



**HAL**  
open science

## Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide

Hassan Bouzahzah, Mostafa Benzaazoua, Bruno Bussière, Benoît Plante

### ► To cite this version:

Hassan Bouzahzah, Mostafa Benzaazoua, Bruno Bussière, Benoît Plante. Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. Environnement, Ingénierie & Développement, 2014, N°66 - mars 2014, pp.14-31. 10.4267/dechets-sciences-techniques.340 . hal-03161738

**HAL Id: hal-03161738**

**<https://hal.science/hal-03161738>**

Submitted on 8 Mar 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

## Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide

**BOUZAHZAH Hassan, BENZAAZOUA Mostafa, BUSSIÈRE Bruno, PLANTE Benoît**

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue 445, boulevard de l'université, Rouyn-Noranda (QC), J9X5E4

**Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : Hassan.Bouzahzah@uqat.ca**

### RESUME

Les rejets miniers sulfurés, comme les stériles et les résidus de concentrateurs, lorsqu'ils sont soumis à l'action de l'eau et de l'oxygène atmosphériques peuvent générer du drainage minier acide (DMA) suite à l'oxydation des minéraux sulfurés qu'ils contiennent. Le DMA est considéré comme le plus important problème environnemental auquel l'industrie minière fait face, et vue la gravité des dommages que ce phénomène peut avoir sur l'environnement, sa prédiction est d'importance capitale. Une prédiction fiable est capable de déterminer le type et les coûts liés à la restauration des sites miniers générateurs de DMA. Elle se fait à l'aide des tests statiques et des essais cinétiques. Les tests statiques permettent de faire un bilan instantané entre le potentiel de génération d'acide (AP) et de sa neutralisation (NP). Les tests statiques sont largement utilisés pour classer les rejets miniers comme générateurs d'acidité ou non, en se basant sur le Pouvoir Net de Neutralisation ( $PNN=PN-PA$ ) et/ou le rapport  $PN/PA$ . Cependant, cette classification est caractérisée par une zone relativement large où les rejets miniers sont incertains en termes de leur pouvoir de génération d'acide (PGA). Dans ce cas, on fait appel aux essais cinétiques qui soumettent les rejets miniers à une oxydation accélérée et contrôlée au laboratoire, et renseignent sur les taux des réactions d'oxydation-neutralisation, le temps de latence avant la génération du DMA et la chimie des effluents, permettant ainsi, une classification plus réaliste des rejets miniers. Dans ce papier, les différents types des tests statiques et essais cinétiques utilisés par l'industrie minière sont décrits et comparés avec leurs avantages et limites. Des tableaux de synthèses issus d'une importante revue de littérature sur ces outils sont présentés.

**MOTS-CLÉS :** Drainage minier acide, prédiction, tests statiques, essais cinétiques, cellule humide ASTM, minéralogie.

### ABSTRACT

Sulfidic mine wastes like tailings and waste rocks may generate acid mine drainage (AMD) when their sulfide minerals oxidize in contact with oxygen and water. AMD is considered the most significant environmental problem associated with the mining industry and therefore its prediction is of utmost importance. A reliable prediction enables to determine the type and cost of mine site remediation. AMD prediction is realized using static and kinetic testing. Static testing corresponds to acid-base accounting, which is the balance between the acid generating potential (AP) and acid neutralizing potential (NP). Static tests are widely used to determine the net neutralization potential ( $NNP=NP-AP$ ) and/or the  $NP/AP$  ratio. However, this classification method involves an uncertainty area when AP and NP values are similar. In these cases, kinetic testing is used to rule out the acid generating potential of the wastes. Kinetic testing submits the material to an accelerated and controlled weathering process and gives information on the rates of sulfide oxidation and acid neutralization, the lag time before the onset of AMD, and the quality of the leachates. In this paper, the different static and kinetic tests are reviewed and compared with regards to their advantages and limits. The extensive literature review is summarized into tables on AMD prediction techniques.

**KEYWORDS :** Acid mine drainage, prediction, static tests, kinetic tests, ASTM humidity cell, mineralogy.

# Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide

BOUZAHZAH Hassan, BENZAAZOUA Mostafa, BUSSIÈRE Bruno et PLANTE Benoît

## I. Introduction

L'exploitation des ressources organiques et minérales ont grandement contribué au développement des sociétés humaines et ce, depuis la naissance de l'humanité jusqu'à nos jours. L'épanouissement de ces sociétés a toujours été étroitement lié aux ressources naturelles qu'elles exploitent, notamment les métaux et les minéraux au point de marquer les premiers pas de l'homme vers la civilisation (âge de cuivre, bronze et fer). Les substances minérales, essentielles au développement de la civilisation contemporaine poussent à une demande mondiale en métaux toujours croissante. En dépit de son utilité et de ces retombées économiques très appréciables, cette activité minière génère malheureusement de très grandes quantités de rejets liquides et solides. Les rejets solides, seuls considérés dans cet article, sont principalement constitués de stériles et de rejets de concentrateur. Les stériles contiennent généralement de faibles teneurs en métaux et sont entreposés sous forme d'empilements appelés haldes à stériles. Les rejets de concentrateur (tailings) sortant des usines d'enrichissement

du minerai sont habituellement acheminés sous forme de pulpe vers un bassin de décantation appelé parc à résidus où les rejets sont confinés à l'aide de la topographie et de digues de retenue étanches.

Les rejets générés par l'industrie minière constituent souvent une source de contamination environnementale. Cette dernière est liée à leur instabilité physique (cas des haldes à stériles et les digues de retenue des parcs à résidus), mais aussi et surtout à leur instabilité chimique suite à leurs interactions avec l'atmosphère, en particulier avec l'eau et l'air. En effet, les rejets miniers solides peuvent contenir des quantités parfois non négligeables en minéraux métalliques non exploitables, tels que les sulfures de Fe. Ces derniers, lorsqu'exposés naturellement à l'action de l'air (oxygène) et de l'humidité (eau), s'oxydent et génèrent de l'acidité. Ce phénomène est appelé drainage minier acide (DMA).

Cet article commence par définir succinctement le drainage minier acide et les processus de sa formation et de sa neutralisation. Ensuite, une description synthétique (avec tableaux) des tests statiques et des essais cinétiques de prédiction du

**Tableau I. Réactions d'oxydation par l'oxygène et par le fer ferrique des principaux minéraux sulfurés (Walder et Schuster 1998 ; Bussière et al. 2005 de Rimstidt 1994).**

Minéraux sulfurés	Réactions d'oxydation	Équation
<b>Oxydation des minéraux sulfurés sous l'action de l'oxygène (pH neutre)</b>		
Pyrrhotite	$Fe_{(1-x)}S + (2 - \frac{1}{2}x)O_2 + xH_2O \rightarrow (1-x)Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 2xH^+$	(2)
Arsénopyrite	$4FeAsS + 11O_2 + 6H_2O \rightarrow 4Fe^{2+} + 4H_3AsO_3 + 4SO_4^{2-}$	(3)
Chalcopyrite	$CuFeS_2 + 4O_2 \rightarrow Cu^{2+} + Fe^{2+} + 2SO_4^{2-}$	(4)
Sphalérite	$ZnS + 2O_2 \rightarrow Zn^{2+} + SO_4^{2-}$	(5)
Galène	$PbS + 2O_2 \rightarrow Pb^{2+} + SO_4^{2-}$	(6)
<b>Oxydation des minéraux sulfurés sous l'action du Fe<sup>3+</sup> (pH acide)</b>		
Pyrrhotite	$Fe_{(1-x)}S + (8-2x)Fe^{3+} + 4H_2O \rightarrow (9-3x)Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 8H^+$	(7)
Arsénopyrite	$FeAsS + 11Fe^{3+} + 7H_2O \rightarrow 12Fe^{2+} + H_3AsO_3 + 11H^+ + SO_4^{2-}$	(8)
Chalcopyrite	$CuFeS_2 + 16Fe^{3+} + 8H_2O \rightarrow Cu^{2+} + 17Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 16H^+$	(9)
Sphalérite	$ZnS + 8Fe^{3+} + 4H_2O \rightarrow Zn^{2+} + 8Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 8H^+$	(10)
Galène	$PbS + 8Fe^{3+} + 4H_2O \rightarrow Pb^{2+} + 8Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 8H^+$	(11)

DMA est présentée avec leurs limites et avantages. Le lecteur trouvera une très riche littérature qui traite du DMA à travers la conférence internationale sur le drainage minier acide (ICARD) et le programme canadien NEDEM, ainsi qu'à travers de nombreux articles de revue dont *Blowes et Ptacek (1994)*, *Evangelou (1995)*, *Nicholson et Scharer (1994)*, *Nordstrom et Alpers (1999)*.

## 2. Processus de formation du drainage minier acide (dma) et sa neutralisation

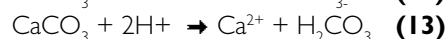
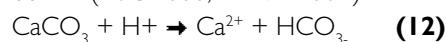
Les deux minéraux sulfurés les plus fréquemment rencontrés dans les rejets miniers sont la pyrite et la pyrrhotite. L'équation générale d'oxydation de la pyrite sous l'action de l'eau et de l'oxygène générant du DMA est présentée à l'équation 1 et déroulent en trois étapes dont les détails se trouvent dans *Evangelou 1995; Blowes et al. 1998; Mylona et al. 2000; Nicholson et al. 1988*.



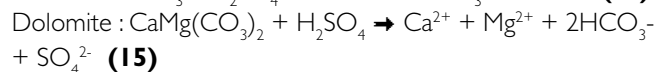
Le rôle de la pyrrhotite dans la formation du DMA est similaire à celui de la pyrite mais de plus grande ampleur. En effet, le taux d'oxydation de la pyrrhotite est de 20 à 100 fois plus élevé que la pyrite à l'air libre (*Nicholson et Scharer 1994*). Dans les rejets miniers, la pyrite et la pyrrhotite peuvent être associées à des quantités parfois considérables d'arsénopyrite, surtout dans les gisements aurifères (où Au est souvent associés à As). La chalcopyrite, la sphalérite et la galène sont aussi susceptibles de se retrouver dans les rejets miniers mais à des quantités résiduelles nettement inférieures après leur concentration pour les métaux de bases. Le Tableau 1 présente leurs réactions d'oxydation par l'oxygène et le  $\text{Fe}^{3+}$ . Près de la neutralité, la chalcopyrite, la sphalérite (non ferrifère) et la galène ne génèrent, en principe, pas d'acidité (équations 2 à 6). Cependant, leur oxydation sous l'action du  $\text{Fe}^{3+}$  génère de l'acidité comme le montrent les équations 7 à 11.

