TABLE DES MATIÈRES

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

LISTE DES FIGURES viii

LISTE DES TABLEAUX xv

LISTE DES SYMBOLES ET ACRONYMES xvii

RÉSUMÉ xxi

CHAPITRE I INTRODUCTION 1

1.1 Sujet de la recherche 1

1.2 Contexte de l'étude 2

1.2.1 Le remblai minier cimenté pour la gestion des rejets de concentrateur sulfureux 2

1.3 Oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés 7

1.4 Objectifs, envergure et limites de la recherche 8

1.5 Structure de la thèse 9

1.6 Contributions anticipées 10

CHAPITRE II RÉACTIVITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS CONTENANT DE LA PYRRHOTITE ET MÉCANISMES DE TRANSFERT DE L'OXYGÈNE 12

2.1 Pyrrhotite 13

2.1.1 Minéralogie et cristallographie 13

2.1.2 Réactions et produits de l'oxydation pour des conditions standards 15

2.1.3 Réactions et produits de l'oxydation dans les matrices cimentaires 17

2.1.4 Mécanismes d'oxydation 17

2.1.5 Taux d'oxydation et facteurs d'influence 19

2.2 Phénomène d'auto-ignition 23
2.2.1 Mécanismes impliquant l'oxydation de la pyrrhotite 24
2.2.2 Méthodes de prédiction du potentiel d'auto-ignition 27
2.2.3 Potentiel d'auto-ignition des remblais miniers cimentés 39
2.2.4 Sommaire sur l'auto-ignition des RMC et sa prédiction 43
2.3 Mécanismes de transfert de l'oxygène 44
2.3.1 Transfert advectif 45
2.3.2 Transfert diffusif 46
2.3.3 équations à la base des mécanismes de transfert dans les RMC 47
2.4 Paramètres clés 54
2.4.1 Flux diffusif de l'oxygène 55
2.4.2 Perméabilité 63
2.4.3 Courbe de rétention d'eau 79
2.4.4 techniques d'évaluation des paramètres clés (F_O^D, K et CRE) 87
2.5 Besoins en recherche et défis 87
CHAPITRE III RÉACTIVITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS AVEC PYRRHOTITE 90
3.1 Programme expérimental 91
3.1.1 Matériaux 94
3.1.2 Préparation des recettes de remblais 107
3.1.3 Méthode CO 110
3.2 Présentation des résultats 115
3.2.1 Essais CO 115
3.2.2 Essais de résistance en compression uniaxiale 122
3.2.3 Degré de saturation en eau 128

3.2.4 Analyse post-essais 131
3.3 Analyse des résultats 137
3.3.1 Passivation des surfaces et réactivité de la pyrrhotite 138
3.3.2 Saturation et réactivité de la pyrrhotite 152
3.3.3 Couche indurée et réactivité de la pyrrhotite 156
3.4 Sommaire et contributions liées au chapitre réactivité 160
CHAPITRE IV PERMÉABILITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS 165
4.1 Liens avec l'étude antérieure de Godbout (2005) 166
4.2 Programme expérimental 166
4.2.1 Validation de la procédure d'essai 167
4.2.2 Essais de perméabilité sur les remblais 170
4.2.3 Matériaux 171
4.2.4 Préparation des recettes de remblais 175
4.2.5 Méthodes 176
4.3 Présentation des résultats 181
4.3.1 Résultats des essais de perméabilité au gaz 182
4.3.2 Résultats des essais de perméabilité à l'eau 189
4.3.3 Interaction eau/matrice cimentaire durant l'essai de perméabilité à l'eau 191
4.4 Analyse des résultats 192
4.4.1 Porosité et perméabilité des remblais non cimentés 192
4.4.2 Porosité et perméabilité des remblais miniers cimentés 197
4.4.3 Comparaison entre les valeurs de k_{sw} mesurées et prédites 208
4.5 Sommaire et contributions liées au chapitre perméabilité 213
CHAPITRE V CAPACITÉ DE RÉTENTION D'EAU DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS 216

5.1 Liens avec l'étude antérieure de Godbout (2005) 217
5.2 Programme expérimental 217
5.2.1 Matériaux et préparation des recettes de remblais 219
5.2.2 Méthodes 219
5.3 Présentation des résultats 237
5.3.1 Courbe de rétention du remblai en pâte 237
5.3.2 Courbe de rétention du remblai hydraulique 241
5.3.3 Comparaison entre la courbe de rétention d'eau des remblais hydraulique et en pâte 243
5.4 Analyse du programme expérimental 244
5.4.1 Succions générées par l'hydratation des liants 245
5.4.2 Conditions non stationnaires dans l'essai de succion modifié 251
5.4.3 Hétérogénéité du remblai hydraulique dans les colonnes 252
5.5 Analyse des résultats 255
5.5.1 Porosité et capacité de rétention d'eau 255
5.5.2 Liens eau et matrice cimentaire 259
5.6 Sommaire et Contributions liées au chapitre rétention d'eau 261
CHAPITRE VI CONCLUSIONS, CONTRIBUTIONS ET RECOMMANDATIONS 264
RÉFÉRENCES 275
APPENDICE A CERTIFICATS D'ANALYSE – COMPOSANTES DES REMBLAIS 306
APPENDICE B CERTIFICATS D'ANALYSES POST-ESSAIS 311
APPENDICE C ARTICLE DE CONFÉRENCE DE GODBOUT *et al.*, 2010 325

LISTE DES FIGURES

Figure I. 1 : Remblais miniers cimentés hydraulique ou en pâte 3
Figure I. 2: Classification granulométrique des rejets de concentrateur et standards de fabrication des remblais 5
Figure II. 1: Séquence des produits d'oxydation à la surface de la pyrrhotite 18
Figure II. 2: Relation entre le taux d'oxydation de la pyrrhotite et la concentration en Fe^{3+} .. 21
Figure II. 3: Évaluation du potentiel d'auto-ignition selon Good (1977) 28
Figure II. 4: Schéma de classification du potentiel d'auto-ignition selon les Nations Unies .. 30
Figure II. 5: Appareil de mesure du potentiel d'auto-ignition 32
Figure II. 6: Thermographe lorsqu'il n'y a pas d'évènement d'auto-ignition 33
Figure II. 7 : Thermographe lorsqu'il y a évènement d'auto-ignition 33
Figure II. 8: Charte d'évaluation du potentiel d'auto-ignition 34
Figure II. 9: Dispositif expérimental des colonnes d'essai pour évaluer le PAI 36
Figure II. 10: Mesure de la température en fonction du temps dans les colonnes d'essais 37
Figure II. 11 : Évolution de la concentration en oxygène dans colonnes d'essais 37
Figure II. 12: Exemple de relation entre le gain de poids et la consommation d'oxygène 39
Figure II. 13: Photographie d'échantillons de remblais en pâte cimentés oxydés 40
Figure II. 14: Profil des vitesses d'un gaz dans un pore rectiligne 45
Figure II. 15: Représentation de la non-linéarité de la loi de Darcy 54
Figure II. 16: Évolution du flux diffusif de l'oxygène d'un chantier minier remblayé avec du remblai en pâte sulfureux 62
Figure II. 17: Perméabilités relatives en fonction de la saturation du milieu 65
Figure II. 18: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction du type de rejet 74
Figure II. 19: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction de la proportion de liant 75
Figure II. 20: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction du type de liant 75

Figure II. 21: Corrélation entre des valeurs de conductivité hydraulique saturée pour des remblais en pâte cimentés mesurées et prédites avec le modèle proposé par Godbout *et al.* (2007) 77
Figure II. 22 : Valeur de k_{sw} mesurées versus prédites selon le modèle de Fall *et al.* (2009) . 78
Figure II. 23: Évolution de la courbe de rétention d'un remblai en pâte cimenté durant le durcissement 86
Figure III. 1 Programme expérimental..... 91
Figure III. 2 : Courbes granulométriques des rejets de concentrateur 98
Figure III. 3 : Courbes granulométriques des matériaux inertes 101
Figure III. 4 : Diagramme ternaire des liants 105
Figure III. 5 : Courbes granulométriques des mélanges de remblais 109
Figure III. 6 : Préparation, moulage et durcissement des mélanges de remblais 110
Figure III. 7 : Dispositif expérimental mis en œuvre pour les essais CO 111
Figure III. 8 : Flux d'oxygène consommés mesurés en laboratoire et en chantier..... 114
Figure III. 9 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les échantillons contrôle en fonction de la teneur en pyrrhotite et du temps 116
Figure III. 10 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais hydrauliques cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge 117
Figure III. 11 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais en pâte cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge 118
Figure III. 12 : Écart entre les flux d'oxygène consommés par les mélanges contenant 8 % pyrrhotite avec et sans ciment 119
Figure III. 13 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais hydrauliques cimentés en fonction du type de liant et de leur âge 120
Figure III. 14 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais en pâte cimentés en fonction du type de liant et de leur âge 121
Figure III. 15 : Évolution de l'UCS des remblais hydrauliques cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge 122
Figure III. 16 : Évolution de l'UCS des remblais en pâte cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge 123

Figure III. 17 : Comparaison entre l'UCS des remblais hydrauliques et en pâte cimentés contenant 8 % pyrrhotite 124
Figure III. 18 : Évolution de l'UCS des remblais hydrauliques en fonction du type de liant pour une teneur en pyrrhotite de 12 % 125
Figure III. 19 : Évolution de l'UCS des remblais en pâte en fonction du type de liant pour une teneur en pyrrhotite de 12 % 126
Figure III. 20 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CP_{10} .. 127
Figure III. 21 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CP_{50} .. 127
Figure III. 22 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CPFA 128
Figure III. 23 : Évolution de degré de saturation en eau en fonction du temps pour les remblais hydrauliques cimentés 129
Figure III. 24 : Évolution de degré de saturation en eau en fonction du temps pour les remblais en pâte cimentés 129
Figure III. 25 : Évolution de degré de saturation dans le temps en fonction de la teneur en Po (ou granulométrie des mélanges) pour les remblais hydrauliques cimentés avec du CP_{10} ... 130
Figure III. 26 : Évolution de degré de saturation dans le temps en fonction de la teneur en Po (ou granulométrie des mélanges) pour les remblais en pâtes cimentés avec du CP_{10} 131
Figure III. 27 : Quantification des sulfates pour les échantillons de remblais frais, âgés de 28 jours et de 182 jours contenant 8 % Po 132
Figure III. 28 : Quantification minérale des phases cimentaires développées dans le remblai hydraulique et en pâte contenant 8 % Po, à 182 jours de durcissement 134
Figure III. 29: Profils des flux d'oxygène consommés par les mélanges contenant 8 % Po 140
Figure III. 30 : Images MEB de la pyrrhotite en fonction du temps d'altération 142
Figure III. 31 : Voltampérogramme d'une pyrrhotite altérée 143
Figure III. 32 : Dispositif expérimental pour l'étude électrochimique 145
Figure III. 33 : Observation au MEB couplée à la microanalyse EDS du minéral constitutif de l'électrode de travail 146
Figure III. 34 : Voltampérogramme de la pyrrhotite : réponse possible 148
Figure III. 35 : Voltampérogrammes de la pyrrhotite fraîche et altérée dans la solution électrolyte de $NaNO_3$ 150

Rapport-Gratuit.com

Figure III. 36 : Voltampérogrammes de la pyrrhotite fraîche et altérée dans la solution électrolyte de $NaNO_3$ et dans la solution tamponné avec du ciment portland 151
Figure III. 37 : Relation entre les flux d'oxygène consommés et le degré de saturation 153
Figure III. 38 : Flux d'oxygène consommés par les échantillons de contrôles (sans ciment) après resaturation 154
Figure III. 39 : Flux d'oxygène consommés par les remblais hydrauliques cimentés après resaturation 155
Figure III. 40 : Flux d'oxygène consommés par les remblais en pâte cimentés après resaturation 155
Figure III. 41 : Image au MEB d'une couche indurée à la surface des remblais 157
Figure III. 42 : Surfaces fraîches et oxydées des mélanges sélectionnés 158
Figure III. 43 : Flux d'oxygène consommés par les remblais hydrauliques cimentés après raclage des surfaces 159
Figure III. 44 : Flux d'oxygène consommés par les remblais en pâte cimentés après raclage des surfaces 160
Figure III. 45 : Flux maximum d'oxygène consommés selon le type de remblai 163
Figure III. 46 : Résistance en compression uniaxiale au pic selon le type de remblai 163
Figure IV. 1 : Standard de céramique poreuse 167
Figure IV. 2 : Moyenne des flux volumiques mesurés en fonction du gradient de pression appliqué 168
Figure IV. 3 : Écoulement volumique d'azote à travers un standard en fonction du gradient de pression 169
Figure IV. 4 : Programme expérimental des essais de perméabilité 171
Figure IV. 5: Courbes granulométriques des matériaux utilisés dans le remblai en pâte et dans le remblai hydraulique 173
Figure IV. 6 : Composition chimique du ciment Portland ordinaire (GU) 174
Figure IV. 7 : Dispositif expérimental des essais de perméabilité au gaz 176
Figure IV. 8: Courbe de calibrage des capteurs de pression 178
Figure IV. 9: Dispositif pour mesurer la conductivité hydraulique saturée par essai à charge variable 180

Figure IV. 10: Évolution de la perméabilité intrinsèque des remblais en pâte et hydraulique cimentés en fonction de l'âge du remblai 182
Figure IV. 11 : Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique sans liant 184
Figure IV. 12: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique cimenté âgé de 7 jours 184
Figure IV. 13: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique cimenté âgé de 28 jours 185
Figure IV. 14: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte sans liant 186
Figure IV. 15: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte cimenté âgé de 7 jours 186
Figure IV. 16: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte cimenté âgé de 28 jours 187
Figure IV. 17: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction de l'âge du remblai 190
Figure IV. 18: Relation entre les valeurs de K estimées à partir des essais de perméabilité au gaz et à l'eau 191
Figure IV. 19: Valeurs de k_{sw} prédites par le modèle KCM et mesurées pour les remblais, hydraulique et en pâte, non cimentés 194
Figure IV. 20 : Ségrégation des particules dans les moules de remblais hydrauliques 195
Figure IV. 21: Échelle de la taille des solides et des pores dans une matrice cimentaire hydratée 198
Figure IV. 22 : Influence du degré d'interconnectivité sur la perméabilité 199
Figure IV. 23: Échantillon de remblai hydraulique pour l'essai MIP 202
Figure IV. 24: Distribution de la taille des pores des remblais hydraulique et en pâte cimentés 203
Figure IV. 25: Évolution de la surface spécifique des remblais hydraulique et en pâte cimentés 204
Figure IV. 26 : Dérivée de la perte de masse en fonction de la température pour le remblai en pâte 205

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Figure IV. 27 : Dérivée de la perte de masse en fonction de la température pour le remblai hydraulique 206
Figure IV. 28 : Comparaison entre les profils obtenus de l'analyse thermique des remblais hydraulique et en pâte cimentés avec 5% liant 207
Figure IV. 29 : Corrélation entre les valeurs de k_{sw} mesurées et celles prédites par le modèle de KC (1956)..... 209
Figure IV. 30 : Corrélation entre les valeurs de k_{sw} mesurées et celles prédites par le modèle de Garcia-Bengochea *et al.*, 1979 211
Figure IV. 31 : Corrélation entre des valeurs de conductivité hydraulique saturée pour des remblais en pâte cimentés mesurées et prédites avec le modèle proposé par Godbout (2005) 212
Figure V. 1 : Programme expérimental de détermination de la courbe de rétention d'eau... 218
Figure V. 2 : Représentation schématique d'une cellule de pression..... 220
Figure V. 3 : Dessiccateurs contenant les solutions salines 223
Figure V. 4 : Humidité relative en fonction de la température 225
Figure V. 5 : Préparation du remblai hydraulique 226
Figure V. 6 : Procédure d'essais pour la détermination de la CRE des remblais hydrauliques 227
Figure V. 7 : Pierre poreuse à la base de la colonne 28 jours 228
Figure V. 8 : Montage pour le calibrage des capteurs tensiomètres 230
Figure V. 9: Équations du calibrage des capteurs de pression 231
Figure V. 10 : Calibrage des sondes ECH$_2$O EC-5 selon la première approche..... 232
Figure V. 11 : Lectures en mV de la sonde de teneur en eau en fonction du temps 233
Figure V. 12 : Dispositif expérimental pour le calibrage des sondes ECH$_2$O..... 234
Figure V. 13 : Équations du calibrage des sondes de teneur en eau volumique 235
Figure V. 14 : Consolidation du remblai hydraulique cimenté..... 236
Figure V. 15 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte sans liant 238
Figure V. 16: Évolution de la courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté durant le durcissement 239
Figure V. 17 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté 240

Figure V. 18 : Évolution de la courbe de rétention du remblai hydraulique durant le durcissement 242
Figure V. 19 : Comparaison de l'évolution de la courbe de rétention des remblais hydraulique et en pâte 243
Figure V. 20 : Procédure d'essai pour les mesures de succions générées par l'hydratation des liants 247
Figure V. 21 : Dispositif expérimental pour la mesure des succions durant le durcissement. 248
Figure V. 22 : Évolution de la succion durant le durcissement du liant 249
Figure V. 23: Effet de prendre en compte ou non les succions générées par l'hydratation des liants sur l'allure de la CRE des remblais miniers cimentés 250
Figure V. 24: Schématisation d'un ménisque dans un capillaire 246
Figure V. 25 : Courbes de rétention d'eau du remblai en pâte selon la méthode de détermination 251
Figure V. 26: Ségrégation des particules dans le remblai hydraulique 253
Figure V. 27 : Courbes granulométriques du remblai hydraulique à l'intérieur d'une colonne 254
Figure V. 28 : Courbe de rétention d'eau d'un rejet de concentrateur non cimenté mesurée et estimée à partir de la distribution de la taille des pores 257
Figure V. 29 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté estimée à partir de la distribution de la taille des pores 258
Figure VI. 1: Modélisation du degré de saturation dans un chantier remblayé selon que les propriétés hydrogéologiques soient considérées constantes ou évolutives 270

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. 1: Comparaison entre la technologie du remblai hydraulique et celle du remblai en pâte 6
Tableau I. 2 : Effets potentiels reliés à une exposition au dioxyde de soufre (SO_2) 8
Tableau II. 1: Formes et caractéristique des pyrrhotites les plus communes 13
Tableau II. 2: Énergie émise sous forme de chaleur lors de l'oxydation des minéraux sulfureux 25
Tableau II. 3: Émanations en dioxyde de soufre selon la température 25
Tableau II. 4: Méthodes expérimentales de détermination du flux diffusif de l'oxygène 58
Tableau II. 5: Solutions analytiques et numériques pour l'évaluation du flux diffusif de l'oxygène 61
Tableau II. 6 : Techniques de mesures de la conductivité hydraulique saturée 67
Tableau II. 7 : Modèle de prédiction de la conductivité hydraulique saturée 69
Tableau II. 8: Techniques de mesures de la conductivité hydraulique non saturée – méthodes directes 70
Tableau II. 9 : Techniques de mesures de la conductivité hydraulique non saturée – méthodes indirectes 71
Tableau II. 10 : Techniques de mesure du coefficient de perméabilité au gaz 72
Tableau II. 11: Modes d'imposition de la contrainte associés aux méthodes de détermination de la CRE 81
Tableau II. 12: Paramètres du modèle *MK* pour matériaux granulaires 85
Tableau III. 1 : Paramètres granulométriques des rejets de concentrateur 98
Tableau III. 2 : Analyses chimiques ICP-AES après digestion acide des rejets 100
Tableau III. 3 : Paramètres granulométriques des matériaux inertes 102
Tableau III. 4 : Surface spécifique des liants et ajouts minéraux 103
Tableau III. 5 : Analyses chimiques ICP-AES après digestion acide des liants 104
Tableau III. 6 : Analyses chimiques ICP-AES des eaux à l'étude 106
Tableau III. 7 : Caractéristiques de fabrication des mélanges 108

Tableau III. 8: Pics observés à l'ATD-ATG-DSC 135
Tableau III. 9 : Résumé des résultats de l'analyse post-essais 136
Tableau IV. 1 : Propriétés du standard de céramique poreuse 168
Tableau IV. 2: Paramètres géotechniques et minéralogiques du rejet de concentrateur et du sable 172
Tableau IV. 3 : Compilation des essais de perméabilité 191
Tableau IV. 4: Variables du modèle incluses dans le modèle KCM de prédiction de k_{sw} 193
Tableau IV. 5 : Variables du modèle de prédiction de k_{sw} du remblai hydraulique selon Zhang, Ward et Keller (2011) 196
Tableau V. 1 : Points θ-ψ déterminés pour le traçage de la courbe de rétention d'eau selon l'approche de Godbout *et al.* (2004) 222
Tableau V. 2 : Paramètres de la courbe de rétention d'eau et de lissage selon MK 244
Tableau V. 3 : Porosité à l'intérieur des colonnes de remblais hydrauliques 254

LISTE DES SYMBOLES ET ACRONYMES

a	indice pour désigner la phase gazeuse (air)
a	aire du tube de mesure (L^2)
a_s	paramètre du sol appelé « *sorptive number* »
A	aire de la section transversale de l'échantillon (L^2) ou A facteur de fréquence
C_e et x	paramètres du matériau (sans unité) introduits pour représenter l'influence de la tortuosité dans le milieu
C	concentration d'oxygène (% ou mol/m^3)
C_0	concentration initiale d'oxygène (% ou mol/m^3)
CRE	courbe de rétention d'eau
C_U	coefficient d'uniformité (-)
D_e	coefficient de diffusion effectif de l'oxygène (m^2/s)
D^O_a	coefficient de diffusion libre de l'oxygène dans l'air (m^2/s)
D^O_w	coefficient de diffusion libre de l'oxygène dans l'eau (m^2/s)
D^*	coefficient de diffusion apparent de l'oxygène (m^2/s)
D_{10}	diamètre correspondant à 10 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
D_{50}	diamètre correspondant à 50 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
D_{60}	diamètre correspondant à 60 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
D_{90}	diamètre correspondant à 90 % cumulé de la distribution granulométrique (µm)
d	diamètre moyen (L)
d_t	distance entre les tensiomètres (L)
D_r	densité relative des grains
e	indice des vides
E_a	énergie d'activation
f	flux massique
f_e	fonction de l'indice des vides
f_f	fonction des propriétés du fluide [$L^{-1}T^{-1}$]
f_v	fonction de l'espace des vides (distribution de la grosseur des pores) [L^3L^{-3}]

f_s fonction des caractéristiques de la surface des grains solides [L^2]

$f_{(r)}$ distribution statistique du rayon des pores

$F_a^{A,P}$ flux d'air advectif [$L^3L^{-2}T^{-1}$ ou LT^{-1}]

F_L *ou* F_o^D flux diffusif d'oxygène en régime permanent (mol/m^2/an)

g accélération de la pesanteur [LT^{-2}]

H constante de Henry (≈ 0,03 à 25°C)

h différence de charge hydraulique (L)

i gradient hydraulique (sans unité)

K_n nombre de Knudsen

K_r* coefficient de taux de réaction apparent (1/an)

K_r coefficient effectif du taux de réaction (1/an)

K perméabilité intrinsèque du milieu poreux [L^2]

k coefficient de perméabilité du milieu poreux (L/T^{-1})

k_s / k_{sat} coefficient de perméabilité ou conductivité saturé (L/T^{-1})

k_{sa} coefficient de perméabilité saturé à l'air [LT^{-1}]

k_{sw} coefficient de perméabilité saturé à l'eau [LT^{-1}]

k_u conductivité effective

k_{ua} fonction de perméabilité du milieu non saturé à l'air [LT^{-1}]

$k(\psi)$ fonction de perméabilité

k_{ra} conductivité relative pour l'air

$k_{re}l$ conductivité hydraulique relative par rapport à k_{sat}

L longueur de l'échantillon (L)

M masse

MIP Mercury intrusion porosimetry

n porosité

P_a Pression [$ML^{-1}T^{-2}$]

P/γ_w énergie potentielle de pression [$(F/L^2) / (F/L^3) = L$]

P_B Pression barométrique du test [F/L^2]

P_I Pression à l'entrée de l'échantillon [F/L^2]

P_S Pression PTS [F/L^2]

ΔP Perte de pression à travers l'échantillon [F/L^2]

PTS	Pression et température standard (normalement 20ºC et 101,3 kPa)
PSD	Pore size distribution
Q(ou v)	Débit spécifique appelé fréquemment vitesse de Darcy (L/T^{-1})
Q	Quantité d'eau ou volume d'air (L^3)
Q	Écoulement de l'air dans l'échantillon à PTS [L^3/T]
Q_{AV}	Écoulement volumique à la pression moyenne de l'échantillon et à la température du test [L^3/T]
r	rayon des pores ou taux d'oxydation
R	constante des gaz parfaits (8,31 $J.mol^{-1}.K^{-1}$)
R_e	nombre de Reynolds
R_0	taux d'absorption de l'oxygène (en mL/kg.s)
RHC	Remblai hydraulique ciment
RMC	Remblai minier cimenté
RPC	Remblai en pâte cimenté
S_r	Degré de saturation
S_s	aire de la surface spécifique massique des grains solides [L^2M^{-1}]
t	temps (T)
Δt	intervalle de temps nécessaire pour que la charge passe de h_1 *à* h_2
T_S	Température à PTS [ºC]
T	Température du test [ºC]
$v^2/2g$	énergie cinétique [$(L^2/T^2) / (2L/T^2) = L$]
z	position [L]
ρ	masse volumique [ML^{-3}]
ρ_a	masse volumique de l'air [ML^{-3}]
ρ_w	masse volumique de l'eau [ML^{-3}]
ρ_s	masse volumique du grain solide [ML^{-3}]
λ	libre parcours moyen des molécules gazeuses
μ	viscosité dynamique [$ML^{-1}T^{-1}$]
μ_a	viscosité dynamique de l'air [$ML^{-1}T^{-1}$]
μ_w	viscosité dynamique de l'eau [$ML^{-1}T^{-1}$]
γ	poids volumique [$ML^{-2}T^{-2}$]

η	viscosité du fluide
θ	la teneur en eau volumique
θ_a	teneur en air volumique
θ_e	teneur en eau normalisée; S_{re} : degré de saturation effectif
θ_r	teneur en eau résiduelle
θ_s	teneur en eau à saturation
ψ	succion matricielle
ψ_a	pression d'entrée d'air (ou AEV pour « air entry value »
ψ_r	pression résiduelle exercée à une teneur en eau résiduelle θ_r

Rapport-Gratuit.com

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

RÉSUMÉ

L'oxydation de la pyrrhotite dans les chantiers miniers souterrains remblayés est préoccupante pour les opérateurs miniers car elle peut mener à de graves conséquences: formation de drainage contaminé, diminution de l'intégrité physique de la masse de remblai et sous des circonstances extrêmes, menace à la santé et à la sécurité des travailleurs miniers (par épuisement de l'oxygène de l'air ou dégagement de SO_2). Cette recherche s'intéresse à la réactivité de la pyrrhotite lorsque cette dernière est incluse aux remblais miniers cimentés (hydrauliques et en pâte). Elle vise plus particulièrement à vérifier l'effet du liant sur la réactivité de la pyrrhotite et à rendre compte du rôle des principaux facteurs d'influence, telles la passivation des surfaces et les propriétés hydrogéologiques (perméabilité et courbe de rétention d'eau). Le coeur de la thèse est structurée de manière à répondre aux objectifs visés. Le chapitre III traite de la réactivité des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite et étudie l'effet de la passivation des surfaces tandis que les chapitre IV et V traitent de l'évolution, durant le durcissement, de la perméabilité et de la courbe de rétention d'eau(autres facteurs d'influence jugés d'importance) des remblais hydrauliques et en pâte cimentés, respectivement.

Les essais de consommation d'oxygène (CO), couplés à certaines techniques d'analyses (chimie des solides, diffraction des rayons X, thermogravimétrie et électrochimie) au chapitre III, montrent que les rejets de concentrateur qui contiennent de la pyrrhotite (sans liant) peuvent être très réactifs (avec des flux d'oxygène consommés parfois supérieurs à 35 moles O_2/m^2/jour), donc susceptibles d'entrainer d'éventuels problèmes environnementaux lorsqu'ils sont exposés aux conditions atmosphériques. Ils montrent également l'effet bénéfique d'ajouter un liant au mélange; effet davantage marqué pour les remblais en pâte que les remblais hydrauliques. L'analyse montre qu'une passivation naturelle (sans liant) de la surface des grains de la pyrrhotite permet de réduire à un certain niveau la réactivité de la pyrrhotite mais que l'ajout de liant permet de la réduire davantage.

L'approche utilisée dans le chapitre IV comprend des essais de perméabilité au gaz (azote) et des essais de perméabilité à l'eau, couplés à d'autres techniques d'analyses (porosimétrie au mercure, analyse des surfaces spécifiques et thermogravimétrie). L'approche confirme d'abord la fiabilité de l'essai de perméabilité à l'eau pour évaluer la perméabilité des remblais miniers cimentés (pas d'interaction significative entre le fluide d'infiltration (eau) et la matrice cimentaire durant la mesure). Les résultats d'essais indiquent que la perméabilité du remblai hydraulique cimenté demeure relativement constante dans le temps ($k_{sw} \approx 1 \times 10^{-5}$ cm/s) alors que celle de son homologue en pâte diminue de plus d'un ordre de grandeur en 28 jours (et devient inférieure à celle du remblai hydraulique de plus d'un ordre de grandeur : 2×10^{-5} cm/s à 3×10^{-6} cm/s). Les différences observées seraient associées à un plus fort degré de cimentation dans le remblai en pâte cimenté que dans le remblai hydraulique cimenté. L'entrainement d'une partie du liant dans les eaux de drainage lors de la mise en place du remblai hydraulique (cimentation plus faible) expliquerait ces tendances (le drainage des remblais en pâte étant négligeable). Enfin, cette partie de l'étude met en

évidence le phénomène de ségrégation des grains dans les remblais hydrauliques, avec une perméabilité probablement contrôlée en grande partie par les couches de particules fines.

L'approche utilisée dans le chapitre V comprend différentes méthodes d'évaluation de la CRE (essais en colonne, essais de succion par translation d'axe couplés (ou non) à la méthode des solutions salines, essais de succion modifié par Godbout *et al.,* 2004). Les essais de rétention d'eau montrent, à l'image de la perméabilité, que la capacité de rétention d'eau du remblai hydraulique cimenté (plus faible au départ que celle du remblai en pâte) demeure relativement constante dans le temps alors que celle du remblai en pâte cimenté évolue avec le durcissement du matériau (avec des pressions pour amorcer le drainage passant de 50 kPa à 400 kPa et des succions résiduelles, de 700 kPa à 20 000 kPa pour le remblai en pâte cimenté). Les différences observées seraient attribuables au fait que le remblai en pâte possède et développe pendant son durcissement, une porosité beaucoup plus fine que son homologue hydraulique ainsi que des liens de plus en plus forts entre l'eau et la matrice cimentaire.

En croisant l'ensemble de l'information issue de cette recherche, le remblai en pâte cimenté apparait clairement comme une option plus appropriée que le remblai hydraulique cimenté pour la gestion de rejets de concentrateur contenant de la pyrrhotite. Il est plus homogène et est caractérisé par une plus faible perméabilité et une plus forte capacité de rétention d'eau. Cela permet de maintenir sur l'ensemble de la masse des conditions saturées en eau qui agissent comme une barrière à l'oxygène, principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les conditions étudiées.

Mots-clés : Réactivité, Pyrrhotite, Remblai minier cimenté, Remblai hydraulique cimenté, Remblai en pâte cimenté, Perméabilité, Courbe de rétention d'eau.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

CHAPITRE I

INTRODUCTION

1.1 SUJET DE LA RECHERCHE

Cette recherche s'intéresse à la réactivité de la pyrrhotite lorsque cette dernière est mise en place dans les chantiers miniers souterrains sous forme de remblais miniers cimentés (hydraulique et en pâte). Elle s'interroge sur les mécanismes impliqués lors de son oxydation, particulièrement lorsqu'ils mènent à des évènements extrêmes comme l'auto-ignition de la masse de remblai et/ou le dégagement de gaz toxiques tel le SO_2. Depuis quelques années, chercheurs et chercheuses s'intéressent à la réactivité des remblais miniers en pâte cimentés sulfureux. Seuls des remblais contenant principalement de la pyrite (sulfure le plus abondant dans les rejets miniers) ont été étudiés (*eg.* Ouellet *et al.*, 2006). D'autres chercheurs s'intéressent à la réactivité de la pyrrhotite lorsqu'elle est déposée dans des parcs à résidus, *i.e.*, exposée aux conditions ambiantes de surface (*eg.* Hamilton et Woods, 1981; Steger, 1982; Janzen, Nicholson et Sharer, 2000; Belzile *et al.*, 2004; Cruz, Gonzalez et Monroy, 2005; Gunsinger *et al.*, 2006). Aucune étude n'a tenté de quantifier la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés (en pâte ou autre technologie comme le remblai hydraulique) et de rendre compte du rôle des principaux facteurs d'influence, telles les propriétés hydrogéologiques.

1.2 CONTEXTE DE L'ÉTUDE

La pyrrhotite, fréquemment en association avec la pyrite, la sphalérite, la galène et la chalcopyrite, représente après la pyrite, le sulfure de fer le plus commun dans la nature. Elle est présente dans plusieurs types de gisements hydrothermaux, souvent à l'intérieur de roches mafiques intrusives ou volcaniques dans lesquelles se sont mis en place des dépôts de sulfures massifs (commune dans la gangue des gisements de Ni-Cu, Pb-Zn et ÉGP). Dans la plupart des cas (excepté lorsqu'elle est en association avec des éléments du groupe du platine), la pyrrhotite (sans valeur économique), est rejetée du procédé de traitement (Penberthy et Merkle, 1999; Ballhauss et Sylvester, 2000, cités dans Becker, 2010). Elle doit alors être gérée efficacement car ce minéral, considéré comme très réactif, s'oxyde rapidement lorsqu'il est exposé aux conditions ambiantes, *i.e.*, en présence d'eau et d'oxygène (Belzile *et al.*, 2004).

1.2.1 Le remblai minier cimenté pour la gestion des rejets de concentrateur sulfureux

Une des approches intéressantes pour la gestion des rejets de concentrateur sulfureux, pour les mines souterraines en opération, est de les enfouir dans les chantiers exploités, sous forme de remblai minier cimenté (RMC) (Hassani et Archibald, 1998; Aubertin, Bussière et Bernier, 2002; Grice, 1998; Dorriott et Grice, 2002; Aubertin, Bussière et Zagury, 2011). Cette technologie permet, en plus de réduire le volume des rejets problématiques à entreposer en surface, d'optimiser la récupération du minerai en jouant un rôle de support secondaire de terrain durant les opérations de minage (De Souza, DeGagné et Archibald, 2001). L'ajout de liant dans le mélange de remblai permet non seulement d'augmenter la cohésion des rejets du concentrateur mais aussi de conférer au matériau des propriétés géoenvironnementales favorables à la réduction de la réactivité des sulfures et à la mobilité de la contamination (Benzaazoua *et al.*, 2004; Benzaazoua *et al.*, 2005; MEND, 2006; Benzaazoua *et al.*, 2010; Coussy, 2011).

Remblais hydrauliques et remblais en pâte cimentés

Essentiellement, deux types de remblais destinés au remblayage des chantiers miniers souterrains sont fabriqués à partir de rejets de concentrateur soient : le remblai hydraulique cimenté (RHC) et le remblai en pâte cimenté (RPC) (Hassani et Archibald, 1998; Grice, 1998 et 2001; Dorricott et Grice 2002). Bien que la technologie du remblai en pâte gagne en popularité depuis quelques décennies (depuis le début des années 90), notamment au niveau des mines canadiennes (De Souza, Degagné et Archibald, 2001; De Souza, Archibald et Dirige, 2003), la technologie du remblai hydraulique est encore bien présente dans d'autres régions du monde (Cook, 2001; Grice 2001; Potvin, Thomas et Fourie, 2005; Sivakugan, Rankine et Rankine, 2005; Sivakugan *et al.*, 2006).

La Figure I. 1 présente les principales constituantes des remblais hydrauliques et en pâte cimentés.

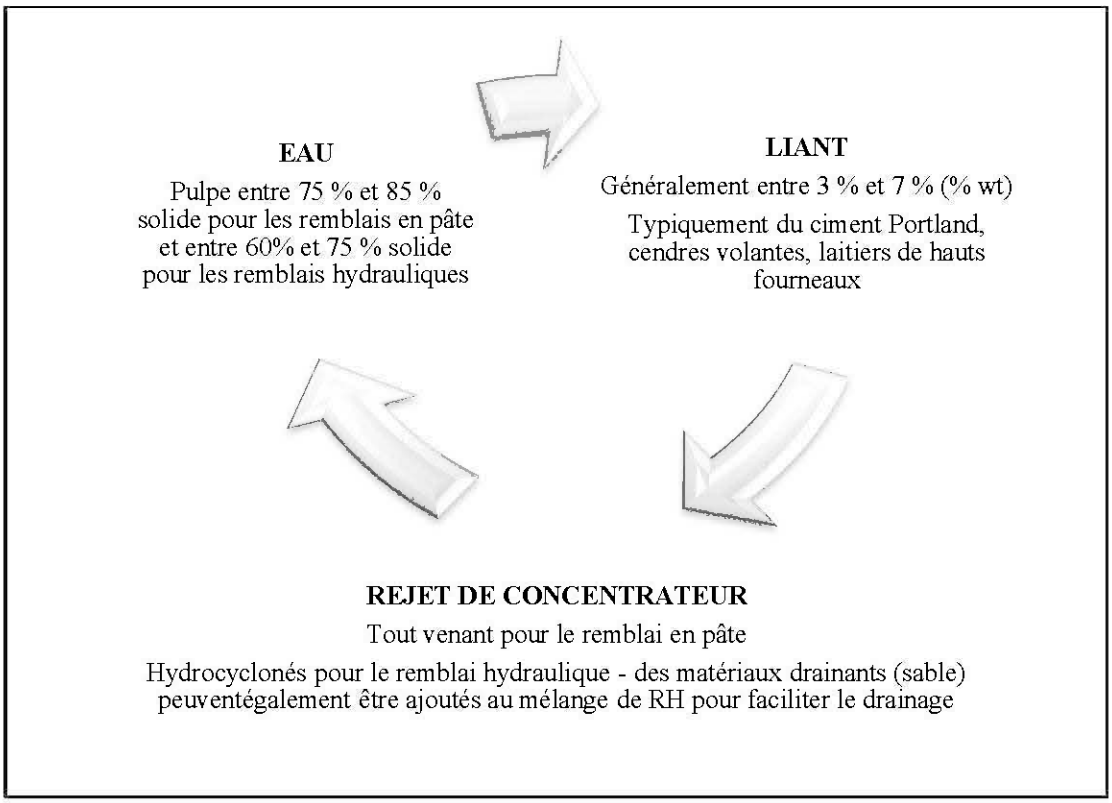


Figure I. 1 : Remblais miniers cimentés hydraulique ou en pâte

Les remblais miniers cimentés hydraulique ou en pâte, sont à la base constitués de rejet de concentrateur, d'un agent liant (typiquement du ciment Portland et/ou ajouts minéraux dans des proportions variant entre 3 % et 7 % wt) et d'eau. Alors que le remblai hydraulique est préparé à une densité de pulpe entre 60 % et 75 % solide, le remblai en pâte est usuellement préparé à un pourcentage solide entre 75 % et 85 %. Dans le cas du remblai hydraulique, les rejets de concentrateur peuvent être hydrocyclonés (*i.e.* qu'une fraction des particules fines est retirée) ou encore être amendés avec du sable (dont la taille des particules est plus grossière) pour atteindre une capacité de drainage donnée. Le remblai en pâte est habituellement constitué de rejets de concentrateur non ségrégés, *i.e.* que toute la fraction granulométrique (tout venant) est incluse au mélange, même si plus rarement des granulats peuvent y être ajoutés. Les critères de fabrication des remblais hydrauliques en termes de granulométrie diffèrent selon les références mais sont généralement de l'ordre de < 10 % passant 10 µm (Grice, 1998) à < 20 % passant 20 µm (Landriault, 2001). Dans le cas du remblai en pâte, les critères granulométriques visés sont généralement > 15 % ou 20 % passant 20 µm (Landriault, 2001; Verburg, 2002). La Figure I. 2 illustre des fuseaux granulométriques typiques de rejets de concentrateurs ainsi que les standards de fabrication des deux types de remblais selon Dorriott et Grice (2002).

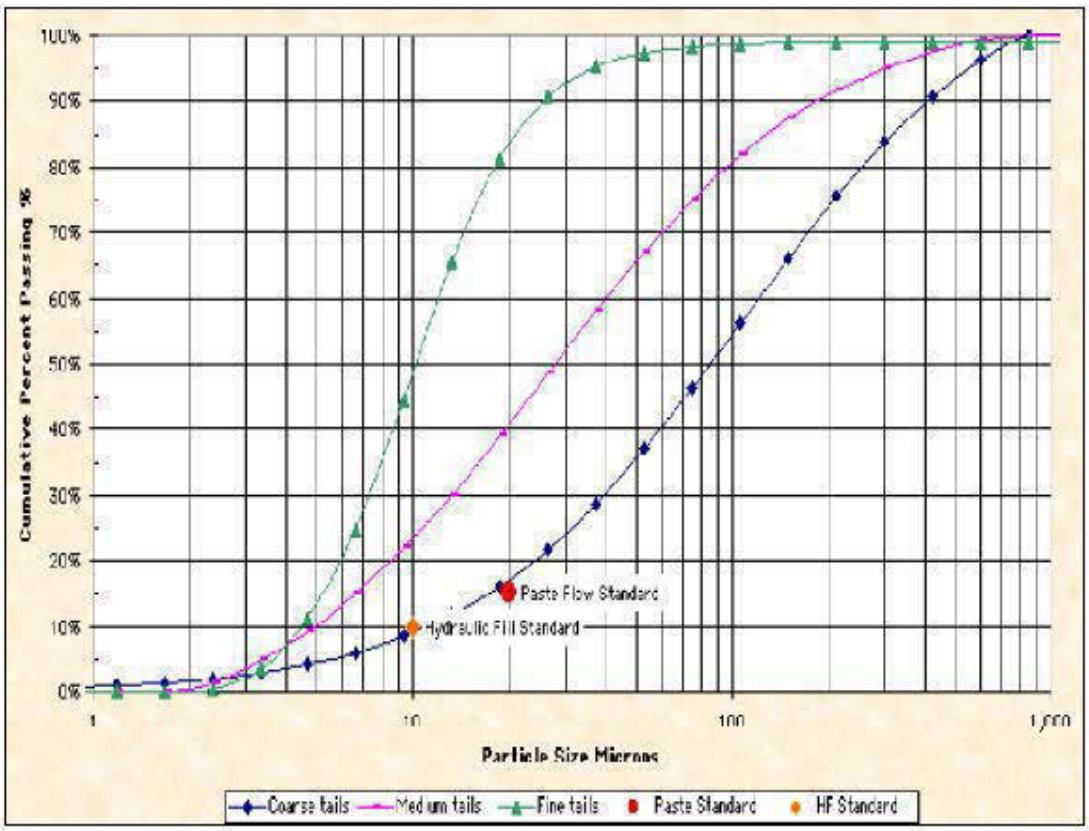


Figure I. 2: Classification granulométrique des rejets de concentrateur et standards granulométriques pour la fabrication des remblais hydrauliques et en pâte (tiré de Dorricott et Grice, 2002)

Les critères de fabrication du remblai hydraulique et du remblai en pâte confèrent aux matériaux des propriétés différentes et impliquent une technologie de mise en place spécifique à chacune des technologies. Les coûts en capital et d'opération qui en relèvent diffèrent également d'une technologie à l'autre (Tableau I. 1).

Tableau I. 1: Comparaison entre la technologie du remblai hydraulique et celle du remblai en pâte (inspiré de Hassani et Archibald, 1998)

Critère	**Remblai hydraulique**	**Remblai en pâte**
Pourcentage solide	Entre 60 % et 75 %	Entre 75 % et 85 %
Taille des particules	< 10 % passant 10 µm ou < 20 % passant 20 µm Selon référence	> 15 % passant 20 µm ou > 20 % passant 20 µm Selon référence
Quantité de liant	Perte d'une partie des liants lors du drainage	Généralement plus faible quantité de liant requise pour obtenir les mêmes résistances mécaniques
Rapport eau/ciment	Élevé	Faible à élevé
Résistance mécanique	Faible	Faible à élevée
Perméabilité	Élevée	Faible
Système de transport sous terre	Par gravité *via* un système de canalisation (trous de forages et tuyaux)	Par gravité ou à l'aide de pompe *via* un système de canalisation
Taux de mise en place	100 à 200 tonnes/heure	50 à 200 tonnes/heure
Remplissage complet du chantier	Pas possible	Possible
Eau de drainage	Excessive Exige le pompage et la gestion des eaux de drainage après la mise en place	Négligeable
Ségrégation	Tassement de la pulpe et ségrégation des grains Masse hétérogène	Absence de ségrégation Masse homogène
Barricade	Coûteuse	Non coûteuse
Coût en capital	Faible	Plus élevé que pour le remblai hydraulique Coûts importants associés aux infrastructures de surface
Coûts d'opération	Faibles coûts de distribution	Les plus faibles coûts associés aux remblais miniers cimentés

Comparé au remblai hydraulique, le remblai en pâte permet entres autres, de revaloriser une plus grande proportion des rejets du concentrateur (tout venant). Il permet aussi de diminuer les quantités d'eau à pomper et gérer lors de la mise en place du matériel dans les chantiers (quantité d'eau de drainage négligeable par rapport au RHC). De meilleures résistances mécaniques, pour les mêmes quantités de liant ajouté au mélange, sont également atteintes

par le remblai en pâte cimenté. Cela est expliqué principalement par l'entrainement d'une partie du liant lors du drainage du remblai hydraulique cimenté (Benzaazoua *et al.*, 2005). La masse de remblai en pâte cimenté durcie, dans les chantiers miniers souterrains, est relativement homogène tandis que celle du remblai hydraulique cimenté est souvent hétérogène (à cause de la ségrégation des grains - Ouellet et Servant, 1998 et 2000). Des infrastructures plus sophistiquées de préparation et de mise en place dans les chantiers sont toutefois associées à la technologie du remblai en pâte cimenté (Hassani et Bois, 1992; Landriault, Welch et Morrison, 1996; Henderson *et al.*, 1997; Hassani et Archibald, 1998).

1.3 OXYDATION DE LA PYRRHOTITE DANS LES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS

L'oxydation de la pyrrhotite dans les chantiers miniers souterrains remblayés devient de plus en plus préoccupante pour les opérateurs miniers car elle peut mener à de graves conséquences. D'un point de vue environnemental, les produits de l'oxydation de la pyrrhotite peuvent mener à la formation de drainage contaminé et affecter la qualité des eaux souterraines (e.g. Wheeland et Payant, 1991; Evangelou, 1995; Levens, Marcy et Boldt, 1996; Aubertin, Bussière et Bernier, 2002; Blowes *et al.*, 2003; MEND, 2006). Au niveau des opérations, l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais cimentés peut affecter l'intégrité physique de la masse par la production de minéraux secondaires gonflants (phénomène nommé « attaque sulfatique » *eg.* Benzaazoua, Belem et Bussière 2002; Benzaazoua, Fall et Belem, 2004; Benzaazoua *et al.*, 2005; Bertrand, Monroy et Lawrence, 2000; Chinchón-Payá, Aguado et Chinchón, 2012) et ainsi ralentir les activités de minage. Sous des circonstances extrêmes, l'oxydation de la pyrrhotite peut aussi mettre en péril la santé et la sécurité des travailleurs miniers. En milieu fermé par exemple, la consommation d'oxygène associée à l'oxydation des sulfures peut entrainer un épuisement de l'oxygène de l'air (Bayah, Meech et Stewart, 1984; Philips *et al.*, 2009). Elle peut aussi être suffisamment rapide pour mener à l'auto-ignition de la masse et provoquer, à de hautes températures, le dégagement de gaz toxiques tel le SO_2 (Bernier et Li, 1998 ; Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; Rosenblum, Spira et Konigsmann, 1982; Rosenblum et Spira, 1995; Rosenblum, Nesset et Spira, 2001; Bernier et Li, 2003). Une liste détaillée des effets

potentiels liés à une exposition au dioxyde de soufre (SO_2) sur la santé de l'humain est présentée dans le « *NIOSH international report* » (Baier, 1977) et résumée au Tableau I. 2.

Tableau I. 2 : Effets potentiels reliés à une exposition au dioxyde de soufre (SO_2) sur la santé

Concentration en SO_2 (ppm)	**Symptômes**
3-5	Odeur (valeur nocive limite)
8-12	Faible irritation des yeux et de la gorge
20	Toux et irritation des yeux
30	Irritation immédiate et forte
100-250	Dangereux pour la vie
> 600	Mort après quelques minutes d'exposition

Lorsque les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite mènent au dégagement de SO_2, la fermeture et parfois même l'abandon des chantiers miniers doivent être envisagés pour protéger la santé et assurer la sécurité des travailleurs miniers. De telles actions représentent par conséquent des pertes importantes de productivité pour l'opérateur minier.

1.4 OBJECTIFS, ENVERGURE ET LIMITES DE LA RECHERCHE

L'objectif principal de la thèse est de mieux comprendre les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, hydraulique ou en pâte. Des objectifs spécifiques viennent se greffer à ce projet, dont:

i) Évaluer la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, hydraulique et en pâte : c'est essentiellement la réactivité des remblais en pâte cimentés contenant de la pyrite qui a été étudiée jusqu'à présent;

ii) Déterminer l'évolution de la perméabilité intrinsèque des remblais miniers cimentés (hydraulique et en pâte) : seule la conductivité hydraulique saturée (k_{sw}), dépendante des propriétés du fluide, a été définie jusqu'à présent. Aussi, l'évolution de k_{sw} en fonction du temps de durcissement, du type et de la proportion de liant des remblais en pâte cimentés a été étudiée mais pas celle des remblais hydrauliques (valeurs ponctuelles seulement);

Rapport-Gratuit.com

iii) Définir la courbe de rétention d'eau (CRE) évolutive et sur l'ensemble du domaine des remblais miniers cimentés (hydraulique et en pâte) : seule une partie de la CRE (pour des succions < 1 380 kPa) des remblais en pâte cimentés a été étudiée jusqu'à présent - la CRE des remblais hydrauliques n'a pas encore été définie et celle du remblai en pâte cimenté durci sur l'ensemble du domaine non plus.

La recherche rencontre toutefois certaines limites, dont :

i) État peu avancé des connaissances de la réactivité et du potentiel d'auto-ignition des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite;
ii) Disponibilité des méthodes capables d'évaluer les propriétés hydrogéologiques des remblais miniers cimentés durant le durcissement.

La recherche se limite ainsi à vérifier l'influence de la teneur en pyrrhotite sur la réactivité des remblais miniers cimentés (hydrauliques et en pâte). Elle se concentre aussi sur le développement, l'adaptation et l'utilisation de méthodes d'évaluation des propriétés hydrogéologiques (perméabilité et courbe de rétention d'eau) des remblais miniers cimentés durant le durcissement.

1.5 STRUCTURE DE LA THÈSE

La thèse se divise globalement en deux parties. La première partie tente de faire ressortir les mécanismes impliqués au niveau de l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, à cerner ceux qui mènent à des évènements extrêmes comme l'auto-ignition et le dégagement de SO_2 et à dégager les principaux facteurs d'influence. Elle comprend une revue de la littérature sur le sujet (chapitre II) et une étude expérimentale de la réactivité de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés (chapitre III). La revue de la littérature porte sur l'oxydation de la pyrrhotite pour des conditions standards jusqu'à l'auto-ignition. Elle dresse une liste des méthodes de prédiction du potentiel d'auto-ignition (PAI) susceptibles d'être applicables à la prédiction du PAI des remblais miniers cimentés

contenant de la pyrrhotite. Elle décrit les mécanismes de transfert de l'oxygène (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les conditions étudiées) à travers les remblais miniers cimentés. Dans le chapitre III sur la réactivité, une approche phénoménologique est privilégiée. L'étude se base sur un cas réel (matériaux et conditions de durcissement d'un site donné). Ce chapitre comprend plusieurs essais et une analyse détaillée des résultats. Les résultats d'essais sont par la suite reliés à la théorie fondamentale présentée dans le chapitre II. La deuxième partie de la recherche étudie les propriétés hydrogéologiques (perméabilité, chapitre IV et capacité de rétention d'eau, chapitre V) des remblais miniers cimentés, hydraulique et en pâte. Une des hypothèses à la base de l'élaboration de cette recherche est que les propriétés hydrogéologiques soient des facteurs d'importance au niveau de la réactivité des remblais miniers cimentés sulfureux (puisqu'elles régissent en grande partie les mécanismes de transfert de l'oxygène à travers le milieu). Pour cette partie des travaux, le nombre d'essais est réduit et l'approche utilisée (matériaux et conditons de durcissement) est plus conventionnelle. L'emphase est mise sur le développement, l'adaptation et l'utilisation de méthodes d'évaluation des propriétés hydrogéologiques afin de porter plus loin notre compréhension du phénomène. Les résultats issus des chapitres IV et V sont comparés à certains modèles de prédiction disponibles dans la littérature. Cette comparaison vise à mettre en évidence l'implication des différents facteurs d'influence. Des améliorations aux modèles sont aussi proposées afin d'être en mesure de prédire efficacement le comportement hydrogéochimique des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite. La thèse est complétée par une conclusion générale et par quelques recommandations (Chapitre VI).

1.6 CONTRIBUTIONS ANTICIPÉES

Cette recherche permettra d'obtenir une meilleure compréhension des mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, hydrauliques et en pâte. Elle espère ainsi offrir aux opérateurs miniers certaines pistes de solutions en matière d'environnement, de productivité et au niveau des aspects santé et sécurité au travail.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Dans cette étude, le développement, l'adaptation et l'utilisation de méthodes originales pour caractériser les remblais miniers cimentés, hydrauliques et en pâte, en termes de réactivité, perméabilité et capacité de rétention d'eau, représente une contribution en soi. Parmi ces méthodes, mentionnons l'électrochimie pour étudier la réactivité des surfaces de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés, l'essai de perméabilité au gaz pour évaluer la perméabilité intrinsèque des RMC et une combinaison d'approches (essais colonnes, méthodes par translation d'axe, solutions salines) pour obtenir la courbe de rétention d'eau des RMC sur l'ensemble du domaine. L'approche proposée amènera des avancées dans la compréhension du phénomène. Elle pourra être utilisée dans le futur pour caractériser d'autres remblais miniers cimentés réactifs et être transférée à différents domaines d'application pour l'étude de matériaux réactifs et/ou évolutifs.

Une autre contribution importante anticipée de cette recherche est la caractérisation hydrogéologique des remblais miniers cimentés en cours d'évolution, particulièrement celle des remblais hydrauliques cimentés. Ce matériau a été relativement peu étudié comparativement au remblai en pâte cimenté même s'il s'agit d'une option encore privilégiée par certains opérateurs miniers (pour la gestion des rejets de concentrateur sulfureux ou non). L'avancement des connaissances des propriétés hydrogéologiques des RMC, hydrauliques et en pâte sera sans aucun doute utile à la compréhension et à la prédiction de leur comportement hydrogéochimique. Ces connaissances pourront aussi aider à mieux comprendre et prédire le comportement plus général des remblais cimentés (par exemple mécanique ou de consolidation) qui dépend aussi des propriétés hydrogéologiques du matériel.

Les résultats de l'ensemble des travaux issus de cette recherche seront transférés *via* des conférences et des articles scientifiques. En espérant que cette recherche incitera d'autres chercheurs à poursuivre l'avancement des connaissances dans le domaine, pour mieux répondre aux besoins de l'industrie et de la collectivité.

CHAPITRE II

RÉACTIVITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS CONTENANT DE LA PYRRHOTITE ET MÉCANISMES DE TRANSFERT DE L'OXYGÈNE

Tel que soulevé en introduction, la présence de pyrrhotite à l'intérieur des remblais miniers cimentés est préoccupante pour les opérateurs miniers car son oxydation peut mener à de graves conséquences non seulement d'un point de vue environnemental et opérationnel (fermeture et abandon de chantier) mais aussi au niveau de la santé et de la sécurité des travailleurs miniers. Si certains des mécanismes impliqués dans l'oxydation de la pyrrhotite sont relativement bien connus et décrits dans la littérature (oxydation de la pyrrhotite pour des conditions standards par exemple), d'autres le sont beaucoup moins. C'est le cas notamment de ceux qui se produisent à l'intérieur des remblais miniers cimentés (hydraulique ou en pâte) et qui mènent jusqu'à l'auto-ignition de la masse et au dégagement de SO_2. Cette revue de la littérature vise à établir l'état des connaissances sur le sujet et à préciser les besoins en recherche. La première partie du chapitre décrit les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite pour des conditions standards jusqu'à l'auto-ignition ainsi que les principaux facteurs d'influence. Elle s'attarde aux méthodes de prédiction du potentiel d'auto-ignition proposées dans la littérature pour vérifier s'il est possible de quantifier avec les outils actuels, le risque d'auto-ignition des remblais miniers cimentés sulfureux. L'autre partie de la revue de la littérature s'intéresse aux mécanismes de migration de l'oxygène (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les conditions étudiées). Les équations qui gouvernent les mécanismes de transfert de l'oxygène à travers un milieu poreux révèleront d'une part que l'évaluation du flux diffusif de l'oxygène (F_O^D) à la surface de la masse de remblai permet d'accéder à la réactivité des sulfures inclus dans le mélange. D'autre part, ces équations indiqueront que l'écoulement du fluide est contrôlé par la perméabilité (K) et les propriétés capillaires (courbe de rétention d'eau - CRE) du milieu. Quelques définitions, un sommaire des techniques d'évaluation et une présentation des valeurs publiées dans la littérature concernant ces paramètres clés (F_O^D, K et CRE) complètent ce chapitre.

2.1 PYRRHOTITE

2.1.1 Minéralogie et cristallographie

La pyrrhotite est un sulfure de fer de composition variable, $Fe_{1-x}S$ où $0 \leq x < 0,125$ et dont la structure cristallographique est basée sur celle de la nickéline (NiAs, chef de file d'un groupe de minéraux isostructuraux (Becker *et al.*, 1997)). Elle appartient à un groupe minéral non stœchiométrique en raison d'une carence en fer dans le réseau cristallin (Vaughan et Craig, 1978; Pofsai et Dodonay, 1990; Thomas, Smart et Skinner, 2000; Thomas, Skinner et Smart, 2001). Essentiellement, trois structures de pyrrhotite sont identifiées dans la littérature (Posfai *et al.*, 2000; Fleet, 2006). Cela inclut la forme stœchiométrique FeS connue sous le nom de troilite (Naldrett *et al.*, 2000), la pyrrhotite magnétique, Fe_7S_8, identifiée *4C pyrrhotite* (Powell *et al.*, 2004) et la pyrrhotite non magnétique, généralement identifiée *NC pyrrhotite* où N est compris entre 5 et 11 (Morimoto *et al.*, 1970). La NC pyrrhotite comprend par ordre décroissant de déficience en fer, les pyrrhotites de composition Fe_9S_{10}, $Fe_{10}S_{11}$ et $Fe_{11}S_{12}$.
Plusieurs noms sont donnés à la pyrrhotite selon le rapport fer/soufre du minéral. Le Tableau II. 1 présente le nom attribué aux formes les plus communes (Nakazawa et Morimoto, 1971; Morimoto *et al.*, 1975, cités dans Mphela, 2010; Posfai, Sharp et Kontny, 2000; Fleet, 2006, cités dans Becker, 2010).

Tableau II. 1: Formes et caractéristique des pyrrhotites les plus communes selon le rapport Fe :S

Type	**Composition chimique**	**Structure cristalline**	**Fe : S**	**Nom commun**
4C	Fe_7S_8	Monoclinique	0,875	Magnétique
NC	Fe_9S_{10}	Hexagonale	0,900	Non magnétique
	$Fe_{10}S_{11}$	Hexagonale ou orthorhombique	0,900	Non magnétique
	$Fe_{11}S_{12}$	Hexagonale ou monoclinique	0,917	Non magnétique
Troilite	FeS	Orthorhombique	1	Non magnétique

Les formes cristallines de la pyrrhotite les plus riches en fer présentent une structure hexagonale (Fe_9S_{10} et $Fe_{11}S_{12}$) [1]ou orthorhombique (FeS) tandis que celles dont la teneur en fer est plus faible présentent une symétrie monoclinique (Fe_7S_8) (Arnold, 1967; Janzen, Nicholson et Scharer, 2000; Thomas, Skinner et Smart, 2001). Le teneur en fer de la pyrrhotite hexagonale se situe entre 47,4% et 48,3% (sur une base molaire) alors que celle de la pyrrhotite monoclinique se situe entre 46,5% et 46,8% (Ward, 1970).

La pyrrhotite monoclinique est ferromagnétique à température ambiante (Becker *et al.*, 1997) alors que les autres formes ne le sont pas. Miller *et al.* (2005) rapportent que la pyrrhotite monoclinique a une susceptibilité magnétique d'environ 13,1 e.m.u./g comparée à une susceptibilité de 10^{-5} e.m.u./g pour la pyrrhotite hexagonale.

Selon Arnold (1967), la plupart des dépôts de pyrrhotite contiennent une combinaison des différents types ci-haut présentés (normalement avec une texture d'intercroissances de pyrrhotite monoclinique (4C) et hexagonale (NC) surtout, rarement en présence de pyrrhotite orthorhombique (troilite)).

Méthodes analytiques de discrimination des pyrrhotites

Des méthodes analytiques telles que la microscopie (optique ou électronique à balayage couplée à l'analyse EDS) ou la diffraction des rayons X sont capables de discriminer les principales formes de pyrrhotite. Par exemple, la troilite peut être discriminée de la pyrrhotite monoclinique simplement par microscopie optique (Carpenter et Bailey, 1973) puisque la structure cristalline d'un minéral influence ses propriétés optiques (réflectivité notamment). La microscopie électronique à balayage couplée à l'analyse EDS permet d'identifier l'ensemble des pyrrhotites par l'analyse de la teneur en fer et en soufre du minéral

[1] Bien que la NC pyrrhotite soit généralement reconnue comme une pyrrhotite « hexagonale », certains auteurs affirment que le système cristallin de la NC pyrrhotite est plutôt pseudo-hexagonal voir même monoclinique ou orthorhombique (Carpenter et Desborough, 1964; Morimoto et al, 1970; Koto et al, 1975; Posfai et al, 2000, cités dans Becker, 2010)

(Zapletal, 1969). Enfin, l'analyse des pics obtenus par diffraction des rayons X permet de discriminer les principales formes cristallines de pyrrhotite soient: pyrrhotite hexagonale, monoclinique et troilite (Carpenter et Desborough, 1964; Keller-Bestrest, Collin et Comes., 1982; Powell *et al.*, 2004; Skala, Cisarova et Drabek, 2006).

D'autres méthodes, basées sur la susceptibilité magnétique du minéral, peuvent également être utilisées (Zapletal, 1969; Craig et Vaughan, 1981; Lianxing et Voke, 1996) pour discriminer la pyrrhotite magnétique des formes non magnétiques.

2.1.2 Réactions et produits de l'oxydation pour des conditions standards (de surface)

En raison de la non-stœchiométrie du minéral, les réactions d'oxydation de la pyrrhotite sont complexes et les produits qui en sont issus, nombreux. Cette section présente les réactions d'oxydation de la pyrrhotite lorsque cette dernière est exposée aux conditions ambiantes (i.e pour des conditions de parc à rejets par exemple).

En présence d'eau et d'oxygène et pour des conditions de pH > 4, le principal agent oxydant de la pyrrhotite est l'oxygène (Nordstrom et Alpers, 1999). La réaction d'oxydation de la pyrrhotite sous ces conditions peut être définie selon l'Équation II.1 (Nicholson et Scharer, 1994; Janzen, Nicholson et Scharer, 2000; Belzile *et al.*, 2004; Gunsinger *et al.*, 2006) :

$$Fe_{1-x}S + (2 - 0{,}5x)O_2 + xH_2O \rightarrow (1-x)Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 2xH^+ \qquad \text{Équation II. 1}$$

Le nombre de moles d'acidité (H^+) produites selon la réaction II.1 dépend de la stœchiométrie du minéral (Jambor, 2003). Lorsque les potentiels d'oxydoréduction sont suffisamment élevés, le Fe^{2+}, issu de l'équation II.1, est oxydé en Fe^{3+} selon l'équation II.2 :

$$Fe^{2+} + 0{,}25O_2 + 2H^+ \rightarrow Fe^{3+} + 0{,}5H_2O \qquad \text{Équation II. 2}$$

Si le pH est > 4,0 à 4,5, le fer ferrique peut précipiter sous forme d'hydroxyde, comme la ferrihydrite ou la goethite, et générer davantage d'acidité (équation II.3) :

$$Fe^{3+} + 3H_2O \rightarrow FeOH_{3(s)} + 3H^+ \qquad \text{Équation II. 3}$$

Tout ion Fe^{3+} de l'équation II.2 qui n'a pas précipité dans l'équation II.3 peut oxyder la pyrrhotite de façon indirecte (sans la présence d'oxygène), selon la réaction II.4 :

$$Fe_{1-x}S + (8-2x)Fe^{3+} + 4H_2O \rightarrow (9-3x)Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 8H^+ \qquad \text{Équation II. 4}$$

L'équation II.4 peut mener à des conditions de pH très faible (< 4,5), ce qui permet de maintenir une quantité importante de Fe^{3+} en solution et par conséquent, favoriser l'oxydation de la pyrrhotite par le fer ferrique.

Par ailleurs, des évidences de terrain et de laboratoire montrent que l'oxydation de la pyrrhotite est parfois incomplète lorsqu'il y a consommation d'acidité. Dans ces conditions, l'oxydation de la pyrrhotite (par l'oxygène ou par le Fe^{3+}) génère du soufre élémentaire (*eg.* Steger, 1982; Jambor, 1986; Ahonen et Tuovinen, 1994; Janzen, Nicholson et Scharer, 2000; Gunsinger *et al.*, 2006), selon les Équations II.5 et II.6:

$$Fe_{1-x}S + ½(1-x)O_2 + 2(1-x)H^+ \rightarrow (1-x)Fe^{2+} + S^0 + (1-x)H_2O \qquad \text{Équation II. 5}$$

$$Fe_{1-x}S + (2-2x)Fe^{3+} \rightarrow (3-3x)Fe^{2+} + S^0 \qquad \text{Équation II. 6}$$

Une particularité de la pyrrhotite (par rapport à la pyrite par exemple) est qu'elle devient instable en milieu acide et peut se dissoudre (dissolution non-oxydative) pour former du fer ferreux et du H_2S (Good, 1977; Belzile *et al.*, 2004; Gunsinger *et al.*, 2006; Somot et Finch, 2010), selon l'Équation II.7:

$$Fe_{1-x}S + 2H^+ \rightarrow (1-x)Fe^{2+} + H_2S$$ Équation II. 7

2.1.3 Réactions et produits de l'oxydation dans les matrices cimentaires

Tel que décrit dans la section précédente, en présence d'eau et d'oxygène la pyrrhotite s'oxyde pour former des oxyhydroxydes de fer et de l'acide sulfurique (Équations II.1 à II.4) L'acide sulfurique peut réagir avec les phases solides de la matrice cimentaire telle la portlandite ($Ca(OH)_2$) pour former du gypse (Équation II.8) et de l'ettringite (Équation II.9) selon (Grattan-Bellew et Eden, 1975; Shayan, 1988):

$$H_2SO_4 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaSO_4.2H_2O \text{ (gypse)}$$ Équation II. 8

$$3(CaSO_4.2H_2O) + C_3A + 26H_2O \rightarrow C_3A.3CaSO_4.H_{32} \text{ (ettringite)}$$ Équation II. 9

En présence de carbonates, la thaumasite ($Ca_3Si(OH)_6(CO_3)(SO_4)\cdot 12H_2O$.) peut également faire partie des phases sulfatées formées dans les matrice cimentaires lors de l'oxydation de la pyrrhotite (Fernandes *et al.,* 2009; Rodrigues *et al.,* 2012).

2.1.4 Mécanismes d'oxydation

Une littérature abondante (Taylor, 1970; Taylor et Mao, 1971; Buckley et Woods 1985; Buckley, Hamilton et Woods, 1988; Jones *et al.*, 1992; Pratt, Muir et Nesbitt, 1994; Mikhlin, 2000; Mikhlin *et al.*, 1998, 2000, 2001, 2002, Belzile *et al.*, 2004; Legrand, Bancroft et Nesbitt, 2005; cités dans la revue de la littérature de Murphy et Strongin, 2009 et de Becker, 2010), basée sur différentes techniques d'analyses (spectroscopie XES, XPS, AES, Mössbauer, diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage), fait état des mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite soumise à différentes conditions. Tous les travaux ci-haut référencés montrent une réorganisation de la structure de la pyrrhotite durant l'oxydation du minéral.

Pratt *et al.* (1994) et Mycroft, Nesbitt et Pratt (1995) proposent un modèle selon lequel l'oxydation de la pyrrhotite mène à la formation d'une surface altérée d'environ 35 Å d'épaisseur. Cette zone altérée est représentée par une couche externe d'environ 5Å d'épaisseur, composée d'oxyhydroxydes ferriques (FeIII-O) (Figure II. 1). Cette dernière progresse rapidement vers une couche composée de FeS_2 (avec une structure désordonnée de pyrite - marcasite) puis une couche composée de Fe_2S_3. Quelques thiosulfates et sulfates de fer sont également présents dans la couche altérée.

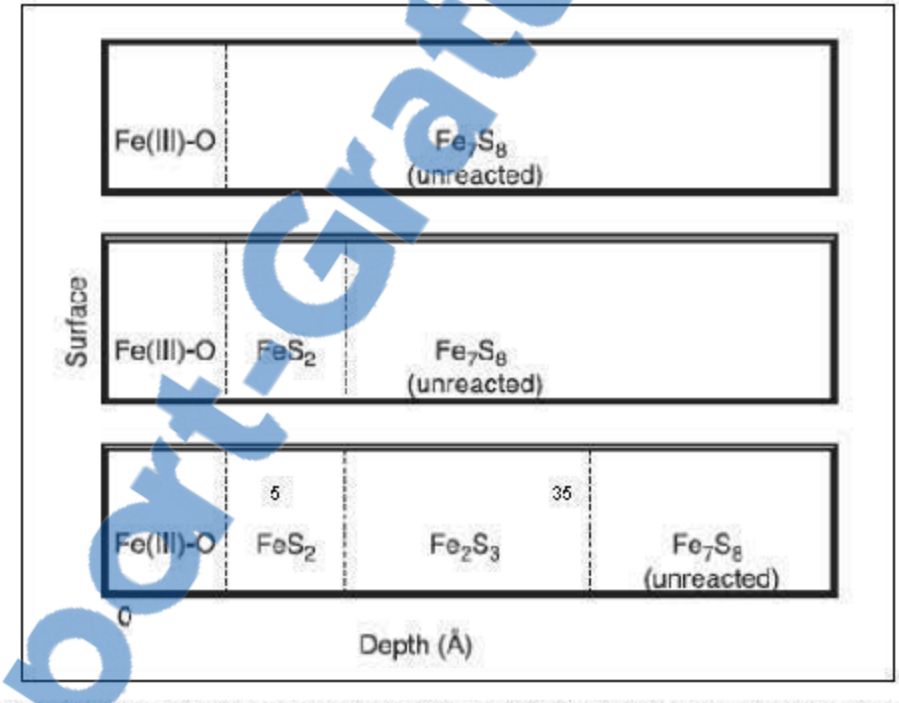


Figure II. 1: Modèle illustrant la séquence des produits d'oxydation à la surface de la pyrrhotite, tiré de Belzile *et al.* 2004

Les profils illustrés à la Figure II. 1 s'expliquent par le transfert d'électrons et par la diffusion du fer, de l'intérieur vers l'extérieur de la pyrrhotite, qui se combinent avec l'oxygène à la surface du minéral. Ces mouvements impliquent la transformation des liens Fe^{3+}- S en Fe^{3+}-O à la surface du minéral (et la formation de la couche externe formée d'oxyhydroxydes de fer). Comme le soufre ne diffuse pas, l'enrichissement en fer à la surface du minéral implique un accroissement du rapport S/Fe dans les couches sous-jacentes. L'oxydation des ions

Rapport-Gratuit.com

monosulfures en disulfures et polysulfures de ces couches riches en soufre est par la suite requise pour la formation des couches FeS_2 et Fe_2S_3 (Smart *et al.*, 2000). La formation en surface des oxyhydroxydes ferriques s'atténue avec le temps en raison d'une diminution des taux de diffusion du fer et de transfert d'électrons à travers la structure cristalline du minéral (Pratt *et al.*, 1994).

2.1.5 Taux d'oxydation et facteurs d'influence

Le taux d'oxydation de la pyrrhotite est fonction de divers facteurs (intrinsèques et extrinsèques) tels la structure cristalline du minéral, la surface d'exposition, la disponibilité en oxygène et en eau, l'activité chimique du Fe^{3+}, la passivation des surfaces par les produits de son oxydation, le pH, la température, la présence d'éléments traces, les effets galvaniques et la présence de bactéries. La prochaine section présente les facteurs pouvant jouer un rôle dans l'oxydation de la pyrrhotite lorsqu'elle est incluse dans des remblais miniers cimentés.

Structure cristalline

Il n'y a pas de consensus dans la littérature au niveau de l'effet de la structure cristalline de la pyrrhotite sur son taux d'oxydation. Certains auteurs suggèrent un lien entre la structure cristalline et le taux d'oxydation du minéral (Yakhontova, Nesterovich et Grudev, 1983; Orlova, Stupnikov et Krestan, 1989; Nicholson et Scharer, 1994) mais d'autres indiquent qu'il n'y a pas de corrélation apparente entre les deux (Janzen, Nicholson et Scharer, 2000). Parmi les auteurs qui prétendent qu'il y un effet de la structure cristalline sur le taux d'oxydation de la pyrrhotite, la plupart affirment que la pyrrhotite monoclinique est la phase la plus réactive (Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Lehmann *et al.*, 2000; Gerson et Jaseniak, 2008). Les travaux réalisés par le groupe de Belzile *et al.* (2004) contredisent toutefois cette affirmation en suggérant que la pyrrhotite hexagonale soit plus réactive que la pyrrhotite monoclinique.

Surface exposée

À l'échelle du grain, la surface exposée correspond à la surface disponible pour l'oxydation, *i.e.* à la surface spécifique du minéral. La surface spécifique d'un corps exprime le rapport entre sa surface et une unité de masse [L^2/M]. Les pressions induites lors du traitement du minerai (concassage/broyage) génèrent des modifications au niveau de la surface spécifique de la pyrrhotite et augmentent sa réactivité et sa susceptibilité au processus d'oxydation (Pratt, Nesbitt et Mycroft, 1996). Sur une base comparative, la pyrrhotite cristallisée aurait une surface spécifique 2 à 10 fois plus élevée que celle de la pyrite (et 6 à 40 fois plus élevée que si elle avait une forme sphérique, Kwong, 1995; NEDEM, 1998; Janzen, Nicholson et Scharer, 2000).

Disponibilité en eau et en oxygène

L'Équation II.1 indique que l'amorce de la réaction d'oxydation de la pyrrhotite requiert la présence d'eau lorsque la pyrrhotite est oxydée par l'oxygène (air). L'effet de l'humidité a été étudié par Steger (1982) qui montre un accroissement du taux d'oxydation de la pyrrhotite avec une augmentation de l'humidité relative.

Lehmann *et al.* (2000), Legrand *et al.* (2005) et Rosenblum et Spira (1982) ont étudié la relation entre le taux d'oxydation de la pyrrhotite et la disponibilité en oxygène. Ils montrent une augmentation de la demande en oxygène avec l'altération de la pyrrhotite. Il n'y a pas d'étude systématique qui relie le taux d'oxydation de la pyrrhotite à la teneur en oxygène. Par contre, pour la pyrite, les groupes de McKibben et Barnes (1986) et Williamson et Rimstidt (1994) montrent que le taux d'oxydation est relié à la pression partielle d'O_2 de la manière suivante :

$$r = 10^{-6,77}[O_2]^{0,5}$$ Équation II. 10

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

$$r = 10^{-8,19}[O_2]^{0,5}/[H^+]^{0,11}$$ Équation II. 11

En ce qui concerne la pyrrhotite, la relation entre le taux d'oxydation et la pression partielle d'O_2 suivrait les mêmes tendances que celles définies pour la pyrite mais avec des coefficients différents (Belzile *et al.*, 2004).

Fer ferrique

L'Équation II.3 montre que le fer ferrique peut agir comme agent oxydant de la pyrrhotite. Selon Janzen, Nicholson et Scharer (2000), le taux d'oxydation de la pyrrhotite est fortement augmenté en présence de fer ferrique. Une relation linéaire à partir d'une représentation logarithmique entre la concentration en fer ferrique et le taux d'oxydation de la pyrrhotite est présentée à la Figure II. 2.

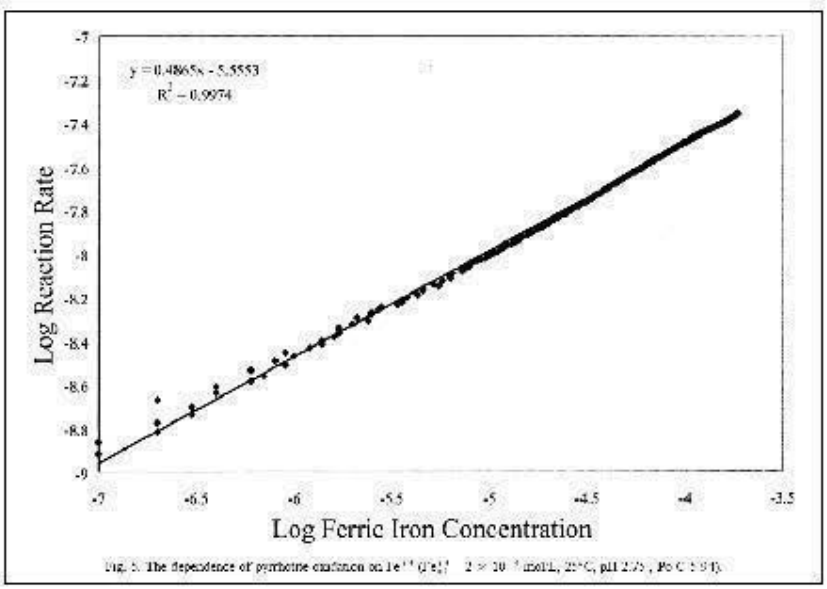


Figure II. 2: Relation entre le taux d'oxydation de la pyrrhotite et la concentration en Fe^{3+} (tirée de Janzen *et al.*, 2000)

Comparativement au taux d'oxydation de la pyrrhotite par l'oxygène, celui par le fer ferrique serait dix fois plus élevé.

Passivation des surfaces par les produits d'oxydation

Un groupe de chercheurs russes (Mikhlin, 2000; Mikhlin *et al.*, 1998, 2000, 2001, 2002; Kuklinskii *et al.*, 2001, cités dans Belzile *et al.*, 2004) s'est intéressé à la réactivité de la couche altérée formée à la surface de la pyrrhotite lors de l'oxydation. Selon ces auteurs, cette couche serait responsable de la passivation du minéral; la passivation étant reconnue pour atténuer le taux d'oxydation de la pyrrhotite (Hamilton et Woods, 1981; Cruz, Gonzalez et Monroy, 2005).

pH

Il n'y a pas de consensus dans la littérature de l'effet du pH sur le taux d'oxydation de la pyrrhotite. Selon Janzen (1996) et Chirita, Descostes et Schlegel (2008), le taux d'oxydation de la pyrrhotite augmenterait avec le pH, ce qui signifie que les réactions d'oxydation prendraient place plus rapidement en milieu alcalin. Rosenblum et Spira (1982) appuient ces affirmations en démontrant que la demande en oxygène pour oxyder la pyrrhotite est plus élevée avec l'augmentation du pH. Contrairement à ces groupes de chercheurs, Hamilton et Woods (1981 et 1984) ainsi que Majima et Peters (1996) indiquent que le taux d'oxydation de la pyrrhotite est réduit dans des milieux à pH neutre ou alcalin en raison de la passivation des surfaces (la formation d'oxyhydroxydes étant favorisée dans des conditions alcalines).

Un pH acide fait intervenir d'autres phénomènes, comme la compétition entre le Fe^{2+} et le Fe^{3+} ou la formation de H_2S par exemple, qui peuvent avoir un effet indirect sur le taux d'oxydation de la pyrrhotite.

Température

Le taux d'oxydation des sulfures est fortement dépendant de la température. De manière générale, les processus d'oxydation de la pyrrhotite se comportent selon une loi (Équation II.12) définie par Arrhenius (Steger, 1982):

$$k_v = A.e^{-E_a/RT}$$ Équation II. 12

où k_v est la constante de vitesse, A est le facteur de fréquence, T est la température (en Kelvin), R est la constante des gaz parfaits (8,31 J.mol^{-1}.K^{-1}) et E_a l'énergie d'activation. La loi d'Arrhenius indique que la chaleur est un catalyseur de réaction. Kwong (1995) indique que le taux d'oxydation de la pyrrhotite double pour des températures passant de 25°C à 35°C. Janzen (1996) montre que le taux de réaction de la pyrrhotite augmente de 3 à 5 fois pour une élévation de la température de 20°C lorsque l'oxygène est l'oxydant et de 2 à 11 fois pour une élévation de la température de 30°C lorsque c'est le fer ferrique qui agit comme oxydant.

Éléments traces

Il n'y a pas vraiment de relation statistique établie entre l'effet des éléments traces, comme le Co, Cu, Mn ou Ni (éléments traces souvent en association avec la pyrrhotite dans les gisements de Ni-Cu, Pb-Zn et ÉGP) et le taux d'oxydation de la pyrrhotite. Kwong (1995) et Janzen, Nicholson et Scharer (2000) remarquent toutefois une tendance à la diminution du taux d'oxydation de la pyrrhotite avec une augmentation en éléments traces.

2.2 PHÉNOMÈNE D'AUTO-IGNITION

L'auto-ignition représente la combustion d'une substance causée par son oxydation sans apport extérieur de chaleur (Tsuchiuya et Sumi, 2000). Elle a lieu lorsque la chaleur émise par la substance excède la chaleur dissipée du milieu. Selon des études faites sur des concentrés de sulfures par Rosenblum et Spira (1995) et Rosenblum, Nesset et Spira (2001), un épisode d'auto-ignition se développerait, pour la plupart des minéraux sulfureux, en trois stades : un stade A qui commence à des températures ambiantes et se poursuit jusqu'à 100°C (ou jusqu'à ce que toute l'humidité soit évaporée), un stade intermédiaire B, entre 100°C et

350°C, nommé le point d'ignition et finalement un stade C qui dépasse des températures de 500°C. Le stade C est fortement exothermique et est caractérisé par la génération de quantités importantes de SO_2. Pour la pyrrhotite par ailleurs, l'auto-ignition se produirait en deux phases : la première phase amenant la roche de la température ambiante jusqu'à 100°C (caractérisée par la formation exothermique de soufre élémentaire) et la deuxième phase excédant cette température (caractérisée par l'oxydation du soufre élémentaire formé dans la phase I en SO_2).

Dans la pratique, les concentrés de sulfures (formés de pyrite surtout) dépassent rarement les stades A et B et sont considérés comme faiblement ou pas réactifs. L'auto-ignition représente l'exception à la règle et les raisons pour lesquelles le phénomène a lieu sont encore peu comprises. Un débat persiste dans la littérature au niveau des mécanismes qui mèraient à l'auto-ignition (Wang, 2007; Wang *et al.,* 2009; Rosenblum et Spira, 1995; Navarra *et al.*, 2010; Somot et Finch, 2010; Payant *et al.*, 2012). Par contre, il y a un certain consensus à l'effet que la réaction de la pyrrhotite avec l'oxygène, sous des conditions ambiantes (humides et à de faibles températures), soit instigatrice du phénomène (Kirshenbaum, 1968; Good, 1977; Ninteman, 1978; Steger et Desjardins, 1978; Meng *et al.*, 1993; Rosenblum et Spira, 1995; Belzile *et al.*, 2004; Wu et Li 2005; Yang, Wu et Li, 2011). Certaines hypothèses relient le phénomène à la nature et à la structure cristalline du minéral; seules certaines formes de pyrrhotite seraient suffisamment réactives (Rosenblum et Spira, 1995; Jambor, 2003; Yang, Wu et Li, 2011) pour s'auto-ignitier.

2.2.1 Mécanismes impliquant l'oxydation de la pyrrhotite

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Le Tableau II. 2 présente des exemples de réactions globales de l'oxydation de la pyrrhotite pour des conditions standards et le niveau d'énergie dégagée, sous forme de chaleur, qui leur est associé. À titre comparatif, l'équation globale de la pyrite est également présentée dans le Tableau II. 2 (Steger, 1982; Rimstidt et Vaughan, 2002; Borda, Strongin et Scoonen, 2003; Jerz et Rimstidt, 2003; Yang, Wu et Li, 2011).

Tableau II. 2: Énergie émise sous forme de chaleur lors de l'oxydation de certains minéraux sulfureux

Minéral	Réaction	Énergie émise (kJ)
Pyrrhotite monoclinique	$2Fe_7S_8 + 31O_2 + 2H_2O \rightarrow 14FeSO_4 + 2H_2SO_4$	12 590,0
Troilite	$2FeS + 4O_2 + 8H_2O \rightarrow FeSO_4.H_2O + FeSO_4.7H_2O$	1 771,3
Pyrite	$2FeS_2 + 7O_2 + 2H_2O \rightarrow 2FeSO_4 + 2H_2SO_4$	2 558,4

Les réactions inscrites au Tableau II. 2 montrent que l'oxydation de la pyrrhotite monoclinique, par exemple, peut être fortement exothermique (par rapport à celle de la pyrite ou à celle de la troilite), lorsqu'elle est exposée aux conditions ambiantes (12 590 kJ *versus* 2 558 kJ et 1 771 kJ, respectivement).

Avec une élévation de la température (lorsque la chaleur émise par les réactions d'oxydation des sulfures ne peut être dissipée), la réaction d'oxydation des minéraux sulfureux s'accélère et devient surtout contrôlée par l'apport en oxygène et la perméabilité de la masse. La réaction d'oxydation de la pyrrhotite, à des températures > 100 °C, produit du soufre élémentaire qui peut s'oxyder, au contact de l'oxygène, en dioxyde de soufre (SO_2). Il est à noter que la pyrrhotite peut produire du SO_2 à des températures entre 100°C -150°C alors que la température du milieu devra être supérieure à 350°C avant que la pyrite en émane (Tableau II. 3).

Tableau II. 3: Émanations en dioxyde de soufre selon la température

Température	Réaction	Émission de gaz
100°C - 150°C	$4FeS + 3O_2 + 2H_2O \rightarrow 4FeOOH + 4S_{élémentaire}$	Sans gaz
100°C - 150°C	$S_{élémentaire} + O_2 \rightarrow SO_2$	SO_2
350°C - 400°C	$FeS_2 + 3O_2 \rightarrow FeSO_4 + SO_2$	SO_2
> 400°C	$2FeS_2 + 3{,}5O_2 \rightarrow Fe_2O_3 + 2SO_2$	SO_2

Hypothèse H_2S

L'hypothèse H_2S, ainsi nommée par Wang (2007), Wang *et al.* (2009) et Somot et Finch (2010), repose sur des études s'intéressant au phénomène de l'auto-ignition en fonction de la teneur en pyrrhotite et des conditions d'oxydation de cette dernière. Selon Somot et Finch

(2010), pour des échantillons exposés à la même quantité d'air (oxygène), une augmentation de la teneur en pyrrhotite implique un rapport oxygène/pyrrhotite plus faible, donc des conditions moins oxydantes. Ces conditions favoriseraient la formation de sulfure d'hydrogène (H_2S) gazeux selon l'équation II.7 (l'acidité requise dans l'équation II.7 ayant été produite par l'oxydation de la pyrrhotite exposée à l'eau et à l'oxygène de l'air selon l'équation II.1). Le H_2S ainsi produit s'oxyderait, complètement ou partiellement selon le rapport O_2/H_2S (ou autres facteurs comme la température, la teneur en eau, le pH), selon les réactions proposées par Good (1977) et Somot et Finch (2010) :

$$H_2S+\frac{1}{2}O_2 \rightarrow S^0+H_2O$$ Équation II. 13

$$H_2S+O_2 \rightarrow SO(g)+H_2O(l)$$ Équation II. 14

$$H_2S+\frac{3}{2}O_2 \rightarrow SO_2(g)+H_2O(l)$$ Équation II. 15

$$H_2S+2O_2 \rightarrow 2H_2SO_4$$ Équation II. 16

$$2H_2S+SO_2 \rightarrow 3/8S_8+2H_2O$$ Équation II. 17

Il est à noter que les réactions II.13 et II.17 forment du soufre élémentaire qui agirait, selon Wang (2007), Wang *et al.* (2009) et Somot et Finch (2010) en tant que catalyseur de la réaction.

Effets galvaniques

En raison de leur nature conductrice ou semi-conductrice, les minéraux sulfureux peuvent transférer des électrons en solution aqueuse (dans tous les procédés qui impliquent de l'eau notamment) (Ekmekci et Demirel, 1997). Le comportement électrochimique des minéraux sulfureux est caractérisé par leur potentiel résiduel (Kwong, Swerhone et Lawrence, 2003) qui est obtenu en connectant le minéral à une électrode de référence (Rao et Leja, 2004). Les

valeurs de potentiel attribuées aux principaux minéraux sulfureux varient selon leur origine mais l'ordre suivant est généralement reconnu (Payant *et al.*, 2012):

Pyrite > Chalcopyrite > Sphalérite > Pentlandite > Pyrrhotite > Galène

Lorsque deux minéraux sulfureux sont placés dans un électrolyte (eau par exemple), le sulfure avec le plus faible potentiel résiduel agit comme l'anode et s'oxyde en cédant des électrons à celui au potentiel résiduel le plus élevé (cathode) (Équation II.18). L'accepteur final d'électrons, le plus souvent l'oxygène, est alors réduit en hydroxyde (OH^-) (Équation II.19). Un autre accepteur d'électrons, le fer ferrique (Fe^{3+}), peut être réduit en fer ferreux (Fe^{2+}) (Équation II.20). Ce processus électrochimique est connu sous le phénomène d'interaction galvanique (Rao et Finch, 1988; Rao et Leja, 2004; MEND, 2009).

$$MeS \rightarrow Me^{2+} + S^0 + 2e^- \qquad \text{Équation II. 18}$$

$$\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e^- \rightarrow 2OH^- \qquad \text{Équation II. 19}$$

$$Fe^{3+} + e^- \rightarrow Fe^{2+} \qquad \text{Équation II. 20}$$

C'est la différence de potentiel résiduel qui donne l'ampleur aux interactions galvaniques : plus la différence de potentiel résiduel est élevée, plus le flux d'électrons est important et meilleures sont les probabilités d'interactions galvaniques (Rao et Finch, 1988). Appliqué au cas de la pyrrhotite par exemple, son taux d'oxydation pourrait être augmenté en présence de pyrite, chalcopyrite, sphalérite et pentlandite.

2.2.2 Méthodes de prédiction du potentiel d'auto-ignition

Différentes méthodes de prédiction du potentiel d'auto-ignition sont présentées dans la littérature. Cette section se concentre sur les méthodes d'évaluation du potentiel d'auto-ignition des minéraux sulfureux. Essentiellement, deux approches sont privilégiées soient, les études thermiques et/ou la mesure de la consommation d'oxygène. Les études

thermiques consistent essentiellement à définir un point d'ignition par la mesure du taux d'augmentation de la température de l'échantillon lorsque ce dernier est soumis à un chauffage contrôlé. Les mesures de la consommation d'oxygène, même si elles ne permettent pas de définir un point d'ignition proprement dit, renseigne sur la réactivité du matériel.

Études thermiques

La méthode proposée par Good (1977) consiste à mesurer la concentration en SO_2 d'un échantillon placé dans un chambre oxygénée et porté à de hautes températures sur une courte période de temps. L'équipement utilisé et les profils obtenus selon la méthode de Good (1977) sont présentés à la Figure II. 3.

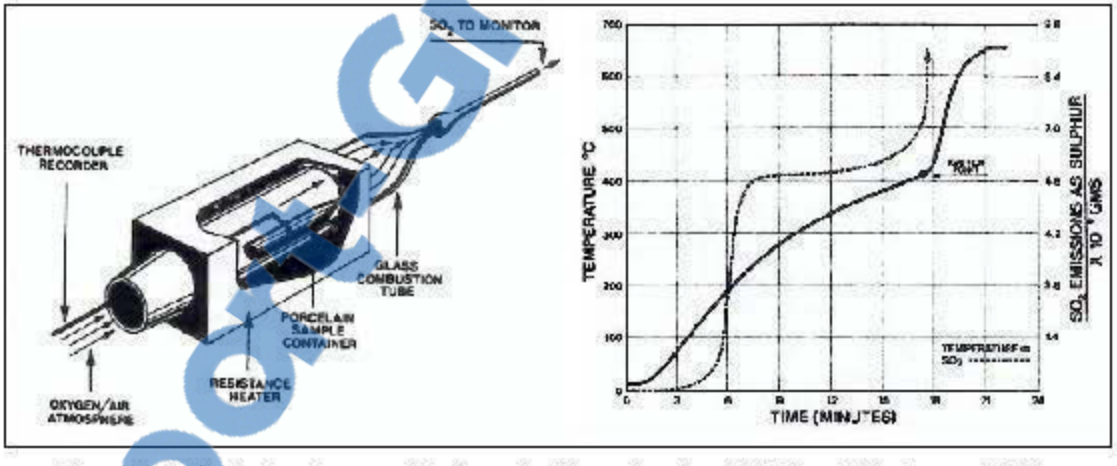


Figure II. 3: Évaluation du potentiel d'auto-ignition selon Good (1977), tiré de Payant (2011)

Les profils de la concentration en SO_2 et de la température en fonction du temps (à droite sur la Figure II. 3) montrent qu'une quantité importante de SO_2 est relâchée dans les premières minutes du test et suite à l'atteinte du point d'ignition (changement de pente rapide du profil de la température). Selon les travaux de Good (1977) effectués sur un ensemble d'échantillons en provenance de la mine Sullivan, Kimberley, Colombie-Britannique pour le compte de Cominco, le point d'ignition des minéraux sulfureux se situe entre 205 °C et 505 °C avec des valeurs entre 385°C et 450 °C pour la plupart des échantillons.

Rapport Gratuit.com

Une autre méthode pour évaluer le potentiel d'auto-ignition de matériaux sulfureux est celle proposée par le « *West German Office of Material Testing* (BAM) ». La méthode BAM consiste à placer un échantillon de 3 200 cm^3 dans un four chauffé à une température de 200 °C pendant une période de 48 heures. Un thermocouple inséré à l'intérieur de l'échantillon permet d'obtenir l'évolution de la température en fonction du temps. Un échantillon est considéré susceptible à l'auto-ignition, si la température de l'échantillon augmente au-dessus de 500 °C à l'intérieur d'une période de 48 heures. Une série d'échantillons provenant de concentrés de plomb, cuivre, zinc en association avec de la pyrite ont ainsi été testés. Les résultats indiquent un très faible ou aucun potentiel d'auto-ignition pour ces types de concentrés (Wegener, 1977) lorsqu'évalués selon la méthode BAM.

Les Nations Unies s'appuient sur un essai nommé « *basket method* » pour évaluer le potentiel d'auto-ignition de minéraux sulfureux. Selon cette méthode, un volume d'échantillon (en poudre ou granulaire) de 100 mm^3 est contenu dans un panier en acier inoxydable à dessus ouvert et placé dans un four à une température 140°C pendant une période de 24 heures. Les températures de l'échantillon et du four sont enregistrées simultanément par des thermocouples placés au centre de l'échantillon et entre le récipient et la paroi du four, respectivement. Un résultat est considéré positif lorsque la température de l'échantillon dépasse de 60 °C celle du four. Un résultat négatif met fin à l'essai tandis qu'un résultat positif implique un deuxième test. Lors du deuxième test, le volume de l'échantillon est réduit à 25 mm^3 et l'échantillon est soumis de nouveau à une température de 140 °C pendant 24 heures. Un résultat positif à cette étape défini l'échantillon comme une substance présentant un certain danger alors qu'un résultat négatif lui confère un faible potentiel d'auto-ignition (Organisation des Nations Unies, 2008; Nations Unies, 2010). Un schéma présentant la classification et la méthodologie utilisées par les nations Unies est présenté à la Figure II.4.

