

**Rapport
PU-2013-05-806**

***Revue de littérature en
vue de la mise à jour du
guide de caractérisation
des résidus miniers
et du minerai***

Pour :

**Madame Annie Cassista
Ministère du Développement durable, de l'Environnement
et de la Lutte contre les changements climatiques
180, boul. Rideau, local 1.04
Rouyn-Noranda (Québec) J9X 1N9**

Par :

**Benoît Plante, Ph.D., chimiste
Bruno Bussière, ing. Ph.D.
Hassan Bouzahzah, Ph.D.
Mostafa Benzaazoua, Ph.D.
Isabelle Demers, ing. Ph.D.
El-Hadji Babacar Kandji, candidat au doctorat**



445, boul. de l'Université, Rouyn-Noranda (Québec) J9X 5E4
Téléphone : 819 762-0971, poste 2558 - Télécopieur : 819 797-6672

Février 2015

Table des matières

	Page
Liste des abréviations	iv
1. Mandat.....	1
2. Échantillonnage.....	1
3. Recommandation quant à l'échantillonnage.....	4
3.1 Phase 1 : caractérisations environnementales par quelques paramètres-clés sur un grand nombre d'échantillons.....	6
3.1.1 Projet minier en développement.....	7
3.1.2 Mine en phase d'exploitation	8
3.2 Phase 2 : caractérisations environnementales plus poussées sur un nombre plus restreint d'échantillons composites représentatifs	9
3.3 Phase 3 : suivi environnemental in situ permettant de confirmer les caractérisations environnementales des phases précédentes	10
3.4 Remarques finales.....	11
4. Analyses minéralogiques	11
4.1 Identification et quantification des sulfures.....	12
4.2 Identification et quantification des minéraux neutralisants (carbonates et silicates)	13
4.3 Identification et quantification des minéraux ayant une capacité de sorption	13
4.4 Techniques de caractérisation minéralogiques.....	14
4.4.1 Microscopie optique	14
4.4.2 Microscopie électronique à balayage couplée à la microanalyse (EDS) et microsonde électronique (WDS)	14
4.4.3 Diffraction des rayons X.....	15
5. Essais statiques de prédiction.....	15
5.1 Le pH de pâte	16
5.2 Les essais NAG.....	16
5.3 Les essais statiques chimiques.....	16
5.4 Les essais statiques minéralogiques	18
5.5 L'interprétation des résultats des essais statiques.....	19
5.6 Recommandation sur l'utilisation des essais statiques.....	21
6. Essais cinétiques	21
6.1 Essai en cellule humide.....	24
6.2 Essai en mini cellule d'altération	24
6.3 Essai en colonne au laboratoire.....	24
6.4 Essais en colonnes in situ.....	26

6.5	Parcelles (cellules) expérimentales de terrain.....	26
6.6	Interprétation des essais cinétiques.....	27
6.7	Recommandation sur l'utilisation des essais cinétiques.....	29
6.7.1	Recommandations générales.....	29
6.7.2	Recommandations relatives à la prédiction du DMA.....	30
6.7.3	Recommandations relatives à la prédiction du DNC.....	31
7.	Essais d'extraction.....	31
7.1	TCLP et SPLP.....	31
7.2	CTEU-9.....	32
7.3	MWMP.....	32
7.4	FLT.....	33
7.5	SWEP.....	33
7.6	Pertinence des essais d'extraction.....	33
7.7	Recommandations quant à l'utilisation des essais d'extraction.....	34
8.	Approche de caractérisation recommandée.....	34
9.	Dernières remarques.....	35
10.	Références.....	38
Annexe 1 :Figures et tableaux supplémentaires	
Annexe 2 :Mandat détaillé	
Annexe 3 :Réponse aux commentaires non adressés dans le rapport	

Liste des tableaux

Tableau 1 : Nombre d'échantillons pour quelques ordres de grandeur d'unité géologique étudiée	2
Tableau 2 : Possibilités d'échantillonnages pour les différentes zones à caractériser en phase 1 de caractérisation environnementale	9
Tableau 3 : Résumé des caractéristiques des essais cinétiques.....	24
Tableau 4 : Comparaison des méthodes d'interprétation des essais cinétiques pour la prédiction du DMA.....	29
Tableau 5 : Comparaison de quelques essais d'extraction	32

Liste des figures

Figure 1 : Relation entre le nombre d'échantillons et le tonnage proposée par SRK	2
Figure 2 : Impact du contenu en Fe dans les carbonates sur leur PN	19
Figure 3 : Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du NPR (PN/PA)	20
Figure 4 : Organigramme décisionnel pour les essais statiques.....	22
Figure 5 : Organigramme décisionnel des essais statiques minéralogiques	23
Figure 6 : Diagramme de caractérisation de rejets miniers	36

Liste des abréviations

ASTM :	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CEAEQ :	Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
DNC :	Drainage neutre contaminé
CTEU-9 :	Centre Technique des Eaux Usées - Méthode 9
DMA :	Drainage minier acide
DRX :	Diffraction des rayons-X
FLT	<i>Field Leaching Test</i>
IRME :	Institut de recherche en mines et en environnement
MEB :	Microscopie électronique à balayage
MWMP :	<i>Meteoritic Water Mobility Procedure</i>
NAG :	<i>Net-Acid Generation tests</i>
NEDEM :	Neutralisation des Eaux de Drainage dans l'Environnement Minier
NPR :	<i>Neutralisation potential ratio</i>
PA :	Potentiel d'acidité
PGA :	Potentiel de génération d'acide
PN :	Potentiel de neutralisation d'acide
PNN :	Pouvoir net de neutralisation
REMM :	Règlement sur les effluents de mines de métaux
SIMS :	Microsonde ionique
SPLP :	<i>Synthetic Precipitation Leaching Procedure</i>
SWEP :	<i>Special Waste Extraction Procedure</i>
TCLP :	<i>Toxicity Characteristic Leaching Procedure</i>
URSTM :	Unité de recherche et de service en technologie minérale
UQAT :	Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue
USEPA :	<i>United States Environmental Protection Agency</i>
USGS :	<i>United States Geological Survey</i>
XANES-EXAFS :	Technique par synchrotron
XPS :	Spectroscopie des photoélectrons X
XRF :	<i>X-Ray Fluorescence</i>

1. Mandat

Ce rapport vise à faire un état de l'art à propos de la caractérisation des minerais et des rejets miniers en vue de la prédiction du comportement géochimique des rejets miniers et de leur potentiel de génération de drainage contaminé. Il se base sur la littérature disponible et sur les travaux réalisés au cours des dernières années par l'équipe de l'Institut de recherche en mines et en environnement et de l'Unité de recherche et de service en technologie minéral de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (IRME-URSTM-UQAT).

Le mandat détaillé en lien avec ce travail peut être trouvé à l'*annexe 2*. Pour atteindre les objectifs du travail demandé, le présent document vise à fournir les livrables suivants :

- Revue de littérature sur le nombre d'échantillons à analyser pour déterminer les caractéristiques des résidus miniers et du minerai ainsi que sur les approches de caractérisation.
- État de situation concernant les différents essais statiques de prédiction pour le potentiel de génération d'acide et recommandations.
- Description des essais du type lixiviation (TCLP, SPLP, lixiviation à l'eau, extraction séquentielles ou autres) à privilégier, afin de prédire le potentiel de lixiviation d'un rejet solide. Revue de littérature, avantages et limitations concernant ces essais.
- Description des essais cinétiques (en cellule humide, en colonne, sur le terrain ou autres) à privilégier, afin de prédire la qualité des eaux de drainage minier. Revue de littérature, avantages et limitations concernant ces essais.
- Recommandations concernant les conditions de réalisation des essais cinétiques non normés (durée, granulométrie, nombre de réplicas, etc.)
- Recommandations générales sur les essais de caractérisation et de prédiction de la qualité du drainage à privilégier selon, par exemple, la nature des résidus (stériles, rejets de concentrateur, boues), le mode d'entreposage (à l'air libre ou submergé) et les caractéristiques des matériaux (p. ex. : teneur en soufre sous forme sulfure).

2. Échantillonnage

La qualité de la caractérisation des minerais, des rejets de concentrateur et des roches stériles d'un point de vue géochimique et hydrogéotechnique est dépendante de la qualité de l'échantillonnage, autant du point de vue du nombre d'échantillons que de leur représentativité quantitative et qualitative. Des méthodes d'échantillonnage ont été développées pour l'analyse des valeurs économiques des minerais (Théorie de l'échantillonnage, Gy, 1979). Cependant, peu de lignes directrices ont été émises quant à l'échantillonnage à caractère environnemental.

Le rapport NEDEM 4.1.1 (NEDEM, 1989) décrit plusieurs méthodes d'échantillonnage des aires d'accumulation de résidus miniers générés par le concentrateur, choisie en fonction des types d'échantillons requis, tels qu'un échantillon remanié ou non-perturbé, de surface ou à différentes profondeurs, etc. Par contre, ce rapport ne fait aucune mention du nombre d'échantillons nécessaire. Le rapport NEDEM 4.5.1-1 (NEDEM, 1994) met l'emphase sur les

stériles en spécifiant qu’aucune approche n’est formellement acceptée pour l’échantillonnage des haldes. Une relation suggérant un nombre d’échantillons minimal en fonction du tonnage de la halde à stérile ou de l’unité géologique étudiée a été proposée par SRK (1989, 1990) dans un document produit pour le *BC AMD Task force*. Cette relation ne fait cependant pas l’unanimité et est sujette encore aujourd’hui à des révisions, alors que certains auteurs (Robertson et SRK, 1990) préfèrent utiliser une combinaison de stratégies d’échantillonnage définies au cas par cas.

La relation, présentée à la *figure 1*, est définie à l’équation 1 :

$$N = 0,026 M^{0,5} \quad [1]$$

Où :

N = nombre d’échantillons;

M = masse de l’unité géologique, en tonnes;

Ainsi, le nombre d’échantillons nécessaire pour différents ordres de grandeur de tonnages, selon cette relation, est présenté au *tableau 1*.

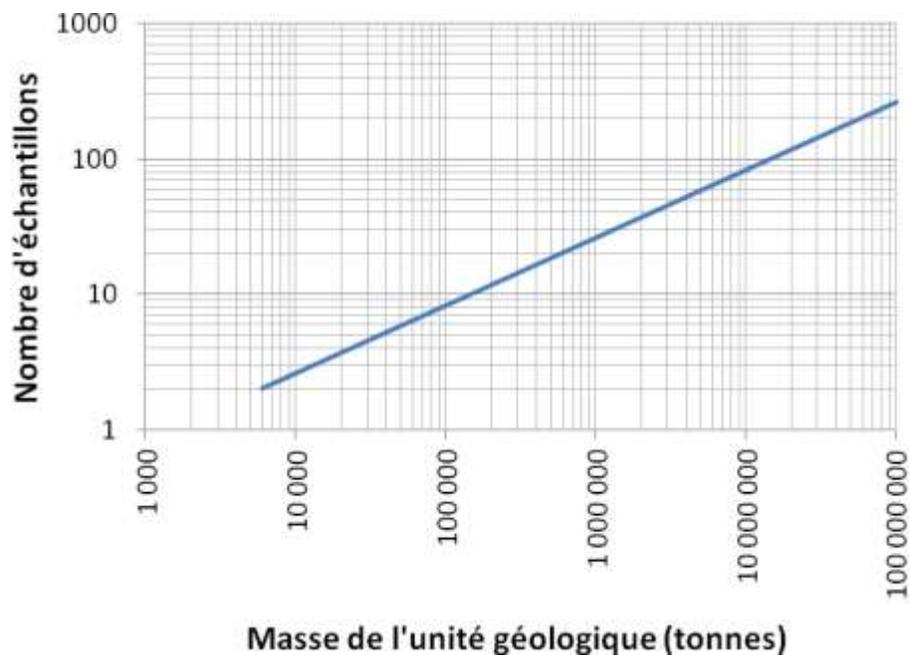


Figure 1 : Relation entre le nombre d’échantillons et le tonnage proposée par SRK

Tableau 1 : Nombre d’échantillons pour quelques ordres de grandeur d’unité géologique étudiée

Masse (tonnes)	Nombre d'échantillons
6 000	2
10 000	3
100 000	8
1 000 000	26
10 000 000	82
100 000 000	260

Le rapport NEDEM 4.5.1-1 (NEDEM, 1989) précise que chaque lithologie et chaque halde à stériles doivent être échantillonnées selon une approche statistique semblable à celle utilisée lors de l'estimation des réserves de gisements à valeur économique. Le rapport précise également que les aires d'accumulation de stériles peuvent être échantillonnées comme un tout ou séparées en secteurs, dépendamment d'éventuels zonages et variations géochimiques présents dans celles-ci. Par exemple, la construction d'une halde à stériles par déversement à la benne apporte une ségrégation verticale des particules, les grossières se concentrant dans le bas des pentes et les fines, vers le haut. Par conséquent, une campagne d'échantillonnage de la halde à stériles se doit de tenir compte de telles hétérogénéités.

Lorsque les unités géologiques ont un tonnage important, une avenue parfois utilisée consiste à analyser un nombre d'échantillons inférieur à celui suggéré par la relation de SRK. Si la variabilité entre les résultats obtenus est jugée trop importante, des échantillons supplémentaires doivent alors être analysés. L'analyse statistique des résultats est normalement basée sur la moyenne et la variance (d'autres paramètres d'analyse statistiques, tels que la médiane, peuvent également être utilisés), en supposant une distribution normale. L'homogénéité d'un groupe d'échantillons est vérifiée par analyse de variance (ANOVA, en anglais), sur des paramètres jugés comme pertinents sur une base du cas par cas. Par exemple, le %S_{sulfure} et le PN pourraient être utilisés pour un matériel potentiellement générateur de drainage minier acide (DMA).

D'ailleurs, Robertson et SRK (1990) mettent en garde contre les risques associés à une stratégie d'échantillonnage uniquement basée sur un nombre fixe d'échantillons, telle que proposée par la relation décrite précédemment. Ils proposent plutôt des stratégies plus complexes faites d'une combinaison des techniques suivantes : (1) l'échantillonnage de répliques, (2) l'échantillonnage séquentiel, (3) l'échantillonnage visant les dépassements, (4) les méthodes de Monte-Carlo par chaînes de Markov et (5) l'échantillonnage stratifié. Ces techniques sont décrites plus en détails dans ce qui suit :

- 1) L'échantillonnage de répliques implique de prendre plusieurs échantillons au même endroit; il est pertinent lorsque l'objectif de l'échantillonnage est de déterminer la valeur moyenne d'un paramètre lorsque la variance est prévisible.
- 2) L'échantillonnage séquentiel est une stratégie à adopter lorsque la variance entre les résultats d'un type d'échantillon est inconnue. Dans cette stratégie, l'échantillonnage est poursuivi jusqu'à l'atteinte d'une précision visée (diminution de la variance).
- 3) L'échantillonnage visant les dépassements est conçu pour identifier les valeurs maximales ou extrêmes d'un paramètre. Dans cette stratégie, le nombre d'échantillons est plus élevé aux endroits où les résultats d'un certain paramètre atteignent des valeurs maximales ou minimales; l'estimation d'une valeur moyenne n'est pas l'objectif principal d'une telle stratégie et, dans les faits, la moyenne atteinte par cette stratégie risque d'être biaisée.
- 4) L'échantillonnage selon les méthodes de Monte-Carlo par chaînes de Markov permet, comme pour l'échantillonnage visant les dépassements, de mettre l'emphase sur l'obtention de résultats supérieurs à un niveau ciblé déterminé par un échantillonnage précédent ou préliminaire. Le nombre d'échantillons est ajustable et basé sur des niveaux d'alerte.

Dans un espace d'échantillonnage très variable, ce type de stratégie donne de meilleurs résultats que l'échantillonnage visant les dépassements, mais il ne peut être utilisé pour estimer les valeurs moyennes ou extrêmes sans risquer un biais.

- 5) L'échantillonnage stratifié divise la halde à stériles en unités homogènes. Après un échantillonnage préliminaire, les échantillonnages subséquents dans une unité donnée sont définis par la variance d'un paramètre à l'intérieur de celle-ci. Ce type de stratégie permet de faire des corrélations croisées des paramètres analysés et peut permettre une certaine prévisibilité statistique.

Même si le rapport NEDEM 4.5.1-1 discute des haldes à stériles, ces stratégies d'échantillonnage pourraient également être adaptées aux aires d'accumulation de résidus miniers générés par le concentrateur et également à la définition des caractéristiques des différentes lithologies d'un projet minier à partir de carottes de forage.

Les travaux de Smith *et al.* (2000), à travers un *Workshop* du *United States geological survey* (USGS) suggèrent d'échantillonner les aires d'accumulation de stériles en divisant la surface (donc sans compter les côtés des haldes) en un minimum de 30 sections échantillonnées séparément. Les auteurs considèrent que les échantillons de surface sont à privilégier parce que, selon eux, leur incidence sur la qualité de l'eau est prédominante par rapport au matériel présent dans les pentes. Chaque section de surface est échantillonnée à environ 1 cm et moins, avec une quantité permettant d'obtenir environ 1 kg de stériles <2 mm après tamisage à sec. Le choix de la fraction <2 mm est basé sur les recommandations de Price et Kwong (1997), qui stipulent qu'il s'agit de la fraction la plus réactive dans les stériles, permettant d'obtenir un « *worst-case scenario* » du comportement géochimique. Après séchage et tamisage de chacune des fractions, un composite des 30 sections est fabriqué. Les travaux de Smith *et al.* (2000) confirment que la fraction <2 mm est celle contribuant le plus aux qualités de l'eau obtenues dans les essais de lixiviation. Cependant, nous considérons qu'il serait imprudent de totalement négliger l'apport des stériles dans les pentes à la qualité des eaux de drainage.

Le prélèvement de petits aliquotes d'échantillons à partir d'échantillons plus volumineux peut être réalisé de plusieurs façons, allant du simple prélèvement aléatoire à la spatule (ou à la truelle ou à la pelle, dépendamment de la taille des échantillons traités) aux diviseurs rotatifs, en passant par les diviseurs à chute et à cône. Les travaux de Petersen *et al.* (2005) démontrent que les diviseurs rotatifs et à chute sont de loin les outils d'échantillonnage à privilégier, alors que les prélèvements à la spatule sont à proscrire, même si cette méthode est largement utilisée dans la pratique.

3. Recommandation quant à l'échantillonnage

À partir des pratiques énumérées dans les lignes précédentes, ainsi que de l'expertise acquise par les équipes de l'UQAT et de Polytechnique Montréal¹ au cours des différents travaux de

¹ Entre autres, à travers la Chaire industrielle CRSNG Polytechnique-UQAT en environnement et gestion des rejets miniers.

caractérisation environnementale réalisés dans les dernières années, on présente dans ce qui suit les pratiques d'échantillonnage recommandées.

Les rejets de concentrateur de mines en opération devraient être échantillonnés, dans la mesure du possible, à l'usine plutôt que dans l'aire d'accumulation de résidus miniers, et selon une certaine fréquence qui augmente avec la variabilité du minerai traité, afin d'éviter toute ségrégation granulométrique et toute modification des propriétés des rejets attribuables à leur exposition aux conditions atmosphériques et à leur déposition. Cette pratique permettrait la ségrégation des rejets selon leur potentiel contaminant, une nouvelle tendance dans l'industrie minière. Les rejets de concentrateur doivent être échantillonnés à leur taux d'humidité *in situ* et conservés dans un contenant hermétique à 4°C jusqu'à leur utilisation. Quant à la préparation de ces échantillons, se référer aux sections du présent document traitant des différents essais statiques, cinétiques et de lixiviation. Les matériaux des aires d'accumulation de résidus miniers fermées ou en opération depuis longtemps devraient être échantillonnés afin d'en connaître la composition et l'hétérogénéité, ce qui permettra d'évaluer les concepts de restauration pour différents secteurs des aires d'accumulation.

Quant aux stériles, il est recommandé d'en échantillonner la fraction fine. La taille des particules de cette fraction devrait être ajustée en fonction des objectifs de l'échantillonnage et de l'étude à réaliser sur ces échantillons; voir à cet effet les recommandations relatives aux différents essais statiques, cinétiques et de lixiviation dans le présent document. Par exemple, des échantillons destinés aux cellules humides seraient moins de 6,3 mm ($\frac{1}{4}$ de pouce), alors que pour un essai en colonne de 30 cm de diamètre, la taille des particules serait de moins de 5 cm. Il est préférable de choisir une fraction des stériles permettant d'éviter le concassage, afin que l'état des surfaces (surtout dans le cas de stériles sulfurés) soit le plus représentatif possible des conditions de production. En effet, l'état des surfaces produites par dynamitage des stériles (et suite à leur exposition aux conditions atmosphériques) peut être différent de celui produit par concassage au laboratoire (création de surface fraîches et des fines). En effet, le concassage de stériles ayant déjà été exposés aux conditions environnementales aurait pour effet de créer des surfaces fraîches, masquant ainsi leur état altéré, ce qui pourrait en modifier significativement les réponses aux caractérisations environnementales à réaliser.

Lorsque les échantillons destinés aux caractérisations environnementales sont prélevés à partir de carottes de forage d'exploration, le recours au concassage est inévitable. Se référer aux conditions des essais décrits plus loin (essais statiques, cinétiques et de lixiviation) pour les détails de préparation de ces échantillons.

De manière générale, il est recommandé de caractériser séparément chaque zone ou unité géologique dont les caractéristiques environnementales (contenu en sulfures ou en éléments lixiviables, composition chimique, etc.) sont similaires, telles que les différents types de lithologies présents dans les stériles ou dans le gisement (et générant éventuellement des rejets de concentrateur aux caractéristiques différentes). Les services géologiques ont un rôle important dans le choix des différentes zones. L'analyse des différentes lithologies composant les stériles ou des divers types de rejets de concentrateur générés à partir des différentes zones d'exploitation peut permettre :

- D'évaluer les différents potentiels de contamination des zones identifiées (certaines zones peuvent être non-problématiques, alors que d'autres peuvent générer du DMA ou du drainage neutre contaminé [DNC]).
- De démontrer que certaines des lithologies de stériles ou certains types de rejets peuvent être utilisés comme matériel de construction pour les différents ouvrages sur le site minier tels que les routes, les digues et les recouvrements.
- De limiter la quantité de stériles ou de rejets de concentrateur problématiques, en entreposant les matériaux problématiques d'un point de vue environnemental séparément des autres, permettant de diminuer significativement le volume de rejets problématiques à gérer.
- De faire une distinction entre la teneur en éléments polluants dans un stérile donné et la spéciation minéralogique de ces contaminants (p. ex. : sulfures, sulfosels, carbonates, silicates réactifs).
- De diminuer l'empreinte du site minier.

Ces possibilités offertes par l'analyse séparée des différentes zones peuvent éventuellement permettre de diminuer les coûts reliés à la construction du site minier (incluant toutes les infrastructures tels les digues, les routes et les recouvrements), mais également de sa restauration et de sa fermeture.

La relation proposée par SRK (*figure 1, tableau 1*) devrait servir de guide, afin d'estimer le nombre d'échantillons nécessaires. Cependant, lorsque les tonnages sont importants et pointent vers l'utilisation d'un grand nombre d'échantillons, il peut être pertinent d'en diminuer la quantité, si leur homogénéité est démontrée pour ce qui est des paramètres environnementaux d'intérêt.

Pour ce faire, il est recommandé de séparer en plusieurs phases la caractérisation environnementale :

- Phase 1 : caractérisation environnementale basée sur quelques paramètres-clés sur un grand nombre d'échantillons;
- Phase 2 : caractérisation environnementale plus poussée sur un nombre plus restreint d'échantillons représentatifs (composites ou non) et basée sur les résultats de la phase 1;
- Phase 3 : suivi environnemental *in situ* (essais en colonnes, en parcelles de terrain ou encore dans les aires d'accumulation de résidus miniers ou les haldes de rejets) permettant de confirmer la caractérisation environnementale des phases précédentes.