Les résidus miniers quand ils contiennent des minéraux sulfurés en quantité plus ou moins importante sont toujours générateurs de DMA. Cependant, quand ils contiennent des minéraux ayant un potentiel de neutralisation supérieur à la capacité de génération d'acidité, ils deviennent non générateurs de DMA. Dans ces conditions, l'acidité produite par l'oxydation des sulfures est en totalité neutralisée par la dissolution des carbonates (et certains silicates) qui maintiennent le milieu à des pH proche de la neutralité. On parle de drainage minier neutre (*Holmström et al. 1999; Pépin 2009; Plante 2010*). Les minéraux carbonatés, en raison de leur cinétique de réaction élevée, engendrent le plus grand potentiel de neutralisation, plus particulièrement les carbonates de calcium et de magnésium, comme la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), la magnésite ( $\text{MgCO}_3$ ), la dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) et l'ankérite ( $\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg},\text{Mn})(\text{CO}_3)_2$ ) (*Miller et al. 1991; Plante et al. 2012*). Les mécanismes de neutralisation du DMA par la calcite sont illustrés dans les équations 12 à 13. À des pH neutres

(aux environs de 6,5 – 7), la dissolution d'une mole de calcite consomme une mole de  $\text{H}^+$  (équation 12) (*Blowes et al. 1998; Dold 2005*). Cette dissolution augmente la quantité d'ions bicarbonates ( $\text{HCO}_3^-$ ) en solution ce qui augmente le potentiel de neutralisation du milieu. À pH neutre (~7), c'est l'ion bicarbonate ( $\text{HCO}_3^-$ ) qui prédomine, mais quand le pH diminue ( $\text{pH} < \sim 6,3$ ), l'acide carbonique ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ) devient dominant et double la capacité de neutralisation de la calcite (équation 13) où une mole de calcite consomme deux moles de  $\text{H}^+$  (*Dold 2005; MEND 2009*).



Globalement, les réactions de neutralisation de l'acide sulfurique issu de l'oxydation de la pyrite, par la calcite et la dolomite sont illustrées par les équations 14 et 15. L'équation 14 montre, du point de vue stœchiométrique, qu'il faut deux moles de calcite pour neutraliser une mole d'acide sulfurique alors qu'une seule mole de dolomite est nécessaire pour neutraliser une mole d'acide sulfurique (équation 15) ce qui lui confère un plus grand potentiel de neutralisation.



Par contre, les carbonates n'ont pas tous la même cinétique de réactivité et la même capacité à neutraliser l'acide produit par l'oxydation des sulfures (*Bouzahzah 2013*). *Blowes et Ptacek (1994)* classent les carbonates selon leur taux de réactivité dans l'ordre décroissant suivant : calcite > dolomite > Mg-ankérite > ankérite > sidérite. La cinétique de dissolution de la calcite est la plus rapide ce qui lui confère le meilleur pouvoir de neutralisation et permet de maintenir le milieu dans des conditions de pH neutre (entre 6,5 et 7,5). Plusieurs travaux considèrent que la sidérite ne possède pas de pouvoir de neutralisation (*Paktunc 1999b; Frostad et al. 2003; Barnes et al. 2009*). En effet, la part d'acide neutralisée par la sidérite est annulée par l'acidité générée par l'hydrolyse de son fer dissout; ce qui sera expliqué plus loin. L'autre principale classe de minéraux ayant un potentiel de neutralisation est celle des silicates mais leur participation demeure assez faible par rapport aux carbonates à cause de leurs faibles cinétiques de dissolution (*Frostad et al. 2003*). Cependant, les silicates peuvent parfois assurer, à eux seuls, toute la neutralisation de l'acidité à l'intérieur des rejets miniers (*Pépin 2009; Plante et al. 2010*).

## 3. Prédiction du drainage minier acide

Les exploitations minières peuvent perturber de manière significative l'environnement si des mesures de contrôle strictes ne sont pas mises en place. Ces perturbations peuvent être de natures physiques (modification des paysages) et chimiques suite à la déstabilisation des minéraux sulfurés déplacés de leur emplacement initial dans les gisements profonds et raménés en surface causant ainsi la formation du DMA. Le stockage des rejets miniers de façon à contrôler le DMA, constitue un véritable défi environnemental pour les compagnies minières

ce qui les pousse à statuer sur la réelle capacité de leurs rejets à générer de l'acidité afin de les gérer de manière sécuritaire et de restaurer leurs sites après la cessation de leurs activités. Les coûts et les méthodes de gestion, de stockage des rejets, ainsi que les méthodes de restauration des sites miniers dépendent de leur capacité à générer du DMA. Les coûts de restauration de sites générateurs d'acidité sont beaucoup plus grands que pour ceux non générateurs ce qui exige une prédiction précise et fiable du DMA.

Afin de guider l'industrie minière dans le choix des méthodes de stockage des rejets miniers et de restauration de leurs sites en fonction de leur nature relative à la production du DMA, plusieurs outils de prédiction sont disponibles. Les plus utilisés sont les tests statiques et les essais cinétiques (Plante 2004; Benzaazoua et al. 2001, 2004; Villeneuve. 2004; Villeneuve et al. 2009; MEND 1991, 2009; Plante et al. 2012). Les tests statiques dressent le bilan entre le potentiel d'un rejet à produire de l'acidité (PA) et son potentiel à la neutraliser (PN) (Sobek et al. 1978; Lawrence et Wang 1997; MEND 2009). Ils ont la particularité d'être très rapides à réaliser donnant ainsi des résultats généralement à l'intérieur d'une journée. Cependant, les tests statiques ne sont pas capables d'informer sur le comportement environnemental que peut avoir les rejets dans les conditions in situ. Pour se faire, on fait appel aux essais cinétiques qui simulent une altération naturelle plus ou moins accélérée des rejets miniers dans des conditions contrôlées en laboratoire, ou sur le terrain (pour considérer les effets climatiques tels que la température, les précipitations, et le gel-dégel, etc.).

### 3.1 Tests statiques

Il existe trois principaux types de tests statiques qui sont généralement utilisés par l'industrie minière : les essais NAG (Net-Acid Generation tests), les tests statiques chimiques et minéralogiques. Les essais NAG se déroulent en une seule étape alors que les tests statiques chimiques et minéralogiques se déroulent en deux étapes distinctes qui sont (1) la détermination du PA relié à la présence des minéraux générateurs d'acidité (acidogènes) et (2) la détermination du PN associé aux minéraux neutralisants (acidivores). Les principaux tests statiques et leurs propriétés sont résumés dans les Tableaux 1.2 et 1.3.

#### 3.1.1 Les essais NAG

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

où le pH et la température sont enregistrés durant les réactions d'oxydation et de neutralisation. Dans un essai NAG cinétique, les profils de pH et 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 dissous 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) et MEND (2009).