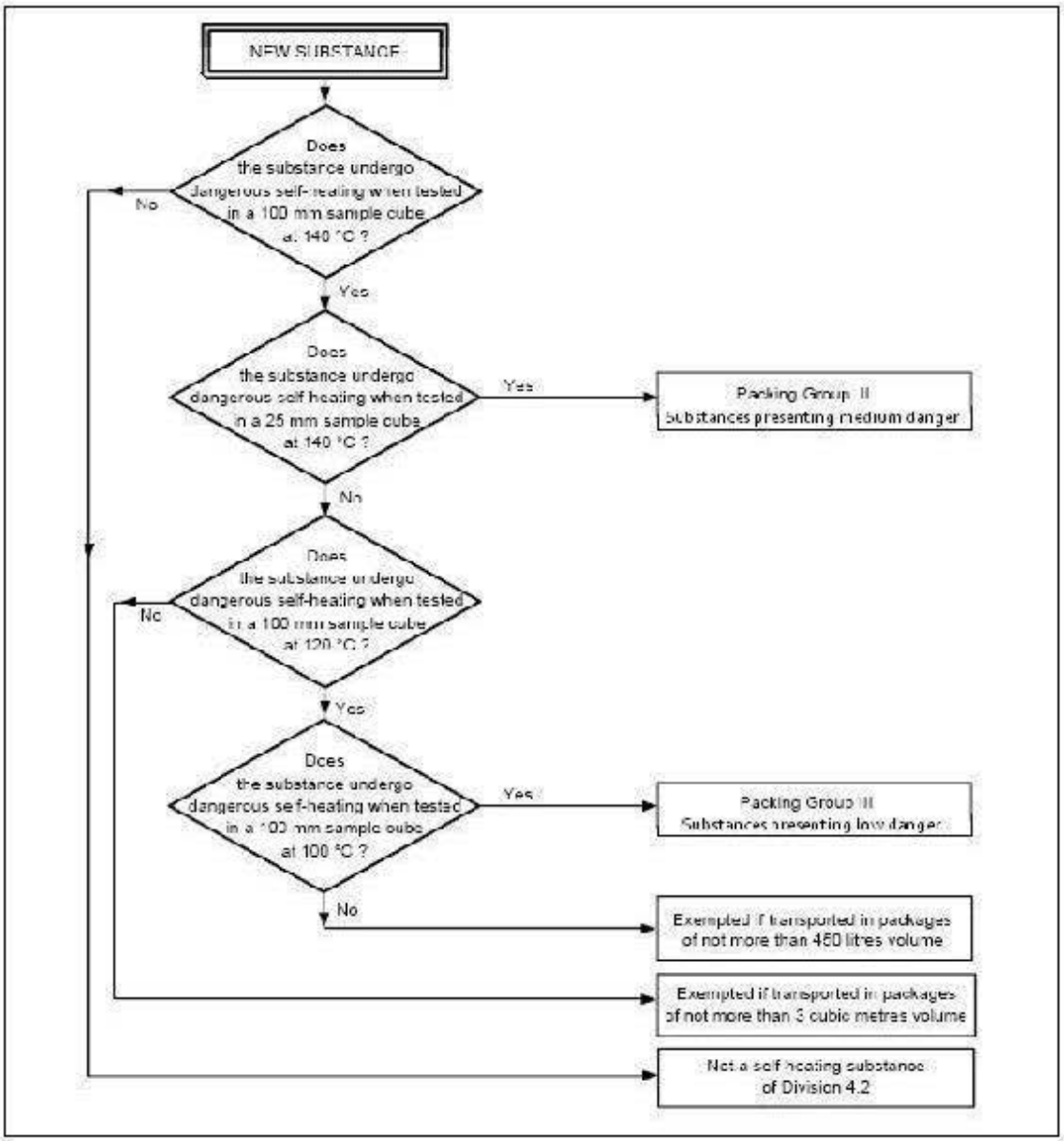


Figure II. 4: Schéma de classification du potentiel d'auto-ignition selon les Nations Unies (2008), tiré de la revue de la littérature de Payant (2011)

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Dans une tentative d'améliorer la technique employée par l'ONU, Chen (2001) propose une méthode nommée « *Crossing-Point-Temperature* » (CPT) pour évaluer le potentiel d'auto-ignition d'une substance. Dans cette méthode, 5 thermocouples sont disposés de façon spécifique à travers l'échantillon et ce dernier est chauffé dans un four à température constante de 250°C. L'échantillon est chauffé jusqu'à ce que la température mesurée au centre de l'échantillon soit supérieure à celles mesurées aux quatre autres localisations. En examinant le profil de la température en fonction du temps pour chaque thermocouple, le point de rencontre des températures T_c, est déterminé. Cette valeur permet de calculer l'énergie d'activation et le potentiel exothermique (*cf.* réactivité) des substances testées. Yang, Wu et Li (2011) ont utilisé cette méthode, couplée à l'analyse d'images thermiques à l'infrarouge, pour évaluer le potentiel d'auto-ignition de concentrés de minéraux sulfureux riches en fer et riches en soufre. Ce groupe de chercheurs montre que les concentrés de sulfures riches en fer sont plus susceptibles à l'auto-ignition que les concentrés de sulfures riches en soufre.

Les travaux de Rosenblum et ses collaborateurs (Rosenblum et Spira, 1981; Rosenblum, Nesset et Spira, 2001) sur des concentrés de sulfures, effectués au Centre de technologie Noranda (et dont les réalisations ont été transférées en 2003 à l'Université McGill), ont mené au développement d'un appareil de mesure, d'une procédure expérimentale et d'une charte de classification du potentiel d'auto-ignition. La procédure proposée consiste à chauffer en deux étapes (A et B), un échantillon humide de 530 g (500 g d'échantillon sec et 30 g d'eau) dans une cellule chauffante instrumentée (Figure II. 5).

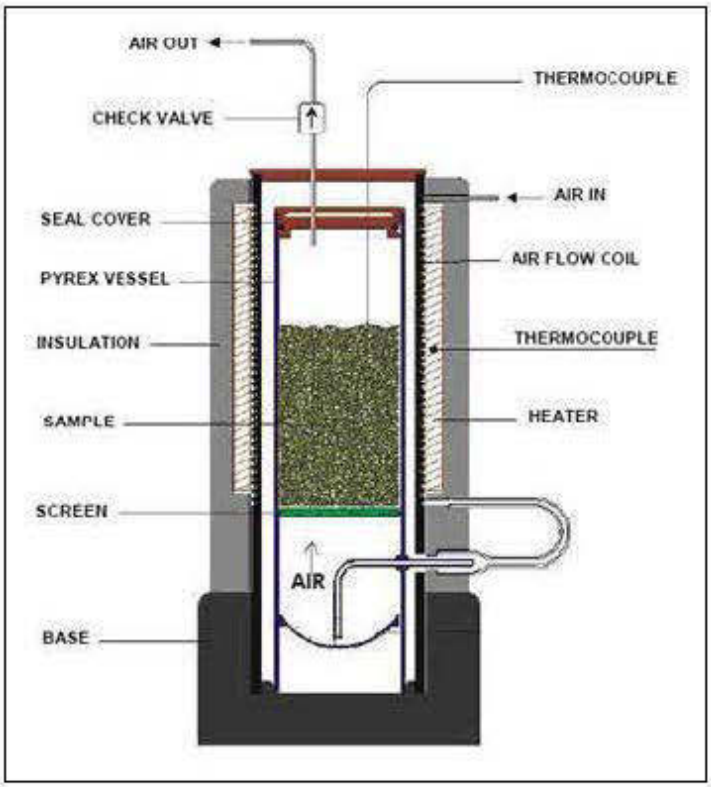


Figure II. 5: Appareil de mesure du potentiel d'auto-ignition développé par Rosenblum, Nesset et Spira (2001) (tiré de Payant, 2011)

À l'étape A, la température du dispositif est maintenue à 70 °C (sous le point d'ébullition de l'eau) alors qu'à l'étape B, elle est fixée à 140 °C (au-dessus du point d'ébullition de l'eau). Chacune des étapes durent 50 heures (10 cycles de 5 heures) et chaque cycle commence par l'injection d'air pendant 15 minutes. Le débit d'injection à l'étape A est de 100 mL / min alors que celui à l'étape B est de 250 mL / min. Durant l'essai, la température au centre de l'échantillon est enregistrée en continu. Une fois que le test est terminé, les données de la température en fonction du temps sont importées dans le logiciel « *SELFHEAT* » (développé par Rosenblum). Les Figure II. 6 et Figure II. 7 montrent respectivement des exemples de thermographes tracés par le logiciel *SELFHEAT*, lorsqu'il n'y a pas d'évènement d'auto-ignition et lorsque le phénomène a lieu.

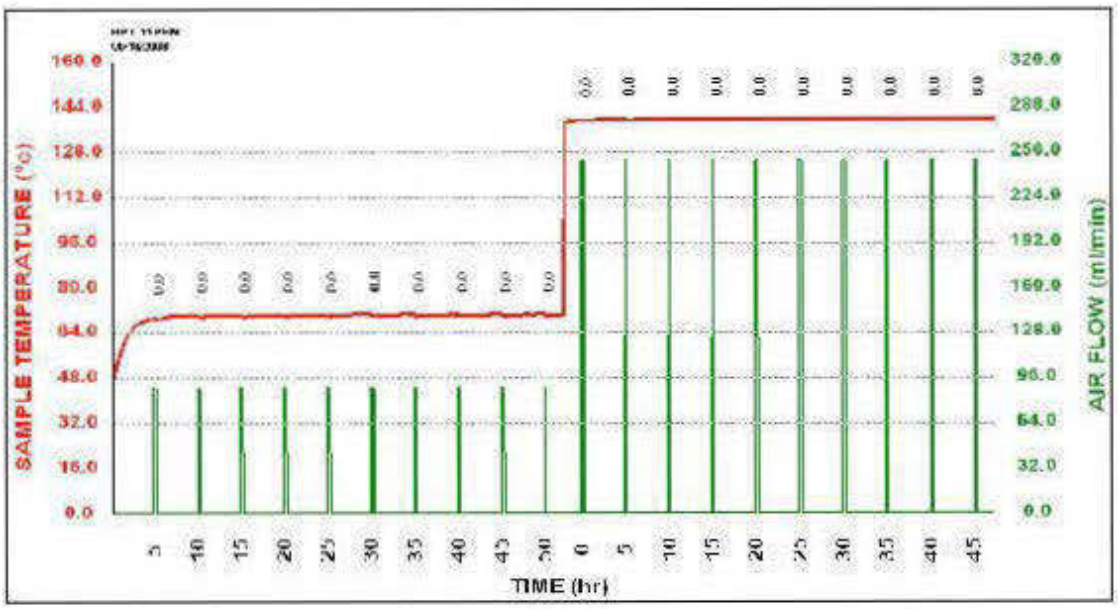


Figure II. 6: Thermographe type lorsqu'il n'y a pas d'évènement d'auto-ignition
(tiré de Payant 2011)

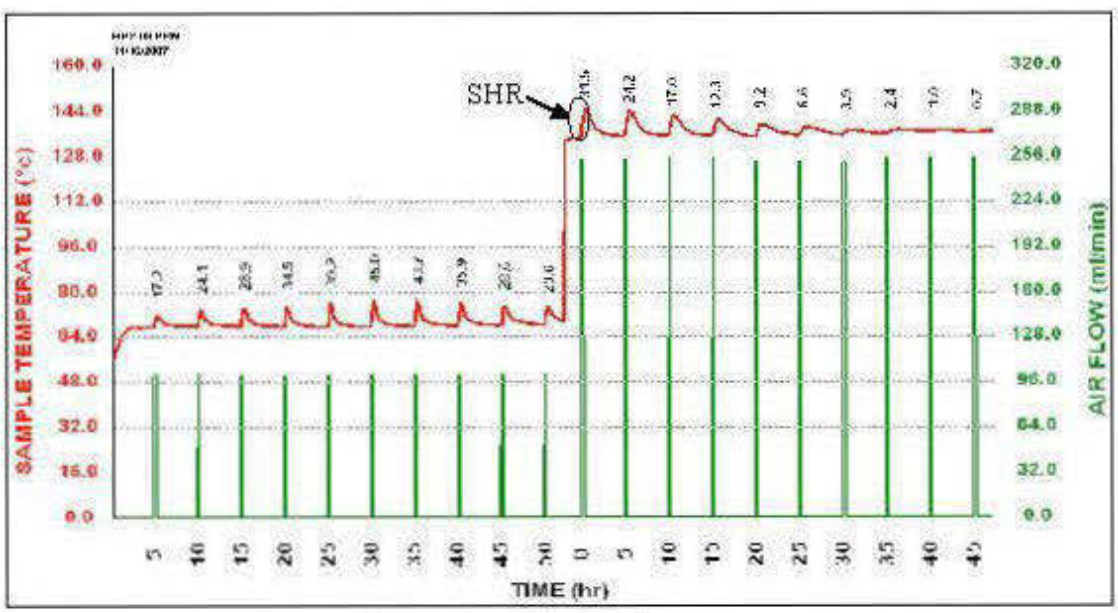


Figure II. 7 : Exemple d'un thermographe lorsqu'il y a évènement d'auto-ignition
(tiré de Payant 2011)

Le potentiel d'auto-ignition est défini en positionnant dans la charte proposée par Rosenblum, Nesset et Spira (2001) (Figure II. 8), la capacité d'auto-ignition à l'étape A (axe des x) et la capacité d'auto-ignition à l'étape B (axe des y). La capacité d'auto-ignition (« *Self-heating capacity* » SHC, en J/g) est obtenue en multipliant le total des taux d'ignition (« *self-heating rate* » SHR, en °C/h) par la chaleur spécifique des sulfures (entre 0,5 et 0,7 J/g. °C) et le temps d'injection (en h). Le taux d'auto-ignition, SHR représente la partie montante de la pente de la température à chaque point d'injection d'air (Figure II. 7).

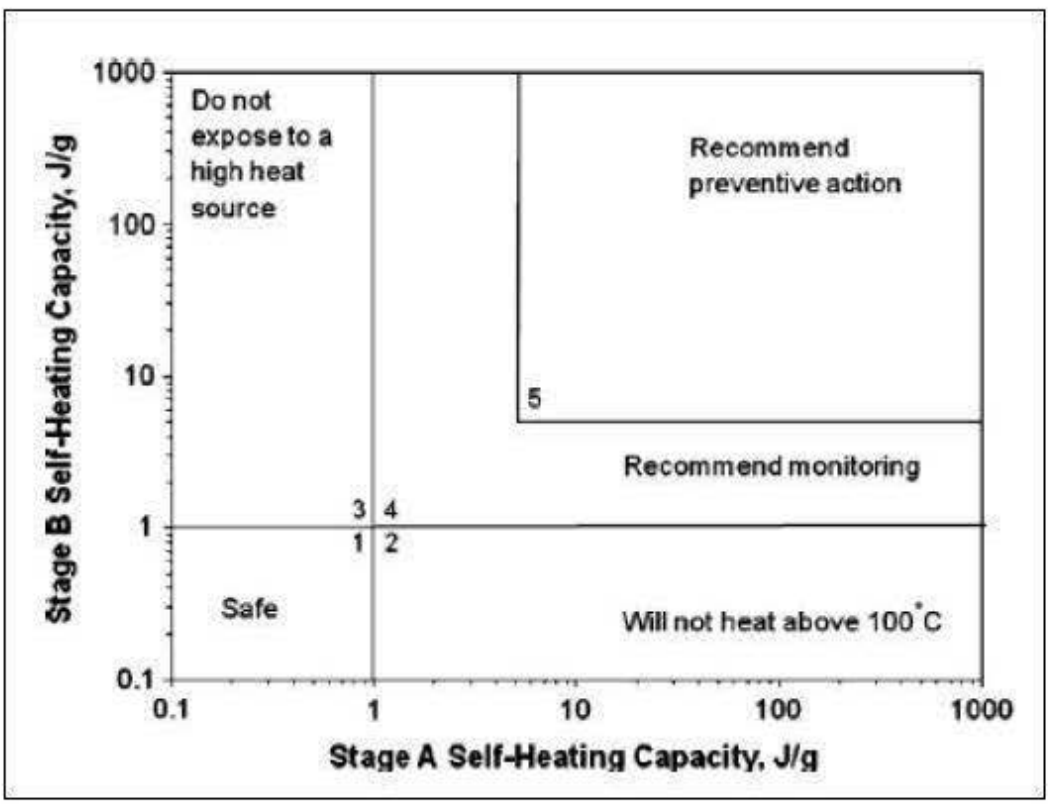


Figure II. 8: Charte d'évaluation du potentiel d'auto-ignition
(proposée par Rosenblum, Nesset et Spira, 2001, tiré de Payant *et al.*, 2012)

Mesure de la consommation d'oxygène

Meng, Wu et Wang (1993) proposent l'approche suivante pour définir le potentiel d'auto-ignition des minéraux sulfureux. La première série d'essais consiste à évaluer la réactivité d'un échantillon donné en mesurant son taux d'absorption de l'oxygène (sans source de chaleur supplémentaire). L'échantillon est placé dans une chambre scellée de volume connu (*i.e.* quantité d'air connue) et le taux d'absorption de l'oxygène (R_0 en mL/kg.s) est obtenu selon l'équation II.21 :

$$R_0=\left(\frac{Q}{M.t}\right)(C_0\text{-}C_i) \qquad \text{Équation II. 21}$$

où M est la masse de sulfure en kg, Q le volume de la chambre à air en mL, C_o et C_i les concentrations initiale et instantanée en oxygène dans la chambre à air (%) et t, le temps en seconde. Selon ces chercheurs, plus R_0 est grand, plus le matériel est réactif. Dans une autre série de tests, une masse donnée d'un échantillon est chauffée à un taux défini alors qu'une quantité d'oxygène est ajoutée en continu dans le dispositif. Le point d'ignition est défini par l'intersection de la température de l'échantillon et de celle du four lorsque la température de l'échantillon s'élève au-dessus de celle du four. À ce point de rencontre, Meng, Wu et Wang (1993) considèrent que l'échantillon chauffe spontanément.

Benzaazoua, Belem et Bussière (2001) proposent des essais en colonne (Figure II. 9) pour évaluer le potentiel d'auto-ignition de remblais miniers cimentés sulfureux. Contrairement à ce qui a été présenté jusqu'ici, le dispositif expérimental proposé par ce groupe de chercheurs n'inclut pas de source de chaleur supplémentaire. L'accentuation du phénomène est assurée par la succession de cycles humides et secs.

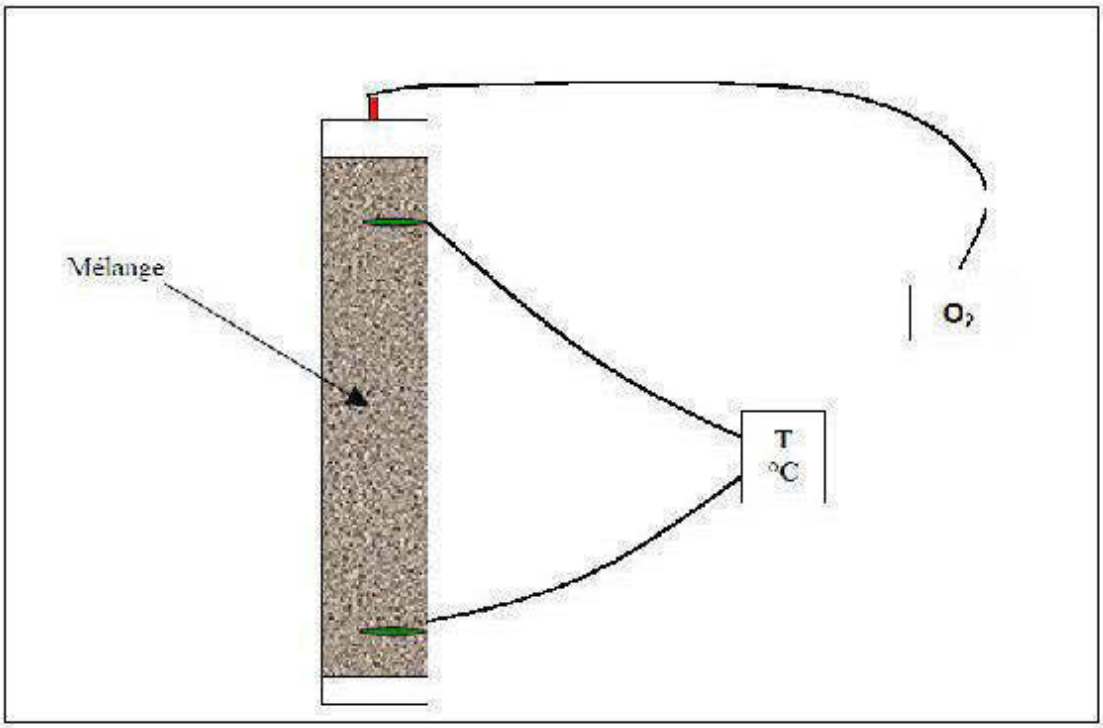


Figure II. 9: Dispositif expérimental des colonnes d'essai pour évaluer le potentiel d'auto-ignition selon Benzaazoua, Belem et Bussière (2001)

Selon l'essai proposé par Benzaazoua, Belem et Bussière (2001), les colonnes sont instrumentées de façon à effectuer des mesures de consommation d'oxygène en haut de la colonne. Les mesures de la consommation en oxygène, d'une durée approximative de 3 heures, sont réalisées de façon régulière, à travers des cycles humides et secs. Dans cet essai, des sondes de température sont placées sur la paroi de la colonne à deux profondeurs différentes (6 cm et 30 cm à partir du haut de la colonne) pour apprécier le degré d'exothermicité attribuable à l'oxydation des sulfures. Les Figure II. 10 et Figure II. 11 présentent des résultats types issus de l'approche proposée par Benzaazoua, Belem et Bussière (2001). La Figure II. 10 présente l'évolution de la température alors que la Figure II. 11 présente des mesures de l'évolution de la concentration d'oxygène pendant la durée du test.

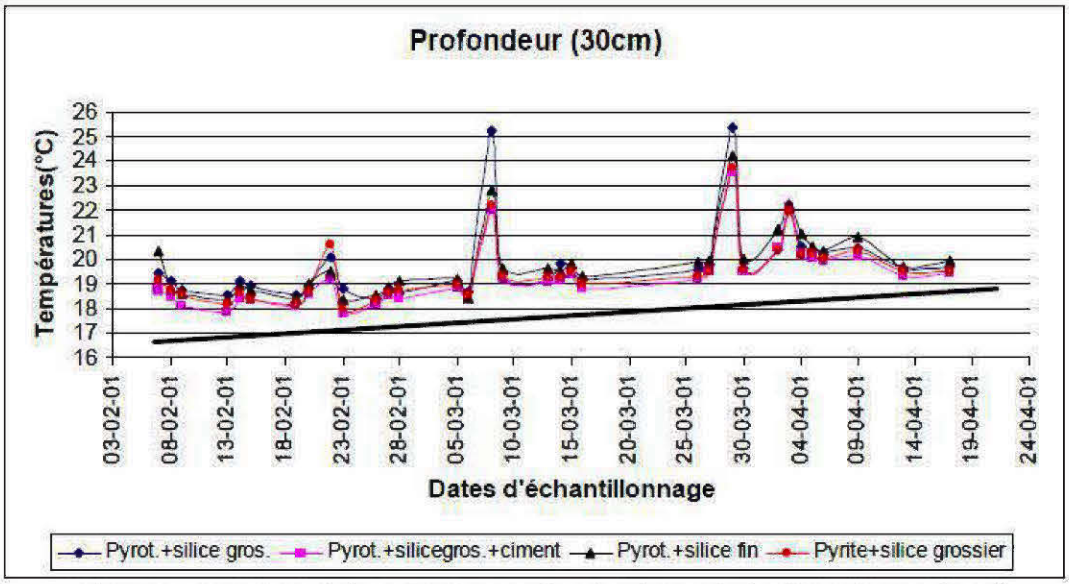


Figure II. 10: Mesure de la température en fonction du temps dans les colonnes d'essais (tiré de Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001)

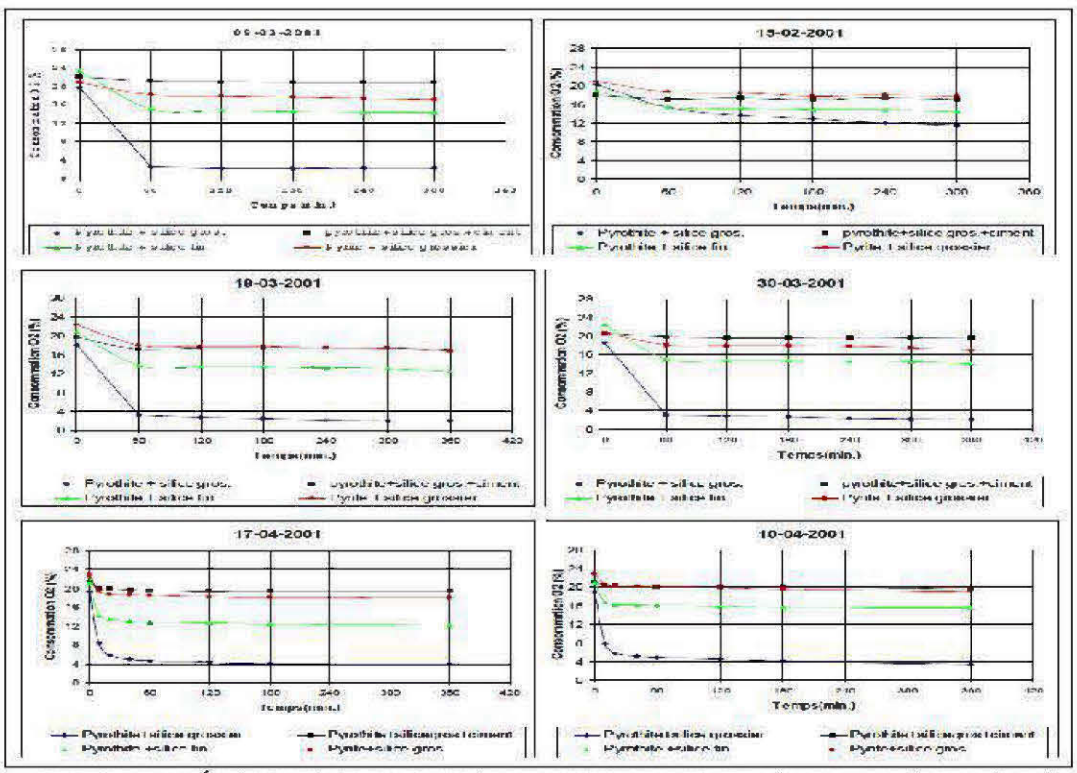


Figure II. 11 : Évolution de la concentration en oxygène au sommet des quatre colonnes d'essais (tiré de Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001)

Les principales conclusions tirées de cette étude sont les suivantes :

- les pics de chaleur sont attribués aux réactions d'oxydation des sulfures;
- une certaine correspondance entre les pics de chaleur et la consommation en oxygène est observée;
- les pics de chaleur apparaissent suite à des cycles humides (pour des conditions de saturation optimales *i.e.*, entre une sursaturation en eau et une désaturation complète de la colonne où il y a pertes de chaleur);
- la colonne la plus réactive est celle qui contient un mélange de pyrrhotite et de quartz grossier. Les taux de consommation en oxygène les plus faibles sont observés pour la colonne contenant un mélange de pyrrhotite, quartz et ciment.

Wu et Li (2005) proposent une procédure similaire à celle de Meng, Wu et Wang (1993) (mesure de la consommation d'oxygène sans apport supplémentaire de chaleur) selon laquelle les échantillons sont conservés dans une chambre humide pendant 4-10 jours, pesés quotidiennement et analysés pour le sulfate de fer et le contenu soluble dans l'eau. Selon ces auteurs, à température ambiante, la réactivité des sulfures peut être reliée au gain de poids de l'échantillon puisque l'évolution de ce dernier présente une relation linéaire avec la consommation d'oxygène (Figure II. 12).

Rapport-Gratuit.com

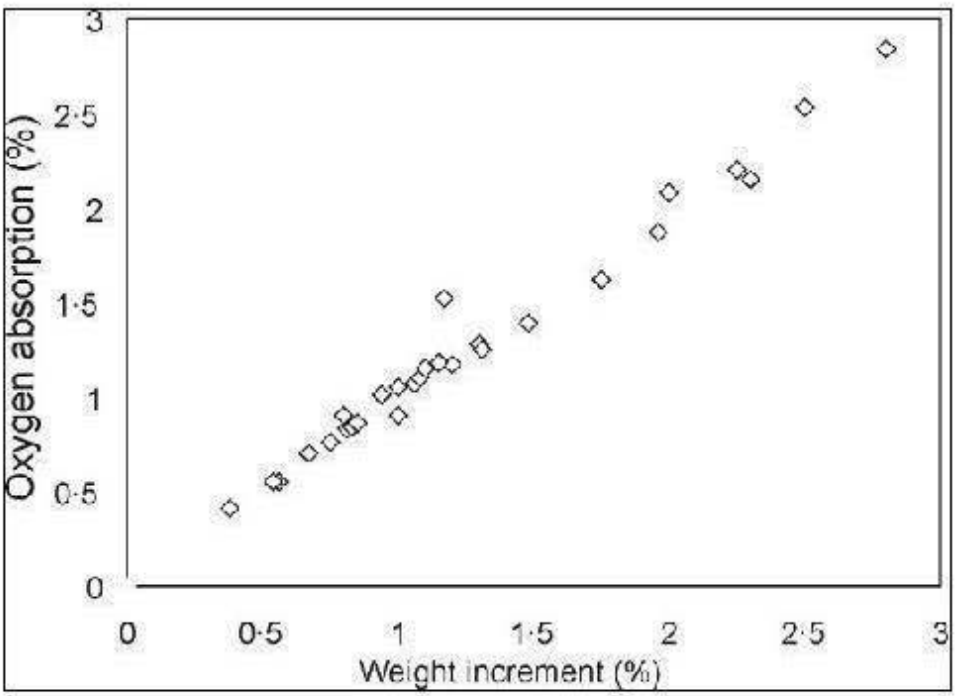


Figure II. 12: Exemple de relation entre le gain de poids et la consommation d'oxygène (tiré de Wu et Li, 2005)

Aucune relation entre la consommation d'oxygène et la teneur en sulfate ou le contenu soluble dans l'eau n'a toutefois été observée dans cette étude.

2.2.3 Potentiel d'auto-ignition des remblais miniers cimentés

La présence de liant dans les mélanges de remblais miniers cimentés est reconnue pour jouer un rôle inhibiteur de l'oxydation des sulfures et conférer au matériau un plus faible potentiel d'auto-ignition (Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; Ouellet *et al.*, 2003 et 2006). L'hydratation des liants entraine un raffinement de la porosité (Ouellet *et al.*, 2007 a et b; Yilmaz, 2010) et confère au matériau des propriétés hydrogéologiques favorables au maintien de degrés de saturation élevés (conductivité hydraulique faible et capacité de rétention d'eau élevée (Godbout *et al.*, 2004 ; Godbout 2005; Bussière, 2007; Godbout *et al.*, 2007). Des conditions saturées en eau agissent comme une barrière à l'oxygène, principal agent oxydant de la pyrrhotite en conditions standards.

Pourtant, l'auto-ignition de remblais miniers cimentés est un phénomène qui a été observé dans certaines mines québécoises et canadiennes, sans être compris, prévenu ni contrôlé (Moerman, Rogers et Cooper, 1999; Bernier et Li, 1998; Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; Sondage auprès de mines aux prises avec le problème, 2005). Des échantillons de remblais en pâte cimentés, ayant subit une oxydation très poussée (température supérieure à 400°C : stade C avec émissions de SO_2 selon Rosenblum et Spira 1995 et Rosenblum, Nesset et Spira, 2001) ont été prélevés de chantiers miniers remblayés (Centre de Technologie Noranda, 1975; Bernier et Li, 1998; Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Moerman, Rogers et Cooper, 1999; Bernier et Li, 2003; MEND 2006) (voir Figure II. 13).

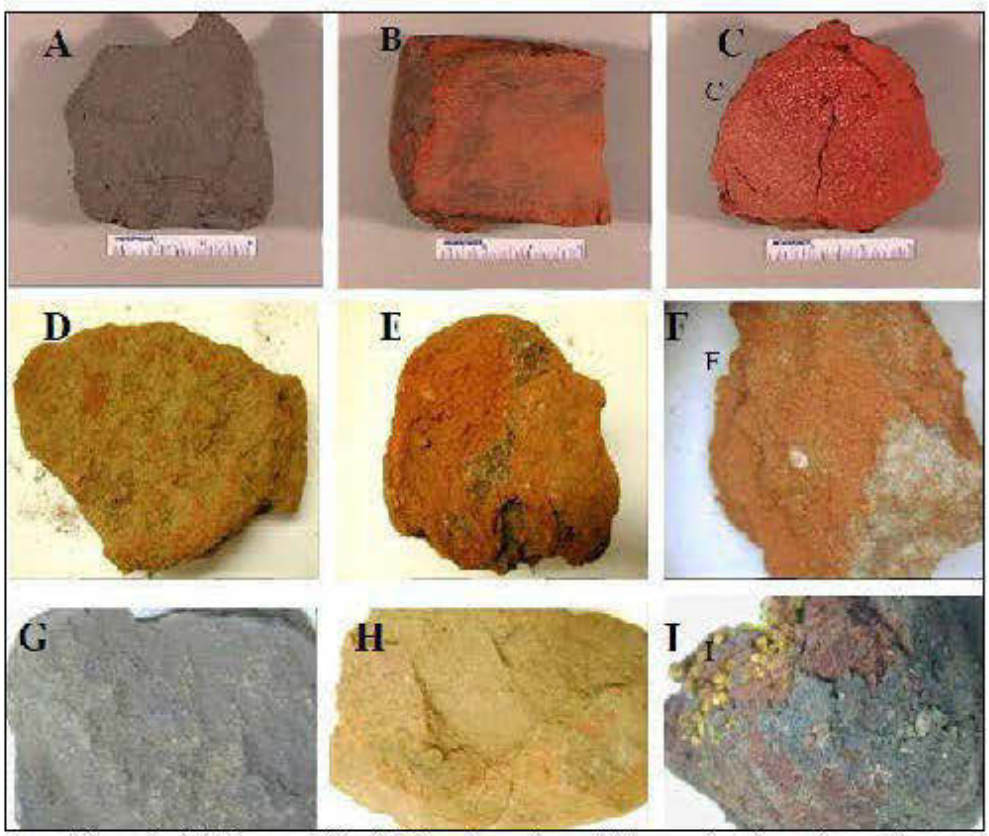


Figure II. 13: Photographie d'échantillons de remblais en pâte cimentés oxydés (tiré de Bernier et Li, 2003)

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Transformations chimiques et minéralogiques durant le chauffage des RMC

Bernier et Li (1998, 2003) ont étudié, à partir d'analyses chimiques et minéralogiques, trois cas historiques d'auto-ignition de remblais en pâte cimentés (avec dans certains cas, émissions de SO_2). Leur étude dresse un portrait des transformations chimiques et minéralogiques possibles, des minéraux sulfureux (pyrite essentiellement) et des phases hydratées, durant le chauffage de la masse. Ces transformations passent par des processus d'oxydation, neutralisation et déshydratation et sont décrits brièvement dans ce qui suit.

Formation et répartition des sulfates (entre 100°C et 200°C)

Trois sulfates de calcium sont souvent identifiés dans les remblais miniers cimentés : deux phases stables, le gypse ($CaSO_4.2H_2O$) et l'anhydrite ($CaSO_4$), et une phase métastable, la basanite ($CaSO_4.0,5H_2O$) (Bernier et Li, 1998 et 2003). Le gypse peut être présent dans le remblai en pâte cimenté comme constituante primaire des rejets miniers ou comme une composante ajoutée du liant. Le gypse peut aussi être formé durant l'oxydation des sulfures à basse température comme un produit de neutralisation de l'acide sulfurique produite (Chinchón-Payá, Aguado et Chinchón, 2012).

La basanite et l'anhydrite peuvent être formées par la déshydratation du gypse lorsque ce dernier est chauffé. La basanite commence à se former à 70°C lorsque le gypse perd 75 % de son eau cristalline selon l'Équation II.22:

$$CaSO_4\,2H_2O \rightarrow CaSO_4\,0,5H_2O + 1,5H_2O \qquad \text{Équation II. 22}$$

La basanite se transforme en anhydrite lorsque la température atteint 100°C, selon l'Équation II.23 :

$$CaSO_4\,0,5H_2O \rightarrow CaSO_4 + 0,5H_2O \qquad \text{Équation II. 23}$$

L'ettringite peut aussi être présente dans les remblais en pâte cimentés. L'ettringite primaire se produit lors de l'hydratation du ciment Portland dans une réaction impliquant le tri-aluminate de calcium ($Ca_3Al_2O_6$), de l'eau et du gypse, selon l'Équation II.24:

$$Ca_3Al_2O_6 + 3CaSO_4.2H_2O + 26H_2O \rightarrow Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12}.26H_2O \quad \text{Équation II. 24}$$

Elle peut aussi résulter de l'attaque sulfatique (ettringite secondaire). En réponse à une augmentation de la température, l'ettringite se décompose en monosulfate et en portlandite à environ 120 °C.

Formation de goethite et hématite (entre 250°C et 350°C)

Les oxydes et hydroxydes de fer comme la goethite (FeOOH) et l'hématite (Fe_2O_3) peuvent se former durant l'oxydation des sulfures. La goethite est stable pour des températures inférieures à 250°C. Entre 250°C et 350°C, la goethite se déshydrate et forme de l'hématite et de l'eau, selon l'Équation II.25:

$$2FeO(OH) \rightarrow Fe_2O_3 + H_2O \quad \text{Équation II. 25}$$

Émission SO_2 (entre 350°C et > 400°C)

Lorsque la température atteint 350 °C – 400 °C, la pyrite s'oxyde en sulfates ferreux et en SO_2 selon l'Équation II.26:

$$FeS_2 + 3O_2 \rightarrow FeSO_4 + SO_2 \quad \text{Équation II. 26}$$

Si la température excède 400°C, la pyrite s'oxyde en hématite et en SO_2 selon l'Équation II.27:

$$2FeS_2 + 5{,}5O_2 \rightarrow Fe_2O_3 + 2SO_2 \quad \text{Équation II. 27}$$

Il est à noter par ailleurs qu'en ce qui concerne la pyrrhotite, cette dernière peut produire du soufre élémentaire à des températures entre 100°C et 150°C et qu'en présence d'oxygène, le soufre élémentaire s'oxyde en SO_2.

Sources de chaleur

L'oxydation des minéraux sulfureux dans les remblais miniers sulfureux, qui mène à l'auto-ignition de la masse et au dégagement de SO_2, requiert une source de chaleur. Certaines hypothèses, non vérifiées jusqu'à présent, quant aux sources de chaleur possibles sont proposées dans la littérature (Bernier et Li, 1998 et 2003; Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; résultats du sondage auprès de mines canadiennes) :

i) Sources internes : réactions d'oxydation des minéraux sulfureux (exothermiques) – seule la pyrrhotite monoclinique, dans des proportions > 10 %, produirait suffisamment de chaleur pour conduire à l'auto-ignition de la masse;
ii) Sources externes : mauvais nettoyage des chantiers - oxydation de blocs grossiers de minerai sulfureux.

Des facteurs externes comme l'humidité de la masse de remblai, la chaleur liée à l'hydratation des liants (Bentz, 1995), l'énergie associée au sautage ou la fracturation du massif rocheux encaissant favoriseraient la réaction d'oxydation des minéraux sulfureux.

2.2.4 Sommaire sur l'auto-ignition des RMC et sa prédiction

La littérature sur l'auto-ignition suggère que le phénomène soit lié à l'oxydation des minéraux sulfureux inclus dans les mélanges de remblai, la pyrrhotite étant reconnue comme la plus susceptible de s'auto-ignitier. Les méthodes prédictives sont essentiellement de deux types soient:

i) Mesure de la consommation d'oxygène associée à la réactivité du matériel et en parralèle, au potentiel d'auto-ignition;

ii) Accélération du processus artificiellement par un chauffage contrôlé du matériel et catégorisation du potentiel d'auto-ignition.

Dans cette étude, c'est la première approche (mesure de la consommation d'oxygène) qui sera privilégiée puisqu'elle place le matériau à l'étude dans des conditions plus réalistes.

2.3 MÉCANISMES DE TRANSFERT DE L'OXYGÈNE

Tel que souligné précédemment, l'oxygène est considéré comme le principal agent oxydant de la pyrrhotite dans des remblais miniers cimentés. De plus, dans cette étude, on opte pour des méthodes misant sur sa consommation pour évaluer la réactivité des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite. Cette section s'intéresse aux mécanismes de transfert de l'oxygène à travers un milieu poreux. Elle vise plus particulièrement à définir les mécanismes responsables de son transfert à travers les remblais miniers cimentés.

Le transfert de masse à travers un milieu poreux a lieu sous l'effet d'un gradient énergétique. Ce gradient énergétique peut être un gradient de pression (advection) ou un gradient de concentration (diffusion) (Rolston 1986; Refsgaard, Christensen et Ammentorp 1991; Hillel 1998; Clifford, 2006). Ces deux mécanismes peuvent être subdivisés en divers procédés, expliqués dans ce qui suit.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

2.3.1 Transfert advectif

Lorsque le fluide est un gaz, le contact entre les molécules gazeuses et les parois des pores provoque une modification du profil des vitesses d'écoulement du fluide. Il en résulte deux types d'écoulement[2]: soit un écoulement visqueux (fonction de la viscosité du fluide), soit un écoulement par glissement (indépendant de la viscosité du fluide) (Klinkerberg, 1941; Perraton, 1992; Dal pont, 2004; Chastanet, 2004; Tanikawa et Shimamoto, 2009) (Figure II. 14).

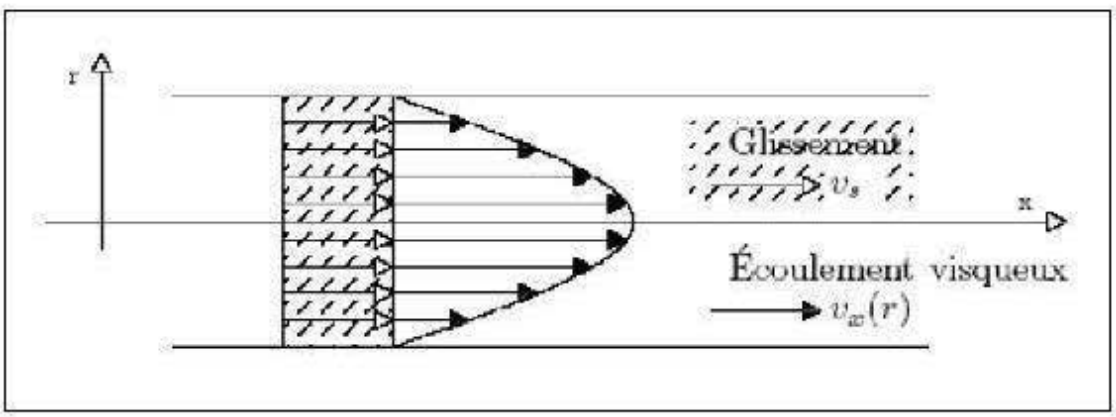


Figure II. 14: Profil des vitesses d'un gaz dans un pore rectiligne
(tiré de Barral, 2008)

Le libre parcourt moyen (λ), qui représente la distance moyenne que parcourt une molécule gazeuse entre deux collisions, peut être utilisé pour définir la participation de chacun des mécanismes. L'écoulement visqueux se produit lorsque λ est inférieur au rayon des pores (λ_p) et au rayon des particules elles-mêmes (r_p), *i.e.*, lorsque $\lambda << \lambda_p$ et $\lambda << r_p$. Les phénomènes de glissement prennent place lorsque le libre parcours moyen est approximativement égal au rayon des pores, *i.e.*, lorsque $\lambda \geq \lambda_p$. Les calculs théoriques du parcours moyen sont complexes mais à pression ambiante, le libre parcours moyen d'une molécule d'air est d'environ 0,07 µm (soit environ 200 fois le diamètre d'une molécule). Autrement dit, pour

[2] Contrairement au liquide où l'écoulement par advection est caractérisé uniquement par un écoulement visqueux

que les phénomènes de glissement participe à l'écoulement de l'air dans un milieu poreux, la taille des pores doit être inférieure à 0,07 µm (ou, dans les faits, lorsque la perméabilité intrinsèque $K < 10^{-18}$ m^2 et les gradients de pression faibles (Tanikawa et Shimamoto (2009)).

Le libre parcourt moyen des molécules gazeuses est fonction notamment de la pression gazeuse; avec une diminution du libre parcours moyen des molécules lorsque la pression augmente. Ainsi, il est possible d'atténuer les phénomènes de glissement en ajustant la pression gazeuse. Dans l'absolu, si la pression tend vers l'infini alors l'écoulement par glissement est totalement éliminé et ne subsiste que l'écoulement visqueux (Klinkenberg, 1941).

2.3.2 Transfert diffusif

Le transfert diffusif représente le phénomène selon lequel le gradient de concentration entre deux milieux tend à être équilibré par le passage de molécules, du milieu le plus concentré vers le milieu le moins concentré. Dans les matrices cimentaires (comme les pâtes cimentaires et les bétons), la diffusion est le résultat de deux mécanismes soient: la diffusion moléculaire et la diffusion de Knudsen (Cerny et Rovnanikova, 2002). Le critère de base pour déterminer la participation de chacun des mécanismes est le nombre de Knudsen, généralement noté (K_n) et défini par l'Équation II. 28 :

$$K_n = \frac{\lambda}{d} \qquad \text{Équation II. 28}$$

où λ est le libre parcours moyen des molécules gazeuses et d, le diamètre des pores. Lorsque le nombre de Knudsen est supérieur à 10, la diffusion de Knudsen est le mécanisme de transfert dominant dans le milieu alors que pour un nombre de Knudsen inférieur à 0,1, c'est la diffusion moléculaire qui prévaut. Pour un K_n entre 0,1 et 10, les deux mécanismes participent au transfert du fluide dans le milieu (Vu, Frizon et Lorente, 2009). L'intégration de la valeur du libre parcourt moyen de l'air (pour des conditions de pression ambiantes; λ = 0,07 µm) dans l'Équation II.28, montre que la diffusion moléculaire est le principal

mécanisme de diffusion lorsque le diamètre des pores est supérieur à 0,7 µm. Pour que ce soit la diffusion de Knudsen qui prévale, le diamètre des pores doit être inférieur à 0,007 µm. Pour les matériaux caractérisés par des tailles de pores entre 0,007 µm et 0,7 µm, les deux mécanismes de diffusion peuvent être impliqués.

2.3.3 Importance et équations à la base des mécanismes de transfert dans les RMC

Selon Bennet *et al.* (1989) et Morin *et al.* (1991), la diffusion domine par rapport à l'advection dans les matériaux de perméabilité intrinsèque, K < à 10^{-9} à10^{-10} m^2. Les remblais en pâte cimentés sont généralement caractérisés par une perméabilité intrinsèque inférieure à 10^{-14} m^2 (Pierce, 1997; Belem *et al.*, 2001; Jones *et al.*, 2001; Mohamed *et al.*, 2002; le Roux, 2004; Godbout, 2005; Godbout *et al.*, 2007; Fall *et al.*, 2009; Yilmaz *et al.*, 2008, 2009) et les remblais hydrauliques conçus pour que K soit autour de 10^{-12} m^2 (Rankine, Sivakugan et Rankine, 2004). Ceci suggère que la diffusion soit dominante par rapport à l'advection dans les remblais miniers cimentés. Comme la taille de la majorité des pores des remblais miniers cimentés est supérieure à 0,007 µm (Ouellet *et al.*, 2007a; Ramlochan , Grabinsky et Hooton, 2004; Yilmaz, 2010), la diffusion moléculaire est probablement dominante par rapport à la diffusion de Knudsen.

Dans ce qui suit, les équations à la base de la diffusion moléculaire sont décrites. Celles à la base de l'écoulement visqueux par advection sont également décrites même si elles ne sont pas considérées significatives pour le transfert de l'oxygène à travers les remblais miniers cimentés. La raison est que c'est ce type d'écoulement qui sera forcé lors de la mesure de K au chapitre IV.

Équations à la base de la diffusion moléculaire

Typiquement, la diffusion des gaz (comme l'oxygène par exemple) dans un milieu poreux non saturé, est décrite en utilisant les lois de Fick. Dans les milieux non réactifs, le flux diffusif d'oxygène en régime permanent, F_o^D [$ML^{-2}T^{-1}$ ou $MolL^{-2}T^{-1}$], à une position *z* au

temps *t*, est calculé avec la première loi de Fick (Équation II.27) (e.g. Bear, 1972; Hillel, 1998; Glauz et Rolston 1989):

$$F_0^D = -D_e \frac{\partial C(z,t)}{\partial z}$$ Équation II. 29

où D_e [L^2T^{-1}] est le coefficient de diffusion effectif, C [ML^{-3} ou $MolL^{-3}$] est la concentration d'oxygène dans les pores au temps t [T] et à la position z [L].

Dans les matériaux contenant des sulfures qui s'oxydent au contact de l'air, *i.e.* dans les matériaux réactifs, l'expression du phénomène de diffusion doit tenir compte de la consommation d'oxygène par les réactions d'oxydation. Généralement, il est admis que la réaction d'oxydation suit une cinétique de 1er ordre (e.g. Nicholson, 1984; Lefebvre 1994; Ritchie 1994) et donc que la vitesse de consommation d'oxygène est linéairement proportionnelle à sa concentration. L'équation de continuité tenant compte de cette consommation d'oxygène peut être décrite par la 2^e loi de Fick modifiée (e.g. Crank, 1979; Schackelford, 1991; Aachib, Aubertin et Chapuis, 1993; Lefebvre, 1994; Elberling et Nicholson, 1996; Yanful, Simms et Payant, 1999) et est définie, en une dimension, par l'équation différentielle II.30 (Mbonimpa et Aubertin, 2002) :

$$\frac{\partial(\theta_{eq} C)}{\partial t} = \left(D_e \frac{\partial C}{\partial z}\right) - K_r C$$ Équation II. 30

où K_r [$L^3L^{-3}T^{-1}$ ou T^{-1}] est le coefficient du taux de réaction (consommation) de l'oxygène (par ex. $m^3(O_2)/m^3$ (rejets).s) (K_r = 0 pour les matériaux inertes) et θ_{eq} [L^3L^{-3}] la porosité en air équivalente définie par l'Équation II.31 (Aachib *et al.*, 2004):

$$\theta_{eq} = \theta_a + H\theta_w$$ Équation II. 31

Rapport-Gratuit.com

Dans l'équation ci-dessus, θ_w et θ_a sont les teneurs en eau et en air volumiques, respectivement ($\theta_w = nS_r$ et $\theta_a = n - \theta_w$ où n est la porosité totale et S_r le degré de saturation) et H représente la constante de Henry (≈0,03 à 20°C).

Il est à noter que l'Équation II.30 permet d'accéder à la réactivité (K_r) d'un matériau.

Équations à la base de l'écoulement visqueux par advection

La masse de matière transportée par advection par unité de surface et de temps est donnée par son flux massique f selon l'Équation II.32:

$$f = vC \qquad \text{Équation II. 32}$$

où C est la masse de matière par unité de volume du fluide (ou la concentration) en un point et un temps donné et v, la vitesse de Darcy.

L'écoulement visqueux par advection comprend le transport convectif de l'oxygène à travers l'air et le transport convectif de l'oxygène à travers l'eau libre. En effet, l'eau contient une quantité d'oxygène dissout qui peut être transféré au milieu lors de l'infiltration (Refsgaard, Christensen et Ammentorp, 1991; Elberling, Nicholson et David 1993).

Transfert de l'eau par advection

En milieu saturé

Dans un milieu poreux saturé, l'écoulement de l'eau est représenté par la loi de Darcy (1856), selon l'Équation II.331 :

$$v = -ki$$ Équation II. 33

où v est le flux ou le débit spécifique (L/T^{-1}), k, le coefficient de perméabilité du milieu poreux (L/T^{-1}) et i, le gradient hydraulique (sans unité). Le signe négatif signifie que le flux est positif dans la direction de l'écoulement. L'usage du terme *vitesse de Darcy* en remplacement du flux, v est pratique courante probablement en raison des unités de vitesse qu'il possède. Par contre, cet usage n'est pas recommandé puisque le flux représente un débit et non une vitesse d'écoulement. Dans cette relation, la signification physique du coefficient de perméabilité, k (coefficient de proportionnalité dans la loi de Darcy) est plutôt la représentation linéaire du flux en fonction du gradient hydraulique.

En milieu non saturé

Dans un milieu non saturé, une nouvelle composante dans le médium, soit l'air, est impliquée. Il en résulte un écoulement multiphasique (liquide - gaz), fonction des proportions en eau et en air du milieu poreux (Hillel, 1998). Pour de telles conditions, le cheminement de l'eau à travers le matériau poreux peut être simplifié en considérant que seuls les pores remplis d'eau participent au mouvement de l'eau; les pores remplis d'air offrent une résistance à l'écoulement et peuvent être considérés similaires à la phase solide. L'application des équations de conservation de masse et de la loi de Darcy généralisée aux milieux non saturés, sous l'hypothèse d'indéformabilité du massif, permet d'aboutir sur l'équation de Richards (1931). Cette équation (Équation II.34) introduit le principe de continuité aux milieux non saturés en ajoutant que le coefficient de perméabilité (k) est fonction de la succion matricielle (ψ), (Freeze et Cherry, 1979; Hillel, 1982) :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial x}\left(kx(\psi)\frac{\partial \psi}{\partial x}\right) - \frac{\partial}{\partial y}\left(ky(\psi)\frac{\partial \psi}{\partial y}\right) - \frac{\partial}{\partial z}\left(kz(\psi)\frac{\partial \psi}{\partial z}\right) + \frac{\partial k(\psi)}{\partial z}$$ Équation II. 34

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

où θ (L^3/L^3) est la teneur en eau volumique et t (T) correspond au temps. Pour déterminer la fonction de perméabilité k(ψ), le coefficient de perméabilité à l'eau saturé (k) et la courbe de rétention du matériau doivent préalablement être connu.

Transfert de l'oxygène par advection

En milieu saturé ou non saturé

L'écoulement de l'air dans un milieu poreux partiellement saturé en air, tout comme pour le cas de l'eau, est contrôlé par la perméabilité du milieu et par ses propriétés capillaires. Le flux d'air (ou débit spécifique) à travers un matériau soumis à un gradient de pression peut être représenté par une loi dynamique similaire à la loi de Darcy pour l'écoulement de l'eau (Mbonimpa et Aubertin, 2002) selon l'Équation II.35 :

$$F_a^{A,P} = -K\frac{k_{ra}}{\mu_a}\frac{\partial}{\partial z}\left(P_a + \rho_a g z\right) \qquad \text{Équation II. 35}$$

Dans cette équation, $F_a^{A,P}$ [$L^3L^{-2}T^{-1}$ ou LT^{-1}] est le flux d'air advectif (ou débit spécifique) attribuable à des gradients de pression, K [L^2] est la perméabilité intrinsèque du milieu, k_{ra} est la conductivité relative pour l'air, P_a [$ML^{-1}T^{-2}$], ρ_a [ML^{-3}] et μ_a [$ML^{-1}T^{-1}$] sont respectivement la pression, la masse volumique et la viscosité dynamique de la phase gazeuse, g [LT^{-2}] est l'accélération de la pesanteur et z [L] est la position. Au niveau de la problématique de l'oxydation des sulfures, c'est le flux advectif d'oxygène $F_o^{A,P}$ [$L^3L^{-2}T^{-1}$ ou LT^{-1}] contenu dans le flux d'air $F_a^{A,P}$ [$L^3L^{-2}T^{-1}$ ou LT^{-1}] qui est d'intérêt. Ce flux est donné par l'Équation II.36 (Nastev et al. 2001) :

$$F_o^{A,P} = F_a^{A,P}C_a = -K\frac{k_{ra}}{\mu_a}\frac{\partial}{\partial z}\left(P_a + \rho_a g z\right)C_a \qquad \text{Équation II. 36}$$

où C_a est la concentration de l'oxygène dans l'air.

L'équation de continuité de l'écoulement de l'air en milieu non saturé s'écrit, à l'image de l'équation de Richards pour l'écoulement de l'eau, à partir de l'Équation II.37 (Mbonimpa et Aubertin, 2002) :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left(\rho_a \theta_a\right) = -\frac{\partial}{\partial z}(\rho_a F_a^{A,P}) = \frac{\partial}{\partial z}\left(\rho_a K \frac{k_{ra}}{\mu_a}\frac{\partial}{\partial z}\left(P_a + \rho_a g z\right)\right) \qquad \text{Équation II. 37}$$

où : θ_a est la teneur en air volumique.

Le flux d'oxygène résultant du flux d'infiltration d'eau est donné par l'Équation II.38:

$$F_o^{C,i} = F_w^i C_w \qquad \text{Équation II. 38}$$

où F^i_w est le débit spécifique d'infiltration d'eau [LT^{-1} ou $L^3L^{-2}T^{-1}$] et C_w la concentration en oxygène dissous dans l'eau d'infiltration [ML^{-3} ou $MolL^{-3}$]. Selon Morin *et al.* (1991), ce mode de transport devient significatif lorsque la conductivité hydraulique saturée k_{sw} est supérieure à environ 10^{-5} m/s. Dans tous les cas, le flux spécifique associé à l'infiltration représente la borne inférieure de la quantité d'oxygène disponible aux rejets réactifs près de la surface.

Limites de la loi de Darcy

La loi de Darcy, qui décrit l'écoulement des fluides, liquides ou gazeux, à travers les milieux poreux, peut être appliquée à tous les cas d'écoulement visqueux si les conditions suivantes sont respectées :

- Les forces d'écoulement sont attribuées à la viscosité (les forces d'inertie sont négligeables);
- Le fluide d'infiltration est inerte vis-à-vis le milieu poreux *i.e.*, qu'il n'y a aucune interaction chimique ou physique entre le fluide et le matériau (Dullien, 1979).

D'autre part, la loi de Darcy est vérifiée à l'intérieur d'un certain intervalle de variation du gradient hydraulique.

Gradients hydrauliques élevés

Pour les gradients hydrauliques élevés, il existe un gradient limite au-delà duquel l'écoulement dans les pores devient perturbé et la loi de Darcy non linéaire. Ce gradient limite dépend du milieu et est défini par le critère du nombre de Reynolds (sans dimension) selon l'Équation II.39 :

$$Re = {}^{vd}\Big/_{\frac{\eta}{\rho}}$$ Équation II. 39

où : ρ (ML^{-3}), η (MLT^{-1}), et v (LT^{-1}) sont respectivement la masse volumique, la viscosité et la vitesse du fluide. Le diamètre moyen, d (L), des éléments constitutifs est un élément caractéristique des dimensions transversales de l'écoulement. De manière générale, la loi de Darcy est considérée valide pour des valeurs du nombre de Reynolds comprises entre 1 et 10 (Bear, 1972) ou d'autre part, pour des pores de rayons inférieurs à 100µm (Calvet, 2003).

Gradients hydrauliques faibles

Certains auteurs (Hansbo, 1960; Olson 1962; Miller et Low, 1963) ont observé des phénomènes de non-linéarité de la loi de Darcy pour des gradients hydrauliques faibles. Hansbo (1960) et Olsen (1965) ont proposé une relation non-linéaire entre la vitesse et le gradient hydraulique, définie par l'Équation II.40 (Figure II. 15) :

$$v = K_f i^n$$ Équation II. 40

où n ≥ 1 est un coefficient qui varie en fonction de la porosité et de la température.

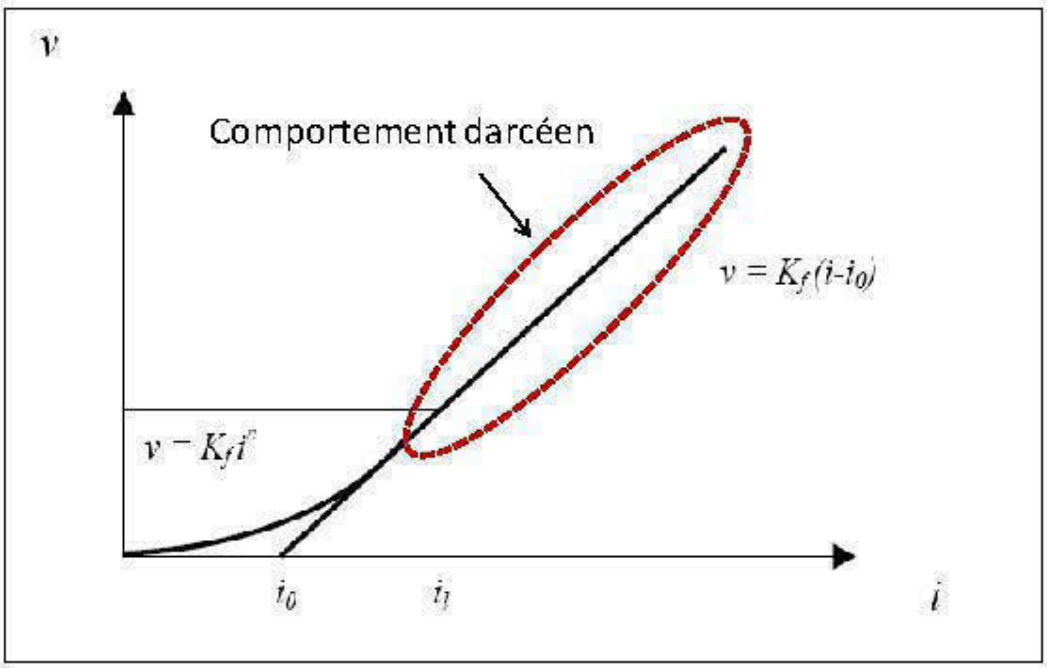


Figure II. 15: Représentation de la non-linéarité de la loi de Darcy d'après Hansbo (1960)

La Figure II. 15 indique qu'à partir d'une certaine valeur du gradient i_1, la relation est remplacée par une droite (comportement darcéen). Par contre, cette notion de gradient critique inférieur est contestée par différents spécialistes (Tavenas, Tremblay et Leroueil, 1983) qui montrent que la loi de Darcy reste applicable à la plupart des sols fins.

2.4 PARAMÈTRES CLÉS

Considérant les propriétés hydrogéologiques des remblais miniers cimentés, c'est le flux diffusif de l'oxygène à la surface du matériau qui contrôlera l'apport en oxygène, essentiel à la réaction d'oxydation des sulfures dans la masse. Les équations présentées précédemment indiquent que l'écoulement du fluide à travers la masse de remblai est contrôlé par la perméabilité (K) et les propriétés capillaires (courbe de rétention d'eau - CRE) du milieu. Quelques définitions, un sommaire des techniques d'évaluation et une présentation des valeurs publiées dans la littérature concernant ces paramètres clés (F_0^D, K et CRE) sont présentés dans ce qui suit.

2.4.1 Flux diffusif de l'oxygène

Coefficient de diffusion effectif, D_e et coefficient effectif du taux de réaction, K_r

Le coefficient de diffusion de l'oxygène, D_e contrôle la quantité d'air passant à travers une unité de section droite d'un milieu poreux pendant une unité de temps, sous l'influence d'un gradient de concentration. Il est fonction entres autres, de la tortuosité du milieu et de la quantité de pores permettant à l'oxygène de diffuser, *i.e.* ceux contenant de l'air (ou indirectement du degré de saturation). En effet, le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'air est de 1,8 x 10^{-5} m^2/s alors que celui dans l'eau est inférieur d'environ 4 ordres de grandeur soit de 2,5 x 10^{-9} m^2/s.

Le coefficient du taux de réaction, K_r peut être perçu comme proportionnel à l'inverse d'une demi-vie d'un élément puisqu'il est exprimé en unité de $temps^{-1}$ ($t_{1/2}$ = $\ln 2/K_r$). Selon Mbonimpa *et al.* (2003), sa valeur est influencée par plusieurs facteurs, dont le contenu en minéraux sulfureux, la porosité, la granulométrie, l'état d'oxydation ainsi que par le degré de saturation du matériel (Gosselin 2007; Gosselin *et al.,* 2007).

La valeur D_e peut être mesurée en laboratoire ou encore estimé à l'aide de relations semi-empiriques (Achib, 1997). La détermination du D_e en laboratoire peut se faire en régime stationnaire ou transitoire. L'essai en régime stationnaire est peu utilisé compte tenu de la période de temps nécessaire pour atteindre le régime stationnaire (Rolston 1986). Les essais en régime transitoire se divisent en deux catégories : les essais à une chambre et les essais à deux chambres (El- Farhan *et al.*, 1996).

L'essai à une chambre consiste à mettre un échantillon de matériel en contact avec un réservoir scellé et à mesurer, à l'aide d'une sonde à oxygène, la diminution de la concentration de l'oxygène dans le réservoir source dans le temps. À partir de la courbe obtenue (diminution de la concentration d'oxygène en fonction du temps), le coefficient de diffusion est déterminé soit analytiquement (Rolston 1986), soit numériquement à l'aide de codes numériques tels que Pollute (Barbour, Lim et Fredlund 1996; Lim, Barbour et Fredlund

1998; MacKay et al. 1998; Shelp et Yanful 2000). Le logiciel Pollute (Rowe, Booker et Fraser 1994), initialement destiné à la modélisation du transport de contaminants solubles en milieu saturé a été adapté au cas de la diffusion gazeuse en milieu non saturé en ajustant certains paramètres du modèle (Aubertin *et al.,* 1995, 1999). Ainsi, pour représenter le transport de l'oxygène à travers un matériau poreux non saturé (par diffusion seulement), il s'agit de remplacer la porosité *n* par la teneur en air équivalente θ_{eq}, d'éliminer la vitesse d'écoulement (v=0), et de remplacer le coefficient de dispersion hydrodynamique D par le coefficient de diffusion D* (où $D^*=D_e/\theta_{eq}$; le D_e initial pouvant être estimé à l'aide des relations semi-empiriques présentées auparavant pour les conditions de l'essai (épaisseur de l'échantillon, porosité, etc.)).

L'essai à deux chambres fonctionne sensiblement de la même façon que l'essai à une chambre, sauf que la variation de la concentration d'oxygène dans le réservoir du bas peut aussi être mesurée (Mbonimpa *et al.*, 2003). Avec ce type d'équipement, le D_e est déterminé à l'aide des courbes de concentration d'oxygène obtenues pendant une période de temps. Le code numérique Pollute (Rowe, Booker et Fraser 1994) peut être utilisé pour obtenir le D_e (Yanful, 1993; Aubertin, Aachib et Authier, 2000; Aachib, Mbonimpa et Aubertin, 2004) mais certains auteurs ont développé des solutions analytiques pour résoudre les équations de Fick (Sallam, Jury et Letey 1984; Glauz et Rolston 1989; El-Farhan *et al.* 1996). Il est à noter que cet essai est valable lorsque le matériel testé est inerte à l'oxygène. Dans le cas où le matériel est réactif, l'essai permet de déterminer simultanément D_e et K_r (Mbonimpa *et al.*, 2003).

Plusieurs auteurs (Buckingham, 1904; Penman 1940; Marshall, 1959; Millington, 1959; Millington et Quirk, 1961; Rolston, 1986; Jin et Jury, 1996; Liu et Si, 2008, cités dans Demers, 2008) ont proposé des relations semi-empiriques afin d'estimer le coefficient de diffusion effectif. Une des relations intéressantes pour estimer le D_e (parce qu'elle prend en compte le degré de saturation) est celle de Millington et Shearer, modifiées plus tard par Collin (1987). Sous une forme pratique, cette relation peut s'écrire selon l'Équation II.41 (Aachib, Aubertin et Mbonimpa, 2002; Aachib, Mbonimpa et Aubertin, 2004) :

$$D_e = \frac{1}{n^2}(D_a^0 \theta_a^{P_a} + HD_w^0 \theta_w^{P_w})$$ Équation II. 41

où D_a^0 et D_w^0 $[L^2T^{-1}]$ sont les coefficients de diffusion libre dans l'air et dans l'eau respectivement, ($D_a^0 \cong 1{,}8x10^{-5}$ m^2/s et $D_w^0 \cong 2{,}5x10^{-9}$ m^2/s aux conditions ambiantes selon); p_a et p_w tiennent compte de la tortuosité dans l'air et dans l'eau. Les exposants p_a et p_w sont définis en fonction de la porosité et du degré de saturation ou des teneurs en eau θ_w et en air θ_a (Aubertin *et al.,* 1999; Aubertin, Achib et Authier, 2000; Mbonimpa *et al., Oxygen diffusion tests…,* 2002; Aachib, Aubertin et Mbonimpa, 2002). Des valeurs estimées suffisamment réalistes sont aussi obtenues en adoptant $p_a = p_w = 3{,}3$.

La valeur de K_r peut être estimée à l'aide de différents modèles (*eg.* modèle de Collin (1987) modifié par Aubertin, Ricard et Chapuis (1998) et Mbonimpa *et al., Oxygen diffusion tests…,* 2002 ou modèle du noyau de réaction « *shrinking core model* » (*e.g.* Davis et Ritchie 1986)) ou mesurée en laboratoire. En laboratoire, la détermination du paramètre K_r est basée sur un ajustement simultané des profils de la courbe de concentration mesurée, avec les résultats de modélisation découlant du logiciel Pollute (Rowe, Booker et Fraser 1994). La courbe de concentration en fonction du temps est mesurée à l'aide de cellules appelées «cellules de diffusion – consommation». Ces cellules sont identiques à celles utilisées pour déterminer le D_e d'un matériel inerte (Aubertin *et al.*, 1995; Aubertin *et al.,* 1999; Mbonimpa *et al.,* 2003; Gosselin 2007; Gosselin *et al.,* 2007).

Obtention du flux diffusif de l'oxygène

Il existe trois principales manières d'évaluer le flux diffusif de l'oxygène à la surface des matériaux soient: les méthodes expérimentales, les solutions analytiques et les solutions numériques. Les méthodes expérimentales disponibles sont brièvement décrites dans ce qui suit; pour plus de détails sur les différentes méthodes, consulter les références citées.

Le Tableau II. 4 résume les différentes méthodes disponibles pour obtenir le flux diffusif de l'oxygène à la surface des matériaux à partir de méthodes expérimentales[3]. Essentiellement trois méthodes sont utilisées soient : la méthode du gradient, l'essai de consommation d'oxygène et la méthode des sulfates.

Tableau II. 4: Méthodes expérimentales de détermination du flux diffusif de l'oxygène

Méthode	**Principe**	**Domaine d'application**	**Équipement**	**Références**
Méthode du gradient	Application de la première loi de Fick, en connaissant le D_e et en mesurant le gradient de concentration d'oxygène dans les matériaux sur au moins deux élévations différentes	Régime permanent (matériau inerte et réactif).	Essais en laboratoire tels les essais en colonne instrumentées ou sur le terrain	Rolston, 1986; Elberling, Nicholson et David 1993; Yanful 1993
Essai de consommation d'oxygène développé par Elberling et al. (1994)	Application de la deuxième loi de Fick qui est réduite à l'équation : $F_L = C_0(K_r D_e)^{1/2}$ où F_L: flux diffusif à la surface du recouvrement en régime permanent C_0: concentration d'oxygène dans l'air (20,9%).	Régime permanent pour les matériaux réactifs. *Combine les valeurs des coefficients D_e et K_r	Chambre remplie d'air au-dessus du matériau testé, qui est scellée par un couvercle et équipée d'une sonde à oxygène.	Elberling *et al.*, 1994; Nicholson et *al.*, 1989; Yanful, Simms et Payant, 1999; Mbonimpa, Aubertin et Bussière, 2011
Méthode des sulfates	Utilisation de la concentration en produits d'oxydation présents dans l'effluent pour recalculer le flux d'oxygène. Convertion du ratio stoechiométrique pour convertir le flux de sulfate mesuré en flux d'oxygène.	Uniquement dans le cas d'un drainage relativement neutre (pH > 5) où seul l'oxygène est l'agent d'oxydation.		Elberling *et al.*, 1994; David et Nicholson 1995; Bussière *et al.*, 2004.

[3] La méthode sélectionnée dans cette recherche pour évaluer le flux diffusif de l'oxygène à la surface des remblais miniers cimentés est présentée en détail dans la section d'intérêt (chapitre III).

Rapport-Gratuit.com

La méthode du gradient consiste à mesurer la concentration d'oxygène dans un matériau, sur au moins deux élévations différentes (e.g. Rolston, 1986; Elberling, Nicholson et David, 1993; Yanful, 1993). Le flux diffusif de l'oxygène est obtenu en appliquant la première loi de Fick (Équation II.27); le D_e doit alors être déterminé préalablement (expérimentalement ou estimé avec les équations prédictives). La mesure du gradient de concentration peut s'effectuer sur des essais en laboratoire, tels les essais en colonne instrumentées, ou sur le terrain. La méthode du gradient est applicable en régime permanent.

L'essai de consommation d'oxygène (CO), développé par Elberling *et al.* (1994), est effectué en mesurant la décroissance de la concentration d'oxygène dans un espace fermé, au sommet d'un cylindre, suite à la diffusion et aux réactions d'oxydation. Pour un essai de courte durée, les mesures peuvent être interprétées à l'aide d'une méthode analytique simplifiée, basée sur les lois de Fick modifiées (Nicholson *et al.,* 1989; Yanful, Simms et Payant 1999), qui fournit le produit des coefficients effectifs de diffusion de l'oxygène (D_e) et du taux de réaction (K_r) des résidus (Équation II.28). La méthode est applicable en régime permanent pour les matériaux réactifs, lorsque les conditions frontières suivantes sont respectées: $C(z=0, t>0) = C_0$, $C(z=\infty, t>0) = C \infty = 0$, et $C(z>0, t=0) = 0$, et $\delta C/\delta t=0$. Cette méthode est décrite plus en détails au chapitre III (section 3.3.1)

La méthode des sulfates consiste à mesurer la concentration de certains produits d'oxydation (ions de fer et de sulfate), présents dans le lixiviat du matériau à l'étude, pour recalculer le flux d'oxygène (Elberling *et al.,* 1994; David et Nicholson, 1995; Bussière *et al.,* 2004). En principe, les ions ferreux et les ions sulfates sont proportionnels à la quantité d'oxygène qui était disponible pour l'oxydation. Le ratio stœchiométrique est utilisé pour convertir le flux de sulfate mesuré en flux d'oxygène (en supposant que le matériel contient de la pyrite comme seul sulfure). Cette méthode donne un flux d'oxygène moyen pour une période de temps entre deux collectes de lixiviat, donc s'applique au régime transitoire ou permanent de la période de mesure.

Plusieurs travaux ont été effectués afin de comparer les différentes méthodes expérimentales ci-haut discutées (Elberling, Nicholson et David 1993; Elberling *et al.*, 1994; David et Nicholson, 1995; Nicholson, Elberling et Williams, 1995; Elberling et Nicholson 1996; Bussière *et al.,* 2004; Dagenais *et al.*, 2011). Les résultats de ces études démontrent que dans l'ensemble, les trois méthodes sont efficaces pour estimer le flux diffusif de l'oxygène même si chacune d'entre elles rencontrent certaines limitations :

- La précision de la méthode du gradient d'oxygène est dépendante de la précision de l'estimation du coefficient D_e;
- La fiabilité des résultats de la méthode des sulfates dépend des conditions géochimiques et de la possibilité de précipitation de minéraux secondaire sulfatés. De façon générale, les flux mesurés dans des matériaux très sulfureux sont sous-évalués par la méthode des sulfates, mais cette méthode est considérée efficace dans les matériaux peu sulfureux (Bussière *et al.*, 1998; Bussière *et al.*, 2004);
- La méthode d'interprétation des essais de consommation d'oxygène tend généralement à sous-estimer le flux d'oxygène en surface, dans des proportions qui varient selon les conditions d'essai (Mbonimpa, Aubertin et Bussière, 2011). Les résultats de cette étude peuvent par contre être utilisés pour estimer la précision relative des flux pour des conditions spécifiques, ce qui aide les utilisateurs à décider si la procédure d'interprétation simplifiée est appropriée pour l'application visée.

Les équations de Fick peuvent être résolues analytiquement pour des conditions initiales et aux frontières relativement simples (Carslaw et Jaeger, 1959; Astarita, 1967; Crank, 1979; Mbonimpa *et al.*, 2001; Mbonimpa *et al.*, 2003). Un des modèles proposés dans le domaine de l'environnement minier est celui de Mbonimpa *et al.* (2003), développé pour évaluer les flux d'oxygène à la base d'un recouvrement (au-dessus de rejets miniers). Ce modèle résout les équations de Fick en régime permanent et transitoire (Tableau II. 5). Lorsqu'il n'est pas possible de résoudre les équations de Fick analytiquement, il est possible de recourir à des méthodes de résolution numériques (Aubertin *et al.,* 1995, 1999) pour lesquelles des programmes numériques, tels que Pollute (Rowe, Booker et Fraser 1994) et Vadose/W

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

(GEO-SLOPE 2004), sont disponibles (Gosselin, 2007; Cissokho, 2007; Demers 2008; Hamdi, 2012).

Tableau II. 5: Solutions analytiques et numériques pour l'évaluation du flux diffusif de l'oxygène

Solutions analytiques : Modèle de Mbonimpa et al. 2003	
Équation du profil de concentration d'oxygène et du flux d'oxygène à travers une couche de matériel inerte d'épaisseur L au temps t	$C(z,t) = C_0 \times \left[1 - \frac{z}{L} - \frac{2}{\pi}\sum_{i=1}^{\infty}\frac{1}{i}\sin\frac{i\pi z}{L}\exp\left(-\frac{i^2\pi^2}{L^2}D^*t\right)\right]$ $F(z=L,t>0) = F_{s,L} + 2F_{s,L}\sum_{i=1}^{\infty}(-1)^i \exp\left(-\frac{i^2\pi^2}{L^2}D^*t\right)$ où $F_{s,L} = \frac{C_0 D_e}{L}$ (flux d'oxygène à la base du recouvrement en régime permanent) $D^* = D_e/\theta_w$ C_0: concentration initiale (atmosphérique) d'oxygène
Dans le cas où le matériel est réactif (contient des sulfures)	$C(z,t) = C_0\left[1 - \frac{z}{L} - \frac{2}{\pi}\sum_{i=1}^{\infty}\frac{1}{i}\sin\frac{i\pi z}{L}\exp\left[-\left(\frac{i^2\pi^2}{L^2}D^* + K_r^*\right)t\right] - \frac{2K_r^*}{\pi}\times \sum_{i=1}^{\infty}\frac{\sin\frac{i\pi z}{L}}{i^3\pi^2 D^* + K_r^*}\left\{1 - \exp\left[-\left(\frac{i^2\pi^2}{L^2}D^* + K_r^*\right)t\right]\right\}\right]$ $F(z=L,t>0) = F_{s,L} + 2K_r^* F_{s,L}\sum_{i=1}^{\infty}\left(\frac{(-1)^i}{\frac{i^2\pi^2 D^*}{L^2} + K_r^*}\right) + 2F_{s,L}\sum_{i=1}^{\infty}(-1)^i \exp\left[-\left(\frac{i^2\pi^2}{L^2}D^* + K_r^*\right)t\right] - 2K_r^* F_{s,L}\sum_{i=1}^{\infty}\left(\frac{(-1)^i}{\frac{i^2\pi^2 D^*}{L^2} + K_r^*}\right)\exp\left[-\left(\frac{i^2\pi^2 D^*}{L^2} + K_r^*\right)t\right]$
Flux à la base du recouvrement lorsque le régime permanent est atteint	$F_{s,L} = F_{s,L} + 2K_r^* F_{s,L}\sum_{i=1}^{\infty}\left(\frac{(-1)^i}{\frac{i^2\pi^2 D^*}{L^2} + K_r^*}\right)$

Données publiées sur le flux diffusif d'oxygène à la surface des remblais miniers cimentés

Ouellet *et al.* (2003 et 2006) ont effectué, sur des remblais en pâte cimentés sulfureux (pyrite essentiellement), des essais de consommation d'oxygène (CO) en laboratoire et dans un chantier minier souterrain remblayé, selon la méthode proposée par Eberling *et al.*, (1994). Les résultats de leurs études indiquent une diminution dans le temps, de la consommation de l'oxygène par les remblais (2,4 moles O_2/m^2/jour en moyenne à environ 0,2 mole O_2/m^2/jour après 80 jours) (Figure II. 16).

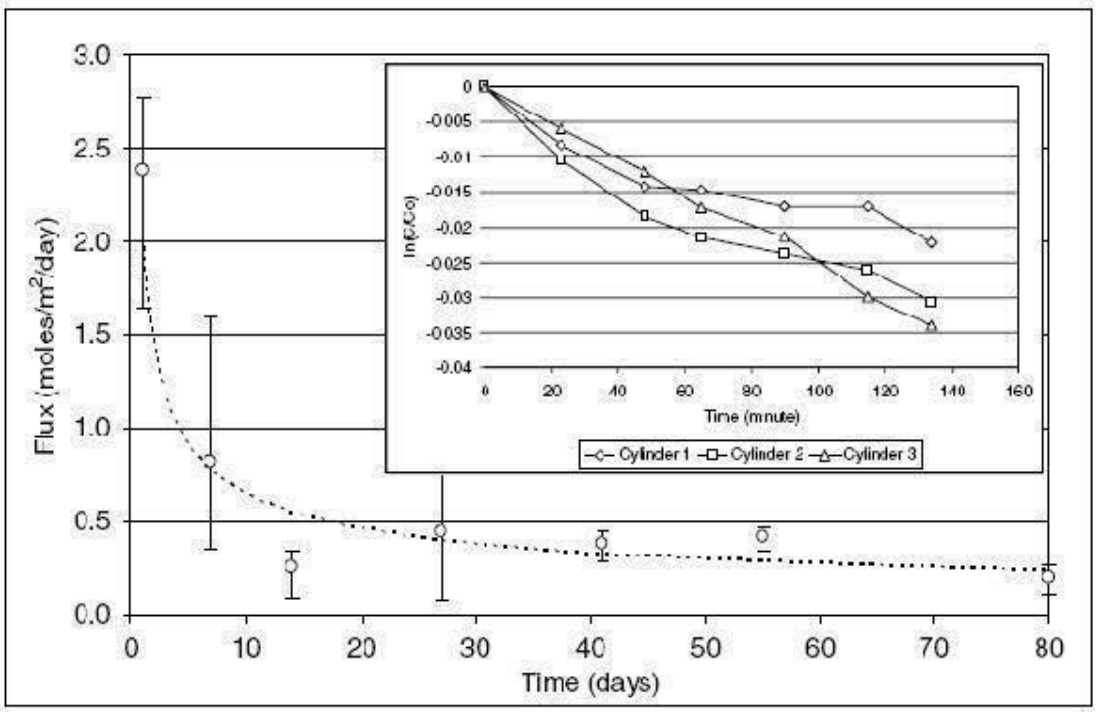


Figure II. 16: Évolution du flux diffusif de l'oxygène d'un chantier minier remblayé avec du remblai en pâte sulfureux (tiré de Ouellet *et al.*, 2006)

Selon ces auteurs, la différence de flux consommé par le matériel cimenté et non cimenté ainsi que sa décroissance dans le temps seraient liée au maintien de hauts degrés de saturation dans le mélange de remblai cimenté, à l'enrobage possible des grains de sulfures par le liant et par la formation d'une couche oxydée de faible porosité à la surface du matériel limitant la diffusion de l'oxygène.

Dernière remarque sur le sujet, tout comme Ouellet *et al.* (2003), Peyronnard, Benzaazoua et Tagnit-Hamou (2010) montrent que la réactivité des remblais en pâte cimentés est fonction du type de liant utilisé dans le mélange. Selon ces auteurs, les mélanges constitués de ciment à base de laitiers par exemple, permettraient de réduire davantage la réactivité des rejets sulfureux que le ciment Portland.

2.4.2 Perméabilité

Les coefficients de perméabilité à l'eau k_w (conductivité hydraulique) et au gaz, k_g (conductivité pneumatique) représentent la vitesse à laquelle s'écoule un fluide à travers un milieu poreux. Ils sont calculés à partir de la loi de Darcy et dépendent des caractéristiques du fluide. Si on considère qu'il n'y a pas d'interaction entre les différents fluides en présence, la loi de Darcy peut être appliquée pour chaque fluide du système (Dullien, 1979). Les coefficients de perméabilité sont alors respectivement donnés par les Équations II.42 et II.43:

$$k_w = K\frac{\rho_w g}{\mu_w} \qquad \text{Équation II. 42}$$

et

$$k_g = K\frac{\rho_g g}{\mu_g} \qquad \text{Équation II. 43}$$

où :

k est le coefficient de perméabilité ou conductivité [LT^{-1}], K la perméabilité intrinsèque du milieu poreux [L^2], ρ la masse volumique du fluide [ML^{-3}]et μ, la viscosité dynamique du fluide [$ML^{-1}T^{-1}$].

Lorsque le milieu poreux est saturé (en eau ou en gaz), on accède par la mesure des conductivités (k_{sw} *et* k_{sg}), à la perméabilité intrinsèque du milieu, K (L^2) à partir de l'Équation II.44 :

$$K = \frac{k_{sw}\mu_w}{\rho_w g} = \frac{k_{sg}\mu_g}{\rho_g g} \qquad \text{Équation II. 44}$$

Cette perméabilité est un paramètre intrinsèque de la structure poreuse du milieu et est théoriquement indépendante du fluide utilisé. La relation entre les coefficients de perméabilité à l'eau et à l'air d'un milieu donné peut ainsi être obtenue à partir de l'Équation II.45 :

$$k_{sg} = \frac{\rho_g \mu_w}{\rho_w \mu_g} k_{sw} \qquad \text{Équation II. 45}$$

Ainsi, à 20°C par exemple où ρ_a = 1.2 kg/m^3, μ_a = 1.81x10^{-5} Pa·s, ρ_w = 1000 kg/m^3, et μ_w = 1x10^{-3} Pa·s, $k_a \cong 0.066\ k_w$. Cette relation montre que la conductivité pneumatique d'un milieu sec (saturé en air) est inférieure à la conductivité hydraulique du même milieu saturé en eau. Klinkenberg (1941) a par ailleurs découvert que la perméabilité au gaz peut être relativement plus élevée que celle à l'eau (d'un à plusieurs ordre(s) de grandeur). Ce phénomène, identifié comme « l'effet Klinkenberg », est lié à la non adhérence des molécules gazeuses au contact des parois des pores (écoulement par glissement).

La conductivité effective (ou fonction de perméabilité) d'un milieu non saturé k_u [LT^{-1}] est donnée par l'Équation II.46:

$$k_u = k_s k_r \qquad \text{Équation II. 46}$$

où k_s est la conductivité saturée [LT^{-1}] et k_r, la conductivité relative du milieu [-].

Les courbes de perméabilités relatives en fonction de la saturation du milieu (Figure II. 17) permettent de relier les perméabilités relatives à l'eau et au gaz (Scheidegger, 1959; Dullien, 1979; Delleur, 1999; Delage et Cui, 2000).

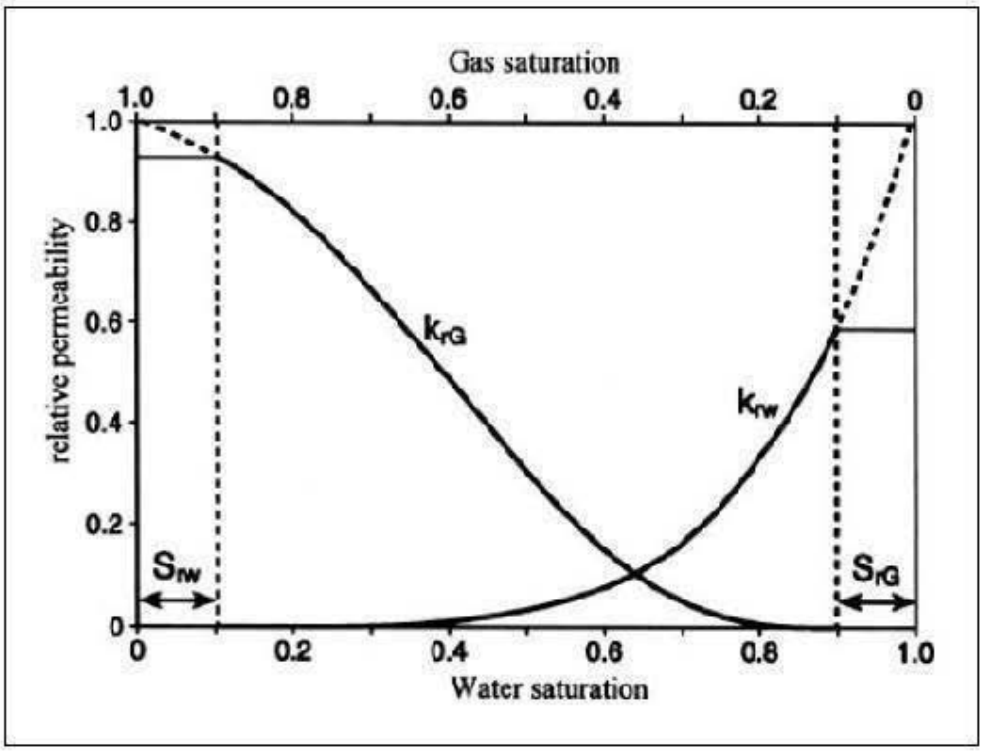


Figure II. 17: Perméabilités relatives en fonction de la saturation en eau et en gaz du milieu (tiré de Barral, 2010)

La Figure II. 17 montre que la saturation d'un milieu en un fluide donné (à l'eau ou au gaz) réduit considérablement la conductivité de l'autre fluide dans le milieu. Par exemple, pour une saturation en eau d'environ 80%, la conductivité pneumatique devient pratiquement nulle. Même phénomène pour la conductivité hydraulique lorsque le milieu atteint des degrés de saturation en air supérieurs à 60% (ou autrement dit pour des degrés de saturation en eau inférieurs à 40%).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Obtention de la perméabilité

Dans la pratique, c'est surtout la conductivité hydraulique saturée à l'eau qui est utilisée pour caractériser la perméabilité d'un milieu poreux. Les mesures de perméabilité au gaz sont peu répandues alors qu'elles sont en fait aussi simples à réaliser que pour l'eau. Cette section présente les principales techniques d'évaluation de la conductivité, à l'eau et au gaz, utilisées en laboratoire ainsi que certains modèles de prédiction lorsque ceux-ci semblent applicables à cette recherche.

Conductivité hydraulique saturée

Les mesures de la conductivité hydraulique saturée à l'aide des méthodes de laboratoire sont basées sur l'application directe de l'équation de Darcy (Équation II.33). Le Tableau II. 6 résume les principales techniques de mesure du coefficient de perméabilité à l'eau en milieu saturé; la technique de mesure retenue pour l'évaluation de ce paramètre dans le cadre de cette thèse est détaillée plus loin dans le chapitre perméabilité (chapitre IV).

Tableau II. 6 : Techniques de mesures de la conductivité hydraulique saturée

Essai	**Principe**	**Domaine d'application**	**Équipement**	**Références**
Alimentation à charge constante	Enregistrement du temps t, de la charge h (i.e. de la différence de niveau entre les manomètres), de la quantité d'eau Q et de la température de l'eau T, lorsque les conditions d'écoulement laminaire (sans variation du gradient hydraulique) sont atteintes. $k = \frac{QL}{Ath}$ où : k = coefficient de perméabilité (LT^{-1}).	$k_{sw} > 1 \times 10^{-3}$ cm/sec ou $k_{sw} \geq 10^{-5}$ cm/s $k_{sw} \leq 10^{-5}$ cm/s	Perméamètre à parois rigides Perméamètre à parois flexibles	ASTM no D 2434-68 Bussière, 1993; Aubertin, 1996 ASTM D 5084-90
Alimentation à charge variable	Lors des essais à charge variable une différence de charge hydraulique (h_1-h_2) est appliquée sur l'échantillon. L'aire du tube a, l'aire et la hauteur du sol, A et L sont pris en compte. De plus, l'intervalle de temps nécessaire pour que la charge passe de h_1 à h_2 est mesuré. $k = \frac{aL}{A\Delta t} ln\left(\frac{h_1}{h_2}\right)$	$k_{sw} > 1 \times 10^{-3}$ cm/sec ou $k_{sw} \geq 10^{-5}$ cm/s $k_{sw} \leq 10^{-5}$ cm/s	Perméamètre à parois rigides Perméamètre à parois flexibles	ASTM no D 2434-68 Bussière, 1993; Aubertin, 1996 ASTM D 5084-90

En général, le perméamètre à parois rigides est utilisé pour évaluer k_w des matériaux ayant un coefficient de perméabilité supérieur à 1 x 10^{-3} cm/sec; par contre Bussière (1993), Aubertin (1996), Godbout (2005) et Yilmaz (2010) ont réalisé avec succès des essais de perméabilité à l'aide d'un perméamètre à parois rigides sur des rejets de concentrateur ayant un coefficient de perméabilité allant jusqu'à 1 x 10^{-5} cm/sec. Pour les matériaux à plus faible coefficient de perméabilité, c'est habituellement le perméamètre à parois flexibles qui est utilisé. Ces

appareils permettent d'effectuer, dans les deux cas, des essais à charge constante et des essais à charge variable.

Il existe de nombreux modèles pour prédire la conductivité hydraulique saturée d'un matériau poreux (voir Chapuis, 2011 pour une revue de la littérature sur le sujet). Parmi les modèles intéressant pour prédire la conductivité hydraulique saturée des remblais miniers, cimentés ou non (Tableau II. 7), il y a :

- Le modèle de Kozeny-Carman modifié par Mbonimpa *et al.* (2002) qui a été développé spécifiquement pour prédire la conductivité hydraulique saturée de rejets miniers, principale composante des remblais miniers cimentés;
- Des modèles basés sur la distribution de la taille des pores (Garcia-Bengochea *et al.*, 1979; Juang et Holtz 1986; Lapierre, Leroueil et Locat, 1990) plutôt que sur des paramètres granulométriques;
- Des modèles proposés spécifiquement pour les remblais en pâte cimentés (Godbout *et al.*, 2007; Fall *et al.*, 2009).

Rapport-Gratuit.com

Tableau II. 7 : Modèle de prédiction de la conductivité hydraulique saturée

Modèle de Kozeny-Carman modifié par Mbonimpa *et al.* (2002)	
Équation basée sur le modèle de Kozeny-Carman et définie à partir des propriétés géotechniques de base du matériau	$k_{sat} = c_0 \cdot \frac{\gamma_w}{\mu} \cdot D_{10}^{\,2} \cdot C_U^{\,1/3} \cdot \frac{e^{3+m}}{1+e}$ où c_0 est un paramètre relié au type de rejets utilisés dans le mélange, γ_w est le poids volumique de l'eau (γ_w = 9,81 kN/m^3 à 20°C), μ est la viscosité dynamique de l'eau (μ =10^{-3} Pa.s à 20°C), D_{10} est le diamètre correspondant à 10 % passant la courbe granulométrique, C_U est le coefficient d'uniformité, e est l'indice des vides et m est un paramètre introduit pour représenter l'influence de la tortuosité dans le milieu.
Modèle de Kozeny – Théorie du rayon hydraulique (Garcia-Bengochea *et al.*, 1979)	
Équation qui relie la conductivité hydraulique saturée des sols à la distribution de la taille des pores. Cette dernière est usuellement mesurée à partir d'essais d'intrusion au mercure.	$k = C_s^* \frac{n\gamma}{\mu} \left[\frac{1}{4\sum_i \frac{f(d_i)}{d_i}} \right]^2$ où, C_s^* est un facteur de forme (=1/32 pour des pores cylindriques), n la porosité, γ le poids volumique du fluide, μ est la viscosité du fluide, d_i est le diamètre des pores, et $f(d_i)$ la fréquence volumétrique des pores de taille d_i.
Modèle de Godbout *et al.* (2007)	
Équation décrivant l'évolution de la conductivité hydraulique saturée de remblais miniers cimentés en pâte en fonction du temps de cure, de la chimie et de la proportion de liant ($k_{t,l}$)	$k_{t,l} = k_0 . t^{-\alpha}$ *où* k_0 est la conductivité hydraulique saturée mesurée des rejets de concentrateur sans liant, t est le temps de cure (1 < t < 28 jours) et α un paramètre fonction de la chimie et de la proportion de liant dans le mélange $\alpha = \beta ln(\%liant) + \chi$ avec β = 0,3309 et χ = 0,7072 lorsque le liant ajouté au mélange est constitué majoritairement de laitiers de hauts fourneaux et β = 0,3422 et χ = 0,4853 lorsque le liant ajouté au mélange est constitué essentiellement de ciment Portland.
Modèle de Fall *et al.* (2009)	
Équation qui relie la conductivité hydraulique saturée des remblais en pâte cimenté à la résistance en compression uniaxiale	$k = k_T . A . (UCS_t/UCS_{max})^B$ où k_T est la conductivité hydraulique saturée du rejet de concentrateur utilisé dans le mélange, UCS_t est la résistance en compression uniaxiale en un temps de cure donné (kPa), UCS_{max} la résistance en compression uniaxiale maximale (kPa), A et B des paramètres de lissage déterminés pour chaque recette de remblai (sans dimension).

Conductivité hydraulique non saturée

Les mesures directes de la conductivité hydraulique non saturée sont délicates et peu répandues (Cui et Delage, 2000; Barral *et al.*, 2010). Les Tableau II. 8 et Tableau II. 9 présentent respectivement les méthodes directes et indirectes utilisées pour évaluer la conductivité hydraulique en milieu non saturé.