Ces différentes phases de caractérisation sont expliquées dans ce qui suit.

3.1 Phase 1 : caractérisations environnementales par quelques paramètres-clés sur un grand nombre d'échantillons

Dans une première phase, il est recommandé d'analyser un nombre d'échantillons se rapprochant du nombre suggéré par SRK (*figure 1, tableau 1*), et ce, pour des paramètres-clés de

caractérisation environnementale dont l'analyse est simple et peu coûteuse. En voici quelques exemples :

- Composition chimique par XRF, incluant les éléments majeurs et mineurs (analyse de roche totale, ou *whole-rock*) :
Cette analyse permet d'avoir la composition chimique sommaire et, par déduction, la minéralogie générale des échantillons, et donc de cibler des problématiques environnementales potentielles.
- Analyse de soufre et carbone au four à induction :
Cette analyse permet d'estimer le contenu en minéraux sulfurés et en carbonates des échantillons, permettant une première estimation du potentiel de génération d'acide (lorsque le carbone est essentiellement sous forme carbonate et non sous d'autres formes, telles que graphite, et lorsque le soufre est majoritairement sous forme sulfure). Bien que l'analyse de roche totale permette l'analyse du soufre et du carbone, on recommande l'utilisation du four à induction pour sa plus grande précision.
- Densité relative au pycnomètre à hélium :
Lorsque la présence de certains minéraux a une incidence significative sur la densité relative des mélanges (p. ex. : présence de sulfures dans une matrice silicatée), cette analyse permet d'estimer la minéralogie générale des échantillons, et ce, à faible coût. De plus, la densité relative est une donnée essentielle aux calculs relatifs aux relations masse-volume, tels que la porosité et le degré de saturation.
- Granulométrie (distribution granulométrique) :
L'analyse granulométrique des échantillons permet d'estimer certaines propriétés hydro-géologiques (conductivité hydraulique, courbe de rétention d'eau), en plus de permettre une appréciation de l'homogénéité des matériaux.
- Minéralogie qualitative :
Il est absolument impératif de connaître la minéralogie des échantillons, au moins sommairement. Au minimum, on se doit de connaître le contexte géologique de provenance des échantillons et les principaux minéraux rencontrés. Ces informations ne nécessitent généralement pas d'analyses supplémentaires, les géologues d'exploration les connaissant. Au besoin, une analyse minéralogique qualitative telle que la DRX peut être réalisée.

Toute autre analyse pertinente pour les matériaux étudiés pourrait également être proposée en phase 1 de caractérisation environnementale. Lors de cette première phase d'analyse, il est primordial d'assurer un échantillonnage permettant d'apprécier l'ensemble de la zone (couverture spatiale maximale). Cependant, les possibilités d'échantillonnages sont différentes pour un projet minier en développement et pour une mine en phase d'exploitation.

3.1.1 Projet minier en développement

La caractérisation de stériles (ou des lithologies qui composeront les stériles) et de gisements de mines en développement implique une couverture spatiale (incluant en profondeur) de la zone à exploiter la plus représentative possible, à partir des échantillons de carottes de forage, d'échantillons en vrac ou en tranchés, ou encore provenant du fonçage d'une rampe

d'exploration. Ces analyses peuvent être réalisées en même temps que celle des teneurs économiques du gisement afin de minimiser les coûts reliés à l'échantillonnage.

À partir des résultats de cette première série d'analyses, il est recommandé d'évaluer l'homogénéité de la zone étudiée, à partir des méthodes statistiques énumérées au chapitre précédent (p. ex. : échantillonnages séquentiels, visant les dépassements, selon les méthodes de Monte-Carlo par chaînes de Markov, stratifiés). Si l'homogénéité est démontrée, il n'est pas nécessaire de procéder à l'analyse de davantage d'échantillons pour cette population. Advenant que le nombre d'échantillons analysés ne permette pas de démontrer l'homogénéité, il est recommandé de :

- procéder à davantage d'analyses afin de préciser l'homogénéité, ou de
- définir de nouvelles zones à l'intérieur de celles étudiées, et d'en compléter l'étude au besoin par des analyses supplémentaires (p. ex. : si l'homogénéité de ces nouvelles populations n'est pas démontrée à partir des résultats obtenus dans la première série d'analyses).

Pour la caractérisation de futurs rejets de concentrateur des mines en développement, la caractérisation environnementale implique l'étude de rejets issus de pilotage d'échantillons de minerais représentatifs des différentes zones exploitées. La minéralogie précise est, dès lors, très importante, puisqu'elle permet d'éviter des surprises d'ordre minéralurgique ou environnemental.

3.1.2 Mine en phase d'exploitation

L'approche décrite pour une mine en développement est également valable pour les mines déjà en exploitation. De plus, il est recommandé que ces dernières échantillonnent les rejets de concentrateur à intervalles réguliers (selon la complexité du gisement traité) et en analysent certains paramètres-clés de caractérisation environnementale, afin de :

- Disposer d'un historique de déposition des rejets à l'échelle de l'aire d'accumulation de résidus miniers pour des paramètres-clés de caractérisation environnementale, permettant de définir des zones potentiellement plus problématiques dans l'aire d'accumulation, et d'ajuster la restauration en conséquence.
- Permettre la caractérisation environnementale des rejets de concentrateur issus du traitement de minerais provenant de différentes zones du gisement.

Il est également recommandé de procéder à des échantillonnages réguliers (ou même en continu) des stériles durant la production, pour les raisons suivantes :

- Afin de posséder un historique de déposition et de composition des haldes à stériles.
- Dans un but de contrôle de qualité, lorsqu'il y a ségrégation des différents types de stériles destinés à des utilisations différentes (p. ex. : matériaux de construction, recouvrements, etc.).

Le *tableau 2* résume les différents échantillonnages possibles pour les gisements, rejets de concentrateurs et stériles, autant pour les mines en développement que pour celles en production.

Tableau 2 : Possibilités d'échantillonnages pour les différentes zones à caractériser en phase 1 de caractérisation environnementale

	Gisement	Rejets de concentrateurs	Stériles (et lithologies les composant)
Mines en développement	<ul style="list-style-type: none"> Carottes de forage d'exploration Échantillonnages en vrac ou en tranchées 	<ul style="list-style-type: none"> Caractérisation de rejets de concentrateur issus d'essais pilotes, représentatifs des zones exploitées comportant des caractéristiques différentes d'un point de vue environnemental 	<ul style="list-style-type: none"> Carottes de forage d'exploration Échantillonnages en vrac ou en tranchées (incluant échantillons issus du fonçage d'une rampe d'exploration)
Mines en exploitation	<ul style="list-style-type: none"> Carottes de forage d'exploration Échantillonnages en vrac ou en tranchées 	<ul style="list-style-type: none"> Échantillonnages réguliers de rejets de concentrateur à l'usine Échantillonnage de rejets de concentrateur dans l'aire d'accumulation de résidus miniers 	<ul style="list-style-type: none"> Échantillonnages réguliers des stériles produits Échantillonnage de haldes existantes

La fréquence d'échantillonnage des stériles ou des rejets de concentrateur devrait permettre de respecter le nombre d'échantillons proposé par la relation de SRK (*figure 1, tableau 1*). Cependant, la fréquence d'analyse peut être inférieure et réalisée sur des composites représentatifs de la production pendant une période donnée. Enfin, cette fréquence peut également être adaptée afin de rencontrer les exigences législatives pour des paramètres similaires (p. ex. : *Directive 019, REMM, etc.*)

Une fois que cette première phase de caractérisations a permis de définir les différentes zones à l'intérieur du gisement, des rejets de concentrateurs et des stériles, des caractérisations environnementales plus poussées peuvent être réalisées sur des composites représentatifs de chacune de ces différentes zones séparément, lors de la phase 2 de caractérisation environnementale.

3.2 Phase 2 : caractérisations environnementales plus poussées sur un nombre plus restreint d'échantillons composites représentatifs

Dans cette deuxième phase de caractérisation, il est recommandé de procéder à des analyses plus poussées afin de déterminer le comportement environnemental des matériaux avec plus de précision. Parmi ces analyses, mentionnons (plus de détails quant à l'utilisation de ces différentes analyses sont présentés dans les autres sections du présent document) :

- les analyses granulométriques (dans le cas où cela n'a pas été fait en phase 1);
- les analyses minéralogiques plus détaillées, avec la spéciation des éléments sensibles;
- les essais statiques de prédiction;
- les essais d'extraction;

- les essais cinétiques de laboratoire.

Lors des caractérisations environnementales plus poussées, il est possible d'analyser moins d'échantillons qu'en phase 1, mais d'utiliser des échantillons représentatifs (composites ou non) de l'ensemble de la zone, tant de composition moyenne que de composition se rapprochant des pôles (extrêmes) de composition.

Afin de statuer sur le potentiel de génération de drainage contaminé des matériaux étudiés, ou pour confirmer le caractère inoffensif des matériaux jugés non problématiques, il est recommandé de procéder à des essais cinétiques de prédiction (plus de détails quant à ces méthodes sont présentés plus loin). Il peut être pertinent de soumettre aux essais cinétiques des échantillons représentatifs de la moyenne de la population étudiée, mais aussi des échantillons représentatifs des pires et moins pires cas d'un paramètre environnemental susceptible d'être problématique. Par exemple, si le contenu moyen d'une population est de 0,5 % de soufre pour des valeurs comprises entre 0,1 et 1 %, il pourrait être pertinent de réaliser un essai cinétique sur un échantillon composite à 0,5 % de soufre (représentant la moyenne), mais également sur un échantillon composite contenant entre 0,75 et 1 % S (représentant le pire cas) et contenant 0,1 à 0,25 % S (moins pire cas). De cette façon, on s'assure de couvrir des cas représentatifs de la moyenne de la population, mais également des cas potentiellement plus extrêmes et, donc, d'avoir une approche conservatrice dans la prédiction.

3.3 Phase 3 : suivi environnemental in situ permettant de confirmer les caractérisations environnementales des phases précédentes

Dans une troisième phase de caractérisation environnementale, il est recommandé de procéder à des suivis *in situ* de certains paramètres-clés et à des essais cinétiques à échelle intermédiaire sur le terrain.

On recommande d'instaurer un suivi régulier des paramètres-clés identifiés dans les phases précédentes comme étant potentiellement problématiques, à l'effluent final des aires d'accumulation de résidus miniers ou de stériles et, le cas échéant, des empilements de minerais. Ce suivi permet de confirmer les caractérisations environnementales précédentes et d'ajuster certains modes de gestion des rejets miniers, au besoin. Le suivi des eaux de drainage peut s'effectuer, par exemple, grâce à l'installation de puits d'observation ou au suivi des qualités des effluents de collecte de drainage des différentes aires d'entreposage de rejets.

On recommande également de procéder à l'installation d'essais cinétiques à échelle intermédiaire de terrain, composés de matériaux (rejets de concentrateur ou stériles) produits durant la phase d'exploitation. Ces matériaux devraient être le plus représentatif possible des populations identifiées et des conditions de production. Ces essais cinétiques devraient permettre la récolte des eaux de drainage et leur analyse pour tous les paramètres d'importance identifiés aux phases précédentes, de même qu'ils devraient idéalement contenir un volume pouvant atteindre plusieurs dizaines de m³ de matériel, afin d'avoir des conditions hydrogéologiques proches des conditions d'exposition réelles dans les aires d'accumulation de stériles et de résidus miniers. Pour les stériles, un minimum de 20 à 30 m³ de matériel devrait

être considéré, alors que pour les rejets de concentrateur, moins de 10 m³ devraient suffire à atteindre les objectifs dans la plupart des situations (Bussière *et al.*, 2007; Molson *et al.*, 2008; Pepin *et al.*, 2008; Plante *et al.*, 2014).

3.4 Remarques finales

De façon générale, l'échantillonnage devrait suivre un principe d'entonnoir, à savoir qu'un grand nombre d'échantillons devraient être soumis à des analyses pour un petit nombre de paramètres-clés de caractérisations environnementales permettant un classement par zone. Le nombre d'échantillons devrait diminuer avec l'augmentation de la complexité des analyses réalisées et leur coût, en ayant un souci constant de représentativité des populations à mesure que l'entonnoir se resserre sur ce nombre.

Cette méthodologie permet de réduire les coûts d'analyse en ne soumettant pas systématiquement tous les échantillons à toutes les caractérisations environnementales, tout en assurant la pertinence et la représentativité des échantillons pour chacune des analyses et chacune des populations étudiées. De plus, cette méthodologie permet de cibler les différences dans les rejets générés, ouvrant la porte à la ségrégation des matériaux en vue de leur valorisation en construction ou en restauration, et permettant une gestion des rejets mieux ciblée, deux mesures pouvant améliorer la rentabilité d'une exploitation et minimiser son impact environnemental.

4. Analyses minéralogiques

Dans le cadre de l'étude du comportement environnemental de matériaux miniers, il est recommandé d'obtenir le plus d'informations possible sur la composition minéralogique. La connaissance des informations minéralogiques comporte plusieurs avantages en prédiction du comportement géochimique des matériaux miniers. Parmi ces avantages, mentionnons :

- l'identification des éléments potentiellement problématiques et de leurs phases porteuses;
- l'identification d'éventuels minéraux à forte capacité de sorption;
- l'utilisation des essais statiques minéralogiques de prédiction;
- l'interprétation plus complète des résultats de tous les essais de prédictions statiques, cinétiques et d'extractions auxquels seront soumis les échantillons (voir les sections relatives à ces techniques pour de plus amples détails).

Idéalement, les informations suivantes devraient être disponibles :

- Identification et quantification des minéraux sulfureux;
- Identification et quantification des minéraux neutralisants (carbonates et silicates);
- Identification et quantification des minéraux sorbants;
- Identification des éléments potentiellement problématiques.

À noter que plusieurs de ces informations sont souvent connues par les géologues responsables de l'exploration du gisement et ne nécessitent pas nécessairement d'investissements supplémentaires importants. En effet, même si des informations géologiques ayant une incidence sur le comportement environnemental sont généralement connues des géologues, ils n'y accordent

souvent qu'une importance secondaire lors des études géologiques et métallurgiques, l'emphase étant mise sur l'objet de l'exploration (p. ex. : teneurs en métaux de base, en métaux précieux, diamants, minéraux industriels, éléments indésirables et pénalisants, etc.). La clé est donc de favoriser un dialogue entre les géologues d'exploration et les responsables de l'environnement, afin que les informations pertinentes soient disponibles à tous les intervenants en environnement minier, et que l'on s'intéresse aux phases potentiellement génératrices de contaminants durant les études géologiques et métallurgiques.

4.1 Identification et quantification des sulfures

Comme l'oxydation des sulfures est généralement la principale source de métaux dans l'eau de drainage contaminé, il est essentiel d'identifier les sulfures présents et d'en avoir une quantification, même quand ils sont accessoires et même si cette quantification est approximative. Par exemple, la présence de sulfures de métaux de base (comme la sphalérite [ZnS] ou la millérite [NiS]) peut induire une dissolution de ces métaux et des métaux traces qu'ils renferment (Cd, Se, Hg, etc.) dans les eaux de drainage, même si les concentrations en soufre sont inférieures à la limite de 0,3 % mentionnée dans la *Directive 019* quant au risque de génération de DMA. En effet, cette limite de 0,3 % a été proposée sur une statistique (très faibles probabilités de génération de DMA à ces teneurs), mais certaines exceptions sont possibles (par exemple, voir le cas de la mine Diavik : Amos *et al.*, 2011; Smith *et al.*, 2013).

La présence de sulfosels, un type particulier de sulfures souvent qualifiés de minéraux « poubelles », revêt une importance particulière. En effet, les sulfosels sont généralement plus solubles que les autres minéraux sulfureux et contiennent souvent divers éléments chimiques toxiques solubles à des pH près de la neutralité, de sorte que leur présence, même accessoire, peut conduire à la contamination des eaux de drainage. Parmi les sulfosels les plus communs, mentionnons l'arsénopyrite (FeAsS), également considéré comme un sulfure, ainsi que les cuivres gris (solutions solides de compositions variant entre la tétrahédrite [Cu₁₂Sb₄S₁₃], la tennantite [Cu₁₂As₄S₁₃] et la gersdorffite [NiAsS]).

Enfin, mentionnons que la pyrite et la pyrrhotite (sulfures de fer) peuvent contenir, à l'image d'autres sulfures et sulfosels, plusieurs autres métaux à des concentrations pouvant aller de l'état de traces (dizaines de ppm) jusqu'à environ 10 % massique (Abratis *et al.*, 2004; Janzen *et al.*, 2000; Lehner et Savage, 2008). Qui plus est, la réactivité de ces minéraux tend à augmenter avec la présence des contaminants dans leur composition (Cruz *et al.*, 2001). Il peut donc être pertinent de caractériser ces sulfures en utilisant une technique permettant d'identifier de telles contaminations, comme la microanalyse au microscope électronique à balayage, quand les teneurs élémentaires sont de l'ordre de plus de 1000 ppm, ou avec la microsonde électronique, qui peut doser jusqu'à 100 ppm environ.

Lorsque les sulfures sont présents en faibles concentrations (moins de 5 % environ), il peut être utile de les concentrer (par exemple, par flottation ou par méthodes gravimétriques), afin d'en faire une caractérisation avec plus de statistiques. La concentration des sulfures permet d'examiner un plus grand nombre de grains de sulfures et de faire un portrait plus précis et complet de l'ensemble des différents sulfures présents dans les matériaux.

4.2 Identification et quantification des minéraux neutralisants (carbonates et silicates)

Les principaux minéraux neutralisants sont les carbonates et les silicates (e.g. Blowes et Ptacek, 1994; Blowes *et al.*, 2003; Jambor *et al.*, 2003, 2007; Sherlock *et al.*, 1995). Les minéraux carbonatés sont parmi les minéraux les plus réactifs, mais leur vitesse de réaction et leur neutralisation effective ne sont pas les mêmes pour tous. Par exemple, le contenu en fer des carbonates en diminue d'autant le potentiel de neutralisation effectif. La sidérite (FeCO_3), par exemple, permet de tamponner le pH des eaux de drainage, mais l'oxydation et l'hydrolyse du fer produit par la neutralisation génèrent autant d'acide que la sidérite en a consommé lors de sa dissolution (Skousen *et al.*, 1997; Jambor *et al.*, 2003). De plus, la dolomite réagit moins rapidement que la calcite pour neutraliser l'acide produit par l'oxydation des sulfures (Kwong *et al.*, 1997; Bouzahzah *et al.*, 2014b). Dans certains cas, il est possible que la dolomite ne parvienne pas à suivre le rythme de production d'acide des sulfures malgré sa concentration théoriquement adéquate pour prévenir la génération de DMA. À l'inverse, il est possible qu'un matériel dépourvu de carbonates contienne suffisamment de silicates neutralisants pour empêcher la génération d'acide. Il est donc essentiel de connaître la minéralogie des neutralisants le plus précisément possible, afin de bien interpréter les résultats des essais et de mieux prédire le comportement géochimique des échantillons. Souvent, il suffit de doser le carbone inorganique au four à induction, en s'assurant qu'il n'y ait pas d'autres formes de carbone tel que du graphite.

4.3 Identification et quantification des minéraux ayant une capacité de sorption

La sorption est définie comme le processus par lequel une substance est attachée à une autre (Appelo et Postma, 1996) et comprend l'adsorption (adhésion d'une substance en surface d'une autre), l'absorption (incorporation de la substance dans une autre) et l'échange ionique (échange d'ions entre un solide et le liquide environnant). Les phénomènes de sorption peuvent avoir un impact significatif sur la qualité des eaux de drainage minier. En effet, certains minéraux présents dans les rejets miniers ont des capacités de sorption permettant de retenir les métaux générés dans les eaux de drainage (Plante *et al.*, 2010, 2011b). C'est particulièrement le cas des phyllosilicates, des feldspaths et plagioclases, des argiles et des oxyhydroxydes. Comme ces capacités de sorption sont limitées, il se peut que le développement de conditions de drainage contaminé soit retardé de plusieurs années, avec l'épuisement graduel du potentiel de sorption (Plante *et al.*, 2010, 2011b).

Les conditions favorisant les phénomènes de sorption diffèrent pour chaque couple minéral/ion en solution. De manière générale, les pH près de la neutralité et alcalins favorisent la sorption des cations (p. ex. : Ni^{2+} , Zn^{2+} , etc.), alors que les pH plus acides favorisent celle des anions et oxyanions (p. ex. : AsO_4^{3-} , SeO_4^{2-} , etc.) (e.g. Appelo et Postma, 1996). Ainsi, les phénomènes de sorption des cations sont plus significatifs en conditions de DNC et de drainage alcalin, alors que la sorption joue un rôle plus important pour les anions en conditions de DMA. Cependant, c'est en conditions de DNC que le rôle de la sorption est le plus crucial.

Il est donc primordial de caractériser les potentiels de sorption des rejets miniers potentiellement générateurs de DNC, afin de savoir si ce phénomène peut exercer un contrôle sur la

qualité des eaux de drainage. Les essais de sorption consistent à mettre le solide (rejet minier) en contact avec une solution contenant les éléments chimiques pour lesquels on veut vérifier la sorption durant une période suffisamment longue pour permettre l'établissement de l'équilibre. Plusieurs essais de sorption sont disponibles (voir Limousin *et al.*, 2007, pour une revue détaillée des possibilités), et certains essais ont été effectués avec succès sur des stériles miniers (Plante *et al.*, 2010, 2011b; Demers *et al.*, 2011b). Parmi ceux-ci, mentionnons les essais de sorption en *batch* et les essais de sorption en colonne percolée. Les essais en *batch* permettent de déterminer les isothermes de sorption, qui informent sur les mécanismes de sorption, et de vérifier l'impact du pH et des concentrations en contaminants sur les capacités de sorption. Les essais en colonne percolée permettent de s'approcher un peu plus des conditions des essais cinétiques et d'être plus représentatifs des conditions de terrain que les essais en *batch*. Malgré les avancées récentes sur la caractérisation du potentiel de sorption de rejets miniers, il reste encore du travail à faire afin d'en tenir compte en prédiction.

4.4 Techniques de caractérisation minéralogiques

Parmi les techniques de caractérisation minéralogiques les plus accessibles, mentionnons la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la microanalyse EDS ou WDS, ainsi que la diffraction des rayons-X (DRX) qualitative et quantitative. Ces techniques sont décrites succinctement dans ce qui suit. Plus de détails peuvent être trouvées dans Bouzahzah (2013), Petruk (2000) ainsi que Jambor et Blowes (1998).

4.4.1 Microscopie optique

Le microscope optique permet une étude préliminaire qui conduit à une identification des phases minérales, de leur taille et de leur mixité, et qui permet de cibler les zones d'intérêt (à l'échelle du minéral ou du site) à étudier plus en détail avec d'autres techniques. En microscopie optique, l'identification minéralogique est basée sur la capacité des minéraux à réagir avec la lumière transmise pour les minéraux transparents (en lame mince polie) et avec la lumière réfléchie (en section polie) pour les minéraux opaques (sulfures, oxydes et hydroxydes). Il est possible d'atteindre des grossissements jusqu'à 1 000 X en microscopie optique. Pour des grossissements plus élevés, il faut faire appel au MEB, qui atteint des grossissements nettement plus élevés (jusqu'à 100 000 X). Plusieurs minéraux de gangue (carbonates et silicates) ne peuvent pas être identifiés en section polie (lumière réfléchie), mais peuvent l'être en lame mince polie (lumière transmise).

