne avec la CFP faite du mélange de sable et de 0,7% de PSA-M85F et celle de 1% de PSA-M85F. Dans ces tableaux, seules les valeurs en gras (fond gris) ont été utilisées pour les calculs du flux d'oxygène à travers la CFP.

Tableau 4.3-1 : Gradients d'oxygène calculés pour le cas de la CFP avec 0,7% de PSA-M85F

Niveau	Z (m)	Q d'O ₂ (%)			Q d'O ₂ (mol/m ³)			Gradient d'O ₂ ($\Delta C/\Delta Z$) (mol/m ⁴)		
		Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3
Sable et 0,7% PSA	0.52	27.32	26.55	20.41	11.3	10.9	8.4	0.93	0.66	0.49
	0.37	26.98	26.31	20.23	11.1	10.8	8.3			
Sable bris capillaire	0.22	26.75	26.12	20.11	11.0	10.8	8.3	0.63	0.52	0.33

Tableau 4.3-2 : Gradients d'oxygène calculés pour le cas de la CFP avec 1% de PSA-M85F

Colonne	Z (m)	Q d'O ₂ (%)			Q d'O ₂ (mol/m ³)			Gradient d'O ₂ ($\Delta C/\Delta Z$) (mol/m ⁴)		
		Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3
Sable et 1% PSA-M85F	0.67	19.00	19.03	18.21	7.8	7.8	7.5	1.76	1.04	0.30
	0.52	18.36	18.65	18.10	7.6	7.7	7.5	0.91	0.55	0.38
	0.37	18.03	18.45	17.96	7.4	7.6	7.4			
	0.22	17.70	17.98	17.55	7.3	7.4	7.2	0.91	1.29	1.13
Sable bris capillaire	0.87	29.30	23.56	18.21	12.1	9.7	7.5	0.91	0.36	0.20
	0.64	28.79	23.36	18.10	11.9	9.6	7.5	0.52	0.32	0.18
	0.37	28.45	23.15	17.98	11.7	9.5	7.4			
	0.22	28.33	23.06	17.92	11.7	9.5	7.4	0.33	0.25	0.16

Les flux d'oxygène ont été calculés par la méthode des gradients d'oxygène pour trois rinçages (assimilables à des cycles soit le 18 octobre pour le premier, 10 novembre, le deuxième et le troisième cycle le 7 décembre 2021) de suivi au niveau de trois emplacements en haut, au centre et en bas des CFP en considérant une concentration initiale d'oxygène de 8,65 mol/m³ (276,7 g/m³) afin de calculer le gradient d'O₂. Les mesures de concentration d'O₂ prises au niveau des pores à différents niveaux des CFP ainsi que les calculs des gradients de concentration d'O₂ sont présentés les Tableaux 4.3-1 et 4.3-2.

Tableau 4.3-3 : Flux d'oxygène calculés par la méthode de gradient d'O₂ à différents points de prélèvement dans la CFP avec 0,7% de PSA-M85F

Cycles de suivi	D _e (m ² /s)		ΔC/ΔZ (mol/m ⁴)		Flux d'O ₂ (mol/m ² /an)	
	Bas	Haut	Bas	Haut	Bas	Haut
Cycle 1	1,062E-05	3,17E-08	8,2E-01	9,3E-01	3,0E+02	1E-02
Cycle 2	2,55E-10	5,22E-10	6,6E-01	6,6E-01	5,3E-03	1E-02
Cycle 3	4,00E-10	2,26E-10	4,8E-01	4,8E-01	6,0E-03	3E-03

Tableau 4.3-4 : Flux d'oxygène calculés par la méthode de gradient d'O₂ à différents points de prélèvement dans la CFP avec 1% de PSA-M4

Cycles de suivi	D _e (m ² /s)		ΔC/ΔZ (mol/m ⁴)		Flux d'O ₂ (mol/m ² /an)	
	Bas	Haut	Bas	Haut	Bas	Haut
Cycle 1	1,74E-07	3,22E-09	1,04E+00	1,21E+00	3,9	0,072
Cycle 2	2,26E-10	2,26E-10	0,41E-01	0,71E-01	5,08E-03	2E-03
Cycle 3	2,26E-10	2,26E-10	0,38E-01	0,66E-01	5,00E-03	3E-03

Les valeurs du flux d'oxygène pour les trois rinçages (ou cycles) des différentes configurations de CFP testées sont présentées dans les Tableaux 4.3-3 et 4.3-4. Ces résultats montrent qu'à l'exception du cycle 1, le flux d'O₂ semblent être constants et similaires entre le bas et le haut des deux configurations de CFP (0,7% de PSA-M85F et 1% de PSA-M85F) et qui sont très faibles. Ce comportement est attribuable à la présence des PSA qui semblent former un gel qui comble les vides et bloque l'infiltration d'eau et de l'O₂. On note que ces flux sont inférieurs à 1 mol/m²/an, et qui est utilisée comme valeur cible pour les systèmes de recouvrement.

Les résultats non exhaustifs des calculs de flux d'oxygène montrent qu'un système de recouvrement utilisant une CFP faite d'un mélange de sable et d'une faible proportion (entre 0,7 et 1% de la masse sèche de sable) de PSA (fins ou grossiers) permettrait de réduire considérablement la migration de l'oxygène vers les résidus réactifs sous-jacents. Par conséquent, même si des études complémentaires doivent être effectuées, il n'en demeure pas moins que les CFP-PSA semblent avoir joué leur rôle de couche de rétention d'humidité en atteignant les objectifs visés en termes de flux d'oxygène qui doit être inférieur à 1 mol/m²/an (seuil d'efficacité du système de barrière).

4.3.3 Dernières remarques à propos de l'utilisation des PSA dans la CFP

Les mélanges de sable ou de résidus non générateurs avec des PSA pour former une couche de faible perméabilité (CFP) semblent présenter certains avantages, mais aussi des limites.

- En contexte de *couverture monocouche* avec nappe phréatique surélevée (NPS), la CFP faite de mélange de sable et de PSA (CFP-PSA) pourrait servir comme matériau pour contrôler les pertes d'eau dans le système. En effet, le gel qui se forme à la suite de l'absorption d'eau par les PSA pourra jouer le rôle de barrière à l'évaporation de l'eau contenue dans les résidus sulfureux mais aussi de maintien du niveau de la nappe phréatique surélevée sans faire appel à la notion de hauteur de désaturation qui devrait être de l'ordre de la moitié de l'AEV (Aubertin et al., 1999). La limite de cette méthode dans ce cas est que la CFP favorisera peu l'apport en eau vers les résidus au cas où la nappe phréatique serait basse, mais son rôle d'écran de maintien de l'humidité n'entraînerait pas de conséquence graves en termes d'oxydation des résidus réactifs sous-jacents.
- En contexte de *couverture multicouche* de type couverture avec effet de barrière capillaire (CEBC), le gel de PSA formé pourrait réduire drastiquement la diffusion de l'oxygène vers les résidus grâce à son taux de rétention d'humidité et son imperméabilité à l'eau (effet du *gel blocking*). Une telle couverture avec une CFP-PSA nécessiterait cependant de vérifier l'impact de la charge des couches sus-jacentes sur le gel de PSA formé dans la CFP afin de s'assurer de son efficacité, malgré le fait qu'elle soit en mesure de conserver son humidité pendant longtemps. Cependant, cette charge des couches en surface jouerait un rôle important dans la performance de la CFP qui est, entre autres, de :
 - limiter le gonflement des PSA contenus dans la CFP;
 - permettre de garder une hauteur constante du matériau de la CFP pendant le processus de mouillage/imbibition;
 - faciliter le scellement des grains de sable ainsi que le remplissage des pores par le gel de PSA contenu dans le matériau de la CFP; ce qui, par conséquent, favoriserait la réduction de la perméabilité du mélange.
- En contexte d'une *barrière à l'eau*, le mélange de sable avec des PSA a tendance à développer des performances techniques d'une couverture presque'imperméable/étanche comme les

matériaux argileux ou bentonitiques par le fait que la CFP-PSA reste imperméable à l'eau et à l'oxygène après l'absorption d'eau à l'équilibre par les PSA (formation d'un gel capable de combler les pores et de bloquer l'infiltration d'eau à travers la couche). Le taux de percolation et la perméabilité de la CFP faite du mélange de sable et de PSA deviennent très faibles, voire nulles pour le cas de la percolation et selon le dosage en PSA dans le mélange. De plus, un aspect intéressant a été le fait d'avoir observé que les PSA à grains fins ne se desséchaient pas à l'air ambiant à cause de leur aspect gélatineux. Par conséquent, lorsque les PSA sont soigneusement placés entre deux couches de sol, ils pourraient être assimilables au comportement d'une géomembrane placée sur des résidus miniers, seulement en termes de percolation de l'eau.