Tableau II. 8: Techniques de mesures de la conductivité hydraulique non saturée – méthodes directes

Méthode	**Principe**	**Références**
Méthode de Gardner	Consiste à suivre au cours du temps la quantité d'eau sortant d'un échantillon soumis à partir de l'instant t=0 à un incrément positif de pression d'air qui correspond à une augmentation de la succion. La perméabilité est déduite de l'application simplifiée de l'équation de Richards à cet écoulement.	Gardner, 1958 Delage et Cui, 2000
Méthodes en régime permanent (méthode du débit sortant)	kw est obtenu en maintenant un gradient de charge hydraulique constant à travers un échantillon. La succion matricielle et la teneur en eau sont également maintenues constantes. Le gradient de charge hydraulique constant produit un écoulement en régime permanent à travers l'échantillon. Les conditions de régime permanent sont atteintes lorsque le débit entrant est égal au débit sortant de l'échantillon. kw qui correspond à la succion matricielle appliquée ou à la teneur en eau, est alors calculé. $k_w = \left(\frac{Q}{At}\right)\left(\frac{d_t}{h_{w3} - h_{w4}}\right)$ où Q = volume d'eau (L3) A = section transversale de l'échantillon (L2) t = période de temps (T) h_{w3} et h_{w4} = charge hydraulique correspondant aux tensiomètres T_1 et T_2 (L) dt = distance entre les tensiomètres (L)	Klute, 1972; Hillel, 1980; Fredlund et Rahardjo, 1993 Delage et Cui, 2000
Méthode en régime transitoire par profil instantané	Consiste à suivre au sein d'une colonne d'infiltration, en fonction du temps, les variations de succion qui interviennent lors de l'infiltration $k(t)\big\vert_z = -\frac{q(t)\big\vert_z}{\left(\frac{\partial h(t)}{\partial z} - 1\right)\big\vert z}$ Les valeurs du gradient de succion (∂h/∂z), à une position z donnée et à un instant t donné, se calculent à partir des mesures spatio-temporelles de h.	Hamilton *et al.*, 1981; Klute et Dirksen, 1986; Hillel, 1980; Fredlund et Rahardjo, 1993; Meerdink, Benson et Khire, 1996; Bentoumi et Alimi-Ichola; 1996 Delage et Cui, 2000

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Au niveau des méthodes directes, le gradient de charge hydraulique et le taux d'écoulement sont déterminés à partir des mesures de la pression d'eau interstitielle et de la teneur en eau. Dans certains cas, un des deux paramètres mentionnés est mesuré pendant que l'autre est déduit à partir de la courbe de rétention d'eau (CRE). Les méthodes indirectes permettent de déduire la relation entre le coefficient de perméabilité (k) et la succion (ψ) à partir de la courbe de rétention d'eau (θ-ψ). Le coefficient de perméabilité saturé à l'eau (k_{sw}) doit alors être connu.

Tableau II. 9 : Techniques de mesures de la conductivité hydraulique non saturée – méthodes indirectes

Modèles empiriques	**Gardner (1958)** $k = k_{sat}$ pour $\psi \le \psi_a$ $k_{rel} = \frac{k}{k_{sat}} = exp(a_s \psi)$ pour $\psi_a \le \psi \le \psi_r$ **Rijtema (1965)** $k = k_{sat}$ pour $\psi \le \psi_a$ $k_{rel} = \frac{k}{k_{sat}} = exp[a_s(\psi + \psi_a)]$ pour $\psi_a \le \psi \le \psi_r$ $k = k_{\psi r}\left(\frac{\psi}{\psi r}\right)^N$ pour $\psi > \psi_r$	où : k_{rel} = conductivité hydraulique relative par rapport à k_{sat} ψ_a = pression d'entrée d'air ψ_r = pression résiduelle exercée à une teneur en eau résiduelle θ_r a_s = paramètre du sol appelé « *sorptive number* » N = coefficient de calcul
Modèles macro-scopiques	**Mualem (1986)** $k_r = \theta_e^{\delta} = S_{re}^{\delta}$ où $\theta_e \equiv S_{re} = \frac{(\theta - \theta_r)}{(\theta_s - \theta_r)}$	où : θ_e = teneur en eau normalisée; S_{re} : degré de saturation effectif θ_r = teneur en eau résiduelle θ_s = teneur en eau à saturation δ = paramètre mathématique variant de 2 à 4 selon les auteurs : Averjanov (1950) δ=3,5; Yuster (1951) δ=2; Irmay (1954) δ=3.
Modèles statistiques	**Burdine (1953)** $k_{rel} = \theta_e^{\,l}\left[1 - \left(1 - \theta_e^{\,1/m_v}\right)\right]$ **Mualem (1976)** $k_{rel} = \theta_e^{\,l}\left[1 - \left(1 - \theta_e^{\,1/m_v}\right)^{m_v}\right]^2$ **Fredlund et Xing (1994)** $k_{rel} \approx \sum_{i=j}^{N} \frac{\theta(e^{\bar{y}_i}) - \theta(\psi)}{e^{\bar{y}_i}} \theta'\left(e^{\bar{y}_i}\right) \Big/ \sum_{i=1}^{N} \frac{\theta(e^{\bar{y}_i}) - \theta_s}{e^{\bar{y}_i}} \theta'\left(e^{\bar{y}_i}\right)$	où : m_v = paramètre de lissage de l'équation de Van Genutchten 1980 : $m_v = 1\text{-}2/n_v$ l = paramètre représentant l'interconnectivité des pores (4/3 ou 1 sont habituellement utilisés). où : N = nombre de sous intervalles i = variable compteur j = numéro de l'intervalle $\bar{y}_i$ = point milieu de la i° intervalle θ' = dérivée d'une équation de Fredlund et Xing (1994) (teneur en eau) θ_s = teneur en eau volumique à saturation

Conductivité pneumatique (saturée ou non)

Le Tableau II. 10 résume les principales techniques de mesure du coefficient de perméabilité au gaz en milieu saturé (ou non). La technique de mesure, retenue pour évaluer la conductivité pneumatique saturée dans le cadre des travaux de cette thèse, est détaillée dans la section d'intérêt (chapitre IV, section 4.2.5).

Tableau II. 10 : Techniques de mesure du coefficient de perméabilité au gaz

Essai	**Principe**	**Équipement/ Domaine d'applicaion**	**Références**
Flux maintenu constant	Consiste à garder le flux d'air traversant l'échantillon constant et à mesurer la pression (à l'aide d'un capteur de pression) à l'entrée de l'échantillon. La pression à la sortie correspond à la pression atmosphérique. $Q_{AV} = Q * \frac{P_B}{\left(P_I + P_B - \frac{\Delta P}{2}\right)}$ et $k_{ua} = \frac{Q_{AV}}{\Delta P} * \frac{L}{A} \mu * 1.013x10^{12}$ où : k_{ua} = coefficient de perméabilité en Darcy Q_{AV} = écoulement volumique à la pression moyenne de l'échantillon et à la température du test [L^3/T] ΔP = Perte de pression à travers l'échantillon [F/L^2] L = Longueur de l'échantillon [L] A = Aire de la section transversale de l'échantillon [L^2] μ = viscosité de l'air à la température du test [TF/L^2]	Perméamètre à parois rigides / K > à 0,1 µm^2	Norme ASTM D6539-00
Gradient de pression maintenu constant	Consiste à maintenir le gradient de pression (ΔP) constant et à mesurer le volume d'air (Q_{AV}) (à l'aide d'un débitmètre) qui traverse l'échantillon. La pression à la sortie est également équivalente à la pression atmosphérique. $Q_{AV} = Q * \frac{P_S}{\left(P_I + P_B - \frac{\Delta P}{2}\right)} * \frac{T}{T_S}$ PTS = Pression et température standard pour lesquelles le débitmètre est calibré (normalement 20°C et 101,3 kPa) et $k_{ua} = \frac{Q_{AV}}{\Delta P} * \frac{L}{A} \mu * 1.013x10^{12}$	Perméamètre à parois flexibles / K < à 0,1 µm^2	Norme ASTM D6539-00

Tout comme pour la conductivité hydraulique saturée, la conductivité pneumatique peut être obtenue en perméamètre à parois rigides ou flexibles. Dans les deux cas, deux méthodes de contrôle de l'écoulement de l'air peuvent être utilisées. Une des méthodes consiste à garder le flux d'air traversant l'échantillon constant et à mesurer la pression (à l'aide d'un capteur de pression) à l'entrée de l'échantillon (la pression à la sortie correspondant à la pression atmosphérique). L'utilisation de cette méthode est recommandée pour les matériaux ayant une perméabilité supérieure à 0,1 μm^2. L'autre méthode consiste à maintenir le gradient de pression constant et à mesurer le volume d'air (à l'aide d'un débitmètre) qui traverse l'échantillon. La pression à la sortie est également équivalente à la pression atmosphérique. L'utilisation de cette méthode est préférable dans le cas où la perméabilité est inférieure à 0,1 μm^2.

Pour tous les essais de perméabilité au gaz ci-haut présentés, la loi de Darcy est considérée valide dans le calcul de K.

Données publiées sur la perméabilité des remblais miniers cimentés

Remblai hydraulique

Le remblai hydraulique est normalement conçu pour avoir une conductivité hydraulique supérieure à 10^{-3} cm/s (Rankine, 2002). Ce critère de design est visé de manière à ce que le drainage du matériel soit optimal et le potentiel de liquéfaction minimal (Herget et De Korompay, 1978; Grice 1998). Selon les données tirées de la littérature (base de données de l'URSTM; Ouellet, Bussière et Gagnon, 1995; Rankine 2002), ce critère n'est pas toujours atteint; la conductivité hydraulique saturée des remblais hydrauliques cimentés varient habituellement entre 10^{-3} à 10^{-5} cm/s. De plus, en raison des critères de fabrication du remblai hydraulique (mélange de particules fines et grossières), une ségrégation des grains a lieu lors de la mise en place du matériel dans les chantiers. Il en résulte une hétérogénéité (alternance de couches fines et grossières) en termes de perméabilité à l'intérieur de la masse de remblai (Ouellet, Bussière et Gagnon, 1995).

Remblai en pâte

L'évolution de la conductivité hydraulique saturée de remblais en pâte cimentés a été étudiée par quelques auteurs (Pierce, 1997; Belem *et al.*, 2001; Jones *et al.*, 2001; Mohamed *et al.*, 2002; le Roux, 2004; Godbout, 2005; Godbout *et al.*, 2007; Fall *et al.*, 2009; Yilmaz *et al.*, 2008, 2009). Ces auteurs montrent que l'ajout de liant aux rejets de concentrateur permet dans certain cas, de réduire k_{sw} de plus d'un ordre de grandeur (d'environ 10^{-5} cm/s pour des rejets de concentrateur sans liant jusqu'à 10^{-7} cm/s pour des remblais en pâte cimentés). Les résultats de l'ensemble de ces travaux indiquent, tels qu'illustrés aux Figure II. 18, Figure II. 18 et Figure II. 19, que l'évolution de k_{sw} des remblais en pâte cimenté est fonction notamment de la nature du rejet utilisé dans la fabrication du mélange, de la proportion et de la chimie du liant.

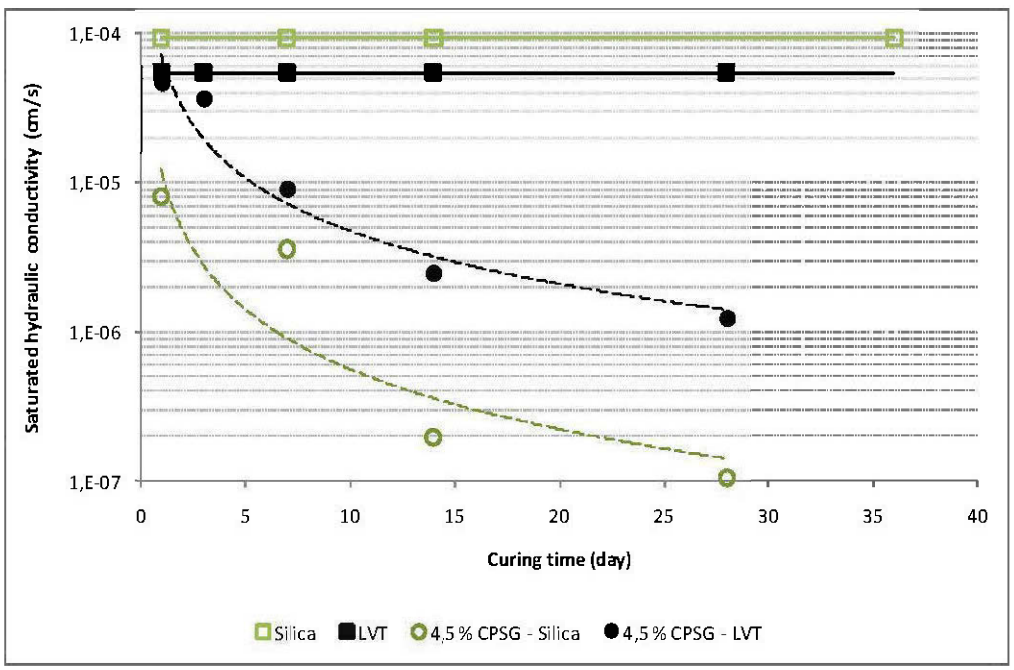


Figure II. 18: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction du type de rejet de concentrateur (tiré de Godbout *et al.*, 2007)

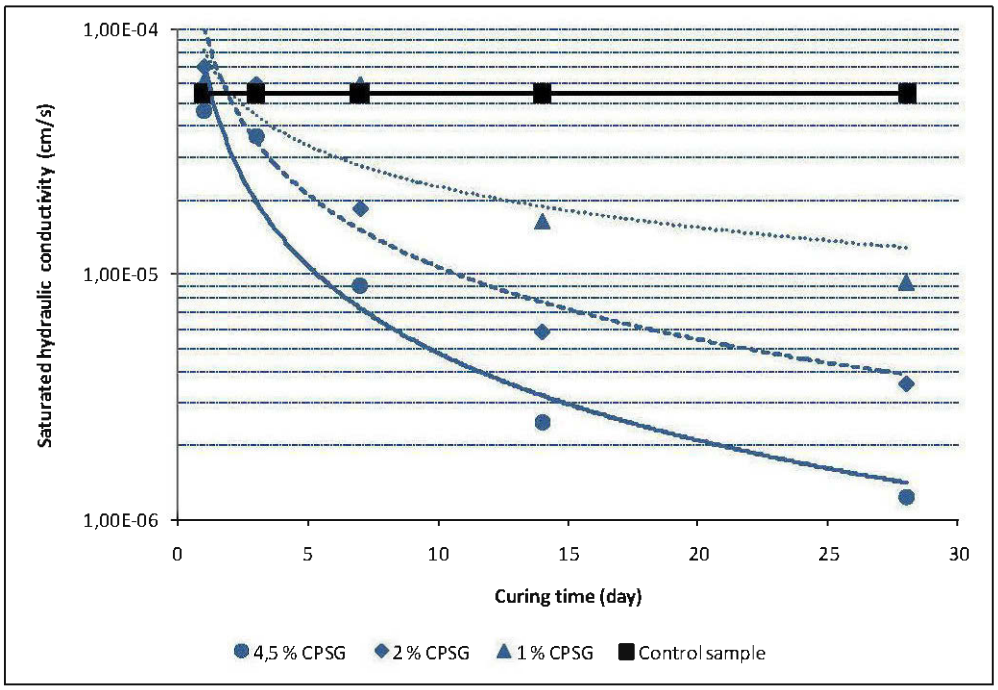


Figure II. 19: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction de la proportion de liant (tiré de Godbout *et al.*, 2007)

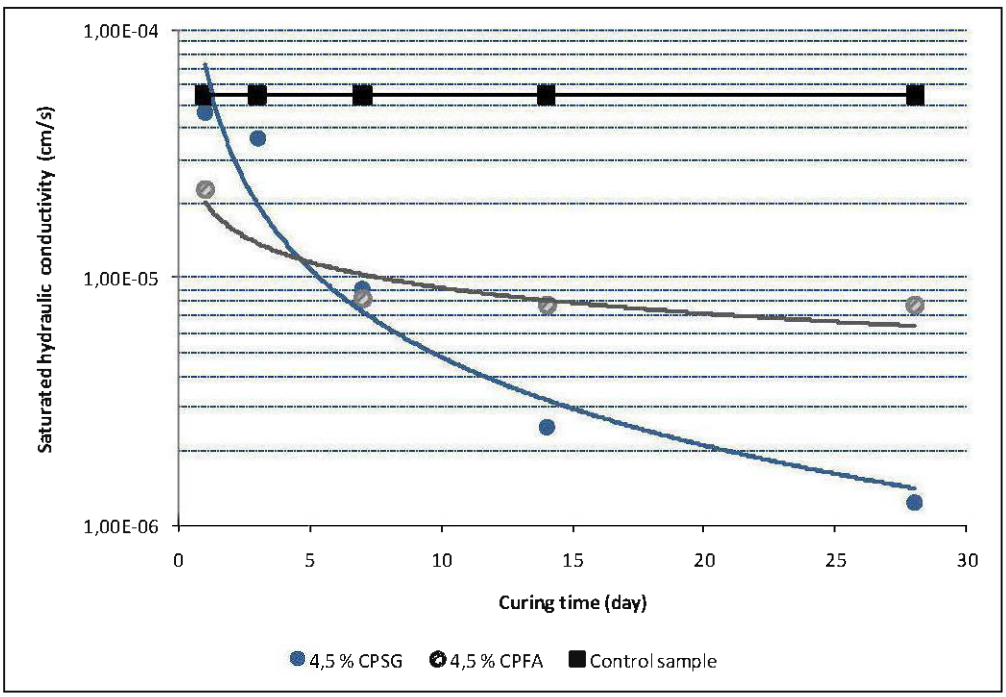


Figure II. 20: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction du type de liant (tiré de Godbout *et al.*, 2007)

Dans l'étude de Godbout *et al.* (2007), représentée par les Figure II. 18, Figure II. 18 et Figure II. 19, les résultats des essais de perméabilité montrent que l'addition de liant peut réduire la conductivité hydraulique saturée des rejets de concentrateur d'environ 1½ ordre de grandeur à l'intérieur d'une période de 28 jours. Ils montrent aussi que la proportion de liant a un effet direct sur l'ampleur de la réduction de k_{sw}; une plus grande proportion entrainant une plus forte réduction de k_{sw} et que la cinétique d'évolution diffère selon le type de liant ajouté au mélange de remblai en pâte.

Données sur la prédiction de k_{sw} des remblais en pâte cimentés

Le modèle de Kozeny-Carman modifié par Aubertin *et al.* (1996) et Mbonimpa *et al., Pedotransfert functions...* (2002) (K-C_m) est reconnu pour prédire efficacement la conductivité hydraulique saturée des remblais miniers sans liant. Il inclut les facteurs d'influence suivants:

$$k_{sw} = f_f f_v f_s \qquad \text{Équation II. 47}$$

où :

f_f [$L^{-1}T^{-1}$] est une fonction des propriétés du fluide;
f_v [L^3L^{-3}] est une fonction de l'espace des vides (distribution de la grosseur des pores);
f_s [L^2] est une fonction des caractéristiques de la surface des grains solides.

Godbout *et al.* (2007) ont tenté de prédire l'évolution de la conductivité hydraulique saturée de remblais en pâte cimentés avec ce modèle, en considérant que seule la fonction de l'espace des vides, f_v évolue (f_f et f_s constantes). Ces prédictions, basées sur des études microstructurales au MIP et au MEB (Ramlochan *et al.,* 2004; Ouellet *et al.*, 2006 a et b), ont montré que l'évolution de la porosité (ou fonction de l'espace des vides), n'explique pas à elle seule l'évolution des valeurs de k_{sw} mesurées, des remblais en pâte cimentés.

Des mesures de k_{sw} de remblais en pâte cimentés, inscrites dans la littérature (Jones *et al.*, 2001; Mohamed *et al.*, 2002; Godbout *et al.*, 2007; Yilmaz, 2010), ont également été comparées aux valeurs prédites par le modèle de Godbout *et al.* (2007) (Figure II. 21).

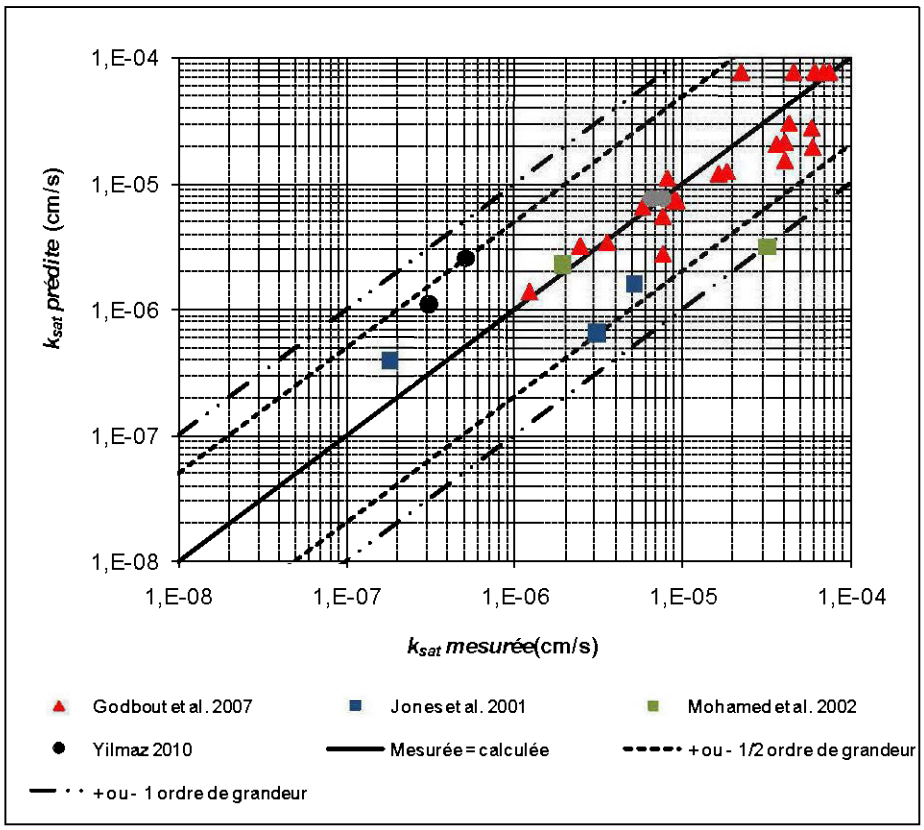


Figure II. 21: Corrélation entre des valeurs de conductivité hydraulique saturée pour des remblais en pâte cimentés mesurées et prédites avec le modèle proposé par Godbout *et al.* (2007)

La Figure II. 21 montre que, indépendamment de la recette constituant les mélanges de remblais (rejets de concentrateur et types de liants), il existe une bonne corrélation entre les valeurs prédites par le modèle proposé par Godbout *et al.* (2007) et celles mesurées. Les valeurs se situent, pour la plupart, à l'intérieur des limites de précision de l'essai soit, ± ½ ordre de grandeur (Chapuis et Aubertin, 2003).

Par ailleurs, Fall *et al.*, (2009) ont comparés certaines valeurs de k_{sw} tirées des travaux de ses collaborateurs (Mukesh, 2008; Adrien, 2008; Celestin, 2008, non publiés) et de la littérature (*eg.* Godbout, 2005) au modèle qu'ils proposent (modèle qui relie la conductivité hydraulique saturée à la résistance en compression uniaxiale des remblais en pâte cimentés). La corrélation entre les valeurs prédites par ce modèle et les valeurs mesurées est présentée à la Figure II. 22.

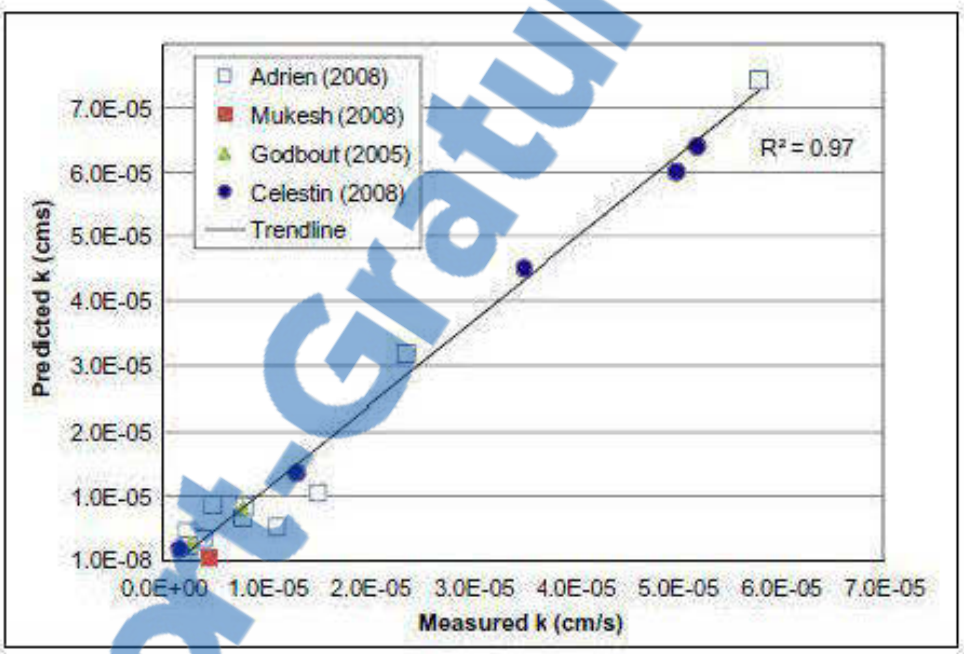


Figure II. 22 : Valeur de k_{sw} mesurées versus prédites selon le modèle de Fall *et al.* (2009)

La Figure II. 22 montre une bonne corrélation ($R^2 = 0,97$) entre les valeurs de conductivité hydraulique saturée mesurées et celles prédites par le modèle de Fall *et al.* (2009), pour des valeurs de k_{sw} de l'ordre de 10^{-5} cm/s (entre 1 x 10^{-5} cm/s et 7 x 10^{-5} cm/s). Par contre, pour des valeurs de k_{sw} inférieures 10^{-5} cm/s, les résultats présentés à la Figure II. 22 ne permettent pas de statuer sur la validité de ce modèle.

Rapport-Gratuit.com

2.4.3 Courbe de rétention d'eau

Lorsqu'un sol est en condition non saturée, l'eau qu'il contient est soumise à une pression négative par rapport à la pression atmosphérique. Cette pression négative ou succion totale (ψ) est attribuable à la tension superficielle qui existe entre l'air et l'eau, en contact avec la matrice du sol (succion matricielle), ainsi qu'à l'affinité entre l'eau et le solide (adhésion et succion osmotique) (Kovács, 1981; Aubertin *et al.*, 1995) :

$$\psi = (u_a - u_w) + \pi \qquad \text{Équation II. 48}$$

où (u_a-u_w) correspond à la succion matricielle et π, à la succion osmotique.

L'équilibre entre la teneur en eau volumique (θ) d'un sol et la succion (ψ) à laquelle il est soumis forme une propriété fondamentale du matériel soit, la courbe de rétention d'eau (CRE) (Fredlund et Rahardjo, 1993; Marshall, Holmes et Rose, 1996; Aubertin, Ricard et Chapuis, 1998). Les points les plus importants de la CRE sont : θ_s qui correspond à la teneur en eau à saturation, ψ_a (parfois aussi appelé *AEV* pour «*Air Entry Value* ») qui correspond à la pression d'entrée de l'air (ou pression correspondant au début de la désaturation), et ψ_r qui est la pression résiduelle exercée à la teneur en eau résiduelle θ_r. Plusieurs facteurs peuvent influencer la CRE d'un matériau donné, notamment : la forme, la taille et la distribution des pores, la minéralogie, la surface spécifique des grains et la composition chimique de l'eau interstitielle (Aubertin *et al.*, 2003). La valeur de θ à une succion ψ donnée dépend aussi du sens de l'écoulement, (mouillage ou drainage) en raison des effets d'hystérésis (Vachaud et Thony, 1971; Fredlund et Rahardjo, 1993; Maqsoud *et al.*, 2012).

Obtention de la relation θ-ψ

Le principe de détermination de la CRE d'un matériau poreux est relativement simple. Il consiste à soumettre un échantillon à une pression contrôlée (convertie en succion) et à mesurer la teneur en eau volumique à l'équilibre avec cette succion. Le plus souvent, la relation θ-ψ est déterminée en laboratoire car même si le principe de détermination de la CRE

sur le terrain est simple (utilisation simultanée de tensiomètres et d'un dispositif de mesure de la teneur en eau (Tarantino, Ridley et Toll, 2008), la mise en œuvre de l'essai est à la fois difficile et coûteuse. Dans le cas des remblais miniers cimentés plus particulièrement, les contraintes liées à la production minière limitent sa mise en œuvre. Pour plus d'informations sur le sujet, la revue *Geotechnical and Geological Engineering (Volume 26, Numéro 6, 2008)* présente une édition spéciale sur les méthodes de détermination des propriétés des sols non saturés, en laboratoire et sur le terrain.

Les techniques expérimentales communément utilisées pour déterminer la CRE peuvent être trouvées dans plusieurs références (Fredlund et Rahardjo, 1993; Ridley et Wray, 1996; Barbour, 1998; Delage et Cui, 2000; Lu et Likos 2004; Marinho, Take et Tarantino, 2008; Blatz, Cui et Oldecop, 2008; Masrouri, Bicalho et Kawai, 2008; Vanapalli, Nicotera et Sharma, 2008). En laboratoire, la détermination de la CRE peut se faire à l'aide de plusieurs méthodes, chacune d'elles étant basée sur le mode d'imposition de la succion. Principalement, la succion peut être imposée par plaque tensiométrique (colonne d'eau négative), par translation d'axe (pression positive considérée équivalente à la succion) ou par création d'une humidité relative (par osmose ou par équilibre vapeur) (Delage et Cui, 2000; ASTM D- 6836-02, 2003; Calvet, 2003; Masrouri, Bicalho et Kawai, 2008). Le Tableau II. 11 résume les principaux modes d'imposition de la succion utilisés pour déterminer la CRE. Le principe sur lesquels les modes d'imposition de la succion sont fondés, l'étendue du potentiel matriciel qu'ils couvrent, la composante qu'ils mesurent (succion totale ou matricielle) ainsi que les techniques usuelles de mesure de la succion et de la teneur en eau volumique sont également inscrites au Tableau II. 11. Les modes d'imposition de la contrainte retenus dans le cadre de cette thèse sont repris en détail dans le chapitre d'intérêt (chapitre 5, section 5.2.2).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tableau II. 11: Modes d'imposition de la contrainte associés aux méthodes de détermination de la CRE

Mode d'imposition de la contrainte	**Principe**	**Potentiel matriciel / Composante de la succion**	**Technique de mesure Succion/Teneur en eau**	**Références**
Dépression exercée par une colonne d'eau/plaque tensiométrique	La dépression exercée par la colonne d'eau est transmise à l'échantillon par une plaque poreuse. À l'équilibre, le potentiel matriciel de l'eau contenu dans l'échantillon équivaut à $-h$	-100 cm d'eau $< \psi < 0$ **Succion matricielle/totale**	$\psi = -h$ / Pesée Tensiomètre/ Sonde de teneur en eau	Richards, 1928; Richards et Weeks, 1953; ASTM, D-6836-02, 2003; Vanapalli, Nicoreta et Sharma, 2008
Pression induite par translation d'axe	Échantillon initialement saturés en eau placé sur une plaque de céramique poreuse ($P < 3x10^5$ Pa) ou une membrane de cellulose ($3x10^5$ Pa $< P < 20x10^5$ Pa) qui assure la continuité entre l'échantillon et l'eau du réservoir ($P=P_{atm}$). Application d'un gaz comprimé à une pression donnée implique écoulement de l'eau de l'échantillon jusqu'à équilibre θ - ψ (ψ=P).	$-15\,000$ cm d'eau $< \psi < 0$ **Succion matricielle**	Manomètre/ Pesée	Richards, 1941; Bocking et Fredlund, 1980; Marinho, Take et Tarantino, 2008

Tableau II. 11 (suite): Modes d'imposition de la contrainte associés aux méthodes de détermination de la CRE

Mode d'imposition de la contrainte	**Principe**	**Potentiel matriciel / Composante de la succion**	**Technique de mesure Succion/Teneur en eau**	**Références**
Succion contrôlée en créant une humidité relative (RH) par pression partielle de vapeur d'eau ou par osmose Basé sur la loi de Kelvin: $\psi = \frac{-R.T}{M_w(\frac{1}{\rho_w})} \ln(RH)$ où R est la constante universelle des gaz, T est la température absolue, M_w est le poids moléculaire de l'eau et ρ_w est la masse volumique de l'eau.	**Par pression partielle de vapeur d'eau** fixée à l'aide d'une solution saline ou d'acide sulfurique dilué : À température constante et à une certaine concentration chimique, les solutions salines sont en équilibre avec une pression partielle de vapeur d'eau; ceci défini une humidité relative. Il est alors possible d'établir différentes succions en utilisant différentes solutions salines.	ψ < - 15 000 cm d'eau Il est cependant peu recommandé d'utiliser cette méthode pour des succions < -8MPa (ou 81 577 cm d'eau) **Succion totale** (mesure le potentiel matriciel seulement lorsque le potentiel osmotique peut être négligé).	Psychromètre /Pesée Papier filtre/Pesée Capteur conductivité électrique ou thermique/Pesée	Tessier, 1984; Romero, Gens et Lloret, 1999; Delage et Cui, 2000; Cuisinier et Masrouri, 2004; Tang et Cui, 2005; Blatz, Cui et Oldecop, 2008
	Par Osmose : l'échantillon de sol est placé en contact avec une membrane semi-perméable derrière laquelle une solution aqueuse de macromolécules de polyethyleneglycol (PEG) peut circuler. Puisque les molécules d'eau peuvent circuler à travers la membrane et les PEG non, il se crée une succion osmotique qui augmente avec la concentration en PEG.	**Succion matricielle** Note : mesure la succion matricielle et non la succion osmotique puisque le transfert de l'eau se fait dans la phase liquide et que les ions peuvent traverser librement la membrane semi-perméable.		Lagerwerff, Ogata et Eagle, 1961; Zur, 1966; Delage, Howat et Cui, 1998

La succion peut être mesurée directement, la technique la plus répandue et la plus simple étant la tensiométrie (mesure de la pression négative de l'eau à l'aide de tensiomètre). Des techniques indirectes de détermination de la succion, déduite à partir de mesures de l'humidité relative du milieu (selon la loi de Kelvin) peuvent aussi être utilisées. Les techniques indirectes peuvent être de nature primaire, *i.e.* qu'elles mesurent directement les conditions d'humidité du milieu à l'aide de psychromètres (« *thermocouple psychrometers, transistor psychrometer and chilled-mirror psychrometer* »), secondaire, *i.e.* que l'humidité relative est déduite de celle d'un autre milieu (celle d'un papier-filtre par exemple) ou tertiaire, où l'humidité relative est déduite de d'autres propriétés physiques du milieu (conductivité thermique ou électrique) (Bulut et Leong, 2008). Pour ce qui est de la détermination de la teneur en eau volumique, la pesée avant et après séchage du matériau est la technique la plus utilisée. L'utilisation de sondes de teneur en eau peut également assurer ou valider la mesure.

Description de la CRE sur l'ensemble du domaine

Une fois qu'un essai de laboratoire permet d'obtenir plusieurs points dans le plan θ-ψ, un modèle descriptif, capable de décrire la courbe de rétention d'eau sur l'ensemble du domaine, est habituellement utilisé. Les modèles descriptifs les plus utilisés sont ceux proposés par Gardner (1958), Brooks et Corey (1964), van Genuchten (1980) et Fredlund et Xing (1994). Le modèle de Kovács modifié par Aubertin *et al.* (2003) (modèle MK), qui est à la base un modèle de prédiction, peut aussi être utilisé pour décrire la CRE d'un matériau, granulaire ou cohésif, sur l'ensemble du domaine. Dans ce modèle, les constantes (ou paramètres des matériaux) dépendent principalement des propriétés de base du sol comme la granulométrie et la porosité (Aubertin *et al.*, 2003). Des travaux faits sur des rejets miniers montrent que les équations définies dans ce modèle pour les matériaux granulaires décrivent efficacement la CRE de ce type de matériau, notamment celle des rejets de concentrateur (matériel utilisé dans la fabrication des mélanges de remblai minier cimentés). Aussi, malgré la présence de liant dans les mélanges de remblais cimentés, ces derniers conservent un comportement

granulaire (non plastique), ce qui fait que les mêmes équations sont généralement efficaces pour décrire la CRE des remblais cimentés (Godbout, 2005).

Le modèle MK

Le modèle MK « *modified Kovács model* » propose un ensemble d'équations pour prédire la relation entre la teneur en eau volumique, θ (ou le degré de saturation correspondant S_r), et la succion, ψ. Le modèle MK est dérivé du modèle original de Kovács (1981) et est basé sur les propriétés géotechniques de base des matériaux et sur l'hypothèse que la rétention d'eau résulte de l'action combinée des forces capillaires et d'adhésion (Aubertin *et al.*, 2003). Ainsi, le degré de saturation S_r inclut deux composantes agissant conjointement : une créée par les forces capillaires (S_c) (tension de surface qui existe à l'interface eau - air) et une autre associée aux forces d'adhésion (S_a) (reliées à la surface de contact et à la force d'attraction électrique) (Aubertin, Ricard et Chapuis, 1998). La contribution de la succion capillaire est plus importante pour des succions relativement faibles tandis que la succion d'adhésion intervient principalement à des succions élevées. Pour les matériaux granulaires, ces deux composantes peuvent être évaluées à partir des propriétés de base du matériel incluant le diamètre effectif des grains D_{10}, le coefficient d'uniformité C_U, et l'indice des vides e (ou porosité). Ces propriétés sont utilisées, dans un premier temps, pour définir la *hauteur capillaire équivalente* h_{co}, qui représente le paramètre central du modèle MK. Le modèle MK est défini par l'Équation II.49 (avec II.50, II.51 et II.52):

$$S_r = \frac{\theta}{n} = S_c + S_a^{*}\left(1 - S_c\right) \qquad \text{Équation II. 49}$$

avec

$$S_c = 1 - \left[\left(\frac{h_{co}}{\psi}\right)^2 + 1\right]^m exp\left[-m\left(\frac{h_{co}}{\psi}\right)^2\right] \qquad \text{Équation II. 50}$$

$$S_a^{*} = 1 - \left\langle 1 - S_a \right\rangle \qquad \text{Équation II. 51}$$

et

$$S_a = a_c C_\psi \frac{\left(h_{co}/\psi_n\right)^{2/3}}{e^{1/3}\left(\psi/\psi_n\right)^{1/6}} \qquad \text{Équation II. 52}$$

Les paramètres du modèle *MK* pour les matériaux granulaires sontt décrits au Tableau II. 12 Des détails sur les paramètres pour matériaux plastiques peuvent être obtenus dans Aubertin *et al.* (2003).

Tableau II. 12: Paramètres du modèle *MK* pour matériaux granulaires (Aubertin *et al.*, 2003)

Terme	***Valeur***	***Description***	***Unité***
h_{co}	$\frac{b}{eD_{10}}$	Hauteur moyenne de la remontée capillaire	cm
b	$\frac{0,75}{1,17\log(C_U)+1}$	Facteur de dimension des pores	cm^2
C_U	$\frac{D_{60}}{D_{10}}$	Coefficient d'uniformité	Sans unité
m	$\frac{1}{C_U}$	Coefficient lié à la distribution des dimensions des pores	Sans unité
a_c	0,01	Coefficient d'adhésion	Sans unité
C_ψ	$1-\frac{ln(1+\psi/\psi_r)}{ln(1+\psi_0/\psi_r)}$	Fonction de correction	Sans unité
ψ_r	$\frac{0,42}{(eD_H)^{1,26}}$	Succion résiduelle	cm
D_H	$[1+1,17\log(C_U)]D_{10}$	Diamètre équivalent	cm
ψ_n	1	Succion de normalisation	cm
ψ_0	1×10^7	Succion à l'état sec	cm
ψ	Variable	Succion	cm
e	Constante pour un sol non compressible donné	Indice des vides	Sans unité
D_{10}	Constante pour un sol donné	Diamètre correspondant au 10 % passant la granulométrie	cm
D_{60}	Constante pour un sol donné	Diamètre correspondant au 60 % passant la granulométrie	cm
$\langle\ \rangle$	$\langle x\rangle = \frac{1}{2}(x+\lvert x\rvert)$	Crochets de Macauley : assurent que le degré de saturation en eau d'adhésion soit ≤ 1 (Mbonimpa *et al.*, 2000)	

Données publiées sur la CRE des remblais cimentés

Peu de données sont disponibles dans la littérature sur la courbe de rétention d'eau des remblais miniers cimentés et son évolution avec le durcissement des liants. À la connaissance de l'auteur, cette propriété n'a pas été évaluée pour le remblai hydraulique. En ce qui concerne le remblai en pâte cimenté, les auteurs ayant travaillé sur le sujet (Belem *et al.*, 2001; Godbout *et al.*, 2004; Godbout, 2005; Grabinski et Simms, 2005 et 2006; Helinski *et al.*, 2007; Simms et Grabinski, 2009) montrent que l'ajout de liant confère aux rejets de concentrateur de meilleures propriétés de rétention d'eau. Godbout (2005) et Godbout *et al.* (2004) montrent qu'à court terme (< 28 jours), la pression nécessaire pour amorcer le drainage du matériel, ψ_a augmente avec le durcissement du liant et que la pente de la CRE s'adoucit (Figure II. 23), signifiant que des succions de plus en plus élevées sont requises pour drainer le matériel.

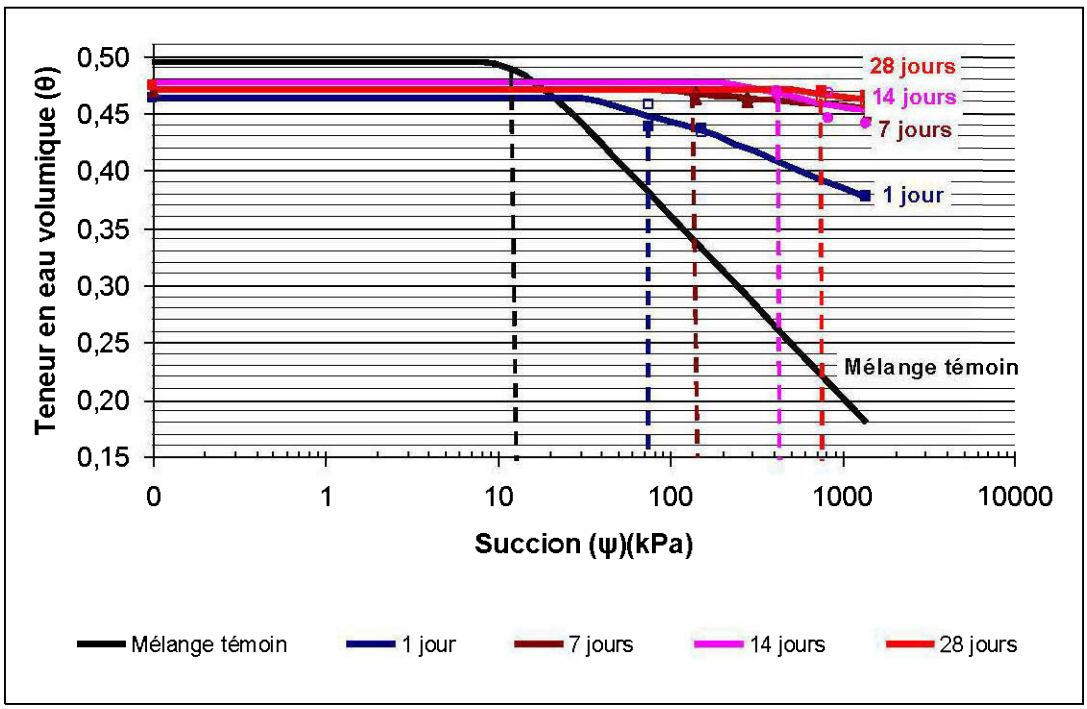


Figure II. 23: Évolution de la courbe de rétention d'un remblai en pâte cimenté durant le durcissement (tiré de Godbout *et al.*, 2004)

Les auteurs ayant travaillé sur le sujet indiquent que l'évolution de la CRE des remblais est fonction non seulement du temps de durcissement mais aussi de la proportion et de la chimie du liant utilisé dans le mélange; une proportion plus élevée en liant amenant une meilleure capacité de rétention d'eau et une chimie différente impliquant une cinétique d'hydratation différente.

2.4.4 Sommaire sur les techniques d'évaluation des paramètres clés (F_O^D, K et CRE)

La revue de la littérature montre qu'il y a différentes façons d'accéder au flux diffusif de l'oxygène, à la perméabilité et à la courbe de rétention d'eau des remblais miniers cimentés, chacune des manières comportant ses avantages et ses limites. Les techniques de mesures qui ont été utilisées jusqu'à présent au niveau des remblais miniers cimentés sont les suivantes:

i) Essai de consommation d'oxygène pour évaluer le flux diffusif de l'oxygène à la surface;
ii) Essai de perméabilité à charge variable pour évaluer la conductivité hydraulique saturée;
iii) Essai de rétention en cellule de pression – imposition de la contrainte par translation d'axe pour définir la courbe de rétention d'eau.

2.5 BESOINS EN RECHERCHE ET DÉFIS

Tel que souligné en introduction, l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés est très préoccupante pour les opérateurs miniers d'un point de vue environnemental, des opérations et particulièrement lorsqu'elle mène à l'auto-ignition de la masse et au dégagement de SO_2 (puisqu'elle représente une menace pour la santé et la sécurité des travailleurs miniers). Même si l'évaluation des risques environnementaux et du potentiel d'auto-ignition des remblais miniers cimentés s'avère importante, la revue de la littérature suggère le besoin d'étudier en amont les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés. Elle démontre un état des connaissances relativement peu

avancé sur le sujet. Elle montre aussi que les outils et méthodes disponibles pour quantifier le risque d'auto-ignition ou d'émission de SO_2 des remblais miniers cimentés sulfureux placent le matériau dans des conditions peu réalistes des chantiers miniers remblayés.

Une meilleure compréhension des mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite impliqués dans les remblais miniers cimentés hydrauliques et en pâte, nécessite l'avancement des connaissances au niveau des principaux facteurs d'influence. La littérature fait ressortir principalement la participation des facteurs suivants, chacun d'eau intervenant sur la diffusion de l'oxygène (principal agent oxydant dans le contexte étudié):

i) Saturation de la masse de remblai – des conditions saturées en eau représentant une barrière à l'oxygène;
ii) Passivation de la surface des grains de la pyrrhotite soit par les produits de son oxydation, soit par le liant;
iii) Couche indurée de faible porosité formée à la surface de la masse durant les processus d'oxydation.

Des besoins spécifiques au niveau des propriétés qui régissent les mécanismes de transfert de l'oxygène (perméabilité et propriétés capillaires) à travers la masse de remblai méritent d'être davantage étudiés:

i) Évaluer durant le durcissement, l'évolution de la perméabilité intrinsèque K (indépendante de la nature du fluide) des remblais miniers cimentés sulfureux - jusqu'à présent, seule la conductivité hydraulique saturée (k_{sw}), où le fluide d'infiltration durant la mesure est l'eau, a été utilisée pour caractériser la perméabilité des remblais miniers cimentés;
ii) Vérifier si l'utilisation de l'eau durant la mesure de k_{sw} des remblais miniers cimentés altère les résultats - les équations à la base du calcul de k_{sw} sont basées sur la Loi de Darcy qui supposent qu'il n'y a pas d'interaction entre la matrice et le fluide durant la mesure;
iii) Déterminer l'évolution de la courbe de rétention d'eau (CRE) des remblais miniers cimentés hydraulique et en pâte sur l'ensemble du domaine durant le durcissement - seule une partie de la CRE des remblais en pâte cimentés a été étudiée;

Rapport-Gratuit.com

iv) Étudier les phénomènes qui interviennent au niveau de la matrice cimentaire et qui explique le comportement des remblais miniers cimentés.

Des défis importants sont liés à ces sujets d'étude, notamment celui de développer une approche qui tient compte de la nature évolutive et réactive des remblais miniers cimentés sulfureux. La plupart des méthodes de détermination requièrent des conditions stationnaires. Un autre défi important lié à cette recherche est la caractérisation du remblai hydraulique cimenté compte tenu du peu d'information qu'on détient à ce niveau et de l'hétérogénéité qui le caractérise.

CHAPITRE III

RÉACTIVITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS AVEC PYRRHOTITE

La revue de la littérature (chapitre II) fait ressortir le besoin d'étudier en amont, la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, particulièrement dans les remblais hydrauliques. Certains facteurs d'influence ressortent de la littérature, chacun d'eux intervenant sur la diffusion de l'oxygène à travers la masse de remblai (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans le contexte étudié). Un des facteurs qui apparait important au niveau de la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés est la saturation en eau de la masse, l'eau agissant comme une barrière à la diffusion de l'oxygène. D'autres facteurs, comme la formation durant les processus d'oxydation de la pyrrhotite d'une couche indurée de faible porosité à la surface de la masse et/ou la passivation de la surface des grains de la pyrrhotite, soit par les produits de son oxydation ou par le liant (Benzaazoua, 1996; Cruz, González et Monroy, 2005; Ouellet *et al.*, 2003 et 2006) joueraient aussi un rôle dans la réduction de la réactivité des remblais miniers cimentés sulfureux. Ce chapitre s'intéresse à la réactivité des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite et à son impact sur la stabilité physico-chimique de la masse. Il vise plus particulièrement, en étudiant plusieurs recettes de remblais hydrauliques et en pâte cimentés, à comparer en termes de réactivité, les deux technologies. L'hypothèse à l'effet que les remblais hydrauliques cimentés contenant de la pyrrhotite soient plus réactifs que leurs homologues en pâte est émise. Un autre objectif fixé par cette partie des travaux est de dégager les principaux facteurs d'influence afin de les étudier de manière plus approfondie par la suite. Cette partie de la recherche se base sur un cas réel. La démarche expérimentale qui a été choisie pour atteindre les objectifs visés, les résultats qui en sont issus et l'analyse qui en est tirée constituent l'actuel chapitre.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

3.1 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Afin d'atteindre les objectifs visés par cette partie des travaux, *i.e.*, comparer la réactivité des remblais hydrauliques cimentés contenant différentes teneurs en pyrrhotite (Po) à celle de leur homologue en pâte et étudier les principaux facteurs d'influence, une série d'essais sur plusieurs recettes de remblais ainsi qu'une analyse post-essais, sur des échantillons sélectionnés (en gras sur laFigure III. 1), sont réalisées.

.

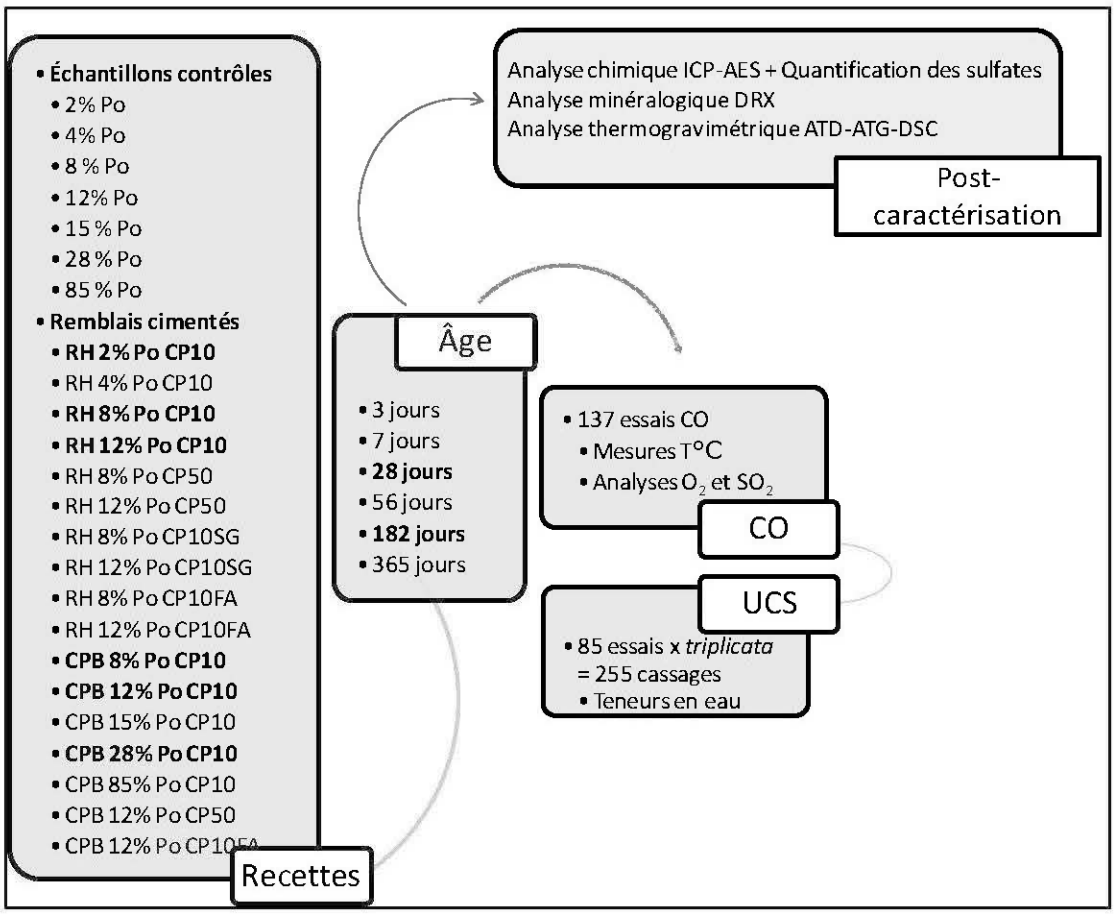


Figure III. 1 Programme expérimental

Dix (10) recettes de remblais hydrauliques (RH) et sept (7) recettes de remblais en pâte (CPB), contenant 2 %, 4 %, 8 %, 12 %, 15 % , 28 % et 85 % pyrrhotite (Po), auxquelles sont ajoutés différents types de liants (ciment Portland ordinaire, CP_{10} (ou GU)), ciment Portland résistant aux sulfates, CP_{50} (ou HS), cendres volantes, FA et laitiers, SG) sont testées sur une période d'un an. Sept (7) échantillons de référence (*i.e.* granulat sans liant), nommés « contrôles », contenant les mêmes teneurs en pyrrhotite, sont également testés pour discriminer l'effet du liant dans les remblais miniers cimentés.

À la connaissance de l'auteure, il n'y a pas d'étude systématique de l'effet de la teneur en pyrrhotite sur le comportement physico-chimique des remblais miniers cimentés. Ainsi, le choix des teneurs en pyrrhotite incluses aux mélanges de remblais couvre un large éventail (entre 2 % et 85 %) afin de vérifier certaines hypothèses émises dans la littérature (chapitre II). Parmi ces hypothèses, il est mentionné que des teneurs en Po supérieures à 10 % pourraient conduire à l'auto-ignition de la masse (voir étude de cas de Bernier et Li, 2003 et Verburg et Landriault, 2006). Puisqu'en amont de l'auto-ignition, l'oxydation de la pyrrhotite peut mener à d'autres conséquences néfastes comme la formation de drainage minier contaminé, la diminution de l'intégrité physique de la masse de remblai par l'attaque sulfatique ou la déplétion de l'oxygène de l'air, des teneurs en Po inférieures à 10 % sont également testées (2 %, 4 % et 8 %). D'autre part, en raison des propriétés hydrogéologiques favorables au maintien de hauts degrés de saturation (perméabilité faible et capacité de rétention d'eau élevées) dans les remblais en pâte cimentés, des teneurs plus élevées en Po sont incluses dans ce type de mélange (8 %, 12 %, 15 %, 28 % et 85 %). Les technologies du remblai en pâte et hydraulique sont comparées entre elles pour des teneurs en Po de 8 % et 12 %.

L'essai de consommation d'oxygène (CO) en laboratoire, selon l'approche proposée par Elberling *et al.* (1994) et Elberling et Nicholson (1996), est retenu pour estimer la réactivité des remblais miniers à l'étude. Tels que présenté dans de la revue de la littérature (Chapitre II), certains groupes de chercheurs relient la consommation d'oxygène par les sulfures (ou le flux diffusif de l'oxygène à la surface du matériau) à leur réactivité (et pour certains, au potentiel d'auto-ignition); plus la consommation d'oxygène est grande, plus le matériel est

considéré réactif (Elberling et Nicholson,1996; Mbonimpa *et al.* 2003; Ouellet *et al.*, 2003 et 2006) et plus le potentiel d'auto-ignition est élevé (Meng *et al.*, 1993; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; Wu et Li, 2005). La justification du choix de l'essai CO pour évaluer la réactivité des remblais miniers à l'étude est présentée dans la section décrivant la méthode (section 3.1.2).

Les essais CO sont réalisés sur des mélanges âgés[4] de 3, 7, 28, 56, 182 et 365 jours (sauf pour les échantillons de contrôle où la période d'essais prend fin à 182 jours). Le programme inclus au total 137 essais de consommation d'oxygène. Les essais CO sont accompagnés:

- de mesures de la température (durant l'essai) de manière à caractériser l'exothermicité de l'oxydation des sulfures;
- d'analyses au chromatographe de la concentration en dioxyde de soufre (SO_2) et en oxygène (O_2) à la fin de chacun des essais pour évaluer le potentiel d'émission de gaz toxique (SO_2) et pour valider les concentrations mesurées par le senseur d'oxygène du dispositif expérimental (O_2). Le prélèvement des gaz se fait en insérant une seringue de 5 ml à travers un septum tandis que l'analyse est obtenue à partir d'un chromatographe Agilent 3000A MicroGC. La calibration de ce dernier pour les gaz à l'étude a été réalisée en utilisant des standards contenant 5%, 10%, 15%, et 20,8% d'O_2, et 10 ppm, 500 ppm, 1000 ppm de SO_2.

Des essais de résistance en compression uniaxiale (UCS) sont également réalisés en parallèle, sur toutes les recettes de remblais cimentés, en *triplicata*, selon la norme ASTM C39, aux temps de durcissement de 7, 28, 56, 182 et 365 jours (pour un total de 255 cassages). L'objectif des essais UCS est de suivre simultanément le comportement mécanique et la réactivité des remblais sachant que les deux phénomènes peuvent être reliés (un remblai cimenté où les sulfures sont réactifs risque de perdre sa résistance mécanique; (Benzaazoua,

[4] Les termes « temps de cure » et « temps de curage » sont aussi utilisés dans la littérature pour caractériser l'âge des remblais. Dans ce texte, à l'image de la terminologie des bétons, c'est le mot âge qui est utilisé.

1996; Bernier, Li et Moerman, 1999; Hassani, Hossein et Ouellet, 2001; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2002; Benzaazaoua *et al.*, 2003 et 2004; Fall et Benzaazoua, 2005).

Sachant que la saturation des remblais miniers cimentés contrôle en partie la disponibilité en oxygène en leur sein (principal agent oxydant de la réaction d'oxydation de la pyrrhotite dans les conditions ambiantes), la teneur en eau est évaluée sur les échantillons post-cassages, après chaque série d'essais UCS selon la norme ASTM D2216-98. Cette donnée, en complément de la connaissance d'autres propriétés physiques du matériel, permet d'estimer entre autres, le degré de saturation des mélanges.

Enfin, une analyse post-essais comprenant des analyses chimiques à l'ICP-AES, minéralogiques au diffractomètre de rayons X (DRX), thermogravimétriques (en complément de la DRX pour identifier les phases amorphes cimentaires) et une quantification des sulfates, réalisée sur des recettes de remblais sélectionnées (3 recettes de remblais hydrauliques : RH 2 % Po, 8 % Po et 12 % Po CP_{10} et 3 recettes de remblai en pâte : CPB 8 % Po, 12 % Po et 28 % Po CP_{10}) âgés de 28 jours et de 182 jours, complète le programme expérimental.

3.1.1 Matériaux

Les matériaux étudiés proviennent d'un gisement (exploité par un des partenaires industriels de la chaire Polytechnique-UQAT en environnement et gestion des rejets miniers) de sulfures massifs, minéralisé en nickel. L'usine de traitement produit un rejet à très forte teneur en pyrrhotite (≈ 85 % Po) et au moment de débuter le présent projet, le partenaire prévoyait le désulfurer à une teneur résiduelle entre 25 % et 30 % Po (avant d'en disposer d'une quelconque manière). Pour répondre aux besoins en approvisionnement de la mine au niveau du remplissage des chantiers et pour diluer la teneur en Po dans les mélanges de remblais à des valeurs sécuritaires, le partenaire minier compte mélanger du sable naturel (matériau inerte) au rejet de concentrateur désulfuré. Il s'agit là d'une approche utilisée par d'autres mines, particulièrement dans la fabrication des remblais hydrauliques. Il faut toutefois garder en tête qu'il existe une grande diversité de critères de fabrication des remblais (sans ajout de granulat pour les remblais en pâte et hydrocyclonage pour les remblais hydrauliques entre

autres) qui influenceront leur comportement général (Hassani et Archibald, 1998; Grice, 1998; Landriault *et al.*, 1997).

Cette section présente la caractérisation physique et minéralogique des constituantes des remblais étudiés soient : les rejets de concentrateur et leur eau interstitielle, le matériau inerte (sable), les liants hydrauliques et l'eau de mélange. Une brève description des méthodes d'analyse est présentée en premier lieu dans cette section.

Méthodes d'analyses

Les principales caractéristiques physiques évaluées dans cette étude sont la granulométrie, la densité relative et la surface spécifique. La granulométrie des matériaux fins (< 1000 µm) (ou de la partie fine du matériau) est déterminée par un granulomètre au laser Mastersizer de Malvern®. Cet appareil mesure la déviation d'un faisceau laser lorsque ce dernier passe au travers d'une suspension aqueuse contenant le matériau à analyser. La déviation du laser dépend de la géométrie du grain avec lequel il fait incidence. Une courbe de la distribution granulométrique des diamètres de 0,01 à 1000 µm est alors obtenue en peu de temps pour un faible volume d'échantillon (Xu, 2000; Merkus, 2009). La granulométrie des matériaux plus grossiers (> 1000 µm) est évaluée par tamisage à sec selon la norme ASTM D 6913 – 04 (2009). Les courbes résultantes (matériaux fins et grossiers) sont ajustées en tenant compte des densités relatives de chacune des composantes puisque avec le granulomètre au laser, les granulométries sont exprimées en volume alors qu'avec la méthode par tamisage, elles sont exprimées en pourcentages massiques. Les différents travaux des laboratoires de l'École Polytechnique et de l'UQAT démontrent à cet effet une bonne concordance entre les résultats obtenus par granulomètre laser et par tamisage/sédimentométrie.

La mesure de la densité relative des grains solides (ou densité relative D_r) est réalisée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Micromeritics Accupyc 1330. Pour réaliser cette analyse, une masse connue de matériau séché est introduite dans une chambre d'analyse. La chambre est ensuite pressurisée par ajout d'hélium jusqu'à une pression prédéterminée. L'appareil permet à l'hélium de traverser une chambre d'expansion à volume connu et mesure la pression

d'équilibre. À l'aide de la loi des gaz parfaits, il est possible de calculer précisément le volume de l'échantillon analysé. Le rapport masse sur volume donne directement la densité. L'analyse de la surface spécifique est réalisée à l'aide d'un analyseur Micromeritics Gimini III 2375. Au cours de l'analyse, un tube contenant une masse connue d'échantillon sec et un tube de référence vide sont plongés dans de l'azote liquide. Une pression de gaz (hélium ou azote) est alors ajoutée aux deux tubes. Une partie du gaz est adsorbée à la surface des grains de l'échantillon et occasionne une chute de pression dans le tube. Cette chute est proportionnelle à la surface spécifique de l'échantillon. La chute de pression est compensée par un ajout de gaz mesuré. L'appareil calcule alors, à l'aide de cette donnée, la surface spécifique de l'échantillon.

L'analyse chimique au plasma couplé inductif (ICP-AES) est utilisée pour la caractérisation chimique des matériaux à l'étude. Avec cette méthode, une masse connue d'échantillon de matériau séché et homogénéisé est complètement digérée par ajout d'acide nitrique concentré (HNO_3), de brome liquide (Br_2), d'acide fluorhydrique concentré (HF) et finalement d'acide chlorhydrique (HCl), le tout étant chauffé sur une plaque (Potts, 1987). Suite à ces étapes, les réactifs sont évaporés et les sels résultants sont remis en solution à l'aide de HCl 10 % v/v. La solution résultante est analysée par spectrométrie d'émission atomique au plasma couplé inductif (ICP-AES) pour les éléments suivants : aluminium (Al), bore (B), bismuth (Bi), calcium (Ca), cuivre (Cu), fer (Fe), magnésium (Mg), manganèse (Mn), sodium (Na), plomb (Pb), soufre (S) et zinc (Zn). Un logiciel d'exploitation converti les intensités en concentrations suivant un étalonnage quotidien. Le logiciel calcule alors le pourcentage massique de chacun des éléments choisis en tenant compte de la masse initiale de l'échantillon, du volume final de la solution ainsi que sa concentration mesurée (Skoog et Leary, 1992). L'expérience du laboratoire montre que les résultats produits par ICP-AES engendrent une erreur relative d'environ 5 %.

La composition minéralogique est évaluée à l'aide d'un diffractomètre de rayons X (DRX (Bruker A.X.S. model D8 Advance) et les minéraux sont quantifiés selon la méthode Rietveld (Taylor et Hinczak, 2001), incluse dans le logiciel TOPAS de Bruker. La méthode d'analyse minéralogique par DRX est basée sur le principe que chaque minéral possède un ou

plusieurs plans cristallographiques caractéristiques qui provoquent une diffraction des rayons X. Le diffractomètre est un appareil qui permet de varier l'angle d'incidence d'un bombardement de rayons X et d'enregistrer l'intensité du rayonnement qui est diffracté dans un spectre appelé diffractogramme. Pour chaque minéral, un ou des pics caractéristiques apparaissent sur le diffractogramme, pics dont la hauteur correspond à l'intensité de la diffraction qui elle-même est proportionnelle à la teneur du minéral en question (Klein et Hurlburt, 1985; Guinebretière, 2002).

Rejets de concentrateur

Le rejet de concentrateur issu directement de l'usine de traitement (85 % Po) est identifié dans l'étude sous l'appellation « rejet reconstitué » (nom donné par le partenaire industriel). Le produit de la désulfuration (teneur visée entre 25 % et 30 % Po) est identifié « rejet final » et contient 28 % Po. Il est à noter qu'à la mine, c'est le rejet final qui sert à la fabrication du remblai cimenté. La Figure III. 2 et Tableau III. 1 présentent respectivement la distribution et les paramètres granulométriques du rejet final et du rejet reconstitué. Sur la Figure III. 2 sont également représentées les limites inférieure et supérieure (traits gris) ainsi que la moyenne (trait noir) des courbes granulométriques de rejets de mines aurifères et de métaux de base des provinces du Québec et de l'Ontario (Ouellet, 2006).

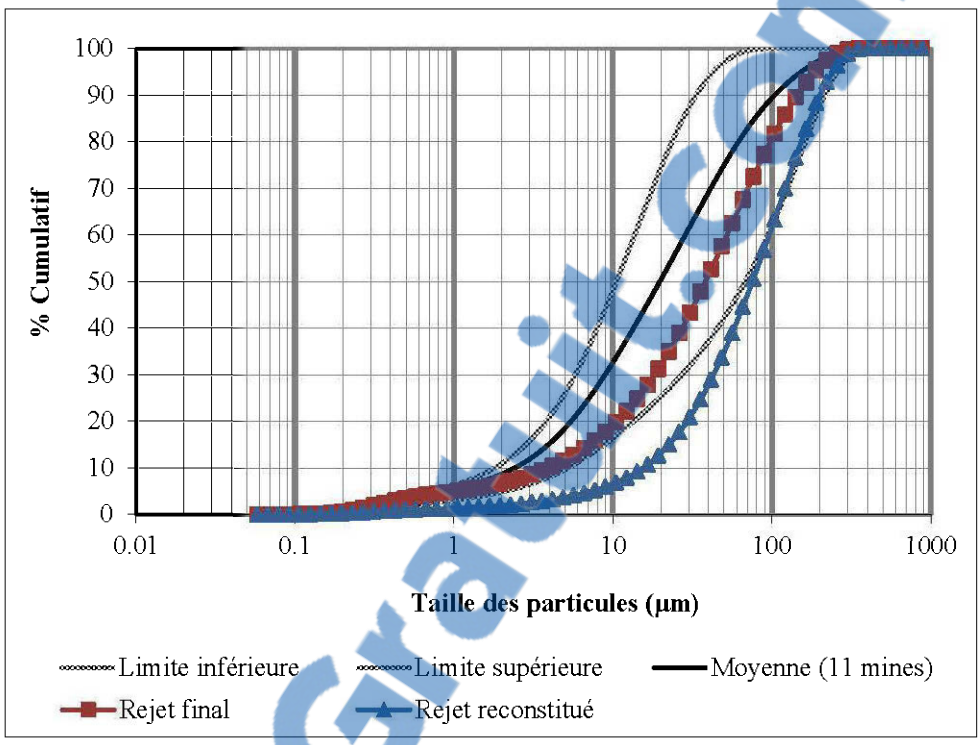


Figure III. 2 : Courbes granulométriques des rejets de concentrateur

Tableau III. 1 : Paramètres granulométriques des rejets de concentrateur

Paramètre	Unités	Rejet final	Rejet reconstitué
$Cu = D_{60} / D_{10}$	(-)	13	6
$Cc = D_{30}^2 / (D_{60} * D_{10})$	(-)	2	1
D_{10}	(µm)	4	15
D_{50}	(µm)	38	75
D_{60}	(µm)	52	96
% passant 80 µm	(%)	75	55
% passant 2 µm	(%)	7	2

Les données présentées à la Figure III. 2 et au Tableau III. 1 indiquent que le rejet reconstitué est plus grossier et plus uniforme que le rejet final. Le rejet final est caractérisé par un coefficient d'uniformité (C_U) de 13, des pourcentages passants 2 µm et 80 µm de 7 % et 75 % respectivement et d'un diamètre des grains correspondant à 10 % passant de la courbe granulométrique (D_{10}) de 4 µm. Le rejet reconstitué est caractérisé par un C_U de 6, des pourcentages passants 2 µm et 80 µm de 2 % et 55 % respectivement et d'un D_{10} de 15 µm. Les rejets à l'étude sont relativement grossiers puisqu'ils dépassent la moyenne des rejets

Rapport-Gratuit.com
Le numero 1 mondial du mémoires

échantillonnés dans les mines représentées à la Figure III. 2. Le rejet reconstitué dépasse même la limite supérieure. Le rejet final contient environ 30 % de particules passant 20 µm alors que le rejet reconstitué en contient moins de 20 %.

La détermination de la densité relative (D_r = 3,33 pour le rejet final et D_r =4,50 pour le rejet reconstitué) montre le caractère relativement dense des rejets à l'étude, particulièrement riche en sulfures. La détermination de la surface spécifique confirme une plus grande finesse du rejet final (S_s= 1,895 m^2/g), que du rejet reconstitué (S_s =0,896 m^2/g).

Comme la méthode DRX est basée sur la cristallographie, prudence est de mise lors de la quantification de phases mal cristallisées comme la pyrrhotite. Dans cette étude, la DRX est utilisée seulement sur une base qualitative pour l'identification des phases en présence (les teneurs en pyrrhotite sont plutôt calculées à partir de l'analyse chimique par le rapport des masses molaires du fer et du soufre). Les teneurs en minéraux identifiés par la DRX sont indiquées selon l'échelle suivante : A : Abondant (30 % - 50 %); M : Moyen (10 % - 30 %); F : Faible (2 % - 10 %); Tr : Trace (< 2 %).

Les principaux minéraux présents dans le rejet de concentrateur (reconstitué et final) sont typiques d'un environnement mafique à ultramafique porteur de minéralisation nickélifère (voir diffractogrammes en annexe, appendice A). Les minéraux sulfureux sont représentés essentiellement par de la pyrrhotite (M, pour le rejet final et A pour le rejet reconstitué) et de la troilite (F) avec des traces de chalcopyrite et de pyrite (Tr). La gangue est composée essentiellement de quartz (F à M), muscovite (F à M), actinote (F), chlorite (F), lizardite (F) et albite (F). La définition des pics sur le diffractogramme ne permet pas de discriminer de quel type de pyrrhotite il s'agit. Par contre, la susceptibilité magnétique du rejet suggère la présence de pyrrhotite monoclinique (magnétique).

Le Tableau III. 2 présente les principaux éléments chimiques inorganiques présents dans les rejets de concentrateur à l'étude (certificats d'analyse en annexe, Appendice A).

Tableau III. 2 : Analyses chimiques ICP-AES après digestion acide des rejets

Éléments (mg/L)	Rejet final	Rejet reconstitué
Al	4,44	0,483
Ba	0,027	0,004
Bi	0,001	0,000
Ca	0,445	0,053
Cd	nd	nd
Co	0,008	0,020
Cr	0,104	0,019
Cu	0,017	0,018
Fe	34,3	71,7
Mg	1,34	0,085
Mn	0,114	0,015
Mo	nd	nd
Ni	0,123	0,360
Pb	0,008	0,007
S_{tot}	**10,50**	**32,4**
Sb	0,001	0,002
Sn	nd	nd
Ti	0,239	0,025
Zn	0,026	0,014

Les deux rejets sont représentés par des teneurs élevées en fer et en soufre. Le rejet final est formé de 34,3 % de fer, de 10,5 % soufre et contient des teneurs importantes en aluminium (4,44 mg/L) et en magnésium (1,34 mg/L) tandis que le rejet reconstitué est composé essentiellement de fer (71,7 mg/L) et de soufre (32,4 mg/L). Pour évaluer la teneur en pyrrhotite, l'hypothèse que 100 % des sulfures sont sous forme de pyrrhotite (de stœchiométrie $Fe^{2+}_{0.95}S$) est faite. La valeur en S_{tot} est alors multipliée par le rapport des masses molaires de la pyrrhotite et du soufre (rapport de 2,65 où $Fe^{2+}_{0.95}S$ = 85,12 g/mole et S = 32,1 g/mole). Les teneurs en pyrrhotite ainsi évaluées sont de 28 % pour le rejet final et de 85 % pour le rejet reconstitué.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Matériau inerte (sable)

Deux reconstitutions granulométriques ont été réalisées afin de répondre aux critères fixés de fabrication des remblais hydrauliques et en pâte. Les remblais doivent rencontrer, après mélange avec les rejets sulfureux, les critères granulométriques suivants : < 20% particules passant 20 µm pour les remblais hydrauliques et > 20% particules passant 20 µm pour les remblais en pâte. Ces critères sont basés sur les critères de fabrication des différents types de remblais présentés dans la littérature par Landriault *et al.* (1998) et Verburg et Landriault (2006). La Figure III. 3 et le Tableau III. 3 présentent respectivement les distributions granulométriques des matériaux inertes ainsi construits et leurs principales caractéristiques granulométriques.

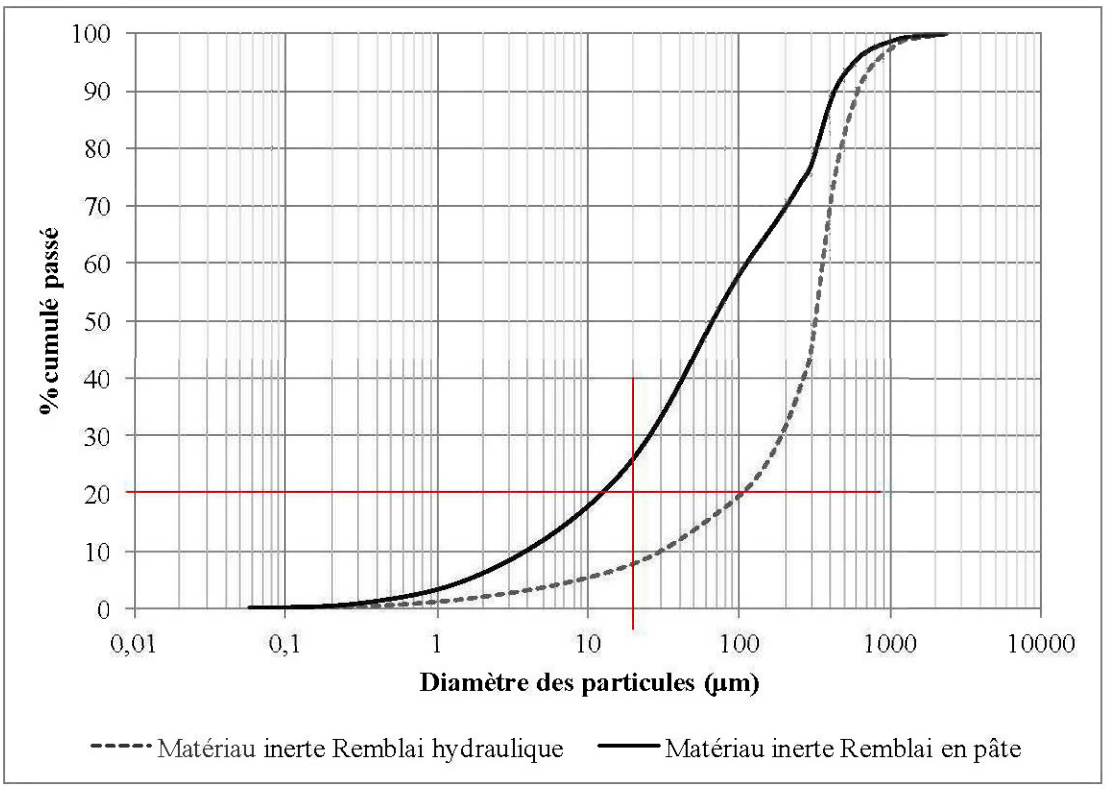


Figure III. 3 : Courbes granulométriques des matériaux inertes utilisés pour fabriqués les remblais hydrauliques (RH) et les remblais en pâte cimentés (CPB)

Tableau III. 3 : Paramètres granulométriques des matériaux inertes

Paramètre	Unités	Matériau inerte Remblai hydraulique	Matériau inerte Remblai en pâte
$Cu = D_{60} / D_{10}$	(-)	12	31
$Cc = D_{30}^2 / (D_{60}*D_{10})$	(-)	9	1
D_{10}	(µm)	31	4
D_{50}	(µm)	321	66
D_{60}	(µm)	364	119
% passant 80 µm	(%)	17	53
% passant 2 µm	(%)	2	7

L'analyse granulométrique montre le caractère plus grossier du sable utilisé dans la fabrication des remblais hydrauliques avec un D_{10} de 31 µm, un C_U de 12 et des pourcentages passants 2 µm et 80 µm de 2 % et 17 % respectivement. Le sable utilisé dans la fabrication des remblais en pâte est caractérisé par un D_{10} de 4 µm, un C_U de 31 et des pourcentages passants 2 µm et 80 µm de 7 % et 53 % respectivement. La densité relative des matériaux est d'environ 2,7 et les principaux minéraux, identifiés par DRX, sont par ordre d'importance, le quartz (A), l'albite (M), le microcline (M), le diopside (F), la muscovite (F) et l'actinote (F).

Liants hydrauliques

Quatre types de liants ou additifs cimentaires ont été utilisés pour la fabrication des recettes de remblais. Le choix de la formulation des liants est basé sur la littérature (Cayouette, 2003; Ouellet *et al.,* 2004; Base de données de l'URSTM) et sur l'expertise de l'UQAT au niveau de l'optimisation de recettes de remblais miniers cimentés. La proportion de liant ajoutée aux mélanges de remblais est dans tous les cas de 5 wt %. Le premier type de liant est un ciment Portland ordinaire (type 10 ou « *general use, GU* »), disponible sur le marché local de la mine et identifié sous l'acronyme CP_{10}. Ce dernier a été fourni par le partenaire industriel. Le deuxième type de liant (ciment Portland type 50 (CP_{50}) ou HS) est reconnu comme étant résistant à l'attaque sulfatique et a été fourni par une mine canadienne située à proximité de l'UQAT. Au CP_{10}, ont été ajoutés pour certaines recettes, des cendres volantes (CPFA dans un rapport 50 :50) ou du laitier de hauts fourneaux (CPSG dans un rapport 20 :80). Les

laitiers de hauts fourneaux sont des ajouts cimentaires standardisés (ASTM C-989) et ont été fourni par la compagnie canadienne Lafarge. Les cendres volantes proviennent d'une centrale thermique du pays hôte de la mine à l'étude. En raison de leur granulométrie originale grossière, les cendres ont été réduites à la pulvérisette (*planetary FRITSCH mill*) pendant une période de 20 secondes afin d'atteindre une granulométrie comparable à celle des liants (ASTM C-618). Le Tableau III. 4 présente les surfaces spécifiques des liants et ajouts minéraux[5] à l'étude.

Tableau III. 4 : Surface spécifique des liants et ajouts minéraux

Liants et ajouts minéraux	**Surface spécifique (m^2/g)**
CP_{10}	1,2435
CP_{50}	0,9683
SG	2,1400
FA	9,6105

Les cendres volantes fournies par le partenaire industriel sont représentées par une grande surface spécifique de 9,6105 m^2/g. Il est à noter que la surface spécifique des cendres volantes est atypique des cendres normalement utilisées dans la fabrication des remblais (ASTM C-618; $S_s \approx 2\ m^2/g$).

Le Tableau III. 5 présente la composition chimique des liants et ajouts minéraux utilisés dans la fabrication des recettes de remblais (certificats d'analyse en annexe, Appendice A).

[5] Surface spécifique des cendres volantes pulvérisées

Tableau III. 5 : Analyses chimiques ICP-AES après digestion acide des liants

Éléments (mg/L)	CP_{10}	CP_{50}	FA	SG
Al	3,02	1,61	12,20	4,92
As*	0,00	0,00	0,00	0,00
Ba	0,01	0,01	0,03	0,08
Be*	0,00	0,00	0,00	0,00
Bi	0,00	0,00	0,00	0,00
Ca	33,40	42,30	0,24	24,20
Cd	0,00	0,00	0,00	0,00
Co	0,00	0,00	0,00	0,00
Cr	0,01	0,01	0,04	0,00
Cu	0,00	0,00	0,00	0,00
Fe	1,51	2,67	2,25	0,38
Mg	0,50	1,65	0,16	6,81
Mn	0,06	0,03	0,01	0,45
Mo	0,00	0,00	0,00	0,00
Ni	0,00	0,01	0,01	0,00
Pb	0,00	0,00	0,00	0,00
S_{tot}	1,02	0,76	0,06	1,31
Sb	0,00	0,00	0,00	0,00
Se*	0,00	0,00	0,00	0,00
Sn	0,00	0,00	0,01	0,00
Ti	0,16	0,09	0,81	0,37
Zn	0,01	0,01	0,00	0,00

Les résultats de l'analyse chimique des liants sont présentés dans un diagramme ternaire (Figure III. 4), dont les pôles correspondent aux compositions (calculées sur une base molaire) en silice (SiO_2), en calcium et magnésium (CaO + MgO) et en fer et aluminium (Fe_2O_3 + Al_2O_3). Les compositions chimiques des liants habituellement utilisés dans la fabrication des remblais miniers sont également représentés par des cercles sur le diagramme (Coté, 1986).

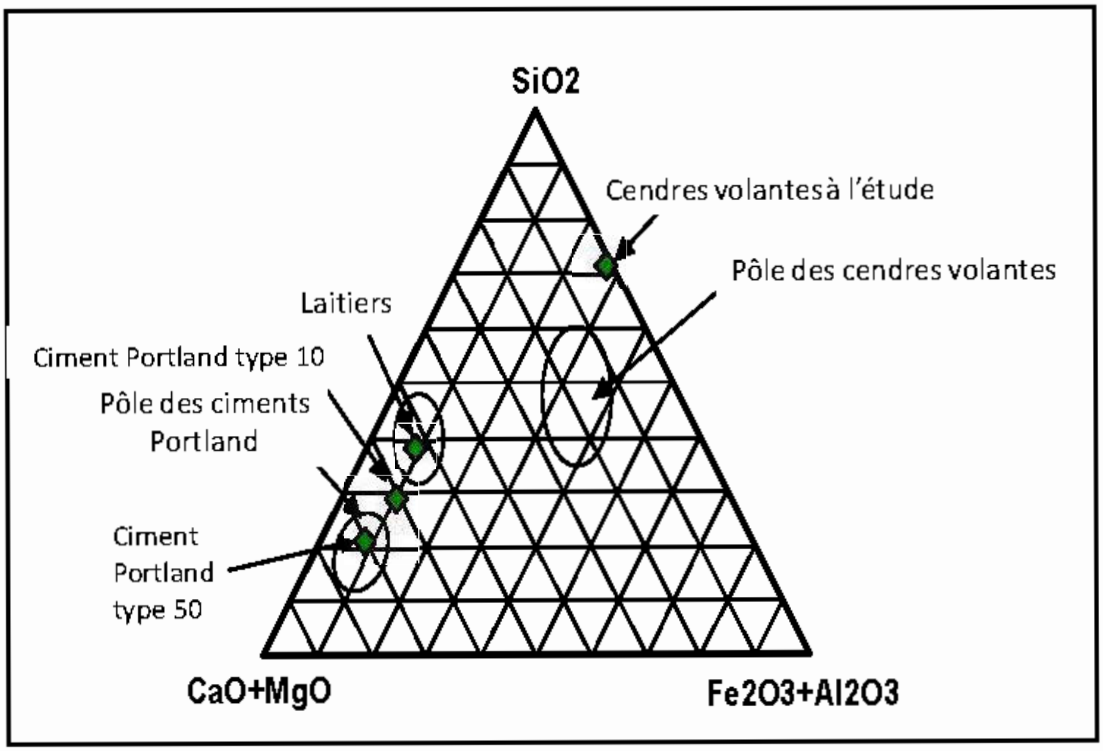


Figure III. 4 : Diagramme ternaire des liants à l'étude

Les liants fournis par le partenaire industriel (CP_{10} et cendres volantes) sont atypiques des liants normalement utilisés dans la fabrication des mélanges de remblais miniers. Le CP_{10}, utilisé comme ciment d'activation de base, contient davantage de SiO_2 que le CP_{10} standard (Neville, 1995), à mi-chemin entre les pôles des ciments Portland et des laitiers. Les cendres volantes fournies par le partenaire contiennent une forte quantité de SiO_2, pratiquement pas de CaO + MgO et se trouvent loin du pôle des cendres normalement utilisées dans la fabrication des remblais miniers (voir Figure III. 4).

Eaux interstitielles et eau de mélange

Pour l'ensemble des recettes de remblais à l'étude, l'eau de robinet est utilisée comme eau de mélange. Le Tablean III. 6 présente la composition et les propriétés physico-chimiques de l'eau de mélange (eau du robinet) et des eaux interstitielles du rejet final et du rejet reconstitué (certificats d'analyse en annexe, Appendice A).

Tableau III. 6 : Analyses chimiques ICP-AES des eaux à l'étude

Élément (mg/L)	Eau de robinet	Eau interstitielle Rejet final	Eau interstitielle Rejet reconstitué
Al	<0,010	<0,01	<0,01
As	<0,06	<0,06	<0,06
Ba	0,007	0,179	0,069
Be	<0,001	<0,001	<0,001
Bi	<0,02	<0,02	<0,02
Ca	42,00	433	401
Cd	<0,003	0,003	<0,003
Co	<0,004	<0,004	<0,004
Cr	<0,003	<0,003	<0,003
Cu	0,198	<0,003	<0,003
Fe	0,017	1,73	3,67
Mg	1,960	21,2	15,3
Mn	<0,002	0,079	0,338
Mo	<0,009	<0,009	<0,009
Ni	<0,004	0,129	0,065
Pb	<0,02	<0,02	<0,02
S	15	4840	5370
Sb	<0,09	<0,09	<0,09
Se	<0,1	<0,1	<0,1
Si	0,86	1,33	2,26
Ti	<0,002	<0,002	<0,002
Zn	0,02	0,146	0,040
pH (-)	7,89	6,66	6,26
Eh (mV vs. ENH)	424,4	225,6	189,2
Cond (µS)	271	3260	2470

L'eau de robinet possède un pH de 7,89, est relativement peu chargée en métaux (conductivité = 271 µS versus > 2 400 µS pour les eaux interstitielles) et contient de faibles teneurs en sulfates (< 45 mg/l; estimé à partir du rapport des masses molaires des sulfates et du soufre = 2,9958). Les eaux interstitielles ont des pH près de la neutralité (6,66) avec des teneurs en soufre sous forme de sulfates autour de 15 000 ppm. Il est à noter que ces teneurs en sulfates peuvent avoir un impact sur le gain de résistance des remblais cimentés (Benzaazoua, 1996; Benzaazoua *et al.,* 1999; Benzaazoua *et al.,* 2002; Benzaazoua, Fall et

Belem, 2004; Ouellet *et al.*, 2004; Benzaazoua *et al.*, 2005; Fried, 2005; Benzaazoua *et al.*, 2010). L'effet des sulfates au niveau des processus de durcissement des remblais miniers cimentés n'est pas simple. Selon Benzaazoua *et al.* (2005), les sulfates peuvent avoir un double effet sur la résistance mécanique des remblais miniers cimentés. D'abord, la présence de sulfates solubles dans le mélange peut conduire à une prise plus lente du ciment, attribuable à l'inhibition de l'hydratation par les sulfates. À des plus fortes concentrations et en présence de calcium et d'aluminates, les sulfates peuvent contribuer au remplissage des espaces intergranulaires par la formation de phases hydratées expansives (gypse, ettringite, thaumasite) et ainsi augmenter la cohésion du remblai (et par conséquent, améliorer sa résistance mécanique). Cependant, cet effet bénéfique sur la résistance mécanique s'arrête lorsque les vides entre les grains ne sont plus suffisants pour contenir les minéraux sulfatés précipités. À ce moment, la précipitation des minéraux produit des pressions intergranulaires conduisant à la détérioration de la masse de remblai durci, entraînant une chute de la cohésion et par conséquent, de sa résistance mécanique (phénomènes reliés à l'attaque sulfatique; voir les travaux de Benzaazoua et ses collaborateurs (ex : Benzaazoua *et al.*, 1999) pour plus de détails sur l'attaque sulfatique dans les remblais miniers).

3.1.2 Préparation des recettes de remblais

Les mélanges de remblais sont préparés de manière à respecter les critères granulométriques mentionnés précédemment soient < 20% particules passant 20 µm pour les remblais hydrauliques et > 20% particules passant 20 µm pour les remblais en pâte (Landriault *et al.*, 1997; Belem et Benzaazoua, 2003; Landriault et Verburg, 2006). Les remblais hydrauliques contiennent des teneurs en pyrrhotite de 2 %, 4 %, 8 % et 12 % pyrrhotite et sont fabriqués à un pourcentage solide fixe de 65 %. Les liants testés dans le cas des remblais hydrauliques sont le CP_{10}, le CP_{50}, le CPFA et le CPSG, dans une proportion de 5 % wt. Les remblais en pâte contiennent des teneurs en pyrrhotite de 8 %, 12 %, 15 %, 28 % et 85 % et sont fabriqués selon un affaissement au cône d'Abrahms (ASTM C 143-90) de 200 mm. Les liants testés dans le cas des remblais en pâte sont le CP_{10}, le CP_{50} et le CPFA, également dans une proportion de 5 % wt. Il est à noter que la presque totalité des recettes est fabriquée à partir du rejet final (28 % Po); seul les mélanges contenant 85% Po sont faits à partir du rejet

reconstitué.Les échantillons de contrôles (*i.e.*, remblais non cimentés) sont fabriqués à partir du matériau inerte des remblais en pâte, selon un affaissement au cône d'Abrahms (ASTM C 143-90) de 200 mm (mêmes critères de fabrication que les remblais en pâte), pour toutes les teneurs en pyrrhotite visées (2 %, 4 %, 8 %, 12 %, 15 %, 28 % et 85 %). En procédant de cette manière, *i.e.* en fixant les critères de fabrication en termes de granulométrie et de consistance, il est possible de mieux isoler l'effet de la teneur en pyrrhotite sur la réactivité des mélanges. Le Tableau III. 7 résume les critères de fabrication des différentes recettes de remblais à l'étude.

Tableau III. 7 : Caractéristiques de fabrication des mélanges

Mélange	Rejet et teneur en sulfure (Po)	% liant (wt)	Liants	Critère visé
Échantillons de contrôle	Rejet final (2 % Po) + sable CPB Rejet final (4 % Po) + sable CPB Rejet final (8 % Po) + sable CPB Rejet final 12 % Po) + sable CPB Rejet final (15 % Po) + sable CPB Rejet final (28 % Po) Rejet final (85 % Po)	Non cimentés		Affaisement 200 mm
Remblais hydrauliques	Rejet final (2% Po) + sable RH	5%	CP_{10}	65 % Solide
	Rejet final (4% Po) + sable RH	5%	CP_{10}	
	Rejet final (8% Po) + sable RH	5%	CP_{10}	
	Rejet final (12% Po) + sable RH	5%	CP_{10}	
	Rejet final (8% Po) + sable RH	5%	CP_{50}	
	Rejet final (12%Po) + sable RH	5%	CP_{50}	
	Rejet final (8% Po) + sable RH	5%	$CP_{10}FA$	
	Rejet final (12% Po) + sable RH	5%	$CP_{10}FA$	
	Rejet final (8%S Po) + sable RH	5%	$CP_{10}SG$	
	Rejet final (12% Po) + sable RH	5%	$CP_{10}SG$	
Remblais en pâte	Rejet final (8% Po) + sable CPB	5%	CP_{10}	Affaissement 200 mm
	Rejet final (12% Po) + sable CPB	5%	CP_{10}	
	Rejet final (15% Po) + sable CPB	5%	CP_{10}	
	Rejet final (12% Po) + sable CPB	5%	CP_{50}	
	Rejet final (12% Po) + sable CPB	5%	$CP_{10}FA$	
	Rejet reconstitué (85% Po)	5%	CP_{10}	

Rapport Gratuit.com

Les courbes granulométriques résultant des différents mélanges sont illustrées à la Figure III. 5.

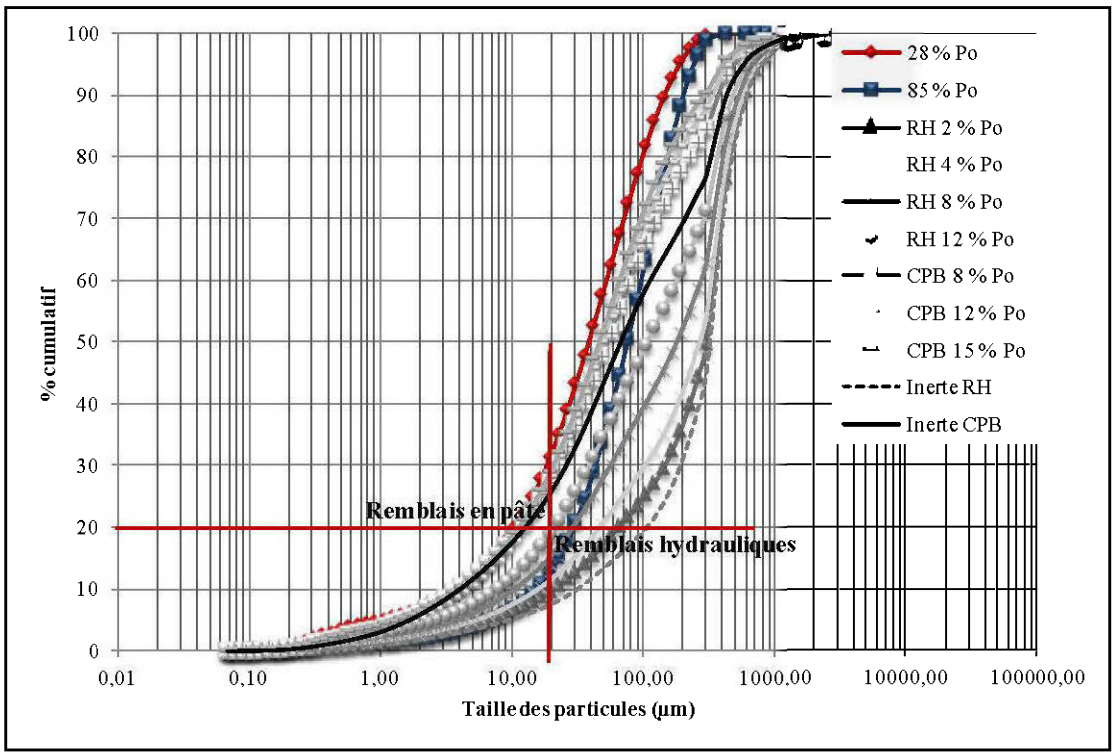


Figure III. 5 : Courbes granulométriques des mélanges de remblais

À l'exception du mélange de remblai formé de rejet reconstitué (CPB 85 % Po), tous les mélanges respectent les critères granulométriques de conception définis. En effet, tel que mentionné à la section 3.1.1, le rejet reconstitué est caractérisé par moins de 20 % particules passant 20 µm; il s'agit donc d'un rejet trop grossier pour répondre aux critères définis de fabrication des remblais en pâte.

Tous les échantillons sont versés dans des moules de 5,08 x 10,16 cm de dimension, en *triplicata* pour les essais UCS et dans un moule de 2,5 x 15,5 cm pour les essais CO. Les remblais hydrauliques sont versés dans des moules permettant le drainage pour simuler les conditions de mise en place dans les chantiers. Les échantillons sont durcis sans couvercle, sous des conditions de température et humidité contrôlées (30°C et 100% respectivement)

pour simuler les conditions du chantier à l'étude, pour des périodes de 3, 7, 28, 56, 182 et 365 jours. Il s'agit là de conditions de durcissement non conventionnelles (normalement durcis dans des moules scellés à une température d'environ 20°), représentant non pas le cœur de la masse de remblai mais plutôt les quelques premiers centimètres de la surface. Ces conditions particulières de durcissement devront être prises en compte dans l'analyse des résultats. La Figure III. 6 illustre la procédure de préparation et de durcissement des mélanges de remblais.