4.4.2 Microscopie électronique à balayage couplée à la microanalyse (EDS) et microsonde électronique (WDS)

Le MEB permet d'étudier simultanément la morphologie et la composition chimique des matériaux, avec des grossissements allant jusqu'à 100 000 X. Son principe de fonctionnement consiste à envoyer un faisceau d'électrons sur l'échantillon placé dans une chambre sous vide. Au contact du faisceau d'électrons, l'échantillon libère différents signaux pouvant être captés par les détecteurs correspondants. Les détecteurs les plus couramment utilisés sont les électrons rétrodiffusés (permettant des différences de contraste et de brillance suivant le numéro atomique moyen) et les électrons secondaires (permettant des différences de contraste et de brillance en fonction du relief de l'échantillon) et les rayons-X. Les détecteurs de rayons-X sont de deux types, soit EDS (le plus courant, limite de détection de 1000 à

10 000 ppm, ou 0,1-1,0 %, à l'échelle du grain) et WDS, ou microsonde électronique (plus rare, limites de détection de 20 à 100 ppm, ou 0,002 à 0,01 %, à l'échelle du grain). Plus de détails quant à l'utilisation du MEB en minéralogie environnementale peuvent être trouvés dans Jambor et Blowes (1998), Robinson *et al.*, (1998), Petruk (2000) et Gu (2003).

4.4.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet l'identification des minéraux cristallins (la DRX ne permet pas la détection des minéraux amorphes ou mal cristallisés) et leur estimation semi-quantitative dans un échantillon finement pulvérisé (généralement < 10 µm). Bien qu'il puisse subsister des ambiguïtés dans l'identification des minéraux, cette méthode permet généralement d'obtenir un portrait global de la minéralogie de l'échantillon. La méthode Rietveld permet de réaliser des quantifications relativement précises (de l'ordre du %), surtout avec la réconciliation de ces données avec la chimie de l'échantillon. Plus de détails sur l'utilisation de cette méthode en minéralogie environnementale sont trouvés dans Raudsepp et Pani (2001) et dans Bouzahzah (2013).

On recommande de combiner les informations minéralogiques obtenues par une combinaison de différentes techniques, permettant ainsi une réconciliation des résultats et une caractérisation plus précise de la composition minéralogique.

Plusieurs autres techniques sont également disponibles et permettent des caractérisations plus avancées, telles que la microsonde ionique (SIMS), la spectroscopie des photoélectrons X (XPS) ou encore les techniques par synchrotron (XANES-EXAFS). Plus de détails à propos de toutes les techniques mentionnées peuvent être trouvées dans Bouzahzah (2013).

5. Essais statiques de prédiction

Le potentiel de génération d'acide peut être évalué à l'aide des essais statiques de prédiction du DMA. Ces essais consistent généralement à faire le bilan entre le potentiel de génération d'acide (PA) et le potentiel de neutralisation d'acide (PN).

Il existe trois principaux types de tests statiques qui sont généralement utilisés par l'industrie minière :

- Les tests NAG (*Net-Acid Generation tests*);
- Les tests statiques chimiques;
- Les tests statiques minéralogiques.

Les tests statiques chimiques et minéralogiques se déroulent en général en deux étapes distinctes : (1) la détermination du PA relié à la présence des minéraux générateurs d'acidité (acidogènes); (2) la détermination du PN associé aux minéraux neutralisants (acidivores). Les principaux tests statiques sont résumés dans les *tableaux A-1 et A-2* en annexe.

Les essais statiques peuvent être utilisés dès les premiers travaux de caractérisation d'un gisement, avec l'évolution des limites du gisement ou la découverte de nouvelles zones à exploiter.

5.1 Le pH de pâte

Le pH de pâte consiste à mesurer le pH d'une pâte formée de l'échantillon (typiquement < 250 µm, pulvérisé au besoin) et d'eau dans un rapport liquide/solide d'environ 1:2 massique. La valeur de pH de pâte permet d'apprécier le degré d'avancement du processus de génération d'acide. Par exemple, la présence de sels acides issus de l'oxydation des sulfures se traduirait par un pH de pâte acide. Il s'agit d'une information complémentaire pouvant être utile lors de l'interprétation des résultats d'essais statiques et cinétiques.

5.2 Les essais NAG

Les tests NAG se déroulent en une seule étape qui renseigne simultanément sur le PA et le PN. L'addition de peroxyde d'hydrogène permet l'oxydation des sulfures présents dans l'échantillon, et l'acide produit (le cas échéant) est neutralisé par les minéraux neutralisants également présents dans l'échantillon. Le pH final renseigne sur le potentiel de génération d'acide de l'échantillon testé : si le pH est inférieur à 4,5, l'échantillon est potentiellement générateur d'acide. Plusieurs variantes des essais NAG ont été développées : l'essai NAG statique (une seule addition de peroxyde), l'essai NAG séquentiel (plusieurs additions consécutives de peroxyde) et l'essai NAG cinétique, où le pH et la température sont enregistrés durant les réactions d'oxydation et de neutralisation. Dans un essai NAG cinétique, les profils de pH et la température informent sur les cinétiques d'oxydation et de neutralisation des échantillons pendant l'essai. Il est également possible de tirer des informations sur les produits d'oxydation et de neutralisation en analysant le contenu en éléments dissouts dans les solutions finales des essais NAG. De plus amples descriptions sur les tests NAG peuvent être trouvées dans Miller *et al.* (1997), Morin et Hutt (1999), Stewart *et al.* (2003), Plante (2004), MEND (2009) et Parbhakar *et al.* (2009).

On recommande d'utiliser les essais NAG avec analyse du liquide, afin de cibler les éléments chimiques susceptibles de se retrouver dans les eaux de drainage minier. Cela permet de cibler les éléments à surveiller lors des essais cinétiques.

5.3 Les essais statiques chimiques

Le premier essai statique chimique de prédiction du DMA qui a été développé est le test de Sobek (Sobek *et al.* 1978; Miller *et al.* 1991; Lawrence and Wang, 1997; Skousen *et al.* 1997; Jambor *et al.* 2003, 2007; Parbhakar *et al.* 2009). Pour la détermination du PN, la méthode de Sobek *et al.* (1978) commence par un test préliminaire appelé test de Fizz. Celui-ci consiste à ajouter quelques gouttes d'acide à un aliquote de l'échantillon et d'évaluer subjectivement l'effervescence, ce qui détermine la concentration et le volume de l'acide chlorhydrique à ajouter à l'échantillon pour sa digestion (*tableau A-1*). Après le test de Fizz, l'échantillon (2 g) est mis dans un erlenmeyer avec 90 ml d'eau déionisée et le volume d'HCl fixé par le test de Fizz, puis chauffé à 90°C. Le chauffage (sans ébullition) est maintenu jusqu'à ce que les bulles produites par la réaction de l'échantillon à l'acide chlorhydrique s'estompent. Après refroidissement, la solution est titrée avec du NaOH (0,1 N) jusqu'à un pH final de 7,0 (±0,02) pour évaluer l'acidité restante (non consommée par les minéraux neutralisants) et, par conséquent, la détermination du PN, exprimé en unités d'équivalents de kg CaCO₃/t. Le PA est calculé en utilisant le soufre total de l'échantillon (déterminé par analyse chimique) et en le

multipliant par un coefficient stœchiométrique de 31,25 (*tableau 6*) pour obtenir le PA en unités d'équivalents de kg CaCO₃/t.

Lawrence et Wang (1997) ont suggéré une modification du test de Sobek *et al.* (1978) sans faire bouillir l'échantillon, ce qui éviterait une surestimation du PN causée par le chauffage de l'échantillon et qui ferait réagir des minéraux relativement réfractaires (silicates comme les plagioclases, les pyroxènes et les olivines; Lappako, 1994; Frostad *et al.*, 2003) qui ne réagiraient pas dans les conditions ambiantes d'un site minier. Dans la méthode de Lawrence et Wang (1997), la quantité et la concentration de l'acide chlorhydrique ajouté sont également différentes de la méthode originale. Le titrage de l'acide restant se fait jusqu'à un pH final de 8,3. Le PA est déterminé en utilisant le soufre sous forme de sulfures, ce qui donne une évaluation plus réaliste du PA, particulièrement si l'échantillon contient des sulfates (par exemple, cas d'un échantillon déjà oxydé).

Kwong et Ferguson (1997) ont proposé une autre modification du test de Sobek, en éliminant l'étape de chauffage (à 90°C), comme l'ont fait Lawrence et Wang (1997), et en proposant une durée plus longue de l'essai (entre 48 heures et une semaine) pour prendre en considération la cinétique de dissolution plus ou moins lente de certains carbonates. En effet, la calcite est plus réactive que la dolomite qui, à son tour, est plus réactive que l'ankérite et la sidérite (Blowes et Ptacek, 1994; Frostad *et al.*, 2003). Les auteurs ont remarqué qu'une durée de digestion prolongée permettait à la dolomite de se dissoudre complètement lors du test statique à température ambiante, contrairement au test d'une durée de 24 heures, aboutissant ainsi à des résultats de PN plus représentatifs. Les travaux de Plante *et al.* (2012) démontrent que le test de Sobek modifié par Lawrence et Wang (1997) sous-estime les PN pour les échantillons contenant de la dolomite et de l'ankérite, tel qu'avancé par Kwong et Ferguson (1997). Par ailleurs, Bouzahzah (2013) suggère une détermination quantitative du Fizz des essais de type Sobek, afin de pallier aux erreurs attribuables aux évaluations incorrectes pouvant découler de catégories de Fizz incorrectement choisies.

Pour prendre en considération la génération de l'acidité par le Fe et le Mn (voire de l'Al généré par les silicates) lors de la détermination du PN avec les essais de type Sobek, plusieurs auteurs (Skousen *et al.*, 1997; Jambor *et al.*, 2003; Stewart *et al.*, 2006) ont proposé l'ajout du peroxyde d'hydrogène (H₂O₂) lors du titrage de la pulpe (en plus du NaOH) pour forcer l'oxydation et l'hydrolyse des éléments chimiques hydrolysables, permettant d'obtenir une estimation plus juste du PN.

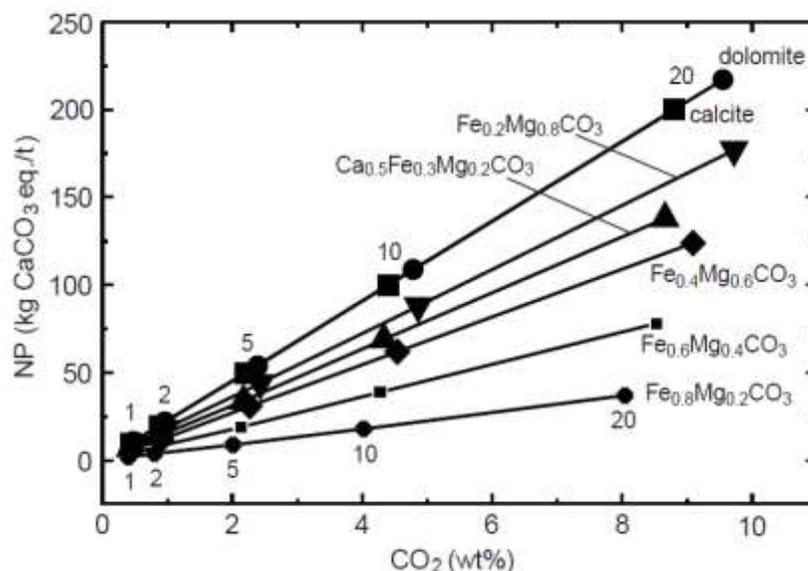
Une méthode simple de détermination du PN, mais fondamentalement différente de celles de type Sobek, est la méthode dite des carbonates, ou PNC (Norecol, 1991; Lawrence *et al.*, 1989; Frostad *et al.*, 2003). Elle est basée sur la teneur totale en carbone inorganique de l'échantillon obtenu par analyse chimique, généralement par une combustion dans un four à induction. La méthode PNC ne considère pas le potentiel de neutralisation, qui peut être apporté par les silicates reconnus neutralisants *in situ* dans plusieurs études, et sous-estimerait donc le PN (Alpers et Nordstrom, 1990; Kwong, 1993; Sherlock *et al.*, 1995; Blowes *et al.*, 1998; Li et Bernier, 1999; Jurjovek, 2002; Miller *et al.*, 2010; Plante *et al.*, 2011a).

Par ailleurs, la méthode PNC risque de surestimer de manière considérable le pouvoir de neutralisation d'un échantillon s'il contient des carbonates de fer et de Mn tels que l'ankérite, la sidérite ou la rhodochrosite. Par exemple, la présence de sidérite pure (FeCO_3), considérée comme un carbonate non neutralisant (Li et Bernier, 1999; Paktunc, 1999b; Barnes *et al.*, 2009;), amène une surestimation du PNC proportionnellement à la quantité de sidérite présente dans l'échantillon. En effet, l'acidité neutralisée par la sidérite est libérée suite à l'oxydation et l'hydrolyse du Fe^{2+} (MEND, 1991; Skousen *et al.*, 1997; Jambor et Blowes, 1998). En se basant sur ces travaux, Plante *et al.* (2012) proposent une correction du PNC (basé sur le carbone inorganique total) en considérant la teneur en sidérite (% massique) de l'échantillon. Ils nomment la méthode PNCC (Pouvoir de neutralisation des carbonates corrigée, *tableau 6*). Cette correction est valable uniquement quand la sidérite est pure (FeCO_3).

5.4 Les essais statiques minéralogiques

Certains auteurs ont proposé l'intégration de la minéralogie de l'échantillon dans la détermination du PA et du PN. Le *tableau A-2* résume les principales approches minéralogiques. Kwong (1993), Lappako (1994), Li (1997), Lawrence et Scheske (1997) ainsi que Paktunc (1999a, b) proposent des calculs basés sur la sommation des contributions individuelles de chaque minéral dans la production de l'acidité et sa neutralisation, donnant ainsi, selon ces auteurs, une estimation plus fiable des PA et PN.

Lappako (1994) propose un calcul du PN très simple basé sur la participation de la calcite et de la magnésite, assumant qu'elles sont seules responsables de la neutralisation. Cette méthode ne prend pas en compte les autres minéraux carbonatés et les silicates neutralisants. Kwong (1993) a utilisé la réactivité des minéraux telle que proposée par Sverdrup (1990) pour calculer le taux de réaction des minéraux à pH 5, et il a utilisé ces valeurs pour calculer le PA et le PN. Li (1997) de même que Lawrence et Scheske (1997) utilisent les réactivités relatives des minéraux proposées par Kwong (1993) pour calculer les PN, mais leurs approches ne prennent pas en considération la présence d'éléments chimiques oxydables et hydrolysables dans les minéraux neutralisants (tels que le Fe et le Mn). Paktunc (1999a, b) propose une autre formulation pour le calcul du PN qui prend en considération la somme des coefficients stœchiométriques des cations oxydables dans les carbonates (coefficient C_i). Plante *et al.* (2012) utilisent ce coefficient (C_i) pour proposer une modification du calcul du PN par la méthode de Lawrence et Scheske (1997). La prise en considération du coefficient C_i implique que si une sidérite, par exemple, contient du Ca et du Mg en substitution avec le Fe, le PN de la sidérite n'est pas nul, mais qu'il est proportionnel à la quantité de la substitution du Fe par le Ca et le Mg. La *figure 2* illustre l'impact de la présence de Fe dans les carbonates sur leur valeur de PN.



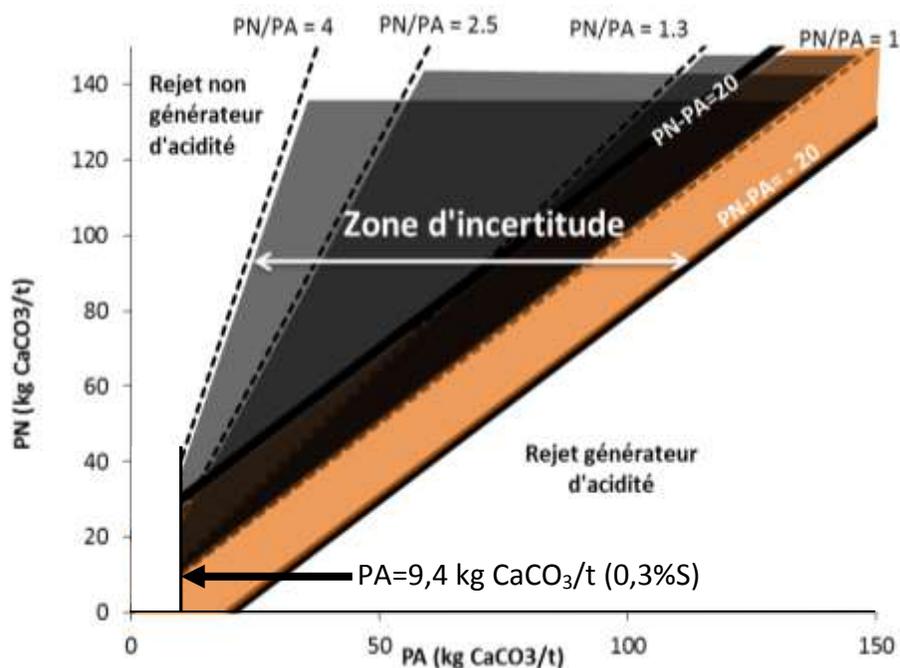
Tirée de Paktunc, 1999b

Figure 2 : Impact du contenu en Fe dans les carbonates sur leur PN

Les avantages communs des approches minéralogiques résident dans le fait que ces dernières prennent en considération les carbonates et les silicates neutralisants, sauf pour la méthode de Lappako (1994) qui ne considère que certains carbonates. La validité des résultats des tests statiques minéralogiques est très étroitement liée à la qualité des quantifications minéralogiques. L'utilisation des essais statiques minéralogiques est donc tributaire de la précision de la composition minéralogique des échantillons.

5.5 L'interprétation des résultats des essais statiques

La classification des rejets miniers est basée sur une comparaison entre le PA et le PN obtenus par les tests statiques. Il existe deux critères de classification : le pouvoir net de neutralisation (PNN=PN-PA) et le NPR (rapport PN/PA). Cette classification est différente selon les auteurs et selon le PNN ou le NPR. L'ensemble de ces critères est représenté graphiquement à la figure 3. Pour chaque critère de classification, on retrouve deux zones pour lesquelles la nature des rejets miniers est bien classifiée en termes de PGA, soit générateur ou non générateur d'acide. La zone de «non générateurs» d'acidité correspond aux rejets miniers renfermant une plus faible quantité de minéraux acidogènes (sulfures) par rapport à la quantité de minéraux neutralisants. Inversement, il existe une zone où les rejets sont classifiés comme générateurs d'acidité, pour les rejets contenant nettement plus de minéraux acidogènes que neutralisants. Dans ces deux cas extrêmes, le PNN sera respectivement très positif (NPR >> 1) ou très négatif (NPR << 1). Pour les rejets ayant un faible écart entre les teneurs en minéraux acidogènes et neutralisants, le PNN est proche de zéro (et le NPR proche de 1). Pour de tels rejets, il existe une zone, appelée zone d'incertitude, où la nature du matériel est difficile à définir par rapport à son potentiel de génération d'acide.



Adaptée de Bouzahzah, 2013

Figure 3 : Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du NPR (PN/PA)

Pour le PNN, la zone d'incertitude est généralement comprise en -20 et $+20$ $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ (Ferguson et Morin, 1991; Miller *et al.*, 1991). Cependant, un rejet ayant un PNN > 20 $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ est considéré comme non générateur d'acidité, alors que PNN < -20 $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$, est considéré comme générateur d'acidité. Morin et Hutt (1994), Adam *et al.* (1997) ainsi que Price *et al.* (1997) et le NEDEM (2009) suggèrent des valeurs de classifications des rejets en se basant sur le rapport NPR. La classification basée sur ce rapport comprend aussi une zone d'incertitude dont les limites sont assez variables selon les auteurs (figure 3). Tous les auteurs s'accordent pour dire que, pour un rapport NPR < 1 , les rejets sont générateurs d'acidité. Cependant, la définition de la limite entre la zone d'incertitude et celle où les rejets ne sont pas générateurs d'acidité est très variable selon les auteurs, entre des valeurs de NPR de 1,3 et 4. Il est certain que, pour des rejets très sulfureux, le NPR devient très conservateur. Au Québec, un résidu minier est considéré acidogène par la Directive 019 s'il contient du soufre (S_{total}) en quantité supérieure à 0,3 % et si le potentiel de génération acide a été confirmé par des tests statiques, c'est-à-dire s'il est caractérisé par au moins une des deux conditions suivantes : i) le PNN < 20 $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$, ou ii) le NPR < 3 .

Les figures 4 et 5 présentent des organigrammes de sélection des essais statiques chimiques et minéralogiques en fonction de la composition minéralogique des échantillons (adaptées de Bouzahzah *et al.*, 2014b). Ces organigrammes représentent nos recommandations quant à l'utilisation des essais statiques. Pour ce qui est des critères à utiliser, la zone d'incertitude du PNN devrait être entre -20 et 20 $\text{kg CaCO}_3/\text{t}$ et celle du NPR, entre 1 et 2, lorsque toutes les précautions suggérées aux figures 4 et 5 sont prises. Le détail des différentes méthodes chimiques et minéralogiques sont présentés à l'annexe 1.