- En contexte de recouvrement de type *stockage et relargage* ("Store and Release") (SR), la CFP-PSA pourrait se comporter comme une couche de stockage/d'emménagement de l'eau durant la saison des pluies, puis la retourner à l'atmosphère uniquement par évaporation pendant la saison dite sèche dans les régions semi-arides et arides. En effet, la SR nécessite que la CFP-PSA puisse avoir une grande capacité de rétention de l'humidité afin de pouvoir limiter l'écoulement de l'eau vers la couche de résidus réactifs sous-jacente. Or, une CFP-PSA serait capable d'absorber des quantités importantes d'eau avec un très faible taux de percolation après que les PSA soient complètement transformés en gel. Toutefois, chaque variation des précipitations pourrait jouer sur la performance de la CFP et de sa rétention d'humidité et ainsi affecter le bon fonctionnement d'un tel type de SR.

Concernant les limites de la technique de CFP-PSA, on peut noter un risque élevé d'instabilité lorsqu'appliquée à des pentes, car le gel de PSA formé pourrait se mouvoir librement par manque de consistance et générer des zones de faiblesse favorisant le glissement. De plus, le gel de PSA peut certainement avoir des incompatibilités avec certains produits et matériaux contenant les cations divalents (ex. Ca^{2+} , Cu^{2+} , etc.). À tout cela s'ajoute l'incertitude de la durée de vie du gel incorporé dans un matériau de nature géologique tel que le sable normal de béton.

CHAPITRE 5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

5.1 Conclusions

Ce projet de recherche originale et ambitieux visait à atteindre deux objectifs spécifiques qui sont :

- a. Évaluer l'efficacité du phénomène de gel de blocage ou *gel-blocking* des PSA à granulométrie fine à créer une couche de faible perméabilité (CFP) qui pourrait jouer le rôle d'une couche (CFP-PSA) soit de barrière à l'oxygène ou de barrière à l'eau (couvertures de type monocouche ou multicouche). Les PSA pouvant être mélangés avec du sable normal de béton ou bien à des résidus miniers fins non générateurs d'acidité;
- b. Évaluer le potentiel d'adsorption physico-chimique de certains métaux par les PSA que ce soit à travers le processus de déshumidification des résidus miniers en pulpe ou bien dans le contexte d'une CFP-PSA.

Quatre différents types de PSA ont été testés et dont le classement selon la taille moyenne des grains est comme suit : M85F (plus fins) < M06K \approx A03P < M06L (plus grossiers). La capacité d'absorption des PSA (K_{PSA}) dans l'eau déionisée utilisée dans cette étude est d'environ 300 fois leur propre masse. Au terme de cette étude, les bilans et conclusions suivants peuvent être formulés :

➤ *Création d'une CFP contenant des PSA et son efficacité comme couche dans des systèmes de recouvrement (monocouche, multicouches, barrière étanche, stockage et relargage)*

Avant de simuler en colonnes différentes configuration de CFP-PSA, la performance des différents matériaux de base (sable, résidus miniers Goldex, PSA) et leurs mélanges (sable-PSA et résidus Goldex-PSA à des proportions comprises entre 0,3 et 1% de la masse sèche du matériau de base) utilisés a d'abord été évaluée à travers des essais de perméabilité et de capacité de rétention d'eau.

Les résultats des essais de perméabilité ont montré que la valeur de la conductivité hydraulique saturée (k_{sat}) du sable seul (10^{-5} m/s) a baissé drastiquement de 2 à 3 ordres de grandeur après l'ajout d'une faible quantité (de 0,3 à 1%) de PSA (entre 10^{-7} et 10^{-8} m/s) pour le mélange sable-PSA (quasi imperméable).

Les résultats des mélanges sable-PSA sont spectaculaires quand on sait que le sable (considéré comme un matériau grossier dans les systèmes de recouvrement avec effet de barrière capillaire) est très perméable.

Ce comportement peut être mis en parallèle à celui de l'ajout des boues de traitement de DMA avec du sable a permis de baisser le k_{sat} seulement d'un ordre de grandeur (Kanteye, 2019). Toutefois, l'ajout de PSA dans les résidus Goldex n'a pas permis de changer la valeur de k_{sat} qui est restée dans les mêmes ordres de grandeur (10^{-7} m/s), probablement à cause de la présence de cations divalents comme le Ca^{2+} .

Les résultats des essais en colonnes au laboratoire simulant différentes configurations de CFP-PSA ont permis de constater un ralentissement du flux d'eau qui pourrait être attribuable principalement au phénomène de gel de blocage (*gel blocking*). Par la suite, le gel formé a comblé les pores de la CFP-PSA qui devient ainsi quasi imperméable. En effet,

- les colonnes instrumentées au laboratoire n'ont généré aucun lixiviat durant toute la durée des essais. Ce qui voudrait dire que toutes les quantités d'eau de rinçage dans la CFP-PSA ont été absorbées et retenues par les PSA du mélange pour former le gel;
- lorsque le PSA est à l'état de gel, la CFP est restée imperméable à l'eau; ce qui a formé une couche d'eau importante à la surface de la couche supérieure de la CFP;

Les valeurs du coefficient de diffusion d'oxygène (D_e) et des flux d'oxygène à travers la CFP faite de sable avec des PSA ont été calculées et les résultats montrent que le flux d'oxygène est inférieur à 1 mol/m²/an. Ce qui représente le comportement d'une couverture efficace.

La forte réduction du flux d'oxygène à travers la CFP est également attribuable au phénomène de gel de blocage (*gel blocking*) des PSA. Ces résultats montrent que la CFP-PSA présente un comportement qui peut être assimilable à une barrière à l'eau, et donc une barrière à l'oxygène, mais aussi à un système de type stockage-relargage (SR) ou de type CEBC (effet de barrière capillaire).

Toutes ces observations concourent à penser et à avoir l'espoir que le mélange de sable avec une faible quantité des PSA (environ 1% de la masse du sable sec) ou dans une moindre mesure, le mélange de résidus miniers non générateurs d'acidité avec des PSA pourrait être une alternative de matériau de CFP dans la gestion et la prévention du drainage minier contaminé (DMC).

➤ *Potentiel de rétention de métaux et métalloïdes dissous dans l'eau à la surface des PSA*

Les résultats concluants des essais de rétention des métaux lourds (Co, Ni, Cu) et du métalloïde (As) ont montré en moyenne, un taux de rétention de l'As par les PSA-M06L de 90% pour trois concentrations initiales (faible, moyenne, forte), tandis que le taux de rétention du Co par les PSA M85F (à grains fins) est de 61% pour les trois concentrations initiales.

Le taux de rétention du Cu par les PSA de type A03P (moyennement grossiers) est en moyenne de 55% et le taux de rétention du Ni par les PSA de type M06K (moyennement grossiers) est en moyenne de 59%.

Des équations empiriques ont été proposées pour ces quatre éléments (As, Co, Ni, Co) et peuvent être utilisées pour prédire la concentration finale [C_f] après leur rétention partielle ou totale à la surface des PSA dans le but de respecter la Directive 019 sur l'industrie minière (MDDEP, 2012).

Les PSA ainsi contaminés peuvent ensuite être traités chimiquement afin de précipiter et de récupérer les métaux dans une solution à pH contrôlé.