Figure III. 6 : Préparation, moulage et durcissement des mélanges de remblais

3.1.3 Méthode CO

L'essai de consommation d'oxygène tel qu'interprété par Elberling *et al.* (1994) (voir aussi Elberling et Nicholson 1996; Elberling et Langdahl, 1998; Elberling, 2001; Benzaazoua, Fall et Ouellet, 2003; Ouellet *et al.*, 2003 et 2006) est utilisé pour évaluer le flux d'oxygène à la surface des remblais miniers cimentés. La méthode d'interprétation proposée par Elberling *et al.* (1994) est applicable pour des essais de courtes durées (entre 3 et 5 heures selon Bussière *et al.*, 1997 et 2004; Dagenais *et al.*, 2011) et pour une hauteur au-dessus du matériel relativement faible (Mbonimpa, Aubertin et Bussière, 2011).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Une mince couche de matériel (moins de 2,5 cm) est placée à la base d'un cylindre et exposé à l'air pour une période suffisamment longue pour que les conditions stationnaires soient atteintes. Le cylindre est alors fermé pour la mesure de la décroissance de la concentration d'oxygène (avec un senseur à oxygène de marque Teledyne de classe R-17A; résolution de 0,1% O_2 placé au sommet du cylindre) dans la chambre scellée. La Figure III. 7 illustre de façon schématique, le dispositif expérimental de mise en œuvre des essais CO utilisé dans le cadre de cette étude.

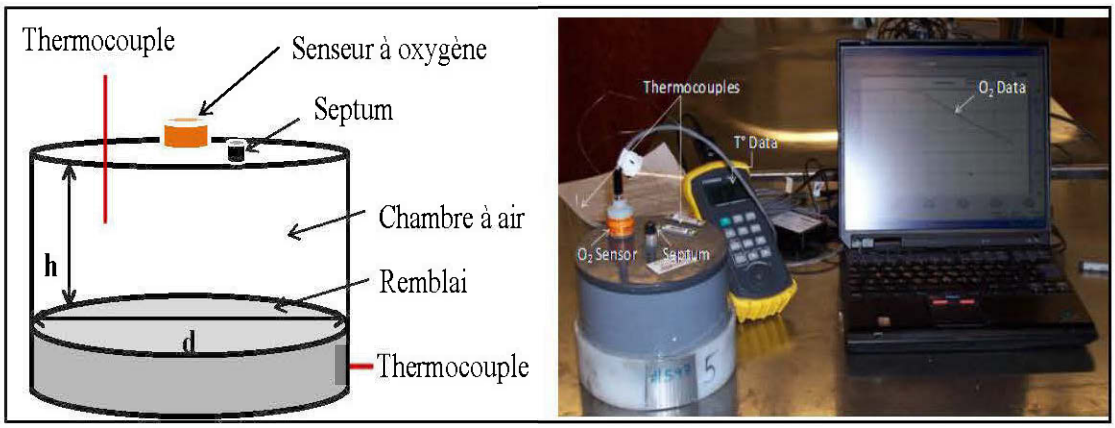


Figure III. 7 : Dispositif expérimental mis en œuvre pour les essais CO

Durant l'essai CO, l'oxygène diffuse à travers le remblai (en raison d'un gradient de concentration) où il est consommé par l'oxydation des minéraux sulfureux. La diminution progressive de la concentration de l'oxygène dans le temps au sommet de la chambre est enregistrée et utilisée pour déterminer les paramètres de résolution de la loi de Fick. L'équation pour le flux d'oxygène qui respecte la loi de Fick tenant compte de cette consommation d'oxygène peut être décrite (e.g. Crank, 1979; Schackelford, 1991; Lefebvre, 1994; Elberling *et al.*, 1994; Elberling et Nicholson, 1996; Yanful *et al.*, 1999; Aachib, Aubertin et Mbonimpa, 2002; Aachib, Mbonimpa et Aubertin, 2004) Par l'Équation III.1 :

$$F_L = C_0 (K_r D_e)^{1/2}$$

Équation III. 1

où K_r est le coefficient de 1er ordre du taux de réaction (consommation) de l'oxygène, C_0 est la concentration initiale de l'oxygène dans l'air (9,3 moles/m^3) et D_e est le coefficient de diffusion effectif. En résolvant l'équation de continuité pour les conditions initiales $C(z) = C_0$ at $z = 0$ and $C(z) = 0$ as $z \rightarrow \infty$, la solution suivante (Équation III.2) est obtenue (Elberling *et al.*, 1994; Elberling et Nicholson, 1996):

$$ln(C/C_0) = -t\,(K_r D_e)^{1/2}\,(A/V) \qquad \text{Équation III. 2}$$

où A et V sont respectivement l'aire et le volume de la chambre à air.

La pente de $\ln(C/C_0)$ en fonction du temps donne la valeur du paramètre $-(K_rD_e)^{½}$ lorsque A/V est connu. Le paramètre $-(K_rD_e)^{½}$ est substitué dans III.1 pour évaluer le flux d'oxygène à la surface, qui est considéré comme représentant la consommation d'oxygène par la réaction d'oxydation des sulfures. Plus de détails sur la méthode et sur l'interprétation des résultats sont donnés dans Elberling, Nicholson et David (1993), Elberling *et al.* (1994), Elberling et Nicholson (1996), Elberling et Damgaard (2001), Tibble et Nicholson (1997), Bussière *et al.*, (2002), Mbonimpa *et al.* (2002 et 2003), Ouellet *et al.*, (2003et 2006), Gosselin, Aubertin et Mbonimpa (2007), Gosselin *et al.* (2007), Demers *et al.* (2009), Dagenais *et al.*, (2011) et Mbonimpa, Aubertin et Bussière (2011).

Justification du choix de l'essai CO pour estimer la réactivité des remblais miniers cimentés

Mbonimpa, Aubertin et Bussière (2011) se sont intéressés à la précision relative de l'essai CO dans l'évaluation du flux diffusif de l'oxygène à travers des rejets miniers sulfureux. Ils montrent que, malgré ses limitations :

- en laboratoire, les conditions frontières $C(z)=0$ lorsque $z\rightarrow\infty$ ne sont pas respectées parfaitement (en raison de la faible épaisseur de l'échantillon);

- l'équation combine les paramètres K_r et D_e sans qu'ils puissent être discriminés. Ceci implique que le K_r ne peut pas être déterminé à partir de solutions numériques (infinité de solutions);
- le test tend à sous-estimer le flux d'oxygène à la surface;
- la précision est fonction des conditions de l'essai (hauteur de la chambre et durée de l'essai);

l'essai CO permet de quantifier avec une certaine précision, de façon conservatrice, simplement et rapidement, la réactivité d'un matériau (à condition que les paramètres d'essais soient contrôlés).

Par ailleurs, Ouellet *et al.* (2003 et 2006) ont utilisé avec succès l'essai CO pour évaluer la réactivité de remblais en pâte cimentés en laboratoire et en chantier. Afin de vérifier si les résultats en laboratoire s'approchent de ceux mesurés en chantier, une comparaison entre des flux d'oxygène mesurés par ce groupe de chercheurs, [6] sur une recette de remblai donnée (rejet de concentrateur de la mine LaRonde contenant 53 % pyrite, 7 % ciment CP_{50} :CP_{10} et une eau de procédé), est faite et présentée à la Figure III. 8. Les losanges noirs sur la Figure III. 8 représentent la moyenne de deux essais en laboratoire tandis que les triangles gris représentent la moyenne de 3 essais en chantier.

[6] Données brutes fournies par le premier auteur des travaux

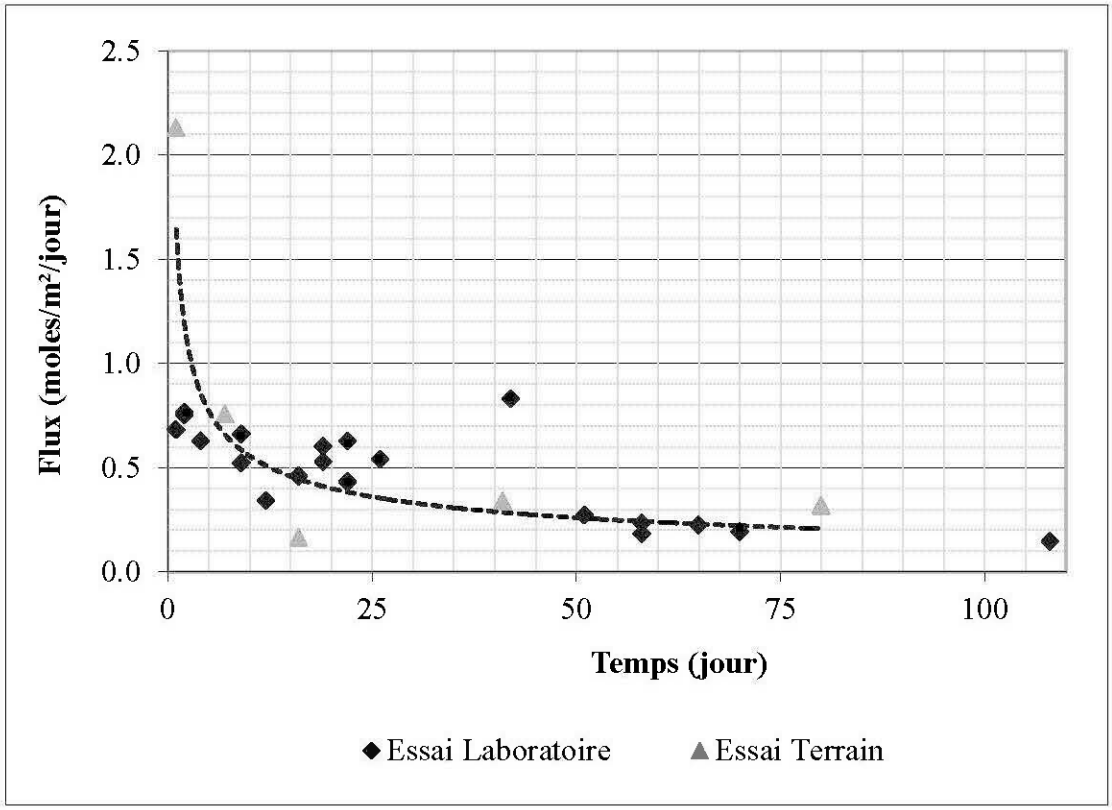


Figure III. 8 : Flux d'oxygène consommés mesurés en laboratoire et en chantier à partir d'essais CO selon Ouellet *et al.* (2003 et 2006)

La Figure III. 8 montre, à l'exception d'une mesure prise dans les premiers jours d'essai sur le terrain (≈ 2,1 moles O_2/m^2/jour), que les valeurs des flux d'oxygène consommés en chantier et en laboratoire sont comparables en termes de valeur absolue et d'évolution dans le temps (d'environ 0,8 mole O_2/m^2/jour à 0,3 mole O_2/m^2/jour en 80 jours). Ainsi, puisque cette partie des travaux vise à comparer le comportement du remblai hydraulique à celui du remblai en pâte en termes de réactivité des sulfures, l'essai CO en laboratoire, tel que défini par Elberling *et al.* (1994 et 1996) est jugé approprié pour atteindre les objectifs fixés. De plus, on peut penser que les résultats en laboratoire donnent une valeur réaliste de ce qui serait mesuré sur le terrain.

3.2 PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

Cette section présente les résultats des essais de consommation d'oxygène (CO), des essais de résistance en compression uniaxiale (UCS), des mesures du degré de saturation et de l'analyse post-essais réalisés sur les recettes de remblais à l'étude. Les résultats des essais CO et UCS sont présentés dans un premier temps en fonction de la teneur en pyrrhotite contenue dans le mélange. Dans ce cas-ci, seul les mélanges à base de ciment Portland type 10 (CP_{10}) sont comparés. L'effet du type de liant est par la suite présenté.

3.2.1 Essais CO

Influence de la teneur en Po

La Figure III. 9 présente l'évolution du flux d'oxygène consommé dans le temps (en mole O_2/m^2/jour), par les échantillons de contrôle (sans liant), en fonction la teneur en pyrrhotite contenue dans le mélange[7].

[7] L'évolution du flux d'oxygène consommé par l'échantillon contrôle contenant 85 % Po est illustrée à titre indicatif seulement puisque ce remblai n'est pas constitué du même rejet que les autres mélanges de remblais.

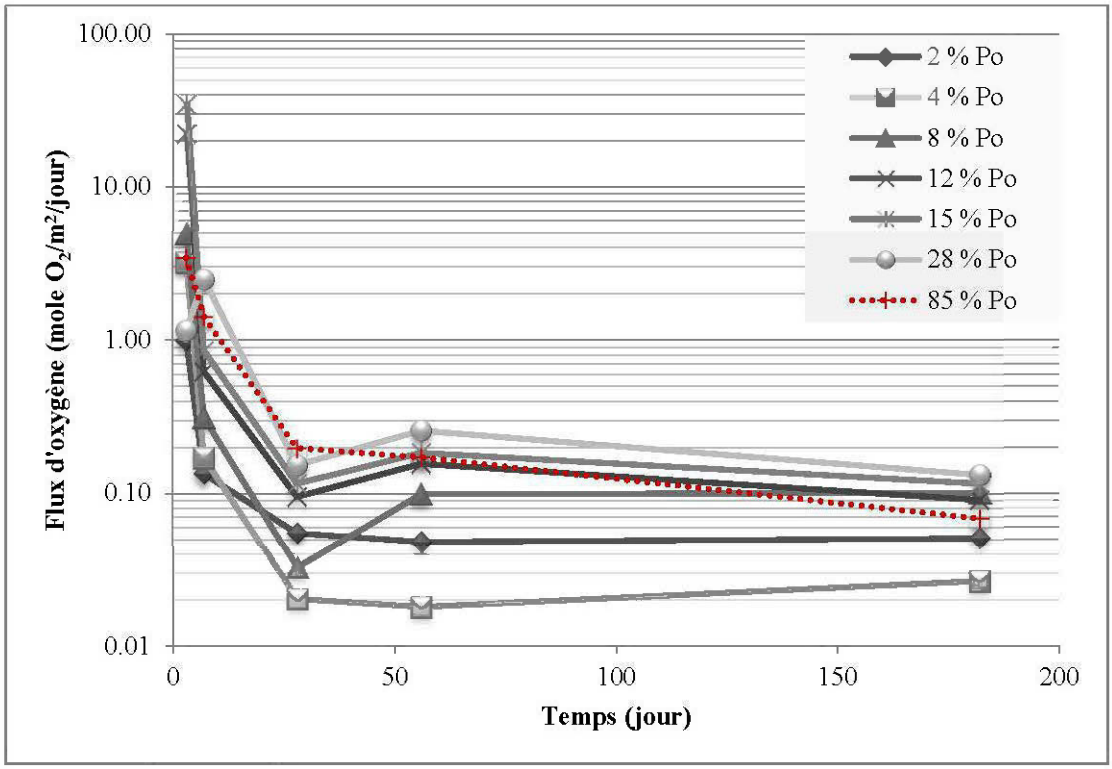


Figure III. 9 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les échantillons contrôle en fonction de la teneur en pyrrhotite et du temps

La Figure III. 9 montre que, de manière générale (sauf pour le mélange contenant 4 % Po) et tel qu'attendu, le flux d'oxygène consommé est fonction de la teneur en pyrrhotite dans le rejet, avec une plus forte consommation de l'oxygène lorsque les teneurs en Po sont plus élevées. Le flux d'oxygène consommé par les échantillons de contrôle peut excéder 35 moles O_2/m^2/jour selon la teneur en pyrrhotite contenue dans le mélange (15 % Po). À la connaissance de l'auteur, il est relativement rare de rencontrer des flux supérieurs à 5 moles O_2/m^2/jour (*eg.* Elberling, Nicholson et David, 1993; Elberling *et al.,* 1994; Elberling et Nicholson, 1996; Tibble et Nicholson, 1997; Elberling et Damgaard, 2001; Ouellet *et al.,* 2003 et 2006; Hamdi, 2012; Coulombe *et al.,* 2012), démontrant le caractère réactif de la pyrrhotite étudiée. La Figure III. 9 indique par ailleurs une diminution du flux d'oxygène consommé par tous les échantillons de contrôles dans le temps (plus de 35 moles O_2/m^2/jour à environ 0,13 moles O_2/m^2/jour sur une période de 182 jours pour certains échantillons).

Les Figure III. 10 et Figure III. 11 montrent respectivement l'évolution du flux d'oxygène consommé par les mélanges de remblais hydrauliques (2 %, 4%, 8 % et 12 % Po) et en pâte (8 %, 12 %, 15 % et 28 % Po) cimentés en fonction de leur âge.

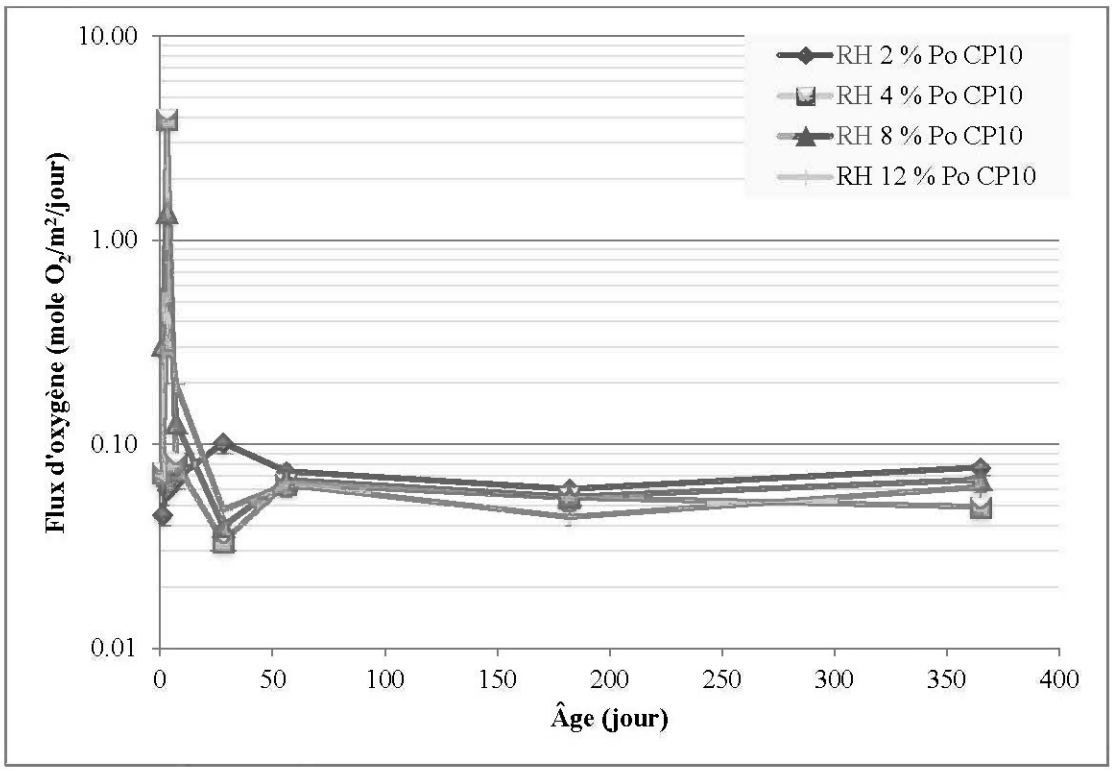


Figure III. 10 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais hydrauliques cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge

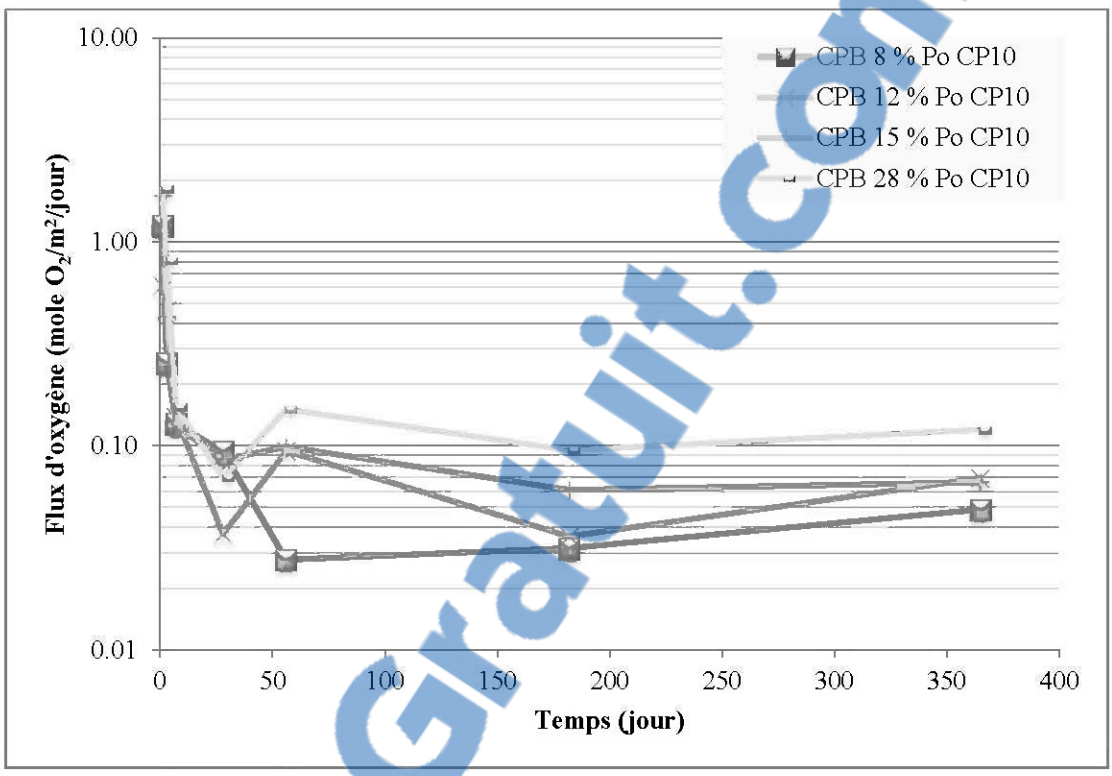


Figure III. 11 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais en pâte cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge

Les Figure III. 10 et Figure III. 11 montrent que les flux d'oxygène consommés par les mélanges de remblais cimentés diminuent, à l'image des échantillons de contrôle, en fonction du temps. Pour les remblais en pâte cimentés, la relation entre le flux le d'oxygène consommé et la teneur en pyrrhotite est bien définie, *i.e.*, que plus la teneur en Po est élevée, plus les flux d'oxygène consommés sont élevés. Par ailleurs, dans le cas du remblai hydraulique, la relation est moins claire. En termes de valeur absolue, les flux d'oxygène consommés par le remblai en pâte cimenté sont plus faibles que ceux consommés respectivement par le remblai hydraulique et par l'échantillon de contrôle correspondant. La Figure III. 12 reprend les résultats pour une teneur en pyrrhotite donnée (8%) pour illustrer le phénomène. Il est à noter que la même tendance est observée pour les mélanges contenant 12 % Po.

Rapport-Gratuit.com

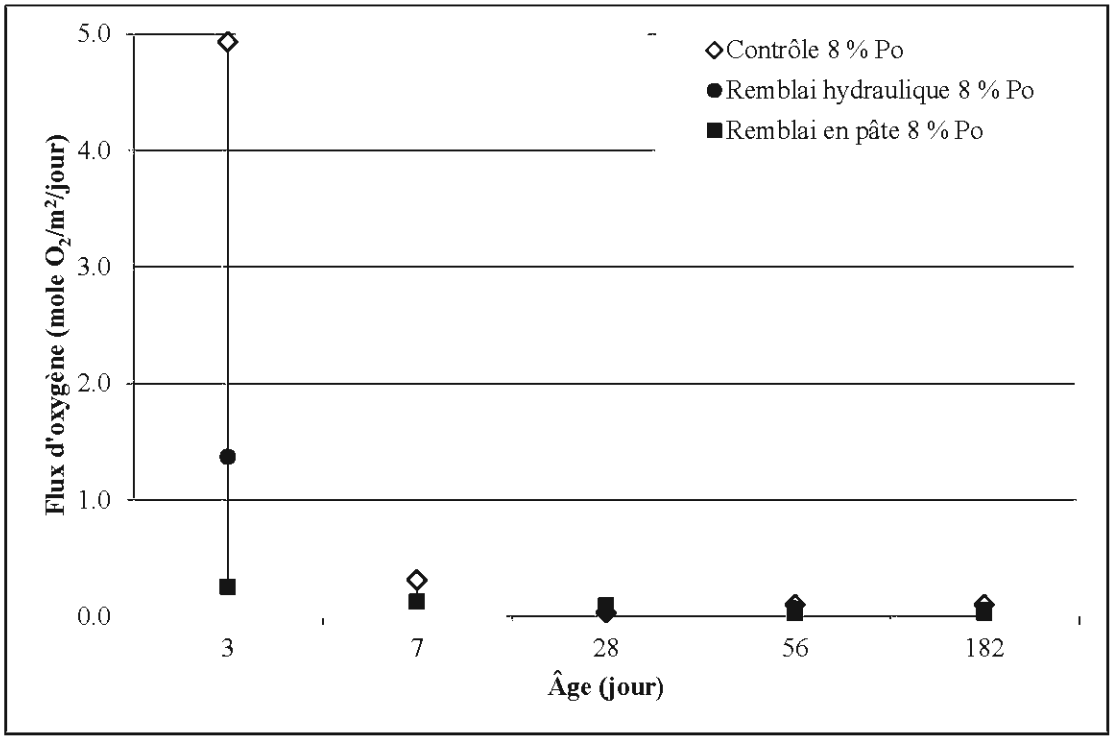


Figure III. 12 : Écart entre les flux d'oxygène consommés par les mélanges contenant 8 % pyrrhotite avec et sans ciment

Pour l'exemple présenté à la Figure III. 12 (*i.e.*, pour une teneur en pyrrhotite de 8 %), le flux d'oxygène consommé initialement par le remblai en pâte est d'environ 0,3 moles/m^2/jour, comparativement à environ 1,4 moles/m^2/jour pour son homologue hydraulique et à environ 5 moles/m^2/jour pour l'échantillon de contrôle. Par ailleurs, pour les remblais plus âgés (> 28 jours), les flux d'oxygène consommés par les différents mélanges sont du même ordre de grandeur (≈ 0,05 mole/m^2/jour). Ces résultats suggèrent que l'addition de liant ait un effet bénéfique sur la réactivité de la pyrrhotite en jeunes âges. Ils suggèrent par ailleurs l'implication d'autres facteurs d'influence puisque la réactivité des échantillons de contrôle (remblais non cimentés) diminue également dans le temps (Figure III. 9) pour atteindre des valeurs similaires aux remblais correspondants cimentés.

Influence du type de liant

Pour illustrer l'effet de la chimie du liant sur la réactivité des mélanges de remblais, les recettes contenant 12 % Po sont représentées (correspond à la teneur en Po pour laquelle plusieurs types de liants ont été testés). Dans le cas du remblai en pâte ce sont les liant CP_{10}, CP_{50} et $CP_{10}FA$ qui ont été testés alors que dans le cas du remblai hydraulique ce sont les liants CP_{10}, CP_{50} et $CP_{10}SG$ qui ont été ajoutés aux mélanges de remblais. La Figure III. 13 présente l'évolution des flux d'oxygène consommés par les remblais cimentés hydrauliques alors que la Figure III. 14 présente ceux consommés par les remblais en pâte cimentés. Les valeurs associées à l'échantillon de contrôle contenant 12 % Po sont reprises pour fins de comparaison.

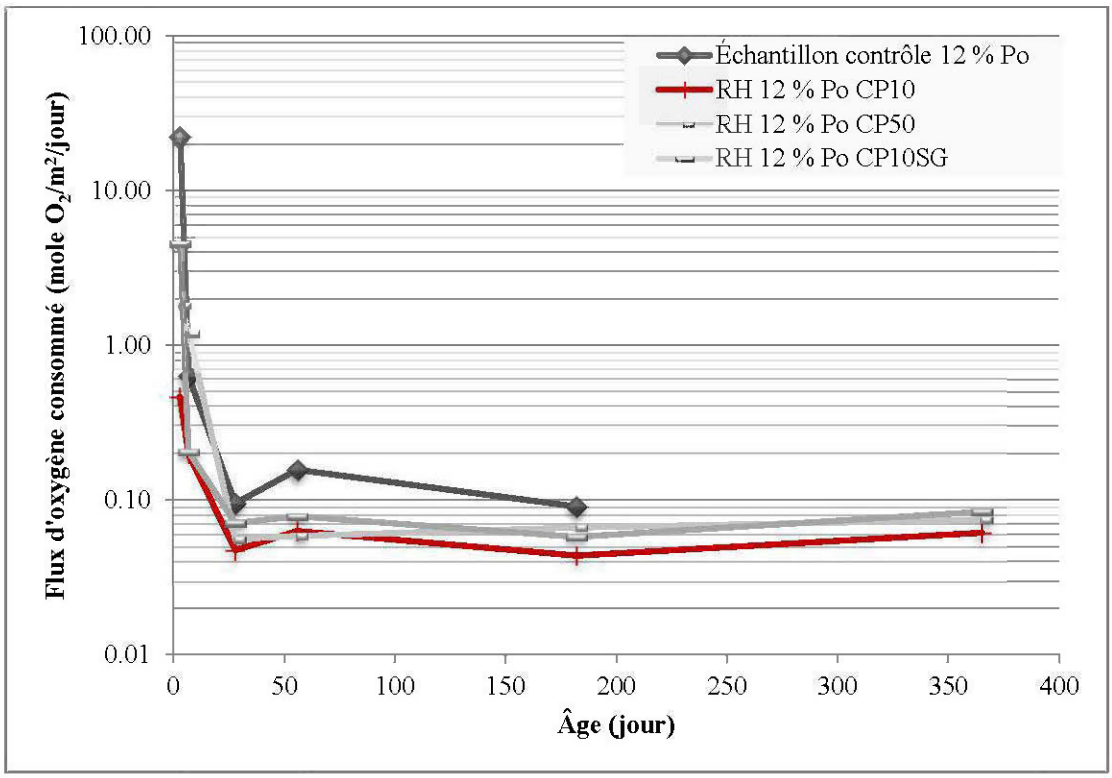


Figure III. 13 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais hydrauliques cimentés en fonction du type de liant et de leur âge

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

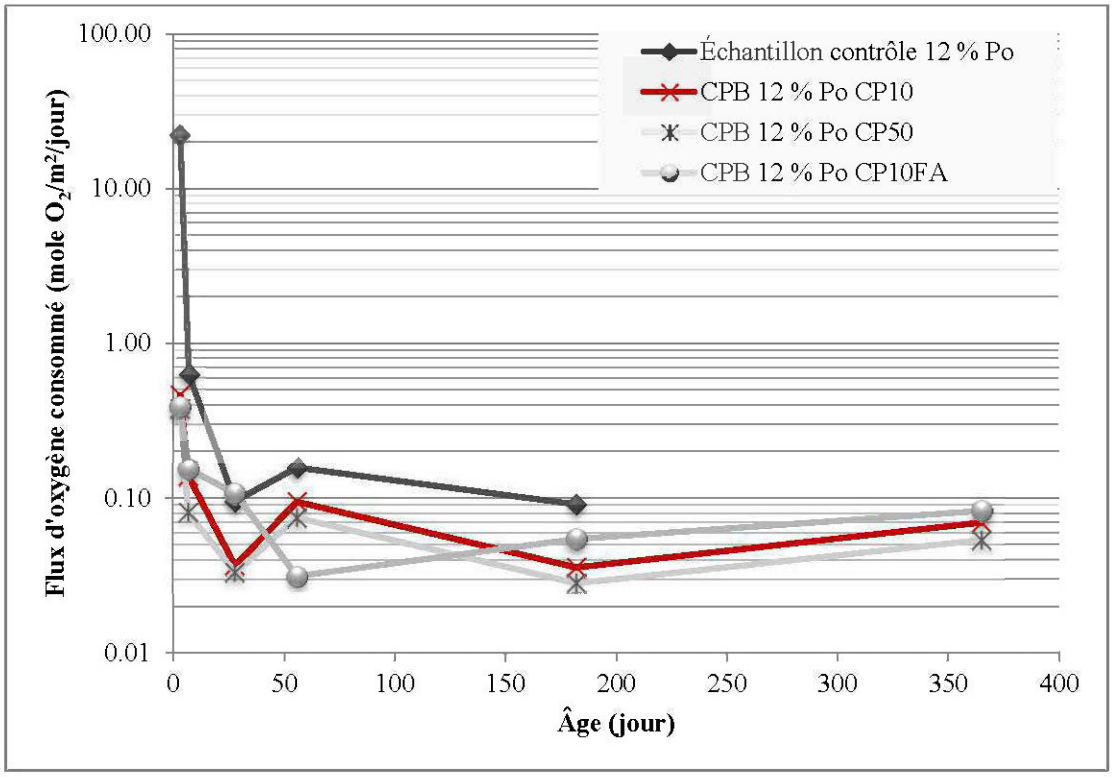


Figure III. 14 : Évolution du flux d'oxygène consommé par les remblais en pâte cimentés en fonction du type de liant et de leur âge

Les résultats indiquent que tous les types de liant permettent d'abaisser le flux d'oxygène consommé par la pyrrhotite, particulièrement durant les premiers jours de durcissement. Par contre, la chimie du liant semble avoir peu d'impact sur la réactivité des remblais, même si le CP_{10} et le CP_{50} semblent en général un peu plus performants que le $CP_{10}SG$ et le CPFA.

Exothermicité et émission de SO_2

Les mesures de la température réalisées durant les essais CO suggèrent que la réactivité des remblais à l'étude ne soit pas suffisamment importante pour élever la température du matériel; la température demeure relativement constante dans la chambre et dans l'échantillon durant l'essai (près des conditions ambiantes). Aucune concentration en SO_2 n'a été décelée par le chromatographe à la fin des essais CO. Puisque la formation de SO_2 à partir de l'oxydation de la pyrrhotite arrive à des températures entre 100°C et 150 °C, il apparait

cohérent, à partir des mesures de la température, qu'aucune concentration en SO_2 n'ait été détectée. Par ailleurs, la différence de densité entre les gaz présents dans la chambre scellée à la fin de l'essai (SO_2 plus dense qu'O_2), pourrait avoir faussé l'échantillonnage et les résultats de l'analyse. Des odeurs de soufre en provenance de la chambre de cure ont d'ailleurs été perçues pendant la période de durcissemment des remblais.

3.2.2 Essais de résistance en compression uniaxiale

Influence de la teneur en pyrrhotite

Les Figure III. 15 et Figure III. 16 montrent respectivement l'évolution de la résistance en compression uniaxiale (UCS) des mélanges de remblais hydrauliques (2 %, 4%, 8 % et 12 % Po) et en pâte (8 %, 12 %, 15 %, 28 % et 85 % Po) cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge. Chaque valeur représente la moyenne des trois cassages.

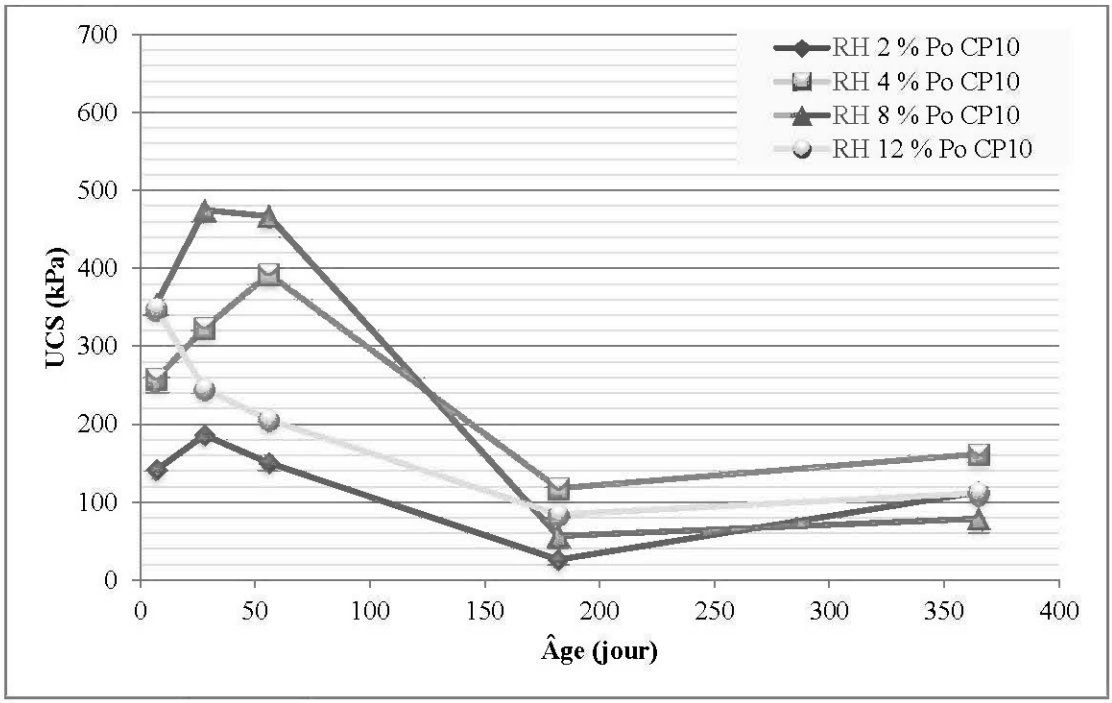


Figure III. 15 : Évolution de l'UCS des remblais hydrauliques cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge

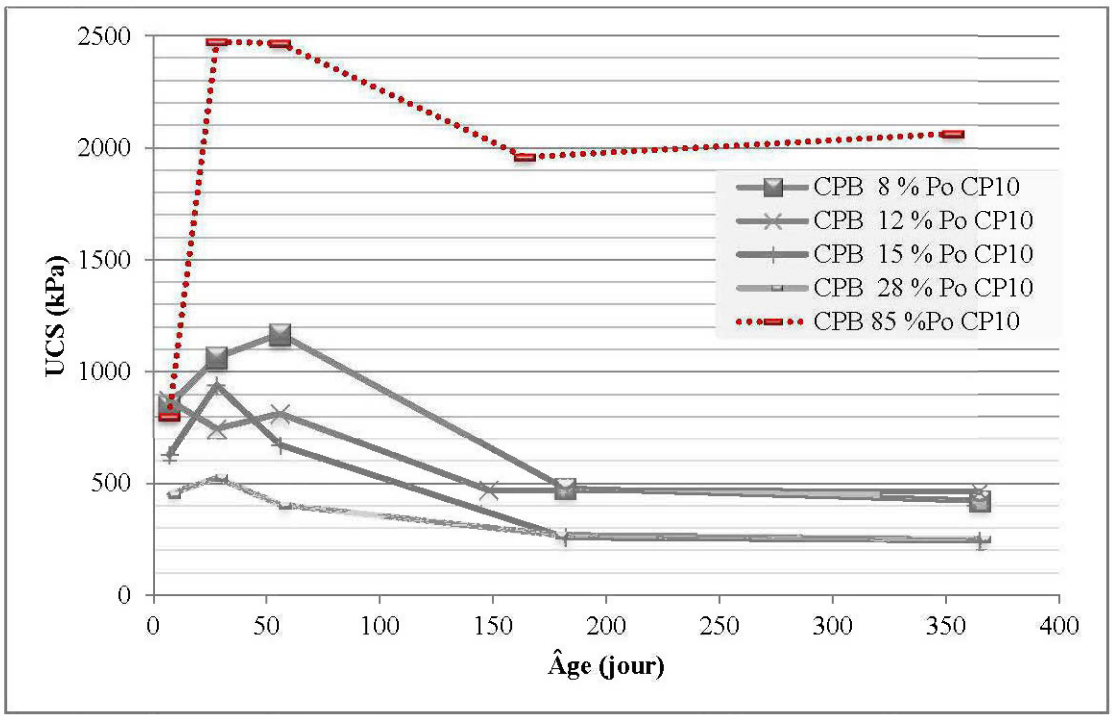


Figure III. 16 : Évolution de l'UCS des remblais en pâte cimentés en fonction de la teneur en pyrrhotite et de leur âge

Ces résultats indiquent qu'en général, les remblais en pâte atteignent et maintiennent des valeurs de résistance en compression uniaxiale plus élevées que les remblais hydrauliques. L'UCS maximal des remblais hydrauliques dépasse rarement 500 kPa alors que pour la majorité des remblais en pâte, la résistance maximale acquise excède cette valeur. Des valeurs dépassant 2 000 kPa ont même été atteintes par le mélange de remblai en pâte formé de 85 % Po dans les premiers jours de durcissement. Pour ce mélange (85 %), une lithifaction (cimentation par les produits de l'oxydation) a été observée pouvant expliquer les grandes résistances mesurées.

Par ailleurs, des pertes de résistance avec le temps de durcissement sont observées pour l'ensemble des mélanges et ce, même après aussi peu que 56 jours.

La Figure III. 17 reprend les valeurs d'UCS des mélanges de remblais hydrauliques et en pâte cimentés contenant 8 % Po pour fin de comparaison entre les deux technologies.

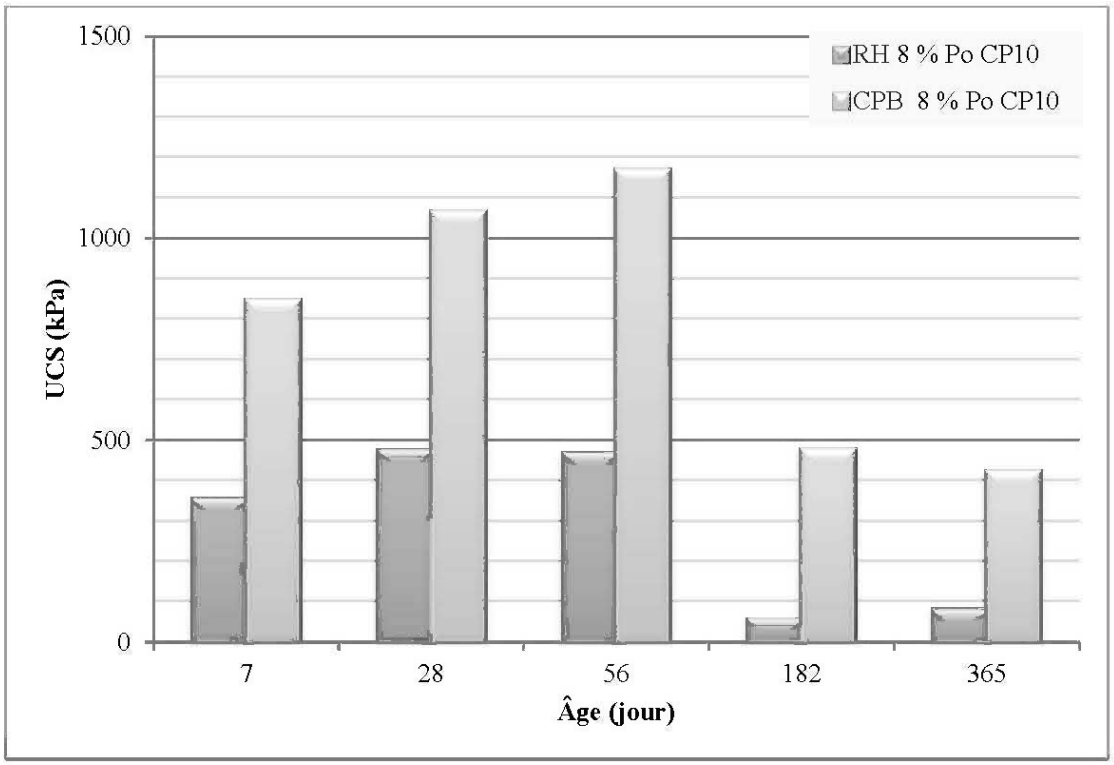


Figure III. 17 : Comparaison entre l'UCS des remblais hydrauliques et en pâte cimentés contenant 8 % Po

La Figure III. 17 montre que le remblai en pâte atteint et maintient des résistances en compression uniaxiale supérieures à celles du remblai hydraulique correspondant. Les mêmes tendances sont observées pour le mélange contenant 12 % Po mais à une ampleur différente. L'UCS du remblai hydraulique représenté atteint une valeur approximative de 475 kPa à 56 jours de durcissement qui diminue à environ 80 kPa après 365 jours alors que celui du remblai en pâte atteint des valeurs supérieures à 1 000 kPa après 56 jours de durcissement qui diminuent à environ 425 kPa après 365 jours.

Au niveau de l'effet de la teneur en pyrrhotite sur le gain de résistance, pour les remblais en pâte formés du rejet final (tous sauf le mélange formé de 85 % Po) (Figure III. 16), plus la teneur en Po est élevée, moins la résistance acquise est importante. Dans le cas du remblai

hydraulique, comme pour la réactivité, l'influence de la teneur en pyrrhotite sur l'UCS n'est pas clairement définie (Figure III. 15); les valeurs optimales d'UCS étant atteintes par le mélange contenant 8 % Po.

Influence du type de liant

Les Figure III. 18 et Figure III. 19 présentent respectivement l'évolution de l'UCS dans le temps, des remblais hydrauliques et en pâte cimentés contenant 12 % Po, en fonction du type de liant utilisé dans la fabrication des mélanges.

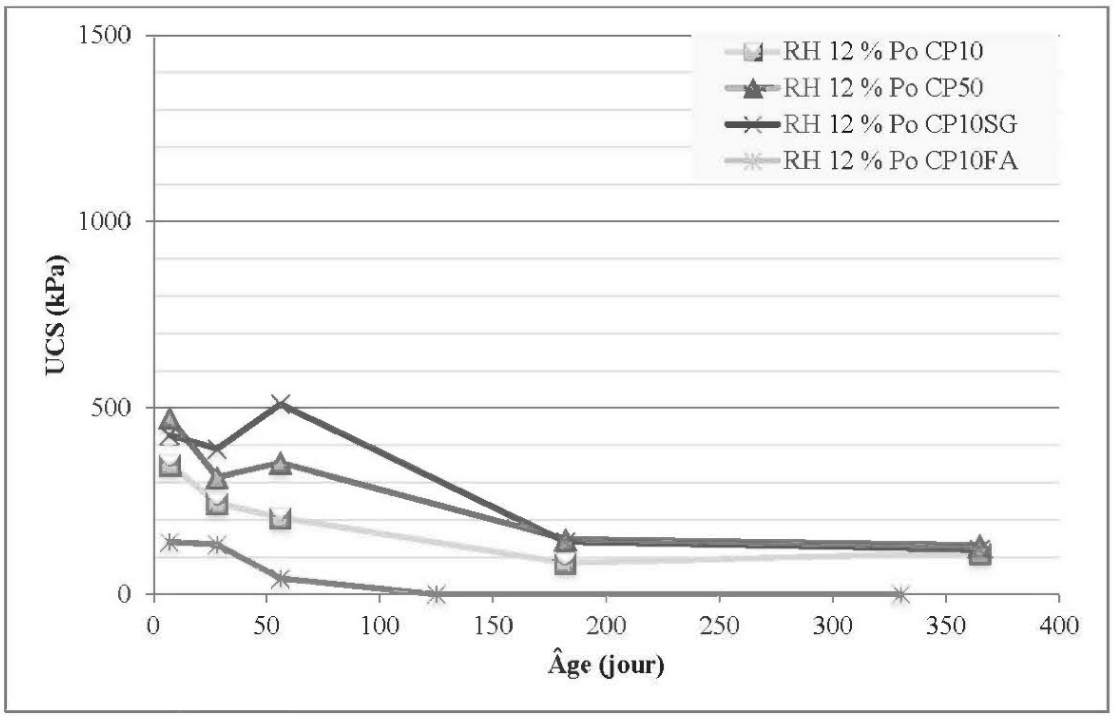


Figure III. 18 : Évolution de l'UCS des remblais hydrauliques en fonction du type de liant pour une teneur en pyrrhotite de 12 %

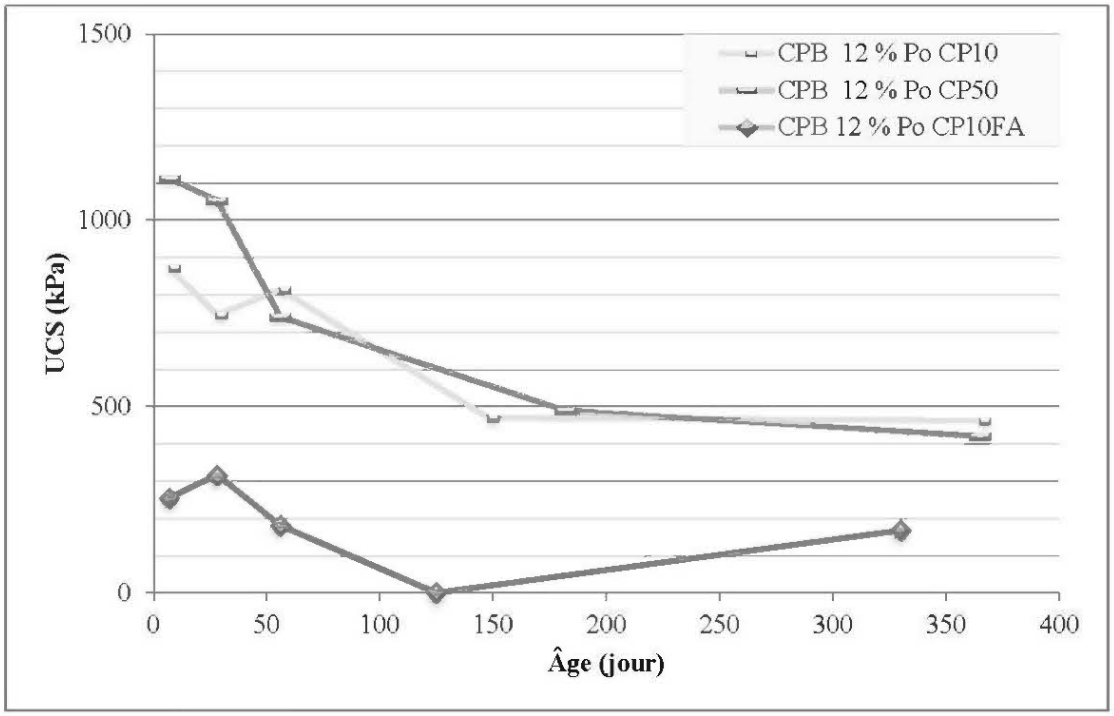


Figure III. 19 : Évolution de l'UCS des remblais en pâte en fonction du type de liant pour une teneur en pyrrhotite de 12 %

Les Figure III. 18 et Figure III. 19 montrent quà courts termes, les remblais composés de CPSG (type de liant représenté uniquement à la Figure III. 18) obtiennent de meilleures performances mécaniques que les autres types de liant. Le liant CP_{50} performe relativement bien par rapport au CP_{10}. Le liant CPFA à base de cendres volantes est le moins performant (autant pour le remblai hydraulique qu'en pâte). Ces résultats sont cohérents avec les travaux réalisés par d'autres auteurs sur l'optimisation de recettes de remblais miniers sulfureux (Benzaazoua, Fall et Ouellet, 2003) qui montrent la résistance aux sulfates des laitiers et du ciment CP50. Fait important à noter et illustré par les Figure III. 20, Figure III. 20 et Figure III. 21, pour une même teneur en Po (12 % dans ce cas), le remblai en pâte cimenté acquiert et maintient de meilleures résistances que le remblai hydraulique, peu importe le type de liant utilisé dans le mélange de remblai.

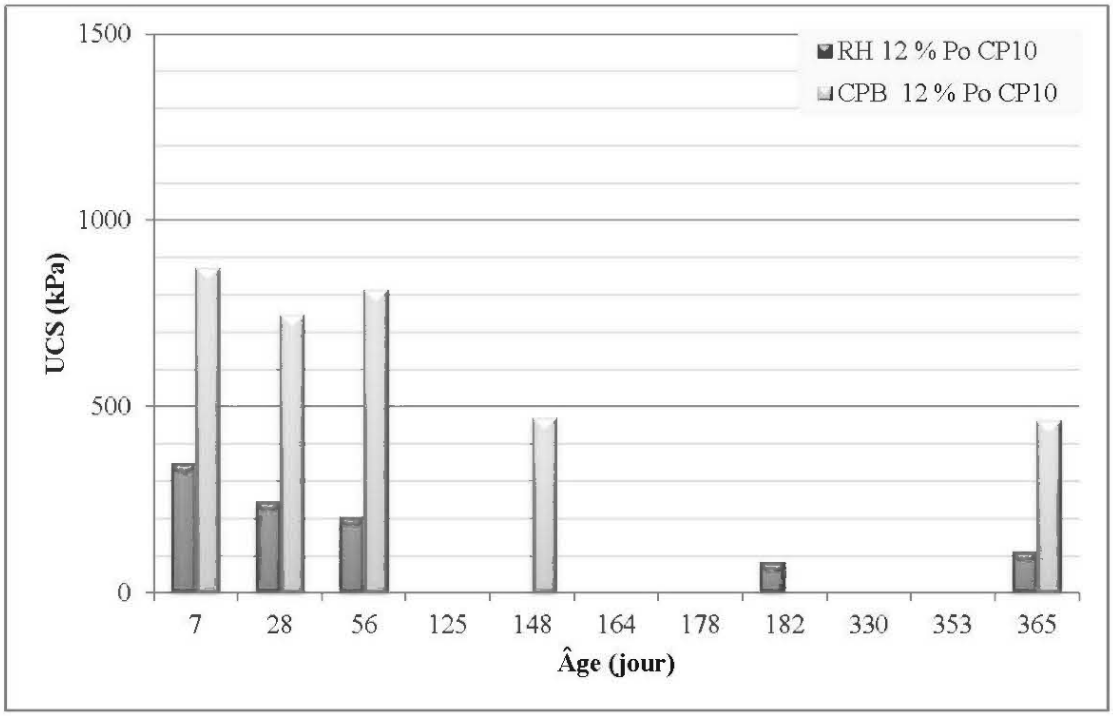


Figure III. 20 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CP_{10}

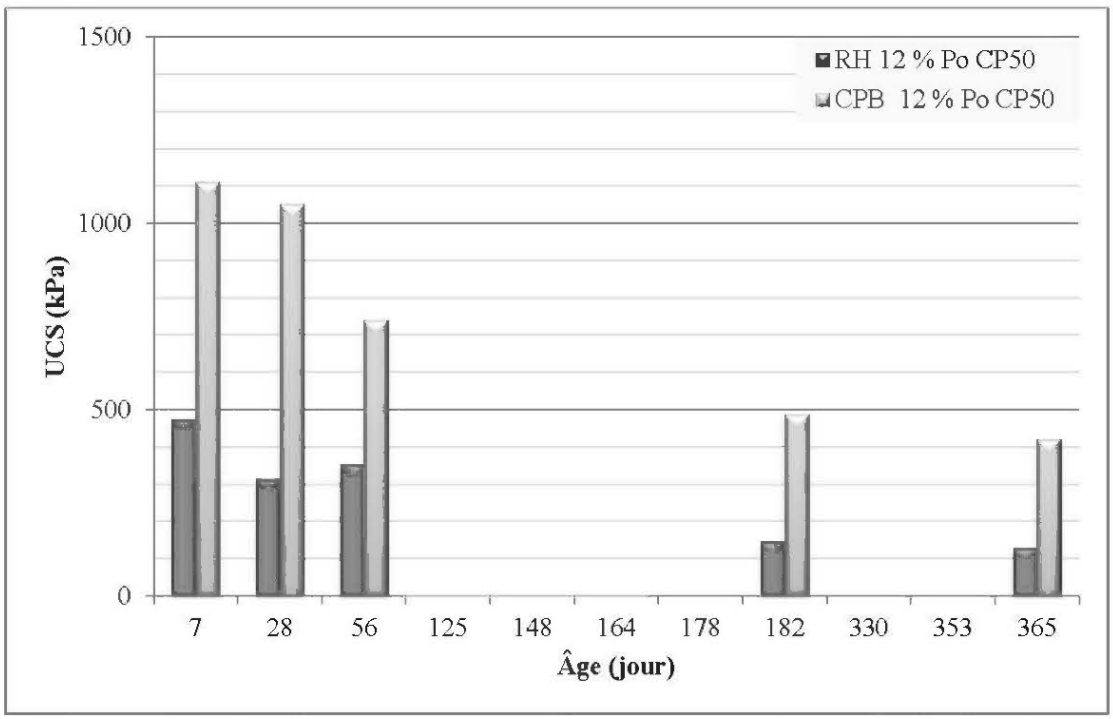


Figure III. 21 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CP_{50}

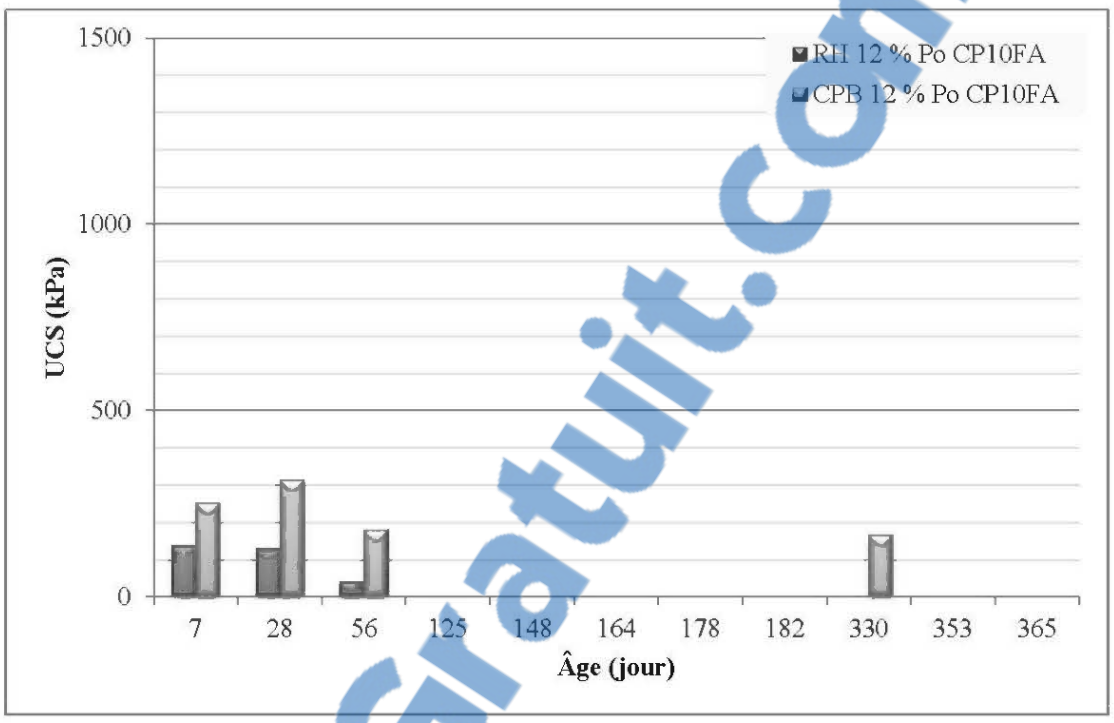


Figure III. 22 : UCS du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimenté avec du CPFA

3.2.3 Degré de saturation en eau

Les Figure III. 23 et Figure III. 24 présentent respectivement les mesures du degré de saturation en eau (S_r) prises sur l'ensemble des échantillons de remblais hydrauliques et en pâte cimentés, après chaque série de cassages. Comme ces échantillons ont été curés dans les mêmes conditions que ceux ayant servis aux essais CO, il est considéré que les tendances en termes de saturation sont les mêmes. Les échantillons de remblais qui ont servi à l'évaluation du degré de saturation étaient curés à l'air libre (mêmes conditions que les échantillons testés lors des essais CO). Ainsi, les conditions représentées dans ce cas particulier sont celles des 10 premiers centimètres de la surface de la masse de remblai et non celles au cœur du chantier remblayé.

Rapport-Gratuit.com

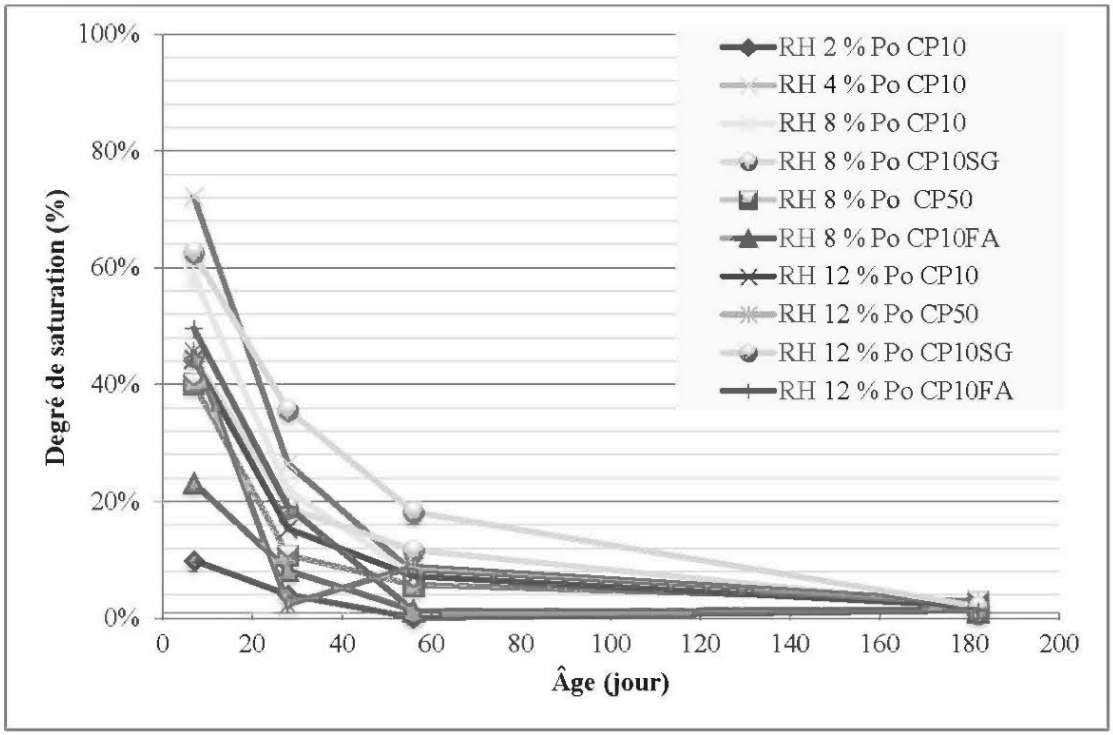


Figure III. 23 : Évolution de degré de saturation en eau en fonction du temps pour les remblais hydrauliques cimentés

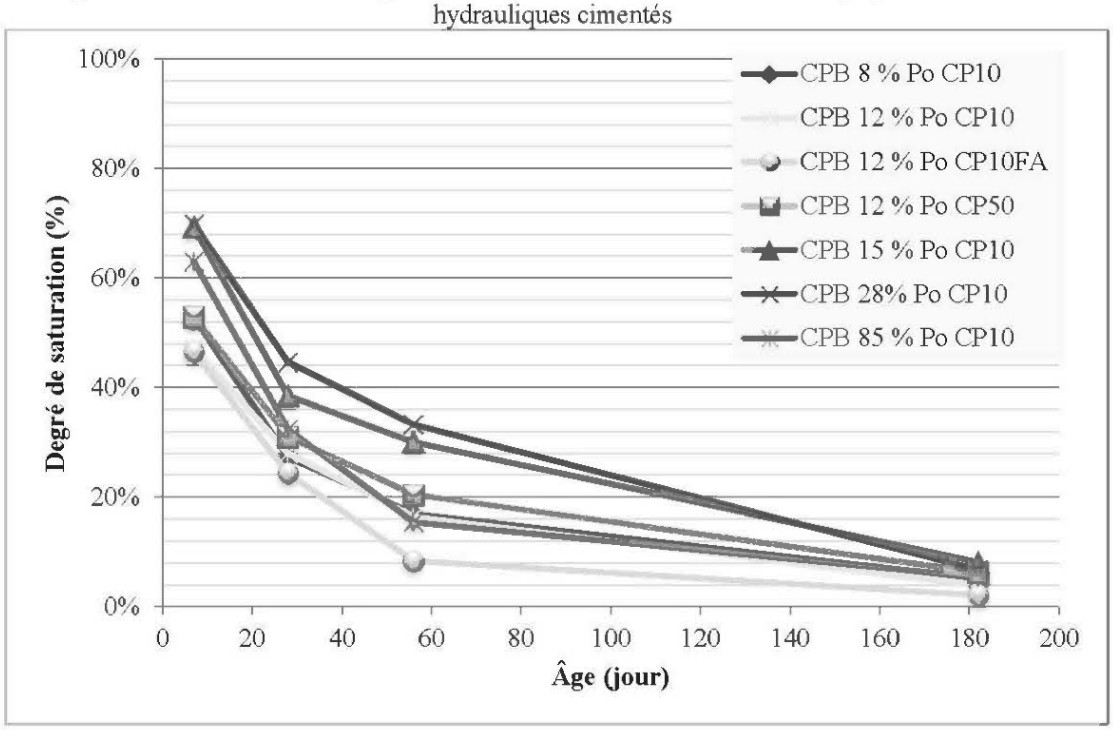


Figure III. 24 : Évolution de degré de saturation en eau en fonction du temps pour les remblais en pâte cimentés

Les résultats indiquent une décroissance du degré de saturation dans le temps pour tous les mélanges de remblais (hydrauliques et en pâte) peu importe le type de liant utilisé ou la proportion de Po incluse dans le mélange (avec une désaturation plus lente pour les remblais en pâte)[8]. Il est à noter que pour une technologie donnée, *i.e,* soit pour la technologie du remblai en pâte ou la technologie du remblai hydraulique, une proportion différente en Po dans le mélange entraine une distribution granulométrique également différente[9], avec une granulométrie plus fine lorsque la teneur en Po augmente (ajout de rejet fin pour atteindre la teneur en Po visée, voir Figure III. 5). Pour vérifier si la proportion en Po ou autrement dit la granulométrie du mélange affecte la capacité du matériel à demeurer saturé, les Figure III. 25 et Figure III. 26 reprennent respectivement les mesures réalisées sur les mélanges de remblais hydrauliques et en pâte composés d'un même type de liant (CP_{10}).

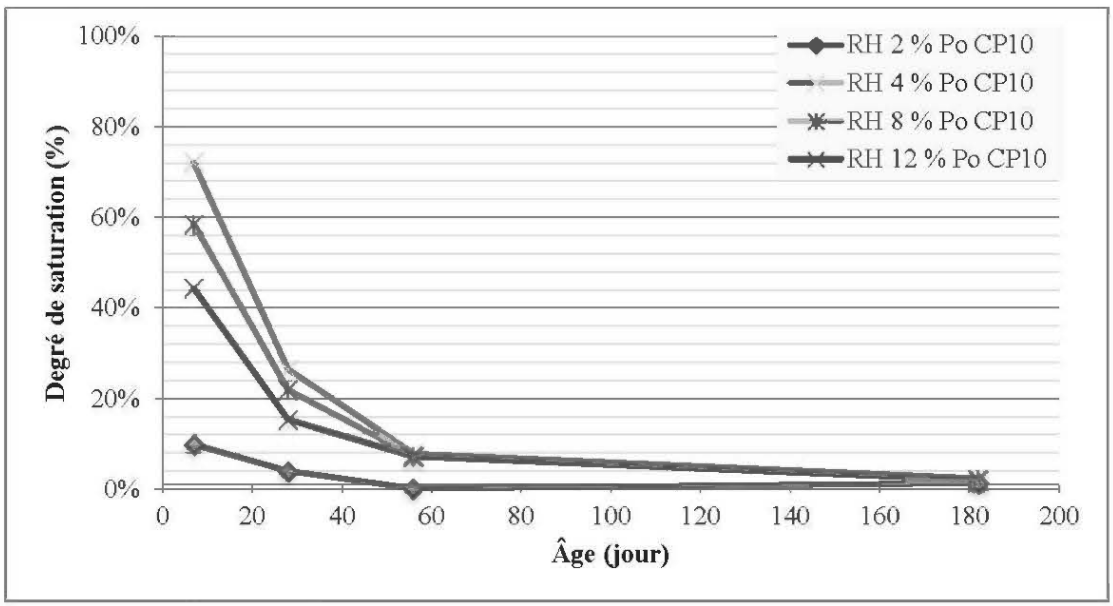


Figure III. 25 : Évolution de degré de saturation dans le temps en fonction de la teneur en Po (ou granulométrie des mélanges) pour les remblais hydrauliques cimentés avec du CP_{10}

[8] Rappelons que les conditions de durcissement des remblais ne sont toutefois pas conventionnelles – exposés aux conditions ambiantes.

[9] Même si les critères de fabrication de chacun des types de remblais, en termes de granulométrie, demeurent respectés.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

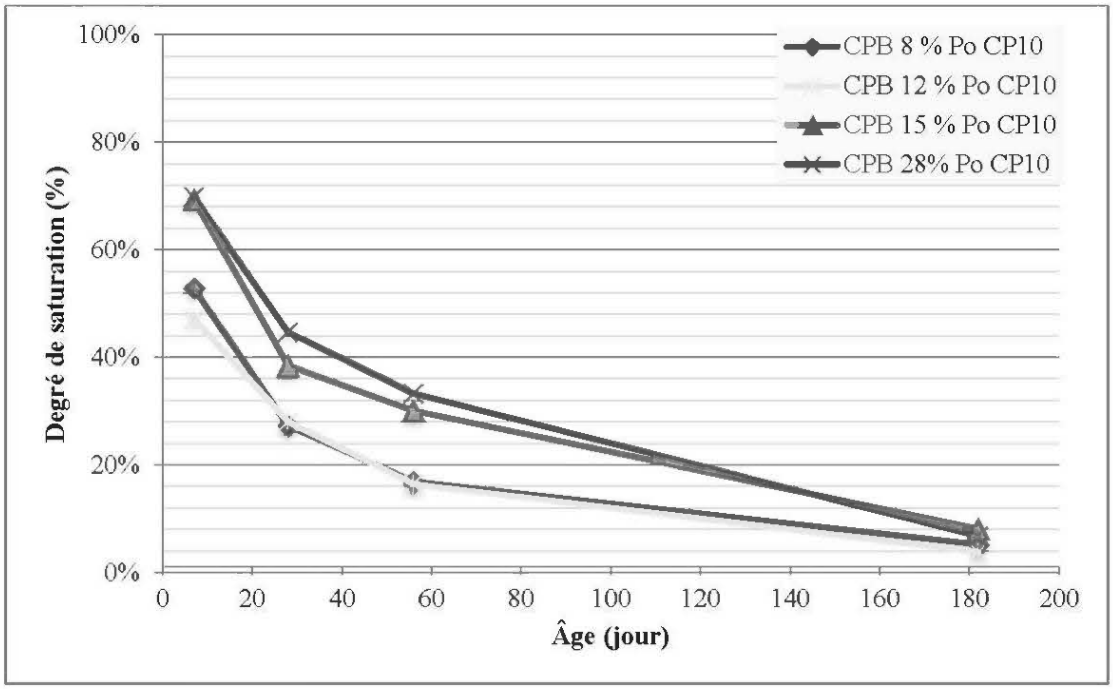


Figure III. 26 : Évolution de degré de saturation dans le temps en fonction de la teneur en Po (ou granulométrie des mélanges) pour les remblais en pâtes cimentés avec du CP_{10}

Les Figure III. 25 et Figure III. 26 montrent qu'indirectement, la proportion en Po ajoutée aux mélanges de remblais hydrauliques ou en pâte dans cette étude a un impact sur la saturation du milieu. Globalement, plus le remblai contient de pyrrhotite, plus il demeure saturé probablement en raison de sa granulométrie plus fine (plus grande perméabilité et plus faible capacité de rétention d'eau).

3.2.4 Analyse post-essais

Tous les résultats d'analyses issus de la post-caractérisation *i.e.*, certificats d'analyses chimiques (incluant la quantification des sulfates), diffractogrammes de rayons X et profils thermogravimétriques, effectuées sur des remblais sélectionnés (RH 2 % Po, 8 % Po et 12 % Po CP_{10}, CPB 8 % Po, 12 % Po et 28 % Po CP_{10}), âgés de 28 et 182 jours, sont présentés en annexe (Appendice B). Cette section présente un résumé des résultats à partir desquels peuvent être tirés les informations les plus pertinentes.

Analyses chimiques et quantification des sulfates

La Figure III. 27 présente les résultats de la quantification des sulfates pour les échantillons de remblais hydrauliques et en pâte cimentés contenant 8 % Po, à l'état frais, âgés de 28 et 182 jours.

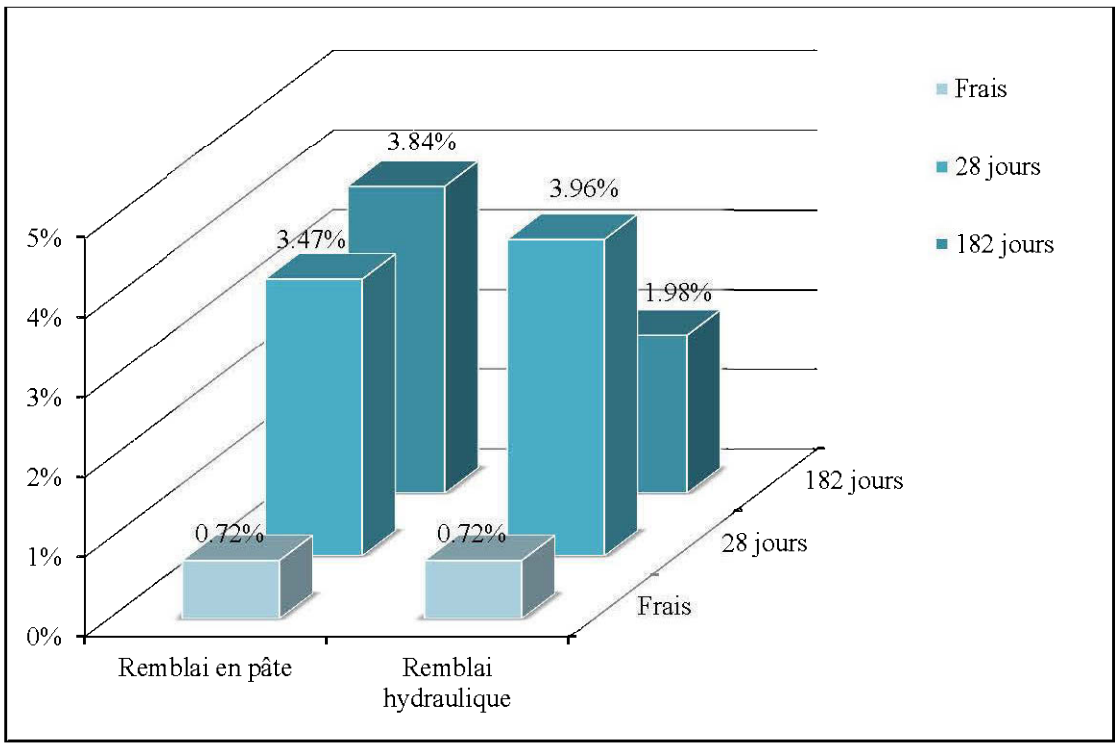


Figure III. 27 : Quantification des sulfates pour les échantillons de remblais frais, âgés de 28 jours et de 182 jours contenant 8 % Po

La Figure III. 27 montre des teneurs en sulfates plus élevées dans les remblais âgés de 28 jours et 182 jours (entre 1,98 % et 3,96 %) que dans les remblais frais (0,72 %), signifiant qu'il y a eu oxydation des minéraux sulfureux dans les mélanges (hydraulique et en pâte) et précipitation des sulfates produits (voir Équations II.1 à II.6). À 28 jours, la teneur en sulfates est un peu plus élevée dans le mélange de remblai hydraulique que dans le mélange de remblai en pâte (3,96 % *vs* 3,47 % respectivement). Par ailleurs, à 182 jours, la teneur en sulfates continue d'évoluer faiblement dans le cas du remblai en pâte (de 3,47 % à 3,84 %) mais l'inverse est observé pour le remblai hydraulique (de 3,96 % à 1,98 %). La perte de

soufre sous forme de sulfates dans les remblais hydrauliques, corroborée par les analyses en soufre à l'ICP (voir certificats d'analyses en annexe, Appendice B) pourrait signifier que des émanations de SO_2 (désulfuration - voir Équations du Tableau II.3) ont eu lieu dans la chambre de durcissement, même si aucune concentration n'a été mesurée au chromatographe durant les essais CO. Les odeurs de soufre en provenance de la chambre perçues durant cette période pourraient ainsi être expliquées.

Analyses minéralogiques au DRX et à l'ATD-ATG-DSC

L'analyse minéralogique au DRX des remblais cimentés indique la présence de phases cimentaires sulfatées, représentées essentiellement par du gypse et en plus faible quantité par de l'ettringite (confirmée par les analyses thermogravimétriques donc les pics observés sont résumés au Tableau III. 8, page 135). La Figure III. 28 compare la quantification minérale des phases cimentaires développées dans le remblai hydraulique et en pâte contenant 8 % Po, à 182 jours. Cette quantification doit être considérée avec prudence puisque la précision des mesures pour des valeurs < 1% est faible; les résultats informent toutefois sur la présence ou l'absence des composés. Il est également important de rappeler que les phases mal cristallisées et amorphes ne sont pas détectées par la DRX. Aussi, en raison des très faibles valeurs détectées à 28 jours, il a été jugé non pertinent de présenter ces valeurs.

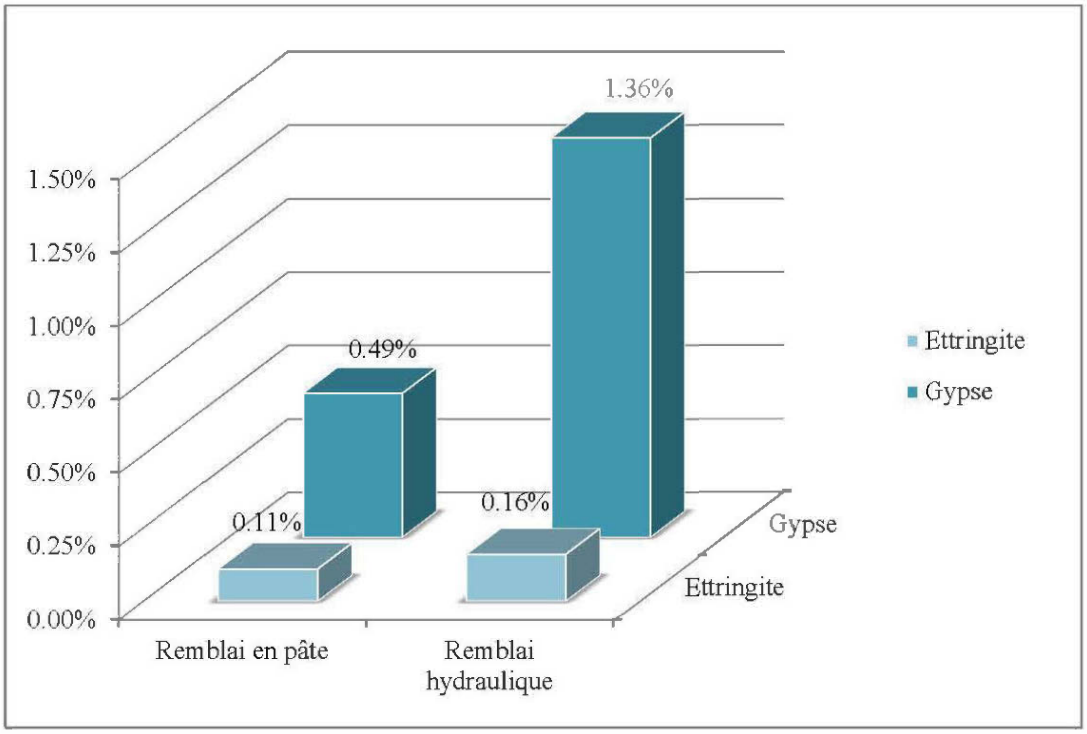


Figure III. 28 : Quantification minérale des phases cimentaires développées dans le remblai hydraulique et en pâte contenant 8 % Po, à 182 jours de durcissement

Globalement, la Figure III. 28 indique qu'après 182 jours de durcissement, le remblai hydraulique développe davantage de gypse et d'ettringite que son équivalent en pâte. Ces phases sulfatées expansives sont connues pour être responsables des pertes de résistance dans les remblais (voir les travaux de Benzaazoua et ses collaborateurs sur le sujet : Benzaazoua, 1996; Benzaazoua *et al.*, 1999; Benzaazoua *et al.*, 2004), ce qui est en accord avec les résultats UCS obtenus.

Un résumé des résultats issus de l'ensemble de l'analyse post-essais est présenté dans le Tableau III. 9.

Tableau III. 8: Pics observés à l'ATD-ATG-DSC
(Todor, 1976; Dweck *et al.*, 2000 et 2002; Ramachandran *et al.*, 2002; Mayoral *et al.*, 2002; Hu *et al.*, 2003; Veldalakshmi *et al.*, 2003; cités dans Fried, 2005 et Ouellet, 2006).

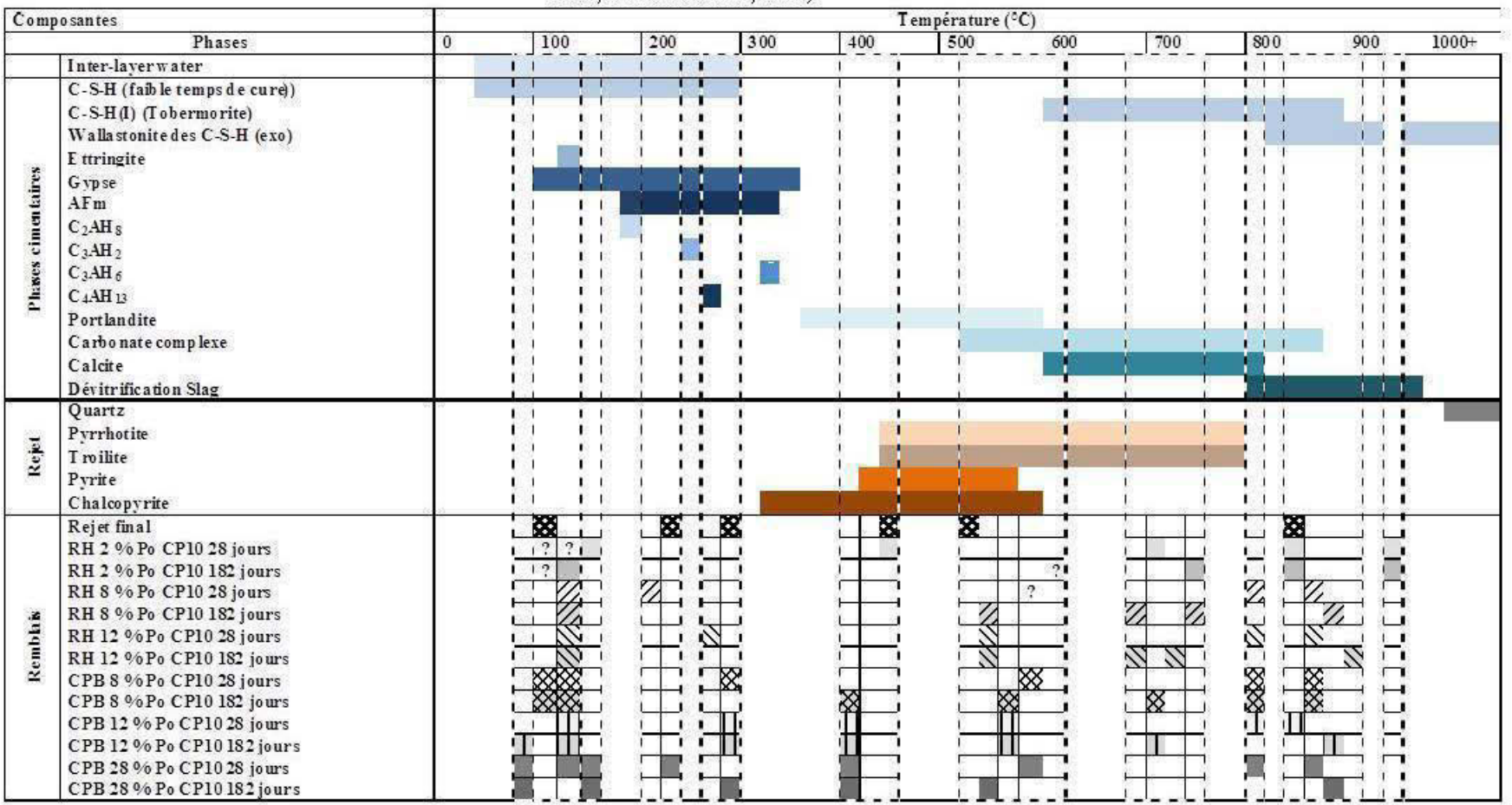


Tableau III. 9 : Résumé des résultats de l'analyse post-essais

Remblai	Méthode		Résulats (selon l'âge du mélange)		Commentaire
			28 jours	182 jours	
RH2 %PoCP$_{10}$	Sulfate		1,05%	0,90%	• Faible perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Pas de changement significatif entre 28 et 182 jours
	DRX	Gypse	0,14%	0,91%	
		Ettringite	0,11%	0,15%	
		Calcite	1,99%	3,35%	
	ATD-ATG-DSC		Gypse/ettringite, Carbonates complexes	Gypse/ettringite, Carbonates complexes	
RH8 %PoCP$_{10}$	Sulfate		3,96%	1,98%	• Faible perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Disparition des AFm, Calcite → carbonate complexe dans le temps
	DRX	Gypse	0,13%	1,36%	
		Ettringite	0,07%	0,16%	
		Calcite	1,96%	2,91%	
	ATD-ATG-DSC		Gypse/ettringite, AFm, Calcite	Gypse/ettringite, Carbonates complexes	
RH12%PoCP$_{10}$	Sulfate		4,80%	2,10%	• Faible perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Disparition des AFm, Calcite → carbonate complexe
	DRX	Gypse	0,32%	1,92%	
		Ettringite	0,06%	0,21%	
		Calcite	2,46%	3,78%	
	ATD-ATG-DSC		Gypse/ettringite, AFm, Calcite	Gypse/ettringite, Carbonates complexes	
CPB8%PoCP$_{10}$	Sulfate		3,47%	3,84%	• Pas de perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Disparition des AFm
	DRX	Gypse	0,83%	0,49%	
		Ettringite	0,15%	0,11%	
		Calcite	2,47%	2,11%	
	ATD-ATG-DSC		Gypse/ettringite, AFm, Calcite	Gypse/ettringite, Carbonates complexes, calcite	
CPB12%PoCP$_{10}$	Sulfate		4,08%	3,63%	• Perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Gels C-S-H à 182 jours; Calcite → carbonate complexe
	DRX	Gypse	0,04%	1,54%	
		Ettringite	0,04%	0,10%	
		Calcite	2,02%	2,63%	
	ATD-ATG-DSC		Gypse/ettringite, AFm, Calcite	C-S-H, Gypse/ettringite AFm, Carbonates complexes	
CPB28%PoCP$_{10}$	Sulfate		5,54%	3,36%	• Perte de sulfate • Formation de carbonate, gypse et ettringite dans le temps • Gels C-S-H; Disparition de la calcite
	DRX	Gypse	0,51%	0,94%	
		Ettringite	0,05%	0,07%	
		Calcite	3,41%	3,72%	
	ATD-ATG-DSC		C-S-H, Gypse/ettringite, AFm, Calcite	C-S-H, Gypse/ettringite, AFm	

Globalement, l'analyse post-essais indique la formation de phases sulfatées expansives tels le gypse et l'ettringite durant le durcissement du liant à l'étude (CP_{10}), indiquant qu'il y a eu oxydation de la pyrrhotite et ce, à l'intérieur des deux types de remblais (hydraulique et en pâte). Pour la plupart des mélanges caractérisés (à l'exception du mélange de remblai en pâte cimenté contenant 8 % Po), une perte de sulfates entre 28 et 182 jours est observée, possiblement en raison de la désulfuration (émanation SO_2 gazeux). Le RPC contenant 8 % Po ne présente pas une réactivité aussi élevée que les autres mélanges; il est possible que l'oxydation de la pyrrhotite n'ait pas été suffisamment élevée dans ce mélange pour mener à l'émission de SO_2.

3.3 ANALYSE DES RÉSULTATS

Les résultats de cette partie des travaux indiquent une évolution du comportement physico-chimique suivant les mêmes tendances, mais d'ampleur différente, pour les remblais hydraulique et en pâte cimentés. En termes de réactivité, les technologies permettent de réduire à courts termes la réactivité des rejets sulfureux, le remblai en pâte étant toutefois plus performant que le remblai hydraulique. Fait intéressant observé dans cette étude est que la réactivité des échantillons de contrôles (non cimentés) diminue également, à l'image de celle des remblais cimentés, dans le temps. Au niveau du comportement mécanique, bien que des pertes de résistances soient observées sur l'ensemble des mélanges, le remblai en pâte cimenté atteint et maintient de meilleures résistances en compression uniaxiale que le remblai hydraulique. En termes de saturation, le remblai en pâte semble plus apte que le remblai hydraulique à maintenir des degrés de saturation élevés même si une désaturation du milieu est observée à l'intérieur des deux types de remblais[10]. Enfin, l'analyse post-essais indique la formation de phases sulfatées expansives dans les deux types de remblais cimentés ce qui signifie que la pyrrhotite s'est oxydée même en présence de liant (oxydation ± importante selon le type de technologie). Dans certains cas, l'oxydation de la pyrrhotite semble même

---

[10] Rappelons les conditions de durcissement particulières des échantillons UCS de cette étude; à l'air libre et à une température de 30°C.

avoir été suffisamment importante pour mener à l'émanation de SO_2, comme le suggère la chute des teneurs en sulfates.

Afin de poursuivre plus loin notre compréhension des phénomènes se produisant à l'intérieur des remblai miniers cimentés constitués de rejets miniers avec pyrrhotite, les prochaines sections se penchent sur les principaux facteurs pouvant expliquer les tendances observées en termes d'évolution de la réactivité dans un contexte de remblais miniers cimentés; l'évolution de la résistance en compression uniaxiale s'expliquant par le phénomène de l'attaque sulfatique. Essentiellement, trois facteurs régissant la réactivité des remblais miniers cimentés sont mentionnés dans la littérature soient: la passivation des surfaces de la pyrrhotite par les produits de son oxydation et/ou par le liant, la saturation du milieu et la présence d'une couche indurée de faible porosité à la surface des remblais (Ouellet *et al.*, 2003 et 2006).

3.3.1 Passivation des surfaces et réactivité de la pyrrhotite

L'évolution de la réactivité des minéraux sulfureux, selon l'état de leur surface, a été étudiée antérieurement par différents auteurs à partir de méthodes électrochimiques. Par rapport à d'autres méthodes, les techniques électrochimiques présentent l'intérêt de fournir rapidement des résultats et de requérir une faible quantité d'échantillon (Liu, 2008). L'électrochimie a d'ailleurs été utilisée avec succès pour étudier la réactivité de rejets miniers sulfureux (Benzaazoua, 1996; Cruz *et al.*, 2001; Villeneuve, 2004; Cruz, González et Monroy, 2005; Sorenti, 2007; Vitel, 2010). Elle a notamment été utilisée dans le cadre d'études visant à vérifier l'effet de l'altération (ou passivation des surfaces par les produits de l'oxydation) sur la réactivité de la pyrrhotite (Cruz, González et Monroy, 2005) et l'effet d'un liant (ciment Portland ordinaire, GU) sur la réactivité de sulfures tels la pyrite et l'arsénopyrite (Benzaazoua, 1996). À la connaissance de l'auteur, l'effet du liant sur la réactivité de la pyrrhotite dans un contexte de remblai minier cimenté n'a pas été étudié de cette manière.

À la base, l'électrochimie est la discipline qui s'intéresse aux relations entre la chimie et l'électricité. Par définition, un procédé électrochimique de transformation de la matière se distingue d'un procédé chimique par le fait que, au lieu de réactifs chimiques, c'est le courant

Rapport-Gratuit.com

électrique qui est utilisé pour obtenir la transformation. Le terme d'électrolyse, signifiant étymologiquement décomposition par l'électricité, a été introduit pour caractériser ce type de transformation chimique. L'opération s'effectue dans une cellule d'électrolyse, dans laquelle la substance à transformer est placée dans un liquide pouvant être traversé par le courant et qu'on appelle électrolyte, et dans laquelle aboutit le circuit électrique permettant l'entrée et la sortie du courant au moyen de deux électrodes au contact de l'électrolyte (Trémillon et Durand, 1999) . L'étude et la mise au point de tout procédé électrochimique doit débuter par une étude analytique afin de caractériser les processus mis en œuvre, suivant une méthodologie expérimentale qui est désignée sous l'appellation de voltampérométrie. La voltampérométrie cyclique à balayage consiste à imposer à un matériau inséré dans une électrode de travail, un balayage de potentiel jusqu'à ce que les conditions énergétiques à la surface du solide provoquent des réactions électrochimiques. Les transferts de charges associés à ces réactions électrochimiques sont enregistrés en tant que courant électrique. Le graphique du courant généré en fonction de la différence de potentiel imposée constitue un voltampérogramme (I=f(E)).

Une étude électrochimique est donc réalisée dans ce qui suit afin d'expliquer les comportements observés dans cette étude au niveau de la réactivité de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés. Elle vise plus particulièrement à mieux comprendre les différences en termes de réactivité, à faibles temps de cure, entre les mélanges de remblai cimentés et non cimentés (Figure III. 29).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

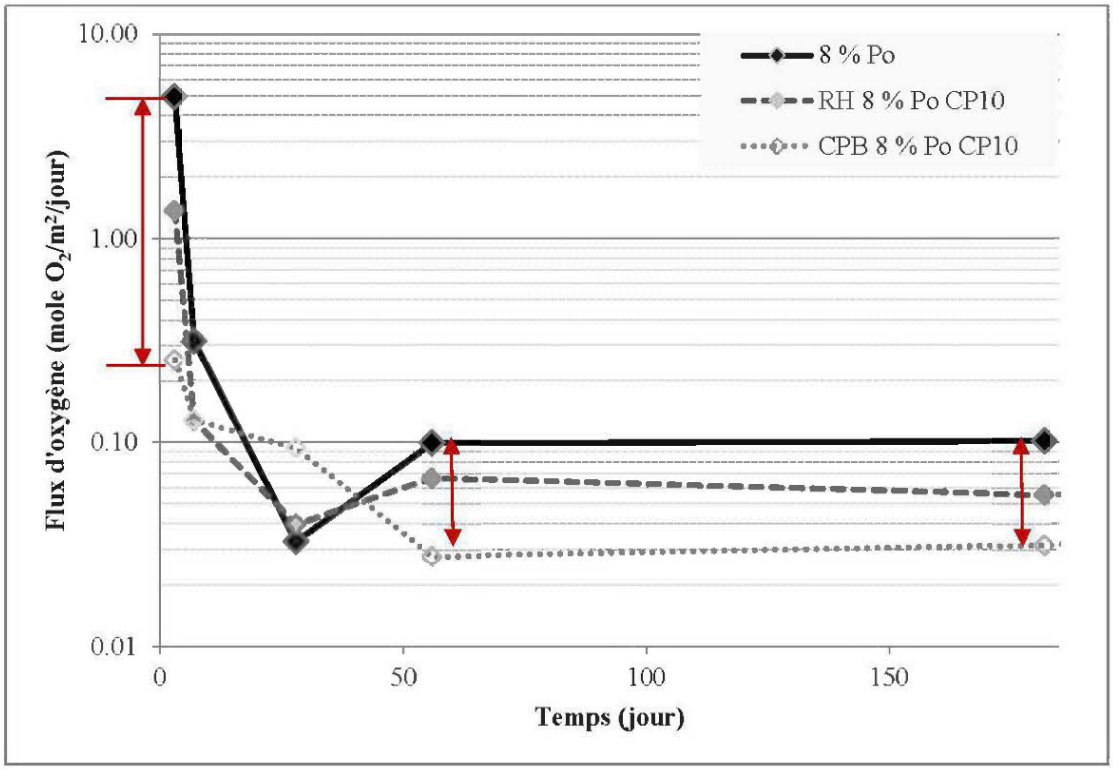


Figure III. 29: Profils des flux d'oxygène consommés par les mélanges contenant 8 % Po

Tel qu'illustré à la Figure III. 29, pour une proportion en pyrrhotite donnée (8 % Po dans l'exemple présenté), une diminution dans le temps des flux d'oxygène consommés par les remblais non cimentés est observée. Selon Cruz, González et Monroy (2005), il est possible que ce comportement soit lié à une passivation de la surface des grains de pyrrhotite par les produits issus de son oxydation, réduisant ainsi la réactivité. Par ailleurs, la Figure III. 29 marque un écart entre les flux d'oxygène consommés par les remblais cimentés et les remblais non cimentés (pour une même teneur en pyrrhotite), particulièrement à faibles temps de cure. Ces écarts suggèrent que, même si les produits issus de l'oxydation de la pyrrhotite participent à la passivation de la surface de ses grains et contribuent à réduire sa réactivité, ce facteur n'est pas suffisant pour expliquer les valeurs de flux associés aux remblais cimentés. Il apparait donc possible, tel que proposé par Benzaazoua (1996), que la présence de liant participe aussi à la passivation des surfaces des grains de la pyrrhotite et contribue à réduire sa réactivité.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

La présente étude se base sur les approches proposées par Cruz, González et Monroy (2005) et Benzaazoua (1996). Elle utilise les mêmes paramètres d'essais (direction et intensité de balayage) ainsi que les mêmes électrodes de travail (pyrrhotite massive) et de références que Vitel (2010). Ainsi, les profils électrochimiques obtenus pourront être comparés aux travaux antérieurs. Dans cette analyse, l'électrochimie n'est pas utilisée pour faire une étude détaillée des mécanismes et réactions d'oxydoréduction se déroulant à la surface de la pyrrhotite. Elle est plutôt utilisée sur une base qualitative afin de discriminer la contribution possible de chacun des facteurs (produits de l'oxydation et liant) sur la réactivité de la pyrrhotite.