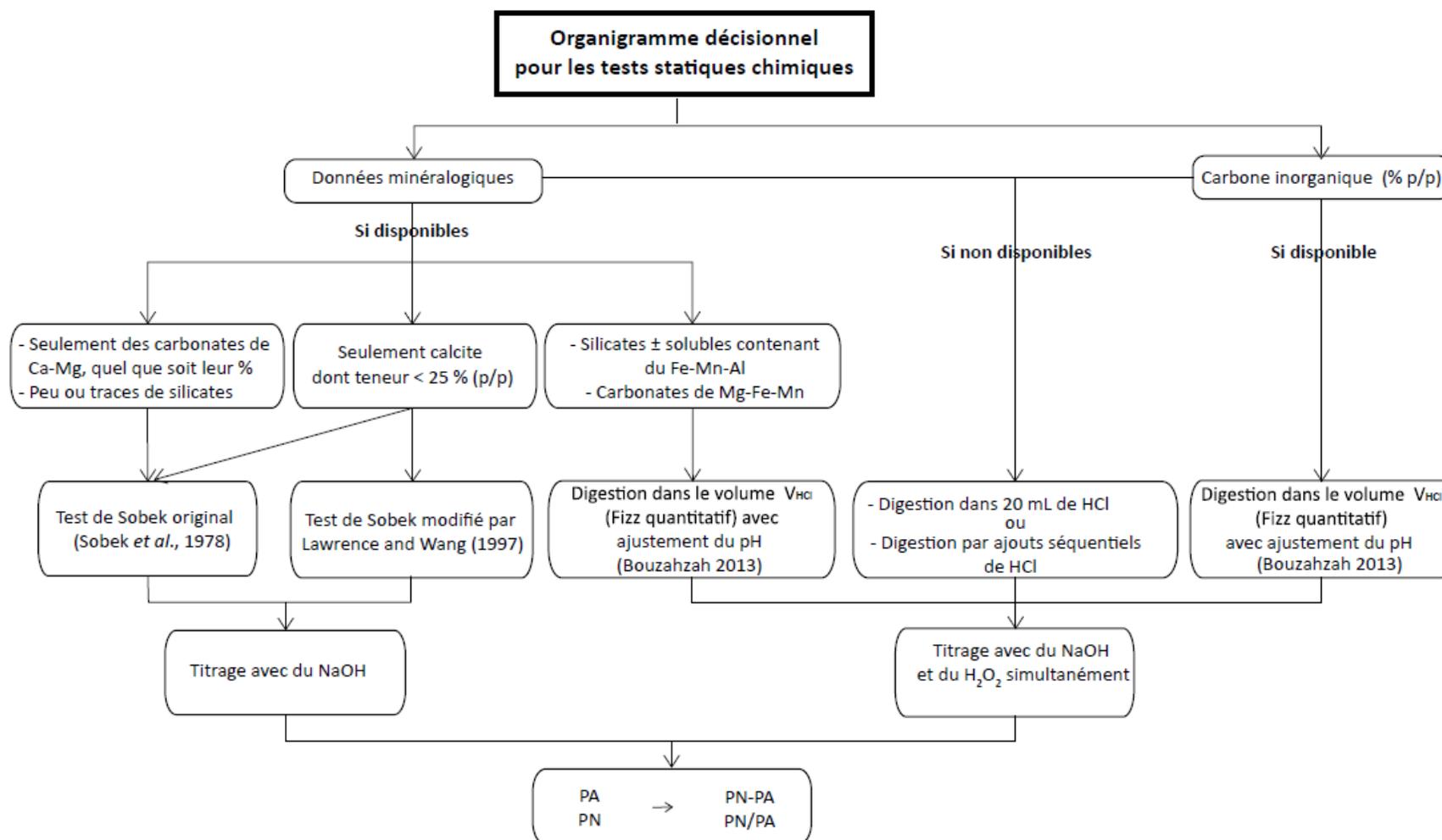
5.6 Recommandation sur l'utilisation des essais statiques

En regard des informations présentées précédemment, on présente dans ce qui suit les recommandations relatives à l'utilisation des essais statiques :

- Les essais statiques devraient être utilisés en phase 2 de la stratégie d'échantillonnage et de caractérisation proposée (voir section 8).
- Les essais statiques (chimiques et minéralogiques) à utiliser devraient être choisis en fonction de la composition minéralogique des échantillons, en utilisant les organigrammes des figures 4 et 5.
- La zone d'incertitude à privilégier pour tous les essais est celle de Miller *et al.*, (1991), qui avait été proposée pour l'essai Sobek original (Sobek *et al.*, 1978), à savoir :
 - PNN < -20 kg CaCO₃/t : potentiellement générateur d'acide;
 - PNN compris entre -20 et 20 kg CaCO₃/t : incertain;
 - PNN > 20 kg CaCO₃/t : potentiellement non générateur d'acide;
 - PA < 9 kg CaCO₃/t (%S < 0,3 %) : non générateur.
- Si le rapport PN/PA est utilisé, son interprétation devrait être faite sur la base des critères proposés par le NEDEM (2009) :
 - PN/PA < 1 : potentiellement générateur d'acide;
 - PN/PA entre 1 et 2 : faible potentiel de génération d'acide;
 - PN/PA > 2 : non générateur d'acide.
- Dans les cas de % S faibles (de l'ordre de moins de 1 %) et élevés (de l'ordre de plus de 5 %), les essais devraient être interprétés avec le PNN plutôt qu'avec le rapport PN/PA.
- Les critères ne changent pas avec l'outil utilisé, mais on doit considérer les sources d'erreurs reliées à ce dernier et à la minéralogie des échantillons lors de l'interprétation des résultats (p. ex. : sur- ou sous-estimation possible du PA ou du PN avec l'outil utilisé).
- Les essais NAG avec analyse du liquide généré devraient être utilisés pour identifier les espèces chimiques (tout contaminant pouvant avoir un effet sur l'environnement et étant normé) à risque de se retrouver dans les eaux de drainage.

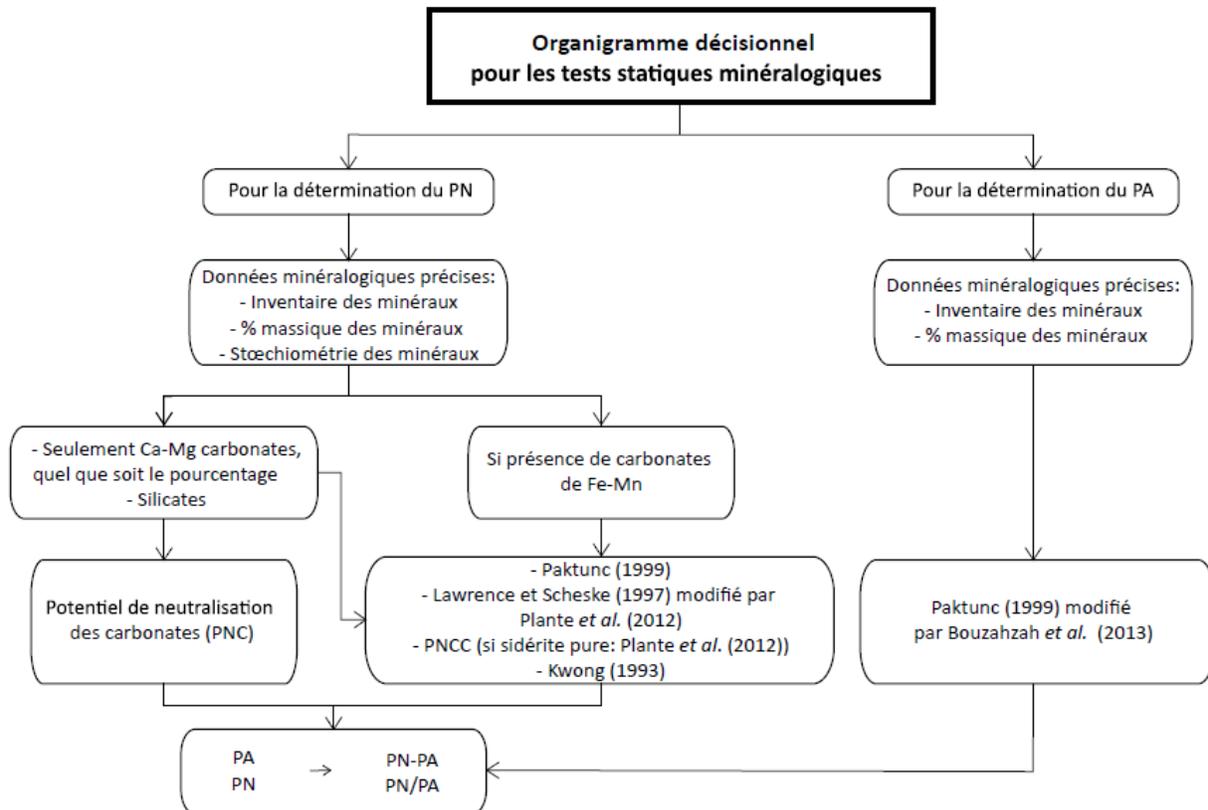
6. Essais cinétiques

Le potentiel de génération d'acide peut être évalué à l'aide des essais cinétiques de prédiction du DMA. Les essais cinétiques simulent une altération naturelle et accélérée des rejets miniers dans des conditions contrôlées en laboratoire ou en conditions naturelles de terrain. Contrairement aux tests statiques qui sont rapides, faciles à mettre en œuvre et considérés comme qualitatifs, car ils n'informent pas sur le comportement environnemental du matériel dans le temps, les tests cinétiques sont plus dispendieux et s'étalent sur une période plus longue (de quelques semaines à 2 ans, voire plus, selon le type d'essai cinétique et les objectifs recherchés). Il existe plusieurs types d'essais cinétiques selon le dispositif expérimental utilisé : on peut citer les colonnes (au laboratoire et *in situ*), les mini-cellules d'altération, les cellules humides et les parcelles de terrain. Il est à noter que des essais en colonne peuvent aussi être conduits sur le terrain. Les tests en colonne, les cellules humides et les parcelles de terrain sont les plus utilisés pour la prédiction du DMA (Lawrence, 1990; Price, 1997; Lapakko et White, 2000; Frostad *et al.*, 2002; Bowell *et al.*, 2006; Sapsford *et al.*, 2009; Plante, 2012).



Adapté de Bouzahzah *et al.*, 2014b

Figure 4 : Organigramme décisionnel pour les essais statiques



Adapté de Bouzahzah *et al.*, 2014b

Figure 5 : Organigramme décisionnel des essais statiques minéralogiques

Les essais cinétiques apportent beaucoup plus d'informations que les tests statiques. Ils permettent de renseigner sur la qualité du drainage du matériau de même que sur les taux des réactions d'oxydation/neutralisation et, éventuellement, d'évaluer les phénomènes de précipitations secondaires qui peuvent avoir lieu pendant l'essai cinétique et qui ont une incidence directe sur la qualité des eaux. Plus de détails sur les essais cinétiques peuvent être trouvés dans Aubertin *et al.* (2002) et les travaux de Villeneuve (2004). Le *tableau 3* résume quelques caractéristiques des essais cinétiques considérés dans le présent document; plus de détails sont synthétisés dans les *tableaux A3, A4 et A5*, en annexe. Villeneuve (2004) présente une description détaillée de plusieurs de ces essais cinétiques de même que leurs avantages et inconvénients respectifs. Les essais cinétiques de confirmation de la Colombie-Britannique, les flacons agités et l'extracteur de Soxhlet ne sont généralement plus utilisés, sachant leurs déficiences prouvées, et ne sont pas discutés dans ce document. Plus de détails se trouvent dans NEDEM (2009) et Villeneuve (2004).

Tableau 3 : Résumé des caractéristiques des essais cinétiques

Essai	Masse solide	Volume et fréquence des rinçages
Mini-cellule d'altération	60-70 g	50°ml, 2 fois par semaine
Cellule humide	0,5-1 kg	0,5-1 l par semaine
Colonne (labo)	5-80 kg	2-25 l, 1-2 fois par mois
Barils de terrain	100-300 kg	Précipitations et/ou arrosages
Parcelles de terrain	Plusieurs tonnes	Précipitations et/ou arrosages

6.1 Essai en cellule humide

L'essai cinétique en cellule humide, normé par l'ASTM (ASTM D 5744-96, 1998; 2007), est le plus utilisé dans l'industrie minière. Il a été conçu afin de prédire la génération de DMA au laboratoire en comparant les taux de génération d'acide (taux d'oxydation des sulfures) et ceux de neutralisation d'acide. L'essai cinétique en cellule humide est le seul qui soit normé par l'ASTM, et il a été développé dans le but de fournir des conditions de réactions bien contrôlées et des résultats reproductibles (Villeneuve 2004). La norme ASTM décrit en détails chacune des étapes de l'essai. L'essai cinétique en cellule humide nécessite environ 1 kg d'échantillon sec, est relativement facile à mettre en œuvre, mais demande plus d'interventions du manipulateur que les autres. L'échantillon est rincé une fois par semaine avec 500 ml ou 1 l d'eau déionisée, selon des cycles hebdomadaires répétés. L'eau de rinçage récupérée est analysée. Un cycle hebdomadaire commence par un rinçage de l'échantillon avec de l'eau déionisée, qui reste en contact avec l'échantillon pendant une durée de 3 à 4 heures. Après récupération de l'eau de rinçage débute un cycle de 3 jours d'air sec suivi de 3 jours d'air humidifié entre 90 et 100 %. Le débit d'air utilisé est de 1 à 10 l/min et doit être vérifié périodiquement durant les 6 jours d'aération du test.

6.2 Essai en mini cellule d'altération

Les essais en mini-cellules d'altération sont des versions réduites des essais en cellules humides (Villeneuve, 2004; Villeneuve *et al.*, 2009; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah *et al.*, 2014a, b), utilisant moins de matériel (environ 67 g), lixiviant 2 fois par semaine (typiquement, les lundis et jeudis), en utilisant 50 ml d'eau déionisée et laissant le matériel sécher à l'air libre entre les lixiviations. L'échantillon est placé sur un entonnoir Buchner de 10 cm de diamètre interne surmonté d'un filtre à 0,45 µm, dont l'étanchéité est assurée par l'utilisation de graisse à vide. Comme en cellule humide, le lixiviat est laissé en contact avec le solide pour une période de quelques heures, avant de filtrer l'eau à l'aide d'une pompe à vide branchée sur l'erlenmeyer qui reçoit le lixiviat de l'entonnoir Buchner. Les conditions de ces essais sont légèrement plus agressives que les cellules humides (Villeneuve, 2004; Villeneuve *et al.*, 2009), mais suffisamment proches pour en justifier leur substitution lorsque les quantités de matériel sont limitées.

6.3 Essai en colonne au laboratoire

Les essais en colonne au laboratoire ne sont pas normalisés et peuvent donc être adaptés selon les objectifs visés. Ces essais sont utilisés depuis le début des années 1990 à partir des travaux

de Marchant et Lawrence (1991) dans le rapport NEDEM 1.16.1b. Les essais en colonne peuvent être réalisés à divers degrés de complexité technique, entre la simple déposition des stériles sur une plaque perforée surmontée d'un géotextile, jusqu'à la mise en place d'une céramique poreuse en pied de colonne, permettant de contrôler le niveau phréatique dans la colonne. Les essais en colonne peuvent être utilisés pour simuler des scénarios de restauration, tels que l'ennoiement (Awoh, 2012), les recouvrements monocouches avec ou sans nappe surélevée ou les couvertures avec effets de barrière capillaire (Aachib *et al.*, 2004; Aubertin *et al.*, 2006; Demers *et al.*, 2008; 2009a; 2009b; Ouangrawa *et al.*, 2009). Malgré le fait que les essais en colonne ne soient pas normés, il a été démontré que leurs résultats sont reproductibles lorsque la mise en place des matériaux est identique (Demers *et al.*, 2011a). Comme pour les essais en cellule humide, les essais en colonne soumettent les matériaux à des cycles successifs de lixiviation avec de l'eau déionisée, en utilisant des volumes variables en fonction des objectifs de l'étude. Ainsi, il peut être choisi de saturer complètement les matériaux ou d'arroser partiellement en fonction, par exemple, de la pluviométrie voulant être simulée.

Comme en cellules humides, le choix et la fréquence des paramètres géochimiques mesurés sur les lixiviats générés sont modulés en fonction des objectifs visés. Les colonnes peuvent également être instrumentées de sondes de teneur en eau et de succion. On peut également y installer des ports de prélèvement de l'eau ou des gaz interstitiels. Enfin, on peut réaliser des essais de consommation d'oxygène (e.g. Mbonimpa *et al.*, 2003; 2011) ou de CO₂ (Awoh *et al.*, 2013), afin d'évaluer la réactivité des rejets miniers vis-à-vis ces gaz en calculant les flux de gaz consommés. Les mesures de consommation d'oxygène peuvent être utilisées pour comparer l'efficacité de certaines méthodes de restauration visant à limiter la génération de DMA (Demers *et al.*, 2008; 2009b).

Dans les essais en colonne, les rejets de concentrateur sont installés à leur teneur en eau/porosité (ou prévues). Généralement, les colonnes utilisées sont de l'ordre de 14 cm de diamètre et d'une hauteur de 30 cm de rejets, et sont suffisantes pour étudier leur comportement géochimique. Les rejets sont soumis à des lixiviations mensuelles avec environ 2 l d'eau déionisée et sont laissés à l'air libre entre celles-ci. Pour étudier le comportement géochimique de stériles en colonne, il est nécessaire d'utiliser une fraction tamisée. Règle générale, il est souhaitable que les particules soient tamisées à 1/6 du diamètre de la colonne utilisée, afin d'éviter le développement de zones d'écoulements préférentiels. Ainsi, l'utilisation de colonnes de 14 cm de diamètre nécessite un échantillon tamisé à <2,3 cm, alors que l'utilisation de colonnes de 30 cm nécessite un échantillon tamisé à <5 cm. Les colonnes de 30 cm sont à favoriser lorsqu'on a accès à suffisamment de matériel, mais on privilégie les colonnes de 14 cm lorsque l'échantillon provient de carottes de forage. Les stériles peuvent être soumis à des arrosages variés, entre l'ennoiement total et l'arrosage partiel des surfaces, suivant la pluviométrie visée. Comme le drainage des stériles est rapide, la fréquence des lixiviations peut être plus élevée que pour les rejets de concentrateur. La durée des essais en colonne varie généralement entre 1 et 2 ans.

Généralement, les essais en colonne permettent l'établissement de conditions géochimiques plus proches de celles de terrain (Villeneuve, 2004; Villeneuve *et al.*, 2009), grâce entre autres à des rapports liquides/solides plus faibles qu'en cellule humide et plus près de ceux trouvés *in*

situ. La lixiviation des colonnes peut être faite en submergeant complètement les rejets d'eau ou en arrosant les matériaux sans atteindre la saturation, tout dépendant des objectifs de l'étude. S'il est important de retirer tous les produits d'oxydation de la colonne, on optera pour une submersion complète. Dans ce cas, les conditions géochimiques seront similaires aux cellules humides, en ce sens que les produits d'oxydation seront majoritairement retirés de la colonne et que la précipitation de minéraux secondaires sera minimisée. À l'inverse, on optera pour un mouillage partiel des matériaux (par exemple, selon la pluviométrie du site) lorsqu'on veut s'approcher des conditions du terrain, en permettant l'accumulation de produits d'oxydation dans la colonne, ce qui favorise davantage la précipitation de minéraux secondaires. Cette dernière méthode permet d'obtenir des qualités de l'eau plus proches du terrain, mais ne permet pas le calcul des taux de réaction, puisque les produits d'oxydation ne sont pas autant retirés de la colonne que lors des submersions.

6.4 Essais en colonnes in situ

Les essais en colonnes *in situ* sont constitués de rejets de concentrateur ou de stériles exposés aux conditions météorologiques directement sur le site minier. Typiquement, ces essais sont montés dans des barils de 180 l (40 gallons) au fond desquels un dispositif de collecte des lixiviats est installé (p. ex. : couche de sable inerte surmontée d'un géotextile et installation d'une valve de collecte des lixiviats). Dans ces cas, la taille des particules est de moins de 5 cm (toujours suivre la règle du 1/6 du diamètre du récipient; voir essais en colonne de laboratoire). Il est également possible de superposer 2 barils afin de simuler, par exemple, le comportement géochimique d'une succession de 2 couches de stériles provenant de lithologies différentes (Celedonio, 2010; Hirsche, 2012). Les matériaux sous soumis à des lixiviations au gré des précipitations : ils peuvent également être soumis à des arrosages planifiés utilisant de l'eau de pluie récoltée sur le site, ou encore de l'eau déionisée, dépendamment des objectifs de l'essai. Ces essais peuvent être réalisés sur une période couvrant plusieurs années, en analysant les paramètres géochimiques de façon régulière ou plus ponctuelle.

6.5 Parcelles (cellules) expérimentales de terrain

Les parcelles expérimentales de terrain, aussi appelées cellules de terrain, sont des essais cinétiques à plus grande échelle pouvant être construits *in situ*, afin d'étudier le comportement géochimique de rejets miniers dans des conditions le plus près possible des conditions d'entreposage. Les parcelles de terrain consistent en un amas de rejets de concentrateur ou de stériles sur une enceinte étanche munie d'un drain permettant de récolter les eaux de drainage. Ces parcelles sont généralement de l'ordre de quelques dizaines de mètres carrés et peuvent contenir plusieurs dizaines à plusieurs centaines de tonnes de matériel. Les rejets de concentrateur sont déposés dans les parcelles de la même façon que la déposition à grande échelle, par pompage lorsque la teneur en eau est suffisamment élevée pour le permettre, sinon par déposition mécanique lorsque les rejets sont épaissis. Il est pertinent de tamiser les stériles, afin de contraindre la taille des particules à une fraction plus fine par exclusion des blocs trop volumineux, par exemple en utilisant la fraction < 50 cm (Pepin *et al.*, 2008; Bussière *et al.*, 2011). Comme les colonnes *in situ*, ces essais peuvent être réalisés sur une période couvrant plusieurs années, en analysant les paramètres géochimiques de façon régulière ou plus ponctuelle.

6.6 Interprétation des essais cinétiques

Les essais cinétiques, qui sont généralement utilisés pour trancher sur le PGA d'un échantillon lorsque les résultats des tests statiques sont incertains, ont aussi certaines limites. En effet, des travaux antérieurs ont montré qu'un même échantillon soumis à un test cinétique en colonne et en cellule humide a donné des résultats contradictoires de prédiction du PGA. Benzaazoua *et al.* (2008) ont noté une inhibition de la réactivité de l'échantillon soumis au test cinétique en cellule humide. Les lixiviats récupérés sont demeurés à un pH neutre tout au long du test (52 cycles hebdomadaires de rinçage). Cependant, Demers *et al.* (2008), pour le même échantillon soumis à un essai cinétique en colonne, notent que les lixiviats montrent un pH acide après 380 jours d'essai (10 cycles mensuels de rinçage).

Par ailleurs, certains auteurs démontrent que l'essai cinétique en cellule humide peut être fortement influencé par les cycles d'air sec et d'air humide, ce qui influence fortement la réactivité de l'échantillon (Frostad *et al.*, 2002; Bowell *et al.*, 2006). D'autres auteurs ont noté une réactivité différente pour deux duplicatas soumis à l'essai en cellule humide en comparant les taux de production de sulfates, qui représentent la réactivité des échantillons via l'oxydation des sulfures (Bowell *et al.*, 2006; Sapsford *et al.*, 2009). Les auteurs concluent que cette différence de réactivité est liée à un séchage de l'échantillon suite à un flux d'air excessif à l'intérieur d'une des cellules humides, le privant ainsi de l'humidité nécessaire à soutenir les réactions d'oxydation. Par ailleurs, l'effet du degré de saturation en eau des rejets miniers (teneur en eau) sur leur réactivité a été démontré par calcul du coefficient de réactivité (K_r) à différentes teneurs en eau (Gosselin, 2007; Gosselin *et al.*, 2007; Demers *et al.*, 2009a,b; Hamdi, 2011), en utilisant l'essai de consommation d'oxygène développé par Elberling *et al.* (1994, 1996). Les rejets sont plus réactifs pour une saturation comprise entre 20 et 80 %, 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 %. Une forte saturation (> 80 %) des rejets miniers réduit la disponibilité en oxygène nécessaire aux réactions d'oxydation des sulfures (Hornberger et Brady, 1998; Mbonimpa *et al.*, 2003; Ouangrawa *et al.*, 2009), alors qu'un degré de saturation très bas (< 20 %) réduit la disponibilité en eau, également nécessaire aux réactions d'oxydation/neutralisation (Godbout *et al.*, 2010).

Il est donc impératif de s'assurer d'une saturation optimale des rejets miniers durant les essais cinétiques, afin d'en tirer le maximum de réponses géochimiques pertinentes. Bouzahzah (2013) suggère une modification à l'essai en cellule humide (aussi dans Bouzahzah *et al.*, 2014a), permettant de maintenir le degré de saturation de rejets de concentrateur à environ 50 % par l'ajout d'une sonde de teneur en eau volumique au matériel commandant l'humidification du matériel de façon automatisée pendant les cycles humides. Une modification similaire est également proposée par Bouzahzah *et al.* (2014a) pour les essais en mini-cellules d'altération.

Les cellules humides ont été développées afin d'estimer les taux de génération d'acide et les taux de neutralisation, dans le but de les comparer pour savoir si le matériel serait générateur d'acide à long terme. Plusieurs méthodes sont disponibles afin de déduire les taux de réaction (voir *tableau 4* pour une comparaison). Cependant, ces essais n'ont pas été conçus pour estimer la qualité de l'eau, même si, dans la pratique, plusieurs se servent des essais cinétiques

pour en avoir une idée. S'il est vrai que les essais cinétiques permettent d'avoir une idée des constituants des eaux de drainage, les concentrations obtenues en laboratoire tendent à être inférieures à celles du terrain. Cela est particulièrement vrai dans le cas des matériaux faiblement réactifs étudiés en cellule humide et en mini-cellule d'altération (Bussière *et al.*, 2011; Plante *et al.*, 2011a). Qui plus est, même si les matériaux générant de l'acide permettent d'obtenir des qualités de l'eau dont la composition permet d'anticiper celles qui seront rencontrées *in situ*, il a été démontré que celles des matériaux faiblement réactifs et non générateurs de DMA obtenues en cellule humide peuvent différer de plusieurs ordres de grandeur en concentrations (Bussière *et al.*, 2011; Plante, 2012). Afin d'avoir une meilleure prédiction des qualités de l'eau, il est préférable d'utiliser des essais dont les conditions hydrogéochimiques sont plus près de celles du terrain, comme les essais en colonne de laboratoire et *in situ* ainsi que les parcelles de terrain.