#### 3.1.2 Tests statiques chimiques

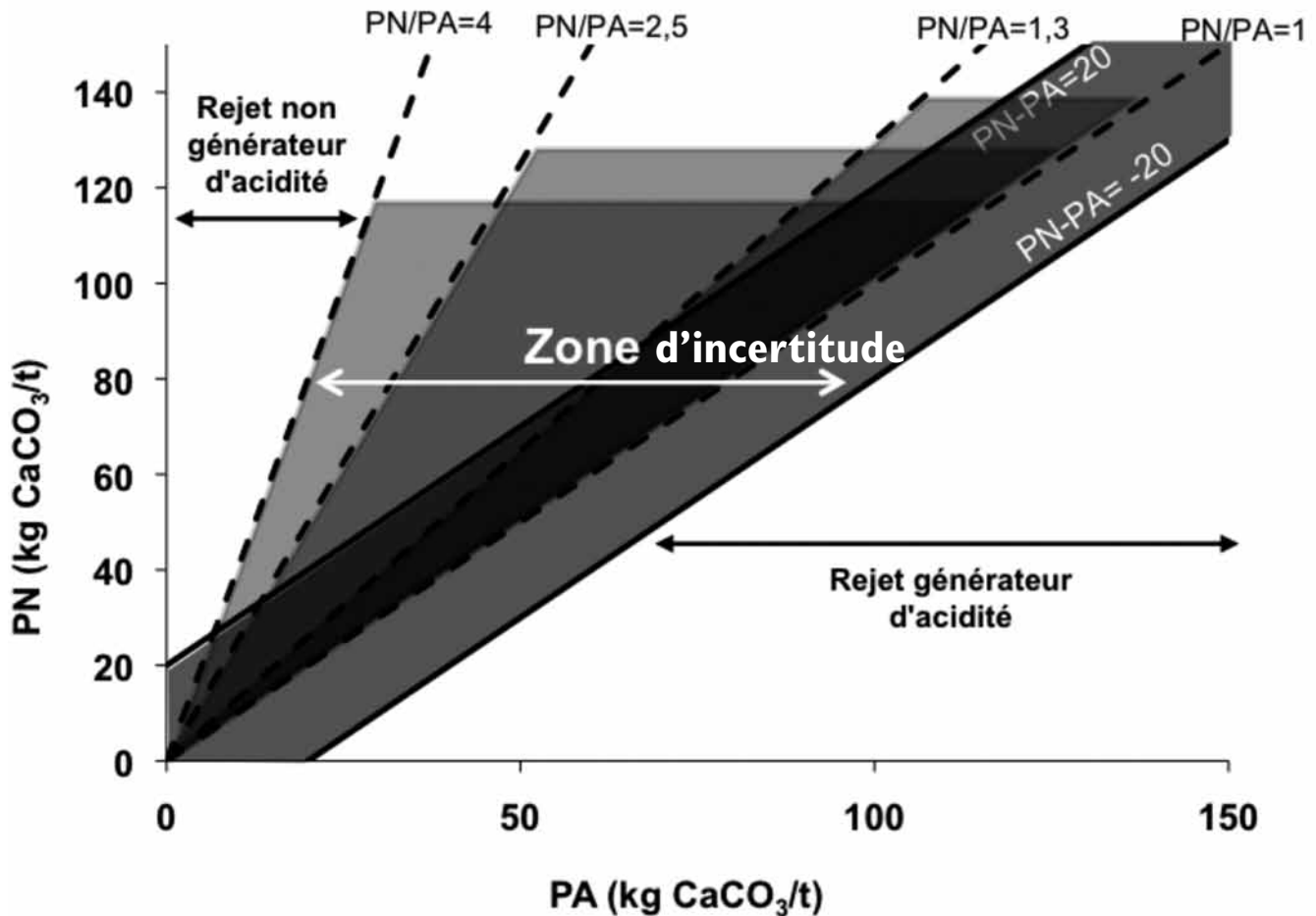
Le premier test statique chimique qui a été développé pour l'industrie minière comme moyen de prédiction du DMA est le test de Sobek (Sobek et al. 1978; Miller et al. 1991; Lawrence et Wang, 1997; Skousen et al. 1997; Jambor et al. 2003). Pour la détermination du PN, la méthode de Sobek et al. (1978) commence par un test préliminaire appelé test de fizz. Ce test consiste à ajouter quelques gouttes d'HCl à environ 1 à 2 grammes d'échantillon et d'évaluer visuellement l'effervescence. L'intensité de l'effervescence (nulle (N), faible (F), modérée (M) ou forte (F)) estimée par un opérateur, détermine la concentration et le volume de l'acide chlorhydrique à ajouter à l'échantillon pour sa digestion en vue de la détermination de son PN (Tableau 2). 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 (0.1N) jusqu'à un pH final de 7.0 ( $\pm 0.02$ ) pour évaluer l'acidité restante (non consommée par les minéraux neutralisants) et par conséquent, la détermination du PN. Le PA est calculé plus facilement en utilisant le soufre total de l'échantillon (déterminé par analyse chimique) et en le multipliant par un coefficient stœchiométrique de 31,25 (Tableau 2). Lawrence et Wang (1997) ont suggéré une modification du test de Sobek et al. (1978) en utilisant la même méthodologie sans toutefois bouillir l'échantillon ce qui éviterait une surestimation du PN causée par le chauffage de l'échantillon et qui ferait réagir des minéraux relativement réfractaires (silicates comme les plagioclases, les pyroxènes et les olivines, Lapakko 1994; Frostad et al 2003) qui ne réagiraient pas dans les conditions naturelles comme sur un site minier. Dans la méthode de Lawrence et Wang (1997), on ajoute nettement moins d'acide à l'échantillon et en plusieurs étapes (à 0h, 2h et après 22h) afin de garder le pH de la pulpe entre 2,0 et 2,5. La titration de l'acide restant se fait avec du NaOH en utilisant un pH final de titration à 8,3. Le PA est déterminé de la même façon que la méthode de Sobek originale sauf que seul le soufre lié aux sulfures est considéré dans le calcul ce qui donne une évaluation plus réaliste du PA, particulièrement si l'échantillon contient des sulfates (cas d'un échantillon déjà oxydé).

**Tableau 2. Liste des différents tests statiques chimiques avec leurs détails. Tous les potentiels d'acidification et de neutralisation**

Tests statiques	Equations de calculs	Équation	Détails
Sobek et al. (1978)	$PN = \frac{50a [x-y (b/a)]}{C}$ $PA = 31,25\% S_{total}$	(16) (17)	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
Sobek et al. (1978) modifiée par Lawrence et Wang (1997)	PN= formule pareille que celle de Sobek et al. mais procédure différente  $PA = 31,25\% S_{sulfate}$ $\% S_{sulfure} = \% S_{total} - \% S_{sulfate}$	(18) (19)	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
Sobek et al. (1978) modifié par : Jambor et al. 2003 Skoussen et al. 1997 Steawart 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)		- Test de Fizz et ajout de HCl identique à la méthode de Sobek et al. (1978) original - Titration avec du NaOH et du H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> pour l'oxydation et/ou l'hydrolyse du Fe, Al, Mn
Carbone inorganique (Lawrence and Wang, 1996; Frostad et al., 2003; Lawrence et al 1989; Norecol 1991)	$PNC = \% C_{inorg} \cdot \frac{M_{caco3}}{Mc} \cdot \frac{1000 \text{ Kg/t}}{100 \%}$ $PNC = \% C_{inorg} 83,33$ $PA = 31,25\% S_{sulfate}$	(20) (21) (22)	Aucune titration
Carbone inorganique corrigé par Plante et al. (2012)	$PNCC = PNC - 8,64 \times (\%FeCO_3)$	(23)	Aucune titration
Sobek et al. (1978) modifié par Bouzahzah (2013)	$V_{HCl} = \sum_{i=1}^k \left( \frac{2 \times \left( \frac{m_i \times X_i}{PM_i} \right)}{N_{HCl}} \times 1000 \right)$ $V_{HCl} = \frac{2 \times \left( \frac{m_s \times C}{PM_{calcite}} \right)}{N_{HCl}} \times 1000$	(24) (25)	V <sub>HCl</sub> : représente le Fizz quantitative pour déterminer la quantité d'HCl nécessaire à la digestion de l'échantillon en fonction de sa minéralogie (équation 24) ou en fonction de sa teneur en carbone inorganique total (équation 25). La digestion doit se faire avec ajustement du pH (Bouzahzah 2013) - Le PN est calculé par l'équation (16) avec une titration au NaOH et du H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> pour l'oxydation et/ou l'hydrolyse du Fe, Al, Mn - Le PA est calculé par l'équation (18)

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

Légende	Remarques
<p>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)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Très utilisé en Amérique du Nord particulièrement au Canada.</li> <li>- Test très agressif : condition de digestion très acide et sous forte température (90°C)</li> <li>- Pourrait surestimer le PN si des silicates réfractaires se dissolvent</li> <li>- Surestime le PN si l'échantillon contient une quantité importante de Fe-Mn carbonates, et Fe-Mn-Al-silicates neutralisants</li> <li>- Pourrait surestimer le PA si du soufre sulfates existe dans l'échantillon</li> <li>- Test rapide (quelques heures)</li> </ul>
<p>S<sub>total</sub> : soufre total (%massique)            S<sub>sulfure</sub> : soufre sous forme sulfure            S<sub>sulfate</sub> : soufre sous forme sulfates</p> $31,25 = \frac{M_{\text{cacq}}}{M_s} \times \frac{1000 \text{ kg/t}}{100 \%} = 10 \times \frac{100\text{g/mol}}{32\text{g/mol}}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Minimise les risques d'erreur du test original (T ambiante)</li> <li>- La quantité très insuffisante de l'acide nécessaire pour la digestion risque de sous-estimer le PN</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mêmes erreurs que dans la méthode de Sobek et al (1978) originale.</li> <li>- La titration avec le peroxyde est le point fort de la modification proposée par les auteurs</li> </ul>
<p>PNC: Potentiel de neutralisation des carbonates            C<sub>inorg</sub> : teneur en carbone inorganique (%massique)            M<sub>CaCO<sub>3</sub></sub> : masse molaire de la calcite (g/mol)            M<sub>C</sub> : masse molaire du carbone (g/mol)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Il suppose que tout le carbone de l'échantillon est sous forme carbonates.</li> <li>- 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.</li> <li>- Aucune considération des silicates neutralisants</li> </ul>
<p>PNC: Potentiel de neutralisation des carbonates (kg CaCO<sub>3</sub>/t)            PNCC : Potentiel de neutralisation des carbonates corrigé (kg CaCO<sub>3</sub>/t)</p>	<p>La validité de la correction est limitée par la précision de la détermination quantitative de la sidérite par les techniques minéralogiques</p>
<p>V<sub>HCl</sub> : Volume calculé d'HCl pour dissoudre 1g d'éch. (mL),            m<sub>i</sub> : masse du minéral carbonaté i (g)            X<sub>i</sub> : pourcentage du minéral carbonaté i dans l'échantillon (wt. %)            PM<sub>i</sub> : poids moléculaire du minéral carbonaté i            N<sub>HCl</sub> : molarité du HCl            1000 facteur de conversion pour convertir le volume HCl (mL). K est le nombre de minéraux carbonatés            C : teneur en C inorganique total de l'échantillon (wt.%)            m<sub>s</sub> : masse de l'échantillon (g),            PM<sub>calcite</sub> : poids moléculaire de la calcite (g/mol)</p>	<p>L'auteur propose plusieurs méthodes de digestion. La méthode dite « VHCL » avec ajustement du pH est utilisée si la teneur en carbone inorganique totale ou la composition minéralogique de l'échantillon sont connues avec précision. La méthode « Max.VHCL » ou « digestion avec ajout séquentiel de HCl » sont utilisées quand aucune information n'est disponible sur l'échantillon.</p>



**Figure 1. Représentation graphique de l'interprétation des tests statiques en fonction du PNN et du NPR (PN/PA) : définition des zones de génération et de consommation d'acide, et d'incertitude.**

Kwong et Ferguson (1997) ont proposé une autre modification au 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 (48h et une semaine) pour prendre en considération la cinétique de dissolution plus ou moins lente des 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 24h, 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). En effet, les auteurs démontrent après avoir soumis les échantillons post-test statique à une analyse par diffraction des rayons X, que le test de Sobek modifié par Lawrence et Wang (1997) d'une durée de 24h ne permet pas une dissolution complète de la dolomite et la sidérite contrairement à la calcite qui a complètement disparu.