Étude antérieure de González et Monroy (2005)

Cruz, González et Monroy (2005) ont utilisé l'électrochimie pour étudier la réactivité de la pyrrhotite à différents stades d'altération. Cette étude s'intéresse particulièrement à la réactivité de rejets miniers sulfureux contenant de la pyrrhotite lorsqu'ils sont exposés aux conditions ambiantes (disposés dans un parc à résidus par exemple). La stratégie de ces auteurs consistait à exposer la pyrrhotite à des conditions agressives d'altération et à comparer la réponse voltampérométrique du minéral à travers le processus d'altération; les changements de comportement électrochimique étant associés à un changement de l'état des surfaces du minéral et reliés au changement de sa réactivité. Dans l'étude de Cruz, González et Monroy (2005), l'analyse voltampérometrique débute par le balayage du potentiel dans la direction positive, à partir du potentiel en circuit ouvert mesuré, et couvre les potentiels compris entre -1500 et 800 mV. La vitesse de balayage est de 20 mV/s. L'électrode de travail est plongée dans un électrolyte neutre (pH $\approx$ 6,5) de $NaNO_3$ à 0,1 M.

Les résultats de l'étude de Cruz, González et Monroy (2005), en accord avec d'autres études (Taylor, 1970; Taylor et Mao, 1971; Buckley et Woods 1985; Buckley, Hamilton et Woods , 1981 et 1988; Jones *et al.,* 1992; Pratt, Muir et Nesbitt, 1994; Mikhlin *et al.,* 1998, 2000, 2001, 2002, cités dans Belzile *et al.,* 2004) montrent que les différentes phases issues de l'oxydation de la pyrrhotite se présentent en couches distinctes (3) à la surface du minéral, tel qu'illustré à la Figure III. 30.

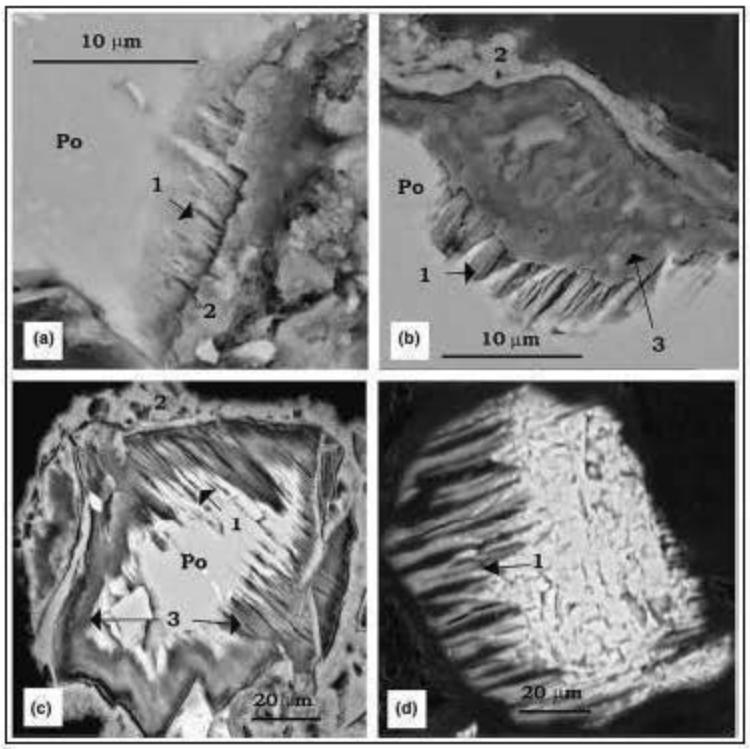


Figure III. 30 : Images MEB de la pyrrhotite en fonction du temps d'altération: (a) 2 semaines, (b) 4 semaines et (c) 10 semaines et (d) échantillon lavé après 10 semaines d'altération. Le nombre sur l'image indique: (1) structures lamellaires avec teneur en Fe plus faible que dans la pyrrhotite; (2) phase riche en Fe et O et (3) phase de composition S majoritairement. Po, pyrrhotite (tirée de Cruz, R., Gonzalez, I. et Monroy, 2005).

Il s'agit :

- une couche déficiente en fer en contact immédiat avec la pyrrhotite;
- une couche intermédiaire formée de soufre élémentaire essentiellement;
- et une couche externe conçue de précipités d'oxyhydroxydes de fer comme la goethite.

Selon ces auteurs, les produits d'oxydation auraient un effet sur la réactivité du minéral en passivant ses surfaces; la couche formée d'oxyhydroxides faisant lieu de barrière de diffusion et la couche formée de S élémentaire ayant le plus grand impact sur la réactivité de la pyrrhotite. La réponse électrochimique corroborant ces affirmations est présentée à la Figure III. 31.

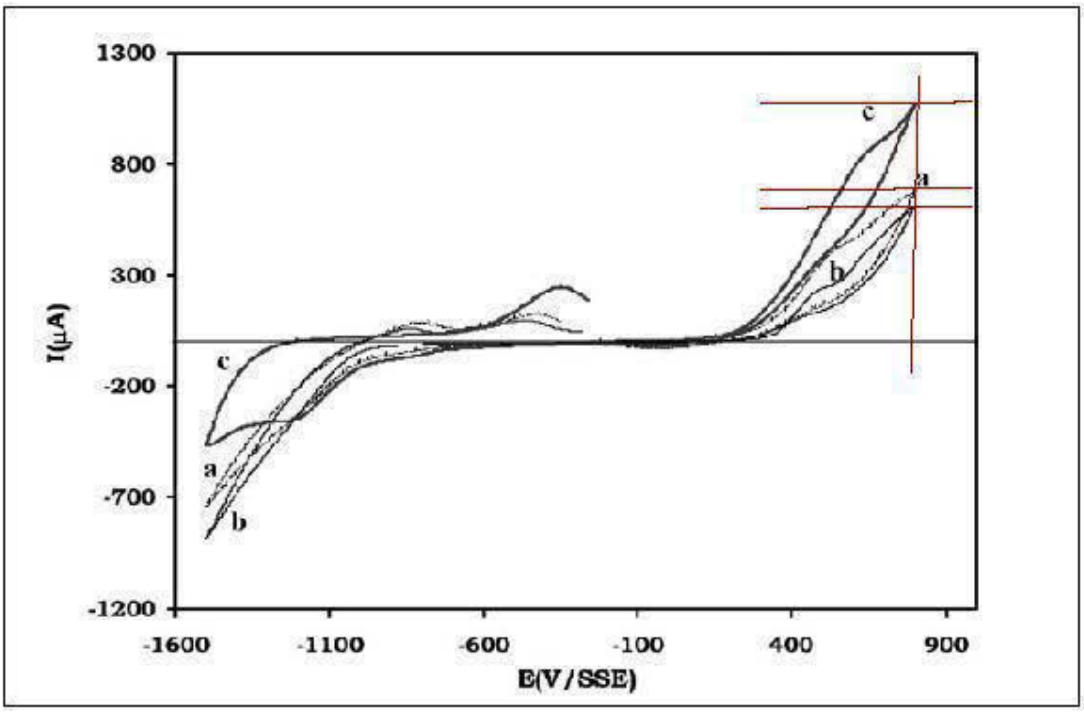


Figure III. 31 : Voltampérogramme d'une pyrrhotite altérée 10 semaines avant élimination des phases à la surface du grain (a); après élimination de la couche formée de Fe oxy-hydroxyde (b) et après élimination du S et du Fe oxy-hydroxyde (c), d'après Cruz, González et Monroy, (2005)

La Figure III. 31 montre que les courants atteints à la charge maximale sont plus élevés lorsque la pyrrhotite est rafraîchie de ses produits d'oxydation (couche d'oxyhydroxyde de fer (b) et couche de S élémentaire + couche d'oxyhydroxyde de fer (c)) que pour la pyrrhotite altérée (a).

Étude antérieure de Benzaazoua (1996)

Benzaazoua (1996) a utilisé l'électrochimie pour étudier la réactivité de la pyrite et de l'arsénopyrite dans un milieu calcique alcalin, *i.e.* en utilisant un électrolyte tamponné avec du ciment Portland. Pour simuler les processus d'altération des minéraux sulfureux étudiés, Benzaazaoua (1996) leur a fait subir un double balayage lors de l'analyse voltampérométrique. Dans cette étude, l'analyse voltampérometrique débute par le balayage

du potentiel dans la direction positive, à partir du potentiel en circuit ouvert mesuré, et couvre les potentiels compris entre environ -800 et 1 200 mV. La vitesse de balayage est de 20 mV/s. L'électrode de travail est plongée dans un électrolyte tamponné avec du ciment Portland (pH ≈ 12,5). Cet auteur montre que l'électrochimie représente une technique efficace pour étudier les mécanismes d'oxydation des minéraux étudiés en milieu alcalin. Il suggère que le ciment Portland puisse aussi contribuer à la passivation des surfaces des minéraux étudiés (pyrite et arsénopyrite dans ce cas) et réduire leur réactivité.

Analyse électrochimique

Les analyses électrochimiques de cette étude sont réalisées par voltampérométrie cyclique à l'aide d'un potentiostat/Galvanostat VersaSTAT 3F qui impose un taux de balayage donné et qui est couplé au logiciel Versastudio pour la prise des mesures. Le système est composé de trois électrodes (Figure III. 32):

- Une contre-électrode de platine qui sert au passage et à la mesure du courant créé par électrolyse. Un processus de réduction est caractérisé par un courant cathodique ($I < 0$) tandis qu'un processus d'oxydation se définit par un courant anodique ($I > 0$);
- Une électrode de référence Ag/AgCl/NaCl 3M qui sert de potentiel fixe. Le potentiel est contrôlé et mesuré entre cette électrode et l'électrode de travail;
- Une électrode de travail formée d'une pyrrhotite massive. L'électrode est constituée à partir du matériau à étudier là où ont lieu les processus d'oxydoréduction. Elle est portée à un certain potentiel et le courant qui passe à travers est mesuré.

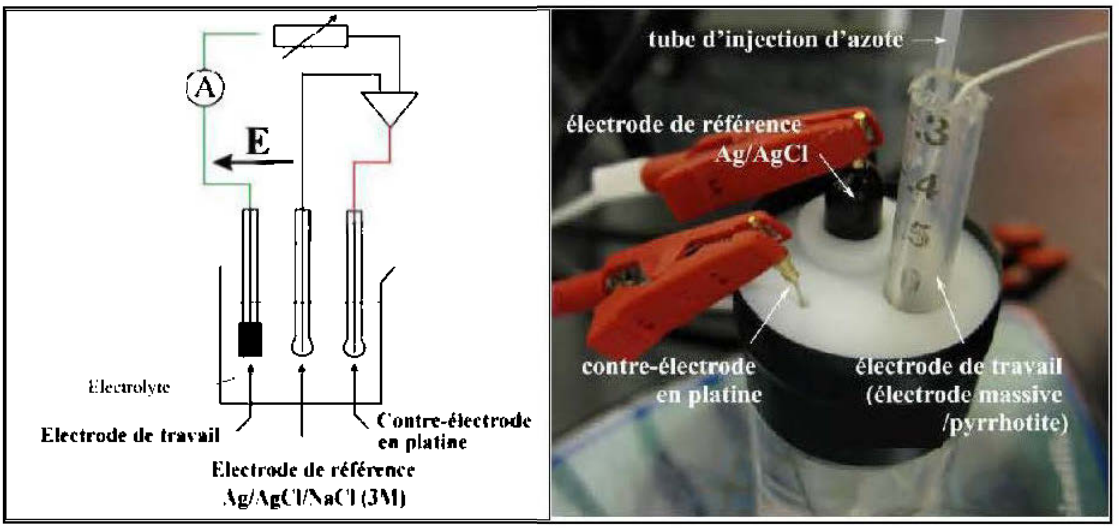


Figure III. 32 : Dispositif expérimental pour l'étude électrochimique
(inspiré de Sorenti, 2007 et de Vitel, 2010)

Électrode de travail

Plusieurs types d'électrodes de travail peuvent être envisagés (massive, en sachet, à pâte de carbone et à grains fixés) dans le cadre d'études voltampérométriques. Pour cette étude, c'est une électrode de pyrrhotite massive qui est utilisée (*cf.* Vitel, 2010). Ce type d'électrode présente l'avantage d'être simple à fabriquer, de fournir des mesures fiables et d'avoir une surface de réaction facile à déterminer (Ahlberg, Forssberg et Wang, 1990; Flatt et Woods, 1995 ; Kelsall *et al.,* 1999 ; Mikhlin, 2000 ; Tao *et al.,* 2003 ; Liu *et al.,* 2008).

La pyrrhotite utilisée pour la fabrication de l'électrode de travail provient de Galax, Virginie, États-Unis. Une observation au MEB couplée à la microanalyse EDS (Figure III. 33) met en évidence des inclusions de carbonate de fer (ankérite et dolomite – en gris foncé sur l'image) dans le grain de pyrrhotite (gris pâle).

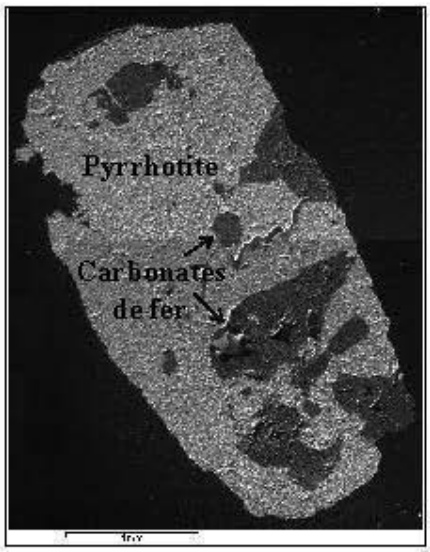


Figure III. 33 : Observation au MEB couplée à la microanalyse EDS du minéral constitutif de l'électrode de travail

L'électrode de travail a été fabriquée en plaçant un grain de pyrrhotite, de 3,9 mm^2 (en excluant les inclusions de carbonates), maintenu par de la résine d'époxy dans un tube de plastique. Un fil en cuivre a été inséré dans le tube de plastique, au contact du minéral, pour assurer la circulation du courant. À l'exception du test pour évaluer la réactivité de la pyrrhotite altérée, l'électrode a été prépolie et polie aux grains 120, 220, 1200 µm, puis avec des suspensions diamantées de 9, 3 et 1 µm. La surface a été rafraîchie avant chaque essai, *i.e.* avant d'être placée dans la cellule électrochimique. Le rafraichissement de l'électrode a été fait avec les mêmes suspensions diamantées, rincée à l'eau distillée puis à l'acétone pour éliminer les espèces restées à la surface de l'électrode, polie une nouvelle fois avec une suspension d'oxyde d'aluminium de 0,3 µm et enfin rincée de nouveau à l'eau distillée selon le protocole adopté par Liu *et al.* (2008).

Électrolytes

Les réactions d'oxydoréduction de la pyrrhotite sont testées dans deux électrolytes :

- une solution de $NaNO_3$ à 0,1 M à pH neutre (≈ 6,5) : électrolyte inerte qui n'interfère pas avec les réactions électrochimiques des sulfures (Cruz, González et Monroy,

2005 ; Sorrenti, 2007). Des études antérieures ont en particulier montré que la solution de $NaNO_3$ est un excellent choix pour la caractérisation de la réactivité électrochimique des sulfures de fer (Cruz *et al.,* 2001; Cruz, González et Monroy, 2005)

- une solution tamponnée avec du ciment Portland ordinaire (GU) tel que proposé par Benzaazoua (1996) (pH ≈ 12,5).

Spécifications de l'essai

Avant chaque mesure, l'oxygène dissout contenu dans la solution électrolyte est éliminé en injectant de l'azote gazeux pendant au moins 30 minutes. Les trois électrodes sont ensuite plongées dans la solution électrolyte et maintenues sous atmosphère d'azote. Les mesures sont effectuées à température ambiante et sous agitation continue. Le potentiel en circuit ouvert (ou d'équilibre), *i.e.* la différence de potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence lorsque le courant dans le circuit est nul, doit être déterminé avant le balayage en laissant le système des électrodes se stabiliser (entre 5 et 10 minutes). Ce potentiel sert de point de départ de l'analyse voltampérometrique. Cette valeur est caractéristique de chaque échantillon et varie en fonction du polissage. Pour une question de reproductibilité des résultats, il est nécessaire de commencer tous les balayages depuis le potentiel en circuit ouvert (Cruz, González et Monroy, 2005).

L'analyse voltampérometrique débute par le balayage du potentiel dans la direction positive, à partir du potentiel en circuit ouvert mesuré, et couvre les potentiels compris entre -1200 et 1120 mV vs. Ag/AgCl (entre -991 et 1329 mV vs. ENH). La vitesse de balayage est de 20 mV/s. Le potentiel d'inversion maximum est de 1120 mV vs. Ag/AgCl pour éviter que le signal du platine ne vienne altérer les mesures. La pyrrhotite fraîche est d'abord testée dans l'électrolyte neutre de $NaNO_3$ à titre de référence. L'électrode de pyrrhotite est par la suite placée en chambre humide (qui simule les conditions de mise en place des remblais dans les chantiers miniers souterrains) pendant une période de 28 jours et testée dans le même

électrolyte ($NaNO_3$ à 0,1 M à pH neutre (≈ 6,5)). Enfin, l'électrode a par la suite été rafraichie et la pyrrhotite a été testée dans la solution tamponnée avec du ciment Portland ordinaire.

Voltampérogrammes

Interprétation du voltampérogramme de la pyrrhotite

La Figure III. 34illustre les réponses possibles au processus d'oxydation électrochimique de la pyrrhotite lorsque le balayage est initié vers les potentiels positifs.

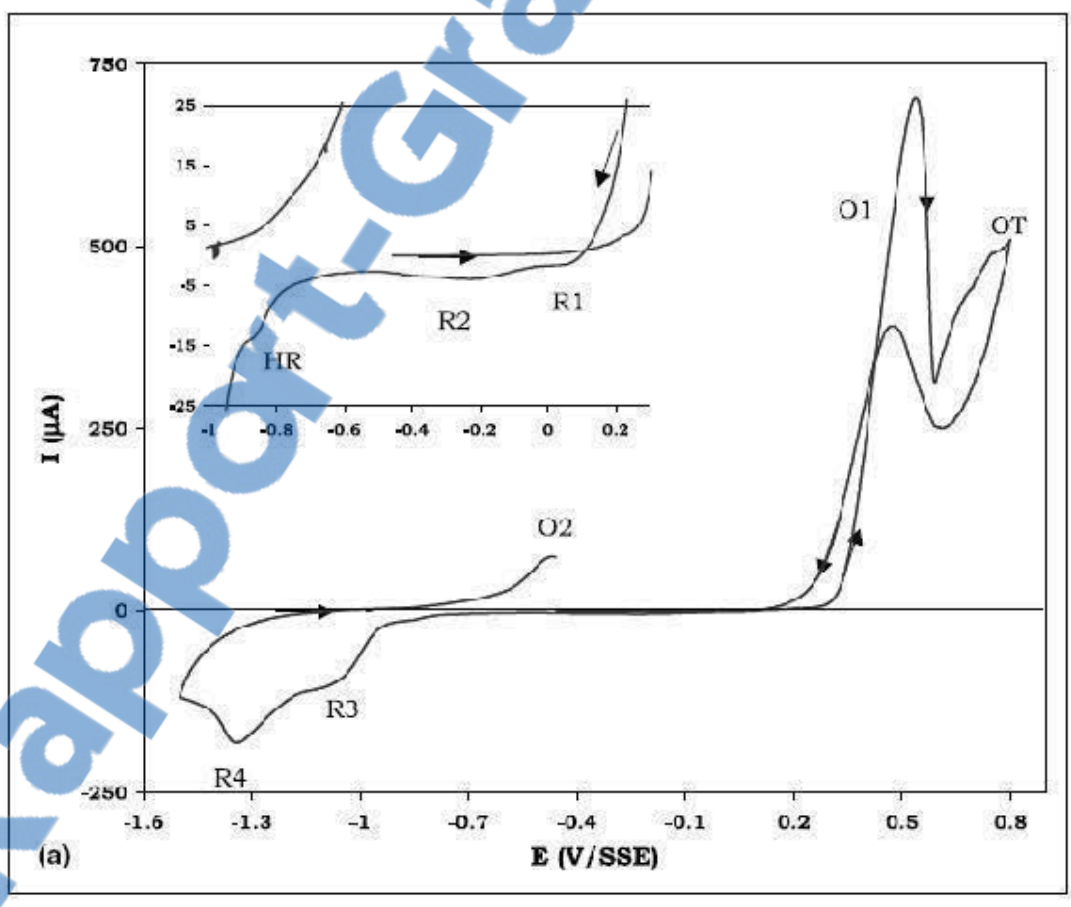


Figure III. 34 : Voltampérogramme de la pyrrhotite : réponse possible, tiré de Cruz, González et Monroy (2005)

Rapport-Gratuit.com

D'abord un pic d'oxydation (O_1) peut être observé à ≈ 0,3 V. Il correspond à un processus de passivation suivi d'une oxydation transpassive (OT) de la pyrrhotite. Lorsque la direction de balayage est inversée, une série de processus de réduction R_1 (0.04 V), R_2 (-0.2 V), HR (-0.8 V), R_3 (-1.05 V) et R_4 (-1.3 V) peut prendre place. Les pics R_1 et R_2 sont difficilement identifiables sur le voltampérogrammes en raison des faibles courant qui leurs sont associés. Ces processus de réduction peuvent être associés à la réduction de la forme non-stœchiométrique de la pyrrhotite à la forme stœchiométrique FeS (Nicol et Scott, 1979). Finalement, lorsque le cycle de balayage est sur le point de se compléter, un deuxième pic d'oxydation O_2 peut apparaitre à ≈ - 0,47 V (Hamilton et Woods, 1981; Buckley Hamilton et Woods, 1988; Mikhlin, 2000; Cruz, González et Monroy, 2005); ce pic peut être lié à l'oxydation du H_2S formé lors des processus de réduction R_3 et R_4.

Une autre façon, plus simple, d'interpréter un voltampérogramme consiste à identifier la charge associée au pic maximal (µC) et la différence de potentiel (mV) nécessaire à l'atteinte d'un courant donné (fixé à 10 µA dans l'étude de Cruz, González et Monroy, 2005). La charge associée au phénomène électrochimique correspondant au pic maximal est proportionnelle à la quantité de sulfures disponibles pour réagir à la surface des grains, donc à la réactivité des sulfures du matériau. La différence de potentiel nécessaire à l'atteinte d'un courant donné nous renseigne sur l'énergie requise pour entamer l'oxydation électrochimique correspondant au pic maximal. Plus cette énergie est élevée, plus il est difficile de faire réagir les sulfures, donc moins ceux-ci sont réactifs. De façon sommaire, plus un minéral est réactif, plus les courants atteints dans les voltampérogrammes sont grands, plus la charge atteinte est grande et plus le voltage nécessaire à l'obtention d'un courant donné est faible.

Voltampérogrammes de la pyrrhotite étudiée

Les voltampérogrammes enregistrés pour la pyrrhotite fraîche (trait plein rouge) et altérée (tireté brun) dans la solution électrolyte de $NaNO_3$ sont présentés à la Figure III. 35.

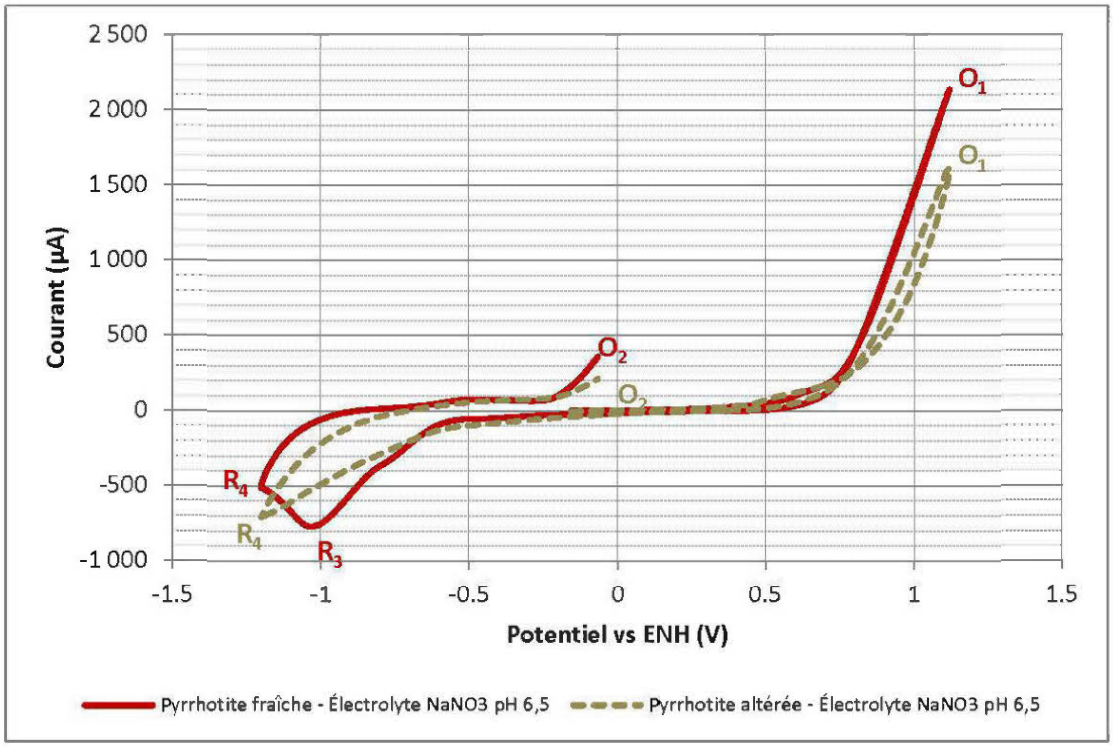


Figure III. 35 : Voltampérogrammes de la pyrrhotite fraîche et altérée dans la solution électrolyte de $NaNO_3$

Les voltampérogrammes présentés à la Figure III. 35 montrent une évolution dans le comportement de la pyrrhotite altérée par rapport à la pyrrhotite fraîche. Les pics d'oxydation O_1 et O_2 de la pyrrhotite altérée impliquent des courants plus faibles que la pyrrhotite fraîche (pics maximum d'environ 1620 µA versus 2140 µA, respectivement), même si les potentiels auxquels débutent les processus sont relativement proches (≈ 0,19 V). Aussi, les pics de réduction R_3 et R_4 tendent à former un seul pic avec l'altération de la pyrrhotite.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

La Figure III. 36 ajoute le voltampérogramme enregistré de la pyrrhotite fraîche dans la solution tamponnée avec du ciment Portland (pointillé bleu).

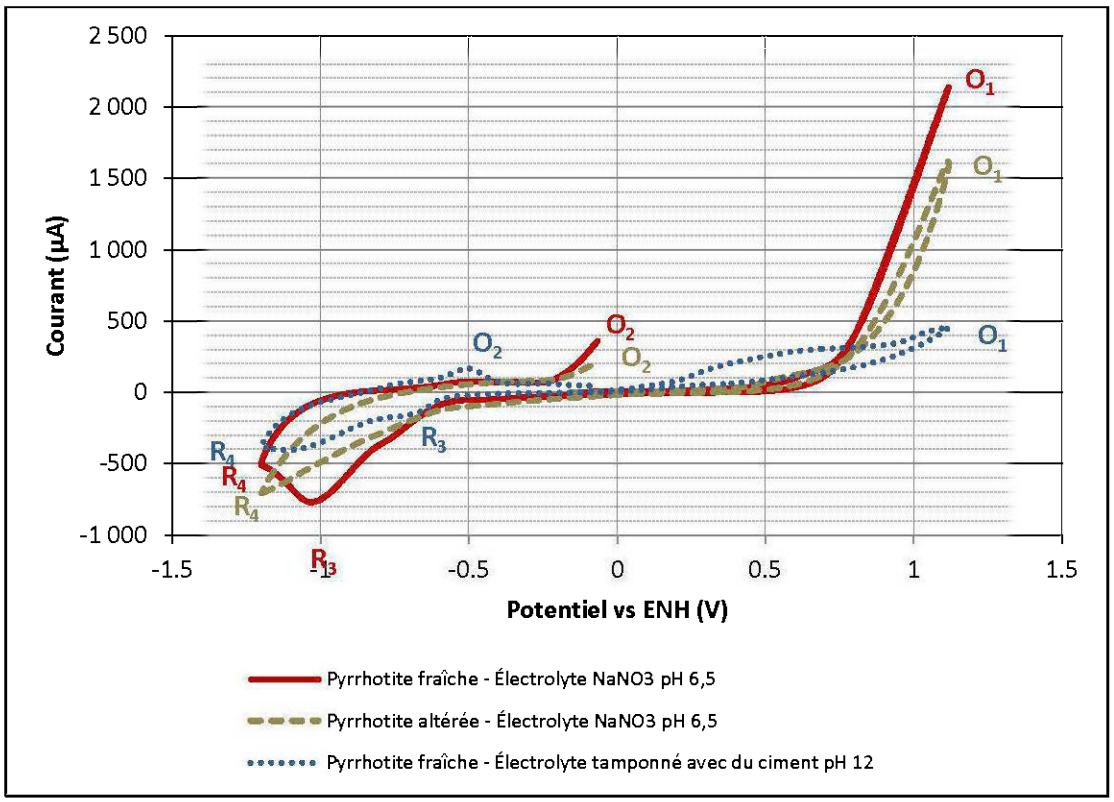


Figure III. 36 : Voltampérogrammes de la pyrrhotite fraîche et altérée dans la solution électrolyte de $NaNO_3$ et dans la solution tamponné avec du ciment portland

Dans le cas où les réactions d'oxydoréduction de la pyrrhotite ont lieu dans un électrolyte tamponné avec du ciment Portland, l'amplitude des courants impliqués dans les processus d'oxydation (O_1 et O_2; pic maximal ≈ 460 µA) et de réduction (R_3 et R_4) de la pyrrhotite est plus faible, avec un léger décalage des potentiels. Comme les courants impliqués dans les processus d'oxydoréduction de la pyrrhotite sont plus faibles dans le cas où la pyrrhotite est plongée dans l'électrolyte tamponné avec du ciment, il est fort probable que ce dernier, tout comme les produits associés à l'oxydation de la pyrrhotite, contribue à la passivation des surfaces de la pyrrhotite et à la réduction de sa réactivité dans les remblais miniers cimentés.

L'analyse électrochimique soutien les différences mesurées lors des essais de consommation d'oxygène (voir Figure III. 29) où la consommation d'O_2 par les mélange formés de 8 % Po par exemple est de 5 moles/m^2/jour pour le remblai non cimenté frais et d'environ 0,1 moles/m^2/jour pour son homologue altéré (182 jours). Les résultats de l'analyse électrochimique viennent aussi appuyer l'écart observé entre les remblais cimentés et non cimentés, à faible temps de durcissement (3 jours) par exemple, où la consommation d'oxygène est de 5 moles/m^2/jour pour le remblai non cimenté, de 1,4 moles/m^2/jour pour le remblai hydraulique cimenté et de 0,3 moles/m^2/jour pour le remblai en pâte cimenté.

3.3.2 Saturation et réactivité de la pyrrhotite

L'amorce de la réaction d'oxydation de la pyrrhotite est fonction de la disponibilité en fluide (eau et oxygène), qui elle est fonction de la saturation du milieu (e.g., Collin, 1987; Aachib, 1997; Aubertin *et al.,* 1999; Mbonimpa *et al.,* 2003; Gosselin, 2007; Gosselin *et al.,* 2007; Demers *et al.,* 2009; Hamdi, 2012; Mbonimpa, Aubertin et Bussière, 2011). Selon ces auteurs, le taux d'oxydation de la pyrrhotite serait optimal pour des conditions de saturation entre environ 20 % et 80 %. Pour les matériaux presque secs, il n'y aurait pas suffisamment d'eau dans le système pour que la réaction ait lieu alors qu'entre 80% et 100 % de saturation, c'est probablement la quantité d'air qui serait insuffisante pour alimenter la réaction.

La Figure III. 37 met en relation les flux d'oxygène consommés et les degrés de saturation mesurés sur les mélanges de remblais cimentés hydrauliques et en pâte à l'étude, selon l'âge des remblais (hydrauliques et en pâte confondus).

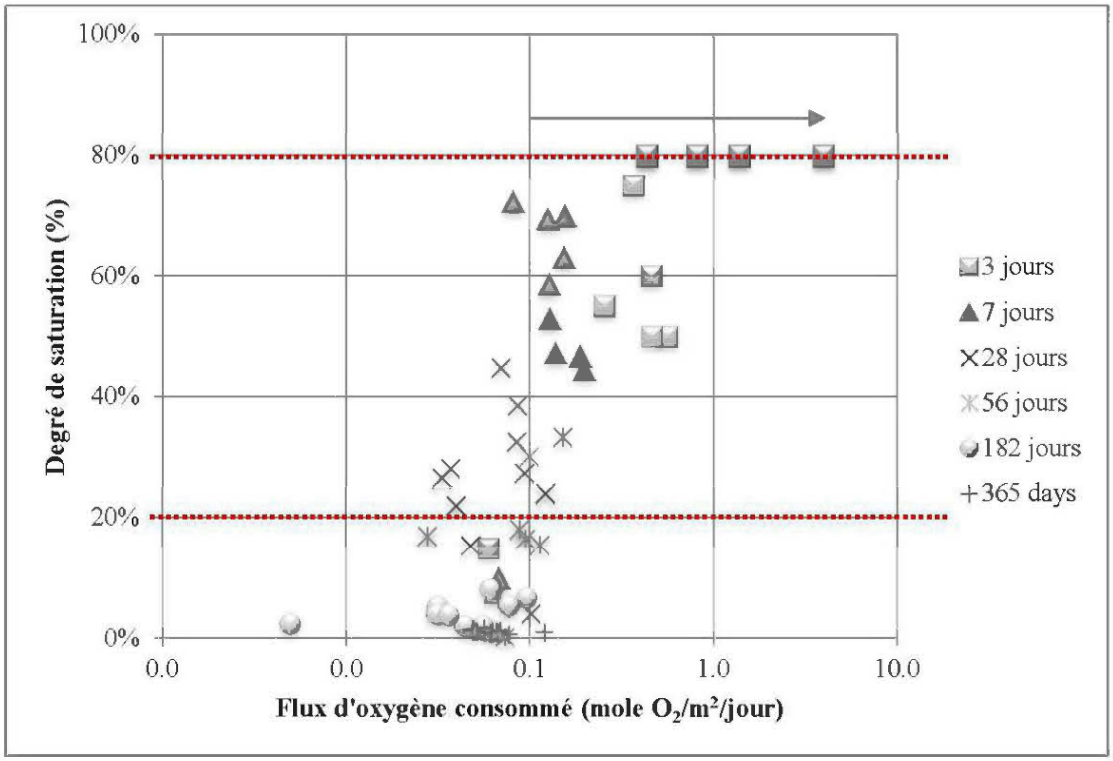


Figure III. 37 : Relation entre les flux d'oxygène consommés et le degré de saturation

La Figure III. 37 montre que les plus hauts flux d'oxygène consommés par les remblais ont lieu dans les premiers temps de durcissement (< 28 jours), lorsque la saturation du milieu se situe entre environ 30 % et 80 %. Ces observations sont en accord avec les travaux des auteurs ci-haut mentionnés.

Pour évaluer si le fait de resaturer les remblais miniers cimentés permet de réamorcer la réaction d'oxydation de la pyrrhotite, des essais complémentaires ont été réalisés. Une quantité d'eau a été ajoutée à des mélanges sélectionnés (RH 2 %, 8 % et 12 % Po CP_{10}; CPB 8 %, 12 % et 28 % Po CP_{10}; échantillons contrôles 2 %, 8 %, 12 % et 28 % Po) de manière à ce que les échantillons redeviennent saturés. Des essais CO ont par la suite été réalisés sur les échantillons sélectionnés, jusqu'à ce que la masse de l'échantillon soit revenue à sa masse initiale (*i.e.* jusqu'à ce que le matériau soit revenu aux conditions initiales de saturation). Les résultats de ces essais CO sont ajoutés à ceux réalisés préalablement; ils sont encerclés en rouge et grossis dans un encadré, sur les Figure III. 38, Figure III. 39 et Figure III. 40 qui

présentent respectivement l'évolution des flux d'oxygène consommés dans le temps, pour les échantillons de contrôles, les remblais hydrauliques cimentés et les remblais en pâte cimentés.

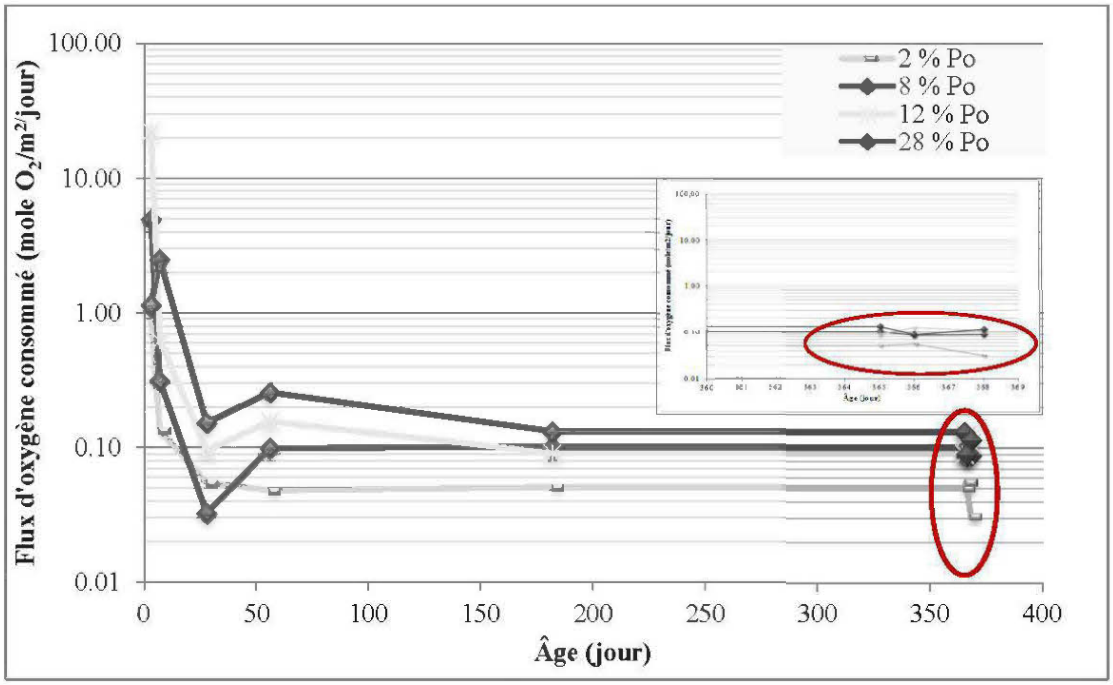


Figure III. 38 : Flux d'oxygène consommés par les échantillons de contrôles (sans ciment) après resaturation

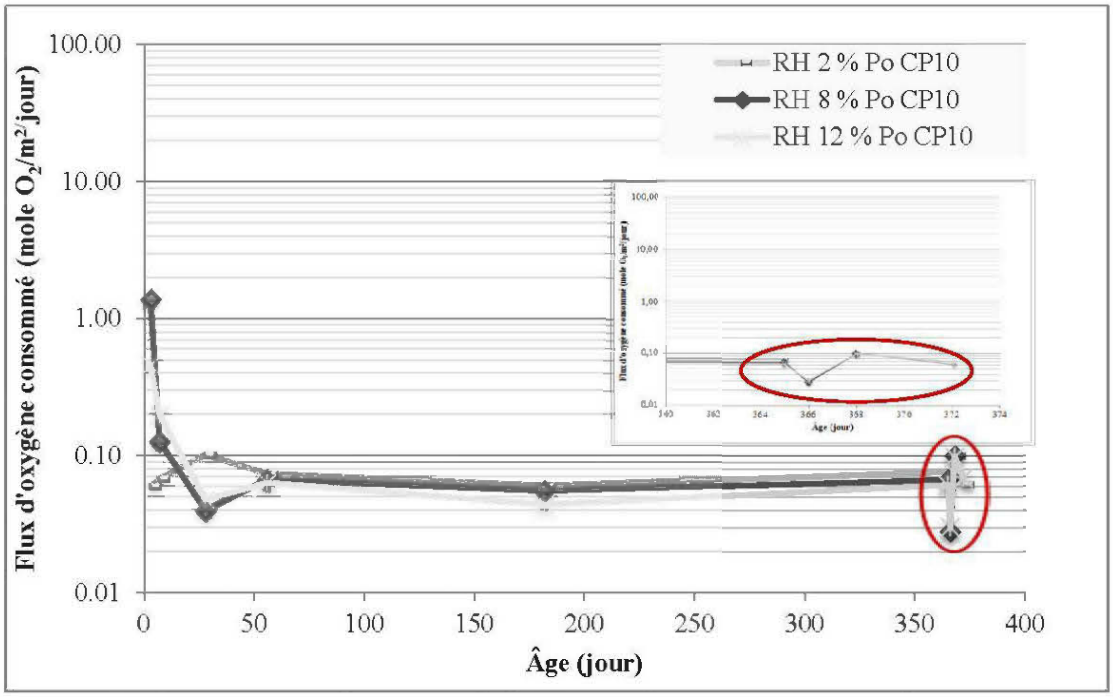


Figure III. 39 : Flux d'oxygène consommés par les remblais hydrauliques cimentés après resaturation

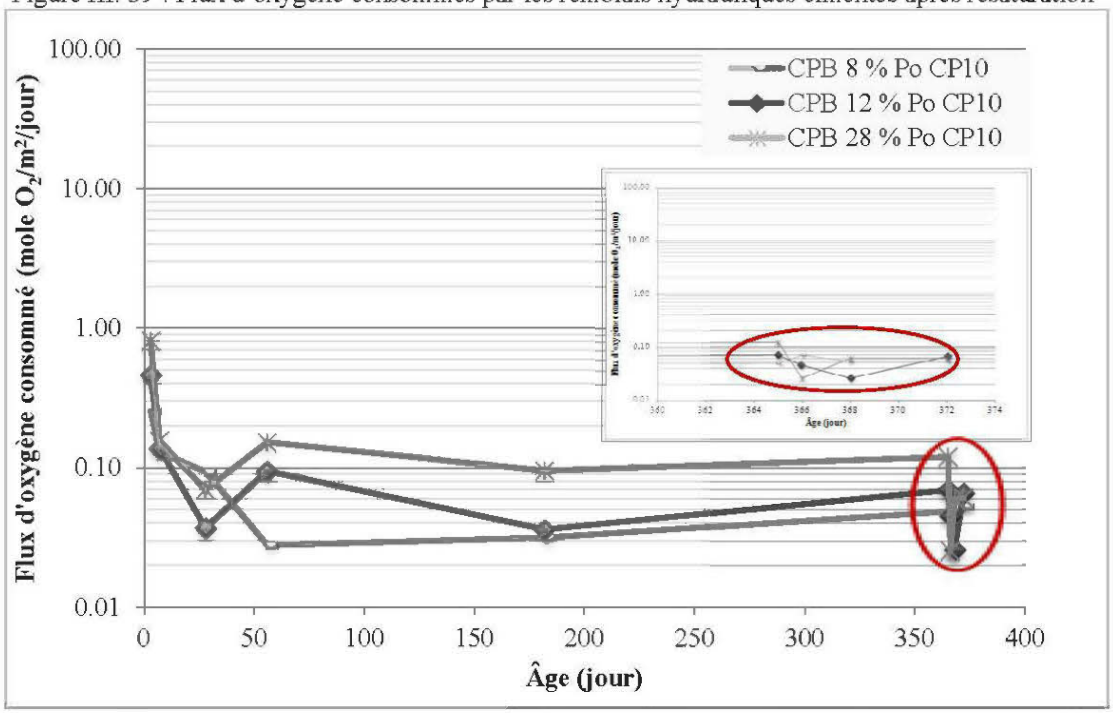


Figure III. 40 : Flux d'oxygène consommés par les remblais en pâte cimentés après resaturation

Ces essais CO complémentaires suggèrent que dans certains cas, pour les remblais en pâte et plus particulièrement pour les remblais hydrauliques, le fait d'ajouter de l'eau au mélange pourrait réamorcer la réaction d'oxydation de la pyrrhotite. Une légère augmentation des flux d'oxygène consommés (plus forte pour le remblai hydraulique) est observée après resaturation. Par ailleurs il est important de souligner que les flux mesurés après resaturation n'atteignent pas les valeurs initiales et demeurent très faibles (< 0,1 mole O_2/m^2/jour). Dernière remarque à ce niveau est que la resaturation ne permet pas (du moins de façon observable) de réamorcer la réaction d'oxydation de la pyrrhotite dans les échantillons de contrôle. Ce phénomène est peut-être relié à la présence de la couche indurée formée à la surface de ce matériel, qui a rendu la resaturation difficile.

3.3.3 Couche indurée et réactivité de la pyrrhotite

Benzaazoua (1996), Benzaazoua *et al.* (2004) ainsi que Ouellet *et al.,* (2006) suggèrent que la diminution de la réactivité de remblais en pâte cimentés soit attribuée en partie à la formation d'une mince couche indurée oxydée, de faible porosité, à la surface du matériau (Figure III. 41). Cette couche de faible porosité limiterait l'accès à l'oxygène à l'intérieur du matériau pour l'oxydation des sulfures (Zhang et Evangelou, 1996; Holström, Ljungberg, et Öhlander, 1999).

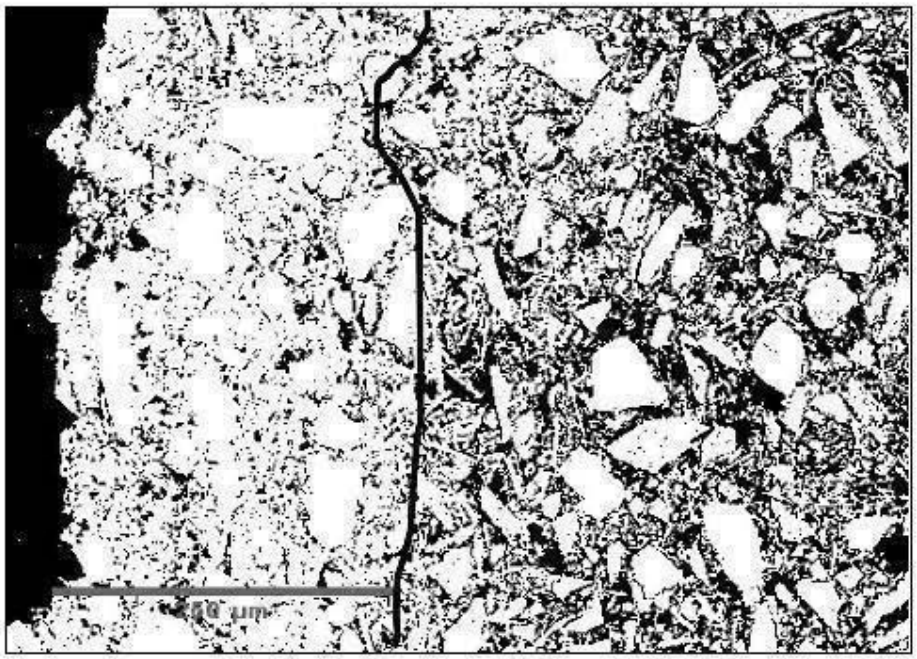


Figure III. 41 : Image au MEB à un grossissement de 200 (653 lm · 470 lm) montrant la porosité, en noir (epoxy) et les grains, en blanc. La ligne noire correspond à la zone limite approximative de l'oxydation (tirée de Ouellet, 2006)

De manière à évaluer l'effet de la couche indurée formée à la surface des matériaux sur la réactivité des remblais, des essais de consommation d'oxygène ont été réalisés suite à un raclage des surfaces (*i.e.* les surfaces oxydées ont été enlevées de façon à ce que le matériau présente à nouveau une surface fraîche). Les échantillons testés (RH 2 %, 8 % et 12 % Po CP_{10}; CPB 8 %, 12 % et 28 % Po CP_{10}) sont les mêmes que ceux utilisés dans les tests de resaturation, à l'exception des échantillons de contrôles où l'oxydation était présente sur l'ensemble de l'échantillon (aucune surface fraîche n'a pu être obtenue). La Figure III. 42 montre les échantillons de contrôles et les échantillons de remblais cimentés avant et après raclage de la couche indurée en surface.

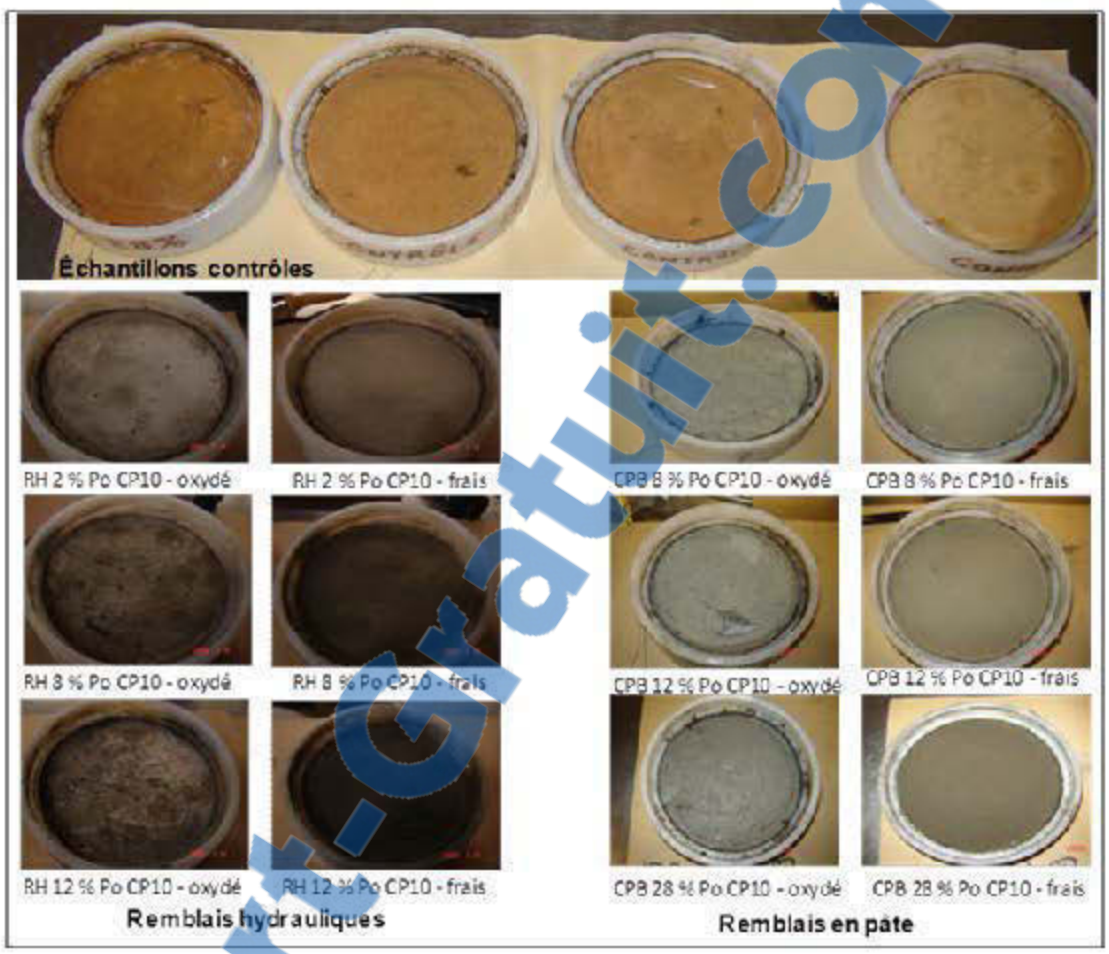


Figure III. 42 : Surfaces fraîches et oxydées des mélanges sélectionnés

Les photos montrent une différence de couleur au niveau des produits d'oxydation des échantillons de contrôles (ocre) et des échantillons de remblais cimentés (grisâtre). Une différence notable est également observée au niveau de l'épaisseur de la surface affectée où, pour les remblais cimentés la couche oxydée est < 1mm alors que dans le cas des échantillons de contrôles, l'ensemble de l'échantillon est oxydé (environ 25 mm).

Rapport-Gratuit.com

Les résultats des essais de consommation d'oxygène effectués sur les échantillons dont la surface a été rafraîchie sont présentés aux Figure III. 43et Figure III. 44.

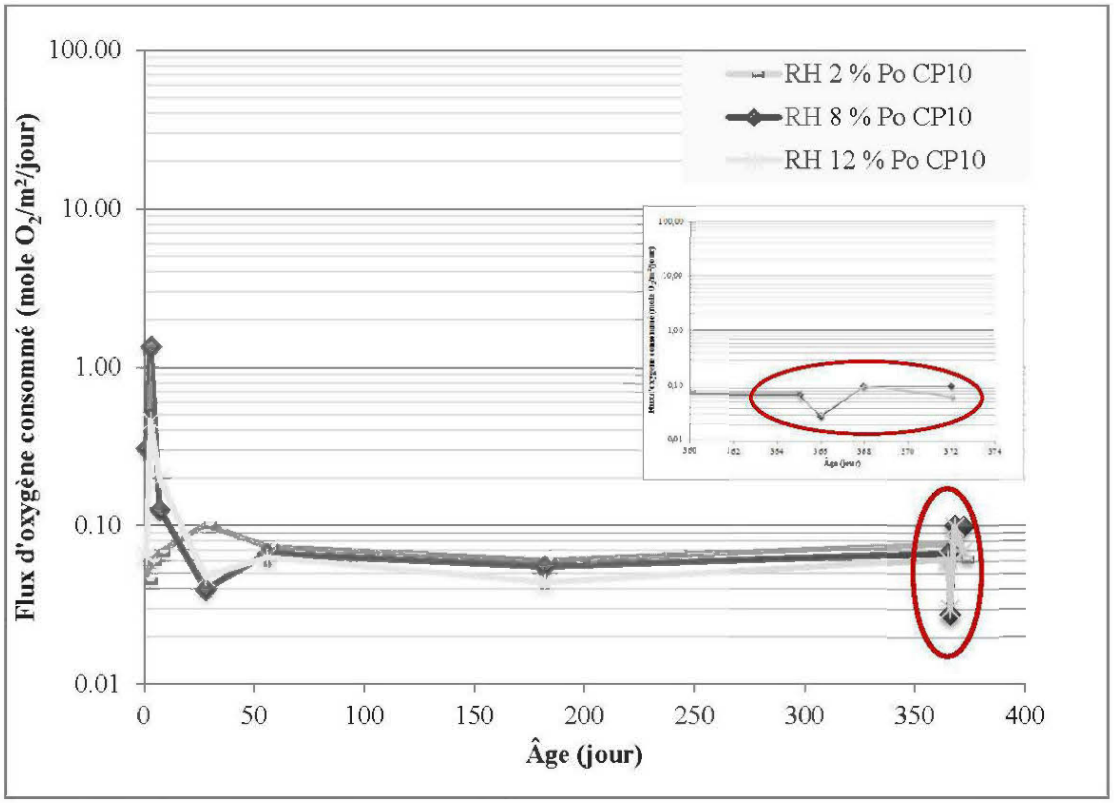


Figure III. 43 : Flux d'oxygène consommés par les remblais hydrauliques cimentés après raclage des surfaces

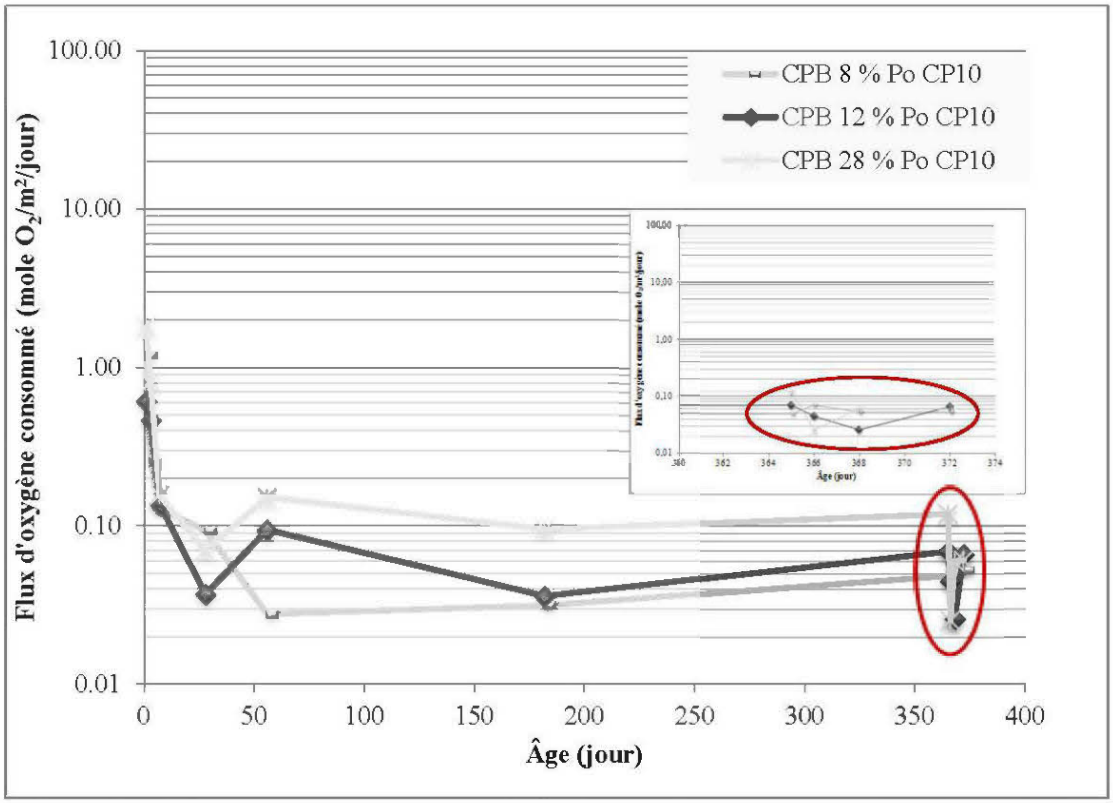


Figure III. 44 : Flux d'oxygène consommés par les remblais en pâte cimentés après raclage des surfaces

Le fait de libérer les remblais de la couche indurée formée en surface semble avoir un faible impact sur la réactivité de la pyrrhotite. Une légère augmentation des flux d'oxygène consommés est observée, notamment au niveau des remblais hydrauliques, mais les flux mesurés demeurent quand même relativement faibles (< 0,1 mole O_2/m^2/jour).

3.4 SOMMAIRE ET CONTRIBUTIONS LIÉES AU CHAPITRE RÉACTIVITÉ

Les principales contributions scientifiques de cette partie des travaux sont liées à l'évaluation du comportement physico-chimique de rejets sulfureux contenant de la pyrrhotite lorsque placés dans des remblais miniers cimentés (remblai hydraulique ou en pâte), principal objectif visé par la thèse. À la connaissance de l'auteure, aucune recherche n'a tenté jusqu'à présent d'évaluer la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés même si la

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

sélection du type de remblai (en pâte ou hydraulique) devrait tenir compte des conséquences qui lui sont associés. Rappelons que l'oxydation de la pyrrhotite dans des chantiers miniers remblayés peut affecter la qualité des eaux souterraines par la formation de drainage contaminé (e.g. Wheeland et Payant, 1991; Evangelou, 1995; Levens, Marcy et Boldt, 1996; Aubertin, Bussière et Bernier, 2002; Blowes *et al.*, 2003; MEND, 2006), diminuer l'intégrité de la masse de remblai par l'attaque sulfatique (Benzaazoua, Belem et Bussière 2002; Benzaazoua, Fall et Belem, 2004; Benzaazoua *et al.*, 2005; Bertrand, Monroy et Lawrence, 2000; Chinchón-Payá, Aguado et Chinchón, 2012) et menacer la santé et la sécurité des travailleurs miniers si elle mène au dégagement de SO_2 (Bernier et Li, 1998 ; Liu, Bernier et Rosenblum, 1999; Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001; Rosenblum, Spira et Konigsmann, 1982; Rosenblum et Spira, 1995; Rosenblum, Nesset et Spira, 2001; Bernier et Li, 2003).

Les résultats des essais de consommation d'oxygène montrent que les rejets de concentrateur qui contiennent de la pyrrhotite (sans liant) peuvent être très réactifs lorsqu'ils sont exposés aux conditions atmosphériques (avec des flux d'oxygène consommés parfois supérieurs à 35 moles O_2/m^2/jour), donc susceptibles d'entrainer d'éventuels problèmes environnementaux et/ou associés à l'auto-ignition. Ils montrent également l'effet bénéfique à courts termes d'ajouter un liant au mélange; effet davantage marqué pour les remblais en pâte que les remblais hydrauliques. Les résultats des essais de résistance en compression uniaxiale (UCS) indiquent que les remblais en pâte acquièrent et maintiennent des valeurs d'UCS supérieures à celles des remblais hydrauliques correspondant (*i.e.* pour les mêmes proportions et types de liant ainsi que pour les mêmes teneurs en pyrrhotite) même si des pertes de résistance mécanique ont été observées pour l'ensemble des remblais à l'étude (hydraulique et en pâte). Ces pertes de résistance sont attribuées à l'attaque sulfatique (hypothèse soutenue par l'analyse post-essais).

L'approche novatrice utilisée comprenant entre autres des outils de caractérisation minéralogiques relativement sophistiqués (chimie des solides, DRX, ATD-ATG) et de l'électrochimie, couplés aux essais de consommation d'oxygène et de résistance en compression uxiaxiale, a permis en croisant l'ensemble de l'information, de faire ressortir et mieux comprendre les principaux facteurs d'influence. Tel que proposée dans la littérature,

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

cette étude suggère que des facteurs comme la saturation du milieu et la passivation de la surface des grains de la pyrrhotite soient d'importance dans l'évolution de la réactivité de la pyrrhotite dans un contexte de remblai minier cimenté (la participation de la couche indurée de faible porosité formée en surface apparaissant moins importante). L'étude électrochimique a permis d'aller plus loin dans la compréhension du phénomène en discriminant l'effet du liant de celui des produits de l'oxydation de la pyrrhotite sur la passivation des surfaces des grains et sur sa réactivité. Elle montre qu'une passivation naturelle (sans liant) de la surface des grains de la pyrrhotite permet de réduire à un certain niveau la réactivité de la pyrrhotite mais que l'ajout de liant permet de la réduire davantage.

En termes de performance, tel qu'il avait été supposé dès le départ, les résultats suggèrent qu'il soit préférable d'utiliser la technologie des remblais en pâte plutôt que celle du remblai hydraulique pour la gestion des rejets de concentrateur avec pyrrhotite. Les Figure III. 45 et Figure III. 46 comparent respectivement les flux maximum d'oxygène consommés et les résistances en compression uniaxiale au pic pour les différents mélanges formés de CP_{10} (et du rejet final) en fonction de la teneur en pyrrhotite incluse dans le mélange pour appuyer cette hypothèse.

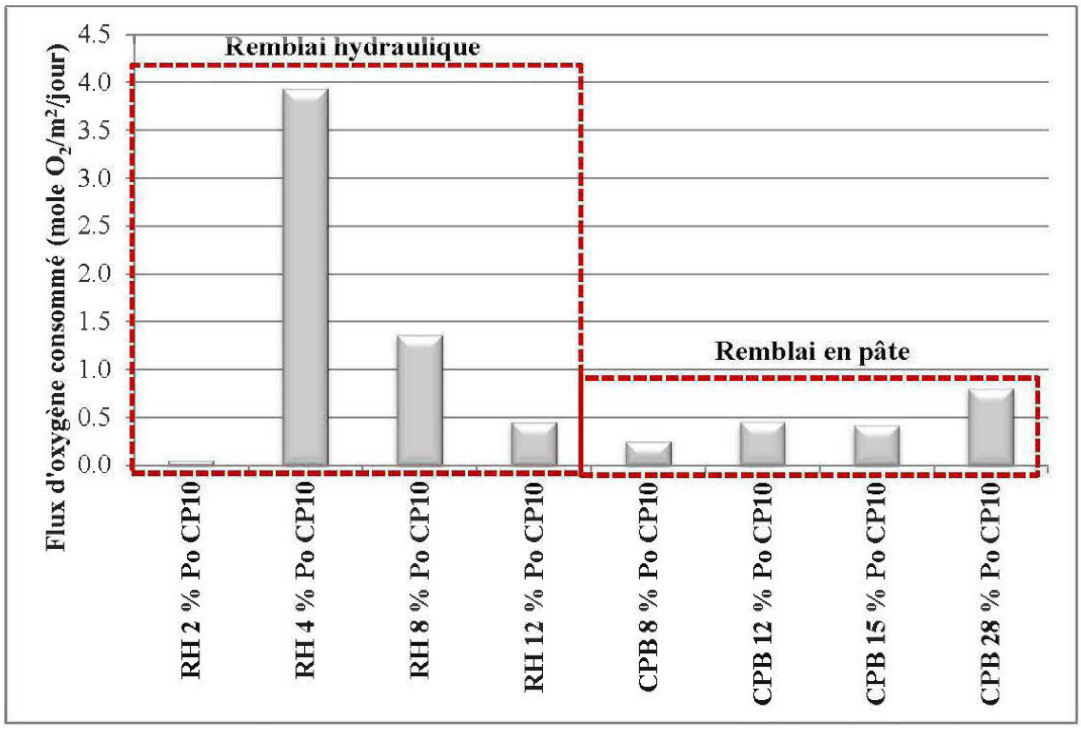


Figure III. 45 : Flux maximum d'oxygène consommés selon le type de remblai

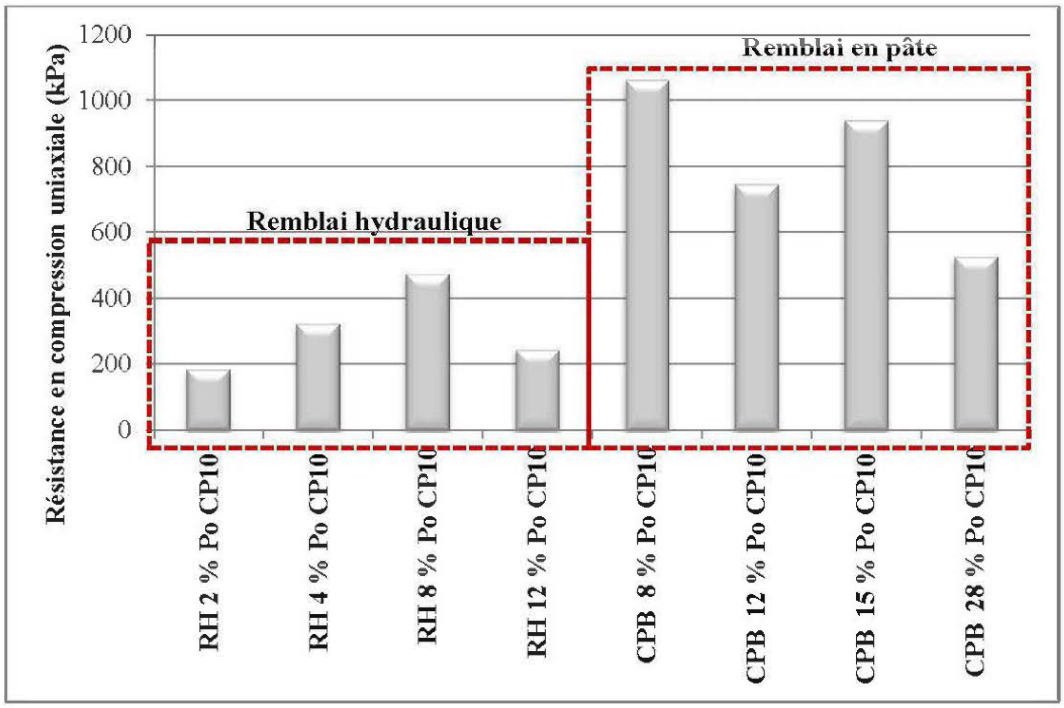


Figure III. 46 : Résistance en compression uniaxiale au pic selon le type de remblai

Tel qu'illustré aux Figure III. 45 et Figure III. 46, les remblais en pâte cimentés sont dans l'ensemble non seulement moins réactifs que les remblais hydrauliques mais acquièrent de meilleures résistances en compression uniaxiale au pic. Pour ces raisons d'ordre géochimique et mécanique, il apparait clair que le remblai en pâte est plus approprié que le remblai hydraulique pour pour la gestion de rejets sulfureux contenant de la pyrrhotite.

Un article traitant de cette partie des travaux (Godbout *et al.,* 2010) a été présenté dans le cadre d'une conférence internationale et est inclus en annexe (Appendice C).

CHAPITRE IV

PERMÉABILITÉ DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS

Le chapitre précédent montre que la disponibilité des fluides, notamment celle de l'eau et de l'air (réactifs de l'oxydation des sulfures), influence le taux d'oxydation des minéraux sulfureux dans les remblais miniers cimentés. La vitesse d'écoulement des fluides à travers les remblais est fonction, tel que présenté à l'intérieur de la revue de la littérature, de la perméabilité du milieu. La perméabilité est définie soit par la perméabilité intrinsèque, K, soit par le coefficient de perméabilité du fluide d'intérêt, k (ex : coefficient de perméabilité à l'eau ou coefficient de perméabilité à l'air). En génie de l'environnement, c'est surtout la conductivité hydraulique saturée k_{sw} (ou coefficient de perméabilité à l'eau saturé) qui est utilisée pour caractériser la perméabilité d'un milieu poreux (propriété habituellement incluse dans les modèles de prédiction). L'évolution de k_{sw} de remblais en pâte cimentés, en fonction de certains paramètres d'influence (temps de cure, type de rejets, proportion et type de liant notamment) a été évaluée par quelques auteurs (Belem *et al.*, 2001; Godbout, 2005; Fall *et al.*, 2009; Yilmaz *et al.*, 2008, 2009) (voir chapitre II). Dans tous les cas, c'est l'eau qui a servi de fluide d'infiltration pour la mesure de k_{sw}. Puisque les équations à la base du calcul de la conductivité hydraulique saturée, basées sur la Loi de Darcy, supposent qu'il n'y a pas d'interaction entre la matrice et le fluide durant la mesure, des doutes persistent quant à la validité de la technique de mesure (à l'eau) dans l'évaluation de la perméabilité des remblais miniers cimentés (interaction possible entre l'eau et le liant hydraulique durant la mesure). Dans cette partie de la thèse, qui s'inscrit dans la suite des travaux de maitrise de Godbout (2005), il a été jugé important de vérifier, en premier lieu, la validité des résultats antérieurs. Cet objectif requiert l'adaptation et la validation d'une méthode capable d'évaluer la perméabilité intrinsèque (indépendante de la nature du fluide) de matériaux évolutifs et/ou réactifs comme les remblais miniers cimentés sulfureux, principal défi lié à ce chapitre. Ce projet s'intéresse aussi à l'évolution de la perméabilité des remblais hydrauliques cimentés. Il vise plus précisément à comparer le comportement hydrogéologique (k_{sw} ici) de ce dernier à celui des remblais en pâte cimentés, ce qui n'a pas été fait jusqu'à présent. L'hypothèse que la perméabilité des RHC demeure relativement constante dans le temps (contrairement au RPC) est émise. Enfin, cette partie des travaux tente d'aller plus loin, par rapport aux études antérieures, dans la compréhension des phénomènes observés, qui influencent la perméabilité des RMC; des techniques complémentaires telles la porosimétrie au mercure, l'analyse thermogravimétrique et l'analyse des surfaces spécifiques sont utilisées à cette fin. La démarche expérimentale qui a été choisie pour atteindre les objectifs visés, les résultats qui en sont issus et l'analyse qui en est tirée constituent l'actuel chapitre.

4.1 LIENS AVEC L'ÉTUDE ANTÉRIEURE DE GODBOUT (2005)

Tel que mentionné précédemment, cette partie des travaux s'inscrit dans la suite des travaux de maitrise de Godbout (2005) où l'évolution de la conductivité hydraulique saturée, k_{sw} en fonction du temps de cure, du type et de la proportion de liant et aussi en fonction de la nature du résidu (sulfureux ou non) inclus dans le mélange, de remblais en pâte cimentés a été étudiée. Cette étude, qui comprend plusieurs essais de perméabilité à l'eau, montre globalement que l'addition de liant peut réduire, selon la recette de remblai (nature du résidu, proportion et type de liant), la conductivité hydraulique saturée des résidus de plus de 1,5 ordre de grandeur à l'intérieur d'une période de 28 jours. La cinétique de réaction est fonction du type de liant utilisé dans le mélange et l'ampleur de la réduction de k_{sw} varie selon la proportion de liant (voir chapitre II, section 2.4.2). Dans les travaux de Godbout (2005), une équation pour prédire l'évolution de k_{sw} des remblais en pâte cimentés en fonction du temps de cure, de la proportion et du type de liant (voir chapitre II, section 2.4.2, Tableau II.7) a aussi été proposée. Un article de conférence (Godbout *et al.,* 2007) qui résume l'ensemble des résultats des travaux de maitrise de Godbout (2005) sur l'évolution de la conductivité hydraulique saturée de remblais en pâte cimentés a été publié.

4.2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

À partir de l'état actuel des connaissances, il a été décidé d'orienter les travaux de manière à valider, d'abord, les résultats présentés antérieurement. Puisque l'eau est utilisée durant la mesure de la conductivité hydraulique saturée, il est possible qu'il y ait interaction entre la matrice cimentaire et le fluide durant la mesure et que les équations à la base du calcul de k_{sw} ne soient pas valides. Pour atteindre cet objectif, le choix et la validation d'une méthode d'évaluation de la perméabilité est nécessaire. L'essai de perméabilité au gaz (azote = gaz inerte), basé sur la norme ASTM 6539-00 (2000), a été retenu. Bien que les mesures de perméabilité au gaz soient peu répandues, elles peuvent être aussi simples à réaliser que pour l'eau, avec l'avantage que l'écoulement du fluide (gaz inerte) vis-à-vis duquel on veut mesurer la perméabilité n'altère pas la grandeur à mesurer (Delage et Cui, 2000).

La norme ASTM 6539-00 (2000) s'applique aux matériaux poreux (sols grossiers, silt ou sol faiblement cohésif), saturés ou partiellement saturés, dont la perméabilité intrinsèque K varie entre 1 x 10^{-6} cm^2 et 1 x 10^{-11} cm^2 (plage de K à l'intérieure de laquelle devrait se trouver la perméabilité des remblais miniers cimentés; voir Pierce, 1997; Belem *et al.*, 2001; Jones *et al.*, 2001; Mohamed *et al.*, 2002; le Roux, 2004; Godbout, 2005; Godbout *et al.*, 2007; Yilmaz, 2010; Sivakugan *et al.*, 2006).

4.2.1 Validation de la procédure d'essai

Avant de procéder aux essais de perméabilité au gaz sur les remblais miniers cimentés, le dispositif expérimental et la méthode (présentés plus loin dans le chapitre) ont été validés en réalisant l'essai sur un matériau standard dont la conductivité hydraulique saturée est connue (k_{sw} = 8,6 x 10^{-6} cm/s). Le coefficient de perméabilité à l'azote du matériau standard a été déduit de la valeur de k_{sw} par substitution des propriétés de l'azote (μ_{N2} et ρ_{N2} à la température d'essai) dans l'Équation II.43 ($k_{s_g(N2)}$ = 6,14 x 10^{-4} cm/s d'où K = 8,78 x 10^{-11} cm^2). Le matériau standard (B01M3 – 1 bar HF) consiste en un cylindre de céramique poreuse de 5,08 cm de diamètre et de 5,08 cm de hauteur (Figure IV. 1) dont les principales propriétés, validées par le détaillant, sont présentées au Tableau IV. 1.



Figure IV. 1 : Standard de céramique poreuse

Tableau IV. 1 : Propriétés du standard de céramique poreuse

Pression d'entrée d'air (kPa)	100
« *Bubbling pressure* » (kPa)	131 à 193
Porosité approximative (% vol.)	45 %
Conductivité hydraulique saturée (cm/s)	$8,6 \times 10^{-6}$
Taille maximale des pores (µm)	2,5

La céramique poreuse est conçue à partir d'un matériau riche en aluminium qui a été porté à une température très élevée. Elle est inerte à la plupart des solutions car l'aluminium chauffé est non lixiviable et ne possède pratiquement pas de site d'échange ionique.

La validité de la loi de Darcy, sur laquelle sont basés les calculs de la perméabilité selon la norme ASTM 6539-00 (2000), est évaluée en traçant le graphique du flux volumique, Q_{AV} en fonction du gradient de pression, ΔP appliqué (Figure IV. 2).

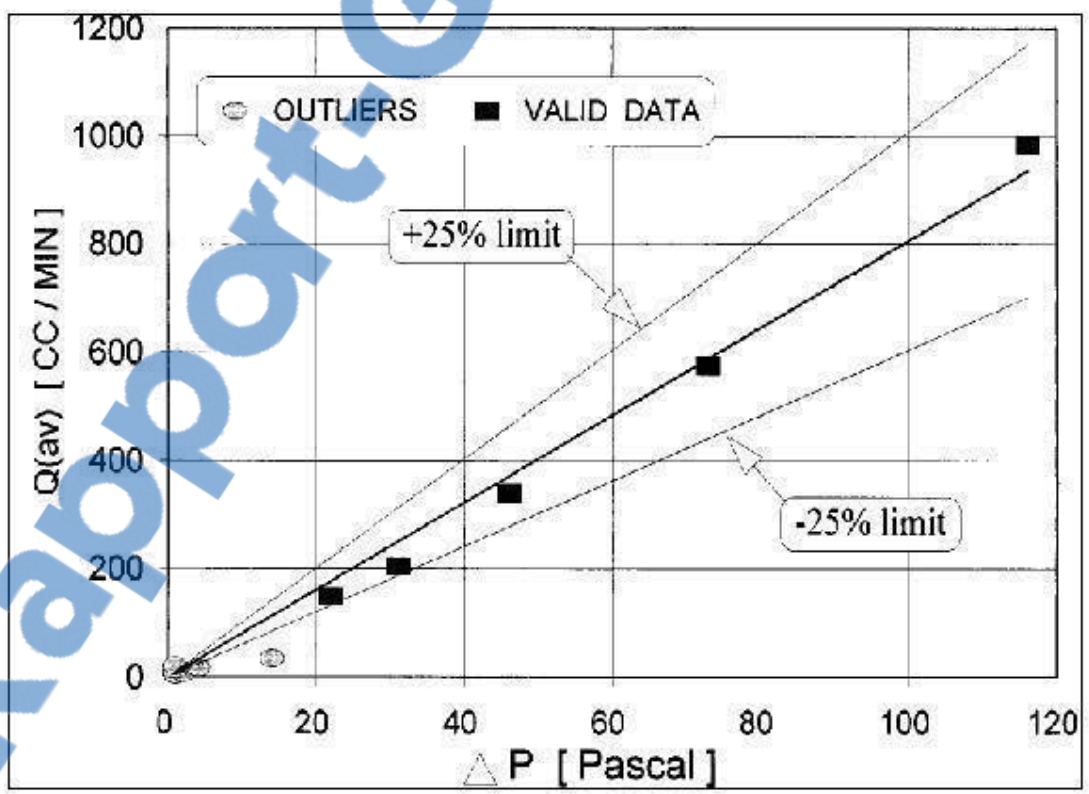


Figure IV. 2 : Moyenne des flux volumiques mesurés en fonction du gradient de pression appliqué (tiré de l'ASTM D 6539-00, 2000)

Rapport-Gratuit.com

La loi de Darcy est considérée valide pour les points situés à l'intérieur de ± 25 % de la droite passant par l'origine et reliant les mesures expérimentales. Les points situés à l'intérieur de cette limite de précision présentent un comportement darcéen et sont valables pour le calcul de K (les détails sur le calcul de K basé sur la loi de Darcy sont présentés plus loin dans le chapitre).

Les résultats expérimentaux obtenus ici pour l'écoulement volumique d'azote à travers le standard en fonction du gradient de pression sont illustrés à la Figure IV. 3.

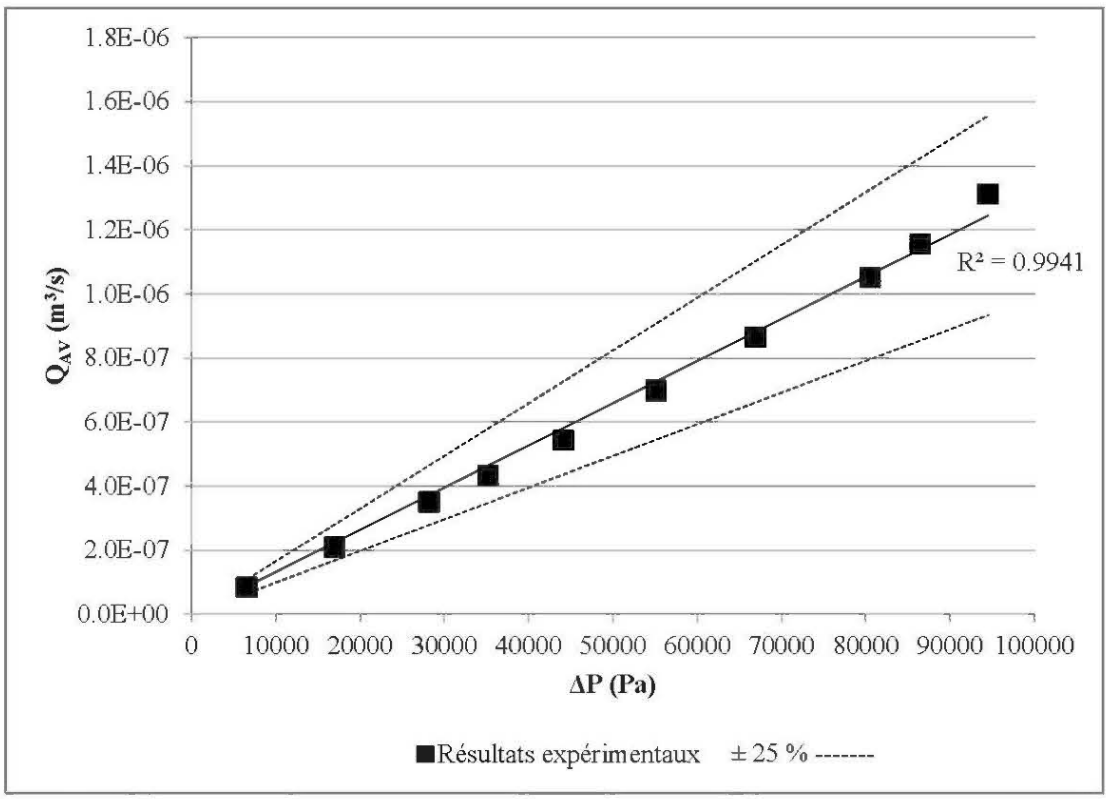


Figure IV. 3 : Écoulement volumique d'azote à travers un standard en fonction du gradient de pression

La Figure IV. 3 montre que la relation entre le flux volumique et le gradient de pression est linéaire (R^2 = 0,9941), donc que l'écoulement de l'azote à travers le matériau standard est darcéen. Tous les points de mesures peuvent donc être considérés dans le calcul de la perméabilité intrinsèque du standard (K mesuré = 5,59 x 10^{-11} cm^2, valeur validée par le fournisseur 8,78 x 10^{-11} cm^2) puisqu'ils se retrouvent à l'intérieur des droites ± 25%. Par

intégration des propriétés du fluide (celle de l'azote et celle de l'eau) dans l'Équation II.43, le coefficient de perméabilité saturé à l'azote mesuré est de 3,92 x 10^{-4} cm/s (valeur validée par le fournisseur de 6,14 x 10^{-4} cm/s) et celui à l'eau serait de 5,49 x 10^{-6} cm/s (valeur validée par le fournisseur de 8,60 x 10^{-6} cm/s). Comme les valeurs mesurées se situent à l'intérieur d'un demi ordre de grandeur de celles validées par le fournisseur, le dispositif expérimental et la procédure d'essai proposés sont considérés efficaces pour évaluer la perméabilité intrinsèque des remblais miniers cimentés (respect des normes fixées par l'ASTM D 6539 – 00 (2000)).

4.2.2 Essais de perméabilité sur les remblais

Afin d'atteindre le principal objectif visé par cette partie des travaux, *i.e.* déterminer l'évolution de la perméabilité intrinsèque des remblais miniers hydraulique et en pâte cimentés et les comparer entre elles, des essais de perméabilité au gaz ont été réalisés selon la norme ASTM D 6539 – 00 (2000) sur des échantillons de remblais hydraulique et en pâte de contrôles (non cimentés) et cimentés, âgés de 7 et 28 jours. Les essais ont été réalisés en perméamètre à parois rigides pour les mélanges témoins (non cimentés) et les mélanges de remblais hydraulique cimentés. En ce qui concerne les remblais en pâte cimentés, les essais ont été réalisés en perméamètre à parois flexibles.

Afin d'évaluer si l'interaction eau/matrice cimentaire affecte la mesure durant l'essai, des essais de perméabilité à l'eau à charge variable selon les normes D-2434-68 (2006) pour les essais en perméamètre à parois rigides et D-5084-10 (2010) pour les essais en perméamètre à parois flexibles, ont été réalisés à la suite des essais de perméabilité au gaz. Après chacun des essais de perméabilité au gaz, le même échantillon (à l'intérieur de la même cellule expérimentale) a été saturé en eau et a subit un essai de perméabilité à l'eau à charge variable. La Figure IV. 4 résume le programme expérimental de cette partie de la thèse.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

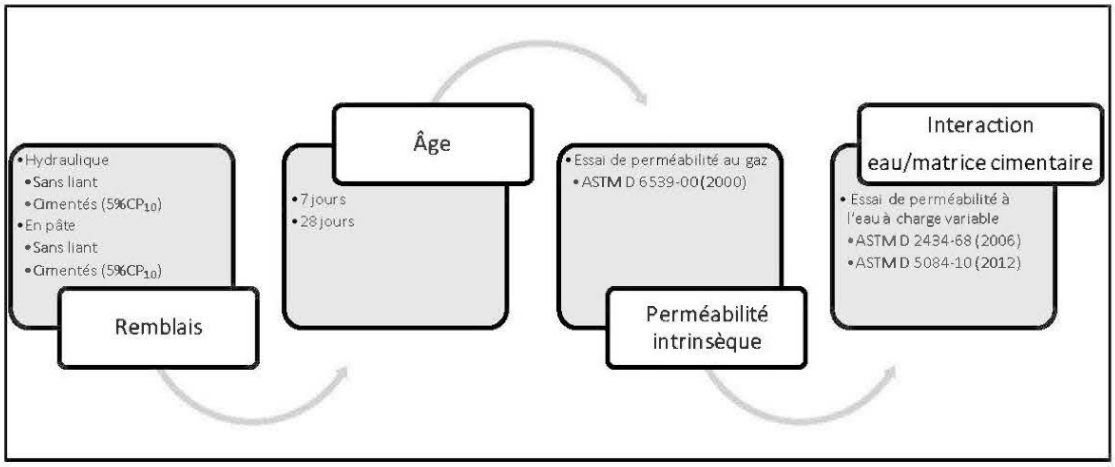


Figure IV. 4 : Programme expérimental des essais de perméabilité

Pour des raisons de logistique (réduction de la durée d'essais), le programme est basé sur le fait que la majorité de l'hydratation du liant utilisé dans la fabrication des remblais à l'étude (ciment Portland ordinaire, CP_{10}) se produit dans les 28 premiers jours de durcissement (Bentz, 1995; Hewlett, 2004). L'hypothèse s'appuie sur les résultats d'essais de résistance en compression uniaxiale (UCS) faits sur les mélanges de remblais hydrauliques et en pâte cimentés étudiés au chapitre III. Elle est également appuyée par plusieurs travaux présentés dans la littérature (voir Godbout, 2005 pour une revue de littérature sur le sujet).

4.2.3 Matériaux

La caractérisation des matériaux est réalisée essentiellement selon la même procédure que celle présentée au chapitre III. Les principales caractéristiques physiques évaluées sont la granulométrie (granulomètre au laser Mastersizer de Malvern®), la densité relative (pycnomètre à hélium Micromeritics Accupyc 1330) et la surface spécifique (analyseur Micromeritics Gimini III 2375). L'analyse chimique au plasma couplé inductif (ICP-AES) est utilisée pour la caractérisation chimique et la diffraction des rayons X pour la caractérisation minéralogique. Les certificats d'analyse sont présentés en annexe (Appendice A).

Rejet de concentrateur et autres constituants

Pour tous les essais reliés à la perméabilité (présent chapitre) et à la courbe de rétention d'eau (chapitre V), le rejet de concentrateur inclus aux mélanges de remblais (sulfureux pour les essais sur la réactivité, chapitre III) a été remplacé par un rejet de concentrateur non sulfureux (rejet de la mine Goldex, propriété d'Agnico-Eagle). La raison de cette substitution est liée à la disponibilité du matériau. En effet, la quantité de rejet de concentrateur sulfureux fournie par le partenaire industriel au moment de débuter les travaux de la thèse était limitée (projet à l'étape de pré-faisabilité). Aussi, cette substitution (*i.e.* remplacement du rejet sulfureux par un rejet « inerte ») permet d'éliminer l'effet de l'oxydation des sulfures sur le comportement hydrogéologique des matériaux.

Les principales caractéristiques géotechniques et minéralogiques du rejet de concentrateur de la mine Goldex sont résumées dans le Tableau IV. 2. Les caractéristiques du sable ayant servi à la fabrication du remblai hydraulique sont également rappelés dans le Tableau IV. 2. Les courbes granulométriques des matériaux utilisés dans les remblais hydraulique et en pâte, résultant du mélange du rejet de concentrateur et du sable (s'il y a lieu), apparaissent à la Figure IV. 5.

Tableau IV. 2: Paramètres géotechniques et minéralogiques du rejet de concentrateur et du sable

Propriétés physiques			**Minéralogie**	
	Rejet de concentrateur	**Sable**	**Rejet de concentrateur**	**Sable**
% < 2 µm	7	2	Quartz/Albite 77 %	Quartz/Albite 73 %
% < 80 µm	58	17	Actinote/Chlorite 12 %	Microcline 15 %
D_{10} (µm)	4	31	Calcite 7 %	Diopside 5 %
$C_U = D_{60}/D_{10}$	23	12	Clinozoisite 3 %	Muscovite 5 %
D_r	2,71	2,68		Actinote 2 %
S_s (m^2/g)	1,4724	0,919		

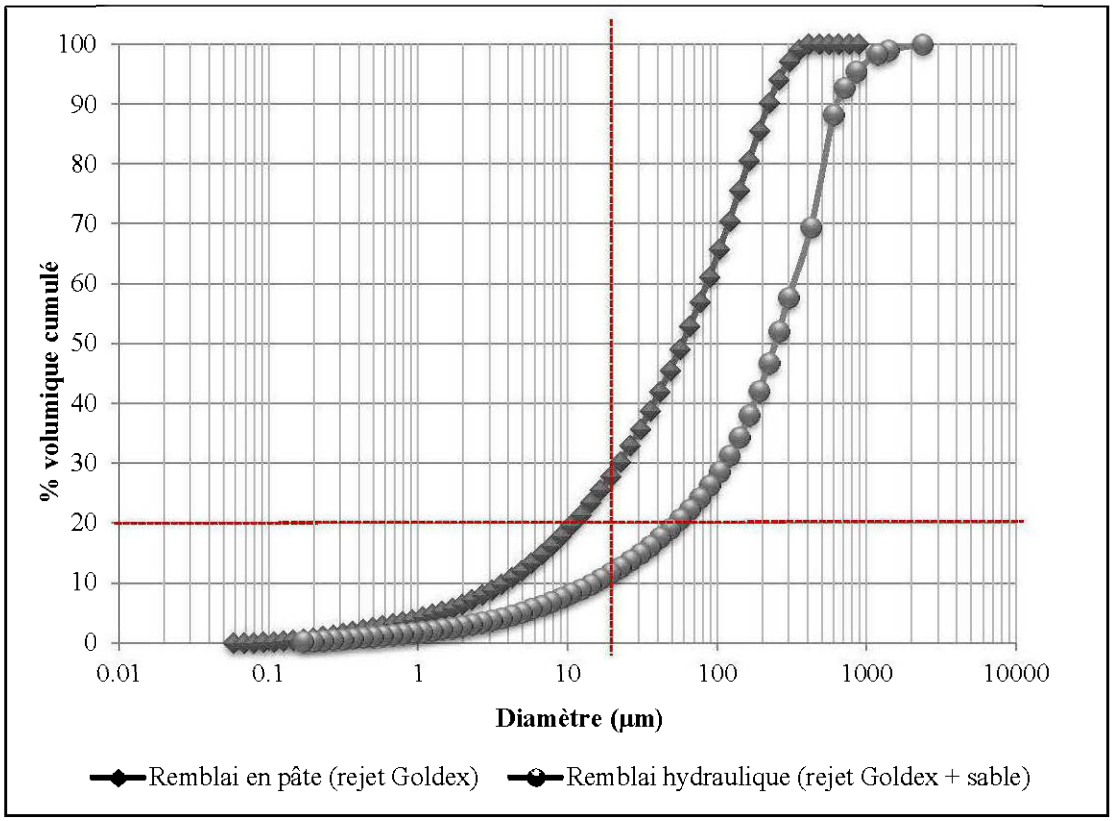


Figure IV. 5: Courbes granulométriques des matériaux utilisés dans le remblai en pâte et dans le remblai hydraulique

Le remblai en pâte est caractérisé par un diamètre passant 10 % (D_{10}) de 4 µm, un coefficient d'uniformité (C_U) de 23 et un pourcentage passant 2 µm et 80 µm de 7 % et 58 % respectivement. Le remblai hydraulique (mélange de rejet Goldex et sable dans une proportion de 40 :60, respectivement) est caractérisé par un D_{10} de 15 µm, un C_U également de 23 et un pourcentage passant 2 µm et 80 µm de 3 % et 25 % respectivement. La densité relative du rejet de concentrateur est typique des gisements silicatés non sulfureux avec une valeur de 2,71. La surface spécifique du matériau du remblai en pâte est de 1,4724 m^2/g alors que celle du remblai hydraulique est de 1,249 m^2/g. Les principales composantes du rejet de concentrateur à l'étude sont le quartz-albite (77%), l'actinote-chlorite (12%) et la calcite (7 %). Qualifier ce rejet de concentrateur d'inerte, avec un contenu en chlorite de 8,5 %, peut être discutable d'un point de vue minéralogique. En effet, la chlorite est parfois classifiée au sens minéralogique, comme un minéraux argileux (Roubault, 1963). Mais comme ce minéral n'intègre pas l'eau à sa structure comme les argiles proprement dites (illite, montmorillonite

et kaolinite), l'impact de sa présence sur les propriétés hydrogéologiques devrait être négligeable.

Par ailleurs, contrairement aux travaux présentés au chapitre précédent, le ciment Portland utilisé dans cette partie de la thèse est un ciment Portland type 10 ordinaire (GU) qui a une composition chimique conventionnelle (Taylor, 1990; Neville, 1995, Metha et Monterio, 1993; Collepardi, 2002). Il a été considéré préférable de poursuivre l'étude avec un ciment Portland conventionnel afin de rendre l'étude plus générique et parce que la disponibilité du ciment Portland étudié au chapitre précédent est restreinte. La composition chimique du ciment Portland à l'étude est reprise sur le diagramme ternaire de la Figure IV. 6.

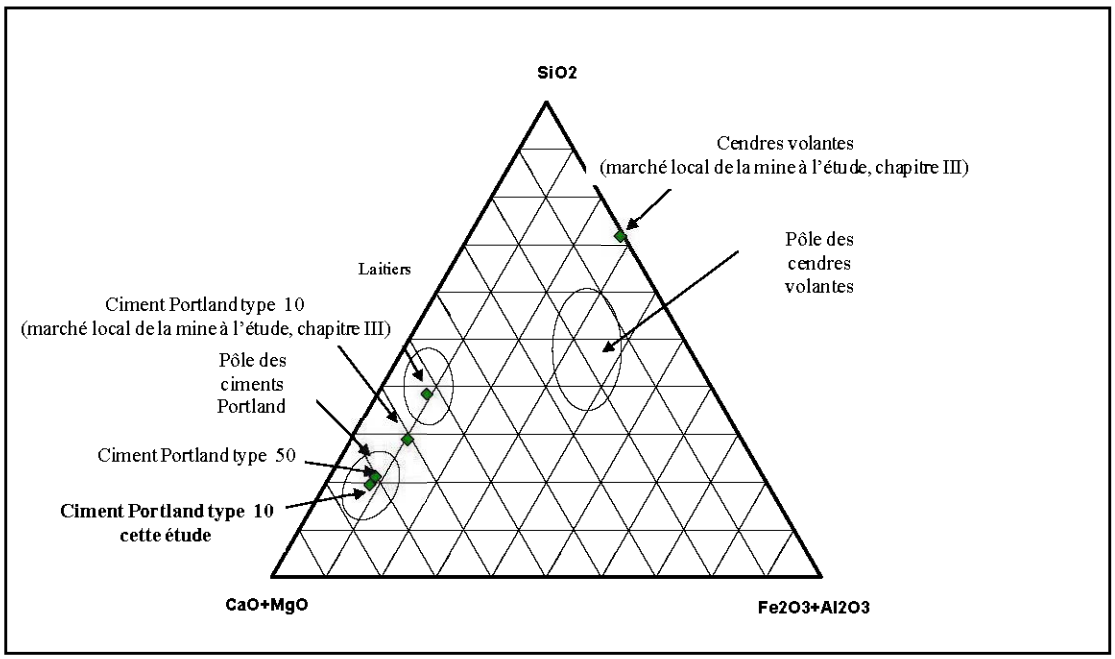


Figure IV. 6 : Composition chimique des ciments étudiés

En ce qui concerne les autres constituants du mélange, *i.e.* matériau inerte (sable) dans les remblais hydrauliques et eau de mélange (robinet), ils sont les mêmes que ceux utilisés dans la fabrication des mélanges étudiés au chapitre III (voir section 3.1.1 pour caractérisation complète de ces composantes).