En effet, des stériles générateurs de DNC ont généré des concentrations en nickel de moins de 0,01 mg/l dans les lixiviats en cellule humide, alors que les mêmes stériles génèrent des concentrations en nickel supérieures à 1 mg/l *in situ*, et ce, après quelques décennies d'exposition aux conditions environnementales et non pour des stériles frais (Bussière *et al.*, 2011; Plante, 2012). Il a par ailleurs été démontré que ce délai avant la génération de DNC *in situ* est causé par des phénomènes de sorption en surface des stériles. Les capacités de sorption se saturent graduellement avec l'altération des stériles, provoquant une augmentation (proviennent les métaux dans les eaux de drainage) se poursuit après l'atteinte graduelle des capacités de sorption (Plante *et al.*, 2010, 2011; Bussière *et al.*, 2011). Dans certains cas, les principaux minéraux neutralisants sont les plagioclases, ainsi que le chlorite et les micas. Bien que la capacité de sorption dépende des conditions géochimiques qui prévalent, les phyllosilicates et les argiles sont reconnues comme ayant de grandes capacités de sorption.

Ces résultats mettent en lumière l'importance de tels phénomènes de sorption en DNC : ils illustrent également certaines limites des essais cinétiques de laboratoire à prédire des qualités de l'eau. Afin de prédire les qualités de l'eau avec plus de justesse, il est impératif de développer des approches de prédiction permettant de tenir compte d'éventuels phénomènes de sorption dans les rejets miniers. De telles approches sont présentement en développement dans le cadre des travaux de l'IRME-URSTM-UQAT. Par exemple, il est possible d'artificiallement saturer les sites de sorption, soit au laboratoire (Plante *et al.*, 2011b) soit sur le terrain (Demers *et al.*, 2011b), ou encore d'utiliser des agents chélateurs afin d'inhiber la sorption (Plante *et al.*, 2013). La prédiction du DNC en est donc toujours à l'étape de la recherche et, par conséquent, les outils développés ne sont pas encore disponibles pour une utilisation généralisée.

La prédiction de la génération de DMA est effectuée en comparant les taux de réaction des minéraux générateurs d'acide et des minéraux neutralisants, généralement en s'intéressant aux produits de ces réactions. Les travaux de Villeneuve (2004) et de Villeneuve *et al.*, (2009) présentent en détail les différentes méthodes disponibles pour ce faire, telles que la méthode des épaissements minéralogiques, la méthode de White et Jeffers (1994), prescrite par la norme ASTM de la cellule humide, ou la méthode des courbes d'oxydation/neutralisation proposée par

Benzaazoua *et al.* (2004). Le *tableau 4* les décrit succinctement. Nous recommandons l'utilisation de la méthode de Benzaazoua *et al.* (2004) pour la prédiction du DMA.

Tableau 4 : Comparaison des méthodes d'interprétation des essais cinétiques pour la prédiction du DMA

Méthode	Commentaires	Équations
White et Jeffers (1994)	<ul style="list-style-type: none"> • Comparaison du temps d'épuisement du PA et du PN • Proposé pour la cellule humide mais applicable à d'autres essais 	<ul style="list-style-type: none"> • temps PA = [sulfures]/R_{SO₄} • temps PN = PN/R_{Ca+Mg} où : • temps PA et PN : temps d'épuisement du PA et du PN • [sulfures]=conc. sulfures • R_{SO₄} et R_{Ca+Mg} : taux de génération de sulfate et de Ca+Mg
Benzaazoua <i>et al.</i> (2004) (pour tous les essais cinétiques)	<ul style="list-style-type: none"> • Comparaison graphique des charges cumulatives extraites des essais cinétiques • Utilisation de SO₄ comme marqueur de l'oxydation des sulfures et de Ca, Mg et Mn comme marqueurs des minéraux neutralisants (à adapter en fonction de la minéralogie) 	Graphique de Ca+Mg+Mn en fonction de SO ₄ cumulés et normalisés par rapport à la masse initiale
Épuisements minéralogiques (Villeneuve <i>et al.</i> , 2009; à partir de Paktunc, 1999)	<ul style="list-style-type: none"> • Comparaison entre les épuisements du PN et PA minéralogiques en essais cinétiques par utilisation de traceurs des différents minéraux générateurs d'acide et neutralisants 	Équations de la méthode minéralogique de Paktunc (<i>Tableau A2 en annexe</i>)

6.7 Recommandation sur l'utilisation des essais cinétiques

L'expérience acquise en prédiction du comportement géochimique des rejets miniers à l'intérieur de l'équipe de l'IRME-URSTM-UQAT nous permet de formuler des recommandations quant à l'utilisation des essais cinétiques.

6.7.1 Recommandations générales

- Le choix d'un essai cinétique doit se faire en fonction des objectifs de l'étude :
 - Lorsque l'objectif est de prédire la génération de DMA à partir de la comparaison des taux de génération et de neutralisation d'acide, on peut choisir les essais à petite échelle de laboratoire, soit la mini-cellule d'altération ou la cellule humide. Il peut cependant être pertinent de valider les résultats obtenus à ces petites échelles (ces résultats devraient être confirmés) par des essais à plus grande échelle;
 - Si l'objectif est de prédire les qualités de l'eau avec le plus de précision possible, des essais à plus grande échelle sont à privilégier, soit en colonne de laboratoire ou *in situ*, ou encore des parcelles expérimentales de terrain.
- Le choix d'un essai cinétique doit également être fait à partir de la quantité de matériaux disponibles :

- Pour les projets miniers en développement, où la quantité de matériel est restreinte à des échantillons de carottes d'exploration ou d'essais pilotes de faibles volumes, privilégier des essais à petite échelle. Voir à cet effet les recommandations sur les différentes phases d'échantillonnage et de caractérisation.
 - Cependant, il est recommandé de profiter d'échantillonnages de terrain à grandes échelles (en vrac ou en tranchée) en vue d'essais pilotes de traitement de minerais, ou encore de la construction d'une rampe d'exploration, pour prélever un plus grand volume de matériel en vue des essais de prédiction (particulièrement pour les roches stériles).
- Pour les mines en opération, le volume de rejets disponibles n'est pas une contrainte et les essais cinétiques de plus grande échelle devraient être privilégiés :
 - Il est recommandé de mettre en place des parcelles expérimentales de terrain dès la mise en production afin de disposer d'un essai cinétique de grande échelle qui pourra être suivi en détails tout au long de l'exploitation.
 - Il est également recommandé de tester divers scénarios de restauration à l'échelle de parcelles expérimentales de terrain.
- Pour les mines en opération depuis plusieurs années, ou encore pour les mines fermées, la disponibilité de rejets ayant déjà été exposés aux conditions environnementales permet d'en échantillonner pour caractérisations détaillées des effets de l'altération, et possiblement pour les soumettre aux essais cinétiques, et ainsi se propulser plus loin dans la prédiction à long terme.
- Pour les essais cinétiques non normés (tous sauf l'essai en cellule d'humidité), il est recommandé de choisir la fréquence et le volume des rinçages selon les objectifs du projet.
 - Pour simuler les précipitations sur le terrain et favoriser la précipitation de minéraux secondaires, utiliser un volume de rinçage correspondant à la pluviométrie moyenne sur le site minier.
 - Pour favoriser la lixiviation de tous les produits de réaction et minimiser les chances de précipitations secondaires, utiliser un volume de rinçage permettant de combler tous les vides, et remplir d'eau par la base, si possible.
 - Une combinaison des deux peut également être utilisée.

6.7.2 Recommandations relatives à la prédiction du DMA

- Les essais cinétiques à petite échelle au laboratoire, tels que la mini-cellule d'altération et la cellule humide, peuvent permettre de prédire la génération de DMA à long terme. Pour cela, il peut être nécessaire d'exercer un contrôle sur la teneur en eau dans les matériaux afin d'assurer que le matériel ne soit pas trop sec ou trop humide durant la majeure partie des cycles (Bouzahzah, 2013; Bouzahzah *et al.*, 2013, 2014a, b).
- Les essais cinétiques en colonne de laboratoire et *in situ* permettent de mieux prédire les qualités de l'eau à anticiper à l'échelle réelle des empilements de rejets, grâce à l'utilisation de rapports liquide/solide plus réalistes (Plante *et al.*, 2014).
- La prédiction de la génération de DMA à long terme devrait être faite avec la méthode des courbes d'oxydation/neutralisation (Benzaazoua *et al.*, 2004; Villeneuve *et al.*, 2009), en tenant compte des marqueurs associés aux minéraux neutralisants disponibles (p. ex. : la

somme de Ca, Mg et Mn lorsque la neutralisation est essentiellement fournie par les carbonates).

6.7.3 Recommandations relatives à la prédiction du DNC

- En prédiction du DNC, on s'intéresse principalement aux qualités de l'eau. Il est donc primordial de privilégier des essais cinétiques à plus grande échelle, tels que les colonnes de laboratoire et *in situ*, de même que des parcelles expérimentales *in situ*.
- Il est également essentiel de vérifier le potentiel de sorption des métaux des rejets miniers, par l'utilisation de tests parmi les suivants :
 - Essais de sorption en *batch*;
 - Essais de sorption en colonne percolée;
 - Caractérisation des phases sorbées par l'utilisation d'extractions séquentielles;
 - Vérification de la stabilité des phases sorbées en soumettant un matériel dont les capacités de sorption ont été saturées à des essais cinétiques.
- L'étude de rejets ayant déjà subi de l'altération suite à l'exposition aux conditions environnementales devrait également être envisagée pour les mines en opération.
 - Comparaison des capacités de sorption entre le matériel fraîchement produit et le matériel altéré;
 - Essais cinétiques sur le matériel altéré.

7. Essais d'extraction

Les essais d'extraction sont des essais permettant d'extraire les constituantes lixiviables dans les conditions auxquelles on soumet les échantillons. Généralement, ces essais consistent à exposer l'échantillon à un liquide d'extraction durant un certain temps (quelques secondes à quelques jours, avec ou sans agitation), puis à analyser les espèces chimiques extraites du solide. L'échantillon peut être sous forme de poudre, ou encore être directement la paroi d'une galerie de mine ou d'une fosse à ciel ouvert, alors que le liquide d'extraction peut être de l'eau déionisée ou une solution contenant différents agents d'extraction (généralement différents acides).

Les essais d'extraction les plus souvent utilisés avec du matériel géologique (minerai, stériles, rejets de concentrateur) sont les essais TCLP et SPLP (méthodes EPA 1311 et 1312; USEPA, 1996), le CTEU-9 (CEAEQ, 2012), le MWMP (*Meteoritic Water Mobility Procedure; Nevada Mining Association, 1996*) et le *Special Waste Extraction Procedure (SWEP) (Province of British Columbia, 1992)*. On note aussi l'utilisation d'un essai d'extraction *in situ*, le *Field Leach Test (FLT)* depuis le début des années 2000 (Hagerman et Briggs, 2000). La méthode d'analyse du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CAEQ) regroupe le TCLP, le SPLP et le CTEU-9 dans la méthode MA.100-Lix.com 1.1 (CEAEQ, 2012). Le *tableau 5* compare les principales caractéristiques de ces essais.

7.1 TCLP et SPLP

Les essais d'extraction TCLP et SPLP ont été développés par la *US Environmental Protection Agency (USEPA)*, afin d'évaluer la mobilité de certains constituants dans le contexte des sites d'enfouissements municipaux (TCLP) ou dans les autres types de sites d'enfouissement (SPLP).

Le liquide d'extraction du TCLP est un tampon d'acide acétique, alors que celui du SPLP est une solution diluée d'acides nitrique et sulfurique imitant les pluies acides. L'échantillon de 20 à 40 g est soumis à un culbutage durant 18 h, selon un rapport liquide/solide de 20:1. Ces méthodes n'ont pas été développées spécifiquement pour le domaine minier, mais sont malgré tout largement utilisées et, entre autres, le TCLP est utilisé au Québec afin d'évaluer si un résidu industriel est considéré comme une matière lixiviable selon l'article 3 du *Règlement sur les matières dangereuses* et pour déterminer si un résidu minier est considéré comme lixiviable au sens de la *Directive 019*.

Tableau 5 : Comparaison de quelques essais d'extraction

	TCLP*	SPLP*	CTEU-9*	MWMP	FLT	SWEP modifié
Dispositif expérimental	Brassage d'une bouteille fermée par culbutage	Brassage d'une bouteille fermée par culbutage	Brassage d'une bouteille fermée par culbutage	Lixiviation dans une colonne, 15 cm de diamètre	Brassage manuel d'une bouteille fermée	Brassage d'une bouteille fermée sur agitateur rotatif
Type de liquide d'extraction	1) Tampon d'acide acétique pH 4,93 2) Solution d'acide acétique pH 2,88	Acides sulfurique et nitrique dilués, pH 4,20	Eau déionisée au pH ajusté à 7,0	Eau déionisée, pH ajusté à celui des eaux de pluie prévues	Eau déionisée	Eau distillée ou acide chlorhydrique (HCl) 0,1 N
Taille des particules	< 9,5 mm	< 9,5 mm	< 150 µm (100 Mesh)	< 5 cm	< 2 mm (10 Mesh)	< 9,5 mm
Masse d'échantillon	20-40 g	>20 g	> 40 g	> 5 kg	50 g	50 g
Volume de liquide	400-800 ml	> 400 ml	160 ml	> 5000 ml	1 l	150 ml
Temps d'extraction	18 h	18 h	7 jours	24 h	5 minutes de brassage, 10 minutes de décantation	24 h
Rapport liquide:solide	20:1	20:1	4:1	1:1	20:1	3:1

*Selon la méthode MA.100-Lix.com 1.1 du CEAEQ

7.2 CTEU-9

Les essais d'extraction CTEU-9 sont utilisés au Québec pour déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviées par un échantillon d'au moins 40 g en contact avec l'eau ajustée à pH 7 par culbutage durant 7 jours, afin d'évaluer les possibilités de valorisation des résidus industriels non dangereux et de gestion des matières résiduelles traitées par stabilisation/solidification. Ces essais sont souvent utilisés dans le domaine minier afin de comparer la mobilité de certaines espèces chimiques à l'eau par rapport aux essais TCLP et SPLP.

7.3 MWMP

Le MWMP (*Meteoritic Water Mobility Procedure*) a été développé au Nevada afin d'évaluer le pH de drainage et la mobilité de certains constituants des échantillons miniers dans de l'eau

ajustée au pH des pluies auxquelles les échantillons seront exposés (dans la méthode originale, le pH des pluies au Nevada). L'échantillon d'au moins 5 kg est soumis à une lixiviation d'au moins 5 l durant 24 heures, pour un rapport liquide/solide de 1:1, dans une colonne de 15 cm de diamètre. La méthode est adaptée aux échantillons grossiers (minerais et stériles) et n'est pas idéale dans le cas des échantillons fins tels que les argiles et les rejets de concentrateur.

7.4 FLT

Le FLT (*Field Leaching Test*; Hageman et Briggs, 2000) est un essai développé par l'USGS pour évaluer les constituants facilement solubles d'un rejet minier. L'échantillon de 50 g est manuellement agité dans 1 l d'eau déionisée (rapport liquide/solide de 20:1), suivi de 10 minutes de décantation. Cet essai est peu utilisé, entre autres parce que sa durée n'est pas suffisamment longue pour permettre l'établissement d'équilibres chimiques. Cependant, il donne des résultats comparables au SPLP (Hageman et Briggs, 2000) et est considéré comme un bon outil pour avoir rapidement une idée des espèces lixiviables (Al-Abed *et al.*, 2006).

7.5 SWEP

Le SWEP (*Special Waste Extraction Procedure*; Province of British-Columbia, 1992) a été développé en Colombie-Britannique pour une utilisation dans le contexte des rejets spéciaux (*special wastes*) et non pour l'industrie minière. Cependant, il est pratique courante en Colombie-Britannique d'utiliser une version modifiée de cet outil pour son application dans l'industrie minière, afin d'estimer la mobilité d'espèces chimiques d'échantillons miniers (Price, 1997; Price *et al.*, 1997). Il consiste à soumettre 50 g d'échantillon à 150 ml d'eau distillée ou de HCl à 0,1 N (rapport liquide/solide de 3:1) sur un agitateur rotatif durant 24 heures.

7.6 Pertinence des essais d'extraction

Les essais d'extraction permettent d'avoir un estimé du pH généré par des rejets et des espèces chimiques solubles dans les conditions respectives des essais utilisés. Comme les essais se déroulent sur une période relativement courte (entre quelques minutes et 7 jours) et en conditions saturées, où l'oxydation des minéraux sulfureux est négligeable (ou très lente), la cinétique de réaction des minéraux est très peu prise en compte. Ces résultats donnent donc un instantané des constituantes solubles au moment de l'échantillonnage. De ce fait, il peut être risqué d'utiliser les essais d'extraction afin d'estimer les constituants solubles à plus long terme pour des échantillons miniers réactifs. De plus, le rapport liquide/solide élevé de ces essais (jusqu'à 20:1, voir *tableau 5*) peut entraîner des dilutions importantes des concentrations des espèces chimiques par rapport aux conditions *in situ*, faisant en sorte qu'il peut être risqué de prédire les qualités de l'eau de drainage à partir d'essais d'extraction.

Certains auteurs ont noté que l'essai TCLP, par son utilisation d'un tampon d'acide acétique, avait tendance à exagérer la lixiviation de plusieurs métaux pour les matériaux miniers dont le pH de drainage n'est pas aussi acide que les conditions de cet essai (Margui *et al.*, 2004). En outre, il a été démontré que l'essai TCLP exagère la dissolution du plomb, dont la solubilité est grandement accrue en présence de l'ion acétate (Hooper *et al.*, 1998; Lappako, 2002; Ghosh *et al.*, 2004; Al-Abed *et al.*, 2006).

Au contraire, il a été démontré que les conditions du TCLP ont tendance à sous-estimer la lixiviation des métaux formant des oxyanions tels que l'arsenic, l'antimoine ou le molybdène (Hooper *et al.*, 1998; Ghosh *et al.*, 2004). Entre autres, il a été démontré que la présence d'oxygène dans le système d'extraction, soit dissoute ou dans l'espace restant dans les bouteilles d'extraction, favorise la précipitation d'oxyhydroxydes de fer, dont le potentiel de sorption de l'arsenic induit la rétention de l'arsenic sur sa surface et, donc, une sous-estimation de sa lixivabilité (Jong et Parry, 2005). À l'inverse, l'absence d'oxygène dans le système d'extraction TCLP favorise l'établissement de conditions réductrices pouvant induire la dissolution d'oxyhydroxydes de fer et des métaux γ étant associés, ce qui peut exagérer la lixiviation des métaux par rapport aux conditions *in situ* (Al-Abed *et al.*, 2006).

Peu d'auteurs se sont penchés sur la pertinence des essais d'extraction dans un contexte d'échantillons géologiques. Les études trouvées portent surtout sur la comparaison des essais de lixiviation entre eux plutôt que sur leur efficacité à prédire la qualité des eaux de drainage. Par exemple, il a été démontré que le FLT donne des résultats similaires au SPLP pour des stériles (Hageman et Briggs, 2000), alors que le TCLP génère des concentrations significativement plus élevées que le FLT pour la plupart des métaux (Hageman *et al.*, 2005). Il a également été démontré que le TCLP génère des concentrations significativement plus élevées que des essais en colonne lixiviée sur des rejets miniers (Al-Abed *et al.*, 2008).

7.7 Recommandations quant à l'utilisation des essais d'extraction

En regard de ce qui a été présenté sur les essais d'extraction, on considère que ces derniers permettent d'avoir un portrait des espèces chimiques solubles dans les conditions de l'essai utilisé, dans l'état actuel de l'échantillon soumis à l'essai. Cela étant dit, on propose les recommandations suivantes quant aux essais d'extraction :

- Les essais d'extraction ne devraient pas être utilisés seuls comme outils de décision quant à l'entreposage de rejets miniers et de minerais;
- Les essais d'extraction ne devraient pas être utilisés pour estimer la lixivabilité à long terme de rejets miniers réactifs, mais seulement pour estimer la lixivabilité à court terme et dans des conditions similaires à celles des essais;
- Les essais de lixiviation devraient être utilisés en complément des essais statiques et des caractérisations chimiques et minéralogiques, afin d'avoir une idée des espèces chimiques à surveiller dans les eaux de drainage, autant dans les essais cinétiques qu'à l'échelle des aires d'entreposage des rejets;
- Les résultats des essais de lixiviation devraient, comme les essais statiques de prédiction, être interprétés avec le maximum de connaissances sur la composition minéralogique de l'échantillon et en fonction des conditions de l'essai utilisé.

8. Approche de caractérisation recommandée

Les informations colligées ici nous amènent à proposer une nouvelle approche de caractérisation des rejets miniers et des minerais, tenant compte de l'ensemble des connaissances regroupées et des recommandations formulées dans le présent document. Cette approche de

caractérisation est présentée à la *figure 6*, où chacune des étapes présentées fait référence à l'un des chapitres du présent document.

En phase 1, des méthodes de caractérisation peu coûteuses sont utilisées sur un plus grand nombre d'échantillons, sur chaque lithologie, qui sont ainsi caractérisées et redéfinies, au besoin. En phase 2, des caractérisations plus détaillées (et plus coûteuses) sont réalisées sur un nombre plus restreint d'échantillons afin de prédire le potentiel de génération de drainage minier acide ou d'autres types de contamination, ainsi que d'identifier les termes sources. En phase 3, les essais cinétiques viennent vérifier les conclusions de la phase 2 ou apporter des réponses aux questions laissées en suspens par la phase 2.

On remarque, à la *figure 6*, que les essais cinétiques sont suggérés à la phase 3. Cependant, il est recommandé de les démarrer le plus tôt possible dans le processus, lorsque cela est possible.

En suivant les étapes de ce diagramme, l'utilisateur s'assure de respecter les propositions énoncées dans le présent document. Cette approche peut être appliquée à tout moment dans le processus de développement d'une exploitation minière, le plus tôt étant le mieux.

9. Dernières remarques

Ce rapport répond au mandat d'établir l'état de l'art à propos de la caractérisation des minerais et des rejets miniers en vue de la prédiction de leur comportement géochimique et de leur potentiel de génération de drainage contaminé. Il se base sur la littérature disponible et sur les travaux réalisés au cours des dernières années par l'équipe de l'IRME-URSTM-UQAT.

Le volet microbiologique n'a pas été détaillé dans le cadre de ce rapport. En effet, les taux de réaction mesurés dans les différents essais cinétiques incluent les différents modes d'oxydation des minéraux sulfureux, incluant les voies microbiologiques directes et indirectes, sans toutefois discriminer les proportions de la réactivité attribuables à chacune des voies d'oxydation. Bien que la flore bactérienne puisse être identifiée et dénombrée dans les échantillons géologiques, cette information n'est pas essentielle à la caractérisation environnementale des rejets miniers et des minerais en vue d'en prédire le potentiel polluant. Cette approche est également préconisée dans les essais cinétiques normés (ASTM, 1998; NEDEM, 1991). Pour de plus amples informations quant au volet microbiologique dans les rejets miniers et minerais, le lecteur intéressé pourra consulter, entre autres, les travaux de Blowes et al. (1996, 1998, 2003), Das et Mishra (1996), Elberling et al. (2000), Marchand et Silverstein (2002), Nordstrom et Southam (1997), Schrenk et al. (1998) et Zagury et al. (1994, 1997).