5.2 Perspectives

Les PSA utilisés dans cette étude n'ont jamais été expérimentés dans ces situations et conditions d'analyse. Ces matériaux ont déjà servi dans le processus de déshumidification des pulpes du fait de leur pouvoir d'absorption élevé.

Pour une meilleure application de ces PSA dans le domaine minier, il est souhaitable qu'ils puissent résister aux attaques chimiques des solvants ou effluents des résidus miniers, car les PSA ont été conçus pour des applications d'hygiène corporelle (couches culottes pour bébés).

Ainsi, il serait souhaitable de pouvoir disposer d'autres types de PSA pour des applications pouvant répondre aux conditions chimiques, mécaniques et environnementales des parcs à résidus.

De plus, il est recommandé de trouver les méthodes les plus adaptées aux essais de perméabilité et de détermination de la courbe de rétention d'eau (CRE) des mélanges granulaires contenant des matériaux gonflant comme les PSA (inadéquation des techniques conventionnelles).

Ainsi, le principe même de l'essai de détermination de la CRE qui nécessite que le drainage de l'eau soit stabilisé afin de pouvoir distinguer l'eau retenue par les pores du matériau sous un palier de pression donnée est pratiquement incontrôlable avec la présence des PSA.

Ceci impliquerait donc de pouvoir trouver d'autres techniques de détermination de la CRE des CFP contenant des PSA.

La durabilité étant primordiale pour tout ouvrage d'ingénierie, la question sur la durée de vie du *gel blocking* dans une CFP-PSA dans la gestion des résidus miniers reste posée et à laquelle il faudrait trouver des éléments de réponse en poursuivant la recherche afin de s'assurer de l'applicabilité industrielle des PSA.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 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.
- Aachib, M., Mbonimpa, M., Aubertin, M. et Bussiere, B. (2004). Measurement and prediction of the oxygen diffusion coefficient in partly saturated media. *AGUSM, 2004*, H11C-02.
- Addi, N. E. H. (2020). Évaluation de la stabilité chimique des polymères superabsorbants et leur potentiel de séquestration en métaux dans les eaux des pulpes de résidus.
- Aiouaz, N. (2013). *Synthèse et propriétés de superabsorbants composites à base de polysaccharides*.
- Akhter, J., Mahmood, K., Malik, K., Mardan, A., Ahmad, M. et Iqbal, M. (2004). Effects of hydrogel amendment on water storage of sandy loam and loam soils and seedling growth of barley, wheat and chickpea. *Plant Soil and Environment*, 50(10), 463-469.
- Alexandre, B., Langevin, D., Médéric, P., Aubry, T., Couderc, H., Nguyen, Q., . . . Marais, S. (2009). Water barrier properties of polyamide 12/montmorillonite nanocomposite membranes: structure and volume fraction effects. *Journal of Membrane Science*, 328(1-2), 186-204.
- Aubertin, M., Aachib, M. et Authier, K. (2000). Evaluation of diffusive gas flux through covers with a GCL. *Geotextiles and Geomembranes*, 18(2-4), 215-233.
- Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des rejets miniers (CD-ROM). *Presses Internationales Polytechnique, Montréal, Que.*
- Aubertin, M. et Chapuis, R. (1991). *Considérations hydro-géotechniques pour l'entreposage des résidus miniers dans le nord-ouest du Québec*. Communication présentée Proceedings of the Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Montreal, MEND/Canmet.
- Aubertin, M., Mbonimpa, M., Bussière, B. et Chapuis, R. (2003). A model to predict the water retention curve from basic geotechnical properties. *Canadian Geotechnical Journal*, 40(6), 1104-1122.
- Aubertin, M., Pabst, T., Bussière, B., James, M., Mbonimpa, M., Benzaazoua, M. et Maqsoud, A. (2015). *Revue des meilleures pratiques de restauration des sites d'entreposage de rejets miniers générateurs de DMA*. Communication présentée Proc. Symposium 2015 on Mines and the Environment, Rouyn-Noranda.
- Aubertin, M., Ricard, J.-F. et Chapuis, R. P. (1998). A predictive model for the water retention curve: application to tailings from hard-rock mines. *Canadian Geotechnical Journal*, 35(1), 55-69.

- Awoh, A. S. (2012). *Étude expérimentale du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux sous un recouvrement en eau*. (Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Bahaj, H., Benaddi, R., Bakass, M. et Bayane, C. (2010). Swelling of superabsorbents polymers in an aqueous medium. *Journal of applied polymer science*, 115(4), 2479-2484.
- Bahaj, H., Benaddi, R., Bakass, M., Bayane, C. et Bellat, J. (2009). *Comportement du Gonflement d'un Polymère Superabsorbant vis-à-vis de l'Eau dans un Sol Sableux*. Communication présentée JEEP–Journées d'Etude des Equilibres entre Phases.
- Bai, W., Zhang, H., Liu, B., Wu, Y. et Song, J. (2010). Effects of super-absorbent polymers on the physical and chemical properties of soil following different wetting and drying cycles. *Soil use and management*, 26(3), 253-260.
- Bajpai, S. et Tankhiwale, R. (2006). Investigation of water uptake behavior and stability of calcium alginate/chitosan bi-polymeric beads: Part-1. *Reactive and Functional Polymers*, 66(6), 645-658.
- Bajpai, S. K. et Singh, S. (2006). Analysis of swelling behavior of poly (methacrylamide-co-methacrylic acid) hydrogels and effect of synthesis conditions on water uptake. *Reactive and Functional Polymers*, 66(4), 431-440.
- Bao, Y., Ma, J. et Li, N. (2011). Synthesis and swelling behaviors of sodium carboxymethyl cellulose-g-poly (AA-co-AM-co-AMPS)/MMT superabsorbent hydrogel. *Carbohydrate polymers*, 84(1), 76-82.
- Baran, A., Zaleski, T., Kulikowski, E. et Wieczorek, J. (2015). Hydrophysical and Biological Properties of Sandy Substrata Enriched with Hydrogel. *Polish Journal of Environmental Studies*, 24(6).
- Barbour, S. L., Lim, P. C. et Fredlund, D. G. (1996). A new technique for diffusion testing of unsaturated soil. *Geotechnical Testing Journal*, 19(3), 247-258.
- Belem, T., El Mahboub K., Kabamba C.N., Poudama L.É., Addi N., Mbonimpa M. et A., M. (2019). Évaluation de la performance des polymères super-absorbants (PSA) comme alternative de déshumidification des résidus miniers en pulpe avant leur entreposage en surface ou sous terre. *Rapport synthèse FRQNT*, 12 pages.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É. et Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulphurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. *Minerals Engineering*, 21(4), 330-340.
- Buchholz, F. L. (2006). Model of liquid permeability in swollen composites of superabsorbent polymer and fiber. *Journal of applied polymer science*, 102(4), 4075-4084.
- Bussière, B., Aubertin, M., Zagury, G. J., Potvin, R. et Benzaazoua, M. (2005). *Principaux défis et pistes de solution pour la restauration des aires d'entreposage de rejets miniers abandonnées*. Communication présentée Symposium 2005 sur l'environnement et les mines.