4.2.4 Préparation des recettes de remblais

Afin d'être en mesure de corréler les résultats de ce chapitre à ceux du chapitre précédent, les quantités de chacune des composantes ont été mesurées de manière à respecter les critères de fabrication des mélanges testés au chapitre III, *i.e.* < 20 % particules passant 20 µm et pourcentage solide de 65 % pour le remblai hydraulique et > 20 % particules passant 20 µm avec un affaissement au cône d'Abrahms de 200 mm pour le remblai en pâte (Figure III. 5). La quantité de ciment Portland ajoutée aux mélanges est de 5 % (% wt). Il est à noter que comme le rejet de concentrateur à l'étude respecte les critères de fabrication du remblai en pâte en termes de granulométrie, aucun sable n'a été ajouté à ce type de mélange pour cette partie des travaux; le sable (60 %) a été ajouté au mélange de remblai hydraulique uniquement. Le remblai en pâte représente donc un remblai plus conventionnel (sans ajout de granulat) tandis que le remblai hydraulique correspond à un type spécifique de RH (mélange rejets/sable), tel qu'étudié dans cette recherche.

Les mélanges ont été versés dans des moules de 5,08 cm de diamètre par 10,16 cm de hauteur, non drainés pour le remblai en pâte et drainés 24 heures dans le cas du remblai hydraulique, pour s'approcher des conditions de mise en place dans les chantiers. Les échantillons ont été placés en chambre humide (T=20°C et 100% RH) pour une période de 28 jours. À 7 et 28 jours d'âge, les échantillons ont été séchés dans un four sous atmosphère d'azote, à une température de 80°C jusqu'à ce que la masse se stabilise. Les raisons pour lesquelles les échantillons ont été séchés sous ces conditions sont pour éviter de détruire les phases cimentaires formées lors de l'hydratation du liant. En effet, en deçà de 80°C, il est considéré dans la littérature que seule l'eau libre est évaporée; l'eau liée aux phases cimentaires commençant à s'évaporer entre 90 °C et 100° C (Dweck *et al.,* 2000; Veldalakshmi *et al.,* 2003, cités dans Fried, 2005).

4.2.5 Méthodes

Essai de perméabilité au gaz

Tel que mentionné précédemment, l'essai de perméabilité au gaz (azote) est basé sur la norme ASTM D 6539–00 (2000). La méthode utilisée dans cette étude consiste à maintenir un gradient de pression constant et à mesurer le flux d'azote passant à travers l'échantillon sous ces conditions de pression (méthode recommandée pour les matériaux fins, $K < 1 \times 10^{-8}$ cm^2 requérant un gradient de pression entre 5 et 35 kPa). Le dispositif expérimental (Figure IV. 7) est capable de rapidement établir un flux gazeux constant à travers l'échantillon et de mesurer le gradient de pression auquel l'échantillon est soumis.

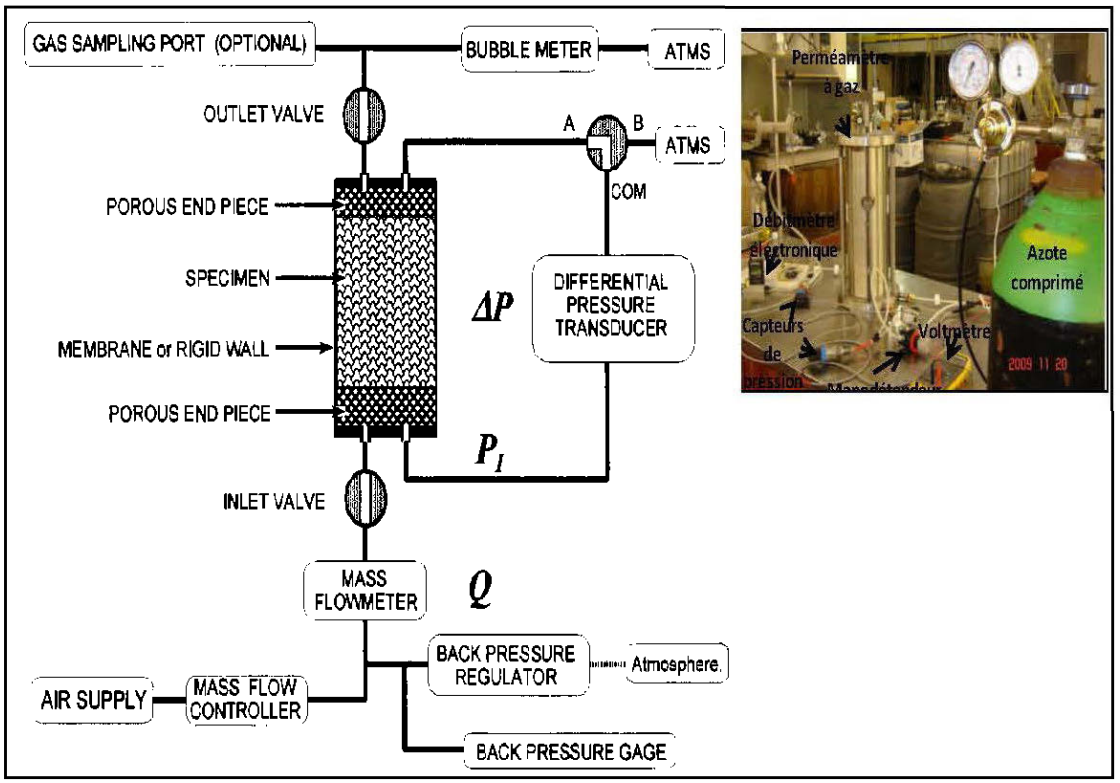


Figure IV. 7 : Dispositif expérimental des essais de perméabilité au gaz
(tiré de l'ASTM D 6539 – 00, 2000)

Le perméamètre à gaz est alimenté par une bonbonne d'azote comprimé, dont la pression (à l'entrée et de confinement) est régulée par des manodétendeurs; la pression à la sortie correspond à la pression atmosphérique. Le gradient de pression auquel est soumis l'échantillon est enregistré par des capteurs de pression (modèle *Endress & Hauser* précis pour des valeurs < à 105 kPa), reliés à un voltmètre (les capteurs de pression utilisés fournissent des mesures en volt - le calibrage des capteurs, en kPa est présenté dans la sous-section suivante). Le débit volumique d'azote à la sortie est enregistré par un débitmètre électronique d'Omega, (précision de ± 0,8 %) qui indique simultanément le gradient de pression, le débit volumique (ou massique) et la température du gaz.

Calibrage des capteurs de pression

Le calibrage des capteurs de pression est fait en associant les lectures brutes des capteurs (en volt) à une pression d'azote, en kPa. Il s'agit simplement de connecter le capteur de pression à une bobonne d'azote et de faire varier la pression à l'aide d'un manodétendeur afin d'obtenir plusieurs lectures. La relation entre les lectures en volt et la pression en kPa est illustrée à la Figure IV. 8.

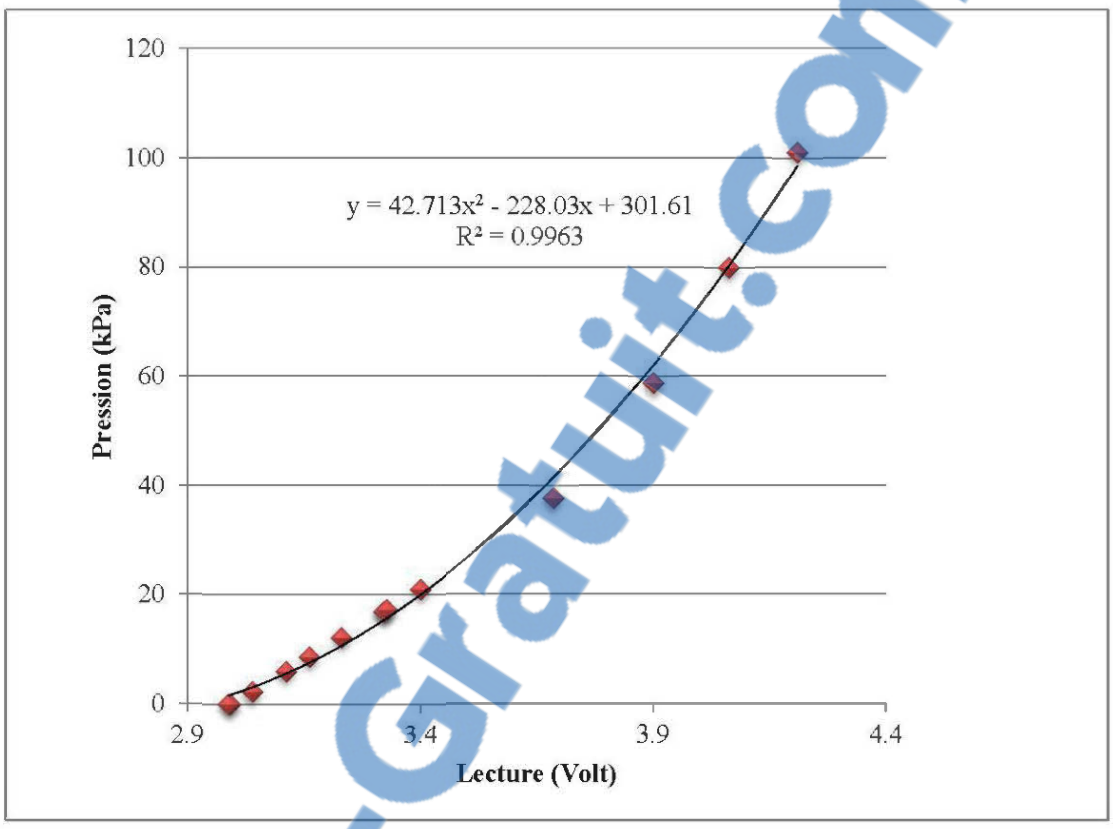


Figure IV. 8: Courbe de calibrage des capteurs de pression

La relation entre le voltage mesuré par les capteurs de pression et la pression d'azote en kPa est définie par l'Équation IV.1 :

$$P(kPa) = 42{,}713Volt^2 - 228{,}03Volt + 301{,}61 \qquad \text{Équation IV. 1}$$

avec un coefficient de corrélation R^2 près de 1.

Rapport-Gratuit.com

Obtention de la perméabilité intrinsèque

Selon la méthode utilisée, *i.e.* perméabilité au gaz en maintenant le gradient de pression constant (ASTM D 6539 – 00, 2000), la perméabilité intrinsèque est obtenue à partir de l'Équation IV.2 :

$$K_p = \frac{Q_{AV}}{\Delta P}.\frac{L}{A}.\mu.1{,}013x10^{12}$$ Équation IV. 2

où :

K_P : Perméabilité intrinsèque, en darcy
ΔP : Gradient de pression à travers l'échantillon, Pa
L : Longueur de l'échantillon, m
A : Aire de la section de l'échantillon, m^2
μ : Viscosité du gaz à la température du test, Pa.s

$$Q_{AV} = Q * \frac{P_S}{\left(P_I + P_B - \frac{\Delta P}{2}\right)} * \frac{T}{T_S}$$ Équation IV. 3

Q_{AV} : Flux volumique (pour pression et température moyenne du test $[m^3/s]$
Q : Flux d'azote à travers l'échantillon à PTS $[m^3/s]$
P_B : Pression barométrique du test [Pa]
P_I : Pression à l'entrée de l'échantillon [[Pa]
P_S : Pression PTS [Pa]
ΔP : Perte de pression à travers l'échantillon [Pa]
T_S : Température à PTS [°C]
T : Température du test [°C]
* PTS = Pression et température standard pour lesquelles le débitmètre est calibré (normalement 20°C et 101,3 kPa).

Essai de perméabilité à l'eau

Tel que mentionné précédemment, des essais de perméabilité à l'eau sont aussi réalisés sur les mêmes échantillons qui ont été testés pour la perméabilité à l'air, pour évaluer si le fait d'utiliser l'eau comme fluide influence la valeur de perméabilité intrinsèque mesurée. La Figure IV. 9 illustre le dispositif qui permet de mesurer la conductivité hydraulique saturée (de laquelle peut être tiré K) avec la méthode à charge variable.

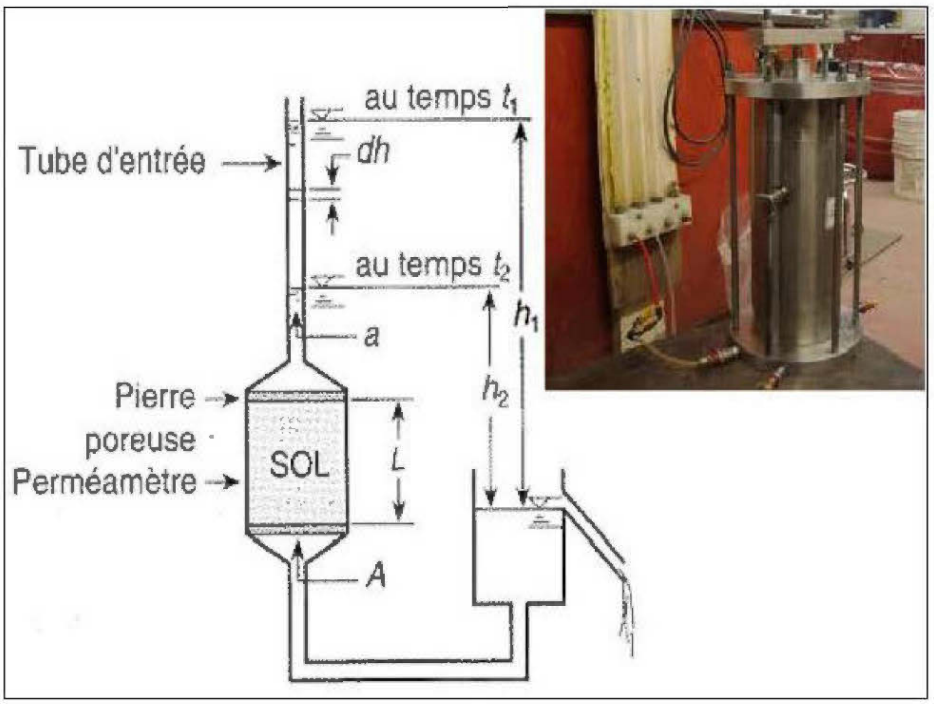


Figure IV. 9: Dispositif pour mesurer la conductivité hydraulique saturée par essai à charge variable (tiré de Robitaille et Tremblay, 1997)

Lors des essais à charge variable, une différence de charge hydraulique (h_1-h_2) est appliquée sur l'échantillon. L'aire du tube a, l'aire et la hauteur de l'échantillon, A et L sont notés et l'intervalle de temps nécessaire pour que la charge passe de h_1 à h_2 est mesuré. La conductivité hydraulique saturée est obtenue à l'aide de l'Équation IV.4 (Klute et Dirksen, 1986):

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

$$k_{sw} = 2{,}3\frac{aL}{A\Delta t} log\frac{h_1}{h_2} = \frac{aL}{A\Delta t} ln\frac{h_1}{h_2}$$ Équation IV. 4

où :

a = aire du tube de mesure [L^2]
A, L = aire et hauteur de l'échantillon [L^2,L]
Δt = intervalle de temps nécessaire pour que la charge passe de h_1 à h_2

La conductivité hydraulique corrigée à 20 °C (k_{20}) est obtenue en multipliant k_{sw} par le rapport de la viscosité de l'eau à la température du test sur la viscosité de l'eau à 20 °C, R_T , selon l'Équation IV.5 (ASTM D 2434-68, 2006; ASTM D 5084-10, 2012):

$$k_{20} = R_T k_{sw}$$ Équation IV. 5

4.3 PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

Cette section présente les résultats des essais de perméabilité au gaz et à l'eau réalisés sur les échantillons de contrôle (non cimentés) et sur les mélanges de remblai hydraulique et en pâte cimentés, âgés de 7 et 28 jours. Il est à noter que les calculs à la base de l'essai de perméabilité au gaz selon la norme ASTM D 6539 – 00 (2000) permettent d'accéder directement à la perméabilité intrinsèque (K) du matériau testé tandis que ceux tirés de l'essai de perméabilité à l'eau permettent de connaitre la conductivité hydraulique saturée (k_{sw}) de laquelle peut être déduite K.

4.3.1 Résultats des essais de perméabilité au gaz

La Figure IV. 10 présente l'évolution, durant le curage (jusqu'à 28 jours), de la perméabilité intrinsèque, K des remblais hydraulique (rond gris) et en pâte (carré noir) cimentés, évaluée à partir de l'essai de perméabilité au gaz (ASTM D 6539 – 00, 2000). Les marqueurs vides (à 0 jour) représentent la perméabilité intrinsèque des échantillons de contrôle (non cimentés).

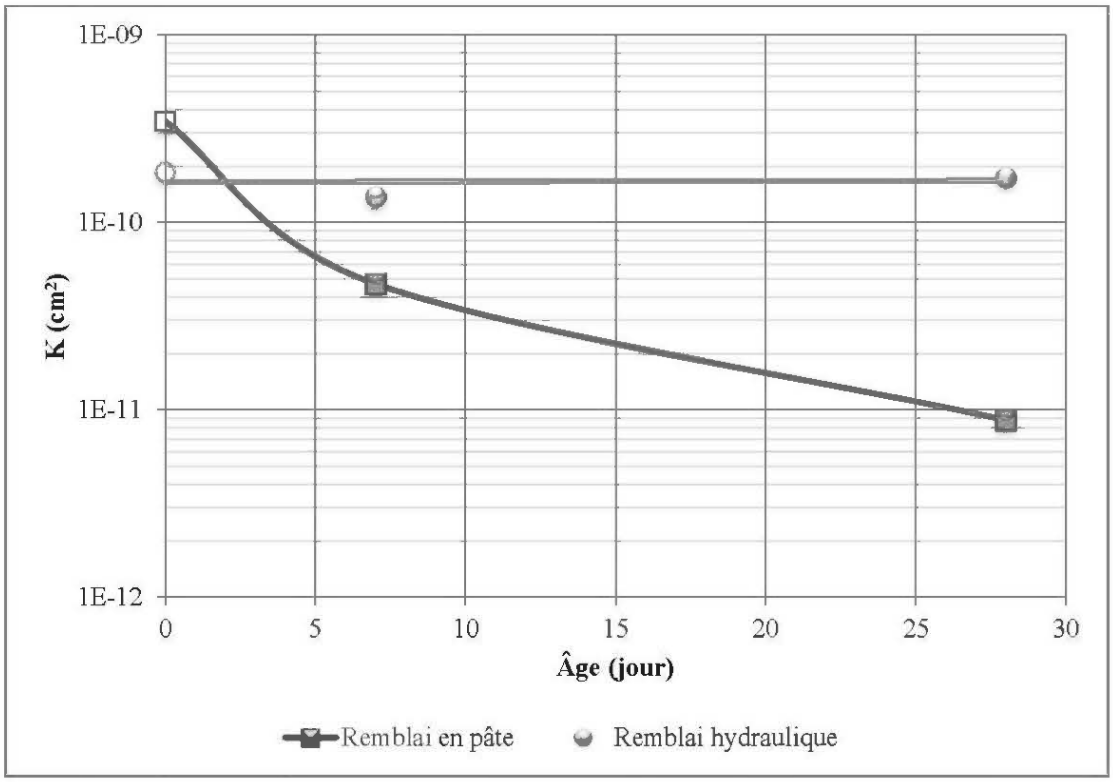


Figure IV. 10: Évolution de la perméabilité intrinsèque des remblais en pâte et hydraulique cimentés en fonction de l'âge du remblai – les marqueurs vides représentent les échantillons de contrôle

Les résultats indiquent que la perméabilité intrinsèque du remblai hydraulique demeure relativement constante dans le temps avec une valeur autour de $1x10^{-10}$ cm^2. La présence et l'hydratation du liant dans le mélange semble donc avoir peu d'impact sur la perméabilité intrinsèque de ce type de remblai. À ces résultats correspond un coefficient de perméabilité à l'azote d'environ $1,2 \times 10^{-3}$ cm/s et une conductivité hydraulique saturée (k_{sw}) estimée de l'ordre de 1×10^{-5} cm/s. La valeur de k_{sw} du remblai hydraulique est faible par rapport à ce qui

est normalement visé pour ce type de remblai (> 10^{-3} cm/s, Herget et De Korompay, 1978). Elle est toutefois comparable à ce qui a été mesuré en laboratoire par différents auteurs (entre 10^{-3} et 10^{-5} cm/s (Kuganathan, 2001; Brady et Brown, 2002; Rankine, Sivakunan et Rankine, 2004, cités dans Sivakugan *et al.*, 2006).

Au niveau du remblai en pâte, la présence du liant dans le mélange engendre une diminution de la perméabilité intrinsèque d'environ 1,5 ordre de grandeur en 28 jours, passant de 3,46 x10^{-10} cm^2 à 8,82 x10^{-12} cm^2. À ces résultats, correspond un coefficient de perméabilité à l'azote évolutif de 2,2 x 10^{-3} cm/s à 5,6 x 10^{-5} cm/s. Les conductivités hydrauliques saturées sont estimées entre 3,39 x 10^{-5} cm/s et 8,65 x 10^{-7} cm/s. Cette évolution de k_{sw} du remblai en pâte cimenté est comparable à d'autres données sur le sujet publiées dans la littérature (Belem *et al.,* 2001; Godbout, 2005; Bussière, 2007 ; Godbout *et al.,* 2007; Fall, Adrien et Célestin, 2009; Yilmaz, 2010; Helinski, Fahey et Fourie, 2011).

Validation des résultats

La loi de Darcy doit être applicable pour que les résultats des essais de perméabilité soient considérés valides. Tel que déjà mentionné, la validité de la loi de Darcy est vérifiée en traçant le graphique flux volumique (Q_{AV}) en fonction du gradient de pression (ΔP). Pour l'échantillon de matériau standard, l'efficacité du dispositif expérimental et de la méthode utilisés a été démontrée. En ce qui concerne les matériaux cimentés comme les remblais miniers, cette hypothèse reste à vérifier. Ainsi, pour tous les essais de perméabilité au gaz réalisés dans cette partie des travaux, le graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP est tracé afin de valider les résultats d'essais. Le graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP des essais sur le mélange de remblai hydraulique sans liant, cimenté et âgé de 7 et 28 jours est présenté aux Figure IV. 11, Figure IV. 12 et Figure IV. 13, respectivement.

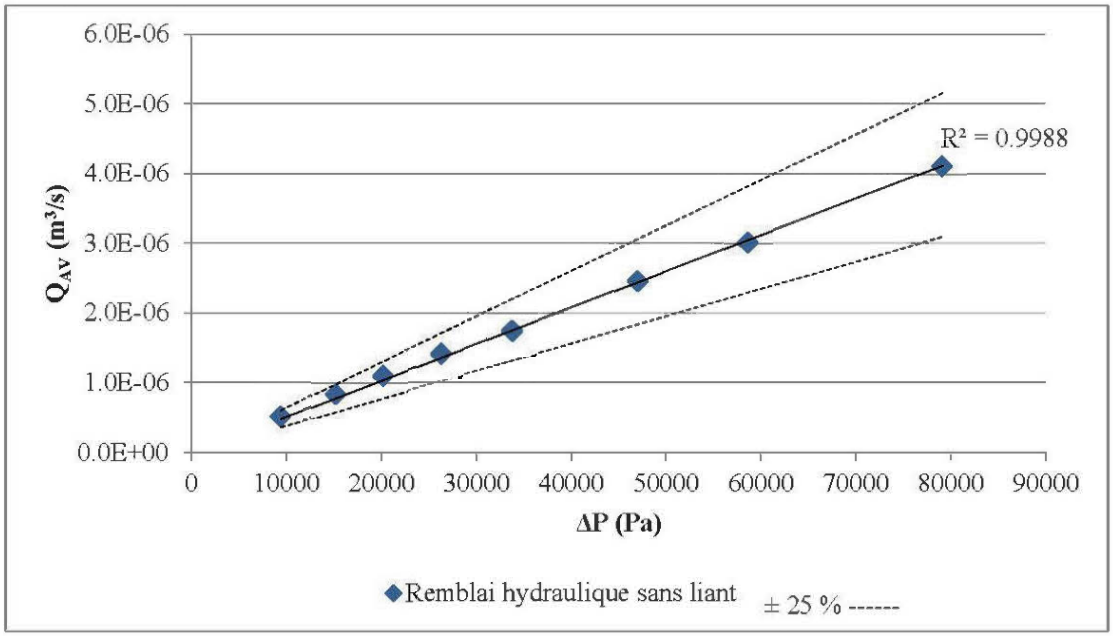


Figure IV. 11 : Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique sans liant

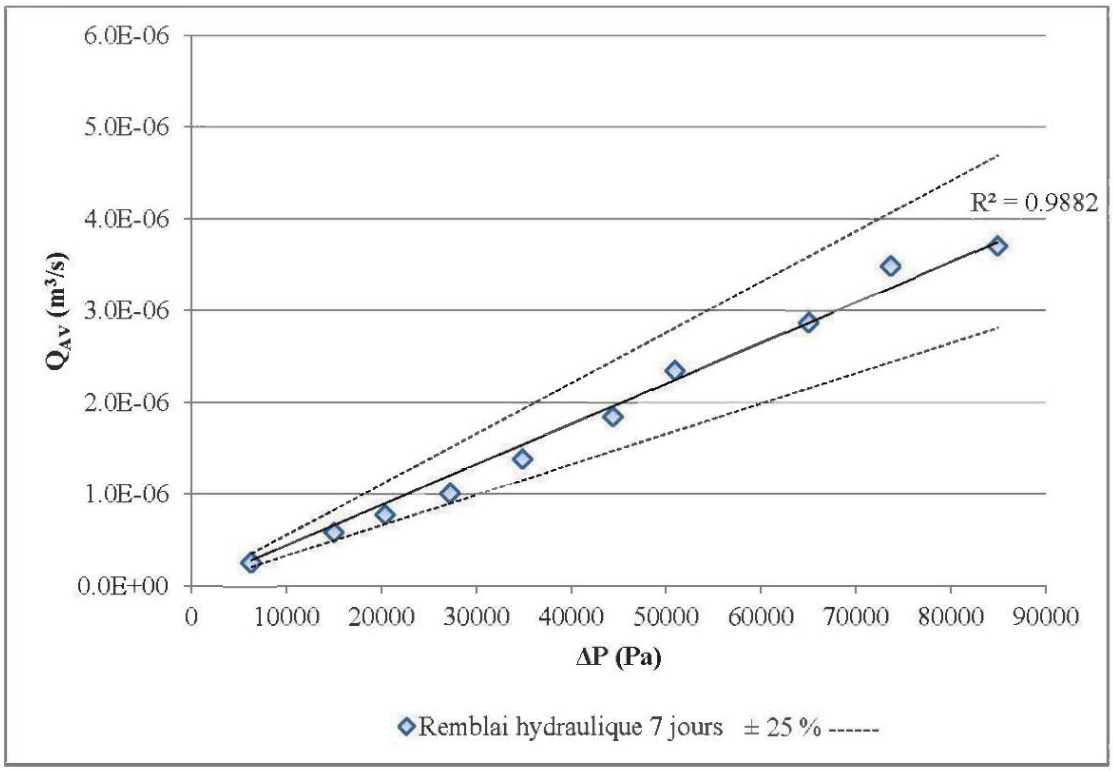


Figure IV. 12: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique cimenté âgé de 7 jours

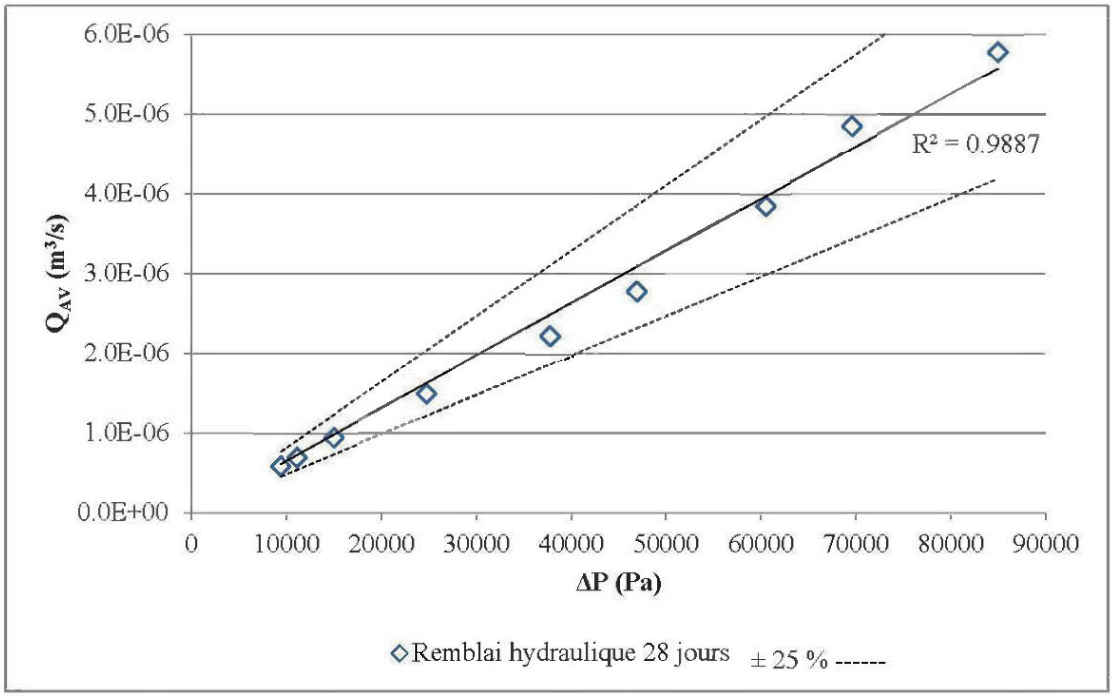


Figure IV. 13: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai hydraulique cimenté âgé de 28 jours

Les résultats expérimentaux montrent que la relation entre le flux volumique, Q_{AV} et le gradient de pression, ΔP est linéaire ($R^2 > 0{,}9882$), ce qui signifie que l'écoulement gazeux à travers le remblai hydraulique (cimenté ou non) est de type darcéen. De plus, tous les points de mesure sont localisés à l'intérieur des limites acceptables (*i.e.* ± 25 % de la droite passant par 0,0 et les résultats expérimentaux) ce qui signifie que toutes les mesures peuvent être prises en considération dans l'évaluation de la perméabilité intrinsèque du remblai hydraulique.

Le graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP des essais faits sur le mélange de remblai en pâte sans liant, cimenté et âgé de 7 et 28 jours est présenté aux Figure IV. 14, Figure IV. 15 et Figure IV. 16, respectivement.

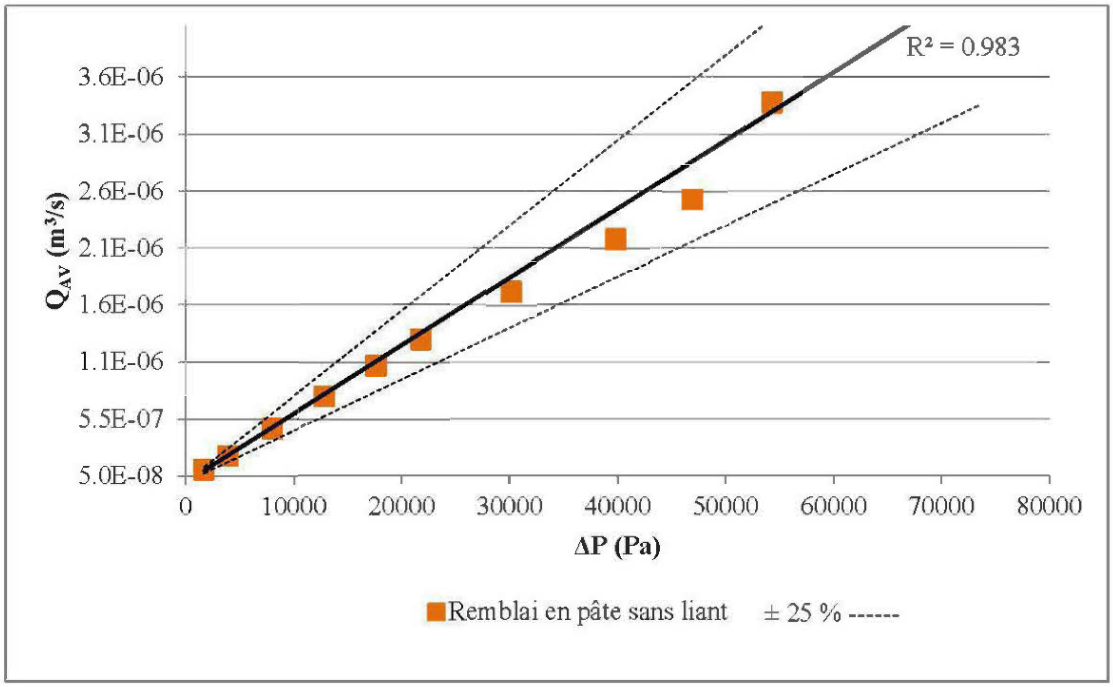


Figure IV. 14: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte sans liant

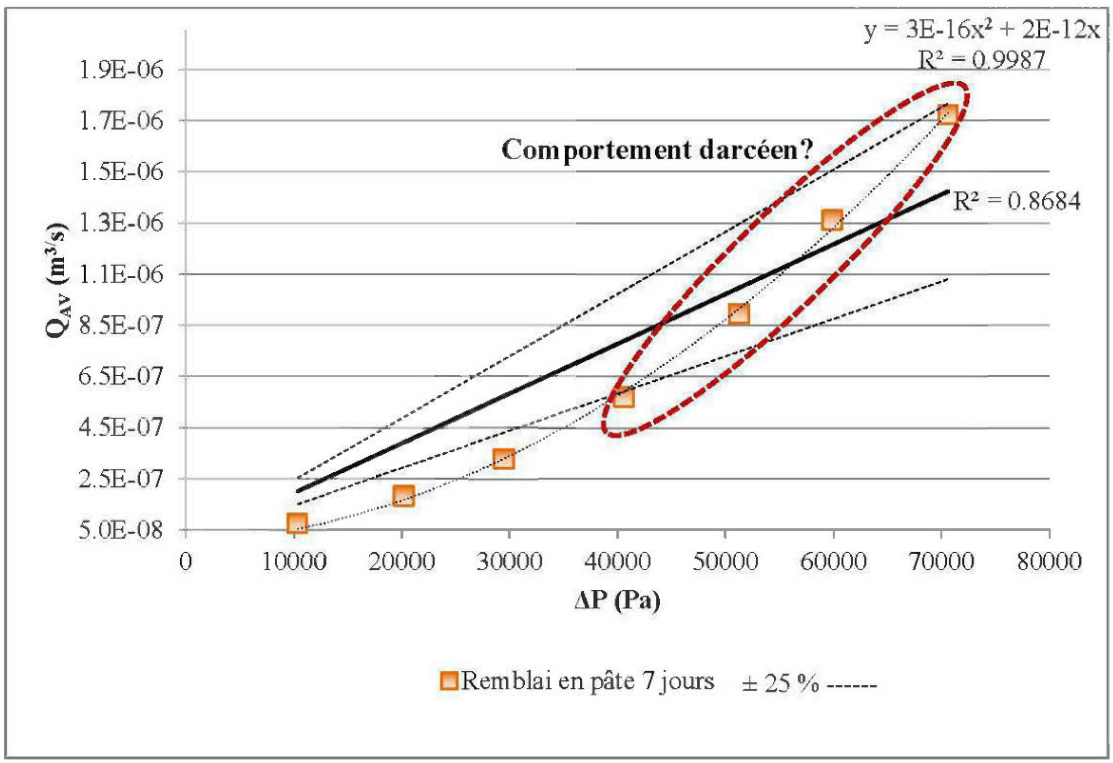


Figure IV. 15: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte cimenté âgé de 7 jours

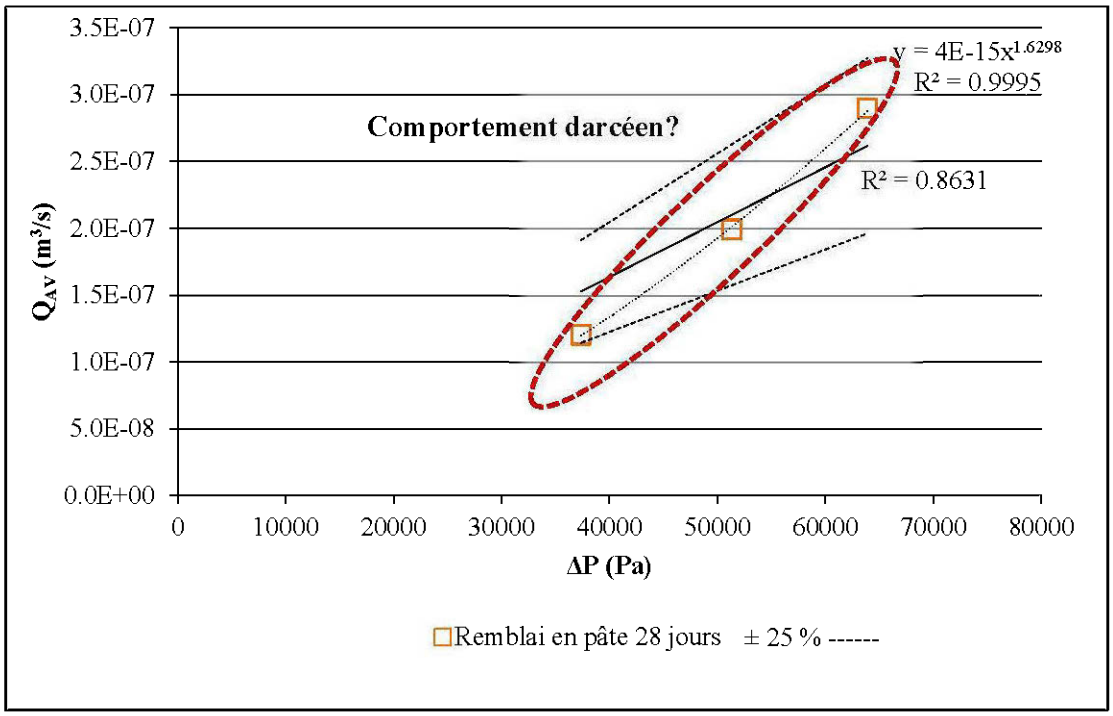


Figure IV. 16: Graphique de Q_{AV} en fonction de ΔP pour le remblai en pâte cimenté âgé de 28 jours

La Figure IV. 14 montre que la relation entre le flux volumique, Q_{AV} et le gradient de pression, ΔP, pour le mélange de remblai en pâte sans liant, est linéaire (R^2 > 0,9830), ce qui signifie que la loi de Darcy peut être considérée valide. Comme tous les points de mesure sont localisés à l'intérieur de la limite de précision de l'essai (*i.e.* ± 25 % de la droite passant par 0,0 et les résultats expérimentaux) toutes les mesures peuvent être prises en considération dans l'évaluation de la perméabilité intrinsèque du mélange de remblai en pâte sans liant.

Dans le cas du remblai en pâte cimenté âgé de 7 jours (Figure IV. 15) et de 28 jours (Figure IV. 16), la relation entre le flux volumique Q_{AV} et le gradient de pression ΔP ne suit pas la droite passant par 0,0 (R^2 autour de 0,8631). Une relation de type loi de puissance permet par ailleurs d'obtenir des coefficients de corrélation près de 1. Il est à noter que pour évaluer la perméabilité d'un matériau poreux selon la norme ASTM D 6539-00 (2000), seuls les résultats expérimentaux inclus à l'intérieur des limites de précision de l'essai, (ou indirectement ceux ayant un comportement darcéen) peuvent être pris en compte dans le

calcul de K. Ainsi, pour le calcul de la perméabilité intrinsèque du remblai en pâte cimenté, seules les mesures admissibles (encerclées en rouge sur le graphique) ont été considérées.

Remarque sur la validité de la loi de Darcy

La procédure de validation des essais de perméabilité au gaz montre que les remblais sans liant et le remblai hydraulique cimenté suivent un comportement darcéen (*i.e.* relation linéaire entre le flux volumique et le gradient de pression appliqué – condition essentielle au calcul de K selon la norme ASTM 6539-00, 2000). Par contre, en ce qui concerne le remblai en pâte cimenté, des phénomènes de non-linéarité sont observés (Figure IV. 15 et Figure IV. 16).

Rappelons que la loi de Darcy est considérée valide lorsque les conditions suivantes sont respectées :

i) Les forces d'écoulement sont dues uniquement à la viscosité (les forces d'inertie sont négligeables);
ii) Le fluide d'infiltration est inertes vis-à-vis le milieu poreux *i.e.*, il n'y a aucune interaction chimique ou physique entre le fluide et le matériau (Dullien, 1979).

Comme le fluide d'infiltration (azote) dans ce cas ci peut être considéré inerte vis-à-vis le milieu, il est possible que les phénomènes de non-linéarité (déviation de la loi de Darcy), soient dus à d'autres forces d'écoulement que la viscosité. Lorsque le fluide de percolation est un gaz, le glissement des molécules aux parois des pores provoque une modification du profil des vitesses. La vitesse aux parois des pores n'est pas nulle et il en résulte que l'écoulement du gaz comprend à la fois un écoulement de glissement et un écoulement visqueux (Klinkenberg, 1941). Il y a deux manières de considérer ou contrer l'*effet Klinkerberg* lors de la détermination de la perméabilité intrinsèque d'un matériau, soient:

i) En corrigeant la perméabilité au gaz mesurée (perméabilité apparente) à l'aide de la théorie de Klinkenberg (1941). Cette théorie fait intervenir un coefficient

Rapport-Gratuit.com

(coefficient de Klinkenberg) qui traduit l'influence de la morphologie de l'espace poreux sur l'intensité des phénomènes de glissement;

ii) En ajustant le libre parcours moyen (λ) des molécules gazeuses par l'augmentation de la pression. Le libre parcours moyen dépend de la pression du gaz et lorsque cette dernière augmente, λ diminue. Dans l'absolu, si la pression du gaz tend vers l'infini alors l'écoulement par glissement est totalement éliminé et ne subsiste que l'écoulement visqueux.

Dans cette étude, c'est en ajustant la pression que l'effet Klinkenberg a été contré. C'est d'ailleurs pour cette raison que les points de données correspondant à de faibles gradients de pression et situés à l'extérieur des limites définissant la loi de Darcy ont été exclus du calcul de K. Seuls les points de données formant une droite (± 25%), i.e., répondant à la loi de darcy, ont été considérés dans le calcul de la perméabilité intrinsèque des remblais en pâte cimentés. Il est à noter que pour la plupart des matériaux (naturels ou synthétiques), l'effet Klinkenberg est considéré négligeable (Vangpaisal et Bouazza 2004; Barral, Oxarango et Pierson, 2009). Selon Tanikawa et Shimamoto (2009), l'effet Klinkenberg devient important lorsque $K < 10^{-18}$ m^2 (ou 10^{-14} cm^2). Ces valeurs n'ont pas été atteintes dans cette étude (maximum de10^{-12} cm^2).

4.3.2 Résultats des essais de perméabilité à l'eau

La Figure IV. 17 présente l'évolution de la conductivité hydraulique saturée (k_{sw}) des remblais hydraulique (rond gris) et en pâte (carré noir) cimentés durant le curage (jusqu'à 28 jours), évaluée à partir de l'essai de perméabilité à l'eau à charge variable. Les marqueurs vides (à 0 jour) représentent la conductivité hydraulique saturée des échantillons de contrôle. Il est à noter que des problèmes de saturation (≈ 85 %) ont été rencontrés lors de l'essai à 28 jours sur le remblai hydraulique. Puisque la norme considère l'essai valide pour des degrés de saturation > 95 %, le résultat n'a pas été pris en compte. Une courbe de tendance (tiretés gris), à l'image de celle obtenue à partir des essais de perméabilité au gaz, a quand même été tracée pour représenter la tendance anticipée.

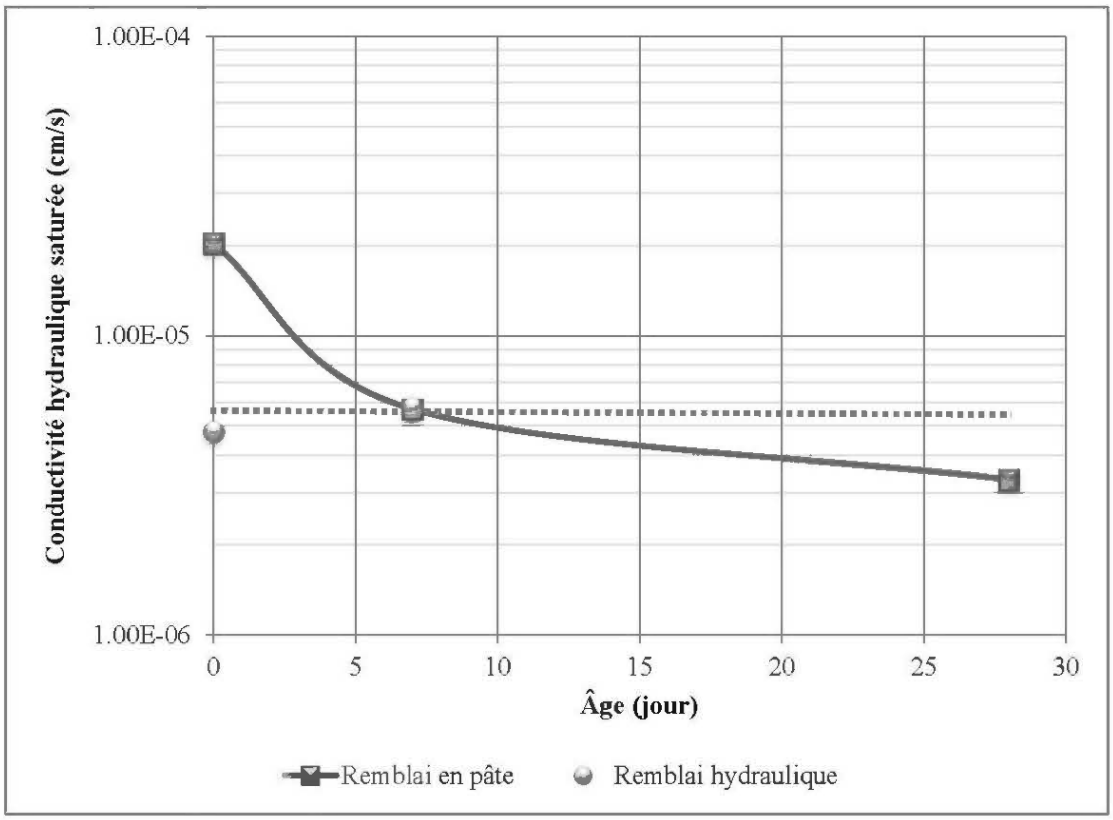


Figure IV. 17: Évolution de la conductivité hydraulique saturée en fonction de l'âge du remblai

À l'image de la perméabilité au gaz (ou intrinsèque), la conductivité hydraulique saturée du remblai hydraulique demeure relativement constante dans le temps avec une valeur autour de 5×10^{-6} cm/s alors que celle du remblai en pâte diminue d'un peu plus d'un ordre de grandeur, passant de $2{,}0 \times 10^{-5}$ cm/s à $3{,}3 \times 10^{-6}$ cm/s en 28 jours. Les valeurs de k_{sw} du remblai hydraulique sont plus faibles que celles estimées à partir de l'essai de perméabilité à l'azote (5×10^{-6} cm/s *versus* 1×10^{-5} cm/s respectivement) même si elles se situent à l'intérieur des limites de précision de l'essai de perméabilité à l'eau, soit ± ½ ordre de grandeur (Mbonimpa *et al., Pedotransfert Functions*…2002; Chapuis, 2004). Pour le remblai en pâte cimenté âgé de 28 jours, la valeur de k_{sw} est un peu plus élevée que celle évaluée à partir de perméabilité à l'azote ($3{,}3 \times 10^{-6}$ cm/s versus $8{,}65 \times 10^{-7}$ cm/s) mais se trouve aussi à l'intérieur des limites de précision de ce type d'essai.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

4.3.3 Interaction eau/matrice cimentaire durant l'essai de perméabilité à l'eau

Pour évaluer si l'interaction eau/matrice cimentaire affecte la mesure durant l'essai de perméabilité à l'eau, la perméabilité intrinsèque des matériaux à l'étude, déduite (par substitution des propriétés des fluides) des essais de perméabilité au gaz et des essais de perméabilité à l'eau, a été comparée. La Figure IV. 18 présente la comparaison de la valeur de K pour les mélanges de remblais hydraulique et en pâte, cimentés ou non et pour tous les temps de cure confondus. Une correspondance parfaite sur le graphique de la Figure IV.18 amènerait tous les points sur la droite 1 :1 (trait plein). Le Tableau IV. 3 résume l'ensemble des valeurs mesurées.

Tableau IV. 3 : Compilation des essais de perméabilité

Âge	Propriétés du fluide			Remblai en pâte			Remblai hydraulique		
				Estimée à partir de K		Mesurée	Estimée à partir de K		Mesurée
		Azote	eau	k_{sa} (cm/s)	k_{sw} (cm/s)	k_{sw} (cm/s)	k_{sa} (cm/s)	k_{sw} (cm/s)	ks_w (cm/s)
0	ρ (g/cm^3)	1,2	1	2,20E-03	3,39E-05	2,04E-05	1,18E-03	1,83E-05	4,80E-06
7	μ = (g/cm.s))	1,81E-04	0,01	3,00E-04	4,62E-06	5,70E-06	8,76E-04	1,35E-05	5,78E-06
28	g (cm/s^2)	980,665	980,665	5,61E-05	8,65E-07	3,31E-06	1,11E-03	1,72E-05	

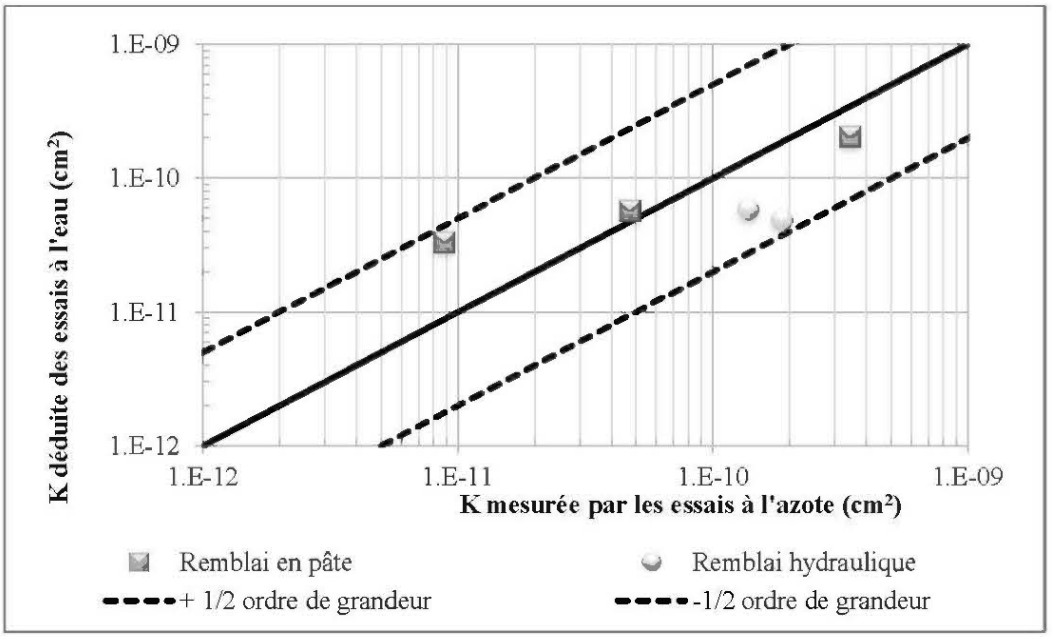


Figure IV. 18: Relation entre les valeurs de K estimées à partir des essais de perméabilité au gaz et à l'eau

La Figure IV. 18 montre que tous les points de données se situent à l'intérieur de la limite usuelle de précision de l'essai de perméabilité à l'eau (± ½ ordre de grandeur). Cette comparaison démontre la concordance entre les techniques d'évaluation utilisées dans cette étude pour déterminer la perméabilité des remblais miniers cimentés à partir d'essais de perméabilité à l'eau ou au gaz (N_2). Indirectement, ces résultats suggèrent aussi que l'interaction eau/matrice cimentaire n'affecte pas, du moins de façon significative, la valeur de K (et k_{sw}) durant les essais.

4.4 ANALYSE DES RÉSULTATS

Les résultats des essais de perméabilité indiquent une différence de comportement entre le remblai hydraulique et en pâte cimentés. Alors que la perméabilité du remblai en pâte diminue de plus d'un ordre de grandeur en 28 jours, celle du remblai hydraulique demeure relativement constante. Cette partie du chapitre se penche sur les facteurs pouvant expliquer cette différence de comportement en termes de perméabilité des remblais hydraulique et en pâte cimentés. Elle accorde aussi une attention particulière aux valeurs de perméabilité des remblais non cimentés.

4.4.1 Porosité et perméabilité des remblais non cimentés

Les essais de perméabilité, au gaz et à l'eau, montrent que la conductivité hydraulique saturée du remblai hydraulique non cimenté ($k_{sw} \approx 1 \times 10^{-5}$ cm/s anticipée selon l'essai de perméabilité au gaz et $\approx 5 \times 10^{-6}$ cm/s selon l'essai de perméabilité à l'eau) est faible comparativement à ce qui est normalement visé pour ce type de matériau (10^{-3} cm/s selon Herget et De Korompay, 1978). Cette valeur est cependant comparable à celle de son homologue en pâte ($k_{sw} \approx 2{,}0 \times 10^{-5}$ cm/s) même si ce dernier est constitué d'un granulat plus fin.

Les valeurs de conductivités hydrauliques des remblais non cimentés sont comparées à celles prédites par le modèle de Kozeny-Carman modifié (KCM) par Aubertin *et al.* (1996),

Mbonimpa *et al., Pedotransfert functions...* (2002) et Chapuis et Aubertin (2003). Tel que mentionné au chapitre chapitre II (voir Tableau II.7), ce modèle est reconnu pour prédire efficacement la conductivité hydraulique saturée des résidus miniers non cimentés.

Le Tableau IV. 4 présente les variables du modèle incluses dans le calcul de $k_{sw.}$ La Figure IV. 19 présente la comparaison entre les valeurs prédites par le modèle et celles mesurées à l'aide de l'essai de perméabilité à l'eau.

Tableau IV. 4: Variables du modèle incluses dans le modèle KCM de prédiction de k_{sw}

Variables du modèle	**Remblai en pâte**	**Remblai hydraulique**
Indice des vides (e)[11]	0,75	0,72
D_{10} (cm)	$3{,}69 \times 10^{-4}$	$1{,}50 \times 10^{-3}$
C_U	23,14	22,80

[11] L'indice des vides, e est défini à partir de la porosité totale obtenus d'essais d'intrusion au mercure (plus loin dans le chapitre) et à partir de la relation e = n/ (1-n)

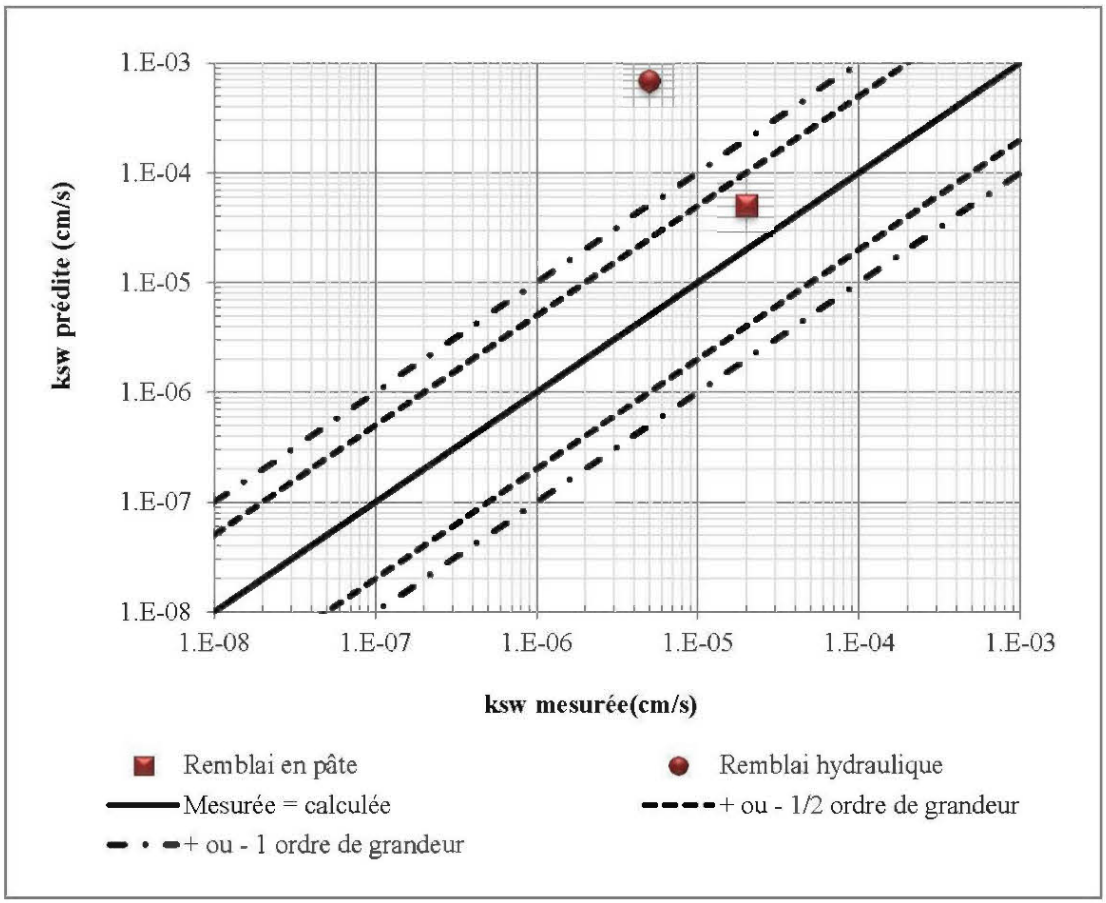


Figure IV. 19: Valeurs de k_{sw} prédites par le modèle KCM et mesurées pour les remblais, hydraulique et en pâte, non cimentés

La Figure IV. 19 montre que la valeur mesurée de la conductivité hydraulique saturée du remblai en pâte sans liant (à droite) est du même ordre de grandeur que celle prédite par le modèle de KCM (2,0 x 10^{-5} cm/s comparativement à 5,16 x 10^{-5} cm/s). Cette dernière se situe à l'intérieur des limites de précision de l'essai. Par contre, la valeur de k_{sw} du remblai hydraulique sans liant prédite par le modèle (7,05 x 10^{-4} cm/s) est nettement surestimée (près de 2 ordres de grandeur supérieure) par rapport à celle mesurée à partir de l'essai de perméabilité à l'eau (5 x 10^{-6} cm/s).

Une des raisons pouvant expliquer l'écart entre les valeurs prédites et celles obtenues des essais de perméabilité pourrait être associée à la ségrégation des particules dans les moules (Figure IV. 20).

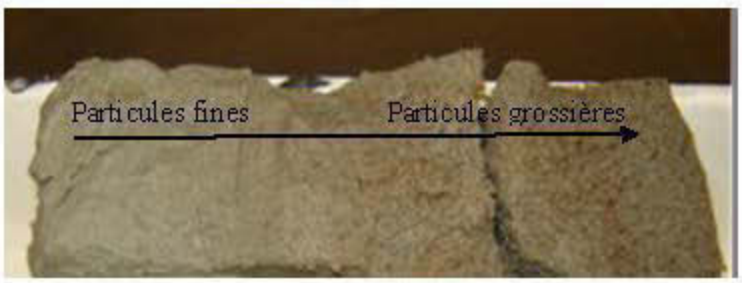


Figure IV. 20 : Ségrégation des particules dans les moules de remblais hydrauliques

Selon Ouellet, Bussière et Gagnon (1995), la conductivité hydraulique saturée du mélange de remblai hydraulique serait contrôlée par les couches de matériaux fins. Ces auteurs ont d'ailleurs mis en évidence ce phénomène en montrant, à l'aide de modélisations numériques appuyées sur des mesures et observations en chantier, que la masse de remblai hydraulique est formée d'alternance de couches de matériaux fins et grossiers et que le comportement hydrogéologiques (notamment, k_{sw}) de la masse est contrôlé par les couches de matériaux fins. Rappelons que la conductivité hydraulique saturée du rejet de concentrateur qui est inclus au mélange de remblai hydraulique est d'environ 2×10^{-5} cm/s (comparativement à 5×10^{-6} cm/s pour k_{sw} mesurée à l'eau et 1×10^{-5} cm/s lorsqu'elle est estimée à partir des essais au gaz).

Les faibles valeurs mesurées de k_{sw} du remblai hydraulique non cimenté pourraient aussi être expliquées, du moins en partie, par une densification du mélange, *i.e.* particules fines du rejet de concentrateur dans les pores plus grossiers du sable. Ce phénomène est connu pour réduire la porosité globale du matériel (Furnas, 1928; Fraser, 1935; Graton et Fraser, 1935; Powers, 1964; Al-Jarallah et Tons, 1981; Yu *et al.*, 1997; Koltermann et Gorelick, 1995; Vallejo, 2001; Koffi *et al.*, 2008) et par conséquent sa perméabilité (Peck et Watson, 1979; Bouwer et Rice, 1984; Kamann *et al.*, 2007; Zhang, Ward et Keller, 2011). Comme le remblai hydraulique est composé d'un mélange de particules fines (rejet de concentrateur : $D_{50} = 60$ µm) et de particules grossières (sable : $D_{50} = 258$ µm) (pour un ratio de tailles de

particules ou ratio d'entrée critique D_{50f}/D_{50c} de 0,23), il est possible qu'une partie des particules fines aient migré dans les pores des particules grossières et que le matériel se soit densifié.

Pour évaluer si le mélange de particules fines et grossières dans le cas du remblai hydraulique pourrait influencer la valeur de conductivité hydraulique saturée résultante, cette dernière est comparée à celle prédite par le modèle de Zhang, Ward et Keller (2011). Ce modèle propose une équation de prédiction de la porosité d'un mélange composé de particules fines et grossières et utilise l'équation de Kozeny-Carman (Bear, 1972) pour estimer la conductivité hydraulique saturée. Bien qu'il existe d'autres modèles de prédiction de k_{sw} d'un mélange à plus d'une taille de particules (eg. Peck et Watson, 1979; Bouwer et Rice, 1984, cités dans de Zhang, Ward et Keller, 2011; Koltermann et Gorelick, 1995; Kamann *et al.*, 2007), le modèle Zhang, Ward et Keller (2011) est privilégié ici puisqu'il prend en compte les limites de ces derniers en introduisant un paramètre de mixité (λ).

La porosité (n_m) d'un mélange de matériaux fin et grossier selon Zhang, Ward et Keller (2011) est obtenue à partir de l'Équation IV.6 :

$$n_m = (b_{vc} - \lambda b_{vc} + \lambda)n_c + b_{vf}n_f - \lambda b_{vc} \; si \; b_{vf} < n_c$$
$$= (1 - \lambda)b_{vc}n_c + b_{vf}n_f \; si \; b_{vf} \geq n_c \qquad \text{Équation IV. 6}$$

où b_v est la proportion de chacune des composantes (indice *c* pour grossière et *f* pour fine), *n*, la porosité et λ le coefficient de mixité compris entre 0 et 1. Le Tableau IV. 5 présente les variables incluses dans le modèle pour la prédiction de la porosité du remblai hydraulique à l'étude selon Zhang, Ward et Keller (2011).

Tableau IV. 5 : Variables du modèle de prédiction de k_{sw} du remblai hydraulique selon Zhang, Ward et Keller (2011)

Variables du modèle	**Rejet fin**	**Sable grossier**
Porosité	0,40	0,38
Proportion	0,40	0,60
λ	0,75	

Les porosités estimées de chacune des composantes sont basées sur des valeurs typiques citées dans la littérature pour les rejets de concentrateur et les sables (Bussière, 1993; Tsirel, 1997) et le coefficient de mixité, λ est fixé à 0,75. Cette valeur de 0,75 est attribuée au coefficient de mixité en raison du mode de préparation (mélangé sous forme de pulpe) et de mise en place (drainage) du remblai hydraulique (sachant que la valeur 1 représente un mélange parfait). Différents tests de prédiction de k_{sw} ont d'ailleurs été réalisés ici en faisant varier λ. Ce dernier doit être compris entre 0,6 et 1 pour que les conductivités hydrauliques saturées prédites se situent à l'intérieur des limites de précisions de l'essai (± ½ ordre de grandeur), ce qui apparait raisonnable compte tenu du mode de préparation et de mise en place du remblai hydraulique.

La conductivité hydraulique saturée du remblai hydraulique non cimenté, prédite avec le modèle de Zhang, Ward et Keller (2011) pour un coefficient de mixité de 0,75, est de $7{,}9 \times 10^{-6}$ cm/s (comparativement à la valeur mesurée qui est d'environ 5×10^{-6} cm/s). Des résultats similaires ont été publiés par d'autres auteurs ayant réalisé des essais de perméabilité sur des mélanges de rejets miniers fins et grossiers et qui ont mesuré des conductivité hydrauliques saturées autour de 1×10^{-5} cm/s pour des mélanges non compactés et de 5×10^{-6} cm/s pour les mélanges compactés (Wilson *et al.*, 2000, 2001 et 2003; Williams, Wilson et Panidis, 2003; Wickland, 2006; Ouangrawa *et al.*, 2009).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

4.4.2 Porosité et perméabilité des remblais miniers cimentés

L'évolution de la perméabilité intrinsèque du remblai en pâte cimenté est liée en partie aux changements de la géométrie des pores de la matrice cimentaire. Ces changements sont attribuables à l'hydratation du ciment qui, lors de sa réaction avec l'eau, forme des composés solides (hydrates) à l'intérieur de la matrice (Belem *et al.,* 2001; Mohamed *et al.,* 2002; Benzaazoua, Fall et Belem, 2004; Ramlochan, Grabinski et Hooton, 2004; Ouellet, 2006). Dans les bétons par exemple, une matrice cimentaire hydratée comprend, outre les composés solides, plusieurs familles de vides dont les dimensions sont comprises entre quelques dizaines d'amstrong (Å) et quelques mm (Figure IV.21).

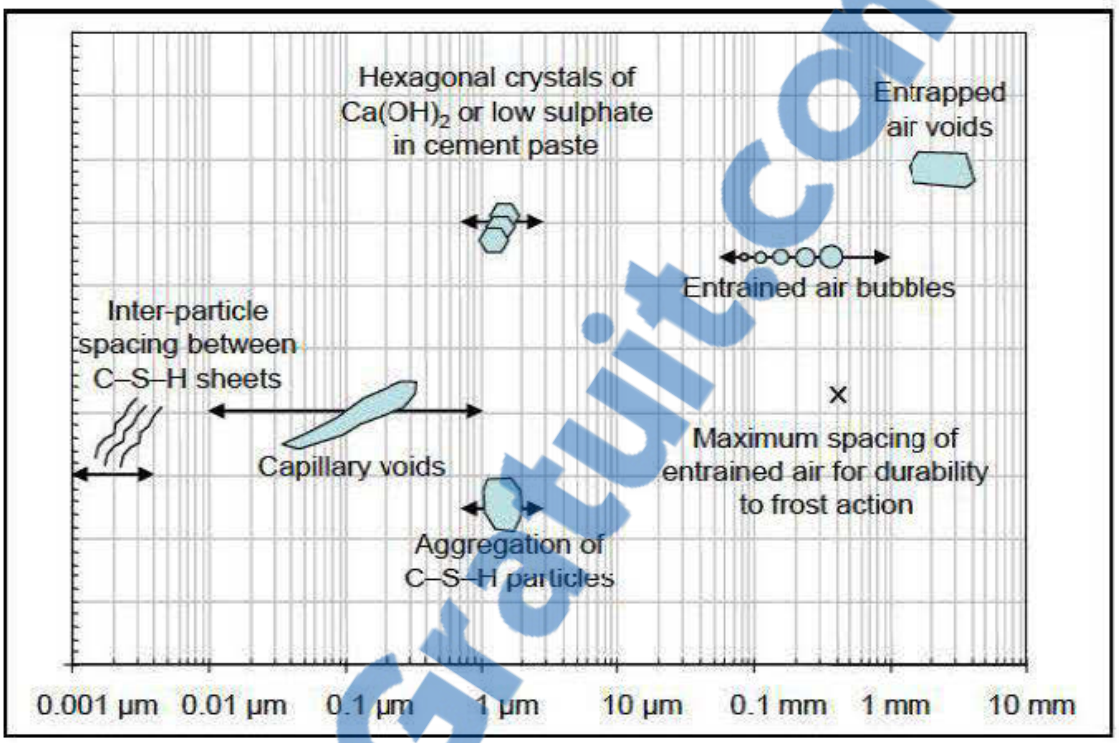


Figure IV. 21: Échelle de la taille des solides et des pores dans une matrice cimentaire hydratée (Metha et Monterio, 1993 tiré de Bertolini, Elsener *et al.*, 2004)

Par ordre décroissant de diamètre, les vides sont constitués (Bertolini, Elsener et al., 2004):

i) De vides d'air trappés (diamètre > 1mm et résultant d'un mauvais mode de mise en place (compaction));
ii) Des bulles d'air entrainées (10 µm < diamètre < 1mm);
iii) De pores capillaires (0,01 µm < diamètre < 5 µm) – principaux conduits de transfert des fluides à l'intérieur d'une matrice cimentaire;
iv) De pores de gel (diamètre < 40 Å) – cette famille de pores représente environ 28% du volume total du gel; ces pores sont trop fins pour participer au transport des fluides.

La perméabilité des remblais miniers cimentés n'est pas seulement fonction de la porosité totale (*i.e.* pourcentage du volume occupé par les pores) mais aussi de la distribution de la taille des pores, de la tortuosité du milieu et de l'interconnectivité des pores (Stauffer, 1985; Elsener, 2000). Des pores plus petits entrainent usuellement une interconnectivité plus faible (Figure IV. 22), donc une perméabilité diminuée.

Rapport-Gratuit.com

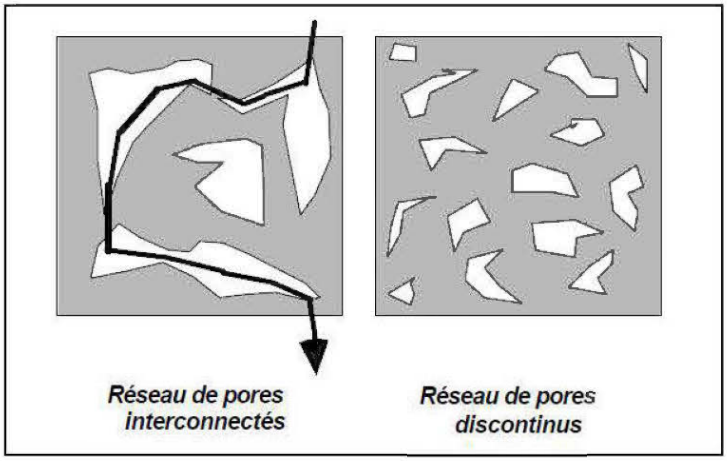


Figure IV. 22 : Influence du degré d'interconnectivité sur la perméabilité

Au sujet de l'interconnectivité des pores dans les bétons, Power (1958), cité dans Neville (1995), montre qu'il y a un rapport entre le rapport eau/ciment, le degré d'hydratation et la capacité à disloquer la porosité. Il affirme que pour des rapports eau/ciment > 0,7, comme c'est le cas pour les remblais miniers cimentés, la porosité demeure intercounectée.

Certains groupes de chercheurs ont analysé l'évolution de la microstructure des remblais en pâte cimentés. La majorité de ces études ont utilisé soit la porosimétrie au mercure (MIP pour « *Mercury Intrusion Porosimetry* ») (Benzaazoua *et al.*, 2000; Belem *et al.*, 2001; Benzaazoua *et al.*, 2003; le Roux, 2004; Ouellet *et al.*, 2004; Fall *et al.*, 2005; Ouellet *et al.*, 2007a; Yilmaz, 2010), soit le microscope électronique à balayage (MEB) couplé à l'analyse d'image ((Benzaazoua *et al.*, 1999; 2002; Belem *et al.*, 2001; Ramlochan *et al.*, 2004; Ouellet *et al.*, 2007b), soit une quantification de la surface externe des grains par analyse des surfaces spécifiques (Benzaazoua, Belem et Jolette, 2000). Ces études font notamment ressortir les éléments snivants:

i) La porosité totale des remblais en pâte cimentés diminue très peu avec le curage du liant et reste du même ordre de grandeur que celle du granulat (entre 40 et 45 %);
ii) Le diamètre d'entrée au seuil (« *threshold diameter* » - valeur généralement recounue comme étant le diamètre le plus petit ayant une continuité géométrique à travers un

échantillon) diminue avec le curage du liant indiquant une diminution de la taille des pores;

iii) La quantité de pores de taille inférieure au pic principal d'intrusion (pour l'essai MIP) augmente avec le curage, signifiant un raffinement de la porosité;

iv) La porosité demeure interconnectée (Ouellet *et al.*, 2007b).

À la connaissance de l'auteure, aucune donnée n'a été publiée à ce jour sur la microstructure des remblais hydrauliques cimentés.

Étude microstructurale des remblais miniers cimentés à l'étude

Pour mieux comprendre les différences de comportement (en termes d'évolution de la perméabilité) entre le remblai en pâte cimenté et le remblai hydraulique cimenté, une analyse de leur microstructure est présentée dans ce qui suit. L'analyse est faite sur les mélanges de remblais cimentés (5% CP_{10}) hydraulique et en pâte, âgés de 28 jours. Elle comprend des essais d'intrusion au mercure (MIP), une quantification de la surface externe des grains par analyse de la surface spécifique (BET) et une évaluation des phases cimentaires par thermogravimétrie. Le MIP vise à comparer la distribution de la taille des pores des deux types de remblais après curage. L'analyse des surfaces spécifiques permet de caractériser le degré de cimentation. L'analyse thermogravimétrique vise l'identification des phases cimentaires en présence. Cette dernière vise plus particulièrement à définir la présence ou non de gels C-S-H puisque les pores de gels sont extrêmement fins et qu'ils contribuent très peu à la perméabilité d'une pâte cimentaire; la détermination de leur présence apparait donc importante.

Porosimétrie au mercure

La porosimétrie au mercure (MIP) implique l'intrusion progressive de mercure (liquide non-mouillant) dans un matériau préalablement libéré de son humidité, sous l'application d'une pression. Cette technique se base sur les lois régissant la pénétration d'un liquide dans les

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

pores capillaires. En mesurant le volume d'intrusion de mercure dans les pores pour chaque palier de pression appliquée, il est possible d'estimer la distribution de la taille des pores du matériau poreux testé. Pour un matériau où les pores sont considérés cylindriques, la relation entre le diamètre des pores et la pression appliquée peut être exprimée par l'Équation IV.7 (Washburn, 1921) :

$$d = \frac{-1}{P} 4\gamma cos\theta \qquad \text{Équation IV. 7}$$

où d est le diamètre des pores P, la pression appliquée γ, la tension superficielle et θ, l'angle de contact.

Certains facteurs peuvent affecter la qualité des résultats obtenus à partir d'essais MIP (Simms et Yanful, 2004). Il s'agit principalement du mode de préparation des échantillons pour enlever l'eau (séchage), de l'effet sur la microstructure du matériau testé de la pression impliquée et de l'accessibilité aux différentes tailles de pores[12]. Utilisée sur une base comparative cependant, et dans la mesure où les échantillons sont préparés de la même manière et les essais réalisés dans les mêmes conditions, la porosimétrie au mercure est usuellement considérée comme une méthode fiable pour étudier la microstructure des remblais miniers cimentés (Ouellet *et al.,* 2007a; Yilmaz, 2010). La littérature (Diamond, 1970; Beaudoin et Marchand, 2001; Simms et Yanful, 2004; Ouellet *et al.,* 2007a; Yilmaz, 2010) montre une bonne reproductibilité des résultats MIP avec des distributions de la taille des pores similaires et ± 1% d'erreur au niveau de la porosité totale.

[12] Pour plus de détails sur les limitations associées à la méthode MIP voir les travaux de Winslow et Diamond (1970), Olson et al. (1997), Diamant (2000) et Beaudoin et Marchand (2001).

Procédure et préparation des échantillons

L'essai d'intrusion au mercure est mené en suivant la norme ASTM D-4404-10 (2010). Cette norme s'applique à des matériaux dont la dimension de pores varie entre 0,0025 µm et 100 µm. L'équipement utilisé est un Autopore III 9420 de Micromeritics qui peut générer une pression maximale de 60 000 psi (414 MPa) et évaluer un diamètre théorique des pores de 0,003 µm. L'essai est réalisé en deux étapes soient: l'essai à basses pressions où le vide est fait, le porte échantillon (pénétromètre) rempli de mercure et des pressions entre 1 et 30 psi sont imposées et l'essai à hautes pressions où des pressions entre 30 psi et 60 000 psi sont imposées. L'étape à hautes pressions est réalisée immédiatement à la suite de l'essai à basses pressions.

Les échantillons de remblais ont été préparés, murs et séchés selon les mêmes critères de fabrication et dans les mêmes conditions que les échantillons ayant servi aux essais de perméabilité au gaz (voir section 4.2.4). Après séchage, des échantillons de moins de 1 cm^3 ont été taillés pour la réalisation des essais. Dans le cas du remblai hydraulique, comme il y a ségrégation des grains immédiatement après sa mise en place dans les moules (Figure IV. 23), l'échantillon a été prélevé au milieu du moule afin d'obtenir une valeur moyenne.

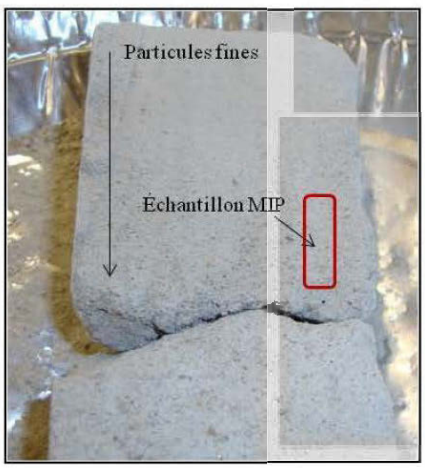


Figure IV. 23: Échantillon de remblai hydraulique pour l'essai MIP

Distribution des pores des remblais à l'étude

La distribution de la taille des pores du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimentés à l'étude (5 % CP_{10}), âgés de 28 jours, est présentée à la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**Figure IV.24.

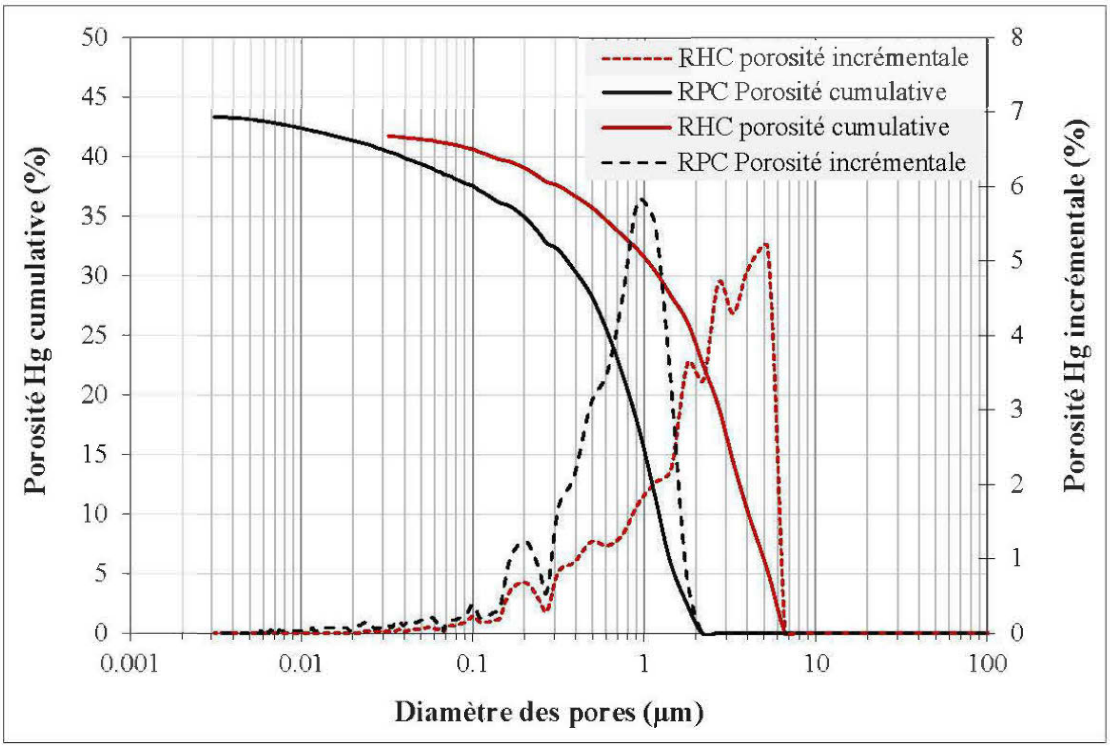


Figure IV. 24: Distribution de la taille des pores des remblais hydraulique et en pâte cimentés à l'étude

Les profils de la distribution de la taille des pores du remblai hydraulique et du remblai en pâte cimentés, présentés à la Figure IV.24, permettent de comprendre en partie la différence de perméabilité, à 28 jours de curage, entre les deux matériaux (RHC : $1x10^{-10}$ cm^2 et RPC : $8{,}82\ x10^{-12}$ cm^2). Même si les porosités totales sont relativement proches pour les deux types de remblai (hydraulique : 41,9% et en pâte : 43,3%[13]), la taille des pores diffère. En effet, le

[13] Porosités totales typiques de celles de remblais en pâte cimentés évaluées au MIP (Ouellet *et al.*, 2007; Yilmaz, 2010)

remblai en pâte cimenté est caractérisé par une porosité beaucoup plus fine que son homologue hydraulique avec des diamètres d'entrée au seuil de 0,9225 µm et 5,2582 µm respectivement. La proportion de pores fins (< 0,3 µm) est également plus élevée dans le remblai en pâte (≈ 11 %) que dans le remblai hydraulique (≈ 4 %).

Analyse BET des surfaces spécifiques

Les résultats de l'analyse de la surface spécifiques des grains solides des remblais hydraulique et en pâte sans liant (0 jour) et cimentés (âgés de 1 et 28 jours) est présentée à la Figure IV. 25.

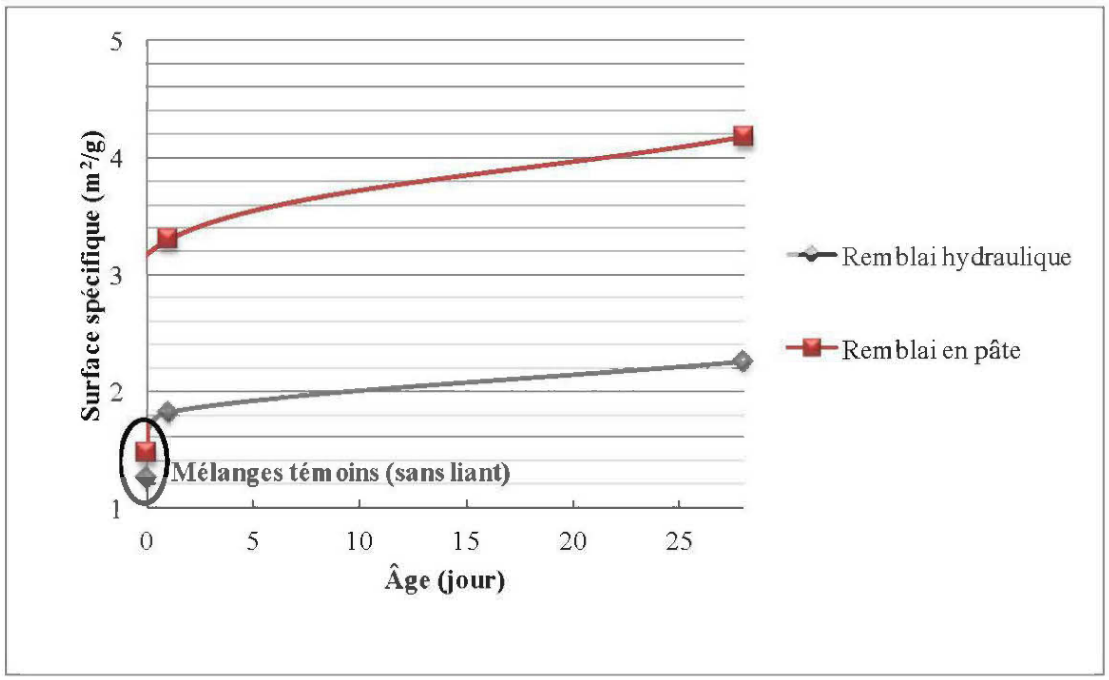


Figure IV. 25: Évolution de la surface spécifique des remblais hydraulique et en pâte cimentés

La Figure IV. 25 montre une évolution des surfaces spécifiques des mélanges de remblais cimentés avec un effet nettement plus marqué pour le remblai en pâte. La surface spécifique du remblai hydraulique passe de 1,249 m^2/g à 2,2465 m^2/g en 28 jours alors que celle du remblai en pâte évolue de 1,4724 m^2/g à 4,1797 m^2/g. Ces données indiquent un degré de

cimentation plus important pour le remblai en pâte cimenté que pour le remblai hydraulique cimenté.

Analyse thermogravimétrique

La Figure IV. 26 présente les profils thermogravimétriques du remblai en pâte sans liant (tiret noir) et cimenté, âgé de 28 jours (trait plein orangé).

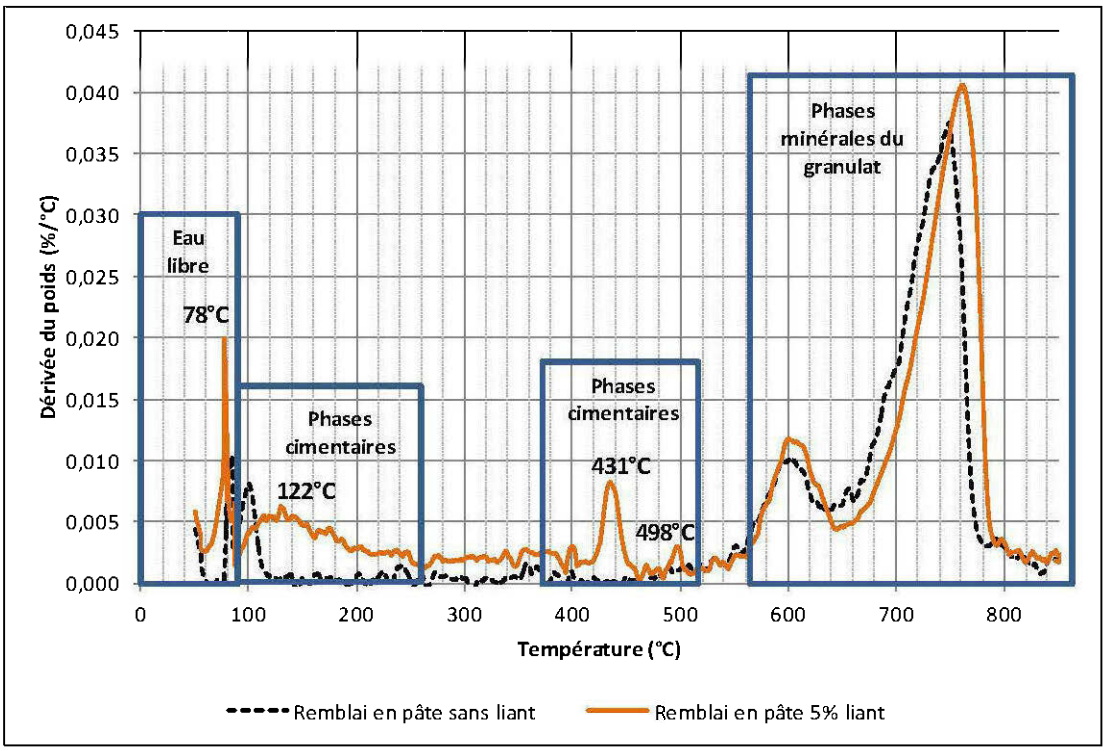


Figure IV. 26 : Dérivée de la perte de masse en fonction de la température pour le remblai en pâte

La Figure IV. 26 indique l'apparition de pics entre 120°C et 260°C et autour de 430°C qui suggèrent la formation de phases hydratées avec le curage du remblai en pâte. Selon la littérature (Todor, 1976; Dweck *et al.*, 2000 et 2002; Mayoral *et al.*, 2002; *Ramachandran et al.*, 2002; Hu *et al.*, 2003; Veldalakshmi *et al.*, 2003 cités dans Fried, 2005 et dans Ouellet, 2006), les phases présentes entre 120°C et 200°C pourraient correspondre à des gels C-S-H (ou à du gypse) et celles à 430°C à de la portlandite.

La Figure IV. 27 présente les profils thermogravimétriques du remblai hydraulique sans liant (pointillé noir) et cimenté, âgé de 28 jours (tiret bleu).

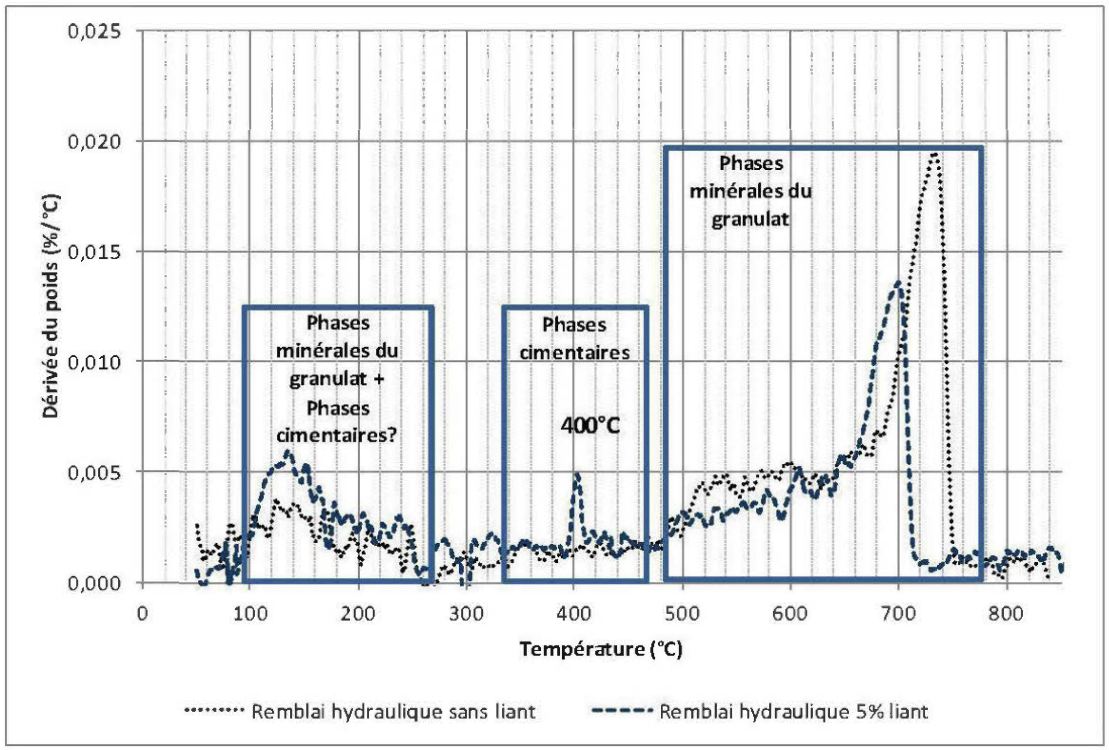


Figure IV. 27 : Dérivée de la perte de masse en fonction de la température pour le remblai hydraulique

Dans le cas du remblai hydraulique, seul le pic à 400 °C différencie les profils du remblai sans liant à celui du mélange contenant 5 % liant, suggérant, comme dans le cas du remblai en pâte cimenté, la formation de portlandite. Par contre, dans le cas de la perte de masse observée entre 100°C et 260°C (profil comparable à celui du remblai en pâte cimenté pour cette plage de température), il n'est pas clair si elle est causée par la présence d'hydrates ou attribuée aux phases originales du granulat. Lorsque les profils des remblais hydraulique et en pâte cimentés sont comparés (Figure IV. 28), il semble que le remblai en pâte développe davantage d'hydrates que le remblai hydraulique, particulièrement au niveau des gels C-S-H où les pertes de masse observées entre 100°C et 260°C sont de 0,61 % et 0,52 % respectivement.

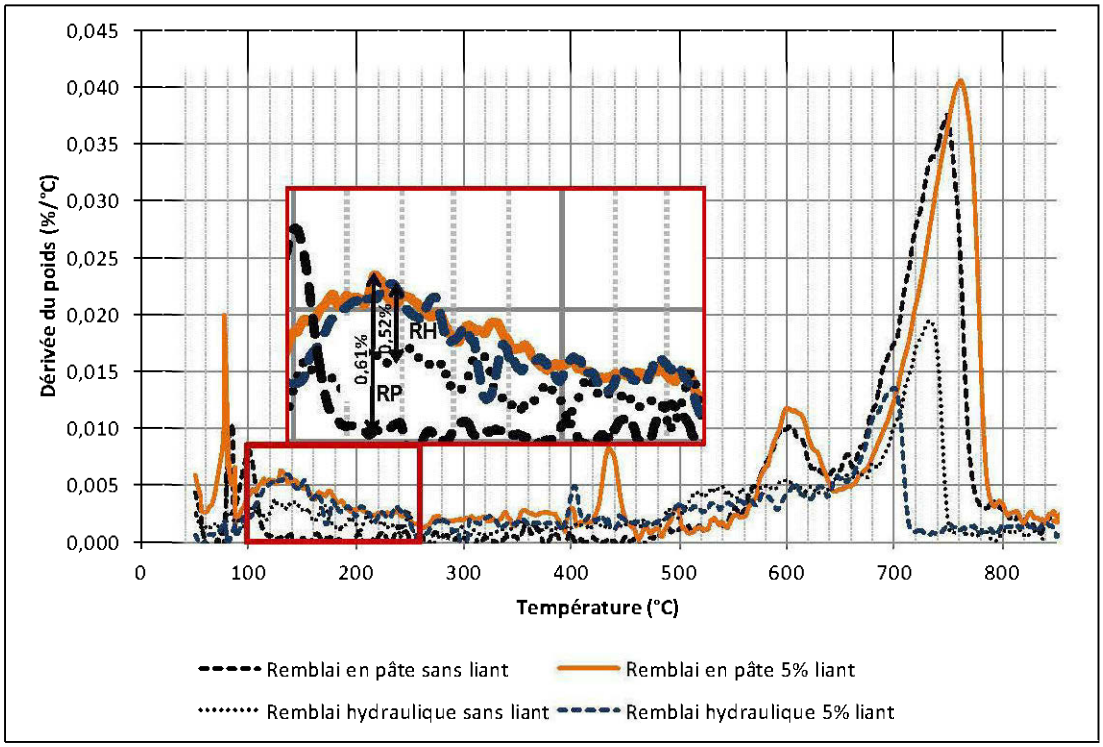


Figure IV. 28 : Comparaison entre les profils obtenus de l'analyse thermique des remblais hydraulique et en pâte cimentés avec 5% liant

Dernière remarque sur l'étude microstructurale

Les résultats des essais MIP indiquent que le remblai en pâte cimenté développe une porosité plus fine que le remblai hydraulique. La quantification des surfaces des grains indique un degré de cimentation plus élevé dans le cas du remblai en pâte que dans le cas du remblai hydraulique. L'analyse thermique suggère que le remblai en pâte forme davantage d'hydrates, notamment au niveau des gels C-S-H, que le remblai hydraulique. Tous ces facteurs contribuent à expliquer la plus grande perméabilité du remblai hydraulique cimenté à l'étude par rapport à son homologue en pâte. Compte tenu que les deux types de remblai (hydraulique et en pâte) contiennent le même type et la même proportion de liant lors du mélange, la raison pouvant expliquer cette différence en termes de cimentation et de développement de la porosité, tient probablement du fait qu'une partie du liant est entrainée

lors du drainage du remblai hydraulique[14]. Des analyses chimiques des eaux de drainage des remblais hydrauliques avec et sans liant confirment d'ailleurs cette hypothèse en présentant notamment une teneur plus élevée en Ca (902 mg/L versus 649 mg/L) dans les eaux de drainage du mélange cimenté (voir certificats d'analyse en annexe, Appendice A).

4.4.3 Comparaison entre les valeurs de k_{sw} mesurées et prédites par différents modèles

Cette section présente une comparaison entre les valeurs de conductivités hydrauliques saturées mesurées et celles prédites par les modèles de prédiction jugés les plus appropriés (*cf.* Tableau II.7).