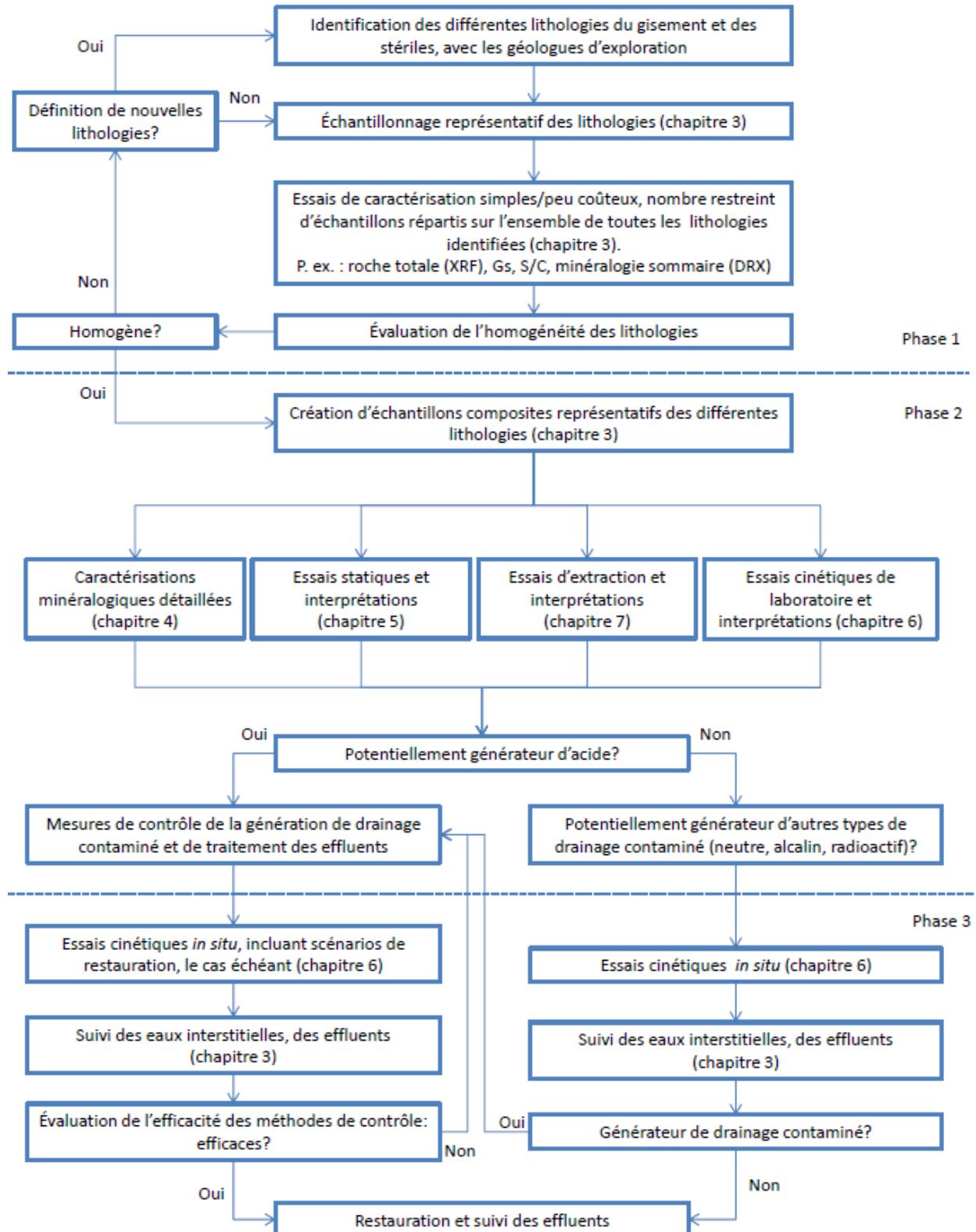


Figure 6 : Diagramme de caractérisation de rejets miniers

Les informations colligées dans le présent rapport culminent en plusieurs recommandations de l'IRME-URSTM-UQAT, résumées à la fin de chaque chapitre. De plus, l'IRME-URSTM-UQAT propose une approche de caractérisation afin de prédire le potentiel de génération de contaminants dans le drainage minier.

La philosophie derrière l'approche de caractérisation proposée est de disposer du maximum d'informations environnementales possibles le plus en amont possible dans le développement d'un projet minier, afin d'avoir à réagir à une problématique de drainage contaminé plutôt que d'agir en prévision de cette problématique. L'IRME-URSTM-UQAT est d'avis que l'approche proposée maximise les chances de succès en prédiction du drainage contaminé.

Cependant, certaines dispositions sont laissées ouvertes et à la discrétion du MDDELCC. Parmi celles-ci, mentionnons les exigences exactes quant au nombre d'échantillons à étudier et les critères statistiques à privilégier pour démontrer la représentativité d'échantillons.

Afin de répondre à ces dispositions toujours ouvertes, l'IRME-URSTM-UQAT propose de créer un groupe de réflexion sur le sujet, composé de représentants du MDDELCC, de l'IRME-URSTM-UQAT, de l'industrie minière et des consultants. Cette formule permettrait de faire un état des meilleurs pratiques actuelles et souhaitables afin d'aider le MDDELCC à définir les dispositions exactes de son guide de caractérisation.

Benoît Plante

Bruno Bussière, ing.

Hassan Bouzahzah

Mostafa Benzaazoua

Isabelle Demers, ing.

El-Hadji Babacar Kandji

10. Références

- Aachib, M., Mbonimpa, M., 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, 163-193.
- Abraitis, P.K., Patrick, R.A.D., Vaughan, D.J., 2004. Variations in the compositional, textural and electrical properties of natural pyrite: A review. *International Journal of Mineral Processing* 74, 41-59.
- Adam, K., Kourtis, A., Gazea, B., Kontopoulos, A., (1997). Evaluation of static tests used to predict the potential for acid drainage generation at sulfide mine sites. *Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, section A, mining industry*, 106, A1-A8.
- Al-Abed, S. R., Hageman, P. L., Jegadeesan, G., Madhavan, N., & Allen, D. (2006). Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste. *The Science of the total environment*, 364(1-3), 14–23. doi:10.1016/j.scitotenv.2005.10.02
- Al-Abed, S.R., Jegadeesan, G., Purandare, J., Allen, D., 2008. Leaching behavior of mineral processing waste: Comparison of batch and column investigations. *Journal of Hazardous Materials* 153, 1088-1092.
- Alpers CN, Nordstrom DN (1990). *Stoichiometry of mineral reactions from mass balance computations of acid mine waters, Iron Mountain, California*. In: Gadsby JW, Malick JA, Day SJ (eds) *Acid mine drainage – designing for closure*. Geological Association of Canada/Mineralogical Association of Canada joint meeting, Vancouver, BiTech Publishers, Vancouver, pp 23–33
- Amos, R.T., Bailey, B.L., Chi, X., Stanton, A.L., Smith, L.J.D., Blowes David, W., Segó, D.C., Smith, L., Stasna, M., 2011. The Diavik waste rock research project: geochemistry, scale-up and gas transport, *Symposium on mines and the environment*, Rouyn-Noranda, Québec, Canada.
- Appelo, C.A.J. et Postma, D. 1996. *Geochemistry, groundwater and pollution*. Balmekamp Publishers, Rotterdam, Netherlands, 536p.
- ASTM. (1998). D5744-96, Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using Modified Humidity Cell. *Annual Book of ASTM Standards*.11.04: 259-271. ASTM. (2007). D5744-07, Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using a Humidity Cell. *Annual Book of ASTM Standards*.
- Aubertin, M., Bussière, B. and Bernier, L. (2002). *Environnement et gestion des résidus miniers*. Presses Internationales de Polytechnique, Corporation de l'École Polytechnique de Montréal, Montréal. Manuel sur cédérom.
- Aubertin, M., Cifuentes, E., Martin, V., Apithy, S., Bussière, B., Molson, J., Chapuis, R.P., Maqsood, A., 2006. An investigation of factors that influence the water diversion capacity of inclined covers with capillary barrier effects, 147 ed, *Carefree, AZ*, pp. 613-624.

- Awoh, A.-S. (2012). Étude expérimentale du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux sous un recouvrement d'eau. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT).
- Awoh, A. S., Plante, B., Bussière, B., Mbonimpa, M. (2013). CO₂ consumption test for the quantification of the mineral carbonation potential of mine wastes. Présentation à la Conférence Canadienne de Géotechnique, 29 septembre - 3 octobre 2013, Montréal, Québec, Canada.
- Barnes, A., Thomas, D., Bowell, R.J., Sapsford, D.J., Kofoed, J., Dey, M., Williams, K.P., Annells, R., Grogan, J., (2009). The Assessment of the ARD potential for a 'Climax' type porphyry molybdenum deposit in a high Arctic environment. Conférence présentée au 8e International Conference of Acid Rock Drainage (ICARD), June 22-26, Skelleftea, Sweden
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Dagenais, A.M., Archambault, M. (2004). Kinetic tests comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. *Environmental Geology* 46, 1086-1101.
- Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, E., 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
- Blowes, D.W., Ptacek, C.J. (1994). Acid-neutralization mechanisms in inactive mine tailings. *Short Course Handbook on Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-Waste*, Jambor, J.L., Blowes, D.W. (eds). Mineralogical Association of Canada. Special Vol. 22, pp.272-292.
- Blowes, D.W., Al, T., Lortie, L., Gould, W.D., Jambor, J.L. (1996). Microbiological, chemical, and mineralogical characterization of the Kidd Creek Mine Tailings Impoundment, Timmins Area, Ontario. *Geomicrobiology Journal* 13, 13-31.
- Blowes D.W., Jambor J. L., Hanton-Fong Ch. J. (1998). Geochemical, mineralogical and microbiological characterization of a sulphide-bearing carbonate-rich gold-mine tailings impoundment, Joutel, Québec. *Applied Geochemistry*, Vol. 13, No 6, pp. 687-705
- Blowes, D.W., Ptacek, C.J., Jambor, J.L., Weisener, C.G. (2003). 9.05 - The Geochemistry of Acid Mine Drainage, in: Heinrich, D.H., Karl, K.T. (Eds.), *Treatise on Geochemistry*. Pergamon, Oxford, pp. 149-204.
- Bouzahzah, H. (2013). Modification et amélioration des tests statiques et cinétiques pour une prédiction fiable et sécuritaire du drainage minier acide. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT)
- Bouzahzah H., Benzaazoua M., Bussière B., Plante, B. (2014a). Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests Mine Water and the Environment. *Mine Water and the Environment*", *Mine Water and the Environment*, 33:54–65
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., Plante, B. (2014b). Recommandations sur l'utilisation des outils de prédiction du drainage minier acide. *Déchets Sciences et Techniques* 68, 4-14

- Bouzahzah H, Benzaazoua M, Bussiere B, Plante B. (2013). ASTM normalized humidity cell kinetic test: protocol improvements for optimal sulfide tailings reactivity. Accepté au journal *Mine Water and the Environment* (MWEN-S-13-00047).
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B. (2012). Modification and automation of the humidity cell test protocol to favor tailings reactivity. In *Proceeding of the 4th International Conference on Acid Rock Drainage*, Ottawa, ON, Canada. May June 2012.
- Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B. (2010). A modified protocol of the ASTM normalized humidity cell test as laboratory weathering method of concentrator tailings. In *Proceedings of IMWA 2010, Mine Water and Innovative Thinking*, 5-9 September 2010, Sydney, NS, pp. 15-18
- Bowell, R.J., Sapsford, D.J., Dey, B.M., and Williams, K.P. (2006). Protocols affecting the reactivity of mine waste during laboratory-based kinetic test. Conférence présentée à l'International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), St Louis, March 2006, 25P.
- Bussiere, B., Aubertin, M., Mbonimpa, M., Molson, J.W., Chapuis, R.P. (2007). Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical journal* 44, 245-265.
- Bussière, B., Demers, I., Dawood, I., Plante, B., Aubertin, M., Peregoedova, A., Pepin, G., Lessard, G., Intissar, R., Benzaazoua, M., Molson, J.W., Chouteau, M., Zagury, G.J., Monzon, M., Laflamme, D., 2011. Comportement géochimique et hydrogéologique des stériles de la mine Lac Tio, Symposium sur l'environnement et les mines, Rouyn-Noranda, Québec, Canada.
- CEAEQ (2012) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA. 100 – Lix.com.1.1, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2012, 17 p.
- Celedonio, A.C. (2010). Assessment of waste rock weathering characteristics at the antamina mine based on field cells experiment. a thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of master of applied science. In the faculty of graduate studies (Mining engineering). University of British Columbia (UBC).
- Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M., González, I. (2001). Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: A multi-tool approach. *Applied Geochemistry* 16, 803-819.
- Das, A., Mishra, A.K. (1996). Role of *Thiobacillus ferrooxidans* and sulphur (sulphide)-dependent ferric-ion-reducing activity in the oxidation of sulphide minerals. *Applied Microbiology and Biotechnology* 45, 377-382.
- Demers, I., Bussiere, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., Blier, A. (2008). Column test investigation on the performance of monolayer covers made of desulphurized tailings to prevent acid mine drainage. *Minerals Engineering* 21, 317–329
- Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., Blier, A. (2009a). Preliminary optimisation of single-layer cover made of desulphurized tailings: Application to the

- Doyon mine tailings impoundment. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, SME Annual Transactions Volume 326: 21-33.
- Demers I., Bussière B., Mbonimpa M., Benzaazoua M., (2009b). Oxygen diffusion and consumption in low-sulphide tailings covers. *Canadian Geotechnical Journal*. 46: 454–469
- Demers, I., Bussière, B., Aachib, M., Aubertin, M. (2011a). Repeatability evaluation of instrumented column tests in cover efficiency evaluation for the prevention of acid mine drainage. *Water, Air, and Soil Pollution* 219, 113-128.
- Demers, I., Bussière, B., Plante, B. (2011b). Field retention tests to evaluate nickel retention on mine waste rock., Pan-Am CGS Geotechnical Conference, Toronto, Canada.
- Elberling, B., Nicholson, R.V., Reardon, E.J., Tibble, P. (1994). Evaluation of sulphide oxidation rates: a laboratory study comparing oxygen fluxes and rates of oxidation product release: *Canadian Geotechnical Journal*, 31: 375-383.
- Elberling, B., Nicholson, R.V., (1996). Field determination of sulphide oxydation rates in mine tailings. *Water Resources Research*. 32(6), 1773–1784.
- Elberling, B., Schippers, A., Sand, W. (2000). Bacterial and chemical oxidation of pyritic mine tailings at low temperatures. *Journal of Contaminant Hydrology* 41, 225-238.
- Frostad, S., Klein, B., Lawrence, R.W., (2002). Evaluation of Laboratory Kinetic Test Methods for Measuring Rates of Weathering. *Mine Water and the Environment*, vol 21, p. 183-192 (technical article)
- Frostad, S.R., Price, W.A., Bent, H., (2003). Operational NP determination — accounting for iron manganese carbonates and developing a site-specific fizz rating. In: Spiers, G., Beckett, P., Conroy, H. (Eds.), *Mining and the environment*, Sudbury 2003. Laurentian University, Sudbury, Ontario, pp. 231–237.
- Ghosh, A., Mukiibi, M., Ela, W. (2004). TCLP Underestimates Leaching of Arsenic from Solid Residuals under Landfill Conditions. *Environmental Science & Technology* 38, 4677-4682.
- Godbout, J., Bussiere, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., (2010). Influence of pyrrhotite content on the mechanical and chemical behaviour of cemented paste backfill. *Paste* 2010, Toronto CA; R.J. Jewell and A.B. Fourie (eds)
- Gosselin, M., (2007). *Étude de l'influence des caractéristiques hydrogéochimiques des résidus miniers réactifs sur la diffusion et la consommation de l'oxygène*. Mémoire de Maîtrise inédit en Sciences appliquées (Génie Minérale), École Polytechnique de Montréal. Québec, Canada
- Gosselin, M., Aubertin, M., Mbonimpa, M. (2007). Évaluation de l'effet du degré de saturation sur la diffusion et la consommation d'oxygène dans les résidus miniers sulfureux. Conférence présentée au 60e CGC and 8th Joint CGS, p. 1431-1438
- Gu, Y. (2003). Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis 0 an introduction to JKMR/FEI mineral liberation analyser. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering* 2(1), 33-41.

- Gy, P. (1979). Sampling of particulate materials theory and practice. Elsevier Science Publishing Company Inc.
- Hageman, P.L. et Briggs, P.H. (2000). A Simple Field Leach Test for Rapid Screening and Qualitative Characterization of Mine Waste Dump Material on Abandoned Mine Lands. Proceedings from the Fifth International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Colorado, USA, Vol. II, p. 1463-1475
- Hageman, P.L., Smith, K.S., Wilderman, T.R., Ranville, J.F. (2005). Comparison of mine waste assessment methods at the Rattler mine site, Virginia Canyon, Colorado. Paper presented at the 2005 National Meeting of the American Society of Mining and Reclamation, Breckenridge CO, June 19-23, p. 470-486.
- Hamdi, J. (2011). *Mesures expérimentales des concentrations en oxygène sur le terrain et modélisations numériques pour évaluer le flux de diffusion dans la couverture du site minier LTA*. Mémoire de maîtrise inédit en Sciences appliquées (Génie Minéral), École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada
- Hirsche, T.D. (2012). A field cell and humidity cell study of metal attenuation in neutral rock drainage from the antamina mine, Peru. A thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of science in the faculty of graduate studies (Geological Science). The University of British Columbia
- Hooper, K., Iskander, M., Sivia, G., Hussein, F., Hsu, J., DeGuzman, M., Odion, Z., Ilejay, Z., Sy, F., Petreas, M., Simmons, B., 1998. Toxicity Characteristic Leaching Procedure Fails To Extract Oxoanion-Forming Elements That Are Extracted by Municipal Solid Waste Leachates. *Environmental Science & Technology* 32, 3825-3830.
- Hornberger, R.J., Brady, K.B.C., (1998). Kinetic Tests for the Prediction of Mine Drainage Quality in Coal mine Drainage Prediction and Pollution Prevention in Pennsylvania. The Pennsylvania Department of Environmental Protection, Report.5600-Bk-DEP2256.
- Jambor, J. L., Blowes, D. W., (1998). Theory and applications of mineralogy in environmental studies of sulfide-bearing mine wastes. Modern approaches to ore and environmental mineralogy. Cabri, L. J. et Vaughan, D. J. Mineralogical Association of Canada, Short course series, 27 : 367-401
- Jambor, J.L., Dutrizac, J.E., Raudsepp, M., Groat, L.A., (2003). Effect of Peroxide on Neutralization-Potential Values of Siderite and Other Carbonate Minerals. *Journal of Environmental Quality*. 32:2373–2378.
- Jambor, J.L., Dutrizac, J.E. Raudsepp, M., (2007). Measured and computed neutralization potential from static tests of diverse rock types. *Environmental Geology*, 52:1173-1185
- Janzen, M.P., Nicholson, R.V., Scharer, J.M., 2000. Pyrrhotite reaction kinetics: Reaction rates for oxidation by oxygen, ferric iron, and for nonoxidative dissolution. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64, 1511-1522.
- Jurjovec J. (2002). *Acid Neutralisation Mechanisms in Mine Tailings*. Thèse de doctorat inédite. University de Waterloo, Ontario, Canada.

- Kwong, Y.T.J. (1993). Prediction and prevention of acid rock drainage from a geological and mineralogical perspective. MEND Report 1.32.1, CANMET, Ottawa), 47p.
- Kwong, Y.T.J., Ferguson, K.D., (1997). Mineralogical changes during NP determinations and their implications. In: Proc. 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, Canada. 31 May-6 June 1997. Vol. 1. Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON. pp. 435-447
- Lapakko, K., (1994). *Evaluation of neutralization potential determination for metal waste and a proposed alternative*. Conférence présentée à l'International Land Reclamation and Mine Drainage Conference and 3rd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburgh, 1 : 129-137
- Lappako, K. (2002). Metal Mine Rock and Waste Characterization Tools: An Overview. Mining, Minerals and Sustainable Development, International Institute for Environment and Development (IIED), Report posted on the Acid Drainage Technology Initiative - Metal Mining Sector web page at www.mackay.unr.edu/adti
- Lawrence R.W., Poling G.W., Marchant P.B. (1989). Investigation of predictive techniques for acid mine drainage. MEND/NEDEM report 1.16.1a, Canadian Centre for Mineral and Energy Technology, Ottawa
- Lawrence, R.W., Scheske, M., (1997). A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology*. (Berlin) 32:100-106.
- Lawrence, R.W., Wang, Y., 1996. Determination of neutralizing potential for acid rock drainage prediction. MEND/NEDEM report 1.16.3, Canadian Centre for Mineral and Energy Technology, Ottawa, Canada.
- Lawrence, R.W., Wang, Y., (1997). Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. p. 451-464. In Proc. 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, Canada. 31 May-6 June 1997. Vol. 1. pp.449-464, Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON.
- Lehner, S., Savage, K., 2008. The effect of As, Co, and Ni impurities on pyrite oxidation kinetics: Batch and flow-through reactor experiments with synthetic pyrite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 72, 1788-1800.
- Li, M.G., Bernier, L.R., (1999). *Contributions of carbonates and silicates to neutralization observed in laboratory tests and their field implications*. Conférence présentée au Mining and the Environment Conference, Sudbury. 1: 69-79.
- Limousin, G., Gaudet, J.P., Charlet, L., Szenknect, S., Barthes, V., Krimissa, M., 2007. Sorption isotherms: A review on physical bases, modeling and measurement. *Applied Geochemistry* 22, 249-275.
- Marchand, S.A., Silverstein, J. (2002). Influence of heterotrophic microbial growth on biological oxidation of pyrite. *Environmental Science and Technology* 36, 5483-5490.

- Marguá, E., Salvadó, V., Queralt, I., Hidalgo, M., 2004. Comparison of three-stage sequential extraction and toxicity characteristic leaching tests to evaluate metal mobility in mining wastes. *Analytica Chimica Acta* 524, 151-159.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Aachib, M., Bussière, B., (2003). Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. *Canadian Geotechnical Journal* 40(5): 916-932.
- Mbonimpa, M., Aubertin, M., Bussière, B., 2011. Oxygen consumption test to evaluate the diffusive flux into reactive tailings: Interpretation and numerical assessment. *Canadian Geotechnical Journal* 48, 878-890.
- Miller SD, Jeffery JJ, ad Wong JWC (1991) Use and misuse of the acid base account for "AMD" prediction. Proc. of the Second International Conference on the Abatement of Acidic Drainage. Montreal, Canada. 3,489-506
- Miller A., Robertson, A. et Donahue, T. avec EGI. (1997). Advances in acid drainage prediction using the NAG test. Conférence présentée au 4th Int. Conf. on Acid Rock Drainage, (ICARD) Vancouver, BC, Canada. 31 May-6 June 1997. Vol. 1. Mine Environment Neutral Drainage, Nat. Resour. Canada, Ottawa, ON., 533-549
- Miller, S.D., Stewart W.S., Rusdinar, Y., Schumann, R.E., Ciccarelli J.M. (2010). Methods for estimation of long-term non-carbonate neutralization of acid rock drainage. *Science of the Total Environment* 408 (2010) 2129–2135
- Molson, J., Aubertin, M., Bussiere, B., Benzaazoua, M., 2008. Geochemical transport modelling of drainage from experimental mine tailings cells covered by capillary barriers. *Applied Geochemistry* 23, 1-24.
- Morin, K.A. et Hutt, N.M. (1994). Observed Preferential Depletion of Neutralization Potential Over Sulfide Minerals in Kinetic Tests: Site-Specific Criteria for Safe NP/AP ratios, presented at the international and Land Reclamation and Mine Drainage Conference and the 3rd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburg, USA. 148-156
- Morin, K. A., Hutt, N.M., (1999). Comparison of NAG Results to ABA Results for the Prediction of Acidic Drainage. MDAG.com Internet Case Study #10: Minesite Drainage Assessment Group (MDAG)
- NEDEM (1989). Field sampling manual for reactive sulphide tailings, MEND Report 4.1.1, by Canect Environmental Control Technologies Limited. MEND, Natural Resources Canada.
- NEDEM. (1991). Acid Rock Drainage Prediction Manual. MEND Project 1.16.1b, report by Marchant, P.B. and Lawrence, R.W. of Coastech Research. MEND, Natural Resources Canada.
- NEDEM (1994) Review of waste rock sampling techniques, MEND Report 4.5.1-1, by SENES Consultants. June 1994.
- NEDEM. (2009). MEND report 1.20.1. Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geologic materials. By Price, W.A. CANMET, Natural resources Canada, Canada.