Une méthode très simple de détermination du PN mais fondamentalement différente des méthodes de Sobek originales

et modifiées, est la méthode appelée Pouvoir de Neutralisation des Carbonates ou PNC (Norecol 1991; Frostad et al. 2003). Elle est basée sur la teneur totale en carbone inorganique de l'échantillon obtenue 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 donc sous-estimerait le PN (Kwong 1993; Blowes et al. 1998; Morin et al. 1988; Plante et al. 2010). 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 sidérite pure (FeCO<sub>3</sub>) pour ne prendre que cet exemple, considérée comme un carbonate non neutralisant (Paktunc 1999b; Barnes et al. 2009), si elle est présente dans un échantillon, le PNC est surestimé proportionnellement à la quantité de la sidérite qu'il contient. En effet, l'acidité que la sidérite est capable de neutraliser naturellement par l'alcalinité qu'elle produit, est libérée suite à l'oxydation du Fe<sup>2+</sup> (qu'elle relâche) en Fe<sup>3+</sup>, puis son hydrolyse et sa précipitation subséquente in situ sous forme d'hydroxydes (MEND 1991; Skousen et al. 1997; Jambor et Blowes 1998). En laboratoire lors des essais statiques basés sur la méthode de Sobek, ces réactions peuvent également



se produire lors de la dissolution des carbonates de Fer-Mn (sidérite, ankérite...) sous l'action du HCl (étape de digestion de l'échantillon) et durant l'étape de titration (avec du NaOH). Pour prendre en considération la génération de l'acidité par le Fe et le Mn (voire l'Al des silicates) lors de la détermination du PN avec le test statique de Sobek, Skousen *et al.* (1997), Jambor *et al.* (2003), Stewart *et al.* (2006) ont proposé l'ajout du peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) lors de la titration de la pulpe (en plus du NaOH) pour forcer l'oxydation et l'hydrolyse des éléments chimiques hydrolysables en libérant ainsi l'acidité qui sera considérée lors de la titration. L'ajout du  $H_2O_2$  permet d'obtenir une estimation plus correcte du PN. En se basant sur ses 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 Corrigé, Tableau 2). Cette correction est valable uniquement quand la sidérite est de stœchiométrie pure ( $FeCO_3$ ).

Une autre source d'erreur toute aussi importante liée aux protocoles des tests statiques basés sur la méthode de Sobek est celle liée au test de Fizz qui consiste à estimer l'intensité de l'effervescence de l'échantillon pour déterminer la quantité d'acide chlorhydrique nécessaire à sa digestion pour la détermination de son PN. L'effervescence de l'échantillon lors du test de Fizz est estimée par un opérateur et peut être très subjective, surtout quand l'échantillon n'est pas très réactif ou quand il contient des carbonates non ou très peu "effervescents". En effet, Lawrence *et Wang* (1997) ont évalué l'impact du test de Fizz sur le PN de 112 échantillons (roches et rejets miniers) et 8 standards certifiés; Skousen *et al.* (1997) et Frostad *et al.* (2003) ont fait le même test respectivement sur 17 et 31 échantillons en les soumettant à différents laboratoires. Leurs résultats montrent une variabilité dans l'estimation du fizz pour un même échantillon donnant des valeurs de PN différentes. Plus la valeur du Fizz était élevée, plus le PN l'était aussi. En se basant sur ces travaux, Bouzahzah (2013) propose une équation pour quantifier le Fizz (Tableau 2) au lieu de son estimation visuelle qui représente une faiblesse majeure des tests statiques basés sur la méthode de Sobek. L'auteur propose quelques protocoles clairs, précis et fiables basés sur la méthode de Sobek en tirant profit et en combinant tous les développements proposés dans la littérature qui peuvent être choisis en fonction de la composition minéralogique des rejets.

### 3.1.3 Test statiques minéralogiques

Afin d'améliorer la prédiction obtenue à l'aide des tests statiques, certains auteurs ont proposé la prise en considération de la minéralogie de l'échantillon dans la détermination du PA et du PN. Le Tableau 3 résume les principales approches. Kwong (1993), Lapakko (1994), Li (1997), Lawrence *et Scheske* (1997), *et Paktunc* (1999a,b) *et Bouzahzah* (2013a) proposent des calculs basés sur la somme des contributions individuelles de chaque minéral dans la production de l'acidité et sa neutralisation donnant ainsi, selon ces auteurs, une estimation plus juste des PA et PN.

Lapakko (1994) propose un calcul du PN très simple basé sur la participation de la calcite et la magnésite assumant qu'elles sont seules responsables de la neutralisation. Cette méthode ne prend pas en compte les autres minéraux carbonatés (tels que l'ankérite et la dolomite) et les silicates neutralisants. Kwong (1993) a utilisé la réactivité des minéraux tel 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 dans une seule formule. 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 (comme le Fe et Mn dans les carbonates). Paktunc (1999a,b) propose une autre formulation pour le calcul du PN qui remédie à cette limite en prenant en considération la somme des coefficients stœchiométriques des cations oxydables dans les carbonates (coefficient  $C_i$ ). Plante *et al.* (2012) utilise 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 il est proportionnel à la quantité de la substitution du Fe par le Ca et le Mg.

Pour calculer le PN, les essais statiques minéralogiques considèrent la contribution individuelle des minéraux neutralisants en considérant leurs proportions dans l'échantillon et leurs réactivités relatives. Pour calculer le PA minéralogique, la méthode de Paktunc est la plus utilisée, mais elle ne considère pas la réactivité relative des minéraux sulfurés comme c'est le cas pour calculer le PN. Pour remédier à cette limite, Bouzahzah *et al.* (2013a) ont proposé une modification de l'équation de Paktunc (Tableau 3) pour calculer le PA en considérant la réactivité relative des sulfures les plus communs (chalcopyrite, sphalérite, arsénopyrite, galène) qui a été évalué par un essai cinétique en se basant sur leur taux de production de l'acidité. Les quatre sulfures considérés produisent de l'acidité à des taux variables ce qui constitue un facteur qui doit être pris en compte dans le calcul du PA.

### 3.1.4 Interprétation des résultats des tests statiques

La classification des rejets miniers est basée sur une comparaison entre le PA et le PN obtenus par les tests statiques. Il existe deux critères de classification, qui sont le pouvoir net de neutralisation ( $PNN=PN-PA$ ) et le NPR (rapport  $PN/PA$ ). Cette classification est différente selon les différents auteurs et selon le PNN ou le NPR. L'ensemble de ces critères est représenté graphiquement à la Figure 1. Sur cette figure et pour chaque critère de classification, il y a deux zones pour lesquelles la nature des rejets miniers est bien classifiée en termes de PGA. Une zone où les rejets sont classifiés avec une bonne certitude comme non générateurs d'acidité. Ce sont les rejets miniers renfermant une plus faible quantité de minéraux acidogènes (sulfures) par rapport à la quantité de

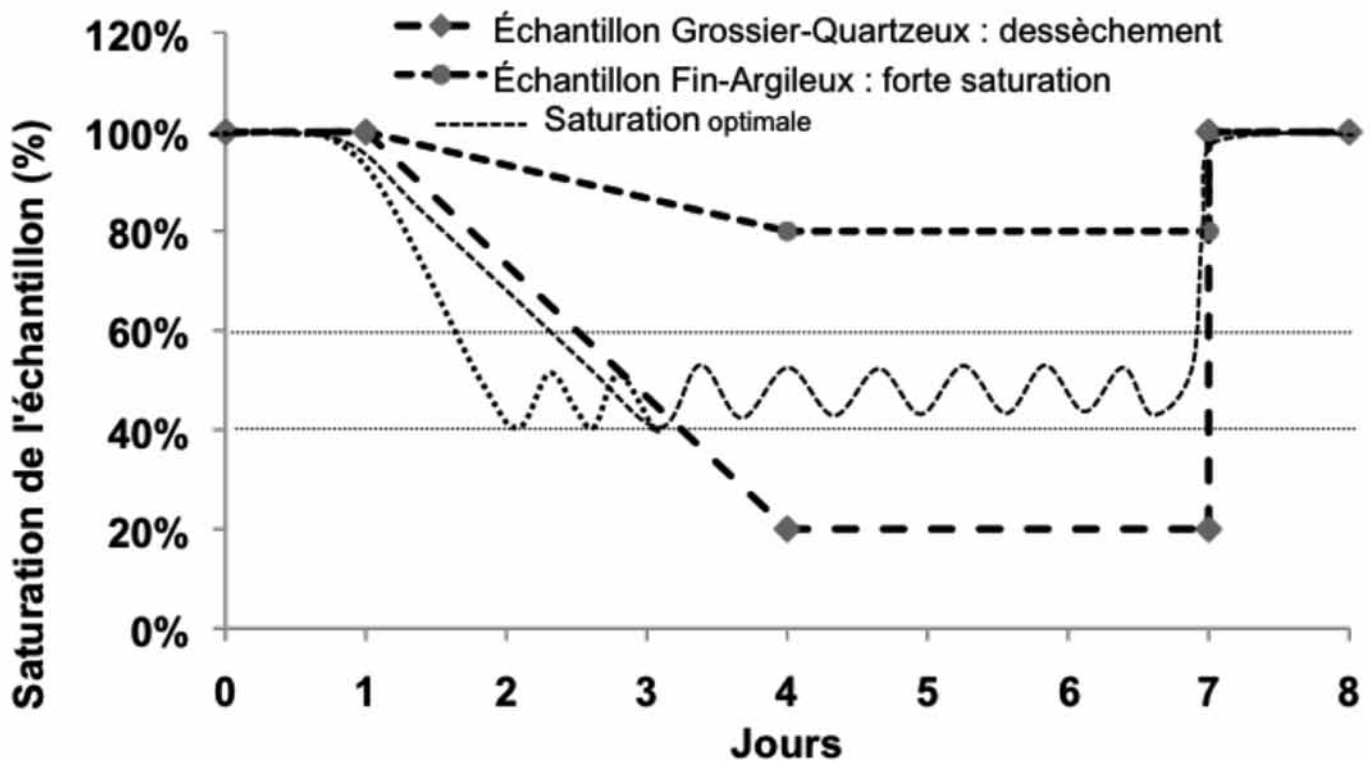


Figure 2. Profils de saturation extrême (rouge) défavorisant la réactivité de l'échantillon, et profile favorable à une réactivité optimal (noir en pointillé).

minéraux neutralisants. Inversement, il y a une zone où les rejets sont classifiés comme générateurs d'acidité. Ce sont ceux qui contiennent nettement plus de minéraux acidogènes que neutralisants. Dans ces deux cas extrêmes, le PNN sera respectivement très positif (et un  $\text{NPR} \gg 1$ ) ou très négatif ( $\text{NPR}$  près de 0). Pour les rejets ayant un faible écart entre les teneurs en minéraux acidogènes et neutralisants, le PNN est proche de zéro (et le  $\text{NPR}$  proche de 1). Pour de tels rejets, il existe une zone, appelée zone d'incertitude, où la nature du matériel est difficile à définir par rapport à son potentiel de génération d'acide.