- Bussière, B., Potvin, R., Dagenais, A.-M., Aubertin, M., Maqsoud, A. et Cyr, J. (2009). Restauration du site minier Lorraine, Latulipe, Québec: Résultats de 10 ans de suivi. *Déchets Sciences et Techniques*, 54, 49-64.
- Casquilho, M., Rodrigues, A. et Rosa, F. (2013). Superabsorbent polymer for water management in forestry. *Agricultural Sciences*, 4(05), 57-60.
- Chapuis, R. P. (2004). Predicting the saturated hydraulic conductivity of sand and gravel using effective diameter and void ratio. *Canadian Geotechnical Journal*, 41(5), 787-795.
- Chapuis, R. P. et Aubertin, M. (2003). On the use of the Kozeny Carman equation to predict the hydraulic conductivity of soils. *Canadian Geotechnical Journal*, 40(3), 616-628.
- Chen, P., Zhang, W. A., Luo, W. et Fang, Y. e. (2004). Synthesis of superabsorbent polymers by irradiation and their applications in agriculture. *Journal of applied polymer science*, 93(4), 1748-1755.
- Cosset, G. (2009). *Comportement hydrogéologique d'une couverture monocouche sur des résidus miniers sulfureux: Essais en colonne et simulations numériques*. (École Polytechnique de Montréal).
- Dagenais, A.-M. (2005). *Techniques de contrôle du drainage minier acide basées sur les effets capillaires*. (École Polytechnique de Montréal).
- Dagenais, A.-M., Aubertin, M. et Bussière, B. (2006). *Parametric study on the water content profiles and oxidation rates in nearly saturated tailings above the water table*. Communication présentée Proceedings of the 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD).
- Demers, I. (2008). *Performance d'une barrière à l'oxygène constituée de résidus miniers faiblement sulfureux pour contrôler la production de drainage minier acide*. (Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- 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(4), 317-329.
- Duan, Z., Thomas, N. et Huang, W. (2013). Water vapour permeability of poly (lactic acid) nanocomposites. *Journal of Membrane Science*, 445, 112-118.
- El-Farhan, Y., Rolston, D., Petersen, L. et Glauz, R. (1996). Analytical Solution for Two-Region Diffusion with Two Well-Mixed End Chambers. *Soil Science Society of America Journal*, 60(6), 1697-1704.
- Elberling, B., Nicholson, R. V., Reardon, E. et Tibble, R. (1994). Evaluation of sulphide oxidation rates: a laboratory study comparing oxygen fluxes and rates of oxidation product release. *Canadian Geotechnical Journal*, 31(3), 375-383.
- Esteves, L. P. (2010). *On the absorption kinetics of superabsorbent polymers*. Communication présentée International RILEM Conference on Use of Superabsorbent Polymers and Other New Additives in Concrete.
- Faris, N., Fischmann, A. J., Assmann, S., Jones, L. A., Tardio, J., Madapusi, S., . . . Bhargava, S. (2021). A study into the behaviour of nickel, cobalt and metal impurities during partial

- neutralisation of synthetic nickel laterite pressure leach solutions and pulps. *Hydrometallurgy*, 202, 105604.
- Farkish, A. et Fall, M. (2013). Rapid dewatering of oil sand mature fine tailings using super absorbent polymer (SAP). *Minerals Engineering*, 50, 38-47.
- Flory, P. J. et Rehner Jr, J. (1943). Statistical mechanics of cross-linked polymer networks I. Rubberlike elasticity. *The journal of chemical physics*, 11(11), 512-520.
- Fredlund, D. G. et Xing, A. (1994). Equations for the soil-water characteristic curve. *Canadian Geotechnical Journal*, 31(4), 521-532.
- Gao, D. (2002). Superabsorbent polymer composite (SAPC) materials and their industrial and high-tech applications.
- Gao, D. (2003). Superabsorbent polymer composite (SAPC) materials and their industrial and high-tech applications.
- Genty, T. (2012). *Comportement hydro-bio-géo-chimique de systèmes passifs de traitement du drainage minier acide fortement contaminé en fer*. (Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Gosselin, M., Mbonimpa, M., Aubertin, M. et Martin, V. (2007). An investigation of the effect of the degree of saturation on the oxygen reaction rate coefficient of sulphidic tailings. *Proceedings of the ERTEP*.
- Gray, N. (1997). Environmental impact and remediation of acid mine drainage: a management problem. *Environmental Geology*, 30(1-2), 62-71.
- Hamdi, J. (2011). *Mesures expérimentales des concentrations en oxygène sur le terrain et modélisation numérique pour évaluer le flux de diffusion dans la couverture du site minier LTA*. (École Polytechnique de Montréal).
- Haraguchi, K. et Li, H.-J. (2006). Mechanical properties and structure of polymer– clay nanocomposite gels with high clay content. *Macromolecules*, 39(5), 1898-1905.
- Hu, Y., Beach, J., Raymer, J. et Gardner, M. (2004). Disposable diaper to collect urine samples from young children for pyrethroid pesticide studies. *Journal of Exposure Science & Environmental Epidemiology*, 14(5), 378-384.
- Hüttermann, A., Zommodi, M. et Reise, K. (1999). Addition of hydrogels to soil for prolonging the survival of *Pinus halepensis* seedlings subjected to drought. *Soil and tillage research*, 50(3-4), 295-304.
- Irmouli, Y., George, B. et Merlin, A. (2009). Study of the polymerization of acrylic resins by photocalorimetry: interactions between UV initiators and absorbers. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 96(3), 911-916.
- Ismi, I., Elaidi, H., Rifi, E., Lebdiri, A. et Skalli, A. (2015a). Comportement de polyacrylate de sodium au contact des solutions aqueuses en absence et en présence d'ions métalliques (Ag, Cu 2, Cr 3)(Behaviour of sodium polyacrylate in contact with aqueous solutions in the absence and the presence of ions metal (Ag, Cu 2, Cr 3)).
- Ismi, I., Elaidi, H., Rifi, E., Lebdiri, A. et Skalli, A. (2015b). Comportement de polyacrylate de sodium au contact des solutions aqueuses en absence et en présence d'ions métalliques (Ag,

- Cu 2, Cr 3)(Behaviour of sodium polyacrylate in contact with aqueous solutions in the absence and the presence of ions metal (Ag, Cu 2, Cr 3)). *J. Mater. Environ.*
- Ismi, I., Rifi, E., Elaidi, H., Lebkiri, A. et Marzak, S. (2013). Effect of physical and chemical parameters on the swelling of the sodium polyacrylate in aqueous solutions Effet des paramètres physico-chimiques sur le gonflement du polyacrylate de sodium en milieu aqueux.
- Ismi, I., Rifi, E. et Lebkiri, A. (2014). Application of Kinetic and isotherm models to the Sorption of Copper (II) on to superabsorbent polymer in powder form. *Moroccan Journal of Chemistry*, 2(4), 2-4 (2014) 2403-2414.
- Jambor, J., Dutrizac, J., Groat, L. et Raudsepp, M. (2002). Static tests of neutralization potentials of silicate and aluminosilicate minerals. *Environmental Geology*, 43(1-2), 1-17.
- Jensen, O. M. et Hansen, P. F. (2001). Water-entrained cement-based materials: I. Principles and theoretical background. *Cement and concrete research*, 31(4), 647-654.
- Jensen, O. M. et Hansen, P. F. (2002). Water-entrained cement-based materials: II. Experimental observations. *Cement and concrete research*, 32(6), 973-978.
- Jurjovec, J., Ptacek, C. J. et Blowes, D. W. (2002). Acid neutralization mechanisms and metal release in mine tailings: a laboratory column experiment. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 66(9), 1511-1523.
- Kabamba, C. (2019). *Optimisation du dosage des polymères superabsorbants (PSAs) dans le processus de densification des résidus miniers fins en pulpe: application au cas de la mine Canadian Malartic*. Ecole Polytechnique, Montreal (Canada).
- Kanteye, O. (2019). *Étude des propriétés hydrogéotechniques des mélanges sols-boues utilisables comme matériaux fins d'une couverture avec effets de barrière capillaire*. (Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Karadağ, E. et Saraydin, D. (2002). Swelling of superabsorbent acrylamide/sodium acrylate hydrogels prepared using multifunctional crosslinkers. *Turkish Journal of Chemistry*, 26(6), 863-876.
- Karadağ, E., Saraydin, D., Çaldıran, Y. et Güven, O. (2000). Swelling studies of copolymeric acrylamide/crotonic acid hydrogels as carriers for agricultural uses. *Polymers for Advanced Technologies*, 11(2), 59-68.
- Khan, S. et Ranjha, N. M. (2014). Effect of degree of cross-linking on swelling and on drug release of low viscous chitosan/poly (vinyl alcohol) hydrogels. *Polymer bulletin*, 71(8), 2133-2158.
- Kiatkamjornwong, S. (2007). Superabsorbent polymers and superabsorbent polymer composites. *ScienceAsia*, 33(s1), 39-43.
- Kleinmann, R. L. P. (1979). *The biogeochemistry of acid mine drainage and a method to control acid formation*. Princeton University.
- Lamontagne, A. (2001). *Étude de la méthode d'empilement des stériles par entremêlement par couches pour contrôler le drainage minier acide*. Université Laval.