- Nevada Mining Association (1996), Meteoric Water Mobility Procedure (MWMP), Standardized Column Percolation Test Procedure, Nevada Mining Association, Reno, NV, 5p.
- Nordstrom, D.K., Southam, G. (1997). Geomicrobiology of sulfide mineral oxidation. *Reviews in Mineralogy* 35, 381-390.
- Norecol Environmental Consultants Ltd (1991). New methods for determination of key mineral species in acid generation prediction by acid base accounting. MEND/NEDEM report 1.161c, Canadian Centre for Mineral and Energy Technology, Ottawa
- Ouangrawa, M., Molson, M., Aubertin, M., Bussière, B., Zagury, G.J., (2009). Reactive transport modelling of mine tailings columns with capillarity-induced high water saturation for preventing sulfide oxidation. *Applied geochemistry* 24(7), 1312-1323
- Paktunc, A.D., (1999a). Characterization of mine wastes for prediction of acid mine drainage. p. 19-40. In J.M. Azcue (ed.) *Environmental impacts of mining activities*. Springer-Verlag, New York.
- Paktunc, A. D. (1999b). Mineralogical constraints on the determination of neutralization potential and prediction of acid mine drainage. *Environmental Geology* 39 :2, 103-112.
- Parbhakar, A., Edraki, M., Walters, S., (2009). Developments in Acid Rock Drainage Prediction: A Case Study on the Abandoned Croydon Au-mines, Qld, Australia. In: Willams, P.J. et al, 10th Biennial Meeting of the Society for Geology Applied to Mineral Deposits. SGA 2009: Smart Science for Exploration, Townsville, Qld, Aust., (774-776). 17 - 20 August 2009.
- Pepin, G., Bussière, B., Aubertin, M., Benzaazoua, M., Plante, B., Laflamme, D., Zagury, G.J., 2008. Field experimental cells to evaluate the generation of contaminated neutral drainage by waste rock at the Tio mine, Quebec, Canada, 10th International Mine Water Association (IMWA), Karlovy Vary, Czech Republic.
- Petersen, L., Minkinen, P., Esbensen, K.H., 2005. Representative sampling for reliable data analysis: Theory of Sampling. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 77, 261-277.
- Petruk, W. 2000. *Applied mineralogy in the mining industry*. Elsevier, 268p.
- Plante B. (2004). Comparaison des essais statiques et évaluation de l'effet de l'altération pour des rejets de concentrateur à faible potentiel de génération d'acide. Mémoire de maîtrise inédit en sciences appliquées (Génie minéral) Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada.
- Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., Biesinger, M.C., Pratt, A.R., 2010. Study of Ni sorption onto Tio mine waste rock surfaces. *Applied Geochemistry* 25, 1830-1844.
- Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2011a. Predicting Geochemical Behaviour of Waste Rock with Low Acid Generating Potential Using Laboratory Kinetic Tests. *Mine Water and Environment*, 30:2-21
- Plante, B., Benzaazoua, M., Bussière, B., 2011b. Kinetic Testing and Sorption Studies by Modified Weathering Cells to Characterize the Potential to Generate Contaminated Neutral Drainage. *Mine Water and the Environment* 30, 22-37.

- Plante B., Bussière B., Benzaazoua M., 2012. Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration*, Volume 114, March 2012, Pages 57–69
- Plante, B., Kandji, E.H.B., Chopard, A., Benzaazoua, M., Bussière, B. (2013). Use of a chelating agent in kinetic studies for contaminated neutral drainage prediction of waste rocks. *Proceedings of the 23rd World Mining Congress, 11-15 août 2013, Montréal, Québec, Canada*
- Plante, B., Bussière, B., Benzaazoua, M., 2014. Lab to field scale effects on contaminated neutral drainage prediction from the Tio mine waste rocks. *Journal of Geochemical Exploration* 137, 37-47.
- Price, W.A. (1997), DRAFT Guidelines and Recommended Methods for the Prediction of Metal Leaching and Acid Rock Drainage at Minesites in British Columbia, British Columbia Ministry of Employment and Investment, Energy and Minerals Division, Smithers, BC, (April), 143p.
- Price, W.A., et Y.T.J. Kwong. 1997. Waste rock weathering, sampling and analysis: Observations from the British Columbia Ministry of Employment and Investment database, m *Proceedings of the Fourth International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, B.C., Canada, May 31-June 6, 1997, p. 31-45*
- Price, W. A., Morin K. et Hutt, N. (1997). Guidelines for the Prediction of Acid Rock Drainage and Metal Leaching for Mines in British-Columbia: Part II - Recommended Procedures for Static and Kinetic Testing. Conférence présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, B.C.
- Province of British Columbia (1992). Waste Management Act: Special Waste Regulation Schedule 4, Parts 1 and 2, Queen's Printer, Victoria, BC, p72-79.
- Raudsepp, M. et Pani, E. (2001). Quantitative phase analysis of tailings and waste rock using the Rietveld method and X-ray powder diffraction data. Dans *Proceedings of the 8th annual British Columbia Ministry of Energy and Mines – MEND metal leaching and ARD workshop, new developments, different aspects of prediction and the use of water covers as a mitigation strategy, Vancouver, BC, November 28-29.*
- Robertson, E., SRK (1990). Monitoring acid mine drainage, prepared for BC AMD Task Force, August 1990.
- Robinson, W., Ware, N.G. et Smith, D.W.G. (1998). Modern electron microprobe trace element analysis in mineralogy. Dans Cabri, L.J. et Vaughan, D.J. (eds.) *Modern approaches to ore and environmental mineralogy. Mineralogical Association of Canada Short Course Series, volume 27.*
- Sherlock, E.J., Lawrence, R.W., Poulin, P. (1995). On the neutralization of acid rock drainage by carbonate and silicate minerals. *Environmental Geology* 25 :43–54
- Schrenk, M.O., Edwards, K.J., Goodman, R.M., Hamers, R.J., Banfield, J.F. (1998). Distribution of *Thiobacillus ferrooxidans* and *Leptospirillum ferrooxidans*: Implications for generation of acid mine drainage. *Science* 279, 1519-1522.

- Skousen, J., Renton, J., Brown, H., Evans, P., Leavitt, B., Brady, K., Cohen, L., Ziemkiewicz, P., (1997). Neutralization potential of overburden samples containing siderite. *Journal of Environmental Quality*. 26: 673-681.
- Smith, K.S., Ramsey, C.A., Hageman, P.L. 2000. Sampling strategy for the rapid screening of mine-waste dumps on abandoned mine lands. In *Proceedings from the Fifth International Conference on Acid Rock Drainage*. SME, Littleton, CO. p. 1453-1461.
- Smith, L.J.D., Bailey, B.L., Blowes, D.W., Jambor, J.L., Smith, L., Segó, D.C. (2013). The Diavik waste rock project: Initial geochemical response from a low sulfide waste rock pile. *Applied Geochemistry* 36, 210-221.
- Sobek AA, Schuller WA, Freeman JR, Smith RM (1978) Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054. U.S. Gov. Print. Office, Washington, DC.
- SRK, Norelco Environmental Consultants, Gormely Process Engineering (1989). Draft acid rock drainage technical guide, volume 1, prepared for BC AMD Task Force, August 1989.
- SRK, Norelco Environmental Consultants, Gormely Process Engineering (1990). Draft acid rock drainage technical guide, volume 2, prepared for BC AMD Task Force, May 1990.
- Stewart, W., Miller, S., Smart, R., Gerson, A., Thomas, J., Skinner, W., (2003). Evaluation of the net acid generation (NAG) test for assessing the acid generating capacity of sulfide minerals. In: Farrell T, Taylor G, editors. Conférence présentée à la 6e International Conference Acid Rock Drainage (ICARD); July 12–18; Cairns Australia. Victoria: Aus. Inst. Min. Met. Carlton 1 875776 98 2; p. 617–25
- Stewart, W.A., Miller, S.D., Smart, R., 2006. Advances in acid Rock drainage (ARD) Characterization of mine wates. 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), March 26-30, 2006, St. Louis MO. R.I. Barnhisel (ed.) Published by the American Society of Mining and Reclamation (ASMR), 3134 Montavesta Road, Lexington, KY 40502
- United States Environmental Protection Agency (1996), Test Methods for Evaluating Solid Waste - Physical/Chemical Methods (SW-846), USEPA, Washington, DC.
- Villeneuve M, Bussière B, Benzaazoua M, Aubertin M, Monroy M (2003) The influence of kinetic test type on geochemical response of low acid generating potential tailings. 10th International Conference on Tailings and Mine Waste: Tailings and Mine Wastes'03, 12-15 October 2003, Vail, Colorado, pp. 269-279. A.A. Balkema Publishers, Rotterdam.
- Villeneuve M. (2004). Evaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîtrise inédit en sciences appliquées (Génie minéral), Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada
- Villeneuve M, Bussière B, Benzaazoua M, Aubertin M (2009) Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. 8th ICARD, June 23-26, 2009, Skellefteå, Sweden
- White, W.W., III, Jeffers, T.H. (1994). Chemical predictive modeling of acid mine drainage from metallic sulfide-bearing rock. Dans: *The Environmental Geochemistry of Sulfide Oxidation*,

C.N. Alpers and D. Blowes, eds., Proceedings of the American Chemical Society Symposium Series 550, American Chemical Society, Washington, DC, 1994, pp. 608-630.

Zagury, G.J., Narasiah, K.S., Tyagi, R.D. (1994). Adaptation of indigenous iron-oxidizing bacteria for bioleaching of heavy metals in contaminated soils. *Environmental Technology* 15, 517-530.

Zagury, G.J., Narasiah, K.S., Tyagi, R.D., Brzezinski, R. (1997). Conservation et réactivation de communautés bactériennes ferroxydantes impliquées dans la biolixiviation des sols contaminés. *Canadian Journal of Civil Engineering* 24, 1050-1058.

Annexe 1

Figures et tableaux supplémentaires

Tableau A-1: Liste des différents tests statiques chimiques avec leurs détails. PA et PN exprimés en kg CaCO₃/t (Plante 2004, Plante et al. 2012)

Tests statiques	Équations de calculs	Détails	Légende
Sobek et al. (1978)	$PN = \frac{50a[x - y(b/a)]}{c}$ $PA = 31.25 \cdot \%S_{total}$	<ul style="list-style-type: none"> - Volume HCL d'après Fizz : - Fizz Nul: 20mL HCl, 0.1N - Fizz Faible: 40mL HCl, 0.1N - Fizz Modéré: 40mL HCl, 0.5N - Fizz Fort: 80mL HCl, 0.5N - Normalité NaOH : 0.1N 	50 : facteur de conversion a et b : normalités du HCl et du NaOH respectivement (N) x et y : volumes des solutions de HCl et NaOH respectivement (ml) c : masse de l'échantillon (g)
Sobek et al. (1978) modifiée par Lawrence et Wang (1997)	PN= même calcul que Sobek et al. mais procédure différente $PA = 31.25 \cdot \%S_{sulfide}$ $\%S_{sulfure} = \%S_{total} - \%S_{sulfates}$	<ul style="list-style-type: none"> - Volume HCL d'après Fizz : - Fizz Nul: 2mL HCl, 1N - Fizz Faible: 3mL HCl, 1N - Fizz Modéré: 4mL HCl, 1N - Fizz Fort: 5mL HCl, 5N - Normalité NaOH : 0.1N 	S _{total} : soufre total (%massique) S _{sulfure} : soufre sous forme sulfure S _{sulfate} : soufre sous forme sulfates
Sobek et al. (1978) modifié par : Jambor et al. 2003 Skoussen et al. 1997 Steewart et al. 2003	- PN identique à celui de Sobek et al. (1978) original - PA identique à Sobek et al. (1978) modifié par Lawrence et Wang (1997)	<ul style="list-style-type: none"> - Test de Fizz et ajout de HCl identique à la méthode de Sobek et al. (1978) original - Titration avec du NaOH et du H₂O₂ pour l'oxydation et/ou l'hydrolyse du Fe, Al, Mn 	
Sobek modifié par Bouzazhah (2013)	$V_{HCl} = \frac{2000m_s \%C}{M_{cal} N_{HCl}}$	Fizz quantitatif : permet de calculer le volume de HCl à ajouter durant l'Essai à partir du %C	V _{HCl} : Volume de HCl à ajouter durant l'essai m _s : masse de l'échantillon %C : concentration du carbone (%) M _{cal} : masse molaire de la calcite N _{HCl} : concentration du HCl utilisé
Carbone inorganique (Lawrence and Wang, 1996; Frostad et al., 2003; Lawrence et al 1989; Norecol 1991)	$PNC = \%C_{inorg} \cdot \frac{M_{CaCO_3}}{M_C} \cdot \frac{1000kg/t}{100\%}$ $PNC = \%C_{inorg} \cdot 83,33$ $PA = 31.25 \cdot \%S_{sulfide}$	Aucun titrage	PNC: Potentiel de neutralisation des carbonates C _{inorg} : teneur en carbone inorganique (%massique) M _{CaCO₃} : masse molaire de la calcite (g/mol) M _C : masse molaire du carbone (g/mol)
Carbone inorganique corrigé par Plante et al. (2012)	$PNCC = PNC - 8.64 \times (\%FeCO_3)$	Aucun titrage	PNC: Potentiel de neutralisation des carbonates (kg CaCO ₃ /t) PNCC : Potentiel de neutralisation des carbonates corrigé (kg CaCO ₃ /t)
NAG tests (Miller et al., 1997)	$NAG = 49 \times V \times M/W$	<ul style="list-style-type: none"> - Addition de peroxyde et réaction durant quelques heures - Mesure du pH et titrage de l'acide résiduel - Possibilité de plusieurs ajouts de peroxyde - Possibilité de suivre le pH et T° en continu 	V et M : volume et concentration de NaOH M : masse d'échantillon
Méthode BCR ou B.C. Research Initial (Duncan et Bruynesteyn, 1979)	$PN = \frac{50a}{b}$ $PA = 31.25 \cdot \%S_{sulfide}$	<ul style="list-style-type: none"> - Pas de test de Fizz - Le PN est déterminé sur 10g d'échantillon+100mL d'eau déionisée, le titrage se fait avec du H₂SO₄ (1N) à pH=3.5 	50 : facteur de conversion a : volume H ₂ SO ₄ 1N (ml) b : masse de l'échantillon (g)
Méthode BCR modifiée par Lappako (1994)	Idem que méthode BCR	<ul style="list-style-type: none"> - Pas de test de Fizz - Pour le PN, le titrage se fait avec du H₂SO₄ à pH=6 	Idem que la méthode BCR, sauf pour le titrage
Méthode de Day et al.(1997) modifiée par Kwong (2000)	$PN = 2[Ca] + 2[Mg] + [K] + [Na]$ $PA = 2(1 - r)[S] + 2[Fe]$	PN et PA : en équivalent d'ion H ⁺ /kg.	[i] : concentration du cation i (moles/kg, obtenu par ICP après digestion) r=Σ (métaux dans sulfures/[S]) métaux=Fe, Zn, Cu, Ni, Pb

Tableau A-1 (suite)

Tests statiques	Remarques
Sobek <i>et al.</i> (1978)	<ul style="list-style-type: none"> - Très utilisé en Amérique du Nord particulièrement au Canada. - Test très agressif : condition de digestion très acide et sous forte température (90°C) - Pourrait surestimer le PN si des silicates réfractaires se dissolvent - Surestime le PN si l'échantillon contient une quantité importante de Fe-Mn carbonates, et Fe-Mn-Al-silicates neutralisants - Pourrait surestimer le PA si du soufre sulfates existe dans l'échantillon <ul style="list-style-type: none"> - Test rapide (quelques heures)
Sobek <i>et al.</i> (1978) modifiée par Lawrence et Wang (1997)	<ul style="list-style-type: none"> - Minimise les risques d'erreur du test original (T ambiante) - La quantité très insuffisante de l'acide nécessaire pour la digestion risque de sous-estimer le PN
Sobek <i>et al.</i> (1978) Modifié par Jambor <i>et al.</i> 2003 Skoussen <i>et al.</i> 1997 Steawart <i>et al.</i> 2003	<ul style="list-style-type: none"> - Mêmes erreurs que dans la méthode de Sobek et al (1978) originale. - Le titrage avec le peroxyde est le point fort de la modification proposée par les auteurs
Carbone inorganique (Lawrence and Wang, 1996; Frostad <i>et al.</i> , 2003; Lawrence et al 1989; Norecol 1991)	<ul style="list-style-type: none"> - Il suppose que tout le carbone de l'échantillon est sous forme carbonates. - Le test est simple et rapide si les carbonates sont les seuls minéraux neutralisants et ne contiennent pas de Fe et Mn qui génèrent de l'acidité après oxydation et/ou hydrolyse. <ul style="list-style-type: none"> - Aucune considération des silicates neutralisants
Carbone inorganique corrigée (Plante <i>et al.</i> 2012)	<ul style="list-style-type: none"> - La validité de la correction est limitée par la précision de la détermination quantitative de la sidérite par les techniques minéralogiques
NAG tests (Miller <i>et al.</i> , 1997)	<ul style="list-style-type: none"> - Permet d'estimer le potentiel net de génération d'acide en une seule étape, mais ne permet pas de mesurer le PA et le PN séparément
Méthode BCR ou B.C. Research Initial (Duncan et Bruynesteyn, 1979)	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de l'essai très court (15 min) à T ambiante.
Méthode BCR modifiée par Lappako (1994)	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de l'essai très court (15 min) à T ambiante. Plus réaliste que le test BCR
Méthode de Day <i>et al.</i> (1997) modifiée par Kwong (2000)	<ul style="list-style-type: none"> - L'avantage de cette méthode est qu'elle soit basée uniquement sur une analyse ICP. résultats à comparer avec un PA et PN classique pour un site donné.

Tableau A-2 : Liste des différents tests statiques minéralogiques avec leurs détails. PA et PN exprimés en kg CaCO₃/t
sauf pour Kwong (1993) (Plante 2004, Plante et al. 2012)

Tests statiques	Équations de calculs	Légende
Kwong (1993)	$M = 2x(1 - r + p) - 2 \sum_{n=1}^6 x_{m_n} w_n$	M: Index minéralogique, si M>0, le résidu est générateur de DMA, et non générateur si M<0 x: fraction molaire de chaque sulfure r: Rapport molaire : métal/soufre p: proportion de Fe ²⁺ dans le minéral sulfuré x _{mn} : proportion molaire des minéraux dans le groupe n w _n : réactivité relative des minéraux dans le groupe n
Lappako (1994)	$PN = 10 \times \%cal + 11,9 \times \%dol$	%cal, %dol : pourcentage massique de la calcite et dolomite respectivement $10 = \frac{M_{CaCO_3}}{M_{CaCO_3}} \cdot \frac{1000kg/t}{100\%} \quad 11,9 = \frac{M_{CaCO_3}}{M_{MgCO_3}} \cdot \frac{1000kg/t}{100\%}$
Li (1997)	$PN = 10 \cdot \sum_{i=1}^n R_i C_{M_i} \left(\frac{C_{Ca,i}}{40} + \frac{C_{Mg,i}}{24,3} \right)$	n : nombre de minéraux R _i : facteur de réactivité selon Kwong 1993 C _{M,i} : concentration du minéral i (% massique) C _{Ca,i} et C _{Mg,i} : concentration du calcium et du magnésium dans le minéral i (% massique) 40 et 24,3 : masses molaires du calcium et du magnésium (g/mol)
Lawrence et Scheske (1997)	$PN = 1000 kg/t \cdot M_{CaCO_3} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_{M_i} R_i}{M_{M_i}}$ $PA = 31,25 \cdot \%S_{sulfide}$	M _{CaCO₃} : masse molaire de la calcite M _{M_i} : masse molaire du minéral i (g/mol) C _{M_i} : concentration du minéral i (wt %) R _i : facteur de réactivité
Paktunc (1999a,b)	$PN = \sum_{i=1}^k \frac{10 X_i \omega_a c_i}{n_{M,i} \omega_i}$ $PA = \sum_{i=1}^k \frac{10 n_{M,a} X_i \omega_a}{\omega_i}$	10: facteur de conversion (1000 kg.t ⁻¹ /100 %) NP, AP: en kg H ₂ SO ₄ /t X _i : concentration du minéral i (% massique) ω _a et ω _i : masse molaire de H ₂ SO ₄ et du minéral i (g/mol) c _i : somme des coefficients stœchiométriques des cations non oxydables et/ou hydrolysables n _{M,i} : nombre de moles du minéral i pour neutraliser 1 mole d'acide sulfurique n _{M,a} : nombre de mole de H ₂ SO ₄ formée par l'oxydation d'une mole du sulfure i k = nombre de minéraux neutralisants ou générant de l'acide
Paktunc modifié par Bouzazah et al. (2013)	$PA = \sum_{i=1}^k \frac{980 \times r_i n_{M,a} X_i}{\omega_i}$	r _i : facteur de réactivité relative (pyrite, pyrrotite :1; sphalérite : 0,26; chalcopryrite : 0,23; arsenopyrite : 2,54; galène : 0,06)
Lawrence et Scheske (1997) modifié par Plante et al. (2012)	$PN = 1000 kg/t \cdot M_{CaCO_3} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_{M_i} R_i C_i}{M_{M_i}}$	M _{CaCO₃} : masse molaire de la calcite M _{M_i} : masse molaire du minéral i (g/mol) C _{M_i} : concentration du minéral i (% massique) R _i : facteur de réactivité c _i : somme des coefficients stœchiométriques des cations non oxydables et/ou hydrolysables

Tableau A-2 (suite)

Tests statiques	Remarques
Kwong (1993)	-Prend en considération la participation des carbonates et des silicates dans le calcul du PN L'index minéralogique M n'est pas exprimé en kg CaCO ₃ /t comme dans les autres procédures. L'échantillon est générateur d'acidité si $M > 0$, si $M < 0$, l'échantillon est non générateur -Zone d'incertitude est non définie. Ne prends pas en considération la présence du Fe-Mn dans les minéraux
Lappako (1994)	Approche très simple ne prenant en considération que la contribution des carbonates de calcium et de magnésium dans le calcul du PN.
Li (1997)	Considère les minéraux carbonatés contenant du Ca et du Mg. La contribution des silicates est non significative quand ils sont intégrés dans les calculs et comparés avec la méthode de Sobek et al (1978).
Lawrence et Scheske (1997)	Prend en considération les silicates neutralisants en se basant sur leur réactivité relative -Ne prend pas en considération la participation du fer dans la production d'acidité des minéraux neutralisants (carbonates)
Paktunc (1999a,b)	C'est le seul test qui prend en considération dans le calcul du PN, la présence des cations non oxydables et hydrolysables comme le Ca et Mg dans l'ankérite et la sidérite. La méthode de Paktunc 1999a considère les silicates dans le calcul du PN mais n'intègre pas le facteur cinétique contrairement à la méthode de Lawrence et Scheske (1997). Les PN peuvent donc être très fortement surestimés.
Lawrence and Scheske (1997) modifié par Plante <i>et al.</i> (2012)	Elle combine les deux méthodes : celle de Lawrence and Scheske (1997) et celle de Paktunc (1999a,b) en prenant en considération le PN des silicates et la présence des cations non oxydables et/ou hydrolysables

Tableau A-3 : Dispositifs expérimentaux des différents essais cinétiques de laboratoire avec leurs descriptifs (résumé de Villeneuve 2004; NEDEM 1991)

Mini-cellule d'altération	Cellule d'humidité	Essais en colonne, labo
		
<ul style="list-style-type: none"> - Méthode de Cruz <i>et al.</i> (2001) - Buchner de 10 cm de diamètre - 67 g de rejet déposé sec dans le Buchner - Cycles de l'essai : <ul style="list-style-type: none"> * rinçage le premier jour (lundi) * 2 jours à l'air libre * rinçage le 3^e jour (jeudi) * 3 jours à l'air libre - Durée de l'essai variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude - Rinçage avec 50 ml d'eau déionisée (2x par semaine) - Rejets exposés à l'air ambiant entre les rinçages 	<ul style="list-style-type: none"> - Méthode normée ASTM - Cellules en Plexiglas - 1 kg de rejets mis en place sec - Cycles de l'essai : <ul style="list-style-type: none"> * rinçage le premier jour (lundi) * 3 jours d'air sec * 3 jours d'air saturé en humidité - Durée de l'essai variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude - Rinçage avec 500 ml ou 1 l d'eau déionisée - Deux dimensions de cellules existent : <ul style="list-style-type: none"> * pour les stériles Diamètre=10,2cm, hauteur=20,3 cm * pour les rejets de concentrateur D=20.3cm, h=10.2 cm - Le protocole ASTM propose des équations pour l'interprétation des résultats 	<ul style="list-style-type: none"> - Colonnes : 14 ou 30 cm diamètre - Hauteur de la colonne variable selon les objectifs de l'étude (0,7m à 2 m) : recouvrement mono ou multicouche, stabilisation, ennoiment - Mise en place des rejets humides (tels que échantillonnés sur le terrain) - Plaque en céramique sous l'échantillon pour pouvoir simuler une nappe phréatique (profondeur variable selon les objectifs de l'étude) - 12 rinçages voire plus selon les objectifs de l'étude Rinçage avec 2 L d'eau déionisée - Permet d'étudier des scénarios de restauration

Tableau A-4 : Essais cinétiques de terrain avec leurs descriptifs (adapté de Bouzahzah, 2013)

Essais en barils de terrain



(image tirée de Hirsche, 2012)

Cellules de terrain



- Barils : 40 Gallons (180 litres)
- Hauteur variable selon les objectifs de l'étude (0,7m à 2 m); possibilité de superposer 2 barils pour plus de hauteur : recouvrement mono- ou multicouche, stabilisation, ennoïement
- Mise en place des rejets humides (tels que échantillonnés sur le terrain)
- Rinçages en fonction de la météo du site ou arrosages artificiels
- Permet d'étudier des scénarios de restauration

- La taille des parcelles est variable (20 à 30 m²)
- Généralement placée à des endroits retirés loin des perturbations qui peuvent être liées à la circulation de la machinerie lourde
- Le poids des rejets et de l'ordre de quelques centaines de kg à plusieurs centaines de tonnes
- Les cycles mouillage-séchage dépendent de la météo du site minier ou arrosage artificiel
- La durée du test cinétique en parcelle de terrain dépend des objectifs de l'étude, typiquement pendant plusieurs années.