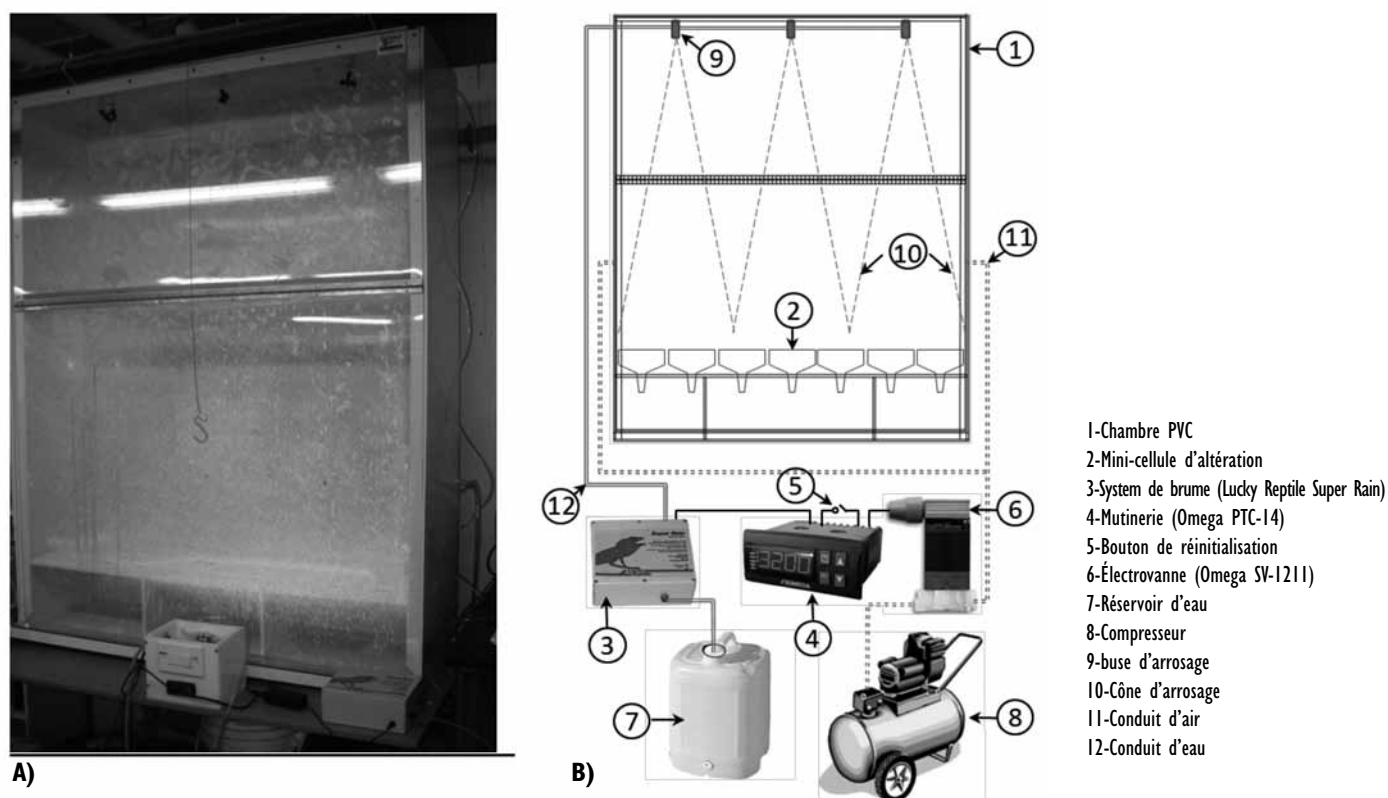
Pour le PNN, la zone d'incertitude est généralement comprise en  $-20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  et  $+20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  (Ferguson et Morin, 1991; Miller et al. 1991). Cependant, un rejet ayant un  $\text{PNN} > 20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$  est considéré comme non générateur d'acidité, alors que si son  $\text{PNN} < 20 \text{ kg CaCO}_3/\text{t}$ , il est considéré comme générateur d'acidité. Morin et Hutt (1994), Adam et al. (1997) et Price et al. (1997) 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 1). Tous les auteurs s'accordent pour dire que pour un rapport  $\text{NPR} < 1$ , 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 comme le montre la Figure 1. Certains suggèrent un PN du double du PA et d'autres proposent des facteurs plus sécuritaires de l'ordre du triple. Il est certain que pour des rejets très sulfureux, le NPR devient très conservateur. La Figure

1 présente la combinaison des classifications obtenues par le PNN et par le NPR et démontre clairement que ces deux outils de classification peuvent donner des prédictions très divergentes et rajoute une source d'erreur considérable à celles liées aux différentes variantes des tests statiques chimiques et minéralogiques.

### 3.2 Essai cinétique

Les critères de classification des tests statiques sont caractérisés par une zone où il est difficile de classer avec certitude les rejets miniers en termes de leurs pouvoirs de génération d'acide. Pour les rejets dont la nature génératrice de l'acidité est moins évidente, et sachant les erreurs de prédiction qui peuvent être liées aux protocoles des tests statiques eux-mêmes, les essais cinétiques sont recommandés pour compléter la prédiction du PGA. Les essais cinétiques permettent de statuer avec plus de certitude sur (i) la nature génératrice d'acidité (ou non) d'un rejet où la participation des silicates et autres minéraux neutralisants est considérée et (ii) sur l'évolution de la qualité des eaux de drainage avec le temps (Villeneuve 2004; Benzaazoua et al. 2001, 2004; MEND 2009; Villeneuve et al. 2009). Les essais cinétiques fournissent une prédiction plus précise du DMA et constituent un outil de grande importance pour guider le choix des scénarios de restauration des sites miniers qui dépendent fortement de leur PGA.

Contrairement aux tests statiques qui sont rapides, faciles à mettre en œuvre et considérés comme qualitatifs n'informent pas sur le comportement environnemental dynamique



**Figure 3. A) Chambre en Plexiglass simulant la pluie et l'air sur les mini-cellules d'altération. B) Schéma de fonctionnement de la chambre.**

du matériau tel qu'il réagirait sur le terrain avec le temps, les essais cinétiques sont plus coûteux et s'étalent sur une relative longue période (jusqu'à 2 ans, voire plus selon le type d'essai cinétique et les objectifs recherchés). Les essais cinétiques simulent une altération naturelle et accélérée des rejets miniers dans des conditions contrôlées en laboratoire. Ils apportent plus d'informations que les tests statiques renseignant ainsi sur la qualité du drainage du matériau, sur les taux des réactions d'oxydation des sulfures et de la neutralisation qui s'en suit, et permettent éventuellement d'évaluer les phénomènes de précipitation secondaire qui peuvent avoir lieu pendant l'essai cinétique et qui ont une incidence directe sur la qualité des eaux. Il existe plusieurs types d'essais cinétiques selon le dispositif expérimental utilisé tel que synthétisés aux Tableaux 4 et 5, à savoir : les colonnes (au laboratoire ou in situ), les mini-cellules d'altération, les cellules humides, et les parcelles de terrains. Les tests en colonne, cellules humides et parcelles de terrain sont les plus utilisés pour la prédiction du DMA (Benzaazoua et al. 2001, 2004; *Bowell et al. 2006*; Demers et al. 2008; *Frostad et al. 2002*; MEND 2009; Price 1997; Plante 2012; Sapsford et al. 2009; Villeneuve 2004, Villeneuve et al. 2009).

Lors de l'essai cinétique, l'échantillon est soumis à des cycles de lixiviation à raison d'une ou plusieurs fois par mois selon le type d'essai, avec 50 mL ou 2 L d'eau déionisée, voire plus. Les lixiviats récupérés lors de l'essai cinétique sont caractérisés pour leurs propriétés électrochimiques à l'aide d'électrodes pour le pH, le Eh, la conductivité et l'acidité/alcalinité. Une partie des lixiviats est filtrée, acidifiée, puis analysée pour déterminer les concentrations en métaux, sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) et autres

ions dissous (mg/kg) dont certains sont les indicateurs directs des réactions d'oxydation-neutralisation (comme le Ca, Mg et Mn). Toutes les données d'analyses sont ensuite traitées pour l'interprétation des résultats en vue de la prédiction du PGA. Les méthodes d'interprétation sont présentées à la Section 4.

### 3.2.1 Essai cinétique en cellule humide

L'essai cinétique en cellule humide (CH), normé par l'ASTM (*American Society for Testing and Materials, ASTM D 5744-96, 1998; 2007*), est l'essai cinétique le plus utilisé dans l'industrie minière. Il a été développé dans le but de fournir des conditions de réactions bien contrôlées et des résultats reproductibles (Villeneuve 2004). La norme ASTM décrit en détails chacune des étapes de l'essai. L'essai cinétique en CH nécessite environ 1 kg d'échantillon sec. Il est relativement facile à mettre en œuvre, mais demande plus d'interventions du manipulateur que les autres essais cinétiques. Lors de l'essai, l'échantillon est rincé une fois par semaine avec 500 mL (ou 1 L) d'eau déionisée suivant des cycles hebdomadaires répétés. Un cycle hebdomadaire commence par un rinçage de l'échantillon avec l'eau déionisée, qui reste en contact avec l'échantillon pendant une durée de 3 à 4 h. 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.