- Lanthong, P., Nuisin, R. et Kiatkamjornwong, S. (2006). Graft copolymerization, characterization, and degradation of cassava starch-g-acrylamide/itaconic acid superabsorbents. *Carbohydrate polymers*, 66(2), 229-245.
- Lee, W. F. et Tu, Y. M. (1999). Superabsorbent polymeric materials. VI. Effect of sulfobetaine structure on swelling behavior of crosslinked poly (sodium acrylate-co-sulfobetaines) in aqueous salt solutions. *Journal of applied polymer science*, 72(9), 1221-1232.
- Lee, W. F. et Wu, R. J. (1997). Superabsorbent polymeric materials. II. Swelling behavior of crosslinked poly [sodium acrylate-co-3-dimethyl (methacryloyloxyethyl) ammonium propane sulfonate] in aqueous salt solution. *Journal of applied polymer science*, 64(9), 1701-1712.
- Lee, W. F. et Yang, L. G. (2004). Superabsorbent polymeric materials. XII. Effect of montmorillonite on water absorbency for poly (sodium acrylate) and montmorillonite nanocomposite superabsorbents. *Journal of Applied Polymer Science*, 92(5), 3422-3429.
- Lee, W. F. et Yeh, P. L. (1997a). Superabsorbent polymeric materials III. Effect of initial total monomer concentration on the swelling behavior of crosslinked poly (sodium acrylate) in aqueous salt solution. *Journal of applied polymer science*, 64(12), 2371-2380.
- Lee, W. F. et Yeh, P. L. (1997b). Superabsorbent polymeric materials. IV. Swelling behavior of crosslinked poly [sodium acrylate-co-N, N-dimethyl (acrylamidopropyl) ammonium propane sulfonate] in aqueous salt solution. *Journal of applied polymer science*, 66(3), 499-507.
- Lejcuś, K., Śpitalniak, M. et Dąbrowska, J. (2018). Swelling behaviour of superabsorbent polymers for soil amendment under different loads. *Polymers*, 10(3), 271.
- Li, A. et Wang, A. (2005). Synthesis and properties of clay-based superabsorbent composite. *European Polymer Journal*, 41(7), 1630-1637.
- Li, A., Wang, A. et Chen, J. (2004a). Studies on poly (acrylic acid)/attapulgite superabsorbent composite. I. Synthesis and characterization. *Journal of applied polymer science*, 92(3), 1596-1603.
- Li, A., Wang, A. et Chen, J. (2004b). Studies on poly (acrylic acid)/attapulgite superabsorbent composites. II. Swelling behaviors of superabsorbent composites in saline solutions and hydrophilic solvent–water mixtures. *Journal of applied polymer science*, 94(5), 1869-1876.
- Li, A., Zhang, J. et Wang, A. (2005). Synthesis, characterization and water absorbency properties of poly (acrylic acid)/sodium humate superabsorbent composite. *Polymers for Advanced Technologies*, 16(9), 675-680.
- Lim, P., Barbour, S. et Fredlund, D. (1998). The influence of degree of saturation on the coefficient of aqueous diffusion. *Canadian Geotechnical Journal*, 35(5), 811-827.
- Macron, J. (2014). *Hydrogels en milieux immergés: de l'adhésion macroscopique aux mécanismes moléculaires*. (Université Pierre et Marie Curie-Paris VI).
- Maqsood, A., Bussière, B., Aubertin, M. et Mbonimpa, M. (2006). Modification of the predictive MK model to integrate hysteresis of the water retention curve (*Unsaturated Soils 2006* (p. 2465-2476)).

- Maqsood, A., Bussière, B., Aubertin, M. et Mbonimpa, M. (2012). Predicting hysteresis of the water retention curve from basic properties of granular soils. *Geotechnical and Geological Engineering*, 30(5), 1147-1159.
- Maqsood, A., Bussière, B., Mbonimpa, M. et Aubertin, M. (2004). *Hysteresis effects on the water retention curve: a comparison between laboratory results and predictive models*. Communication présentée Proceedings of the 57th Canadian Geotechnical Conference, 5th Joint CGS/IAH-CNC Conference.
- Mbonimpa, M. et Aubertin, M. (2003). Mouvement des gaz en milieux poreux partiellement saturés.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Aachib, M. et Bussière, B. (2003). Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. *Canadian Geotechnical Journal*, 40(5), 916-932.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M. et Bussière, B. (2006a). Predicting the unsaturated hydraulic conductivity of granular soils from basic geotechnical properties using the modified Kovacs (MK) model and statistical models. *Canadian Geotechnical Journal*, 43(8), 773-787.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Bussière, B. et Maqsood, A. ((2006b)). A predictive function for the water retention curve of compressible soils. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 132(9), 1121-1132.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Chapuis, R. et Bussière, B. (2002). Practical pedotransfer functions for estimating the saturated hydraulic conductivity. *Geotechnical & Geological Engineering*, 20(3), 235-259.
- Mermillod-Blondin, R., Kongolo, M., De Donato, P., Benzaazoua, M., Barrès, O., Bussière, B. et Aubertin, M. (2005). *Pyrite flotation with xanthate under alkaline conditions-application to environmental desulfurization*. Communication présentée Centenary of flotation symposium.
- Misiewicz, J., Lejcuś, K., Dąbrowska, J. et Marczak, D. (2019). The characteristics of absorbency under load (AUL) for superabsorbent and soil mixtures. *Scientific Reports*, 9(1), 1-9.
- Moncur, M., Ptacek, C., Blowes, D. et Jambor, J. (2005). Release, transport and attenuation of metals from an old tailings impoundment. *Applied Geochemistry*, 20(3), 639-659.
- Ngandu Kabamba, C. (2019). *Optimisation du dosage des polymères superabsorbants (PSAs) dans le processus de densification des résidus miniers fins en pulpe: application au cas de la mine Canadian Malartic*. (Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue).
- Nordstrom, D. K. et Alpers, C. N. (1999). Negative pH, efflorescent mineralogy, and consequences for environmental restoration at the Iron Mountain Superfund site, California. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 96(7), 3455-3462.
- 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 & Technology*, 34(2), 254-258.
- Omidian, H., Hashemi, S., Sammes, P. et Meldrum, I. (1999). Modified acrylic-based superabsorbent polymers (dependence on particle size and salinity). *Polymer*, 40(7), 1753-1761.