Tableau A-5 : Synthèse des objectifs, avantages et inconvénients de certains essais cinétiques (MC : Mini-cellule d'altération, CH : cellule humide, Col : colonne, *in situ* : Cellule-Colonne de terrain *in situ*)

Objectifs	MCA	CH	Col	<i>In situ</i>
Prédiction du comportement géochimique global des rejets	✓	✓	✓	✓
Détermination du taux de production et de neutralisation d'acide dans les conditions de l'essai et leur variabilité dans le temps	✓	✓	✓	✓
détermination de la qualité de l'eau de drainage par mesure du pH, Eh, conductivité, acidité/alcalinité, ions dissouts	✓	✓	✓	✓
Vérifier et valider les résultats des essais statiques	✓	✓	✓	✓
Simulation des conditions naturelles d'oxydation (cycles séchage/mouillage)	✓	✓	✓	✓
Avantages				
Facilité de mise en œuvre	✓	✓	✓	
Essai reconnu au Canada		✓	✓	✓
Données pouvant servir aux modèles géochimiques	✓	✓	✓	✓
Facilité de produire des essais sur un grand nombre d'échantillons	✓	✓		
Les effets microbiologiques peuvent être pris en compte par inoculation et suivi des populations	✓	✓	✓	
Permet de faire le test sur une granulométrie étalée de l'échantillon		✓	✓	✓
simuler des scénarios de restauration: recouvrement, amendement, ennoiment			✓	✓
Simule les modes de dépôt saturé et non saturé			✓	✓
Accélération des taux de réaction	✓	✓	✓	
Respecte les conditions de dépôt <i>in situ</i>		✓	✓	✓
Possibilité de faire des essais de consommation d'oxygène		✓	✓	
l'essai nécessite peu d'échantillon	✓	✓		
Inconvénients				
Interprétation complexe	✓	✓	✓	✓
Long délai d'exécution de l'essai		✓	✓	✓
Coûts élevés		✓	✓	✓
Complexité de mise en œuvre			✓	✓
Méthode peu utilisée ou documentée	✓			
Les taux de production d'acidité et d'alcalinité peuvent être influencés par la passivation et la précipitation de minéraux secondaires		✓	✓	✓
Permet d'évaluer les changements chimiques et minéralogiques en fonction de la profondeur (profil)			✓	
Essai non recommandé pour un grand nombre d'échantillons		✓	✓	✓

Annexe 2

MANDAT DÉTAILLÉ

GUIDE DE CARACTÉRISATION DES RÉSIDUS MINIERES ET DU MINÉRAI

**Revue de littérature en vue de la mise à jour du guide de
caractérisation des résidus miniers et du minéral**

Devis déposé au

Ministère du Développement durable, de l'Environnement,
de la Faune et des Parcs (MDDEFP)

Par

Unité de recherche et de services en technologie minérale (URSTM)
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT)

Le 12 juin 2013

1. MISE EN CONTEXTE

Un comité de travail a reçu de la Table sectorielle minière du Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parc (MDDEFP) le mandat d'évaluer la problématique d'interprétation des tests de caractérisation des résidus miniers lixiviables qui ne figurent pas dans la Directive 019 sur l'industrie minière (MDDEP, mars 2012).

Afin de supporter la réalisation de son mandat, le comité convient de faire une évaluation et une mise à jour du Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai, dont la rédaction remonte à 2003 et qui n'a jamais été publié par le MDDEFP.

Le présent devis porte sur la mise à jour du Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai, avec l'identification du mandat et des livrables, de la démarche méthodologique, du budget, de l'échéancier et de l'équipe de projet.

2. MANDAT ET LIVRABLES

Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai : Évaluation et mise à jour

Actuellement, la gestion des résidus miniers est tributaire de leurs caractéristiques établies à l'annexe II de la Directive 019. La Directive 019 indique que la méthode d'analyse de lixiviation MA.100-Lix.com.1.1 (TCLP) doit être utilisée pour déterminer si un résidu minier doit être considéré lixiviable ou non. Or, les méthodes de prédiction relatives à la lixiviation des résidus miniers, particulièrement les essais cinétiques, sont en constante évolution.

Livrables :

- Revue de littérature sur le nombre d'échantillons à analyser pour déterminer les caractéristiques des résidus miniers et du minerai, ainsi que sur les approches de caractérisation.
- État de situation concernant les différents essais statiques de prédiction pour le potentiel de génération d'acide et recommandations.
- Description des essais du type lixiviation (TCLP, SPLP, lixiviation à l'eau, extraction séquentielles, ou autres) à privilégier afin de prédire le potentiel de lixiviation d'un rejet solide. Revue de littérature, avantages et limitations concernant ces essais.
- Description des essais cinétiques (essai en cellule humide, essais en colonne, essais sur le terrain ou autres) à privilégier afin de prédire la

- qualité des eaux de drainage minier. Revue de littérature, avantages et limitations concernant ces essais.
- Recommandations concernant les conditions de réalisation des essais cinétiques non normés (durée, granulométrie, nombre de réplicas, etc.).
 - Recommandations générales sur les essais de caractérisation et de prédiction de la qualité du drainage à privilégier selon, par exemple, la nature des résidus (stérile, rejet de concentrateur, boues), le mode d'entreposage (à l'air libre ou submergé) et les caractéristiques des matériaux (ex. teneur en soufre sous forme sulfure).

3. DÉMARCHE MÉTHODOLOGIQUE

La démarche méthodologique adoptée pour la réalisation du mandat repose essentiellement sur des études documentaires et des revues de la littérature scientifique pertinente sur le thème traité.

4. BUDGET

Le budget total du mandat s'élève à 7 500 \$. Ce montant inclut tous les frais de personnel et les autres dépenses (voir le tableau ci-dessous).

Financement demandé	Montant (\$)
Frais de personnel (salaires et avantages sociaux)	
Expertise scientifique	5 000 \$
Agente de recherche	1 000 \$
Assistant de recherche	1 000 \$
Soutien administratif	500 \$
Autres dépenses	
Services professionnels et techniques	s/o
Diffusion des résultats	s/o
Total	7 500 \$

5. ÉCHÉANCIER

Le mandat débutera dès la signature du contrat en juin 2013 et se terminera le 30 octobre 2013 avec le dépôt du rapport final.

6. ÉQUIPE DE PROJET

L'équipe de projet est composée de trois professeurs-chercheurs rattachés à l'Institut de recherche en mines et en environnement de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, soit Benoît Plante, Bruno Bussière et Mostafa Benzaazoua, ainsi que d'Isabelle Demers, agente de recherche, et Babacar Kandji, étudiant au doctorat en sciences de l'environnement (sous la supervision du professeur Plante) et assistant de recherche dans ce projet.

7. DROIT D'AUTEUR

Nous souhaitons que le ministre puisse accorder à l'UQAT le droit d'utiliser par l'entremise des chercheurs, étudiants, stagiaires et employés, seuls ou avec d'autres, gratuitement, sans limitation géographique ou temporelle, les travaux réalisés dans le cadre de ce contrat, pour des fins d'enseignement et de recherche dans le cadre normal de la diffusion des connaissances. Ainsi, le ministre autoriserait notamment l'UQAT à utiliser les données scientifiques et techniques contenues dans ce projet dans le cadre de publications scientifiques ou de préparation de mémoires de maîtrise ou de thèses de doctorat. Les publications scientifiques découlant de la présente convention devront souligner la participation du MDDEFP.

Tout projet de publication, conférence ou revue spécialisée pouvant éventuellement découler de ces travaux sera soumis au MDDEFP pour approbation dans un délai raisonnable.

8. RESPONSABLE

Benoît Plante., Ph. D.

Professeur-chercheur

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

445, boul. de l'Université

Rouyn-Noranda (Québec) J9X 5E4

Téléphone : 819 762-0971, poste 2476, local D-113.2

Télécopieur : 819 797-4727

benoit.plante@uqat.ca

Annexe 3

**Réponse aux commentaires non adressés
dans le rapport**

Commentaire du MDDELCC	Réponse de l'IRME-URSTM-UQAT
Sur le nombre minimal d'échantillons :	L'IRME-URSTM-UQAT ne veut pas s'avancer. On suggère plutôt de former un comité d'experts pour se pencher sur la question.
On peut présumer que plus c'est variable, plus la fréquence serait élevée. Quelle serait la fréquence standard?	L'IRME-URSTM-UQAT ne veut pas s'avancer sur le chiffre, c'est du cas par cas.
Est-ce que l'analyse de la composition chimique par XRF complétée par l'analyse minéralogique par DRX serait suffisante pour répondre aux questions de la phase 1 de caractérisation de rejets	Oui, ajouté au S/C, cela est encore mieux.
Il y a donc trois principales questions auxquelles les compagnies minières devraient répondre lors de la première phase de caractérisation de rejets : 1) évaluer l'homogénéité des unités géologiques ou des différentes zones d'études et définir, au besoin, les nouvelles zones à l'intérieur de celles étudiées; 2) faire des suggestions préliminaires quant aux paramètres critiques pouvant présenter un danger pour l'environnement; 3) déterminer le nombre d'échantillons par l'unité géologique ou par la zone d'étude pour les analyses plus poussées de la phase 2 de caractérisation de rejets miniers?	C'est bien cela; mais attention, on parle des zones « environnementales » et non pas de zones définies en fonction du potentiel économique.
Est-ce l'équipe de l'UQAT pourrait donner des suggestions quant aux seuils de teneurs d'éléments chimiques en deçà desquels l'analyse minéralogique détaillée ne sera pas obligatoire. Est-il raisonnable d'utiliser les critères génériques A (teneurs de fond) de la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains du MDDELCC comme seuils de « préoccupation » pour les éléments polluants du sol?	L'IRME-URSTM-UQAT est d'avis que les analyses minéralogiques plus détaillées, avec la spéciation des éléments sensibles, devraient être réalisées systématiquement sur toutes les zones identifiées, peu importe les teneurs.
Donc, en toute circonstance, il faudrait procéder à des essais cinétiques.	Effectivement, ne serait-ce que pour confirmer l'absence de contamination.
À propos de l'analyse minéralogique : D'accord sur ce point. Cependant, en pratique, les informations détaillées ne sont pas toujours transmises dans l'étude d'impact soumise au MDDELCC. Le promoteur attend la réponse du Ministère avant de transmettre l'information même si on se doute qu'il l'a déjà en main.	Suggestion de l'IRME-URSTM-UQAT : cette information pourrait-elle être exigée dans l'étude d'impact?
À propos du 0,3% soufre dans la Dir019 : La D019 précise que c'est le soufre total...Est OK? Est-ce que ça devrait être les sulfures?	Selon l'IRME-URSTM-UQAT on ne devrait pas toucher au critère, mais plus de recherche devrait être effectuée pour préciser : en fonction de la minéralogie, de la libération, etc.

Commentaire du MDDELCC	Réponse de l'IRME-URSTM-UQAT
À propos des données minéralogiques pour l'interprétation des essais statiques : Cette information est rarement transmise par le promoteur. On devrait l'exiger pour les cas où PN et PA sont faibles.	L'IRME-URSTM-UQAT est d'accord; la minéralogie devrait être connue le plus précisément possible pour tous les cas.
À propos du potentiel de sorption en DNC : Comment les distinguer? Uniquement en fonction du pH? De manière pratique, ne devrait-on pas exiger systématiquement la caractérisation du potentiel de production de DNC si les résidus miniers ne sont pas acidogènes?	Voir la section sur les essais de sorption. Effectivement, le potentiel de génération de DNC devrait être défini lorsque non générateur de DMA.
À propos du choix de l'essai statique approprié : Si on veut règlementer ce paramètre, ce sera difficile d'inclure ce paramètre dans l'accréditation car cela dépend trop du type de résidu. Il faudra choisir une seule méthode et la faire appliquer par tous les laboratoires accrédités.	L'IRME-URSTM-UQAT est d'avis qu'on pourrait orienter le promoteur plutôt que d'avoir une seule méthode.
À propos du mouillage partiel lors des essais en colonne : On peut donc en conclure qu'il s'agirait du test à recommander pour avoir une estimation de la qualité des effluents liquides qui seraient rejetés.	Pour la qualité de l'eau, c'est celui qui s'en rapproche le plus.
Est-ce l'équipe de l'UQAT pourrait recommander la meilleure démarche à suivre afin d'évaluer le potentiel de génération de DNC aux étapes précoces des projets miniers, par exemple, l'utilisation de trois différents essais d'extraction pour chaque échantillon, soit le TCLP, le SPLP et le CTEU-9, ou d'autres?	L'IRME-URSTM-UQAT est d'avis qu'une bonne caractérisation minéralogique est la clé. Une combinaison de microscopie optique/électronique et de DRX permet d'élucider beaucoup d'éléments-clés sur les termes sources. Ensuite, il pourrait être pertinent de vérifier si des phénomènes de sorption pourraient causer un délai dans l'apparition du DNC. Enfin, on conseille de démarrer des essais cinétiques le plus tôt possible à partir des échantillons disponibles, tel que décrit dans le document.
Même commentaire que pour les essais d'extraction : est-ce que des études ont tenté de présenter les résultats en mg contaminants/Kg matériaux (minerai, résidus, stériles) pour ensuite utiliser une équation ou un modèle pour tenter de représenter l'évolution temporelle de la charge de contaminant contenu dans le lixiviat ? Par exemple, est-ce que des résultats d'essais d'extraction ont été combinés avec la représentation mathématique de la variabilité temporelle des concentrations de contaminants libérés?	Non, cela serait très risqué, surtout pour les essais de type TCLP/SPLP. On normalise souvent les réponses d'essais cinétiques en mg/kg, mais il est risqué d'adapter cela à d'autres échelles plus élevées (par exemple à partir d'essais cinétiques de laboratoire vers une halde ou un parc).

Commentaire du MDDELCC	Réponse de l'IRME-URSTM-UQAT
Le mouillage partiel permet d'obtenir la qualité des lixiviats plus proche de celle du terrain, mais la submersion complète permet de calculer les taux des réactions d'oxydation /neutralisation. Est-ce l'équipe de l'UQAT pourrait préciser quelle est la meilleur méthode pour évaluer avec plus de précision le potentiel de génération de DMA et DNC, le mouillage partiel ou la submersion complète?	Préférable de faire le mouillage complet, question de tout sortir les produits d'oxydation et de tout mouiller les surfaces; cela dit, les concentrations interstitielles sont recalculables à partir des teneurs en eau résiduelles. Il est également possible de varier le volume des rinçages au cours d'un essai, afin de voir l'influence des rapports liquide/solide différents sur la qualité du drainage.
Est-ce qu'il y aurait lieu que le MDDELCC standardise le protocole pour les essais cinétiques et éventuellement développe un domaine d'accréditation pour ces essais?	L'essai en colonne pourrait être standardisé tout en lui laissant sa flexibilité. De toute façon, la standardisation implique des révisions périodiques.
À propos des essais de sorption : « Est-ce qu'il y en a un, parmi ceux proposés, qui serait recommandé? »	Non, il reste encore beaucoup de travail à faire encore.
À propos des essais d'extraction : Est-ce qu'il ne serait pas à propos de reporter les résultats de ces tests en mg contaminants/kg de résidus ou de stériles ou de minerai ? Par exemple, est-ce que le ratio sol:eau de ces tests a été défini pour optimiser l'extraction des constituants solubles, plutôt qu'une représentativité des concentrations que l'on retrouve dans les lixiviats ? Est-ce que des études ont tenté de définir des modèles ou équations pour associer les résultats de ces tests en mg métaux/kg résidus avec les concentrations que l'on retrouve en réalité dans les lixiviats ?	Non, et il serait très risqué de le faire.
À propos du TCLP : Il me semble que cette problématique a surtout été soulevée lorsque l'échantillon contient peu de plomb. En utilisant conjointement avec le critère en mg/kg il y aurait moins de faux positif?	Cela en fait un essai conservateur qui conduit à une gestion prudente des rejets; on vise à être réaliste et non pessimiste nécessairement.
À propos des TCLP : Est-il possible de mettre plus d'emphasis sur la comparaison des résultats des tests TCLP avec les concentrations mesurées dans les lixiviats du minerai, des stériles, des résidus miniers selon les différents métaux, métalloïdes ou autres exploités, afin d'avoir une revue de littérature plus complète à ce sujet pour les TCLP ?	L'IRME-URSTM-UQAT y travaille, mais aucune donnée n'est disponible pour le moment. Le TCLP (et autres) n'est pas conçu pour prédire la concentration des métaux suite aux phénomènes géochimiques et hydrogéologiques ayant cours dans les aires d'empilement. Il ne devrait donc pas être utilisé à cette fin.

Commentaire du MDDELCC	Réponse de l'IRME-URSTM-UQAT
Si le TCLP sous-estime l'arsenic, l'antimoine ou le molybdène, est que ces paramètres sont rattrapés par le SPLP ou le CTEU-9? Est-ce qu'il serait possible de déterminer quel essai est le mieux adapté pour certains paramètres?	Effectivement, certains essais sont mieux pour certains éléments. En général, on devrait éviter le TCLP pour les métalloïdes et le Pb, tel que décrit dans le rapport. Par contre, cela demeure inconnu pour plusieurs éléments.
À propos des essais d'extraction : Qu'en est-il de la représentativité de ces tests pour les résidus qui seront submergés pour leur entreposage ? Ou encore pour les résidus particulièrement alcalins comme ceux des mines d'or qui utilisent un procédé de cyanuration ? Ou encore des résultats de ces tests selon différentes conditions d'oxygénation pour reproduire l'évolution du potentiel rédox au fil des ans que dure l'entreposage ?	Cela est une bonne question pour laquelle il n'existe pas de données probantes.
À propos des essais d'extraction : Existe-t-il une liste standardisée exhaustive de composés à analyser lors des tests d'extraction? Dans certains cas, les listes fournies sont plutôt courtes.	Les compagnies analysent les métaux normés, sans nécessairement étendre leur investigation aux éléments non normés.
À propos des essais d'extraction : Quels sont les contaminants qui peuvent être mesurés avec chacun de ces tests, incluant les sulfures, fluorures, chlorures, phosphore ?	À priori, il n'y a pas de contrainte aux analyses, sauf indication contraire de certains tests (p. ex. : Na avec le TCLP, puisqu'on en retrouve beaucoup dans le liquide d'extraction, ou encore NO ₃ et SO ₄ en SPLP)
À propos des essais d'extraction : Finalement, quel test est recommandé?	Aucun test n'est parfait; lorsqu'on ajoute ces informations aux autres informations obtenues par les autres méthodes, cela permet de mieux guider la décision. En Europe, on propose le test ANC qui balaie une large plage de pH.
À propos des essais d'extraction : Considérant que le minerai est généralement broyé très fin, ceci peut libérer des matières qui ne sédimentent pas ou très peu, comme par exemples les chlorites. Quels seraient les tests les plus appropriés pour évaluer la turbidité des lixiviats ? Il est important de souligner que l'eau du nord du Québec est souvent particulièrement limpide.	Cet aspect n'a pas été étudié.
À propos des essais d'extraction : Est-ce qu'il existe des modèles qui utilisent les résultats de ces tests pour estimer la concentration des contaminants retrouvés dans les lixiviats des parcs à résidus ou à minerai ou des haldes à stériles ? Est-il possible de compléter ce rapport avec une revue de littérature des modèles qui existent et tenter d'évaluer leur application possible au Québec ?	Les essais d'extraction ne devraient pas être utilisés pour cela, il faut utiliser les essais cinétiques pour le faire.

Commentaire du MDDELCC	Réponse de l'IRME-URSTM-UQAT
<p>Approche de caractérisation : Il aurait été intéressant d'avoir l'avis des auteurs sur les modèles utilisés par certains consultants pour prédire la qualité des eaux provenant des parcs à résidus, des haldes à stériles, etc.</p>	<p>Le rapport porte sur les outils de caractérisation et non sur la reproduction/prédiction de l'échelle de terrain. Cela étant dit, il faut demeurer très prudent avec ces modèles.</p>
<p>La conclusion quant à la lixiviation potentielle de rejets miniers est attribuée ici à la phase 3 de caractérisation de rejets, qui correspond plutôt à l'étape du suivi environnemental <i>in situ</i>. Cependant, il est nécessaire d'évaluer le potentiel de lixiviation des rejets miniers aux étapes initiales des projets miniers, en même temps avec la conclusion relative à leur potentiel de génération d'acide. En effet, il faut classer les résidus pour choisir les mesures d'étanchéité des aires d'accumulation avant le début de leur construction, c'est-à-dire, lors de la phase 2 de caractérisation de rejets miniers.</p>	<p>S'il est possible de démarrer des essais <i>in situ</i> avant l'opération, pourquoi pas? La plupart du temps, les essais <i>in situ</i> sont seulement possibles avec les opérations. Cela étant dit, on est ouverts à modifier la figure.</p>