Même si le protocole de la CH est normé, des travaux de littératures ont soulevé certaines erreurs liées à l'essai en CH. En effet, *Frostad et al. (2002)*, *Bowell et al. (2006)* démontrent

**Tableau 3. Liste des différents tests statiques minéralogiques avec leurs détails. Tous les potentiels d'acidification et de neutralisation**

Tests statiques	Equations de calculs	Légende
Kwong (1993)	$M=2x(1-r+p)-2\sum_{n=1}^6 x_{mn} W_n$	<p>M : Index minéralogique, si M&gt;0, le résidu est générateur de DMA, et non générateur si M&lt;0</p> <p>x : fraction molaire de chaque sulfure</p> <p>r : Rapport molaire : métal/soufre</p> <p>p : proportion de Fe<sup>2+</sup> dans le minéral sulfuré</p> <p>x<sub>mn</sub> : proportion molaire des minéraux dans le groupe n</p> <p>w<sub>n</sub> : réactivité relative des minéraux dans le groupe n</p>
Lappako (1994)	$PN=(10 \times \% \text{ cal}) + (11,9 \times \% \text{ mag})$	<p>% cal, % mag : pourcentage massique de la calcite et magnésite respectivement</p> $10 = \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CaCO}_3}} \cdot \frac{1000\text{kg/t}}{100 \%}$
Li (1997)	$PN=10 \cdot \sum_{i=1}^n R_i C_{mi} \left( \frac{C_{\text{Ca},i}}{40} + \frac{C_{\text{Mg},i}}{24,3} \right)$	<p>n : nombre de minéraux</p> <p>R<sub>i</sub> : facteur de réactivité</p> <p>C<sub>M<sub>i</sub></sub> : concentration du minéral i (% massique)</p> <p>C<sub>Ca,i</sub> et C<sub>Mg,i</sub> : concentration du Calcium et du magnésium dans le minéral i (% massique)</p> <p>40 et 24,3 : masses molaires du calcium et du magnésium (g/mol)</p>
Lawrence et Scheske (1997)	$PN=1000\text{kg/t} \cdot M_{\text{CaCO}_3} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_{mi} R_i}{M_{Mi}}$ $PA=31,25\% S_{\text{sulfate}}$	<p>M<sub>CaCO<sub>3</sub></sub> : masse molaire de la calcite</p> <p>M<sub>M<sub>i</sub></sub> : masse molaire du minéral i (g/mol)</p> <p>C<sub>M<sub>i</sub></sub> : concentration du minéral i (wt %)w</p> <p>R<sub>i</sub> : facteur de réactivité</p>
Paktunc (1999a,b)	$PN = \sum_{i=1}^k \frac{10 X_i \omega_a C_i}{n_{M_i} \omega_i}$ $PA = \sum_{i=1}^k \frac{10 n_{M_a} X_i \omega_a}{\omega_i}$	<p>10: facteur de conversion (1000 kg.t-1/100 %)</p> <p>NP,AP: en kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/t</p> <p>X<sub>i</sub>: concentration du minéral i (% massique)</p> <p>ω<sub>a</sub> et ω<sub>i</sub>: masse molaire de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et du minéral i (g/mol)</p> <p>c<sub>i</sub>: somme des coefficients stœchiométriques des cations non oxydables et/ou hydrolysables</p> <p>n<sub>M<sub>i</sub></sub>: nombre de moles du minéral i pour neutraliser 1 mole d'acide sulfurique</p> <p>n<sub>M<sub>a</sub></sub>: nombre de mole de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> formée par l'oxydation d'une mole du sulfure i</p> <p>k = nombre de minéraux neutralisants ou générant de l'acide</p>
Lawrence and Scheske (1997) modifié par Plante et al. (2012)	$PN=1000\text{kg/t} \cdot M_{\text{CaCO}_3} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_{mi} R_i C_i}{M_{Mi}}$	<p>M<sub>CaCO<sub>3</sub></sub> : masse molaire de la calcite</p> <p>M<sub>M<sub>i</sub></sub> : masse molaire du minéral i (g/mol)</p> <p>C<sub>M<sub>i</sub></sub> : concentration du minéral i (% massique)</p> <p>R<sub>i</sub> : facteur de réactivité</p> <p>c<sub>i</sub> : somme des coefficients stœchiométriques des cations non oxydables et/ou hydrolysables</p>
Paktunc (1999a,b) modifié par Bouzahzah et al. (2013, 2013a)	$PA = \sum_{i=1}^k \frac{10 n_{M_a} X_i \omega_a}{\omega_i} \times r_i$	<p>r<sub>i</sub> : facteur de réactivité relative des minéraux sulfurés.</p> <p>r=0.23 pour la chalcopryrite, 0.26 pour la sphalérite, 2.54 pour l'arsénopyrite et 0.06 pour la galène.</p>

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

### Remarques

- 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<sub>3</sub>/t comme dans les autres procédures. L'échantillon est générateur d'acidité si M>O, si M<O, l'échantillon est non générateur
- Zone d'incertitude est non définie.
- Ne prends pas en considération la présence du Fe-Mn dans les minéraux

Approche très simple ne prenant en considération que la contribution des carbonates de calcium et de magnésium dans le calcul du PN.





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).

- 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)

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. (Le Tableau 1 de l'annexe 2 présente le facteur nM<sub>i</sub> de certains silicates)

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 4. Dispositifs expérimentaux des différents essais cinétiques avec leurs descriptifs (résumé de Villeneuve 2004; MEND 1991).**

Mini-cellule d'altération	Cellule d'humidité	Essais en colonne en laboratoire	Cellules de terrain
			
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Méthode de Cruz et al. (2001)</li> <li>- Buchner de 10 cm de diamètre</li> <li>- 67 g de rejet déposé sec dans le Buchner, au-dessus d'un filtre de 0,45 µm</li> <li>- Cycles de l'essai :</li> <li>* rinçage le premier jour (lundi)</li> <li>* 2 jours à l'air libre</li> <li>* rinçage le 3<sup>ème</sup> jour (jeudi)</li> <li>* 3 jours à l'air libre</li> <li>- Durée de l'essai variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude</li> <li>- Rinçage avec 50 mL d'eau déionisée (2x par semaine)</li> <li>- Rejets exposés à l'air ambiant entre les rinçages.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Méthode normée ASTM</li> <li>- Cellules en Plexiglas</li> <li>- 1 kg de rejet mis en place sec</li> <li>- Cycles de l'essai :</li> <li>* rinçage le premier jour (lundi)</li> <li>* 3 jours d'air sec</li> <li>* 3 jours d'air saturé en humidité</li> <li>- Durée de l'essai variable : de 20 à 40 rinçages, voire plus selon les objectifs de l'étude</li> <li>- Rinçage avec 500 mL ou 1 L d'eau déionisée</li> <li>- Deux dimensions de cellules existent :</li> <li>* pour les stériles Diamètre=10.2cm hauteur=20.3 cm</li> <li>* pour les rejets de concentrateur D=20.3cm, h=10.2 cm</li> <li>- Le protocole ASTM propose des équations pour l'interprétation des résultats.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Colonnes : 14 cm diamètre.</li> <li>- Hauteur de la colonne variable selon les objectifs de l'étude (0,7m à 2 m) : recouvrement mono ou multicouches, stabilisation, ennoisement.</li> <li>- Mise en place des rejets humides (tels que échantillonnés sur le terrain).</li> <li>- Plaque en céramique sous l'échantillon pour simuler une nappe phréatique (profondeur variable selon les objectifs de l'étude)</li> <li>- 12 rinçages voire plus selon les objectifs de l'étude - Rinçage avec 2 L d'eau déionisée</li> <li>- Permet d'étudier des scénarios de restauration.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- La taille des parcelles est variable (10 à 30 m<sup>2</sup>).</li> <li>- Généralement placée à des endroits retirés loin des perturbations qui peuvent être liées à la circulation de la machinerie lourde près des installations minières.</li> <li>- Le poids des rejets et de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines de kg.</li> <li>- Les cycles mouillage-séchage dépendent de la météorologie du site minier.</li> <li>- La durée du test cinétique en parcelle de terrain dépend des objectifs de l'étude.</li> </ul>

que l'essai cinétique en CH peut être fortement influencé par les cycles d'air sec et d'air humide ce qui influence fortement la réactivité de l'échantillon. *Bowell et al. (2006)* de même que *Sapsford et al. (2009)* ont observé une réactivité différente des mêmes échantillons soumis en duplicata à l'essai cinétique en cellule humide en comparant les taux de production de sulfates qui représentent le témoin direct de la réactivité des échantillons (oxydation des sulfures). Les auteurs concluent que cette différence de réactivité est liée à un séchage de l'échantillon à l'intérieur de la cellule humide suite à un flux d'air excessif le privant de l'humidité (ou saturation) nécessaire à soutenir les réactions d'oxydation-neutralisation. Par ailleurs, *Gosselin et al. (2007)*, *Demers et al. (2008)* et *Hamdi (2011)* ont, eux aussi, montré l'effet du degré de saturation en eau des rejets miniers (teneur en eau) sur leur réactivité en calculant leur coefficient de réactivité ( $K_r$ ). Ce dernier a été calculé à différent degré de saturation en utilisant l'essai de consommation d'oxygène développé par *Elberling et al. (1994)*. Les auteurs montrent que les rejets sont plus réactifs pour une saturation comprise entre 20 et 80%, et le sont nettement moins quand la saturation est <20% ou >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*), 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*). Pour remédier à cette carence en eau nécessaire pour les réactions d'oxydation-neutralisation, une modification de l'essai a été proposée par *Bouzahzah et al (2010)* en gardant les cycles d'air humide est sec et en veillant à empêcher le dessèchement de l'échantillon. Ceci a été réalisé en ajoutant manuellement de l'eau déionisée pendant le cycle d'air sec de l'essai pour maintenir l'échantillon dans un intervalle de saturation optimal de 40 à 60% et assurer une réactivité maximale. Les résultats obtenus ont clairement montré que cette modification a permis d'augmenter la réactivité de l'échantillon comparativement à l'essai en cellule humide sous son protocole ASTM standard. Cependant, l'ajout manuel de l'eau déionisée à l'échantillon dans le but de maintenir une saturation optimale pour une réactivité maximale, demande l'inter-

vention journalière d'un opérateur. Cette intervention peut également être nécessaire pendant le cycle d'air humide de l'essai cinétique dépendamment de la nature de l'échantillon. En effet en guise d'exemple, un échantillon grossier et quartzeux peut s'assécher plus rapidement qu'un échantillon fin et argileux. Ce dernier, peut rester humide tout au long de l'essai cinétique (éventuellement pendant le cycle d'air sec) avec une saturation élevée réduisant la disponibilité en oxygène et ultimement, sa réactivité. La Figure 2 montre les deux cas extrêmes du profil de saturation que peuvent avoir les rejets miniers à l'intérieur de la cellule humide en fonction de leurs propriétés physiques et minéralogiques. Pour remédier à ces deux cas extrêmes : dessèchement ou saturation élevée en eau, une automatisation de la cellule humide a été proposée par *Bouzahzah et al. (2012)* en utilisant un contrôleur, une sonde d'humidité et un ordinateur pour la visualisation de la saturation et l'enregistrement des données. L'automatisation de la cellule humide supprime les deux cycles d'air humide et sec qui ont une durée de trois jours chacun. L'air sec et l'air humide sont envoyés sur l'échantillon en fonction de la saturation mesurée en continu par la sonde et qui doit être maintenu dans un intervalle de 40 à 60%. Dans les cellules contrôlées, la réactivité des échantillons est plus grande que celle du même échantillon sous le protocole standard ASTM de la CH.