- Ouangrawa, M., Aubertin, M., Molson, J., Zagury, G. et Bussière, B. (2005). *An evaluation of the elevated water table concept using laboratory columns with sulphidic tailings*. Communication présentée Proceedings of Geosask2005, 58th Canadian Geotechnical conference and 6th Joint IAHCNC, Saskatoon.
- 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*. Communication présentée Proceedings: 60th Canadian Geotechnical Conference and 8th Joint CGS-IAHCNC Conference, CD-ROM.
- Ouass, A., Essaadaoui, Y., Kadiri, L., Lebkiri, I., Lafreme, C., Cherkaoui, M., . . . Rifi, E. (2018). *Adsorption of Cr (III) from aqueous solution by two forms of a superabsorbent polymer: parametric study and effect of activation mode*. Communication présentée E3S Web of Conferences.
- Ouass, A., Ismi, I., Elaidi, H., Lebkiri, A., Cherkaoui, M. et Rifi, E. (2017). Mathematical Modeling Of The Adsorption Of Trivalent Chromium By The Sodium Polyacrylate Beads. *Journal of Material and Environmental Sciences*, 8, 3448-3456.
- Pabst, T. (2011). *Étude expérimentale et numérique du comportement hydro-géochimique de recouvrements placés sur des résidus sulfureux partiellement oxydés*. (École Polytechnique de Montréal).
- Pabst, T., Aubertin, M., Bussiere, B. et Molson, J. (2010). Analysis of monolayer covers for the reclamation of acid generating tailings: Column tests and interpretation.
- Parvathy, P. C., Jyothi, A. N., John, K. S. et Sreekumar, J. (2014). Cassava Starch Based Superabsorbent Polymer as Soil Conditioner: Impact on Soil Physico-Chemical and Biological Properties and Plant Growth. *Clean–Soil, Air, Water*, 42(11), 1610-1617.
- Peer, F. et Venter, T. (2003). Dewatering of coal fines using a super absorbent polymer. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 103(6), 403-409.
- Peppas, N., Bures, P., Leobandung, W. et Ichikawa, H. (2000). Hydrogels in pharmaceutical formulations. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 50(1), 27-46.
- Plante, B., Bussière, B. et Benzaazoua, M. (2012). Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration*, 114, 57-69.
- Pourjavadi, A., Barzegar, S. et Mahdavinia, G. (2006). MBA-crosslinked Na-Alg/CMC as a smart full-polysaccharide superabsorbent hydrogels. *Carbohydrate polymers*, 66(3), 386-395.
- Rakotonimaro, T., Guittonny, M., Neculita, C. M., Trépanier, F. et Pépin, G. (2019). Evaluation of arsenic leaching potential in gold mine tailings amended with peat and mine drainage treatment sludge. *Journal of Environmental Quality*, 48(3), 735-745.
- Rifi, E., Brunette, J. et Leroy, J. (2003). Extraction liquide -gel du vanadium du milieu thiocyanate: comparaison au système liquide-liquide.
- Rodriguez, D., Romero-Garcia, J., Ramirez-Vargas, E., Ledezma-Perez, A. et Arias-Marin, E. (2006). Synthesis and swelling characteristics of semi-interpenetrating polymer network hydrogels composed of poly (acrylamide) and poly (γ -glutamic acid). *Materials Letters*, 60(11), 1390-1393.

- Roshani, A., Fall, M. et Kennedy, K. (2017). Drying behavior of mature fine tailings pre-dewatered with super-absorbent polymer (SAP): column experiments. *Geotechnical Testing Journal*, 40(2), 210-220.
- Sadeghi, M. (2012). Synthesis of a biocopolymer carrageenan-g-poly (AAm-co-IA)/montmorillonite superabsorbent hydrogel composite. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 29(2), 295-305.
- Sahi, A., Belem, T., Maqsood, A. et Mbonimpa, M. (2017). *Preliminary assessment of tailings pulp thickening using super absorbent polymers*. Communication présentée Proceedings of the 70th Canadian Geotechnical Conference GeoOttawa.
- Sahi, A., El Mahboub, K., Belem, T., Maqsood, A. et Mbonimpa, M. (2019). Dewatering of mine tailings slurries using superabsorbent polymers (SAPs) reclaimed from industrial reject of baby diapers: a preliminary study. *Minerals*, 9(12), 785.
- Serpaud, B., Al-Shukry, R., Casteignau, M. et Matejka, G. (1994). Adsorption des métaux lourds (Cu, Zn, Cd et Pb) par les sédiments superficiels d'un cours d'eau: rôle du pH, de la température et de la composition du sédiment. *Revue des sciences de l'eau/Journal of Water Science*, 7(4), 343-365.
- Sherlock, E., Lawrence, R. et Poulin, R. (1995). On the neutralization of acid rock drainage by carbonate and silicate minerals. *Environmental Geology*, 25(1), 43-54.
- Snoeck, D., Van Tittelboom, K., De Belie, N., Steuperaert, S. et Dubruel, P. (2012). *The use of superabsorbent polymers as a crack sealing and crack healing mechanism in cementitious materials*. Communication présentée 3rd International conference on concrete repair, rehabilitation and retrofitting, Cape Town.
- Strömberg, B. et Banwart, S. (1999). Weathering kinetics of waste rock from the Aitik copper mine, Sweden: scale dependent rate factors and pH controls in large column experiments. *Journal of Contaminant Hydrology*, 39(1-2), 59-89.
- Tan, B. et Thomas, N. L. (2016). A review of the water barrier properties of polymer/clay and polymer/graphene nanocomposites. *Journal of Membrane Science*, 514, 595-612.
- Taouil, H., Ahmed, S. I., Rifi, E. et El Assyry, A. (2014). Extraction du zinc à partir des solutions aqueuses diluées, par d'hydrogels d'acide polyacrylique-polyacrylate de sodium (Zinc extraction from dilute aqueous solutions, by hydrogels of polyacrylic acid-polyacrylate sodium).
- Vera-Avila, L. E., Márquez-Lira, B. P., Villanueva, M., Covarrubias, R., Zelada, G. et Thibert, V. (2012). Determination of carbofuran in surface water and biological tissue by sol-gel immunoaffinity extraction and on-line preconcentration/HPLC/UV analysis. *Talanta*, 88, 553-560.
- Vivek, A. et Dhamodharan, R. (2008). Amphiphilic polystyrene-graft-poly (N, N-dimethylamino-2-ethyl methacrylate) hydrogels synthesized via room temperature ATRP: Studies on swelling behaviour and dye sorption. *Reactive and Functional Polymers*, 68(5), 967-973.
- Wang, X., Feng, X., Xu, Z. et Masliyah, J. H. (2010). Polymer aids for settling and filtration of oil sands tailings. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 88(3), 403-410.

- Webber, R. E. et Shull, K. R. (2004). Strain dependence of the viscoelastic properties of alginate hydrogels. *Macromolecules*, 37(16), 6153-6160.
- Yanful, E. K., Bell, A. V. et Woysner, M. R. (1993). Design of a composite soil cover for an experimental waste rock pile near Newcastle, New Brunswick, Canada. *Canadian Geotechnical Journal*, 30(4), 578-587.
- Zdravković, A. S., Nikolić, L. B., Ilić-Stojanović, S. S., Nikolić, V. D., Savić, S. R. et Kapor, A. J. (2017). The evaluation of temperature and pH influences on equilibrium swelling of poly (N-isopropylacrylamide-co-acrylic acid) hydrogels. *Hemijska industrija*, 71(5), 395-405.
- Zhang, J., Li, A. et Wang, A. (2006a). Study on superabsorbent composite. VI. Preparation, characterization and swelling behaviors of starch phosphate-graft-acrylamide/attapulgitite superabsorbent composite. *Carbohydrate Polymers*, 65(2), 150-158.
- Zhang, J., Li, A. et Wang, A. (2006b). Synthesis and characterization of multifunctional poly (acrylic acid-co-acrylamide)/sodium humate superabsorbent composite. *Reactive and Functional Polymers*, 66(7), 747-756.
- Zhang, J. P., Li, A. et Wang, A. Q. (2005). Study on superabsorbent composite. V. Synthesis, swelling behaviors and application of poly (acrylic acid-co-acrylamide)/sodium humate/attapulgitite superabsorbent composite. *Polymers for Advanced Technologies*, 16(11-12), 813-820.
- Zhao, Q., Sun, J., Lin, Y. et Zhou, Q. (2010). Study of the properties of hydrolyzed polyacrylamide hydrogels with various pore structures and rapid pH-sensitivities. *Reactive and Functional Polymers*, 70(9), 602-609.
- Zhao, Y., Su, H., Fang, L. et Tan, T. (2005). Superabsorbent hydrogels from poly (aspartic acid) with salt-, temperature-and pH-responsiveness properties. *Polymer*, 46(14), 5368-5376.
- Zhou, Z., Wiwchar, B., Gunter, W. et Gao, D. (1993). Polymer-modified clay as impermeable barriers for acid mining tailings. *MEND Project Report*, 6.
- Zhuang, W., Li, L. et Liu, C. (2013). *Effects of sodium polyacrylate on water retention and infiltration capacity of a sandy soil*. Communication présentée SpringerPlus.
- Zohuriaan-Mehr, M. et Kabiri, K. (2008). Superabsorbent polymer materials: a review.
- Zouhourian, M. m. et Kabiri, K. (2008). Superabsorbent polymer materials: a review.