Prédiction de k_{sw} en fonction de certains paramètres géotechniques des remblais

Kozeny-Carman (KC) (1956) proposent une équation (Équation IV.8) bien connue de prédiction de la conductivité hydraulique saturée en fonction des propriétés du fluide (μ_w et ρ_w) et de certains paramètres géotechniques du matériau (porosité, *n* (ou indice des vides, *e*), surface spécifique (S_s en m^2/ kg de solide) et densité relative (D_r) des grains). Un facteur C (sans unité), qui prend en compte la forme et la tortuosité du réseau poreux est aussi inclus au modèle :

$$k_{sw} = C\frac{g}{\mu_w \rho_w}\frac{e^3}{S_s^2 D_r^2 (1+e)}$$ Équation IV. 8

[14] Pour le remblai en pâte cimenté, le drainage est négligeable donc tout le liant ajouté au mélange demeure disponible pour la cimentation.

Rapport-Gratuit.com

Les résultats de l'analyse des surfaces spécifiques menés ici sont inclus au modèle proposé par KC (1956) et comparés aux conductivités hydrauliques saturées mesurées (selon l'essai de perméabilité à l'eau) du remblai hydraulique (rond rouge) et en pâte (carré rouge) sans liant (marqueurs vides) et cimentés âgés de 28 jours (marqueurs pleins) (Figure IV. 29).

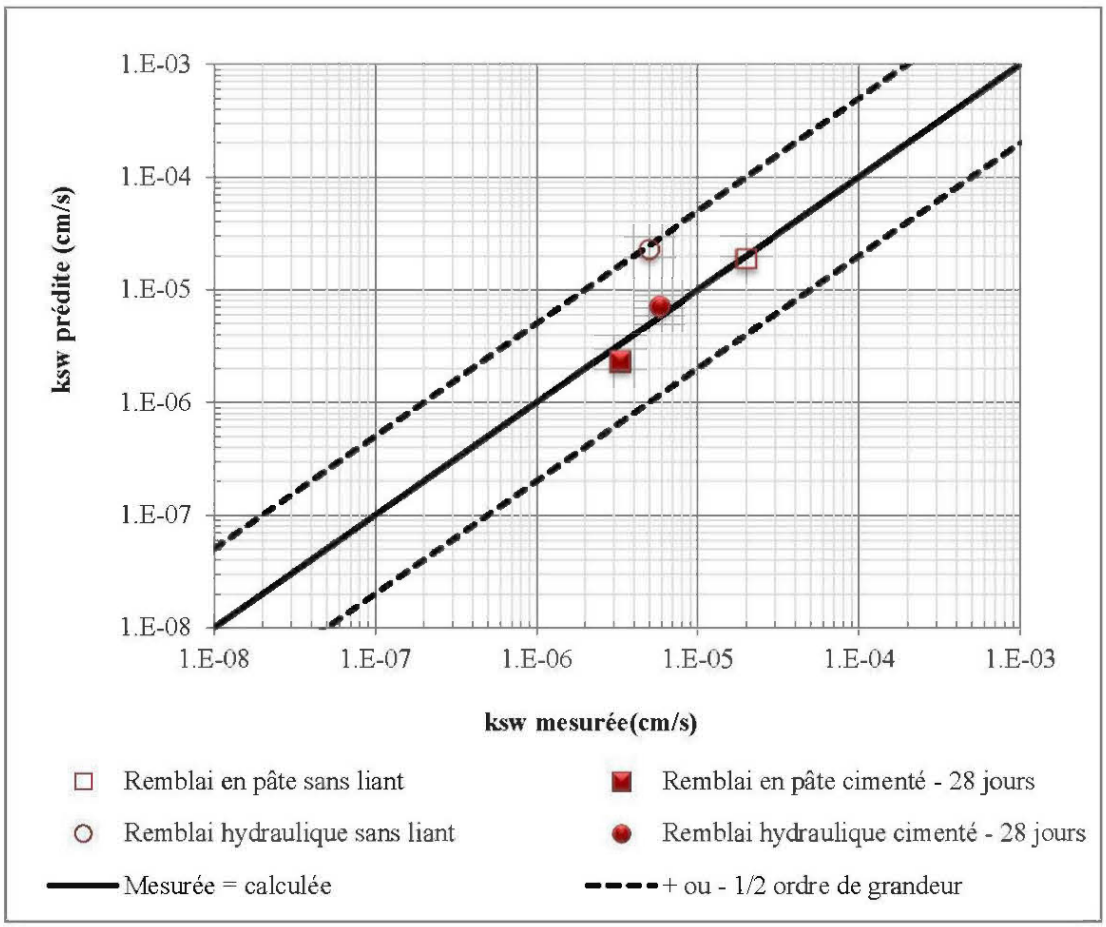


Figure IV. 29 : Corrélation entre les valeurs de k_{sw} mesurées et celles prédites par le modèle de KC (1956)

La Figure IV. 29 montre que les k_{sw} prédites avec le modèle proposé par KC (1956) se situent à l'intérieur des limites de précision de l'essai de perméabilité à l'eau (± ½ ordre de grandeur) pour le remblai hydraulique et le remblai en pâte, cimentés ou non. La prise en compte de l'évolution de la surface spécifique des grains apparait donc comme un facteur d'influence à considérer dans l'évolution de k_{sw} des remblais miniers cimentés.

Prédiction de k_{sw} en fonction de la distribution de la taille des pores

Certains modèles de prédiction relient la conductivité hydraulique saturée des sols (Leonards, 1962; Garcia-Bengochea *et al.*, 1979; Jang et Holtz, 1986; Lapierre *et al.*, 1990) ou des bétons (Lafhaj *et al.,* 2006) à la distribution de la taille des pores (PSD). Cette dernière est usuellement mesurée à partir d'essais d'intrusion au mercure (MIP). Parmi ces modèles, le modèle de Kozeny, basé sur la théorie du rayon hydraulique (équation Hagen-Poiseuille) et appliqué à des sols silteux (90% silt et 10 % kaolin), apparaît un modèle intéressant pour prédire la conductivité hydraulique saturée des remblais miniers cimentés (Simms et Yanful, 2004).

La relation entre la PSD et la conductivité hydraulique saturée selon les modèle de la théorie du rayon hydraulique (Garcia-Bengochea *et al.*, 1979) est représentée par l'Équation IV.9:

$$k = C_S^* \frac{n\gamma}{\mu}\left[\frac{1}{4\sum_i \frac{f(d_i)}{d_i}}\right]^2 \qquad \text{Équation IV. 9}$$

où, C_s^* est un facteur de forme (=1/32 pour des pores cylindriques), n la porosité, γ le poids volumique du fluide, μ est la viscosité du fluide, d_i est le diamètre des pores, et $f(d_i)$ la fréquence volumétrique des pores de taille d_i.

Les résultats des essais MIP menés ici sont inclus au modèle proposé par Garcia-Bengochea *et al.* (1979) et comparés aux conductivités hydrauliques saturées mesurées (à partir de l'essai de perméabilité à l'eau) du remblai hydraulique (rond rouge) et en pâte (carré rouge) cimentés, âgés de 28 jours (Figure IV. 30). Sur la Figure IV. 30, est également indiquée la corrélation entre la valeur prédite et mesurée de k_{sw} des travaux de Garcia-Bengochea *et al.* (1979) en guise de référence.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

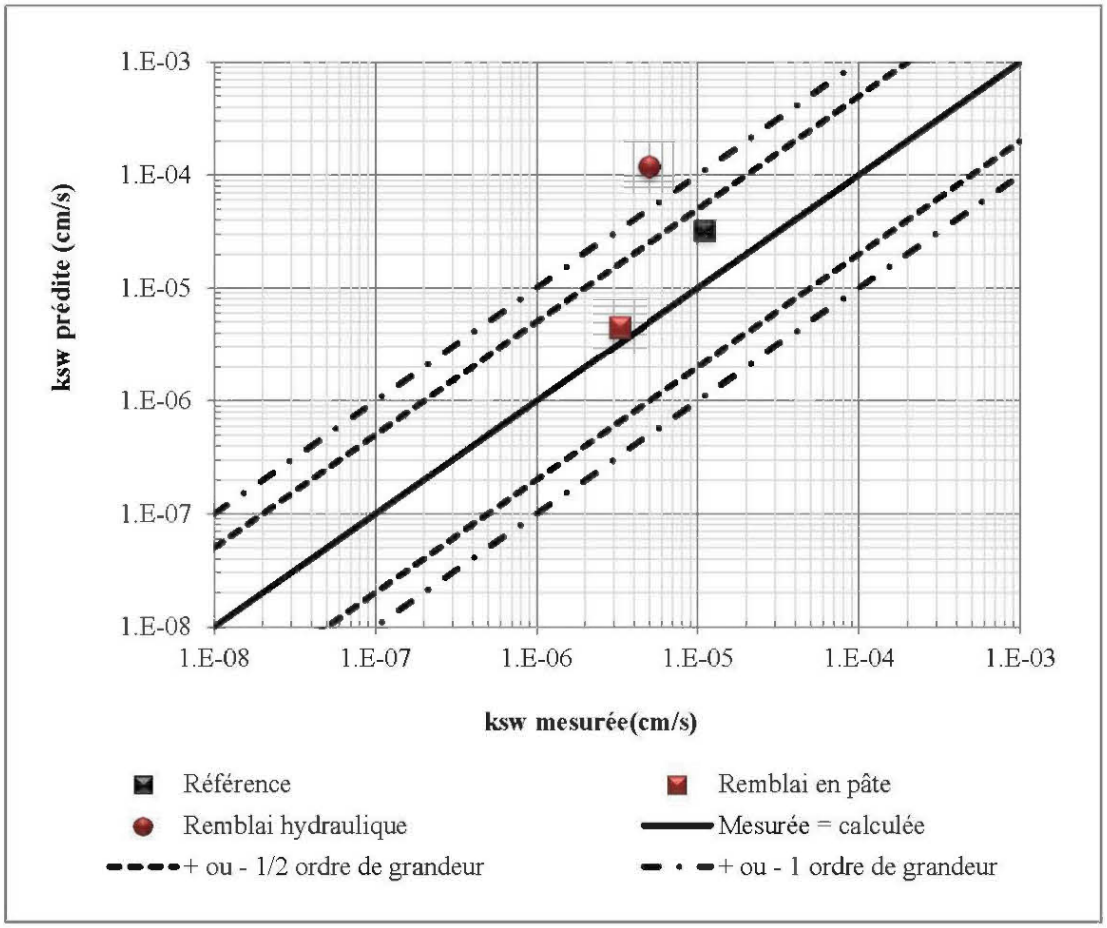


Figure IV. 30 : Corrélation entre les valeurs de k_{sw} mesurées et celles prédites par le modèle de Garcia-Bengochea *et al*, 1979

La Figure IV. 30 montre que les prédictions de k_{sw} selon la théorie du rayon hydraulique se situent à l'intérieur des limites de précision de l'essai de perméabilité à l'eau (± ½ ordre de grandeur) pour le remblai en pâte cimenté. Par contre, en ce qui concerne le remblai hydraulique cimenté, la valeur prédite par le modèle n'est pas incluse à l'intérieur des limites de précision de l'essai. Ces prédictions vont dans le même sens que celles faites avec les modèles basés essentiellement sur la granulométrie (voir Figure IV.19). Ce décalage entre les valeurs prédites et mesurées pour le remblai hydraulique est peut-être relié à l'hétérogénéité du matériel; il est possible que l'échantillon qui a servi à l'essai MIP ne représente pas bien celui qui contrôle la perméabilité (hypothèse : couche fine à la surface). Enfin, ces résultats suggèrent aussi que l'on peut estimer de façon préliminaire la conductivité hydraulique

saturée d'un remblai en pâte cimenté uniquement à partir d'un petit échantillon dont on a réalisé un essai MIP mais pas pour le remblai hydraulique.

Prédiction de k_{sw} en fonction du temps, du type et de la chimie des liants

Les conductivités hydrauliques saturées mesurées (selon l'essai de perméabilité à l'eau) du remblai hydraulique (rond rouge) et en pâte (carré rouge) sans liant (marqueurs vides) et cimentés âgés de 28 jours (marqueurs pleins) sont comparées à celles prédites par le modèle de Godbout (2005) (Figure IV. 31). Ce modèle prend en compte le temps de durcissement, la quantité et la chimie des liants.

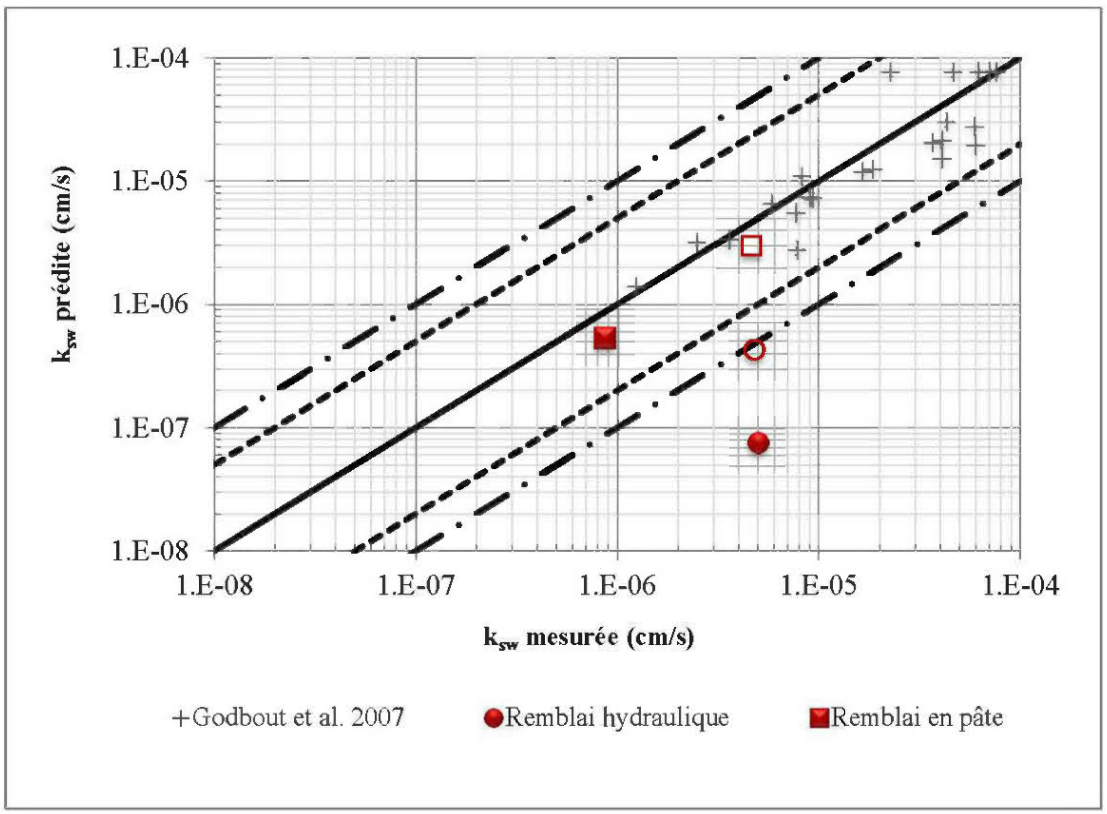


Figure IV. 31 : Corrélation entre des valeurs de conductivité hydraulique saturée pour des remblais en pâte cimentés mesurées et prédites avec le modèle proposé par Godbout (2005)

Les résultats confirment la capacité du modèle de Godbout (2005) à prédire efficacement l'évolution de la conductivité hydraulique saturée du remblai en pâte cimenté mais pas celle du remblai hydraulique cimenté. En effet, ce modèle confère des propriétés évolutives aux matériaux cimentés, ce qui n'a pas été observé dans le cas du remblai hydraulique cimenté à l'étude.

4.5 SOMMAIRE ET CONTRIBUTIONS LIÉES AU CHAPITRE PERMÉABILITÉ

Le principal défi lié à cette partie de la thèse était d'adapter et valider une méthode pour être capable de mesurer la perméabilité intrinsèque, K (indépendante de la nature du fluide durant la mesure) de matériaux évolutifs et réactifs comme les remblais miniers cimentés sulfureux. Ces travaux s'inscrivaient dans la suite des travaux de Godbout (2005) où l'évolution de la conductivité hydraulique saturée, k_{sw} de remblais en pâte cimentés a été étudiée. L'essai de perméabilité au gaz, basé sur la norme ASTM 6539-00 (2000) et adapté aux besoins de l'étude a permis d'atteindre les objectifs fixés. Il a notamment permis d'amener plus loin notre compréhension de l'évolution de la perméabilité des remblais hydrauliques et en pâte cimentés, fonction non évaluée au niveau des remblais hydrauliques jusqu'à présent. Les résultats des essais ont montré une différence de comportement entre les remblais en pâte et les remblais hydrauliques cimentés et confirmé l'hypothèse de départ. Alors que la perméabilité du remblai hydraulique cimenté à l'étude demeure relativement constante dans le temps, celle de son homologue en pâte diminue de plus d'un ordre de grandeur en 28 jours (et devient inférieure à celle du remblai hydraulique de plus d'un ordre de grandeur). L'étude a mis en évidence le phénomène de ségrégation des grains dans les remblais hydrauliques, avec une perméabilité probablement contrôlée en grande partie par les couches de particules fines (ce qui expliquerait les faibles valeurs de k_{sw} mesurées par rapport à celles visées pour ce type de matériau). L'absence d'évolution de k_{sw} du remblai hydraulique cimenté serait liée à l'entrainement d'une partie du liant lors du drainage du matériel (cimentation plus faible), contrairement au remblai en pâte où le drainage est négligeable. L'évolution de k_{sw} du remblai hydraulique cimenté à l'étude serait davantage fonction de l'espace que du temps.

Les techniques de caractérisation complémentaires (MIP, ATG et analyse des surfaces spécifiques) utilisées pour l'analyse des résultats ont contribué à améliorer la compréhension des comportements observés en termes d'évolution de la perméabilité. Les résultats des essais MIP indiquent que le remblai en pâte cimenté développe une porosité plus fine que le remblai hydraulique. La quantification des surfaces des grains indique un degré de cimentation plus élevé dans le cas du remblai en pâte que dans le cas du remblai hydraulique. L'analyse thermique suggère que le remblai en pâte forme davantage d'hydrates, notamment au niveau des gels C-S-H, que le remblai hydraulique. Connaissant la capacité des hydrates (gels C-S-H surtout) à réduire la porosité effective d'une matrice cimentaire, et puisque ce sont surtout la porosité totale et la dimension des pores capillaires (0,01 µm < diamètre < 5 µm) qui influencent la perméabilité (Metha et Monterio, 1993; Bertolini, Elsener *et al.,* 2004), les résultats de cette analyse contribuent à expliquer la plus grande décroissance de la perméabilité des remblais en pâte par rapport à celle des remblais hydrauliques.

Ces informations sont importantes pour analyser le mouvement des fluides (eau et oxygène) dans un chantier minier remblayé et mieux comprendre le comportement physico-chimique de la masse. Pour le remblai en pâte cimenté, il faut prendre en compte dans les modélisations la nature évolutive du matériel alors que cela n'est pas nécessaire (du moins pour k_{sw}) lorsque le chantier est remblayé avec du remblai hydraulique cimenté.

Une autre contribution importante découlant de l'approche utilisée est la vérification de la technique de mesure à l'eau pour évaluer la conductivité hydraulique saturée des remblais miniers cimentés. Rappelons que les équations à la base du calcul de k_{sw}, basées sur la loi de Darcy, supposent qu'il n'y a pas d'interaction entre la matrice cimentaire et le fluide durant la mesure. Des doutes persistaient donc quant à la validité de la technique de mesure qui utilise l'eau comme fluide d'infiltration. Les résultats obtenus à partir des essais de perméabilité à l'azote (fluide d'infiltration inerte), corroborés par ceux obtenus à partir des essais de perméabilité à l'eau, suggèrent que l'interaction eau/matrice cimentaire n'affecte pas de façon significative la mesure lors des essais de perméabilité à l'eau. En effet, la comparaison de K déduite à partir des essais à l'eau et au gaz place l'ensemble des résultats à l'intérieur des limites de précision de l'essai lui-même (voir Figure IV. 18). Cette contribution est

importante puisqu'elle indique que l'essai de perméabilité à l'eau est fiable pour déterminer la perméabilité intrinsèque K et la conductivité hydraulique saturée k_{sw} des remblais miniers cimentés (un des principaux paramètres utilisés en ingénierie environnementale pour prédire son comportement hydrogéochimique et géotechnique).

La comparaison des valeurs de k_{sw} mesurées à celles prédites par différents modèles amène aussi des informations intéressantes. Elle montre que l'évolution de la perméabilité des remblais en pâte cimentés est relativement bien représentée par les modèles considérant la nature évolutive du matériau (*i.e.*, par les trois modèles testés ici). Elle suggère que la distribution de la taille des pores et la surface spécifique soient de bons indicateurs d'évolution. Par contre, la conductivité hydraulique saturée du remblai hydraulique est plus difficile à prédire. Seul le modèle de Kozeny-Carman (1956) prédit efficacement la conductivité hydraulique saturée, à la fois des remblais hydrauliques et des remblais en pâte, cimentés ou non. Ceci représente un apport important puisque ce modèle se base en grande partie sur l'évolution de la surface spécifique des grains et que la détermination de ce paramètre est simple à réaliser.

À la lumière des résultats du chapitre IV, le remblai en pâte cimenté apparait une meilleure option que le remblai hydraulique cimenté pour la gestion de rejets de concentrateur sulfureux puisque il atteint avec le curage du liant, une plus faible perméabilité.

CHAPITRE V

CAPACITÉ DE RÉTENTION D'EAU DES REMBLAIS MINIERS CIMENTÉS

Les chapitres précédents soulignent l'importance de la disponibilité en oxygène (et en eau) pour alimenter la réaction d'oxydation des sulfures dans les remblais miniers cimentés sulfureux. Ils montrent l'influence de la perméabilité sur les mécanismes et la vitesse de transfert des fluides à travers le milieu. La perméabilité effective, *i.e.* celle qui permet réellement aux fluides de circuler à travers le milieu, est fonction du degré de saturation. Des conditions saturées en eau par exemple, à l'intérieur d'une masse de remblai minier cimenté sulfureux, agissent comme une barrière à l'oxygène (absence d'un des réactifs) et limitent la réaction d'oxydation des sulfures ainsi que les problèmes d'instabilité physico-chimique qui lui sont associés. La connaissance de la capacité des remblais miniers cimentés à retenir l'eau (ou autrement dit à demeurer saturés sous différentes conditions de succion) s'avère donc complémentaire à la compréhension de leur comportement en terme de réactivité. Quelques chercheurs (Belem, Bussière et Benzaazoua., 2001; Godbout, 2005) ont étudié cette propriété (définie par la courbe de rétention d'eau, CRE) pour des remblais en pâte cimentés. Ils se sont penchés sur certains paramètres d'influence comme le temps de durcissement, la proportion et le type de liant (voir chapitre II). Cette partie de la recherche s'inscrit dans la suite des travaux de maitrise de Godbout (2005) où l'évolution d'une partie seulement (pour une plage de succions entre 0 et 1 380 kPa) de la CRE de remblais en pâte cimentés, âgés de moins de 28 jours, a été étudiée. Ces travaux visent à définir la CRE des remblais miniers cimentés (hydraulique et en pâte) sur l'ensemble du domaine. À la connaissance de l'auteure, personne n'a tenté encore de définir la CRE du remblai hydraulique cimenté, ni la CRE du remblai en pâte cimenté durci sur l'ensemble du domaine. Ces travaux visent plus particulièrement à définir si, comme pour la perméabilité (Chapitre IV), la CRE du remblai hydraulique cimenté demeure relativement constante dans le temps alors que celle du remblai en pâte cimenté évolue. Ils tentent aussi d'aller plus loin dans la compréhension des phénomènes observés. Le principal défi lié à cette partie des travaux est de proposer un programme expérimental capable de prendre en compte la nature évolutive des remblais miniers cimentés. Les techniques de mesure utilisées doivent être capables d'imposer des succions qui couvrent l'ensemble du domaine de la CRE des remblais à l'étude. Un autre défi important est associé à la l'analyse du remblai hydraulique cimenté en raison de son hétérogénéité, tel que démontré dans le chapitre précédent. Ce chapitre présente la démarche expérimentale qui a été choisie pour atteindre les objectifs visés, les résultats qui en sont issus et l'analyse qui en est tirée.

5.1 LIENS AVEC L'ÉTUDE ANTÉRIEURE DE GODBOUT (2005)

Tel que mentionné précédemment, cette partie des travaux s'inscrit dans la suite des travaux de maitrise de Godbout (2005) où l'évolution d'une partie de la courbe de rétention d'eau de remblais en pâte cimentés en fonction du temps de durcissement, du type et de la proportion de liant a été étudiée. Dans les travaux de Godbout (2005), l'emphase a été mis sur l'évolution à courts termes (jusqu'à 28 jours) d'une partie de la CRE (ψ entre 0 et 1 380 kPa). Une méthode de détermination de la CRE (décrite en détails plus loin dans le chapitre), pour des matériaux en cours d'évolution, a été développée. L'approche proposée (publiée dans le cadre d'une conférence, Godbout *et al.,* 2004) met en évidence la nature évolutive, en termes de capacité de rétention d'eau, des remblais en pâte cimentés. Les résultats montrent que l'évolution de la CRE des remblais en pâte cimentés est fonction du temps de durcissement, de la proportion et de la chimie du liant utilisé dans le mélange. Les pressions requises pour amorcer le drainage des remblais en pâte cimentés augmentent pendant le durcissement du remblai. Une proportion plus élevée de liant confère au matériau de meilleures propriétés de rétention d'eau. La cinétique de réaction diffère selon la chimie du liant utilisé dans le mélange.

5.2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Afin d'atteindre les objectifs visés par cette partie des travaux, *i.e.* déterminer et comparer la courbe de rétention en cours d'évolution et sur l'ensemble du domaine du remblai hydraulique à celle du remblai en pâte cimentés, le programme expérimental proposé (illustré à la Figure V. 1) combine différentes méthodes de détermination de la CRE. Le programme inclut des méthodes qui prennent en compte la nature évolutive des remblais à cause de la présence de liant dans le mélange. Il considère également les limites d'imposition de la succion de chacune des méthodes. En effet, tels que décrit à l'intérieur de la revue de la littérature (chapitre II), les techniques expérimentales communément utilisées pour déterminer la CRE couvrent chacune des potentiels matriciels limités (Fredlund et Rahardjo, 1993; Ridley et Wray, 1996; Barbour, 1998; Delage et Cui, 2000; Lu et Likos 2004; Marinho, Take et Tarantino, 2008; Blatz, Cui et Oldecop, 2008; Masrouri, Bicalho et Kawai, 2008;

Vanapalli, Nicotera et Sharma, 2008). Bien entendu, le choix des techniques de mesure s'appuie aussi sur la disponibilité de l'appareillage et les coûts de mise en œuvre de l'essai.

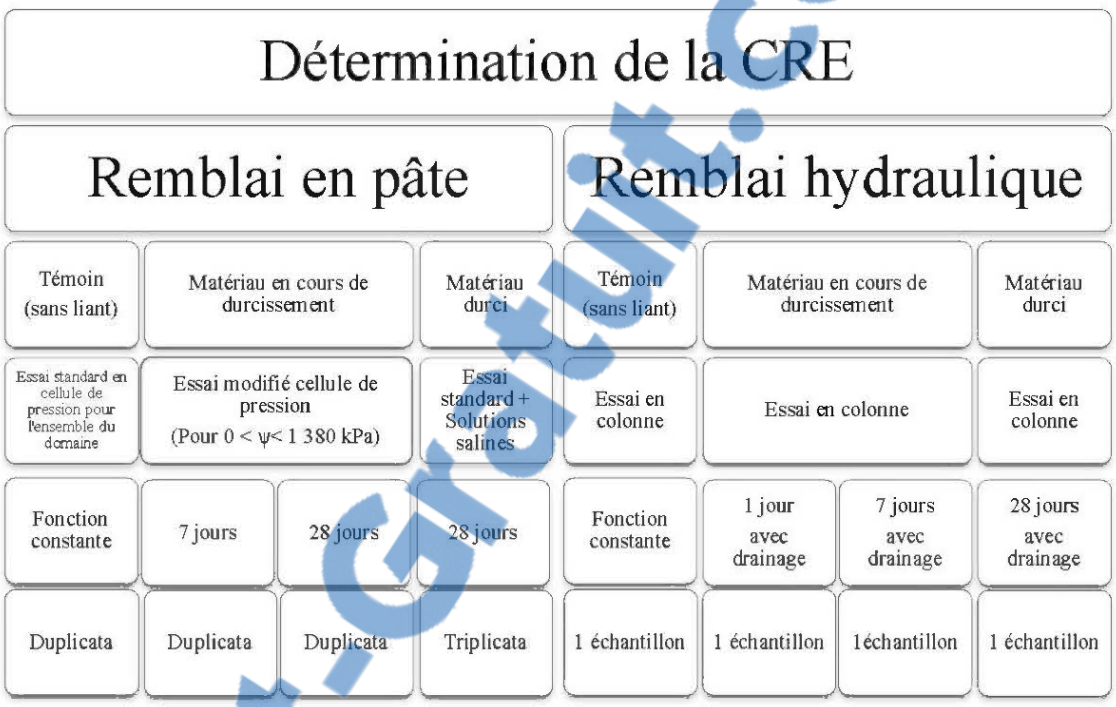


Figure V. 1 : Programme expérimental de détermination de la courbe de rétention d'eau

Les techniques de mesures retenues pour évaluer la CRE des remblais à l'étude sont les suivantes :

- Essai standard en cellule de pression (« *Tempe cell* »), défini par la norme ASTM D 6836-02 (2003) pour la détermination de la CRE du remblai en pâte sans liant;
- Essai de rétention d'eau modifié par Godbout *et al.* (2004) pour la détermination de la CRE en cours d'évolution du remblai en pâte cimenté (à 7 et 28 jours);
- Essai standard en cellule de pression selon la norme ASTM D 6836-02 (2003), couplé à la méthode des solutions salines pour la détermination de la CRE du remblai en pâte cimenté, âgé de 28 jours et plus;
- Essais en colonne pour le remblai hydraulique sans liant et cimenté, âgé entre 1 et 28 jours.

Rapport-Gratuit.com

Comme pour les essais de perméabilité (chapitre IV), on fait ici l'hypothèse que la majorité de l'hydratation du liant utilisé dans la fabrication des remblais à l'étude (ciment Portland ordinaire, CP_{10}) se produit dans les 28 premiers jours de durcissement (Bentz, 1995; Hewlett, 2004). Enfin, pour tous les essais de rétention d'eau réalisés dans le cadre de ce programme, l'indice des vides est considéré constant durant l'essai.

5.2.1 Matériaux et préparation des recettes de remblais

Ce sont les mêmes matériaux (rejet de concentrateur de la mine Goldex, sable naturel, ciment Portland type 10 et eau de robinet) qui servent à la fabrication des mélanges pour les essais de rétention d'eau que pour les essais de perméabilité (voir chapitre IV, section 4.2.3 pour la caractérisation complète des matériaux). Les mélanges sont préparés selon les mêmes critères de fabrication, i.e., < 20 % particules passant 20 µm et pourcentage solide de 65 % pour le remblai hydraulique et > 20 % particules passant 20 µm avec un affaissement au cône d'Abrahms de 200 mm pour le remblai en pâte. La quantité de ciment Portland ordinaire (CP_{10}) ajouté aux mélanges de remblais hydrauliques et en pâte cimentés est de 5 % (% wt). Le remblai en pâte est constitué en termes de granulat, exclusivement du rejet de concentrateur alors que du sable est ajouté au remblai hydraulique.

Comme les conditions la liées à la mise en place et aux conditions de curage des remblais à l'étude diffèrent d'une méthode de détermination à l'autre, les spécifications sont décrites dans les sections présentant la méthode d'intérêt.

5.2.2 Méthodes

Détermination de la CRE du remblai en pâte

Les mélanges de remblai en pâte ont été versés dans des anneaux de 67 mm de diamètre par 32 mm de hauteur pour les essais en cellule de pression (en *duplicata*) et dans des moules de 5,08 mm de diamètre par 10,16 mm de hauteur pour la méthode des solutions salines. Tous

les échantillons ont été curés en chambre humide (T=20°C et 100% HR) pour une période maximale de 28 jours. Les échantillons servant à l'évaluation de la CRE en cellule de pression ont été utilisés tel quel au moment de l'essai alors que ceux testés avec la méthode des solutions salines ont été démoulés et coupés en trois parties égales lors de leur mise en place dans les dessiccateurs (après 28 jours de cure) de manière à obtenir un *triplicata*.

CRE du remblai en pâte sans liant

La courbe de rétention d'eau du remblai en pâte sans liant (mélange témoin) a été évaluée en *duplicata*, par translation d'axe, dans une cellule de pression selon la norme ASTM D 6836-02 (2003) (Figure V. 2).

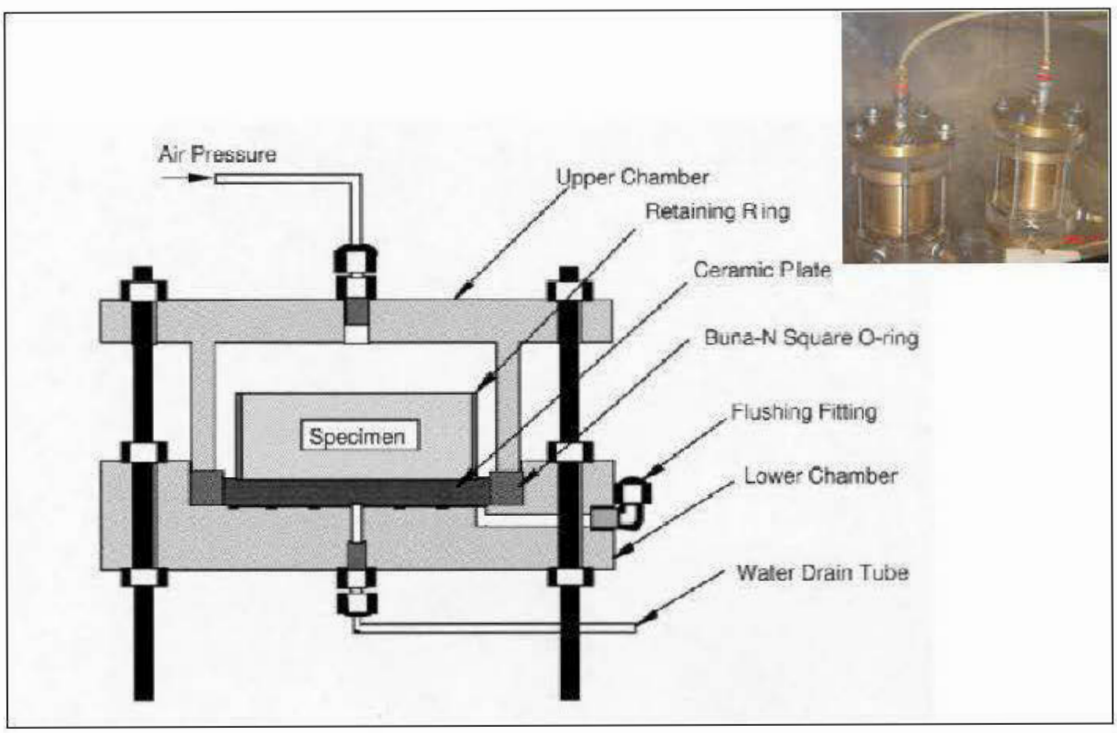


Figure V. 2 : Représentation schématique d'une cellule de pression, tiré de l'ASTM D 6836-02 (2003)

Pour tracer la courbe de rétention d'eau en drainage d'un matériau selon cette méthode, l'échantillon est placé à l'intérieur de la cellule sur une plaque de céramique poreuse (AEV

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

de 1 500 kPa et k_{sat} de 2,59 x 10^{-11} m/s dans ce cas particulier). L'échantillon est soumis à une pression d'azote (gaz inerte pour éviter les réactions avec le milieu durant l'essai) tandis que l'eau de sortie subit une pression équivalente à la pression atmosphérique. La pression appliquée dans la cellule entraîne l'écoulement de l'eau du sol à travers la pierre poreuse, via un tube d'écoulement jusqu'à l'extérieur de la cellule. Lorsque la teneur en eau volumique du sol est en équilibre avec la pression appliquée, l'écoulement de l'eau cesse et la pression appliquée est équivalente à la succion matricielle du sol. La courbe de rétention d'eau (ou relation θ-ψ) est déterminée en procédant par palier de pression et en mesurant à chaque fois, par pesée, la quantité d'eau évacuée.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

CRE du remblai en pâte cimenté en cours d'évolution

Pour réaliser un essai de succion standard en cellule de pression selon la norme ASTM D 6836-02 (2003), plusieurs semaines et même plusieurs mois peuvent être nécessaires pour laisser le temps au matériau d'atteindre l'équilibre θ-ψ (ou autrement dit des conditions stationnaires) (Hunt et Gee, 2002). Comme les propriétés de rétention d'eau des remblais cimentés évoluent avec le temps de cure (particulièrement dans les 28 premiers jours, *eg.* Belem, Bussière et Benzaazoua, 2001; Godbout *et al.*, 2004; Godbout, 2005), la CRE des RPC à 7 et 28 jours de cure a été évaluée selon la méthode développée par Godbout *et al.* (2004). Globalement, cette approche vise à déterminer uniquement quatre points de la courbe θ-ψ à l'intérieur d'une période de 24 heures. Les points θ-ψ qui représentent la CRE selon cette approche sont présentés au Tableau V. 1

Tableau V. 1 : Points θ-ψ déterminés pour le traçage de la courbe de rétention d'eau selon l'approche de Godbout *et al.* (2004)

Points de la CRE		**Temps requis (heure)**
Pression appliquée (ψ)	***Teneur en eau volumique (θ)***	
0	θ_{sat}	1
$\psi_{a\text{-}m}$	θ pour atteindre S_r = 95 %	2
$2\psi_{a\text{-}m}$	θ mesuré	16
ψ_{lim}	θ mesuré	5
Temps total requis pour réaliser l'essai : 24 heures		

Le premier point de la CRE représente la teneur en eau volumique saturée (teneur en eau correspondant à la porosité du matériel (θ_{sat} = n)). Cette valeur est déduite à partir de relations géotechniques connues entre la teneur en eau massique (wt %), la densité relative des grains solides (D_r) et le volume de l'échantillon. Le deuxième point correspond à la pression nécessaire pour amorcer le drainage de l'échantillon ($\psi_{a\text{-}m}$; l'indice *m* signifie qu'il s'agit de la pression d'entrée d'air estimée à partir de l'essai de succion modifié). On considère que le début du drainage est atteint lorsque le débit de sortie de l'eau de l'échantillon est d'environ 215 ml/h. Cette valeur a été déterminée suite à plusieurs essais (voir Godbout, 2005) qui ont montré que lorsque ce débit était atteint, suite à l'application de la pression, le degré de saturation à l'équilibre correspondait à environ 95 % (la pression correspondant à cette valeur de S_r peut être considérée à peu près égale à la pression d'entrée d'air ψ_a d'un sol selon Aubertin *et al.*, 2003). Le troisième point représente la valeur de θ pour une pression équivalente à $2\ \psi_{a\text{-}m}$. La mesure de θ est réalisée après un intervalle de 16 heures (temps qui permet d'approcher raisonnablement la valeur à l'équilibre; voir Godbout (2005)). Le quatrième point est la teneur en eau correspondant à une pression de 1 380 kPa (capacité maximale de la cellule de pression) après une période de 5 heures. Ces quatre points, même s'ils sont différents de ceux obtenus à l'équilibre, permettent d'obtenir un estimé réaliste de la CRE pour un matériau évolutif tel que le remblai en pâte cimenté. Pour de plus amples détails sur le développement de cette méthode, voir le mémoire de maîtrise de Godbout (2005).

Détermination de la CRE du remblai en pâte cimenté durci

Pour obtenir la CRE du remblai en pâte durci (*i.e.* à 28 jours et plus), la contrainte a été imposée à l'aide de deux méthodes : par translation d'axe en cellule de pression selon l'essai standard décrit précédemment (norme ASTM D 6836-02, 2003) pour l'obtention des premiers points de la courbe (jusqu'à 1 380 kPa) et à l'aide de solutions salines saturées pour l'obtention de cinq autres points de la courbe (jusqu'à 331 900 kPa).

Pour l'obtention des points de la courbe compris entre 1 380 et 331 900 kPa, les échantillons (en *triplicata*) ont été placés dans cinq dessiccateurs différents contenant chacun une solution saline saturée (Figure V. 3), puis pesés jusqu'à ce que leur masse se stabilise; une période d'environ 6 mois a été nécessaire pour obtenir l'équilibre θ-ψ.

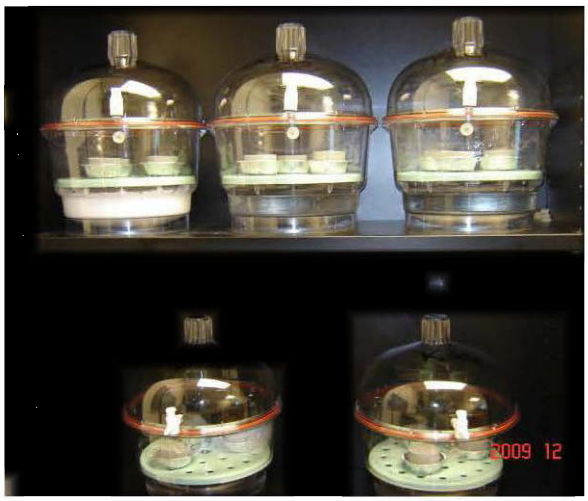


Figure V. 3 : Dessiccateurs contenant les solutions salines

Le principe de base de la méthode des solutions salines repose sur le fait qu'à une température constante et à une certaine concentration chimique, les solutions salines sont en équilibre avec une pression partielle de vapeur d'eau qui définie une humidité relative (RH) (Young, 1967). La succion (ψ en kPa) engendrée par le maintien d'un RH constant peut être calculée à partir de la loi de Kelvin selon l'Équation V.1:

$$\psi = \frac{-R.T}{M_w(\frac{1}{\rho_w})} \ln(RH)$$ Équation V. 1

où R la constante universel des gaz (R = 8,31439 J/mole x K), T la température absolue (T = 273 + t, où t est la température en °C), M_w le poids moléculaire de l'eau et ρ_w la masse volumique de l'eau. Dans cette équation, c'est l'humidité relative qui doit être déterminée. Cette dernière peut être mesurée à partir d'hygromètres mais dans cette étude, les valeurs de succions associées à chacune des solutions salines ont plutôt été tirées de la littérature (Lide 2002; AFNOR NF X 15-119, 1999; ISO 483 1999). Les valeurs de l'humidité relative pour un sel donné sont présentées avec des incertitudes variables selon la source employée, généralement comprises entre 0,5 % et 1 %. Par contre, à l'échelle à laquelle sont représentées les courbes, ces incertitudes ont peu d'impact sur la CRE résultante.

Les solutions salines saturées retenues pour assurer le contrôle de l'humidité sont:

- Sulfate de potassium (K_2SO_4) – succion de 3 928 kPa;
- Chlorure de sodium (NaCl) – succion de 38 793 kPa;
- Nitrate de magnésium ($Mg(NO_3)_2.6H_2O$) – succion de 84 543 kPa
- Chlorure de magnésium ($MgCl_2 .6H_2O$) – succion de 152 400 kPa
- L'hydroxyde de potassium (KOH) – succion de 331 900 kPa.

Note de l'effet de la température sur l'humidité relative

La valeur d'humidité relative est sensible aux changements de température et cette sensibilité est fonction de la nature de la solution saline (Figure V. 4).

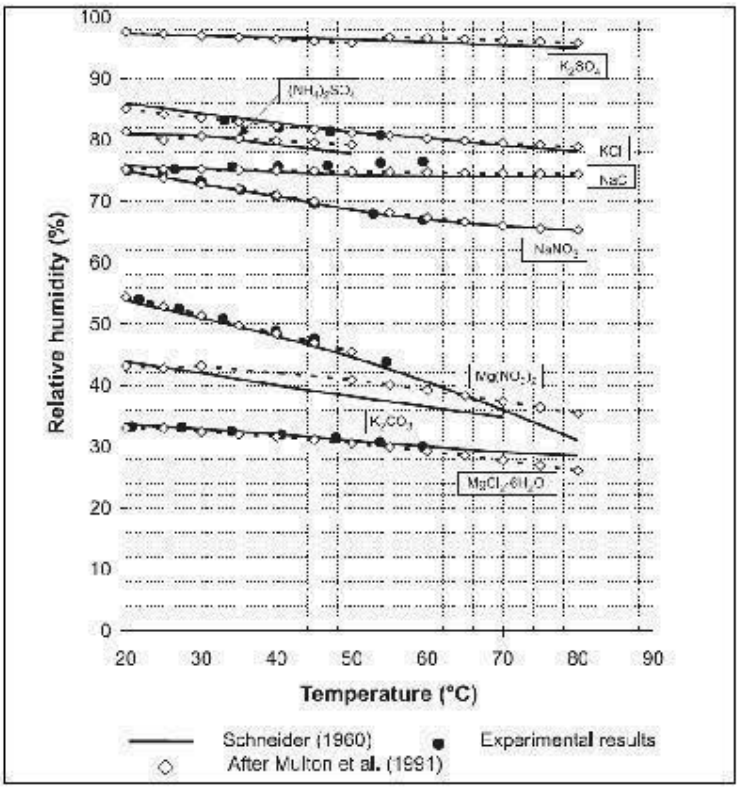


Figure V. 4 : Humidité relative en fonction de la température
(tirée de Tang et Cui, 2005)

Pour minimiser l'impact de la température sur la valeur de l'humidité relative (ou indirectement de la succion), le choix des solutions salines est basé en partie sur leur sensibilité aux écarts de température (le coût à l'achat des solutions salines étant également pris en compte). De plus, la température ambiante du laboratoire a été contrôlée à une température de 20 °C (± 0,5°C). En raison de cela, l'effet de la température durant l'essai est considéré négligeable.

Détermination de la CRE du remblai hydraulique

La détermination de la courbe de rétention d'eau des matériaux grossiers peut être imprécise lorsqu'elle est réalisée en cellule de pression puisque la teneur en eau décroît rapidement lorsque celui-ci est soumis à de faibles succions (entre 0 et -10 kPa). Pour étudier les propriétés de matériaux grossiers, plusieurs auteurs ont proposé l'utilisation de colonne (*e.g.*

Buckingham 1907; Lane et Washburn 1946; Ligon, Jonhson et Kirkham, 1962; Prill, Johnson et Morris, 1965; Watson 1967 ; Vachaud et Tony 1971; Zachman, Duchateau et Klute, 1981; Corey 1994; Bussière, 1999; Masse, 2003; Madinier 2003; Yang *et al.* 2004, cités dans Chapuis *et al.*, 2006; Peter et Durner, 2006; Lins, Schanz et Fredlund, 2009). Étant donné la présence de sable dans le mélange de remblai hydraulique (D_{50}> 200 µm), la CRE de ce dernier a été déterminée en colonne, à partir de mesures simultanées et en continu, de la teneur en eau volumique (θ) et de la succion (ψ). La procédure d'essai est présentée dans ce qui suit.

Le remblai hydraulique a été mélangé et mis en place dans des colonnes à l'aide d'un «*mélangeur-pompe*» de marque ChemGrout -modèle CG-550P (Figure V. 5). Cet appareil, d'une capacité d'environ 130 litres, est conçu pour être capable de mélanger et pomper le remblai en continu.



Figure V. 5 : Préparation du remblai hydraulique

Le remblai a été mis en place dans des colonnes de PVC de 10 cm de diamètre intérieur et 150 cm de hauteur, munies à la base d'une valve permettant la saturation et le drainage du matériel. Une plaque de céramique poreuse de 0,5 bar, placée à la base de chacune des colonnes, assure le maintien et la transmission d'une succion dans le matériel. Dans ces essais, une succion d'environ 1,5 mètre a été appliquée à la base de chacune des colonnes. Le haut de la colonne est laissé à l'air libre ($P = P_{atm}$) et les conditions de curage du matériel sont celles du laboratoire (température d'environ 20°C). Étant donné la quantité de matériel requise pour mettre en place un essai en colonne de cette dimension, un seul montage a été réalisé pour chaque temps de durcissement. Par ailleurs, Demers *et al.* (2011) montrent la reproductibilité des résultats hydrogéologiques obtenus à partir d'essais en colonne similaires.

Après la mise en place du remblai hydraulique dans les colonnes, une période de 24 heures a été allouée pour le drainage/consolidation du matériel (valve au bas de la colonne ouverte pendant 24 heures et refermée jusqu'au jour d'essai). La procédure d'essais est illustrée à la Figure V. 6.

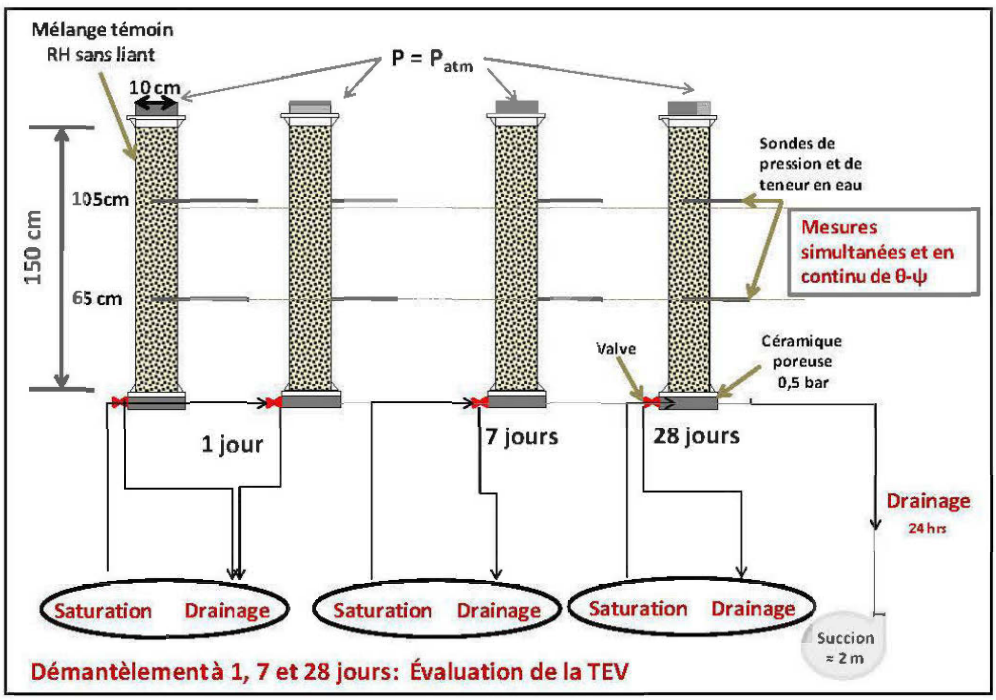


Figure V. 6 : Procédure d'essais pour la détermination de la CRE des remblais hydrauliques

Après une période de 24 heures, les colonnes identifiées « 1 jour » sur la Figure V. 6, contenant d'une part le remblai hydraulique sans liant (mélange témoin) et le remblai hydraulique cimenté d'autre part, ont été resaturées par la base avec de l'eau désaérée, jusqu'à ce qu'une colonne d'eau émerge à la surface du matériel. Le drainage du matériel a ensuite été amorcé et les mesures de la teneur en eau volumique et de la succion ont été enregistrées simultanément et en continu jusqu'à ce que les valeurs se stabilisent. La CRE du mélange témoin et celle du remblai hydraulique cimenté à 1 jour de curage ont ainsi été tracées.

À la sixième journée de curage, le remblai hydraulique de la colonne 7 jours a été resaturé et au jour 7, drainé; les mesures de θ-ψ ont ainsi été enregistrées et la CRE du remblai hydraulique cimenté à 7 jours de curage, tracée. Pour le traçage de la CRE à 28 jours de curage, la même procédure de saturation/drainage que dans les autres colonnes devait être réalisée, *i.e.* saturation par la base, drainage et mesures simultanées de θ-ψ. Par contre, le remblai hydraulique de cette colonne ne s'est pas drainé (une colonne d'eau est restée présente sur le dessus du matériel pendant les 28 jours). Il est probable que ce phénomène ait eu lieu à cause du colmatage de la pierre poreuse à la base de la colonne, observé lors du démantèlement de la colonne (Figure V. 7). En raison de ces problèmes techniques, les résultats provenant de la colonne 28 jours ne sont pas considérés dans la thèse. Tel que les résultats l'indiqueront plus loin (et tel que montré par les mesures de k_{sw}), l'effet du durcissement dans les remblais hydrauliques cimentés n'est pas significatif (notamment entre 1 et 7 jours de durcissement). Pour cette raison, il n'a pas été jugé nécessaire de recommencer cet essai.



Figure V. 7 : Pierre poreuse à la base de la colonne 28 jours

Rapport-Gratuit.com

Instrumentation des colonnes

Dans les essais en colonne, la teneur en eau volumique et la succion sont mesurées à partir de sonde ECH_2O EC-5 (sonde de teneur en eau volumique) et de tensiomètre de type PSX240A-15BG5V d'Omega (succion). Chacune des colonnes comptent deux tensiomètres et deux sondes de teneur en eau, placées à une hauteur de 65 cm et 105 cm à partir de la base de la colonne (voir Figure V. 6). Les appareils de mesures sont connectés à un ordinateur qui traduit et collecte les données à l'aide du logiciel ECH_2O DataTrac v2.75 (Decagon Devices, 2006) pour le cas des sondes ECH_2O EC-5 et du logiciel HOBOware pour les tensiomètres.

Le tensiomètre consiste en un capteur de pression, connecté un embout de céramique poreuse, le tout enveloppé d'une gaine inoxydable remplie d'eau déionisée. Lorsque l'embout de céramique est inséré dans le matériau, ce dernier devient à l'équilibre avec le milieu et transfère la pression (ou succion) du sol, à l'eau et au capteur (Stannard, 1990). Ce type de tensiomètre permet de mesurer, dans un matériau non saturé, des succions entre 0 et 103 kPa.

En ce qui concerne la sonde ECH_2O EC-5, cet instrument de mesure se base sur les méthodes électromagnétiques pour déterminer la teneur en eau volumique d'un sol donné en mesurant sa constante diélectrique apparente (selon le principe FD : «*capacitance and frequency domain reflectometry*»). Pour des détails, Topp et Ferré (2002), Robinson *et al.* (2003), cités dans Sakaki *et al.* (2008) présentent le principe des méthodes électromagnétiques ainsi que les relations définies entre la teneur en eau volumique et la constante diélectrique d'un sol.

Maqsoud *et al.* (2007) ont montré que la précision et la résolution de la sonde ECH_2O EC-5 permet de mesurer des valeurs de teneur en eau de 0 à 100% avec une diminution de la précision lorsque la teneur en eau augmente. De manière générale, une relation linéaire entre la teneur en eau volumique et la lecture de la sonde sur l'intervalle de 0 à 50 % et quadratique de 50 % à 100 % est jugée acceptable (Sakaki *et al.,* 2008). Par contre, ces relations entre la teneur en eau volumique et la constante diélectrique d'un sol sont applicables à un nombre limité de types de sol. Elles sont fonctions des caractéristiques du sol tels que : la

granulométrie, le niveau de compaction, la composition minéralogique, la température, la salinité, *etc*. (Rüdiger *et al*., 2010).

Puisque le remblai hydraulique cimenté n'est pas un matériau d'origine naturelle, l'utilisation de ces instruments de mesure (sondes de teneur en eau et tensiomètres) nécessitent un calibrage avant essai.

Calibrage des capteurs de pression

Le calibrage des tensiomètres est fait en associant les lectures brutes des capteurs de pression (en milliampères) à une pression exercée (en centimètre d'eau) (Figure V. 8). Pour ce faire, il s'agit de remplir une colonne d'eau, de connecter le capteur de pression à la colonne d'eau et à faire varier le niveau d'eau dans la colonne afin d'obtenir plusieurs lectures.



Figure V. 8 : Montage pour le calibrage des capteurs tensiomètres

Les relations obtenues pour les six capteurs utilisés apparaissent dans le graphique ci-dessous (Figure V. 9).

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

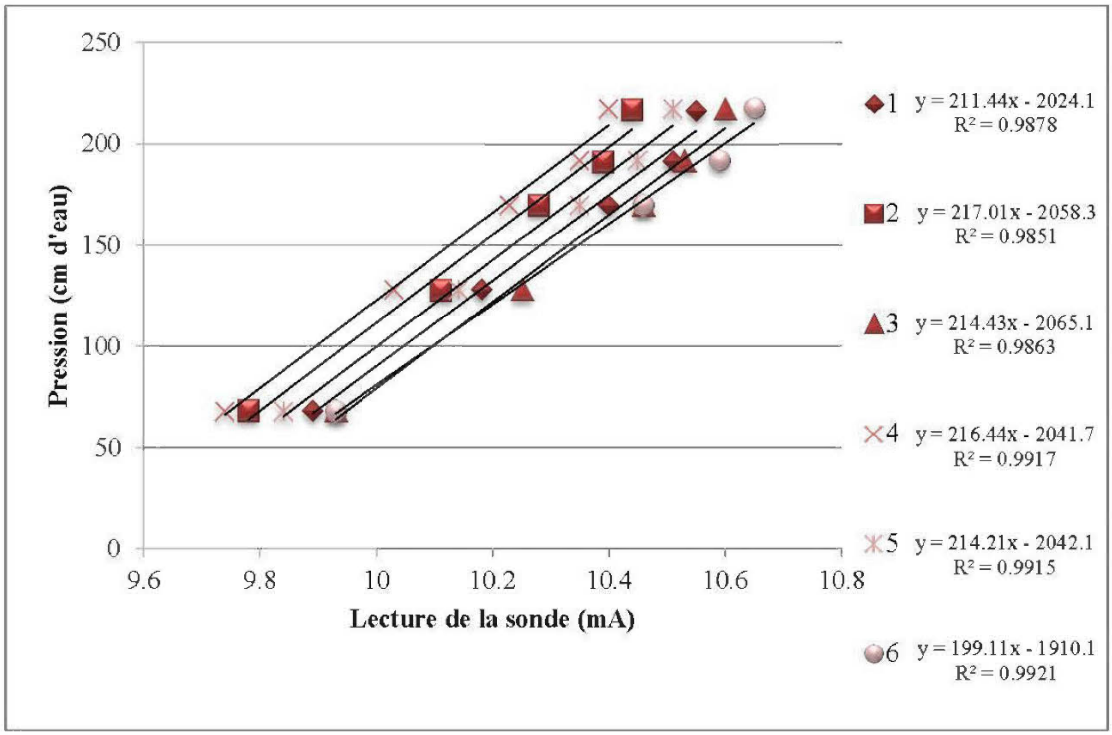


Figure V. 9: Équations du calibrage des capteurs de pression

La relation entre la lecture du capteur et la pression en cm d'eau est linéaire avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,985.

Calibrage des sondes de teneur en eau volumique

Deux méthodes sont proposées dans la littérature pour le calibrage des sondes ECH_2O EC-5 : une méthode directe où la teneur en eau volumique est déduite de la lecture de la sonde en mV (*e.g.* Czarnomski *et al.*, 2005, Kizito *et al.*, 2008) et une méthode indirecte, en deux étapes, où la lecture de la sonde est d'abord associée à la constante diélectrique du milieu et par la suite reliée à une valeur de teneur en eau volumique donnée Bogena *et al.* (2007). Dans le cadre de ces travaux, c'est la méthode directe de calibrage qui a été privilégiée mais deux approches différentes ont été utilisées.

Première approche

La première approche visait à effectuer le calibrage des sondes ECH_2O EC-5 dans des conditions d'hydratation du liant le plus proche possible de celles des remblais en colonne. Pour ce faire, du remblai hydraulique cimenté a été versé, en *duplicata*, dans une mini-cellule de 10 cm de diamètre et 21,5 cm de hauteur, munie d'une sonde ECH_2O EC5 (Figure V. 10).



Figure V. 10 : Calibrage des sondes ECH_2O EC-5 selon la première approche

En adoptant cette approche, *i.e.,* en enlevant une certaine quantité d'eau au mélange de remblai plutôt que l'inverse (débuter le calibrage à partir d'un matériau sec et ajouter de l'eau pour obtenir des teneurs en eau spécifiques), les conditions d'hydratation du liant se rapprochaient de celles des remblais hydrauliques dans les colonnes lors de l'évaluation de la CRE.

Les teneurs en eau volumiques (TEV) visées pour effectuer le calibrage des sondes étaient de 60%, 45 %, 30 % et 15 %. Dans un premier temps, le mélange de remblai hydraulique cimenté a été préparé et mis en place à une teneur en eau volumique de 60 %. Les lectures ont été prises en continu durant une période de 20 jours afin de vérifier la correspondance des lectures d'une sonde à l'autre (Figure V. 11) et l'effet du curage du liant sur la lecture de la sonde. Les lectures obtenues sont présentées à la Figure V.11.

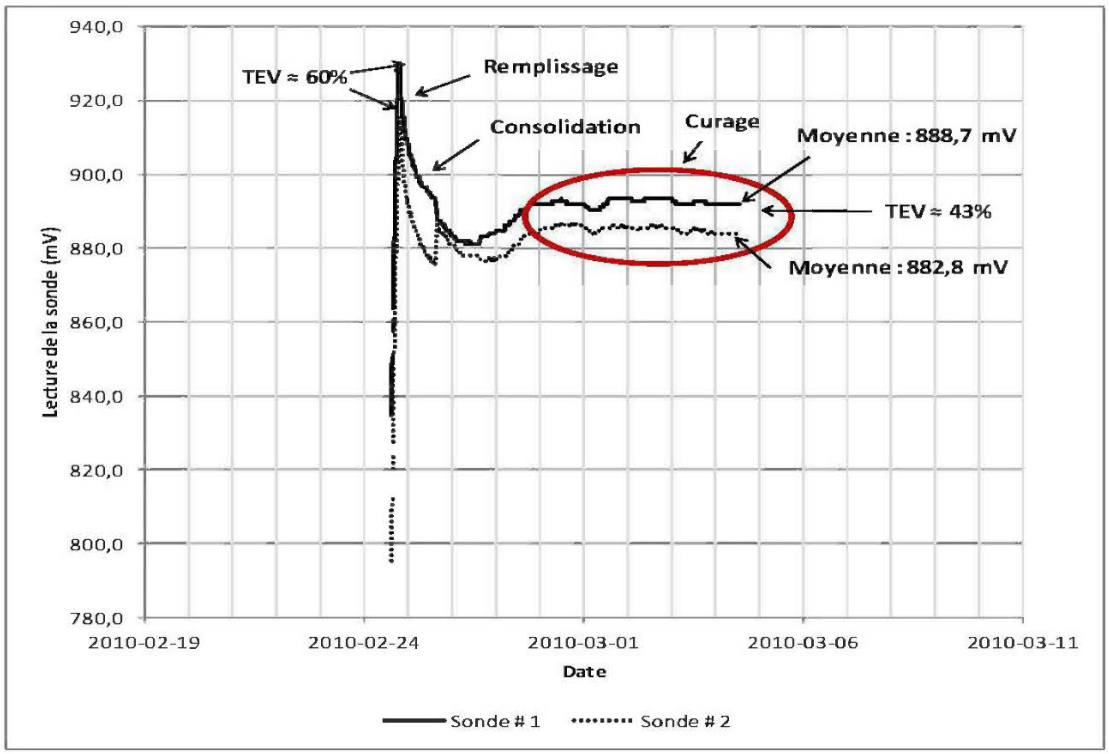


Figure V. 11 : Lectures en mV de la sonde de teneur en eau en fonction du temps dans le mélange de remblai hydraulique cimenté pour une teneur en eau visée de 60 %

Les profils montrent que les lectures prises par les sondes # 1 et # 2 sont très près l'une de l'autre et qu'elles suivent la même tendance dans le temps. La Figure V. 11 illustre également un accroissement des valeurs durant le remplissage de la cellule (jusqu'à TEV 60% - valeur ciblée), une diminution de celles-ci dans les 24 premières heures après la mise en place du matériel (temps correspondant à la consolidation de ce dernier), et enfin une stabilisation des valeurs après cette période (jusqu'à TEV environ 43% - teneur en eau à saturation). Ces premiers résultats suggèrent que la relation entre la teneur en eau volumique et la lecture de la sonde est similaire d'une sonde à l'autre et que l'hydratation du liant ait peu d'impact sur les valeurs lues par les sondes ECH_2O EC-5.

Dans un deuxième temps, afin de calibrer les sondes ECH_2O EC-5 pour différentes teneurs en eau volumiques, un autre mélange de remblai hydraulique cimenté (avec les mêmes critères de conception – TEV = 60%) a été versé dans le dispositif. Immédiatement après la mise en

place du mélange humide dans la cellule, une certaine quantité d'eau a été extraite du mélange, via une valve placée à la base de celle-ci, afin d'obtenir par pesée de l'eau de sortie, les teneurs en eau visées (45 %, 30 % et 15 %) (Figure V. 12).



Figure V. 12 : Dispositif expérimental pour le calibrage des sondes ECH_2O selon la première approche

Cette approche n'a pas permis de calibrer les sondes ECH_2O EC-5 pour l'ensemble des teneurs en eau volumiques visées. En raison des limites du dispositif expérimental pour extraire l'eau du mélange, les teneurs en eau visées de 30 % et 15 % n'ont pas été obtenues. Seules les valeurs de 60 % et environ 45 % ont été atteintes et serviront en tant que données pour définir la courbe de calibrage de remblai hydraulique cimenté.

Deuxième approche

Comme le calibrage des sondes ECH_2O EC-5 selon la première approche n'a pas permis de calibrer les sondes pour des teneurs en eau volumique entre 0 et 45 %, une approche plus conventionnelle, *i.e.*, par ajout d'eau, a été utilisée en deuxième lieu. Le calibrage a été effectué sur le remblai hydraulique sans liant, auquel de l'eau du robinet a été ajoutée pour obtenir les teneurs en eau visées de 0, 15%, 30% et 45%. Pour vérifier l'influence du liant sur la mesure, les teneurs en eau volumique de 45 % (avec et sans liant et évaluées selon la première et la deuxième approche) ont été comparées entre elles. Enfin, une lecture de l'eau de robinet avec et sans liant (5% CP_{10}), correspondant à une teneur en eau volumique de

100 %, a également été prise pour compléter la courbe de calibrage. Les résultats de la procédure de calibrage sont présentés à la Figure V. 13.

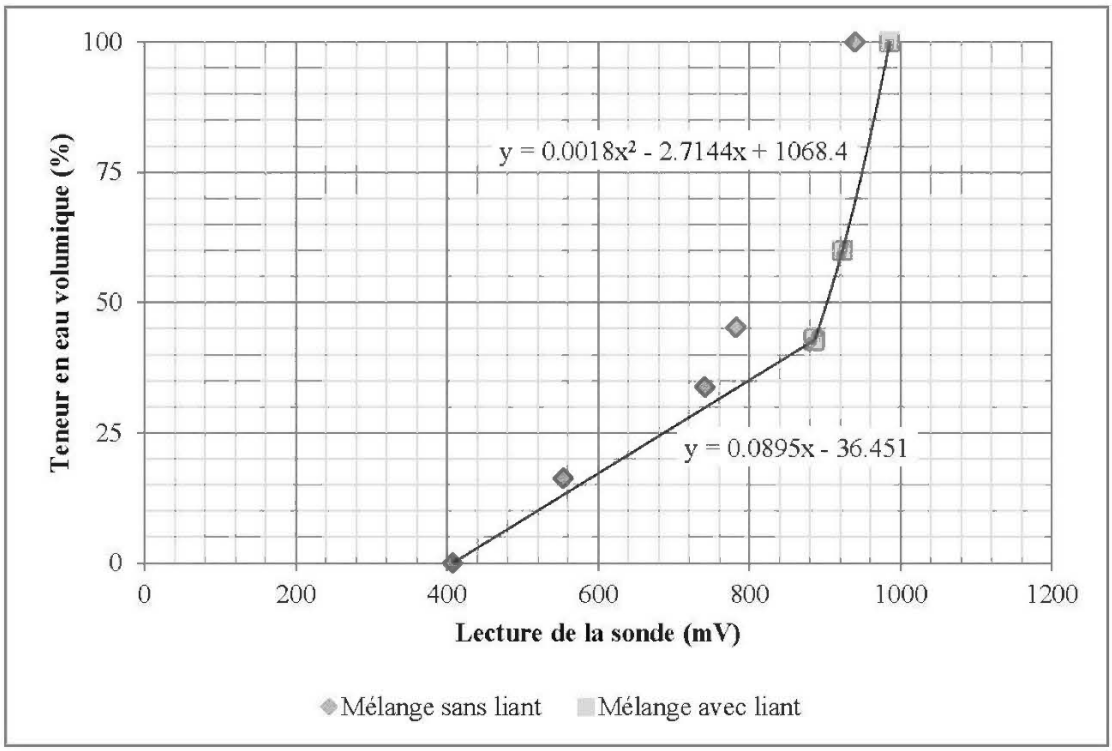


Figure V. 13 : Équations du calibrage des sondes de teneur en eau volumique

Ainsi, la relation entre la teneur en eau volumique (TEV) et la lecture en mV de la sonde ECH_2O EC-5, pour des valeurs comprises entre 0 et 43 %, est définie par une relation linéaire (Équation V.2) à l'image de celle du matériel sans liant (R^2 = 0,9806) et passant par les points, TEV = 0 et TEV 43 % avec liant :

$$\theta = 0{,}0895mV - 36{,}453 \qquad \text{Équation V. 2}$$

Ensuite, pour les valeurs de teneurs en eau volumiques comprises entre 43% et 100%, la relation entre la TEV et la lecture en mV de la sonde ECH_2O EC-5 est définie par la relation quadratique V.3:

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

$$\theta = 0{,}0018(mV)^2 - 2{,}7144mV + 1068{,}4 \qquad \text{Équation V. 3}$$

Tel que mentionné précédemment, une relation linéaire entre la teneur en eau volumique et la lecture de la sonde sur l'intervalle de 0 à 50 % et quadratique de 50 % à 100 % est jugée acceptable (Sakaki *et al.*, 2008).

Remarque sur le calibrage des sondes ECH_2O EC-5

De part ses propriétés physiques (mélange de particules fines et grossières) et ses critères de conception (densité de pulpe à 65 % solide + présence de liant), le remblai hydraulique cimenté de cette étude est un matériau complexe d'où résultent des problèmes de consolidation, de ségrégation des particules et d'hétérogénéité (Figure V. 14).



Figure V. 14 : Consolidation et ségrégation des particules dans le remblai hydraulique cimenté

Le calibrage d'instruments de mesure à l'intérieur d'un tel matériau est par conséquent complexe. L'approche utilisée ici pour le calibrage des sondes ECH_2O EC-5, même si elle n'est pas parfaite d'un point de vue quantitatif, devrait quand même permettre d'évaluer la teneur en eau volumique du remblai hydraulique, du moins sur une base comparative.

5.3 PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

Cette section présente les courbes de rétention d'eau en drainage des remblais en pâte et hydraulique sans liant (mélange témoin) et cimentés, en cours d'évolution et murs (âgés de plus de 28 jours). Les courbes non évolutives (*i.e.*, pour les mélanges sans liant et pour les mélanges cimentés durcis) sont décrites sur l'ensemble du domaine avec le modèle MK pour les matériaux granulaires (Kovács, 1981; Aubertin *et al.*, 2003). Le lissage des CRE est plus particulièrement obtenu en faisant varier les paramètres a_c et m du modèle qui correspondent respectivement à un coefficient d'adhésion et à un coefficient lié à la distribution de la dimension des pores (voir description du modèle, chapitre II, section 2.4.3). Les paramètres de la courbe (ψ_a, ψ_r et θ_r) sont déterminés à partir de la méthode des tangentes (voir Fredlund et Xing, 1994 et Aubertin *et al.*, 2003 pour les détails). Selon cette méthode, la pression d'entrée d'air ψ_a correspond à la succion matricielle où l'air commence à entrer dans les pores les plus larges du matériau poreux (début de la désaturation), la teneur en eau résiduelle, θ_r correspond à la teneur en eau pour laquelle des changements importants de succion sont requis pour enlever l'eau du sol (ψ_r). Cette dernière définition demeure relativement vague dans la littérature (Fredlund et Xing, 1994), particulièrement lorsqu'appliquée à un matériau cimenté.

5.3.1 Courbe de rétention du remblai en pâte

La Figure V. 15 présente la courbe de rétention d'eau, en termes de saturation, du remblai en pâte sans liant. La CRE a été déterminée à partir de l'essai standard défini par la norme ASTM D 6836-02 (2003). Les marqueurs carrés représentent les résultats expérimentaux (issus de 2 essais) tandis que le trait plein rouge, le lissage de la courbe selon le modèle MK. Les paramètres de lissage, a_c et m du modèle MK ont été fixés à a_c = 0,01 et m = 0,4 pour décrire la CRE sur l'ensemble du domaine (jusqu'à 1 000 000 kPa : succion qui permet d'assécher complètement tous les types de sol (θ = 0) selon Fredlund et Xing (1994) ; hypothèse supportée expérimentalement par des essais faits sur une variété de sols (Croney et Coleman, 1961) et par des considérations thermodynamiques (Richards, 1965)).

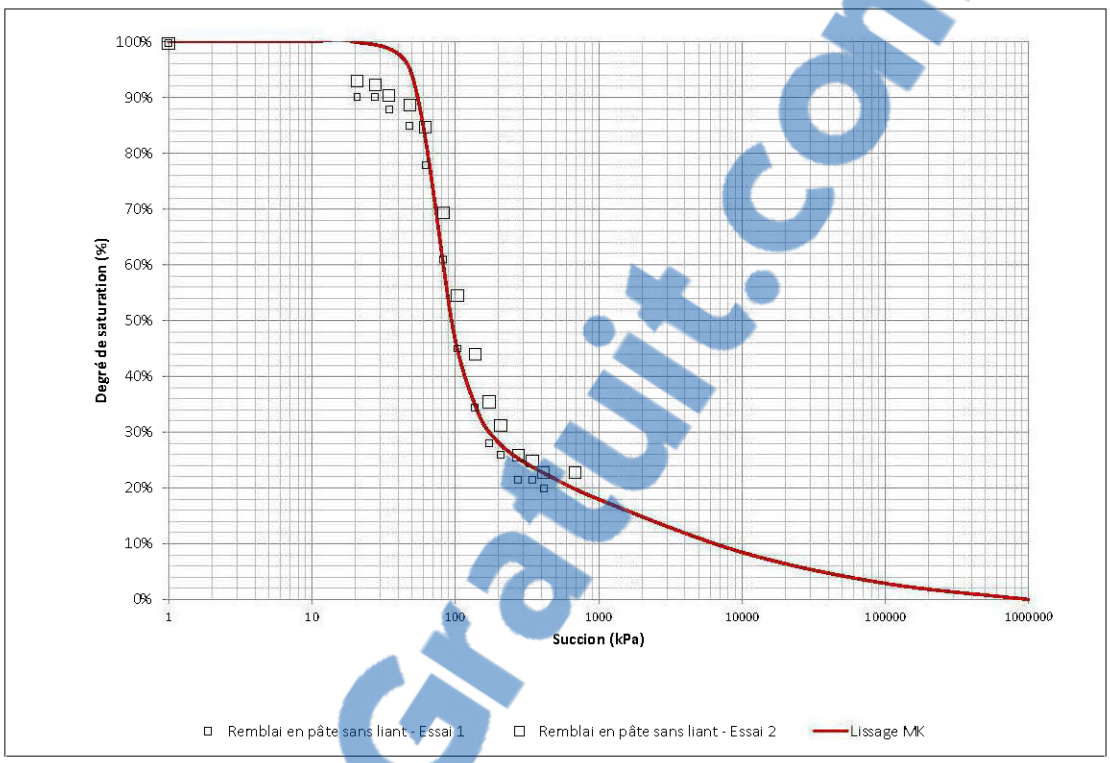


Figure V. 15 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte sans liant

La courbe de rétention d'eau du remblai en pâte sans liant est caractérisée par une teneur en eau volumique à saturation, θ_s de 0,42 (estimée à partir de relations géotechniques masse/volume et associée à la porosité *n* du matériel lorsque $\psi = 0$), une pression d'entrée de l'air, ψ_a d'environ 50 kPa et une succion résiduelle, ψ_r (correspondant à la teneur en eau résiduelle, $\theta_r \approx 0{,}08$) d'environ 700 kPa. L'allure de la CRE du remblai en pâte sans liant à l'étude est semblable à celle de rejets de concentrateur fins (catégorie des silts non plastiques (ML) pour un indice des vides entre 0,67 et 0,93) pour lesquelles, les pressions d'entrée d'air varient entre 5 kPa et 70 kPa et la succion résiduelle entre 540 kPa et 785 kPa (Barbour, Wilson, et St-Arnaud, 1993; Aubertin *et al.*, 1998; Bussière *et al.*, 1998; Qiu et Sego, 2001, cités dans Bussière, 2007).

La Figure V. 16 présente l'évolution de la courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté durant le curage obtenue à partir de l'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004). Les CRE du remblai en pâte cimenté âgé de 7 et 28 jours sont représentées par des carrés gris foncé et gris pâle respectivement. La courbe de rétention d'eau du mélange témoin

Rapport-Gratuit.com

est reprise sur la Figure V. 16 en guise de comparaison. Il est à noter que la méthode proposée par Godbout *et al.* (2004) ne permet pas de tracer la CRE des remblais cimentés sur l'ensemble du domaine (4 points uniquement). La méthode des tangentes, telle que définie par Fredlund et Xing (1994) pour évaluer les paramètres de la courbe (ψ_a, ψ_r et θ_r), est donc difficilement applicable. Ainsi, l'hypothèse à l'effet que la pression d'entrée d'air correspond à un degré de saturation d'environ 95 % (Aubertin *et al.*, 2003), hypothèse qui a servie à définir le deuxième point de la CRE selon la méthode proposée par Godbout *et al.* (2004) (voir description de la méthode, section 5.2.2), est utilisée ici pour comparer les CRE du remblai en pâte en cours d'évolution (tireté vert sur la figure).

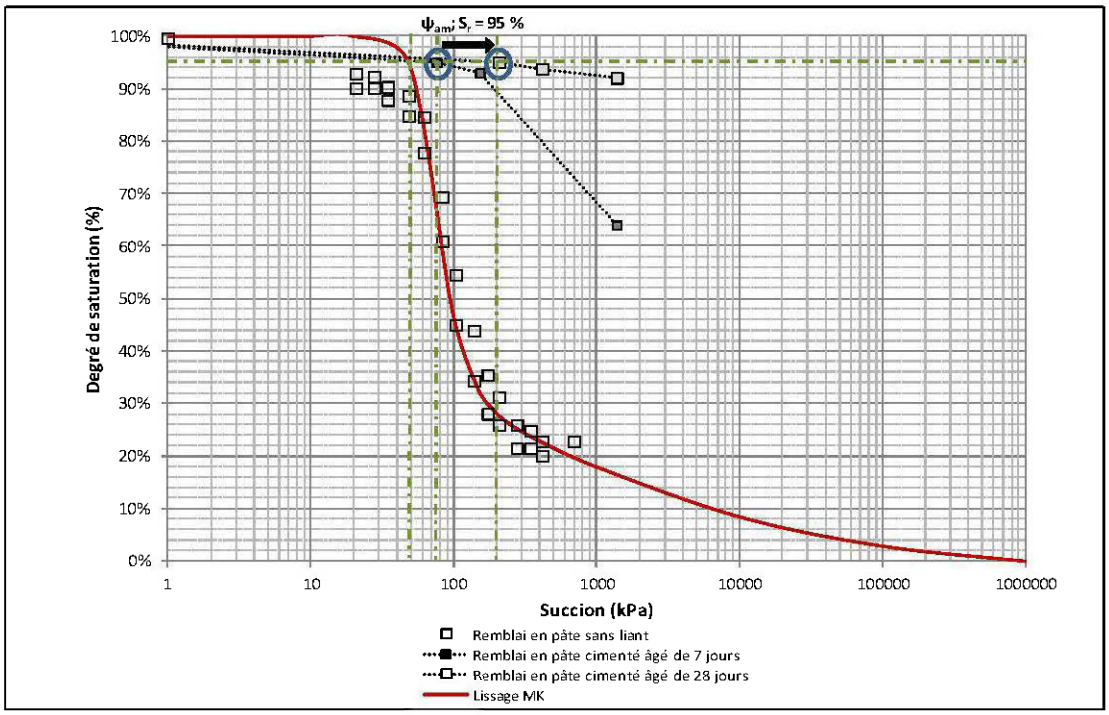


Figure V. 16: Évolution de la courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté durant le durcissement

Les résultats présentés à la Figure V. 16 montrent que l'ajout de liant confère au rejet de concentrateur une capacité de rétention d'eau évolutive. Ce comportement est cohérent avec ce qui a été présenté dans le passé par Belem, Bussière et Benzaazoua (2001), Godbout *et al.* (2004) et Godbout (2005) sur l'évolution de la courbe de rétention d'eau de remblais en pâte

cimentés. Les succions requises pour amorcer le drainage du matériel, identifiées ψ_{am} sur la Figure V. 16, passent d'une valeur d'environ 75 kPa pour le mélange âgé de 7 jours à une valeur de 200 kPa pour celui âgé de 28 jours (comparativement à une valeur de 50 kPa pour le mélange témoin).

La Figure V. 17 présente la CRE du remblai en pâte cimenté durci (plus de 28 jours). Les carrés noirs représentent les points obtenus à partir de l'essai standard en cellule de pression selon la norme ASTM D 6836-02 (2003) tandis que les carrés de couleur dégradée (5 derniers points de la CRE) représentent les points obtenus avec la méthode des solutions salines. Les paramètres de lissage du modèle MK ont été ajustés à a_c = 0,03 et m = 40 pour décrire la CRE du remblai âgé de plus de 28 jours sur l'ensemble du domaine (trait plein rouge sur la figure). En guise de comparaison, la courbe de rétention d'eau du mélange témoin est reprise sur la Figure V. 17.

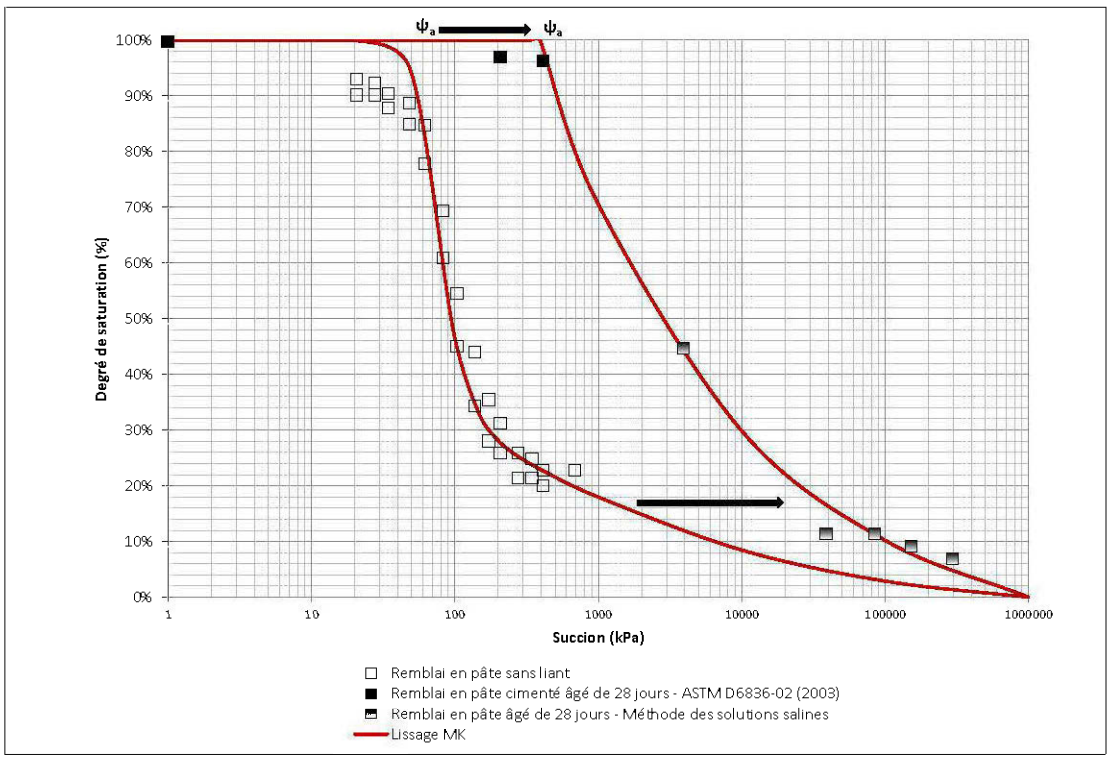


Figure V. 17 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

La Figure V. 17 montre que l'ajout de liant confère au rejet de concentrateur une plus grande capacité de rétention d'eau. La méthode des tangentes indique que les succions requises pour amorcer le drainage du matériel sont près d'un ordre de grandeur plus élevé dans le cas où le remblai est cimenté et âgé de plus de 28 jours (ψ_a = 400 kPa[15] *versus* 50 kPa pour le mélange témoin). La Figure V. 17 montre également que les succions requises pour atteindre la teneur en eau résiduelle ($\theta_r \approx 0{,}13$) du remblai en pâte cimenté sont près de deux ordres de grandeur plus élevées que celles du mélange sans liant (20 000 kPa *versus* 700 kPa respectivement). Il est à noter que l'hypothèse à l'effet que tous les types de sol sont secs à une succion de 1 000 000 kPa impose à la CRE du remblai en pâte cimenté âgé de plus de 28 jours une fin de pente relativement abrupte.

5.3.2 Courbe de rétention du remblai hydraulique

La Figure V. 18 présente l'évolution de la courbe de rétention d'eau en drainage du remblai hydraulique à l'étude, déterminée à partir des essais en colonnes. Les marqueurs vides correspondent aux résultats expérimentaux du mélange témoin tandis que les marqueurs ronds, gris et noirs correspondent respectivement à ceux du remblai hydraulique cimenté âgé de 1 et 7 jours[16]. Le trait plein rouge représente le lissage de la courbe de rétention d'eau du mélange témoin selon le modèle MK où les paramètres a_c et m ont été fixés à 0,01et 0,08, respectivement.

---

[15] Versus 200 kPa lorsque qu'évaluée à partir de l'essai de rétention d'eau modifié par Godbout *et al.* (2004).

[16] Les résultats issus de la colonne contenant le remblai hydraulique cimenté âgé de 28 jours n'étant pas pris en considération à cause de problèmes techniques rencontrés lors de la période d'essais

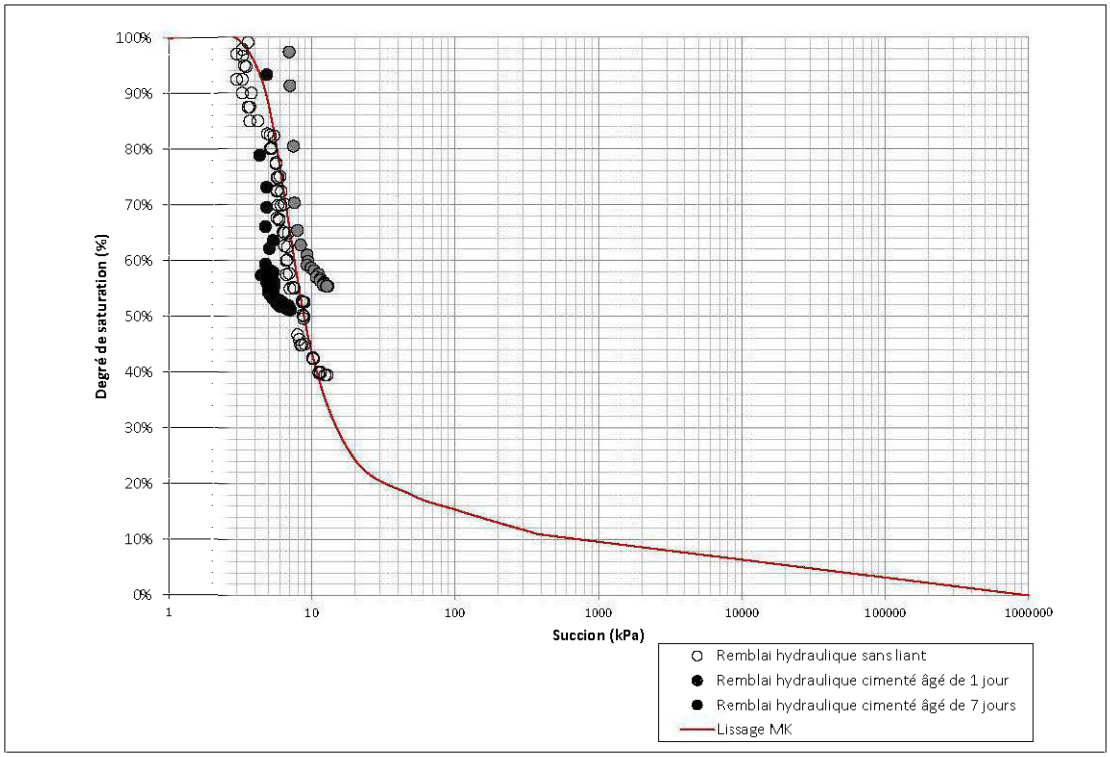


Figure V. 18 : Évolution de la courbe de rétention du remblai hydraulique durant le durcissement

Contrairement au remblai en pâte, la présence de liant dans le remblai hydraulique ainsi que les processus d'hydratation semblent avoir peu d'impact sur les propriétés de rétention d'eau du matériel. En raison de l'hétérogénéité du matériel, il est possible que l'évolution de la CRE du remblai hydraulique (cimenté ou non) soit plutôt une fonction de l'espace que du temps. La CRE du remblai hydraulique, cimenté ou non, est caractérisée par une teneur en eau à saturation d'environ 0,43, une pression d'entrée d'air autour de 3,5 kPa et une succion résiduelle < 400 kPa (pour $\theta_r \approx 0{,}05$). Ces valeurs se comparent, en termes de pressions d'entrée d'air, à celles de rejets grossiers de la taille des sables (SM ou SP) où ψ_a varient entre 1 et 12 kPa (Maqsoud *et al.*, 2011). Elles sont toutefois légèrement supérieures, en termes de succions résiduelles, à celles des rejets miniers grossiers qui sont généralement inférieures à 295 kPa (Bussière *et al.*, 1998; Rassam et Williams, 1999; Qiu et Sego, 2001; Rassam, 2002).

5.3.3 Comparaison entre la courbe de rétention d'eau des remblais hydraulique et en pâte

La Figure V. 19 compare la courbe de rétention d'eau du remblai hydraulique à celle du remblai en pâte et montre l'impact du liant sur l'évolution de la CRE des deux types de remblais.

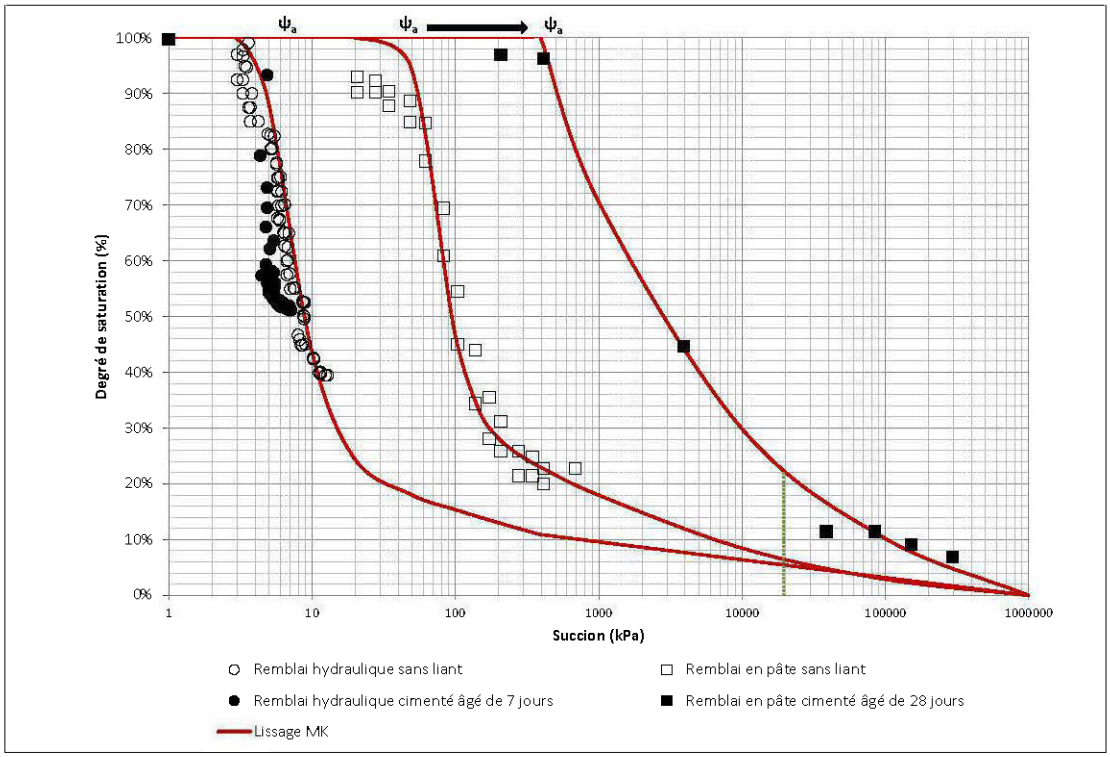


Figure V. 19 : Comparaison de l'évolution de la courbe de rétention des remblais hydraulique et en pâte

La Figure V. 19 montre dans un premier temps que le remblai en pâte (sans liant) possède une meilleure capacité de rétention d'eau que son homologue hydraulique. En effet, les succions nécessaires pour amorcer le drainage et atteindre la teneur en eau résiduelle du remblai en pâte sont beaucoup plus élevées que celles du remblai hydraulique ($\psi_a \approx 50$ kPa *versus* $\psi_a \approx 3{,}5$ kPa et $\psi_r \approx 700$ kPa *versus* $\psi_r \approx 400$ kPa, respectivement). La Figure V.19 montre également, que la présence de liant dans le mélange de remblai hydraulique cimenté, contrairement au remblai en pâte cimenté, semble avoir peu d'impact sur l'évolution des propriétés de rétention d'eau. En effet, alors que l'allure de la CRE du remblai hydraulique

cimenté demeure relativement constante avec le curage du liant, celle du remblai en pâte cimenté évolue ($\psi_a \approx 50$ kPa *versus* $\psi_a \approx 400$ kPa et $\psi_r \approx 700$ kPa *versus* $\psi_r \approx 20\,000$ kPa).

Le Tableau V. 2 résume les principaux paramètres des CREs des mélanges témoins et cimentés ainsi que les paramètres de lissage selon le modèle *MK*.

Tableau V. 2 : Paramètres de la courbe de rétention d'eau et de lissage selon MK

Mélange	***Paramètres de la CRE***				***Paramètres de lissage***	
	θ_s	ψ_a (kPa)	θ_r	ψ_r (kPa)	m	a_c
Remblai hydraulique sans liant	0,43	5	0,05	400	0,08	0,01
Remblai hydraulique cimenté âgé de 7 jours	0,43	5	0,05	400	0,08	0,01
Remblai en pâte sans liant	0,42	50	0,08	700	0,4	0,01
Remblai en pâte cimenté âgé de 7 jours	0,42	75	-	-	-	-
Remblai en pâte cimenté âgé de plus 28 jours	0,42	400	0,13	20 000	40	0,03

Pour le cas du remblai hydraulique, les paramètres de lissage m et a_c demeurent relativement constant durant le curage du matériel (m = 0,08 et a_c = 0,01). Par contre, dans le cas du remblai en pâte, les paramètres du modèle doivent être augmentés significativement pour décrire correctement la CRE du mélange âgé de plus de 28 jours sur l'ensemble du domaine (de 0,4 à 40 pour m et de 0,01à 0,03 pour a_c).

5.4 ANALYSE DU PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Tel que mentionné au départ, le principal défi lié à ce volet de l'étude était de proposer un programme expérimental capable de prendre en compte la nature évolutive des remblais miniers cimentés et l'hétérogénéité du remblai hydraulique. Le programme expérimental a permis de tracer et de comparer l'évolution de la courbe de rétention d'eau en drainage d'un remblai hydraulique et d'un remblai en pâte cimentés entre 1 et 28 jours. Par contre quelques limitations reliées au programme ont été observées et sont analysées dans ce qui suit.

5.4.1 Succions générées par l'hydratation des liants

Dans le domaine des matériaux cimentés (mortier et béton surtout), les processus d'hydratation des liants peuvent par eux-mêmes générer des succions non négligeables à l'intérieur du matériel. Des auteurs travaillant dans le domaine des remblais en pâte cimentés (Grabinski et Simms, 2005, 2006; Grabinski et Bawden, 2007; Helinski *et al.*, 2007; Simms et Grabinski, 2009) ont par exemple mesuré, à de faibles temps de cure (5 jours), des succions pouvant atteindre 105 kPa dans un remblai en pâte cimenté avec 5 % ciment Portland ordinaire (même type et proportion que le remblai en pâte à l'étude).

Les auteurs ayant enregistré des succions à l'intérieur de remblais en pâte cimentés (Grabinski et Simms, 2005, 2006; Grabinski et Bawden, 2007; Helinski *et al.*, 2007; Simms et Grabinski, 2009) attribuent le phénomène à « l'*auto-dessiccation* » ou plus particulièrement à la désaturation du milieu. Dans le domaine des mortiers et bétons, l'auto-dessiccation est expliquée par un changement de volume (contraction) du milieu lors de l'hydratation des liants (Équation V.4); le volume absolu des hydrates formés V_h étant inférieur à la somme des volumes d'eau consommée V_{wh} et du ciment hydraté V_{ch} (Hua, Acker et Ehrlacher, 1995, 1997; Kim et Lee, 1999; Acker, 2004; Yang et Zhang, 2004; Persson, Bentz et Nilsson, 2005) :

$$V_h = V_{wh} + V_{ch} - \Delta V \qquad \text{Équation V. 4}$$

Ce phénomène, découvert par LeChatelier, est appelé « contraction de LeChatelier » et est noté ΔV. Le déficit en eau dans ce cas particulier implique la coexistence des phases liquides (eau) et gazeuses (vapeur d'eau et air sec) et l'équilibre entre ces phases entraine la génération de tensions capillaires à l'interface liquide/gaz (Figure V. 20).