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

L'essai cinétique en mini-cellule d'altération (MCA) est une version réduite de l'essai cinétique en cellule-humide (*Cruz et al. 2001*). Il est facile à mettre en œuvre, nécessite très peu de manipulation et une faible quantité d'échantillon (67g). C'est un essai assez agressif, peu coûteux en équipements et en suivi et permet de donner des résultats assez rapidement dans le temps très comparables à ceux de l'essai en cellule humide (*Benzaazoua et al. 2001, 2004; Bouzahzah, 2013; Bouzahzah et al. 2013b; Villeneuve 2004; Villeneuve et al. 2009*). Lors de l'essai cinétique en mini-cellule d'altération, l'échantillon est rincé deux fois par semaine. Le premier rinçage (typiquement lundi) est suivi par deux jours où l'échantillon est laissé à l'air ambiant, puis rincé le quatrième jour (jeudi) et laissé à l'air ambiant pendant trois jours, puis le cycle reprend de nouveau (le lundi d'après).

Pendant cet essai cinétique, l'échantillon peut aussi sécher à l'air ambiant ce qui réduirait grandement sa réactivité. *Bouzahzah 2013, et Bouzahzah et al. 2013b* proposent une modification de l'essai MCA à la lumière des résultats obtenus sur les cellules humides suite à la modification de leur protocole. Cette modification a consisté à maintenir l'échantillon sous une saturation optimale dans une chambre en Plexiglas (Figure 3) où l'échantillon est gardé humide de manière automatique par un jet d'eau déionisée entrecoupé par des cycles d'air sec simulant ainsi les conditions de terrains (vent-pluie). Les auteurs montrent que les résultats obtenus avec des mini-cellules d'altération sous leur protocole modifié ont permis une

plus grande réactivité des échantillons aux mêmes échantillons soumis au protocole standard des MCA. L'essai cinétique en MCA est un excellent outil qui peut remplacer efficacement l'essai-cinétique en cellules humides quand on dispose de peu de budget, d'échantillon (<100g) et quand les résultats doivent être obtenus rapidement.

### 3.2.3 Essai cinétique en colonne

Les essais en colonne au laboratoire ne sont pas normalisés et peuvent donc être adaptés selon les objectifs visés. Ces essais sont utilisés depuis le début des années 1990 à partir des travaux de *Marchant et Lawrence (1991)* dans le rapport MEND 1.16.1b de 1991). Les essais en colonne peuvent être réalisés à divers degrés de complexité technique, entre la simple déposition des stériles sur une plaque perforée surmontée d'un géotextile, jusqu'à la mise en place d'une céramique poreuse en pied de colonne permettant de contrôler le niveau phréatique dans la colonne. Comme pour les essais en cellule humide et en mini-cellule, les essais en colonne soumettent les matériaux à des cycles successifs de lixiviation avec de l'eau déionisée, en utilisant des volumes variables en fonction des objectifs de l'étude. Ainsi, le régime d'arrosage choisi permet de saturer complètement ou partiellement les matériaux en fonction de la pluviométrie à simuler.

L'intérêt de cet essai cinétique est qu'il peut mieux simuler des conditions naturelles de terrain en imposant par exemple une succion au rejet pour la simulation d'une nappe phréatique à profondeur variable (*Dagenais 2005; Demers 2008; Ouangrawa et al. 2006*). L'essai en colonne est le seul capable, en laboratoire, de tester des scénarios de restaurations comme moyen de prévention du DMA par recouvrement monocouche (*Bussièrre et al. 1999, 2004; Dagenais 2005; Demers 2008, Doye 2005*), multicouche (*Dagenais 2005 ; Demers 2008*), et par ennoisement (*Awoh 2012; Davé et al. 1997*). Les colonnes peuvent être de dimensions variables et menées au laboratoire ou sur le terrain avec de réelles conditions climatiques. 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 (*Mbonimpa et al. 2003*) ou de CO<sub>2</sub> (*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. 2008a,b, 2009b*). Les tests cinétiques en colonne, malgré le fait qu'ils ne soient pas normés, peuvent fournir des résultats fiables et reproductibles quand une méthodologie rigoureuse d'installation est utilisée (*Demers et al., 2011*).

Par ailleurs, les essais en colonnes peuvent être réalisés in situ. Les colonnes sont sous forme de barils d'environ 200L. Les rejets miniers sont installés sur un géotextile et les colonnes

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

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

sont munies d'une valve de collecte des lixiviats. Les rejets miniers dans ce type de colonne sont exposés aux conditions météorologiques directement sur le site minier où ils sont soumis à des lixiviations au gré des précipitations. Les colonnes peuvent aussi être soumises 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.

### 3.2.4 Essai cinétique en parcelles expérimentales de terrain

Les parcelles ou cellules expérimentales de terrain sont des essais cinétiques à plus grande échelle construites in situ pour étudier le comportement géochimique des rejets miniers dans les conditions les plus proches des conditions d'entreposage. Ce sont les essais cinétiques les plus difficiles et les plus coûteux.



teux à mettre en place car elles nécessitent de la machinerie lourde pour leur fabrication et pour le dépôt des rejets qui peuvent atteindre un poids de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de tonnes (Bussière *et al.* 2007; Pépin 2009; Plante 2010). La taille de ces parcelles est généralement de l'ordre de quelques dizaines de mètres carrés. Les parcelles de terrain ne sont pas soumises à un rinçage manuel comme dans le cas des essais en laboratoire, mais elles sont soumises à une lixiviation naturelle à proximité des installations minières par les eaux de pluie sous les conditions climatiques existantes in situ (température, gel-dégel, évaporation sous l'effet du rayonnement, etc.). Les lixiviats sont récupérés après les périodes de pluie.

## Conclusion

La prédiction du pouvoir de génération d'acide est d'importance capitale pour la gestion et la restauration des sites miniers générateurs de DMA. Comme le met en évidence la revue de la littérature présentée dans ce papier, cette prédiction peut être très divergente selon les tests statiques utilisés et dépend très fortement de la minéralogie des rejets miniers. Les tests statiques doivent être adéquatement choisis en fonction de la minéralogie du rejet et cette dernière doit être caractérisée avec précision. Par ailleurs, quand les tests statiques sont incapables de classer les rejets miniers et lorsque le comportement environnemental des rejets doit être évalué, les essais cinétiques deviennent nécessaires. Une synthèse bibliographique sur les différents types d'essais cinétiques et leurs caractéristiques est présentée dans ce papier. Un guide pour le choix des tests statiques et cinétiques selon les propriétés chimique et minéralogique des rejets n'est pas disponible dans la littérature. Les auteurs présenteront dans une prochaine publication i) les différentes manières d'interprétation des résultats des essais cinétiques et ii) des outils sous forme de diagrammes décisionnels pour aider à choisir les tests de prédiction (statiques et cinétiques) les plus adéquats en se basant sur la minéralogie des rejets et les objectifs recherchés.

## Remerciements

Ce travail a pu être réalisé grâce au soutien financier été de la Chaire de recherche du Canada sur la gestion intégrée des rejets miniers et la chair industrielle CRSNG Polytechnique-UQAT en environnement et gestion des rejets miniers. La fondation de l'UQAT (FUQAT) a également participé au financement d'une partie des travaux. Les auteurs sont également reconnaissants envers le personnel de "l'Unité de Recherche et de service en technologie Minérale" pour le soutien technique.

## Références bibliographiques

- ASTM. 2007. D5744-07, Standard Test Method for Accelerated Weathering of Solid Materials Using a Humidity Cell. Annual Book of ASTM Standards.
- ADAM K., KOURTIS A., GAZEA B. et 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.
- AWOH A.S. 2012. Étude du comportement géochimique de résidus miniers hautement sulfureux. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada.
- AWOH A. S., PLANTE B., BUSSIÈRE B. et MBONIMPA M. 2013. CO<sub>2</sub> 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. et 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
- BENZA AZOUA M., BUSSIERE B. et DAGENAIS A.M. 2001. Comparison of kinetic tests for sulfide mine tailings. In: Tailings and Mine Waste 01. Fort Collins, Colorado, January 2001. Balkema Ed., Rotterdam, pp : 263-272
- BENZA AZOUA M., BUSSIERE B., DAGENAIS A.M., ARCHAMBAULT M. 2004. Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the Joutel tailings acid generation potential. Environmental Geology 46(8), pp : 1086-1101
- BLOWES D.W., JAMBOR J. L. et 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. et 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.
- BOWELL R.J., SAPSFORD DJ, DEY B.M. et 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, 25 p.
- BOUZHARAH H., BENZAAZOUA M. et BUSSIÈRE B. 2010. A modified protocol of the ASTM normalized humidity cell test as laboratory weathering method for mill tailings. International Mine Water Association Symposium 2010, "Mine Water and innovating thinking". Sydney Nova Scotia, Canada 5 - 9 September 2010. Wolkersdorfer & Freund Eds, pp : 567-570
- BOUZHARAH H., BENZAAZOUA M. et BUSSIÈRE B. 2012. Modification and automation of the humidity cell test protocol to favor tailings reactivity. 9th Internat. Conf. on Acid Rock Drainage (ICARD), May 20 - 26, 2012, Ottawa (ON), Canada
- BOUZHARAH H., BENZAAZOUA M. et BUSSIÈRE B. 2013a. Acid-generating potential calculation using mineralogical static test: modification of the Paktunc equation. 23rd World mining Congress, Held in conjunction with ISARC 2013. Track: Tailings, Water & Mine Site Rehabilitation. Montreal, Quebec, Canada. August pp : 11-15, 2013.
- BOUZHARAH H., BENZAAZOUA M. et BUSSIÈRE B. 2013b. Prediction of Acid Mine Drainage: Importance of Mineralogy and the Test Protocols for Static and Kinetic Tests Mine Water and the Environment. Mine Water and the Environment. Paper accepted on 28 June 2013 (MWEN-D-13-0001 IR2)
- BOUZHARAH 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), 274 p.