ANNEXE A – Calculs du coefficient de diffusion d'oxygène dans les colonnes instrumentées

Temps	D_e (m ² /s)			
	Colonne 0,7%PSA		Colonne 1% PSA	
	Bas	Haut	Bas	Haut
2021-09-30 23:30	1,279436E-05	1,624092E-05	5,65240E-07	5,7380E-07
2021-10-01 23:30	1,091008E-05	1,420491E-05	5,81758E-07	5,7384E-07
2021-10-03 0:00	1,114495E-05	3,679417E-06	5,79918E-07	5,7403E-07
2021-10-04 0:00	1,025280E-05	1,575995E-06	3,65752E-07	5,7403E-07
2021-10-05 0:00	1,038920E-05	1,073041E-06	3,56312E-07	1,1429E-08
2021-10-06 0:00	9,816130E-06	4,359017E-08	1,74590E-07	1,1429E-08
2021-10-07 0:00	1,062908E-05	3,174381E-08	1,74590E-07	3,2284E-09
2021-10-08 0:00	4,070484E-06	4,958314E-09	1,14352E-08	3,2274E-09
2021-10-09 0:00	1,092133E-06	8,007643E-10	1,14440E-08	3,2235E-09
2021-10-10 0:00	1,394511E-08	1,386386E-09	3,23631E-09	5,4271E-10
2021-10-11 0:00	5,241750E-10	1,132465E-09	3,23684E-09	5,4168E-10
2021-10-12 0:00	2,954192E-10	7,872900E-10	5,45954E-10	5,4127E-10
2021-10-13 0:00	4,035290E-10	8,341292E-10	5,45882E-10	2,2698E-10
2021-10-14 0:00	2,572726E-10	1,974094E-09	5,45882E-10	2,2698E-10
2021-10-15 0:00	2,553441E-10	5,658299E-10	2,26886E-10	2,2697E-10
2021-10-16 0:00	2,553229E-10	6,447678E-10	2,26886E-10	2,2698E-10
2021-10-17 0:00	2,554624E-10	1,927801E-09	2,26888E-10	2,2698E-10
2021-10-18 0:00	2,554060E-10	3,090917E-10	2,26886E-10	2,2699E-10
2021-10-19 0:00	2,553695E-10	1,880393E-09	2,26883E-10	2,2696E-10
2021-10-20 0:00	2,553859E-10	5,528830E-10	2,26880E-10	2,2693E-10
2021-10-21 0:00	2,558116E-10	5,424684E-10	2,26880E-10	2,2688E-10
2021-10-22 0:00	2,555255E-10	5,322799E-10	2,26883E-10	2,2688E-10
2021-10-23 0:00	2,554705E-10	5,223217E-10	2,26883E-10	2,2688E-10
2021-10-24 0:00	2,560887E-10	5,223212E-10	2,26898E-10	2,2690E-10
2021-10-25 0:00	2,299621E-08	5,017705E-10	2,26946E-10	2,2695E-10
2021-10-26 0:00	3,308180E-07	5,125848E-10	2,26949E-10	2,2695E-10
2021-10-27 0:00	1,666834E-07	5,030705E-10	2,26949E-10	2,2695E-10
2021-10-28 0:00	6,739265E-07	2,256687E-10	2,26949E-10	2,2695E-10
2021-10-29 0:00	3,297021E-07	2,612555E-10	2,26952E-10	2,2695E-10
2021-10-30 0:00	9,100058E-09	2,630213E-10	2,26847E-10	2,2695E-10
2021-10-31 0:00	2,435238E-07	2,257338E-10	2,26817E-10	2,2695E-10
2021-11-01 0:00	2,773070E-10	2,610201E-10	2,26807E-10	2,2695E-10
2021-11-02 0:00	9,100058E-09	2,255215E-10	2,26808E-10	2,2695E-10
2021-11-03 0:00	2,817519E-10	2,255263E-10	2,26824E-10	2,2695E-10
2021-11-04 0:00	4,227251E-07	2,266281E-10	2,26852E-10	2,2695E-10

ANNEXE B – Calculs de vérification des sondes de teneur en eau volumique

Matériaux	Tare	Tare+Mh	Tare+Ms	Me	Ms	W%	Moule+Mh +sonde	Mh (g)	Mw(g)	Cw	Ve (cm ³)	teta	m ³ /m ³	n	Sr
Sable témoin	2,27	29,44	29,44	0,00	27,17	0,0%	0,00	760,00	0,00	1,00	759,00	0,00	0,02	0,60	0,00
	2,4	20,5	19,91	0,59	17,51	3,4%	1189,30	807,81	47,81	0,94	806,87	0,07	0,08	0,60	0,11
	2,34	16,85	15,52	1,33	13,18	10,1%	1280,60	855,63	95,63	0,89	854,74	0,13	0,15	0,60	0,22
	2,26	19,16	17,30	1,86	15,04	12,4%	1384,70	903,44	143,44	0,84	902,60	0,20	0,20	0,60	0,33
	2,27	22,31	19,90	2,41	17,63	13,7%	1450,80	951,26	191,26	0,80	950,46	0,27	0,23	0,60	0,44
	2,28	37,75	32,57	5,18	30,29	17,1%	1395,10	999,07	239,07	0,76	998,31	0,33	0,26	0,60	0,56
	2,43	23,02	19,58	3,44	17,15	20,1%	1499,20	1046,89	286,89	0,73	1046,16	0,40	0,31	0,60	0,67
	2,25	45,2	36,63	8,57	34,38	24,9%	1514,60	1094,70	334,70	0,69	1094,01	0,47	0,37	0,60	0,78
	2,39	30,4	23,19	7,21	20,80	34,7%	1565,80	1142,51	382,51	0,67	1141,85	0,53	0,49	0,60	0,89
	2,22	45,45	31,65	13,8	29,43	46,9%	1595,30	1190,33	430,33	0,64	1189,69	0,60	0,60	0,60	1,00
0,5%PSA- sable	2,32	6,50	6,50	0,00	4,18	0,00	1201,20	645,00	0,00	1,00	645,00	0,00	0,00	0,00	0,65
	2,36	7,80	7,30	0,50	4,94	0,10	1296,00	682,25	37,25	0,95	645,00	0,05	0,12	0,05	0,65
	2,18	10,16	8,37	1,79	6,19	0,29	1300,70	719,50	74,50	0,90	645,00	0,11	0,24	0,11	0,65
	2,22	13,38	10,37	3,01	8,15	0,37	1342,10	756,76	111,76	0,85	645,00	0,16	0,28	0,16	0,65
	2,23	13,71	10,55	3,16	8,32	0,38	1510,60	794,01	149,01	0,81	645,00	0,22	0,32	0,22	0,65
	2,26	11,88	8,56	3,32	6,30	0,53	1379,90	831,26	186,26	0,78	645,00	0,27	0,36	0,27	0,65
	2,24	19,18	12,58	6,60	10,34	0,64	1452,50	868,51	223,51	0,74	645,00	0,32	0,44	0,32	0,65
	2,35	18,25	11,09	7,16	8,74	0,82	1314,70	905,77	260,77	0,71	645,00	0,38	0,46	0,38	0,65
	2,15	21,08	11,73	9,35	9,58	0,98	1368,80	943,02	298,02	0,68	645,00	0,43	0,51	0,43	0,65

	2,25	18,29	10,25	8,04	8,00	1,01	1378,70	980,27	335,27	0,66	645,00	0,49	0,53	0,49	0,65
	2,30	18,72	10,44	8,28	8,14	1,02	1399,20	1017,52	372,52	0,63	645,00	0,54	0,55	0,54	0,65
	2,34	18,21	9,53	8,68	7,19	1,21	1402,80	1054,78	409,78	0,61	645,00	0,59	0,57	0,59	0,65
	2,26	31,57	14,08	17,49	11,82	1,48	1445,10	1092,03	447,03	0,59	645,00	0,65	0,65	0,65	0,65
	2,23	15,00	15,00	0,00	100,00	0,00	1280,70	580,00	0,00	1,00	580,00	0,00	0,00	0,00	0,69
	2,40	8,65	8,13	0,52	5,73	0,09	1197,20	621,52	41,52	0,93	580,00	0,06	0,12	0,06	0,69
	2,32	15,67	14,18	1,49	11,86	0,13	1185,40	663,04	83,04	0,87	580,00	0,12	0,17	0,12	0,69
	2,27	14,39	11,93	2,46	9,66	0,25	1146,00	704,56	124,56	0,82	580,00	0,17	0,25	0,17	0,69
	2,09	16,04	12,21	3,83	10,12	0,38	1270,20	746,08	166,08	0,78	580,00	0,23	0,36	0,23	0,69
	2,11	16,39	12,14	4,25	10,03	0,42	1354,20	787,61	207,61	0,74	580,00	0,29	0,43	0,29	0,69
0,7%PSA- sable	2,34	21,80	13,25	8,55	10,91	0,78	1230,40	829,13	249,13	0,70	580,00	0,35	0,53	0,35	0,69
	2,30	29,96	17,02	12,94	14,72	0,88	1207,10	870,65	290,65	0,67	580,00	0,41	0,54	0,41	0,69
	2,22	25,89	13,53	12,36	11,31	1,09	1167,60	912,17	332,17	0,64	580,00	0,46	0,57	0,46	0,69
	2,36	31,90	15,30	16,60	12,94	1,28	1135,20	953,69	373,69	0,61	580,00	0,52	0,60	0,52	0,69
	2,40	20,56	9,63	10,93	7,23	1,51	1123,60	995,21	415,21	0,58	580,00	0,58	0,63	0,58	0,69
	2,23	27,25	11,23	16,02	9,00	1,78	1109,70	1036,73	456,73	0,56	580,00	0,64	0,65	0,64	0,69
	2,27	20,68	8,75	11,93	6,48	1,84	1126,20	1078,25	498,25	0,54	580,00	0,69	0,69	0,69	0,69
	2,23	15,00	15,00	0,00	100,00	0,00	1319,40	460,00	0,00	1,00	460,00	0,00	0,01	0,00	0,76
	2,37	9,23	8,25	0,98	5,88	0,17	1328,90	514,35	54,35	0,89	460,00	0,08	0,13	0,08	0,76
	2,32	16,08	13,01	3,07	10,69	0,29	1245,40	568,71	108,71	0,81	460,00	0,15	0,25	0,15	0,76
	2,23	16,54	12,43	4,11	10,20	0,40	1294,70	623,06	163,06	0,74	460,00	0,23	0,35	0,23	0,76
	2,27	18,74	13,49	5,25	11,22	0,47	1300,20	677,41	217,41	0,68	460,00	0,30	0,39	0,30	0,76
1% PSA- sable	2,09	23,10	14,49	8,61	12,40	0,69	1250,40	731,77	271,77	0,63	460,00	0,38	0,46	0,38	0,76

	2,33	27,29	13,73	13,56	11,40	1,19	1176,30	786,12	326,12	0,59	460,00	0,45	0,60	0,45	0,76
	2,34	21,34	9,98	11,36	7,64	1,49	1179,80	840,47	380,47	0,55	460,00	0,53	0,66	0,53	0,76
	2,30	21,30	9,50	11,80	7,20	1,64	1162,70	894,83	434,83	0,51	460,00	0,61	0,68	0,61	0,76
	2,36	24,90	9,57	15,33	7,21	2,13	1092,70	949,18	489,18	0,48	460,00	0,68	0,70	0,68	0,76
	2,23	37,14	10,80	26,34	8,57	3,07	1066,10	1003,54	543,54	0,46	460,00	0,76	0,76	0,76	0,76
	2,38	15,00	15,00	0,00	100,00	0,00	1287,10	480,00	0,00	1,00	480,00	0,00	0,01	0,00	0,74
	2,38	9,97	9,81	0,16	7,43	0,02	1214,10	516,62	36,62	0,93	480,00	0,05	0,04	0,05	0,74
	2,36	11,74	10,98	0,76	8,62	0,09	1218,20	553,24	73,24	0,87	480,00	0,11	0,12	0,11	0,74
	2,26	9,41	8,57	0,84	6,31	0,13	1227,50	589,85	109,85	0,81	480,00	0,16	0,19	0,16	0,74
	2,23	12,34	10,84	1,50	8,61	0,17	1230,60	626,47	146,47	0,77	480,00	0,21	0,22	0,21	0,74
	2,28	9,95	8,69	1,26	6,41	0,20	1425,30	663,09	183,09	0,72	480,00	0,27	0,28	0,27	0,74
	2,30	23,11	19,24	3,87	16,94	0,23	1517,40	699,71	219,71	0,69	480,00	0,32	0,33	0,32	0,74
	2,22	18,83	15,47	3,36	13,25	0,25	1590,80	736,32	256,32	0,65	480,00	0,37	0,40	0,37	0,74
	2,30	18,48	14,90	3,58	12,60	0,28	1594,60	772,94	292,94	0,62	480,00	0,42	0,42	0,42	0,74
	2,30	20,21	15,88	4,33	13,58	0,32	1598,20	809,56	329,56	0,59	480,00	0,48	0,47	0,48	0,74
	2,28	19,05	14,69	4,36	12,41	0,35	1600,30	846,18	366,18	0,57	480,00	0,53	0,50	0,53	0,74
	2,35	22,68	17,16	5,52	14,81	0,37	1600,03	882,79	402,79	0,54	480,00	0,58	0,52	0,58	0,74
	2,29	26,05	19,19	6,86	16,90	0,41	1601,01	919,41	439,41	0,52	480,00	0,64	0,55	0,64	0,74
	2,34	31,41	22,30	9,11	19,96	0,46	1612,60	956,03	476,03	0,50	480,00	0,69	0,61	0,69	0,74
	2,32	22,16	15,74	6,42	13,42	0,48	1894,70	992,65	512,65	0,48	480,00	0,74	0,74	0,74	0,74
	2,23	12,00	12,00	0,00	100,00	0,00	1080,00	727,00	0,00	1,00	727,00	0,00	0,01	0,00	0,61
	2,24	13,29	12,44	0,85	10,20	0,08	1094,41	769,12	42,12	0,95	727,00	0,06	0,09	0,06	0,61
	2,22	15,46	13,69	1,77	11,47	0,15	1195,20	811,23	84,23	0,90	727,00	0,12	0,16	0,12	0,61

RNG, 0,05%PSA	2,23	14,45	12,03	2,42	9,80	0,25	1250,30	853,35	126,35	0,85	727,00	0,18	0,21	0,18	0,61
	2,20	17,31	13,63	3,68	11,43	0,32	1486,40	895,47	168,47	0,81	727,00	0,24	0,30	0,24	0,61
	2,18	14,72	11,21	3,51	9,03	0,39	1586,50	937,58	210,58	0,78	727,00	0,31	0,37	0,31	0,61
	2,17	23,60	17,18	6,42	15,01	0,43	1678,70	979,70	252,70	0,74	727,00	0,37	0,43	0,37	0,61
	2,16	16,41	11,25	5,16	9,09	0,57	1659,30	1021,82	294,82	0,71	727,00	0,43	0,50	0,43	0,61
	2,24	22,76	14,24	8,52	12,00	0,71	1660,60	1063,93	336,93	0,68	727,00	0,49	0,57	0,49	0,61
	2,24	23,02	13,98	9,04	11,74	0,77	1629,40	1106,05	379,05	0,66	727,00	0,55	0,58	0,55	0,61
	2,23	24,54	14,43	10,11	12,20	0,83	1632,80	1148,16	421,16	0,63	727,00	0,61	0,61	0,61	0,61