- BUSSIÈRE B. et AUBERTIN M. 1999. Clean tailings as cover material for preventing acid mine drainage: an in situ experiment. Conférence présentée au Sudbury '99 Mining and the Environment II, Sudbury, Ontario, 13-17 September 1999. Edited by N.B.D. Goldstack, P. Yearwood, and G. Hall. Vol. 1. pp : 19-28.
- BUSSIÈRE B., BENZAAZOUA M., AUBERTIN M. et MBONIMPA M. 2004. A laboratory study of covers made of low sulphide tailings to prevent acid mine drainage. *Environmental Geology*, Vol. 45(5), pp : 609-622.
- BUSSIÈRE B., AUBERTIN M., MBONIMPA M., MOLSON J.W. et CHAPUIS R.P. 2007. Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical Journal*, 44(3), pp : 245-265.
- CRUZ, R., BERTRAND, V., MONROY, M. et GONZALEZ, I. 2001. Effect of sulphide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. *Applied Geochemistry* (16), pp : 803-819.
- DAGENAIS A.-M. 2005. Techniques du contrôle du drainage minier acide basées sur les effets capillaires. Thèse de doctorat inédite., École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal. Montréal-UQAT, Québec, Canada.
- DAVÉ N.K., LIM T.P., HORNE D., BOUCHER Y. et STUPARYK R. 1997. Water cover on reactive tailings and wasterock: laboratory studies of oxidation and metal release characteristics. Conférence présentée au 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), May 31-June 6, Vancouver, Canada, pp : 779-794.
- DOYE I. 2005. Évaluation de la capacité de matériaux industriels alcalins à neutraliser des et stériles miniers acides. Thèse de doctorat, Programme interuniversitaire en sciences de la terre. Faculté des sciences et de génie à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval. Québec, Canada.
- DEMERS I. 2008. Performance d'une barrière à l'oxygène constituée de résidus miniers faiblement sulfureux pour contrôler la production de drainage minier acide. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada.
- DEMERS I., BUSSIÈRE B., AACHIB M. et AUBERTIN M. 2011. Repeatability evaluation of instrumented column tests in cover efficiency evaluation for the prevention of acid mine drainage. *Water, Air, and Soil Pollution* 219, pp : 113-128
- DOLD B. 2005. Basic Concepts of Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-Waste. XXIV Curso, Latinoamericano de Metalogenia (UNESCO-SEG) "Mineralogía, geoquímica y geomicrobiología para el manejo ambiental de desechos mineros". Agosto - Septiembre, Lima, Perú
- ELBERLING B., NICHOLSON R.V., REARDON E.J. et TIBBLE P. 1994. Evaluation of sulphide oxidation rates: a laboratory study comparing oxygen fluxes and rates of oxidation product release. *Canadian Geotechnical Journal*, 31, pp : 375-383.
- EVANGELOU V.P. 1995. Pyrite Oxidation and Its Control. CRC Press. 285 p.
- FROSTAD S., KLEIN B. et LAWRENCE R.W. 2002. Evaluation of Laboratory Kinetic Test Methods for Measuring Rates of Weathering. *Mine Water and the Environment*, vol 21, pp : 183-192.
- FROSTAD S.R., PRICE W.A. et 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.
- GODBOUT J., BUSSIÈRE B., BENZAAZOUA M. et AUBERTIN M. 2010. Influence of pyrrhotite content on the mechanical and chemical behaviour of cemented paste backfill. *Paste 2010*, Toronto CA; RJ. Jewell and A.B. Fourie (eds)
- GOSSSELIN M., AUBERTIN M. et 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, pp : 1431-1438
- 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 en Sciences appliquées (Génie Minéral), École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada
- HOLMSTRÖM H., LJUNGBERG J. et ÖHLANDER B. 1999. Role of carbonates in mitigation of metal release from mining waste. Evidence from humidity cells tests. *Environmental Geology* 37 (4) April 1999, pp : 267-280
- HORNBERGER R.J. et 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-DEP 2256.
- JAMBOR J.L. et 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, pp : 367-401
- JAMBOR J.L., DUTRIZAC J.E., RAUDSEPP M. et GROAT L.A. 2003. Effect of Peroxide on Neutralization-Potential Values of Siderite and Other Carbonate Minerals. *Journal of Environmental Quality*. 32, pp : 2373-2378.
- 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), 47 p.
- KWONG Y.T.J. et 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, pp : 129-137
- LAWRENCE R.W. et SCHESKE M. 1997. A method to calculate the neutralization potential of mining wastes. *Environmental Geology*. (Berlin) 32, pp : 100-106.
- LAWRENCE R.W. et 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.
- LI M.G. 1997. Neutralization Potential Versus Observed Mineral Dissolution in Humidity Cell Tests for Louvicourt Tailings. Communication présentée à la 4e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), Vancouver, Canada
- MEND 1991. Acid Rock Drainage Prediction Manual. MEND Project 1.16.1b, report by Coastech Research. MEND, Natural Resources Canada.
- MEND 2009. MEND report 1.20.1. Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geologic materials. By Price, W.A. CANMET, Natural resources Canada, Canada.
- MBONIMPA M., AUBERTIN M., AACHIB M. et BUSSIÈRE B. 2003. Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. *Canadian Geotechnical Journal* 40(5), pp : 916-932.
- MILLER S.D., JEFFERY J.J. et WONG J.W.C. 1991. Use and misuse of the acid-base account for AMD prediction. 2ème Conférence Internationale sur la Réduction des Eaux de Drainage Acides, Montréal. Tome II, pp : 491-506
- MILLER A., ROBERTSON A. DONAHUE T. AVEC EGI. 1997. Advances in acid drainage prediction using the NAG test. Conférence présentée au 4e 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 : 533-549
- MORIN KA, CHERRY JA, DAVE NK LIM TP et VIVYURKA AJ. 1988. Migration of acidic groundwater seepage from uranium-tailings impoundments: I, field study and conceptual hydrogeochemical model. *Journal of Contaminant Hydrology* 2, pp : 271-303

- 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, pp : 148-156
- MORIN K.A. et 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)
- MYLONA E., XENIDIS A. et PASPALIARIS I. 2000. Inhibition of acid generation from sulphidic wastes by the addition of small amounts of limestone. *Minerals Engineering*, Vol. 13, No. 10-1, pp.: 1161-1175.
- NICHOLSON R.V. et SCHARER J.M. 1994. Laboratory studies of pyrrhotite oxidation kinetics. In: Alpers, C.N., Blowes, D.W. (Eds.), *Environmental Geochemistry of Sulfide Oxidation*. ACS Symposium Series, vol. 550, pp. 1: 4-30. Washington, DC.
- NICHOLSON R.V., GILLHAM R.W. et REARDON E.J. 1988. Pyrite oxidation in carbonate-buffered solution: I. Experimental kinetics. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 52, pp : 1077-1085.
- 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
- NORDSTROM D. K. et ALPERS, C. N. 1999. Geochemistry of acid mine waters. The environmental Geochemistry of mineral deposits Part A: Processes, Techniques, and Health Issues. G. S. Plumlee and M. J. Logsdon, Society of Economic Geologists. 6A, pp : 133-160.
- OUANGRAWA M., MOLSON J.W., AUBERTIN M., ZAGURY G. et BUSSIÈRE B. 2006. The effect of water Table elevation on acid mine drainage from reactive tailings: a laboratory and numerical modeling study. Communication présentée à la 7e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), St.Louis, Mo., 26-30 March 2006. Edited by R.I. Barnhisel. American Society of Mining and Reclamation, Lexington, Ky, pp : 1473-1482.
- 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, pp : 103-112.
- PÉPIN G. 2009. Évaluation du comportement géochimique des stériles potentiellement générateurs de drainage neutre contaminé à l'aide de cellules expérimentales in situ. Mémoire de Maîtrise inédit, Génie minéral, Université de Montréal, Québec, Canada
- 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. 2010. Évaluation des principaux facteurs d'influence sur la prédiction du drainage neutre contaminé. Thèse de doctorat inédite, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Québec, Canada.
- PLANTE B., BUSSIÈRE B. et BENZAAZOUA M. 2012. Static tests response on 5 Canadian hard rock mine tailings with low net acid-generating potentials. *Journal of Geochemical Exploration*, Vol. 114, March 2012, pp : 57-69
- 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, BC.
- SAPSFORD D.J., BOWELL R.J., DEY M. et WILLIAMS K.P. 2009. Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. *Minerals Engineering*, Vol. 22, Issue 1, pp : 25-36
- SKOUSEN J., RENTON J., BROWN H., EVANS P., LEAVITT B., BRADY K., COHEN L. et ZIEMKIEWICZ P. 1997. Neutralization potential of overburden samples containing siderite. *Journal of Environmental Quality*. 26: pp : 673-681.
- SOBEK A.A., SCHULLER W.A., FREEMAN J.R. et SMITH R.M. 1978. Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054. U.S. Gov. Print. Office, Washington, DC.
- STEWART W., MILLER S., SMART R., GERSON A., THOMAS J. et 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 I 875776 98 2; pp : 617-25
- STEWART W.A., MILLER S.D. et SMART, R., 2006. Advances in acid Rock drainage (ARD) Characterization of mine wastes. 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
- SVERDRUP H. 1990. The kinetics of base cation release due to chemical weathering. Lund University Press, Lund
- VILLENEUVE M. 2004. Évaluation du comportement géochimique à long terme de rejets miniers à faible potentiel de génération d'acide à l'aide d'essais cinétiques. Mémoire de maîtrise en sciences appliquées (Génie minéral), Département des génies civil, géologique et des mines. Université de Montréal, Québec, Canada.
- VILLENEUVE M., BUSSIÈRE B., BENZAAZOUA M. et AUBERTIN M. 2009. Assessment of interpretation methods for kinetic tests performed on tailings having a low acid generating potential. Conférence présentée à la 8e International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD), June 23-26, 2009, Skellefteå, Sweden