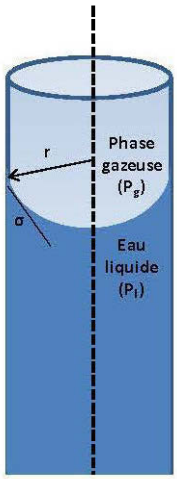


Figure V. 20: Schématisation d'un ménisque dans un capillaire (Baroghel-Bouny, 1994)

La dépression engendrée par la contraction LeChatelier dans la phase liquide est globalement compensée par une compression dans la phase solide de la pâte, ce qui engendre un retrait nommé retrait endogène (ou auto-dessiccation). L'auto-dessiccation (ou parallèlement le développement de tensions capillaires à l'intérieur du milieu) est fonction notamment du rapport eau/ciment (E/C) du mélange; elle devient significative seulement lorsque le rapport eau/ciment (E/C) est faible (<0,45) selon Tazawa, Miyazawa et Kasai (1995).

Des essais inspirés de la procédure de Simms et Grabinski (2009) ont été réalisés pour vérifier s'il y a génération de succions liées à l'hydratation des liants dans les remblais miniers cimentés à l'étude et l'impact de les prendre en compte ou non dans le traçage de la courbe de rétention d'eau. La procédure d'essais Figure V.21 ainsi que les résultats qui en sont issus sont décrits dans ce qui suit.

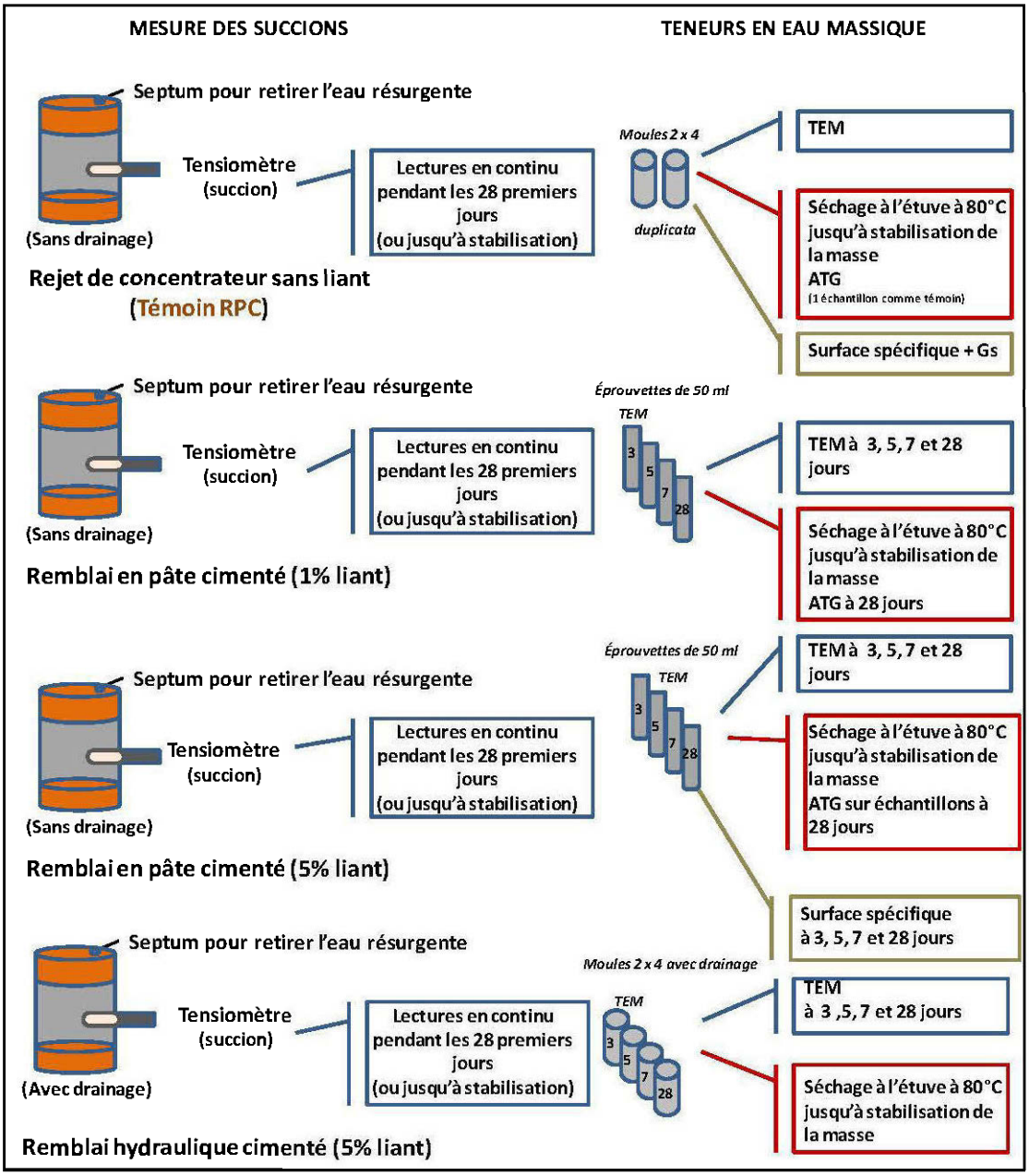


Figure V. 21: Procédure d'essai pour les mesures de succions générées par l'hydratation des liants

Quatre recettes de remblai ont été préparées et versées dans des moules de PVC munis d'un tensiomètre (PSX240A-15BG5V d'Omega) (Figure V.21) soient: 1) rejet de concentrateur sans liant (mélange témoin), 2) remblai en pâte cimenté (1% liant CP_{10}), 3) remblai en pâte cimenté (5% liant CP_{10}) et 4) remblai hydraulique cimenté (5% CP_{10}). Les recettes ont été

préparées selon les critères de fabrication précédemment définis, *i.e.* < 20 % particules passant 20 µm et pourcentage solide de 65 % pour le remblai hydraulique et > 20 % particules passant 20 µm avec un affaissement au cône d'Abrahms de 200 mm pour le remblai en pâte.



Figure V. 22: Dispositif expérimental pour la mesure des succions durant le durcissement

Les moules, de 10,16 cm de diamètre et 45 cm de hauteur, ont été scellés après la mise en place de chacun des mélanges afin d'éviter tout échange entre l'air ambiant et le matériel. Dans le cas du remblai hydraulique cimenté, le moule a été conçu de manière à permettre le drainage pendant une période de 24 heures pour répéter les conditions de mise en place de ce type de matériau, et scellé par la suite pour éviter les échanges avec l'air ambiant. Les succions générées par l'hydratation des liants ont ainsi été mesurées en continu, à l'aide du tensiomètre jusqu'à stabilisation des valeurs. Il est à noter que le couvercle supérieur de chacun des moules est muni d'un septum pour retirer l'eau de résurgence afin d'éviter qu'une charge hydraulique se forme à la surface du matériel. L'évolution des succions mesurées dans les différents mélanges de remblais à l'étude est présentée à Figure V.23. À titre indicatif, les succions enregistrées par Simms et Grabinski (2009), estimées graphiquement, dans un remblai en pâte cimenté (5% CP_{10}) sont également représentées sur la Figure V.23 (tireté rouge).

Rapport-Gratuit.com

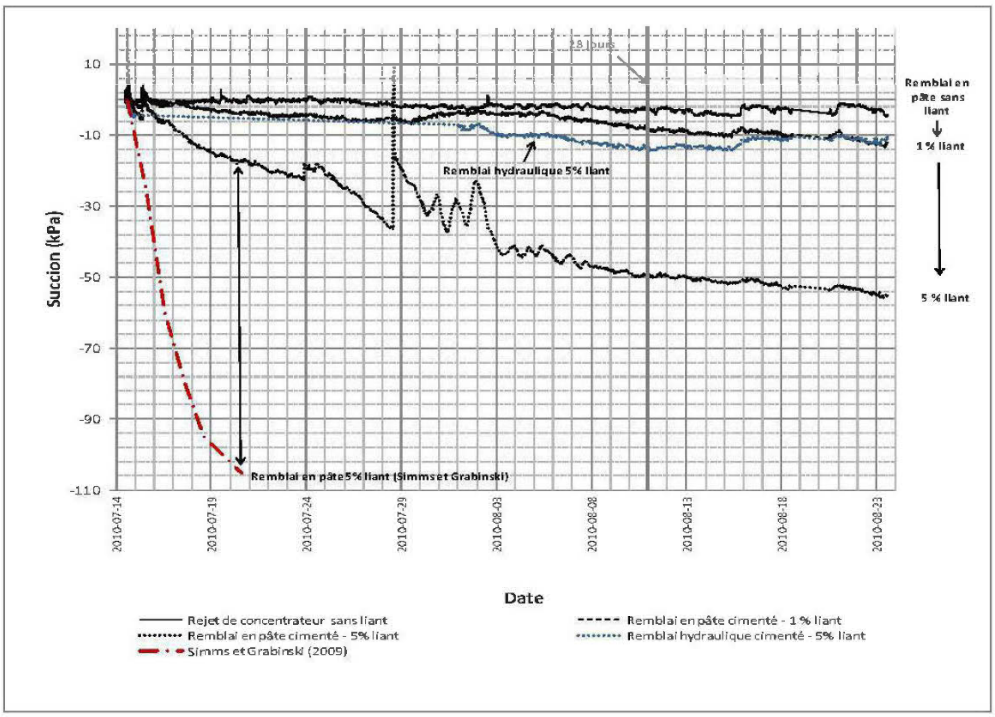


Figure V. 23: Évolution de la succion durant le durcissement du liant

La Figure V.23 indique, tel qu'attendu, qu'aucune succion (ou valeur négligeable de succion) n'est générée dans le mélange témoin, *i.e.* mélange constitué de rejet de concentrateur, sans liant (ligne noire en trait plein). Après 40 jours, des succions d'environ 10 kPa se sont développées dans le mélange de remblai en pâte cimenté contenant 1% liant (ligne noire en tireté) et jusqu'à 55 kPa dans celui contenant 5 % liant (ligne noire en pointillée). Comparées aux succions mesurées par Simms et Grabinski (2009) sur le même type de remblai (remblai en pâte avec 5 % ciment Portland ordinaire) et selon la même procédure d'essai, celles évaluées dans cette étude sont nettement inférieures (environ 105 kPa *versus* 20 kPa à 5 jours de cure). Au niveau du remblai hydraulique cimenté (5% liant – ligne bleue en pointillé), des succions autour de 5 kPa ont été enregistrées au moment de la mise en place du matériel (probablement liées au drainage du matériel) et se sont par la suite maintenues à une valeur autour de 10 kPa. Comparativement au remblai en pâte cimenté (5% CP_{10}), le remblai hydraulique génère peu de succions avec le curage du liant (55 kPa *versus* 10 kPa respectivement).

La Figure V. 24 compare les courbes de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté âgé de 28 jours, tracées lorsque les succions générées par le liant sont prises en compte (marqueurs noirs en forme de x) ou non (marqueurs carrés vides). Pour ce faire, les succions générées par le liant dans le remblai en pâte cimenté à 28 jours (≈ 50 kPa) (voir Figure V.23) sont ajoutées aux valeurs mesurées.

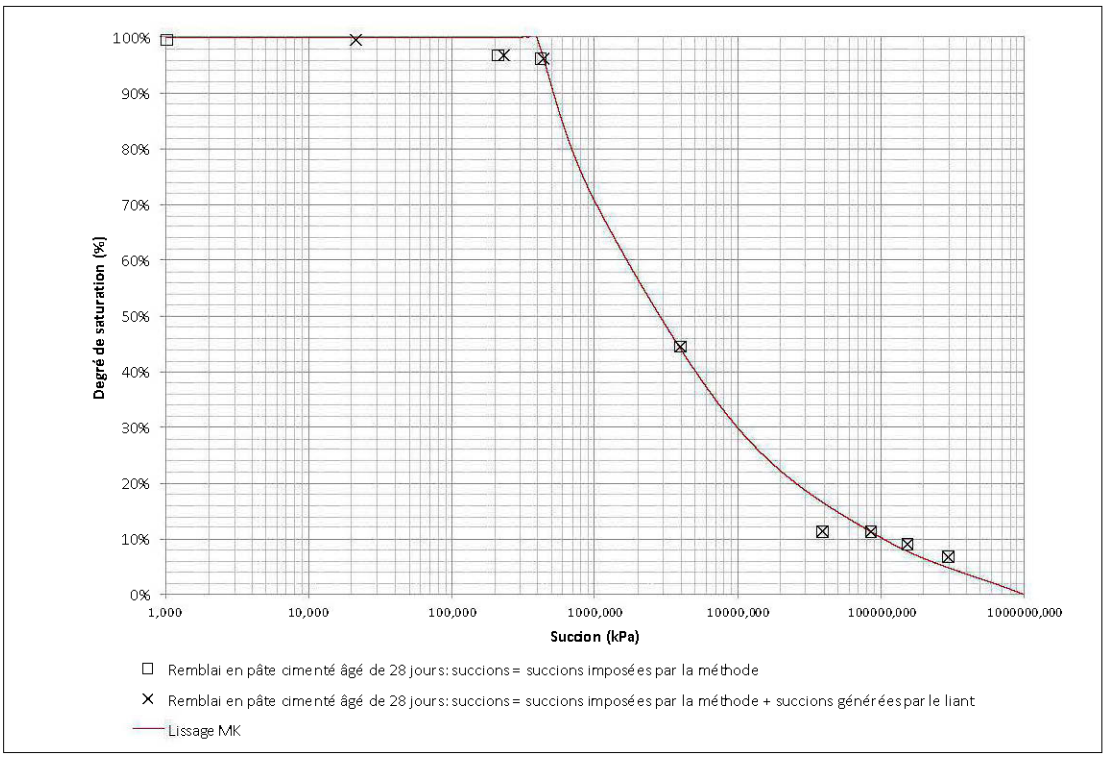


Figure V. 24: Effet de prendre en compte ou non les succions générées par l'hydratation des liants sur l'allure de la CRE des remblais miniers cimentés

La majorité des points représentés sur la Figure V. 24 se superposent, ce qui signifie que l'impact de prendre en compte ou non les succions générées par les liants affecte peu l'allure générale de la CRE des remblais miniers cimentés à l'étude.

Pour le cas des mélanges de remblais miniers cimentés dont les rapports E/C sont généralement supérieurs à 5, il apparaît peu probable que les succions générées soient expliquées par l'auto-dessication, *i.e.* par la désaturation des pores. Hedenblad (1994) et Mjornell (1994), cités dans Yang et Zhang (2004) proposent par ailleurs que la diminution de

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

l'humidité relative (ou l'auto-dessiccation) dans un matériau cimenté n'est pas nécessairement reliée au déficit en eau dans les pores (désaturation) mais plutôt au fait que l'eau évaporable devient non évaporable librement.

5.4.2 Conditions non stationnaires dans l'essai de succion modifié (Godbout *et al.*, 2004)

L'allure des CRE obtenues à partir de l'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004) diffère de celles obtenues à partir des essais standards (Norme ASTM D 6836-02 (2003) seule ou couplée à la méthode des solutions salines). La Figure V. 25 reprend les CRE du remblai en pâte obtenues à partir des différentes méthodes pour illustrer le phénomène.

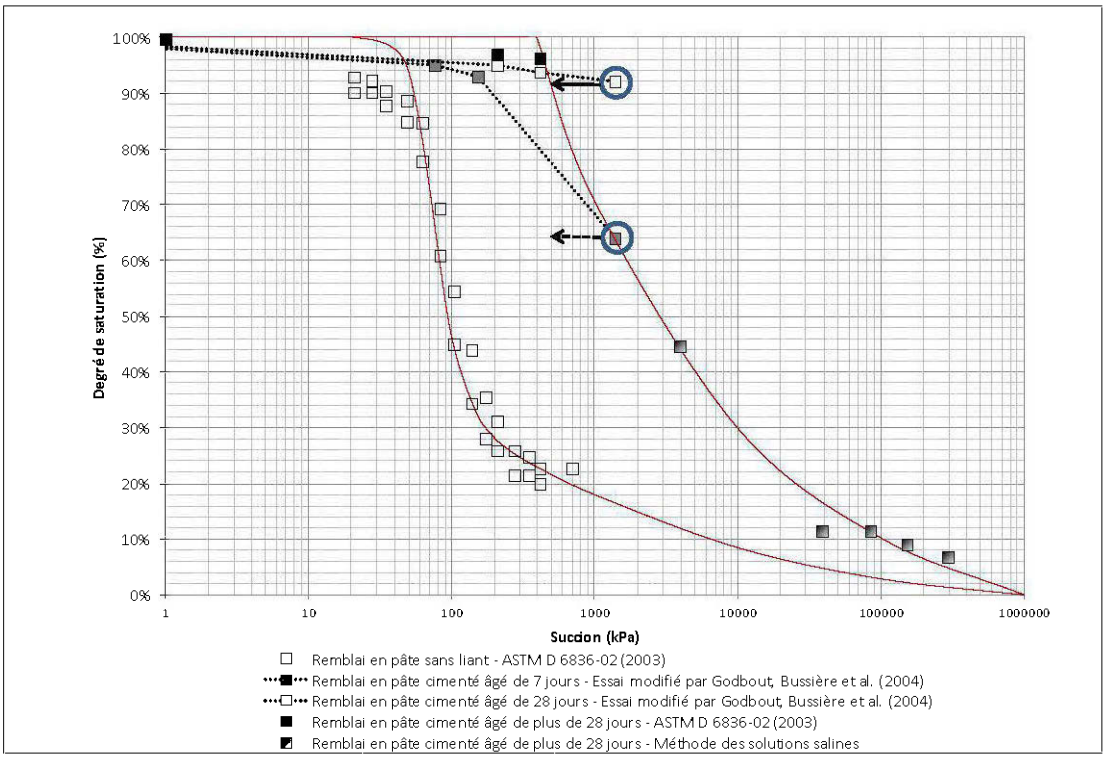


Figure V. 25 : Courbes de rétention d'eau du remblai en pâte selon la méthode de détermination

La Figure V. 25 indique un éloignement des CRE vers des succions plus élevées lorsque l'approche utilisée est l'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004). Par exemple, pour le remblai en pâte cimenté âgé de 7 jours, le quatrième point de la CRE (déterminé par

l'essai modifié) se trouve sur la CRE du remblai en pâte âgé de plus de 28 jours (déterminée selon la norme ASTM D 6836-02 (2003) couplée à la méthode des solutions salines – essais standards). Au niveau de la CRE du remblai âgé de 28 jours, les succions correspondant un degré de saturation de 92 % (S_r représenté par le quatrième point de la courbe selon l'essai modifié) sont respectivement de 500 kPa pour la CRE évaluée à l'aide des essais standards alors qu'elle est de 1380 kPa pour la CRE évaluée à partir de l'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004). Il est probable que l'éloignement de la CRE selon l'approche proposée par Godbout *et al.* (2004) soit attribué, du moins en partie, au fait que les conditions stationnaires ne sont pas atteintes pendant l'essai. En effet, la teneur en eau correspondant au quatrième point de la courbe (celui qui semble le plus éloigné de la CRE à l'équilibre) est mesurée après une période de 5 heures seulement (voir détails de la méthode, section 5.2.2). Ceci étant dit, malgré ses limitations, l'approche proposée par Godbout *et al.* (2004) est la seule qui permette d'estimer en un temps donné (sur une courte période de temps), la CRE d'un matériau fin et évolutif. La durée des essais standards pour les matériaux fins est trop longue pour permettre cela (voir revue de la littérature au chapitre II).

5.4.3 Hétérogénéité du remblai hydraulique dans les colonnes

En raison de sa granulométrie (mélange de particules fines et grossières), de ses critères de fabrication (densité de pulpe à 65 % solide) et de mise en place (drainage), la distribution granulométrique du remblai hydraulique testé à l'intérieur des colonnes est hétérogène. Une ségrégation des particules, avec une couche de particules fines à la surface, a été observée lors du démantèlement des colonnes (Figure V. 26).



Figure V. 26: Ségrégation des particules dans le remblai hydraulique

Pour vérifier si cette ségrégation des particules a un effet sur la porosité et si lectures des sondes de teneur en eau volumique correspondent (sachant que la teneur en eau volumique saturée représente la porosité), un échantillonnage stratigraphique et une analyse post-démantèlement a été réalisée. La caractérisation post-démantèlement comprend des analyses granulométriques et une évaluation des porosités par pesée des éléments suivants : masse de l'épreuve de remblai humide scellé sous vide et immergé dans l'eau, masse de l'épreuve de remblai humide à l'air libre, et masse de l'épreuve de remblai séché. La porosité est évaluée à partir de ces valeurs et des relations de phases (masse-volume) définies en géotechnique (GranDuBé, 2007).

La Figure V. 27 présente les résultats de l'analyse granulométrique. Par soucis de clarté, seules les courbes granulométriques au bas et au haut de la colonne ainsi que celles vis-à-vis des instruments de mesures (positionnés à 65 cm et 105 cm à partir du bas de la colonne) sont illustrées à la Figure V. 27.

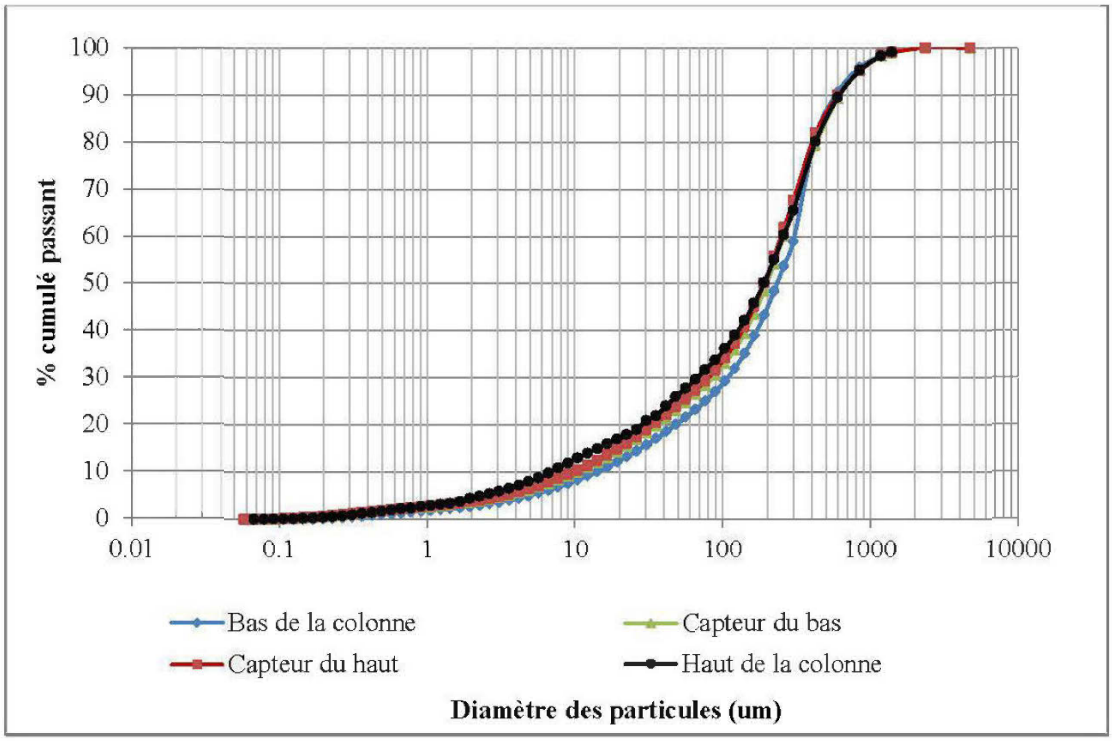


Figure V. 27 : Courbes granulométriques du remblai hydraulique à l'intérieur d'une colonne

La Figure V. 27 montre qu'il y a eu ségrégation du matériel après sa mise en place dans les colonnes avec une fraction plus fine au haut de la colonne et plus grossière dans le bas. Cependant, les granulométries *vis-à-vis* des sondes demeurent près l'une de l'autre. Les porosités évaluées le long de la colonne de remblai hydraulique sont présentées dans le Tableau V. 3.

Tableau V. 3 : Porosité à l'intérieur des colonnes de remblais hydrauliques

Échantillon		Porosité	Lecture de la sonde	Position des sondes
De (cm)	À (cm)			
120	135	0,39		**Haut de la colonne**
105	120	0,38		
95	105	0,40	0,43	Capteur du haut
70	95	0,39		
60	70	0,37	0,42	Capteur du bas
45	60	0,37		
30	45	0,37		
15	30	0,36		
0	15	0,33		**Bas de la colonne**

Les résultats indiquent une décroissance générale des porosités (d'environ 0,40 à 0,33) du haut vers le bas de la colonne. Il est probable que cette décroissance soit liée à la migration d'une partie des particules fines à l'intérieur des pores des particules grossières (*cf.* à la densification des mélanges discutée au chapitre IV) ou encore au fait que la porosité des sables est habituellement inférieure à celles des rejets de concentrateurs lorsque placés hydrauliquement (voir Bussière, 2007 pour des porosités typiques). Par ailleurs, les porosités mesurées diffèrent de celles lues par les sondes ECH$_2$O EC-5 lorsque l'on fait l'hypothèse que la valeur maximale de la teneur en eau volumique mesurée correspond à la porosité (0,43 *vs* 0,40 et 0,42 *vs* 0,37). Les mesures directes de la porosité (et indirectement les teneurs en eau volumiques) telles qu'évaluées ici (selon l'approche GranDubé, 2007) impliquent une erreur significative (± 0,05). De plus, la précision de la mesure de teneur en eau avec les sondes est également de cet ordre (voir figure V.13). En tenant compte de ces imprécisions, on peut considérer que les approches utilisées pour évaluer la porosité du remblai hydraulique convergent.

5.5 ANALYSE DES RÉSULTATS

À l'image de la perméabilité étudiée au chapitre précédent, les résultats présentés à l'intérieur de ce chapitre montrent que la capacité de rétention d'eau des remblais hydraulique et en pâte cimentés diffère (en termes de valeurs absolues et d'évolution). Alors que la capacité de rétention d'eau du remblai en pâte (plus élevée dès le départ que celle du remblai hydraulique) évolue avec l'hydratation du liant, celle du remblai hydraulique demeure relativement constante. L'analyse qui suit tente de faire ressortir les mécanismes impliqués au niveau de la rétention d'eau dans les remblais miniers cimentés.

5.5.1 Porosité et capacité de rétention d'eau

L'évolution des forces contributives à la rétention d'eau dans les remblais miniers cimentés peut être liée en partie aux changements de la géométrie de la matrice cimentaire, le drainage de pores plus petits requérant des succions plus importantes. La distribution de la taille des

pores (PSD), telle qu'évaluée par porosimétrie au mercure (MIP), peut être utile pour faire ressortir l'influence de la porosité sur l'évolution de la courbe de rétention d'eau des remblais miniers cimentés (Simms et Yanful, 2001, 2002 et 2004; Romero et Simms, 2008) et indirectement, la participation des forces capillaires. La relation entre la distribution de la taille des pores et la courbe de rétention d'eau se base sur l'hypothèse que la pression qui permet au mercure (phase non-mouillante) d'introduire un pore de rayon donné permet également à l'air (phase non mouillante dans un système eau/air) d'y accéder (voir section 4.4.2 du chapitre IV pour les détails sur les essais MIP).

Conventionnellement, les formulations mathématiques qui relient la CRE à la PSD considèrent que la géométrie des pores demeure constante durant l'essai. Les pores, qui sont modélisés comme un ensemble de tubes capillaires, sont considérés saturés jusqu'à le rayon de courbure à l'interface eau/air excède le rayon du pore (voir figure V.26). L'équation de Kelvin (Équation V.5) permet de relier la succion, ψ au rayon de courbure à l'interface eau/air, *r* selon :

$$\psi = \frac{2T_S cos\sigma}{r} \qquad \text{Équation V. 5}$$

où T_s est la tension de surface de l'eau et σ est l'angle de contact entre la phase mouillante et non mouillante (0 pour l'eau dans un système eau/air).

La dérivée de l'Équation V.5 permet d'obtenir la succion requise (ψ) pour désaturer un pore de rayon *r*. Comme l'essai MIP fourni la fréquence des pores de rayon *r*, il est possible d'estimer la proportion volumique des pores qui seront désaturés à une pression donnée, θ(ψ). La teneur en eau volumique correspondant à la pression appliquée, X (ψ) est calculée en soustrayant de la teneur en eau volumique saturée, θ_s, l'intégrale des pores désaturés entre 0 et ψ, selon l'Équation V.6:

$$X(\psi) = \theta_s - \int_0^{\psi} \theta(\psi) \qquad \text{Équation V. 6}$$

La courbe de rétention d'eau sur l'ensemble du domaine peut ainsi être représentée, à partir de la PSD, en traçant la relation entre ψ (en abscisse) et X(ψ) (en ordonnée).

Pour vérifier si cette approche peut s'appliquer aux cas des remblais miniers cimentés, la courbe de rétention d'eau d'un rejet de concentrateur non cimenté, pour lequel ont été tirées de la littérature la CRE mesurée (Godbout *et al.*, 2004) et la distribution de la taille des pores (Belem, Bussière et Benzaazoua, 2001- estimée graphiquement) est représentée à la Figure V.28. Il s'agit bien entendu du même rejet de concentrateur (utilisé ici à titre de référence). La CRE mesurée est représentée par les triangles rouges tandis que celle estimée à partir de la PSD est représentée par la ligne rouge en tirets.

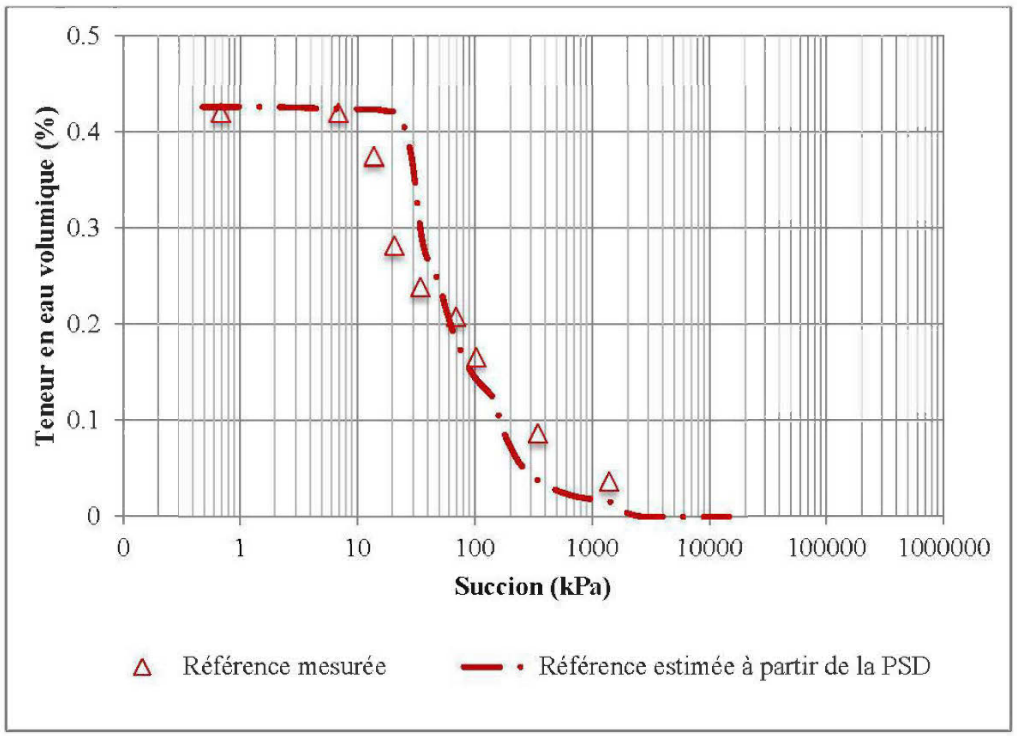


Figure V. 28: Courbe de rétention d'eau d'un rejet de concentrateur non cimenté mesurée et estimée à partir de la distribution de la taille des pores

Globalement, la Figure V.28 montre une bonne correspondance entre la CRE du rejet de concentrateur non cimenté mesurée et celle estimée à partir de la distribution de la taille des pores. Cette approche apparaît donc utile pour vérifier la contribution de la géométrie de la

matrice cimentaire (porosité) et la participation des forces capillaires sur l'évolution de la courbe de rétention d'eau des remblais miniers cimentés.

La Figure V.29 présente la CRE du remblai en pâte non cimenté (carré gris), du remblai en pâte cimenté âgé de plus de 28 jours (carré noir) et l'estimation de la CRE de ce dernier à partir de la PSD telle qu'évaluée par porosimétrie au mercure (voir chapitre IV, section 4.4.2) (tiret noir). On s'attarde ici exclusivement au remblai en pâte puisque la CRE du remblai hydraulique n'évolue pas de façon significative durant le durcissement.

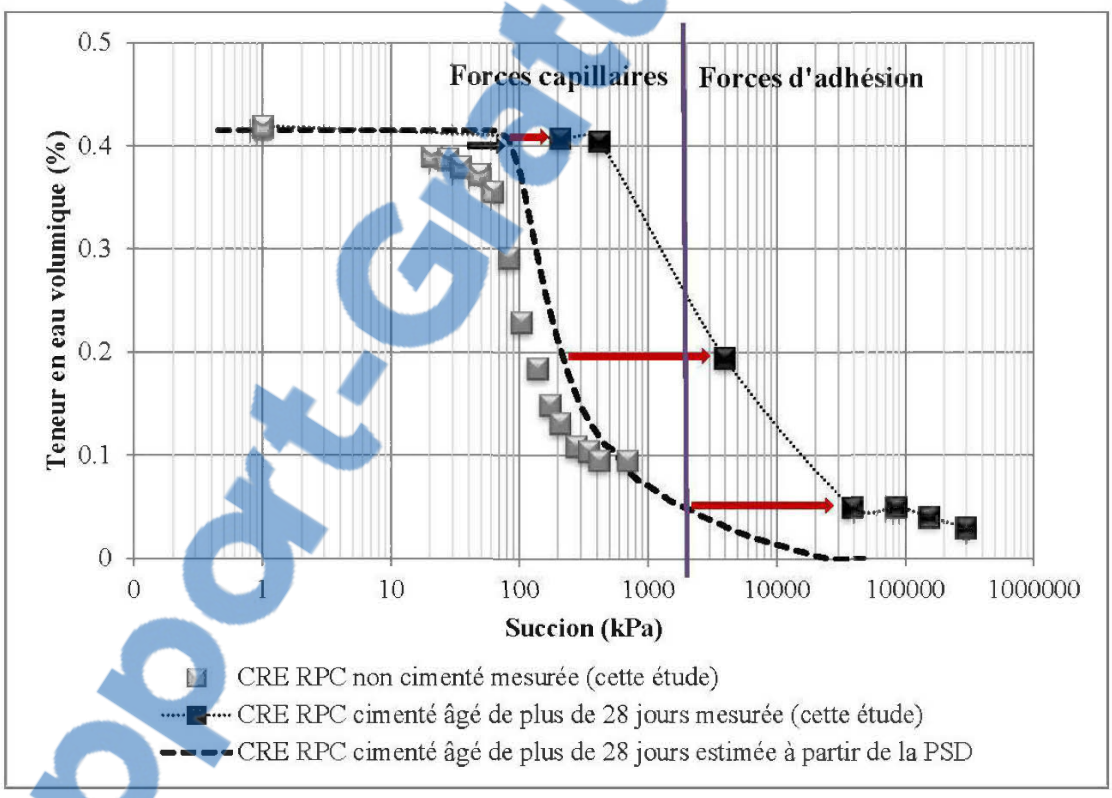


Figure V. 29 : Courbe de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté estimée à partir de la distribution de la taille des pores

La courbe de rétention du remblai en pâte cimenté âgé de plus de 28 jours estimée à partir de la distribution de la taille des pores (tirets noirs) est à peine décalée (vers des succions plus élevées) de la courbe de rétention d'eau du remblai en pâte non cimenté (carrés gris). Elle se situe relativement loin de la CRE mesurée (carrés noirs). Ces observations suggèrent que

Rapport-Gratuit.com

l'évolution de la géométrie de la matrice cimentaire contribue à l'évolution de la capacité de rétention d'eau des remblais en pâte cimentés mais ne peut expliquer tout le mouvement de la courbe causé par l'ajout d'un agent liant. Il y a donc d'autres facteurs qui expliquent la plus grande rétention de l'eau par le remblai en pâte cimenté.

5.5.2 Liens eau et matrice cimentaire

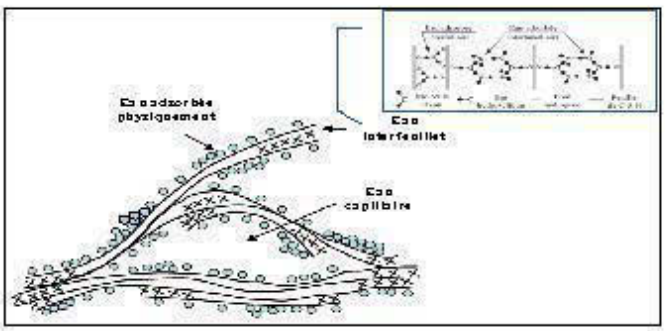
Un autre facteur qui pourrait contribuer à l'évolution de la capacité de rétention d'eau des remblais en pâte cimentés pourrait être associé aux liens qui se développent entre l'eau et la matrice cimentaire durant le durcissement. Plus l'énergie de liaison entre l'eau et la matrice est élevée, plus les succions requises pour drainer le matériau doivent également être élevées.

L'eau se présente sous différentes formes dans un milieu poreux cimenté et est généralement classifiée selon la nature de sa liaison avec la matrice cimentaire. Les différentes classes (4) de l'eau, présentées par ordre croissant d'énergie de liaison avec la pâte, sont l'eau libre et capillaire, l'eau adsorbée (physiquement ou chimiquement), l'eau combinée et l'eau dans les zones d'adsorption empêchée (Regourd, 1982; Guénot-Delahaie, 1997 cités dans DeSa, 2007). Les différentes classes de l'eau dans une matrice cimentaire sont présentées dans la planche suivante.

Planche : Eau dans les matrices cimentaires

L'eau libre (classe 1) se trouve principalement dans les pores capillaires de dimension supérieure à 10 µm. Elle participe à l'écoulement Darcéen et n'est pas soumise aux forces d'attraction des surfaces solides. L'eau adsorbée (classe 2) est celle qui est liée à la surface des solides par l'action de forces physico-chimiques. Elle peut être adsorbée physiquement. Dans ce cas, les forces d'attraction sont de type van der Waals. La structure de l'eau adsorbée et de la surface adsorbante n'est pas affectée par cette adsorption. Elle peut aussi être adsorbée chimiquement. Dans ce cas, des électrons sont mis en commun entre l'eau et la surface solide. Ainsi, la structure de la molécule d'eau est modifiée (dissociation par rupture de la liaison covalente O-H).

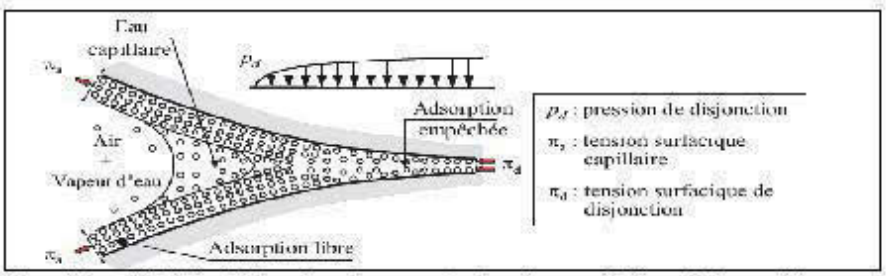
L'eau chimiquement combinée (classe 3) ou eau de structure, est celle qui a réagi chimiquement avec le ciment pour former un nouveau produit. Les principaux produits de l'hydratation dans les remblais miniers cimentés sont les silicates de calcium hydratés (C-S-H) avec ± de la portlandite et de l'ettringite (Viallis-Terrisse, 2000; Benzaazoua, Fall et Belem, 2004; Benzaazoua, Peyronnard et al., 2010). Pour le cas particulier des C-S-H, il existe en plus de l'eau de structure, de l'eau chimiquement liée dans les espaces interfeuillets (Feldman et Sereda, 1968, cités dans Viallis-Terrisse, 2000).



Sierra (1974) (cité par Regourd (1982) et De Sa (2007)) classe l'eau interfeuillet selon l'énergie de liaison avec le solide. Par ordre croissant d'énergie de liaison, les trois formes identifiées sont :

- L'eau **interlamellaire** : Cette eau est soit fixée à la surface des lamelles par un hydroxyle, soit liée à d'autres molécules d'eau; cette eau est évaporable;
- L'eau **interfoliaire** : Cette eau est liée aux feuillets par des groupements hydroxyles. Elle intervient dans la cohésion intrinsèque de la lamelle; très faible degré de liberté mais elle est néanmoins considérée comme évaporable;
- L'eau **hydroxylique** (groupement OH) : Cette eau est liée aux atomes de silicium et de calcium à la surface des feuillets; elle est considérée comme non évaporable.

Par ailleurs, l'adsorption libre ne peut avoir lieu lorsque les surfaces adsorbantes sont trop proches. On est alors en zone dite d'adsorption empêchée (classe 4). Dans ces zones, l'eau fortement adsorbée, est sous pression dite de disjonction, de l'ordre de 130 MPa (Bazant, 1972). Cette pression s'oppose aux forces d'attraction qui existent entre les particules des hydrates qui maintiennent la structure du squelette. Cette eau est ainsi un élément structurel à part entière du matériau, capable de transmettre localement des contraintes.



Description idéalisée de l'eau dans les zones d'adsorption empêchée et de la transition avec les pores capillaires (Bazant, 1972, tiré de De Sa, 2007)

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Considérant la capacité des hydrates à lier l'eau à différents niveaux d'énergie, les phases cimentaires développées dans le remblai en pâte cimenté durci, essentiellement représentées par des gels C-S-H avec ± de la portlandite (voir résultat de l'analyse thermogravimétrique chapitre IV, section 4.4.2), ont probablement contribué à l'augmentation de l'énergie de liaison entre l'eau et les surfaces solides du remblai durant le durcissement. Cette augmentation de l'énergie de liaison entre l'eau et la matrice cimentaire durant le durcissement du remblai pourrait expliquer en partie (avec l'évolution de la géométrie de la matrice), l'augmentation de la capacité de rétention d'eau du remblai en pâte cimenté durci.

5.6 SOMMAIRE ET CONTRIBUTIONS LIÉES AU CHAPITRE RÉTENTION D'EAU

Le chapitre V, qui s'inscrit dans la suite des travaux de Godbout (2005) où l'évolution en fonction du temps, du type et de la proportion de liant, d'une partie (entre 0 et 1 380 kPa) de la CRE de remblais en pâte cimentés a été étudiée, amène des contributions importantes. Par rapport aux travaux antérieurs, l'approche utilisée a permis de tracer la CRE des remblais en pâte cimentés durcis sur l'ensemble du domaine. Elle a aussi permis de déterminer la CRE d'un matériau plus grossier comme le remblai hydraulique cimenté ou non. Le principal défi lié à cette partie de la thèse était de proposer un programme expérimental capable de prendre en compte la nature évolutive des remblais miniers cimentés et de définir la CRE des remblais à l'étude sur l'ensemble du domaine (*i.e.* pour des matériaux ayant une faible capacité de rétention d'eau (remblai hydraulique) à une très forte capacité de rétention d'eau (remblai en pâte cimenté durci)).

Malgré certaines limitations, la démarche expérimentale proposée a permis d'atteindre les objectifs visés. Les essais de succion par translation d'axe, couplés à la méthode des solutions salines ont permis de tracer la CRE sur l'ensemble du domaine du remblai en pâte cimenté (et non cimenté) durci. L'analyse des succions générées par l'hydratation des liants a montré que le phénomène n'est pas assez important dans les remblais cimentés à l'étude pour affecter l'allure de la CRE. L'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004) a permis, malgré le fait que les conditions stationnaires ne soient pas atteintes, de tracer la CRE du remblai en pâte cimenté en cours d'évolution. Les essais en colonnes ont permis de tracer la CRE du

remblai hydraulique cimenté ou non cimenté en cours d'évolution et durci sur l'ensemble du domaine.

Les résultats issus des différents essais de rétention d'eau ont montré une différence d'ampleur et de comportement au niveau de la capacité de rétention d'eau du remblai hydraulique et en pâte cimentés. À l'image de la perméabilité, la capacité de rétention d'eau du remblai hydraulique cimenté (plus faible au départ que celle du remblai en pâte) demeure relativement constante dans le temps, alors que celle du remblai en pâte cimenté évolue avec le curage du liant (avec des pressions pour amorcer le drainage passant de 50 kPa à 400 kPa et des succions résiduelles passant de 700 kPa à 20 000 kPa pour le remblai en pâte cimenté par exemple). Selon l'analyse des résultats, les différences observées seraient attribuables au fait que le remblai en pâte possède et développe pendant son durcissement, une porosité beaucoup plus fine que son homologue hydraulique (voir distribution de la taille des pores, Figure IV. 24, chapitre IV, section 4.4.2) ainsi que des liens de plus en plus forts entre l'eau et la matrice cimentaire.

À la lumière des résultats issus de ce chapitre (corroborés par ceux du chapitre IV sur la perméabilité), le remblai en pâte cimenté semble, d'un point de vue environnemental, une meilleure option que le remblai hydraulique cimenté pour la gestion de rejets de concentrateur sulfureux puisque il atteint pendant son durcissement, une plus grande capacité de rétention d'eau. Une plus grande capacité de rétention d'eau permet au matériau de maintenir une saturation plus élevée. Des conditions saturées en eau agissent comme une barrière à l'oxygène (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés) et limitent la réaction d'oxydation des sulfures ainsi que les problèmes qui lui sont associés. De plus, les mélanges de remblai en pâte cimenté sont beaucoup plus homogènes, ce qui confère à ce type de remblai un autre avantage par rapport aux risques associés à l'oxydation des minéraux sulfureux dans les chantiers remblayés. Créer des zones hétérogènes en termes de teneur en eau n'est pas favorable à la stabilité chimique des remblais.

Dernière remarque sur la prédiction de la CRE des remblais miniers cimentés

La prédiction de la courbe de rétention d'eau, à partir de la distribution de la taille des pores uniquement (voir section 5.5.1), bien que valable pour prédire la CRE des remblais non cimentés, ne semble pas adéquate pour prédire efficacement celle des remblais en pâte cimentés durcis. Cette approche qui prend en compte l'évolution de la porosité uniquement, ne tient pas compte de l'énergie de liaison qui se développe entre l'eau et la matrice cimentaire durant l'hydratation du liant (Prapaharan *et al.,* 1985).

Par ailleurs, le modèle de Kovács modifié par Aubertin *et al.* (2003) (modèle MK) décrit efficacement la CRE des remblais miniers non cimentés et cimentés (durcis) sur l'ensemble du domaine (voir Figure V. 19); il suffit d'ajuster les paramètres a_c et m du modèle. Dans le cas du remblai hydraulique, les paramètres de lissage m et a_c demeurent relativement constants durant le durcissement du matériel (m = 0,08 et a_c = 0,01) alors que pour le remblai en pâte cimenté, les paramètres du modèle doivent être ajustés en fonction du temps (de 0,4 à 40 pour m et de 0,01à 0,03 pour a_c, respectivement). Rappelons que le paramètre m est lié à la distribution de la dimension des pores alors que le paramètre a_c est lié aux propriétés d'adhésion. Actuellement (pour un matériau non cimenté), le paramètre m (ou indirectement la distribution de la taille des pores) est corrélé à la granulométrie du matériau (inverse du coefficient d'uniformité) tandis que le paramètre a_c est fixé à une valeur de 0,01. Ces valeurs suggérées par le modèle semblent assez justes pour prédire efficacement la CRE des remblais non cimentés (hydraulique et en pâte) ainsi que celle du remblai hydraulique cimenté mais pas pour prédire la CRE du remblai en pâte cimenté en cours d'évolution et durci. Pour prédire efficacement la CRE de l'ensemble des remblais miniers cimentés, des travaux sont nécessaires au niveau de l'ajustement des paramètres m et a_c du modèle MK.

CHAPITRE VI

CONCLUSIONS, CONTRIBUTIONS ET RECOMMANDATIONS

Le but de cette recherche était de mieux comprendre les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers, hydrauliques et en pâte cimentés, de dégager les principaux facteurs d'influence et de rendre compte de leur rôle. L'oxydation de la pyrrhotite dans les chantiers miniers souterrains remblayés est très préoccupante pour les opérateurs miniers car elle peut mener à de graves conséquences. D'un point de vue environnemental, les produits de l'oxydation de la pyrrhotite peuvent mener à la formation de drainage contaminé et affecter la qualité des eaux souterraines. Au niveau des opérations, l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais cimentés peut affecter l'intégrité physique de la masse par l'attaque sulfatique et ainsi ralentir les activités de minage. Sous des circonstances extrêmes, l'oxydation de la pyrrhotite peut aussi menacer la santé et la sécurité des travailleurs miniers. En milieu fermé par exemple, la consommation d'oxygène associée à l'oxydation des sulfures peut entrainer un épuisement de l'oxygène de l'air. Elle peut aussi être suffisamment rapide pour mener à l'auto-ignition de la masse et provoquer, à de hautes températures, le dégagement de SO_2.

Les facteurs d'influence qui ont été jugés d'importance pour l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés sont : la passivation des surfaces de la pyrrhotite (par les produits de son oxydation et par le liant) et les propriétés hydrogéologiques (perméabilité et capacité de rétention d'eau) qui régissent les mécanismes de transfert de l'oxygène à travers le milieu.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tel que soulevé en introduction et dans le chapitre II, les plus grands défis liés à cette recherche se situaient au niveau même de l'état des connaissances. La réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés avait été peu étudiée et le remblai hydraulique cimenté, peu caractérisé d'un point de vue hydrogéologique et environnemental. Le développement d'une approche capable de prendre en compte la nature évolutive et réactive des remblais miniers cimentés sulfureux, pour pousser plus loin notre compréhension du phénomène, représentait également un défi de taille. Les principales conclusions, contributions et recommandations de cette recherche sont présentées dans ce qui suit.

Au chapitre III sur la réactivité des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite, les résultats des essais de consommation d'oxygène ont montré que les rejets de concentrateur qui contiennent de la pyrrhotite (sans liant) peuvent être très réactifs, donc susceptibles d'entrainer d'éventuels problèmes environnementaux et/ou associés à l'auto-ignition, lorsqu'ils sont exposés aux conditions atmosphériques (avec des flux d'oxygène consommés parfois supérieurs à 35 moles O_2/m^2/jour alors qu'il est relativement rare de rencontrer des flux supérieurs à 5 moles O_2/m^2/jour). Les résultats des essais CO ont montré l'effet bénéfique à courts termes d'ajouter un liant au mélange; effet davantage marqué pour les remblais en pâte que les remblais hydrauliques. Les résultats des essais de résistance en compression uniaxiale (UCS) ont montré des pertes de résistance mécanique attribuables à l'attaque sulfatique pour l'ensemble des remblais étudiés (hydraulique et en pâte), même si les remblais en pâte cimentés acquièrent et maintiennent des valeurs d'UCS supérieures à celles des remblais hydrauliques correspondant (*i.e.* pour les mêmes proportions et types de liant ainsi que pour les mêmes teneurs en pyrrhotite). Dans certains cas, l'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais hydrauliques étudiés semble avoir été suffisamment importante pour mener à l'émanation de SO_2, comme le suggère l'analyse post-essais réalisée à l'intérieur de ce chapitre. L'approche novatrice utilisée dans le chapitre III, comprenant des outils de caractérisation minéralogiques relativement sophistiqués (chimie des solides, DRX, ATD-ATG) et de l'électrochimie, couplés aux essais de consommation d'oxygène et de résistance en compression uxiaxiale, a permis en croisant l'ensemble de l'information, de mieux comprendre les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés. L'étude électrochimique a permis d'aller plus loin dans la compréhension

du rôle d'un des facteurs d'influence, soit la passivation des surfaces de la pyrrhotite en discriminant l'effet du liant de celui des produits de l'oxydation. Elle montre qu'une passivation naturelle (sans liant) de la surface des grains de la pyrrhotite permet de réduire à un certain niveau la réactivité de la pyrrhotite mais que l'ajout de liant permet de la réduire davantage.

Au chapitre IV sur la perméabilité, les essais de perméabilité au gaz (azote) et à l'eau ont montré une différence de comportement hydrogéologique entre les remblais en pâte et les remblais hydrauliques cimentés. Les résultats obtenus à partir des essais de perméabilité à l'azote (fluide d'infiltration inerte), corroborés par ceux obtenus à partir des essais de perméabilité à l'eau, ont dans un premier temps montré que l'interaction eau/matrice cimentaire n'affecte pas la mesure de façon significative lors des essais de perméabilité à l'eau. Par ailleurs, l'ensemble des résultats des essais de perméabilité indiquent que la perméabilité du remblai hydraulique cimenté à l'étude demeure relativement constante dans le temps ($k_{sw} \approx 1 \times 10^{-5}$ cm/s), alors que celle de son homologue en pâte diminue de plus d'un ordre de grandeur en 28 jours (et devient inférieure à celle du remblai hydraulique de plus d'un ordre de grandeur, de $\approx 2 \times 10^{-5}$ à 3×10^{-6} cm/s). L'absence d'évolution de k_{sw} du remblai hydraulique cimenté serait associé entre autre à l'entrainement d'une partie du liant lors du drainage du matériel (cimentation plus faible), contrairement au remblai en pâte où le drainage est négligeable (et le degré de cimentation plus important). L'étude a mis en évidence le phénomène de ségrégation des grains dans les remblais hydrauliques, avec une perméabilité probablement contrôlée en grande partie par les couches de particules fines. Les techniques de caractérisation complémentaires (MIP, ATD-ATG et analyse des surfaces spécifiques) utilisées ont amélioré la compréhension des comportements observés. Les résultats des essais MIP indiquent que le remblai en pâte cimenté développe une porosité plus fine que le remblai hydraulique. La quantification des surfaces des grains indique un degré de cimentation plus élevé dans le cas du remblai en pâte que dans le cas du remblai hydraulique. L'analyse thermogravimétrique suggère que le remblai en pâte forme davantage d'hydrates, notamment des gels C-S-H, que le remblai hydraulique. Connaissant la capacité des hydrates (gels C-S-H surtout) à réduire la porosité effective d'une matrice cimentaire, et puisque ce sont surtout la porosité totale et la dimension des pores capillaires (0,01 µm <

diamètre < 5 µm) qui influencent la perméabilité (Metha et Monterio, 1993; Bertolini, Elsener *et al.,* 2004), ces facteurs expliquent, à tout le moins en partie, la plus grande décroissance de la perméabilité des remblais en pâte cimentés par rapport à celle des remblais hydrauliques cimentés.

Au chapitre V sur la rétention d'eau, les essais de succion par translation d'axe, couplés à la méthode des solutions salines ont permis de tracer la CRE sur l'ensemble du domaine du remblai en pâte cimenté (et non cimenté) durci. L'analyse des succions générées par l'hydratation des liants (*cf.* auto-dessiccation) a montré que le phénomène n'est pas assez important dans les remblais cimentés à l'étude pour affecter de façon significative l'allure de la CRE. L'essai de succion modifié par Godbout *et al.* (2004) a permis, malgré ses limitations (conditions stationnaires non atteintes), de tracer la CRE du remblai en pâte cimenté en cours d'évolution. Les essais en colonnes ont permis de tracer la CRE du remblai hydraulique cimenté ou non cimenté en cours d'évolution et durci sur l'ensemble du domaine. Les résultats issus de cette approche combinée ont montré une différence d'ampleur et de comportement au niveau de la capacité de rétention d'eau du remblai hydraulique et en pâte cimentés. À l'image de la perméabilité, alors que la capacité de rétention d'eau du remblai hydraulique cimenté (plus faible au départ que celle du remblai en pâte) demeure relativement constante dans le temps, celle du remblai en pâte cimenté évolue avec le curage du liant (avec des pressions pour amorcer le drainage passant de 50 kPa à 400 kPa et des succions résiduelles passant de 700 kPa à 20 000 kPa pour le remblai en pâte cimenté). Selon l'analyse des résultats, les différences observées seraient attribuables au fait que le remblai en pâte possède et développe pendant son durcissement, une porosité beaucoup plus fine que son homologue hydraulique ainsi que des liens de plus en plus forts entre l'eau et la matrice cimentaire.

Puisque la perméabilité et la capacité de rétention d'eau contrôlent en grande partie les mécanismes de transfert de l'oxygène (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les conditions étudiées) à travers les remblais, les résultats issus des chapitres IV et V suggèrent que les remblais en pâte cimentés soient plus aptes à réduire la réactivité de la pyrrhotite que les remblais hydrauliques cimentés. Ils développent avec le durcissement du matériel une

plus faible perméabilité et une plus grande capacité de rétention d'eau (capacité à demeurer saturé), deux facteurs susceptibles de limiter l'accès de l'oxygène vers la pyrrhotite à l'intérieur de la masse et par le fait même, de réduire les risques environnementaux associés à son oxydation.

Les principales contributions scientifiques de la thèse sont liées à l'évaluation du comportement physico-chimique de rejets sulfureux contenant de la pyrrhotite lorsque placés dans des remblais miniers cimentés (remblai hydraulique ou en pâte). À la connaissance de l'auteure, à l'exception d'une étude préliminaire (Benzaazoua, Belem et Bussière, 2001) pour mettre en évidence le potentiel d'auto-ignition des remblais en pâte cimentés, aucune recherche n'avait tenté d'évaluer la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés même si la sélection du type de remblai (en pâte ou hydraulique) devrait tenir compte des conséquences qui lui sont associées. Dans cette recherche, des approches novatrices et variées ont été utilisées. En croisant l'ensemble de l'information, il a été possible de comparer le comportement physico-chimique de remblais hydrauliques et de remblais cimentés en pâte et de porter plus loin notre compréhension sur les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés. L'avancement des connaissances sur le sujet devraient offrir aux opérateurs miniers certaines pistes de solutions en matière d'environnement, de productivité et au niveau des aspects santé et sécurité au travail.

Dans cette étude, le développement, l'adaptation et l'utilisation de méthodes originales pour caractériser les remblais miniers cimentés, hydrauliques et en pâte, en termes de réactivité, perméabilité et capacité de rétention d'eau, représente une contribution en soi. Parmi ces méthodes, mentionnons l'électrochimie pour étudier la réactivité des surfaces de la pyrrhotite dans un contexte de remblais miniers cimentés, l'essai de perméabilité au gaz pour évaluer la perméabilité intrinsèque des RMC et une combinaison d'approches (essais colonnes, méthodes par translation d'axe, solutions salines) pour obtenir la courbe de rétention d'eau des RMC sur l'ensemble du domaine. L'approche proposée a non seulement permis des avancées dans la compréhension du phénomène, elle pourra être utilisée dans le futur pour caractériser d'autres remblais miniers cimentés réactifs et être transférée à différents

Rapport-Gratuit.com

domaines d'application pour l'étude d'autres matériaux réactifs et/ou évolutifs. En parallèle, la vérification de la technique de mesure à l'eau pour évaluer la conductivité hydraulique saturée des remblais miniers cimentés (par corroboration des résultats d'essais de perméabilité à l'eau et à l'azote) représente aussi une contribution importante. Rappelons que les équations à la base du calcul de k_{sw}, basées sur la loi de Darcy, supposent qu'il n'y a pas d'interaction entre la matrice cimentaire et le fluide durant la mesure. Des doutes persistaient donc quant à la validité de la technique de mesure qui utilise l'eau comme fluide d'infiltration. Les résultats obtenus à partir des essais de perméabilité à l'azote (fluide d'infiltration inerte), corroborés par ceux obtenus à partir des essais de perméabilité à l'eau, ont montré que l'interaction eau/matrice cimentaire n'affecte pas de façon significative la mesure lors des essais de perméabilité à l'eau. Cette contribution est importante puisqu'elle indique que l'essai de perméabilité à l'eau est fiable pour déterminer la perméabilité intrinsèque K et la conductivité hydraulique saturée k_{sw} des remblais miniers cimentés (un des paramètres utilisés en ingénierie environnementale pour prédire son comportement hydrogéochimique et géotechnique).

Une autre contribution importante de cette recherche est la caractérisation hydrogéologique (perméabilité et courbe de rétention d'eau) des remblais miniers cimentés en cours d'évolution, particulièrement celle des remblais hydrauliques cimentés. Ce matériau avait été relativement peu étudié comparativement au remblai en pâte cimenté même s'il s'agit d'une option encore privilégiée par certains opérateurs miniers pour la gestion des rejets de concentrateur sulfureux (ou non). L'avancement des connaissances au niveau de ces facteurs d'influence (k_{sw} et CRE desquelles peuvent être prédites la fonction de perméabilité ($k(\psi)$), est important pour prédire efficacement le mouvement des fluides (et le comportement hydrogéochimique) d'un chantier minier remblayé. Dans le cas où le chantier est remblayé avec du remblai en pâte cimenté, l'étude des propriétés hydrogéologiques de cette thèse suggèrent qu'il faut intégrer l'effet du temps dans les modélisations alors que cela n'est pas nécessaire dans le cas où le chantier est remblayé avec du remblai hydraulique cimenté. Pour le remblai hydraulique cimenté, il faudrait surtout tenir compte de l'endroit où on se trouve à l'intérieur de la masse. Godbout *et al.* (2004) et d'autres chercheurs (Nawfal, 2012) ont montré à l'aide de modélisations numériques (voir article mentionné pour les paramètres de

la modélisation), l'impact de prendre en compte ou non la nature évolutive des propriétés hydrogéologiques (conductivité hydraulique et courbe de rétention d'eau) pour définir l'état de saturation en eau d'un chantier minier remblayé (Figure VI. 1).

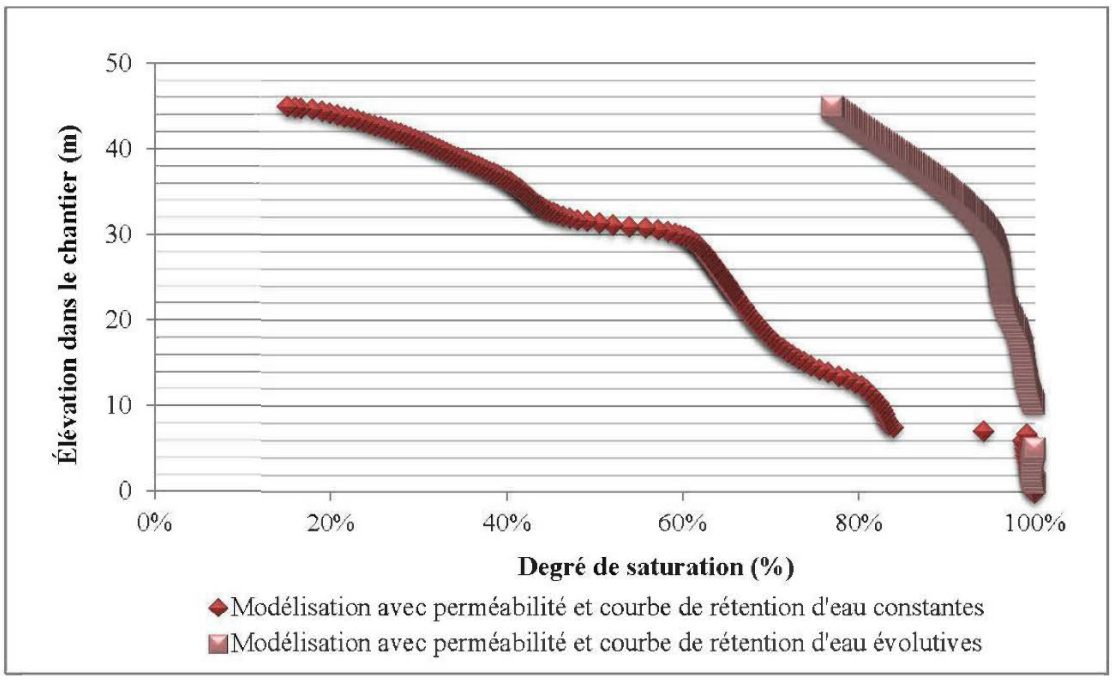


Figure VI. 1: Modélisation du degré de saturation dans un chantier remblayé selon que les propriétés hydrogéologiques soient considérées constantes ou évolutives

La Figure VI. 1 illustre que lorsque les propriétés hydrogéologiques sont considérées évolutives (carrés rouge pâle), l'ensemble du chantier remblayé est caractérisé par un degré de saturation élevé (> 80% avec faible désaturation au haut du chantier). Par contre, lorsque les propriétés hydrogéologiques sont considérées constantes, une désaturation sur l'ensemble du chantier est observée (seuls les premiers mètres à la base du chantier demeurent saturés). Appliquée à notre étude, ces modélisations suggèrent qu'un chantier remblayé avec du remblai hydraulique cimenté risquerait d'être désaturé alors que s'il était remblayé avec du remblai en pâte cimenté, le cœur du chantier demeurerait saturé. Ces hypothèses correspondent d'ailleurs à ce qui a été observé sur le terrain par Ouellet *et al.* (1998 et 2000) lorsque le chantier est remblayé avec du remblai hydraulique cimenté ou par Ouellet *et al.* (2006) lorsque le chantier est remblayé avec du remblai en pâte cimenté.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Les travaux du chapitre III ont montré que la réactivité de la pyrrhotite dans les remblais cimentés est moindre dans les remblais cimentés en pâte que dans les remblais hydrauliques. De plus, les remblais en pâte ont des résistances mécaniques nettement supérieures aux remblais hydrauliques qui voient leur résistance chutée de façon significative avec le durcissement en raison de l'attaque sulfatique. Pour ces raisons d'ordre géochimique et mécanique, le remblai en pâte semble plus approprié que le remblai hydraulique pour les mines ayant des rejets sulfureux contenant de la pyrrhotite. De plus, sachant que des conditions saturées en eau agissent comme une barrière à l'oxygène (principal agent oxydant de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés) et limitent la réaction d'oxydation des sulfures ainsi que les problèmes qui lui sont associés, l'étude des propriétés hydrogéologiques réalisée dans le cadre de cette thèse confirme que la technologie des remblais en pâte cimentés représente une meilleure option de gestion de rejets de concentrateur sulfureux que celle du remblai hydraulique cimenté. Enfin, les mélanges de remblai en pâte cimenté sont beaucoup plus homogènes, ce qui confère à ce type de remblai un autre avantage par rapport aux risques associés à l'oxydation des minéraux sulfureux dans les chantiers remblayés. Créer des zones hétérogènes en termes de teneur en eau n'est pas favorable à la stabilité chimique des remblais.

Même si les résultats obtenus sont pertinents et originaux, beaucoup reste à faire pour comprendre et prédire le comportement physico-chimique global des remblais miniers cimentés contenant de la pyrrhotite et encore davantage pour quantifier les risques d'auto-ignition et d'émanation de SO_2. Rappelons que le phénomène de l'auto-ignition demeure une préoccupation importante pour les opérateurs miniers mais que l'état des connaissances sur le sujet était trop limité au moment de débuter les travaux de la thèse pour qu'il puisse être évalué dans le cadre de cette recherche. Rappelons aussi que même si aucune concentration en SO_2 n'a été mesurée durant l'étude, des doutes persistent sur la possibilité que le phénomène ait eu lieu.

Des recommandations pour pousser plus loin notre compréhension sur les mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés et pour quantifier les risques environnementaux qui lui sont associés sont proposées dans ce qui suit.

L'étude de la réactivité des minéraux sulfureux peut se faire à partir de différentes approches (voir section 2.4.1). Dans cette étude, c'est essentiellement l'essai en laboratoire de consommation d'oxygène tel qu'interprété par Elberling *et al.* (1994) qui, pour des raisons déjà présentées, a été retenu. Pour accéder à la réactivité intrinsèque (ou autrement dit au coefficient du taux de réaction, K_r) de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés, d'autres approches devraient être envisagées. Il serait possible par exemple d'obtenir en laboratoire la valeur de K_r à partir d'un ajustement simultané des profils de la courbe de concentration mesurée avec les résultats de modélisation découlant du logiciel Pollute (Rowe, Booker et Fraser 1994) ou Vadose/W (Geoslope International, 2012); la courbe de concentration en fonction du temps étant mesurée à l'aide de cellules de diffusion – consommation.

Dans cette étude, l'électrochimie a été utilisée pour étudier de façon générale l'effet de la passivation des surfaces de la pyrrhotite sur sa réactivité. Elle a servi à discriminer l'effet des produits de l'oxydation de celui d'un liant sur la réactivité des surfaces. Les méthodes électrochimiques permettent d'étudier les aspects fondamentaux liés à l'oxydation des minéraux sulfureux. Couplées à d'autres techniques d'analyses telle la spectroscopie infrarouge, les méthodes électrochimiques devraient être exploitées davantage pour pousser plus loin notre compréhension des mécanismes d'oxydation de la pyrrhotite dans les remblais miniers cimentés.

Au niveau de la quantification des risques d'auto-ignition et d'émanations de SO_2 des remblais miniers cimentés sulfureux, le développement d'une approche est nécessaire. L'analyse thermogravimétique qui permet entres autres de déterminer les températures de dégradation d'un matériau et d'estimer la cinétique d'oxydation à haute température devrait être utilisée à ces fins.

Au niveau du comportement hydrogéologique des remblais miniers cimentés, des améliorations aux modèles de prédiction des propriétés hydrogéologiques sont proposées. La distribution de la taille des pores et la surface spécifique semblent de bons indicateurs d'évolution et devraient être intégrés aux modèles de prédiction de la perméabilité. Pour la courbe de rétention d'eau, les paramètres liés à l'évolution de la géométrie de la matrice cimentaire ne sont pas suffisant pour expliquer tout le mouvement de la courbe durant le durcissement du matériel. Il faudra aussi prendre en compte l'énergie de liaison entre l'eau et la matrice cimentaire qui se développe durant l'hydratation du liant pour prédire efficacement l'évolution de la CRE des remblais miniers cimentés. À cet effet, l'analyse thermogravimétrique permet d'étudier l'état de liaison de l'eau dans les matrices cimentaires.

Dernières remarques sur la prédiction des propriétés hydrogéologiques

Tel que mentionné précédemment, la connaissance de la conductivité hydraulique saturée et de la courbe de rétention d'eau (deux paramètres définis dans le cadre de cette étude) permettent de prédire la fonction de perméabilité, nécessaire à l'étude de l'écoulement de l'eau en milieu poreux non saturé. Par ailleurs, l'essai de perméabilité au gaz permet de mesurer directement cette fonction avec l'avantage d'être beaucoup plus facile à réaliser, pour des conditions non saturées, que l'essai de perméabilité à l'eau.

Concernant l'hétérogénéité qui caractérise les remblais hydrauliques cimentés, cet aspect mérite d'être étudié davantage. Par exemple, les résultats de cette étude indiquent que la perméabilité des RHC est essentiellement contrôlée par les couches de particules fines. Cette hypothèse est valide dans le cas où l'écoulement du fluide est perpendiculaire à la stratification (cas des conditions de réalisation des essais pour cette étude). Par contre, dans le cas où l'écoulement de l'eau se ferait dans une autre direction (parallèle à la stratification par exemple), la perméabilité de la masse ne serait pas nécessairement contrôlée par les couches de particules fines. Pour un écoulement parallèle à la stratification, comme c'est possible au bas d'un chantier, la perméabilité serait essentiellement contrôlée par les couches formées de particules grossières. Il apparait donc important d'étudier davantage l'effet de la ségrégation

des particules dans les chantiers miniers remblayés avec des remblais hydrauliques cimentés pour mieux comprendre le comportement global de la masse.

Enfin, le remblai hydraulique testé dans cette étude était constitué de deux types de matériaux : un sable et un rejet de concentrateur. On retrouve dans le domaine minier des cas où les remblais hydrauliques sont constitués uniquement de rejets de concentrateur (fraction grossière hydrocyclonée). Il apparait donc important d'étudier d'autres types de remblais hydrauliques cimentés pour répondre aux besoins de l'industrie minière.

RÉFÉRENCES

Aachib, M., Aubertin, M. et Chapuis, R.P. 1993. Étude en laboratoire de la performance des barrières de recouvrement constituées de rejets miniers pour limiter le drainage minier acide - Un état de la question. Rapport EPM/RT-93/32., École Polytechnique de Montréal.

Aachib, M. 1997. Étude en laboratoire de la performance des barrières de recouvrement constituées de rejets miniers pour limiter le DMA. Thèse Ph.D École Polytechnique de Montréal.

Aachib, M., Aubertin, M., et Mbonimpa, M. 2002. "Laboratory measurements and predictive equations for gas diffusion coefficient of unsaturated soils." 55th Canadian Geotechnical Conference and 3rd joint IAH-CNC and CGS Groundwater Speciality Conference Niagara Falls, Ontario, pp. 163-171.

Aachib, M., Mbonimpa, M., et Aubertin, M. 2004. Measurement and prediction of the oxygen diffusion coefficient in unsaturated media, with applications to soil covers. Water, Air, and Soil Pollution, 156(1), pp. 163-193.

Acker, P. 2004. Swelling, shrinkage and creep: a mechanical approach to cement hydration. Materials and Structures / Concrete Science and Engineering, 37, May 2004, pp. 237-243.

AFNOR NF X 15-119. 1999. Mesure de l'humidité de l'air. Générateurs d'air humide à solutions salines pour l'étalonnage des hydromètres. 22 pages.

Ahlberg, E., Forssberg, K. S. E. et Wang, X. 1990. The surface oxidation of pyrite in alkaline solution. J. Appl. Electrochem. 1990, 20, pp. 1033-1039.

Ahonen, L., et Tuovinen, O.H., 1994. Solid-phase alteration and iron transformation in column bioleaching of a complex sulfide ore. In: Alpers, C.N., Blowes, D.W. (Eds.), Environmental Geochemistry of Sulfide Oxidation. ACS Symposium Series 550, American Chemical Society, Washington, DC, pp. 79– 89.

Al-Jarallah, M. et Tons, E. 1981. Void Content Prediction in Two-Size Aggregate Mixes. Journal of Testing and Evaluation, 9(1): pp. 3-10.

Arnold, R.G., 1967. Range in composition and structure of 82 natural terrestrial pyrrhotites. Can. Mineral. 9, 31– 50.

Astarita, G. 1967. Mass Transfer with Chemical Reaction. Elsevier Publishing Company.

ASTM D 6539-00. 2000. Standard test method for measurement of pneumatic permeability of partially saturated porous materials by flowing air. Annual Book of ASTM Standards, 04.08.

ASTM C 143-00. 2002. Standard test method for slump of hydraulic cement concrete.

ASTM D 6836-02. 2003. Standard test methods for determination of soil water characteristic curve for desorption using a hanging column, pressure extractor, chilled mirror hydrometer and/or centrifuge.

ASTM Designation : D 2434-68. 2006. Standard test method for permeability of granular soils (constant head), Annual Book of ASTM Standards, 04.08.

ASTM Designation : D 6913-04. 2009. Standard Test Methods for Particle-Size Distribution (Gradation) of Soils Using Sieve Analysis.

ASTM Designation D-4404-10. 2010. Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.

ASTM Designation: D 5084-10. 2010. Standard test method for measurement of hydraulic conductivity of saturated porous materials using a flexible wall permeameter, Annual Book of ASTM Standards, 04.08.

Aubertin, M., Chapuis, R. P., Aachib, M., Bussière, B., Ricard, J.-F., et Tremblay, L. 1995. Évaluation en laboratoire de barrières sèches construites à partir de résidus miniers. MEND report 2.22.2a.

Aubertin, M., Bussière, B. et Chapuis, R.P. 1996. Hydraulic conductivity of homogenized tailings from hard rock mines, Canadian Geotechnical Journal 33 (3), pp. 470-482.

Aubertin, M. Ricard, J.-F., Chapuis, R.P. 1998. A predictive model for the water retention curve: application to tailings from hard-rock mines. Canadian Geotechnical Journal, 35, pp. 55-69 [erratum, 36, pp. 401 1999]

Aubertin, M., Aachib, M., Monzon, M., Joanes, A.-M., Bussière, B., et Chapuis, R. P. 1999. Étude de laboratoire sur l'efficacité de recouvrements construits à partir de résidus miniers. Rapport MEND 2.22.2b.

Aubertin, M., Bussière, B., Monzon, M., Joanes, A.-M., Gagnon, D., Barbera, J.-M., Bédard, C., Chapuis, R. P., et Bernier, L. 1999. Étude sur les barrières sèches construites à partir de résidus miniers: Phase II - essais en place. Rapport MEND 2.22.2c.

Aubertin, M., Aachib, M., et Authier, K. 2000. Evaluation of diffusive gas flux through covers with a GCL. Geotextiles and Geomembranes, 18(2-4), pp. 215-233.

Aubertin, M., Bussière, B. et Bernier, L. 2002. Environnement et gestion des résidus miniers. Presses Internationales de Polytechnique, Corporation de l'École Polytechnique de Montréal, Montréal, Québec, Canada. CD-ROM.

Aubertin, M., Mbonimpa, M., Bussière, B. et Chapuis, R.P. 2003. A model to predict the water retention curve from basic geotechnical properties. Canadian Geotechnical Journal, 40, pp.1104-1122.

Aubertin, M., Bussière, B. et Zagury, B. 2011. La gestion des rejets miniers au Québec, L'État du Québec 2011. Institut du Nouveau Monde, Boréal, pp. 225-232.

Averjanov, S.F. 1950. About permeability of subsurface soils in case of incomplete saturation, English Collection, 7, pp. 19-21.

Ballhauss, C. et Sylvester, P. 2000. Noble Metal Enrichment Processes in the Merensky Reef, Bushveld Complex. Journal of petrology. 41(4), pp. 545–561.

Baier, E. 1977. Public hearing on occupational standard for sulfur dioxide. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH Testimony to DOL). May, 1977, 8 pages.

Barbour, S.L., Wilson, G.W., et St-Arnaud, L.C. 1993. Evaluation of the saturated-unsaturated groundwater conditions of a thickened tailings deposit. Canadian Geotechnical Journal, 30: 935-946.Barbour, S. L., Lim, P. C. et Fredlund, D. G. 1996. A new technique for diffusion testing of unsaturated soil. Geotechnical Testing Journal, 19(3), pp. 247-258.

Barbour, SL. 1998. The soil–water characteristic curve: a historical perspective. Canadian Geotechnical Journal, 35, pp. 873–894.

Barral., C. 2008. Etude des transferts d'eau et de gaz dans les géomatériaux argileux utilisés dans les couvertures des Installations de Stockage de Déchets Non Dangereux (ISDND). Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 285 pages.

Barral, C., Oxarango, L. et Pierson, P. 2009. Characterizing the Gas Permeability of Natural and Synthetic Materials. Transport in Porous Media (2009). 81(2), pp. 277-293.

Bayah, J., Meech, J.A. et Stewart, G. 1984. Oxygen depletion of the static air by backfill material at the Thompson mine. Mining Science and Technology 1 (2), pp. 93–107.

Bazant, Z.P. 1972. Thermodynamics of interacting continua with surfaces and creep analysis of concrete structures. Nuclear engineering and design, 20, pp. 477–505, 1972.

Bear, J. 1972. Dynamics of fluids in porous media, Dover Publications Inc., New York.

Beaudoin, J.J. et Marchand, J. 2001. Pore Structure. Chapter 14 in Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science And Technology, Ramachandran, V.S. and Beaudoin, J.J. Eds., National Research Council of Canada, Noyes Publications, 528-628.

Becker, U., Munz, A.W., Lennie, A.R., Thornton, G. et Vaughan, D.J., 1997. The atomic and electronic structure of the (001) surface of monoclinic pyrrhotite (Fe_7S_8) as studied using STM, LEED and quantum mechanical calculations. Surf. Sci. 389, pp. 66–87.

Becker, M. 2010. The mineralogy and crystallography of pyrrhotite from selected nickel and PGE ore deposits and its effect on flotation performance. Doctoral thesis. http://upetd.up.ac.za/thesis/available/etd-09272009-100136/

Belem, T., Bussière, B. et Benzaazoua, M. 2001. The effect of microstructural evolution on the physical properties of paste backfill. Tailings and Mine Waste'01, January 16-19, Fort Collins, Colorado, pp. 365-374. Balkema, Rotterdam.

Belzile, N., Chen, Y-W, Cai, M-F et Li, Y. 2004. A review on pyrrhotite oxidation. Journal of Geochemical exploration. 84, pp. 65-76.

Bennet, J.W., Harries, J.R., Pantelis, G. et Ritchie, A.I.M. 1989. Limitations on pyrite oxidation rates set by air transport mechanisms. Proceedings, Biohyrometallurgy International Symposium, August 13-18, 1989. Jackson Hole, Australia.

Bentoumi, O. et Alimi-Ichola, I. 1996. Détermination expérimentale de la conductivité hydraulique d'un sol non saturé au laboratoire, Bulletin de l'association internationale de géologie de l'ingénieur, 53, Paris

Bentz, D.P. 1995. A Three-Dimensional Cement Hydration and Microstructure Program. I. Hydration Rate, Heat of Hydration, and Chemical Shrinkage. NISTIR 5756. 60 pages. http://fire.nist.gov/bfrlpubs/build96/PDF/b96095.pdf

Benzaazoua, M. 1996. Caractérisation physico-chimique et minéralogique de produits miniers sulfurés en vue de la réduction de leur toxicité et de leur valorisation. Thèse de doctorat. INPL, Nancy, France. 1996.

Benzaazoua M., Ouellet, J., Servant, S., Newman, P. et Verburg, R. 1999. Cementitious backfill with high sulfur content: physical, chemical and mineralogical characterization. Cement and Concrete Research, 29, pp. 719-725.

Benzaazoua M., Belem, T., Jolette et D. 2000. Investigation de la stabilité chimique et son impact sur la résistance mécanique des remblais cimentés. Rapport IRSST, IRSST ed., R-260: 158 pages + Annexes.

Benzaazoua, M., Belem, T. et Bussière, B. 2001. Mise en évidence du phénomène d'auto-ignition dans les remblais cimentés. Rapport FUQAT.

Benzaazoua, M., Belem, T. et Bussière, B. 2002. Chemical factors that influence the performance of mine sulphidic paste backfill, Cement and Concrete Research, 32(7), pp. 1133-1144.

Benzaazoua, M., Marion, P., Pinto, A. Migeon, H.N. et Wagner, F. 2003. A multidisciplinary study of the tin and indium mineralogy from the Neves Corvo ore deposit (Portugal). Minerals Engineering 16(11), pp. 1291-1302.

Benzaazoua, M., Fall, M., et Ouellet, S. 2003. Étude pluridisciplinaire visant à mettre au point un outil expert pour la prédiction du comportement des remblais en pâte. Final Report, Contract IRSST no 099-085.

Benzaazoua, M., Marion, P., Picquet, I. et Bussiere, B. 2004. The use of pastefill as a solidification and stabilization process for the control of acid mine drainage. Minerals Engineering 17(2), pp. 233-243.

Benzaazoua, M., Fall, M. et Belem, T. 2004. A contribution to understanding the hardening process of cemented pastefill. Minerals Engineering 17(2), pp.141-152.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Aubertin, M., Ouellet, S., Godbout, J., Fiset, J.-F., Fall, M. et Belem, T. 2005. Contribution à l'évaluation du comportement environnemental des remblais miniers cimentés en pâte. Symposium Rouyn-Noranda: L'Environnement et les Mines, 15-18 mai 2005.

Rapport Gratuit.com

Benzaazoua M., Peyronnard O., Belem T., Fried E., Aurore S., et Dublet G. 2010. Key issues related to behaviour of binders in cemented paste backfilling. Proceedings of the 13th International Seminar on Paste & Thickened Tailings (Paste 2010), 3-6 may 2010, Toronto, ON, Keynote paper.

Bernier, L.R. et Li, M. 1998. Comparative analysis of oxidized and unaltered paste backfill specimens from Louvicourt mine. Internal Technical report prepared for Brunswick mining division, Noranda Inc. Bathurst, New Brunswick. 30 pages.

Bernier, L.R., Li, M.G. et Moerman, A. 1999. Effects of tailings and binder geochemistry on the physical strength of paste backfill. Proceedings of Sudbury '99, Mining and the environment II, Goldsack, Belzile, Yearwood and Hall Eds.(3), 1999, pp. 1113-1122.

Bernier, L.R. et Li, M. 2003. High temperature oxydation (heating) of sulfidic paste backfill: A mineralogical and chemical perspective. Sudbury 2003, CD-ROM.

Bertolini, L. Elsener, B., Pedeferri, P. et Polder, R.B. 2004. Corrosion of Steel in Concrete: Prevention, Diagnosis, Repair, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, ISBN: 978-3-527-30800-2, 409 pages.

Bertrand, V.J., Monroy, M.G. et Lawrence, R.W. 2000. Weathering characteristics of cemented paste backfill: Mineralogy and solid phase chemistry, in ICARD 2000 - Proceedings from the 5th international conference on acid rock drainage, May 21-24, Denver, Colorado, pp. 863-876.

Blatz, J., Cui, YJ., Oldecop, LA. 2008. Vapour equilibrium and osmotic technique for suction control. Geotech Geol Eng. doi:10.1007/s10706-008-9196-1

Blowes, D. W., Ptacek, C. J., Jambor, J. L. et Weisener, C. G. 2003. The Geochemistry of Acid Mine Drainage. *Chapter. 9.05, Treatise on Geochemistry*, Holland, H.D., Turekian, K. K., ed. ISBN: 978-0-08-043751-4

Bocking, K.A., et Fredlund, D.G. 1980. Limitations of the axis translation technique. IV Int Conf on Expansive Soils, Denver 1, pp. 117–135.

Bogena, H. R., Huisman, J. A. , Oberdörster, C., et Vereecken, H. 2007. Evaluation of a low-cost soil water content sensor for wireless network applications, J. Hydrol., 344, pp. 32– 42, doi:10.1016/j.jhydrol.2007.06.032.

Borda, M.J., Strongin, D. et Scoonen, M.A. 2003. A vibrational spectroscopic study of pyrite by molecular oxygen. Geochimica et Cosmochimica Acta. Vol. 68, No.8. pp. 1807-1813.

Bouwer, H., et R.C. Rice. 1984. Hydraulic properties of stony vadose zones. Ground Water 22, pp. 696–705.

Brady, A.C. et Brown, J.A. 2002. Hydraulic fill at Osborne mine. In: Proceedings of 8th AUSIMM underground operators conference. Townsville: The Australian Institute of Mining and Metallurgy; 2002. p. 161-5.

Brooks, R.H., et Corey, A.T. 1964. Hydraulic properties of porous media. Colorado State University Hydrology Papers 3, pp. 1–27.

Buckingham, E. 1904. Contribution to our knowledge of the aeration of soils. USDA Bureau of Soils Bulletin, 25.

Buckingham, E. 1907. Studies on the movement of soil moisture. Bureau of Soils, Department of Agriculture, Washington, DC.

Buckley, A.N., et Woods, R. 1985a. X-ray photoelectron spectroscopy of oxidized pyrrhotite surfaces: I. Exposure to air. Appl. Surf. Sci. 22/23, pp. 280–287.

Buckley, A.N., et Woods, R. 1985b. X-ray photoelectron spectroscopy of oxidized pyrrhotite surfaces: I. Exposure to aqueous solutions. Appl. Surf. Sci. 20, pp. 472–480.

Buckley, A.N., Hamilton, I.C., et Woods, R. 1988. Studies of the surface oxidation of pyrite and pyrrhotite using X-ray photoelectron spectroscopy and linear potential sweep voltammetry. In: Richardson, P.E., Woods, R. (Eds.), Proc. Int. Symp. On Electrochemistry in Mineral and Metal Processing II. The Electrochemical Society, vol. 88-21, pp. 234– 246.

Bulut, R., et Leong, E.C. 2008. Indirect measurement of suction. Geotech Geol Eng. doi:10.1007/s10706-008-9197-0.

Burdine, N.T. 1953. Relative permeability calculations from pore-size distribution data, trans. Am. Inst. Of Min. an Metallurgical and Pet. Engrs., pp. 71-78.

Bussière, B. 1993. Évaluation des propriétés hydrogéologiques des résidus miniers utilisés comme barrière de recouvrement, Mémoire de maîtrise, Département du Génie Minéral, École Polytechnique de Montréal.

Bussière, B., Nicholson, R. V., Aubertin, M., et Benzaazoua, M. 1997a. "Evaluation of the effectiveness of covers built with desulfurized tailings for preventing Acid Mine Drainage." 50th Canadian Geotechnical Conference, Ottawa, Canada, pp. 17-25.

Bussière, B., Nicholson, R. V., Aubertin, M., et Servant, S. 1997b. "Effectiveness of covers built with desulphurized tailings: column test investigation." 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, pp. 763-778.

Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M., Lelièvre, J., Bois, D., et Servant, S. 1998. Valorisation des résidus miniers : une approche intégrée – Phase II. Final Report submitted to the Ministère des Ressources Naturelles du Québec, MEND Program.

Bussière, B. 1999. Étude du comportement hydrique de couverture avec effets de barrière capillaire inclinée à l'aide de modélisations physiques et numériques. Thèse de doctorat, École polytechnique de Montréal, Canada.

Bussière, B., Dagenais, A.-M., Mbonimpa, et M., Aubertin, M. 2002. Modification of oxygen-consumption testing for the evaluation of oxygen barrier performance. 55th Canadian Geotechnical Conference and 3rd joint International Association of Hydrogeologists - Canadian National Chapter Canadian Geotechnical Society (IAH-CNC/CGS) Conferences: Ground and Water: Theory to Practice, Niagara Falls, pp. 139-146. CD-ROM.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

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, 45, pp. 609-622.

Bussière, B. 2007. Colloquium 2004: Hydro-geotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geo-environmental disposal approaches. Canadian Geotechnical Journal 44(9), pp.1019–1052.

Cases, J.M., Beraend, I., Besson, G., Francois, M., Uriot, J.P., Thomas, F., et Poirer, J.E. 1992. Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoionic montmorillonite I. The sodium exchanged form. Langmuir 8, pp. 2730–2739.

Calvet, R. 2003. Le sol, propriétés et fonctions. Éditions France Agricole.

Carpenter, R.H. et Desborough, G.A. 1964. Range in solid solution and structure of naturally occuring troilite and pyrrhotite. American mineralogist 49, pp. 1350-1365.

Carpenter, R.H. et Bailey, A.C. 1973. Application of Ro and Ar measurements to the study of pyrrhotite and troilite. American mineralogist 58, pp.440-443.

Cayouette, J., 2003. Optimization of the paste backfill plant at LVT mine, CIM Bulletin, 96(1075), pp. 51-57.

Cerny, R. et Rovnanikova, P. 2002. Transport processes in concrete. Spon Press. Taylor and Francis Group. London and New York. ISBN 0415242649. 560 p.

Chapuis, R.P. et Aubertin, M. 2003. On the use of the Kozeny-Carman equation to predict the hydraulic conductivity of soils. Canadian Geotechnical Journal 40(3), pp. 616-628.

Chapuis, R.P., Masse, I., Madinier, I., et Aubertin, M. 2006. Essai de drainage en colonne pour obtenir les propriétés non saturées de matériaux grossiers. Sea to Sky Geotechnique 2006: Proceedings of 59th Canadian Geotechnical Conference and 7th Joint CGS/IAH Groundwater Specialty Conference, 1-4 October 2006, Vancouver, BC, Canada, pp. 905-912.

Chapuis, R.P. 2011. Steady State Groundwater Seepage in Sloping Unconfined Aquifers. Bulletin of Engineering Geology and the Environment, 70, pp. 89-99.

Chastanet. J. 2004. Modélisation des écoulements de gaz dans les milieux poreux et poreux fracturés. Effet Klinkenberg et effets d'échelles. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble.

Chen, X.D. 2001. Self-heating behaviour of low moisture content particles-modelling the basket-heating of solid particles and some aspects of the cross over behaviour using milk powder as an example. The ANZIAM Journal 43, pp. 165-181.

Chinchón-Payáa, S., Aguadob, A. et Chinchóna, S. 2012. A comparative investigation of the degradation of pyrite and pyrrhotite under simulated laboratory conditions. Engineering Geology. 127, pp. 75–80.

Chirita, P., Descostes, M., et Schlegel, M.L. 2008. Oxidation of FeS by oxygen-bearing acidic solutions. Journal of Colloid and interface science 321, pp. 84-95.

Cissokho, F. 2007. "Effets de la configuration des couvertures à effets de barrière capillaire CEBC inclinées sur les mouvements de gaz: études numériques," École Polytechnique de Montréal, Montréal.

Clifford, K. Ho. 2006. Gas Transport in Porous Media. Springer. 444 p.

Collepardi, M., 2002. The new concrete (in Italian), Tintoretto, Villorba (I).

Collin, M. 1987. "Mathematical modelling of water and oxygen transport in layered soil covers for deposits of pyritic mine tailings," Royal Institute of technology, Stockholm, Sweden.

Cooke, R. 2001. Design Procedure for Hydraulic Backfill Distribution Systems, Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy, 101(2), pp. 97-102.

Corey, A.T. 1994. Mechanics of Immiscible Fluids in Porous Media, 3rd edition. Water Resources Publications, Highlands Ranch, Co.

Coulombe, V., Bussière, B., Côté, J., & Garneau, P. 2012. Performance of insulation covers to control acid mine drainage in cold environment. Proceedings from : 15th International Conference on Cold Regions Engineering, Quebec, Canada.

Coussy, S. 2011. Stabilisation de rejets miniers pollués à l'arsenic à l'aide de sous-produits cimentaires : étude de l'influence de la cristallochimie sur le risque de mobilisation des polluants. Thèse de doctorat. INSA de Lyon - Université du Québec en Abitibi-témiscamingue, octobre 2011, 302 p.

Craig, J.R. et Vaughan, D.J. 1981. Ore microscopy and ore petrography. Jonh Wiley and sons : New York.

Crank, J. 1979. The Mathematics of Diffusion. 2nd Ed. Clarendon Press, Oxford, U.K.

Cruz, R., Bertrand, V. Monroy, M. et Gonzalez, I. 2001a. Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: a multi-tool approach. Applied Geochem. 2001a, 16, pp. 803-819.

Cruz, R., Bertrand, V. Monroy, M. et Gonzalez, I. 2001b. Cyclic voltammetry applied to evaluate reactivity in sulfide mining residues. Applied Geochem. 2001b, 16, pp. 1631-1640.

Cruz, R., Gonzalez, I., Monroy, M., 2005. Electrochemical characterization of pyrrhotite reactivity under simulated weathering conditions. Applied Geochemistry 20, 109–121.

Cuisiner, O., et Masrouri, F. 2004. Testing the hydromechanical behavior of a compacted swelling soil. Geotech Test J 27(6), pp. 598–606.

Czarnomski, N. M., Moore, G. W. , Pypker, T. G., Licata, J., et Bond, B. J. 2005. Precision and accuracy of three alternative instruments for measuring soil water content in two forest soils of the Pacific Northwest, Can. J. For. Res., 35, pp. 1867–1876, doi:10.1139/x05-121.

Dagenais, A.M., Mbonimpa, M. Bussière, B., et Aubertin, M. 2011. The modified oxygen consumption test to evaluate in situ gas flux through oxygen barrier. GTJ, ASTM.

Dal Pont, S. 2004. Lien entre la perméabilité et l'endommagement dans les bétons à haute température. Thèse de doctorat, Ecole nationale des ponts et chaussées, Marne-la-Vallée, 222 pages.

Darcy H. 1856. Les fontaines publiques de la ville de Dijon. Édition V. DALMONT, Paris.

David, D. J., et Nicholson, R. V. 1995. "Field measurements for determining rates of sulphide oxidation." Sudbury '95, Conference on Mining and the Environment, Sudbury, Ontario, pp. 201-210.

Delage, P., Howat, M., Cui, Y.J. 1998. The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. Eng Geol 50(1–2), pp. 31–48.

Delage, P. et Cui, Y.J. 2000. L'eau dans les sols non saturés. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris. Vol. C2, article C 301. Traité Construction.

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 Ph.D. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. 307 p.

Demers, I., Bussière, B., Mbonimpa, M. et Benzaazoua, M. 2009. Oxygen diffusion and consumption in low-sulphide tailings covers. Canadian Geotechnical Journal, 49(4), pp. 454-469.

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 (DOI: 10.1007/s11270-010-0692-6).

De Sa, C. 2007. Étude hydro-mécanique et thermo-mécanique du béton - Influence des gradients et des incompatibilités de déformation. Thèse de doctorat de L'École normale supérieure de Cachan, Paris, France. 210 p.

De Souza, E., Degagné, D. et Archibald, J.F. 2001. Minefill applications, practices and trends in canadians mines. Minefill'01 – Proceedings of the 7th International Symposium on Mining with Backfill, pp. 311-320.

De Souza, E., Archibald, J.F. et Dirige, A.P.E. 2003. Economics and Perspectives of Underground Backfill Practices in Canadian Mining. Proceedings of the 105th Annual General Meeting of the Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum. Montreal: CIM.15.

Delleur, J. W. (ed.) 1999. The handbook of groundwater engineering. CRC Press. Boca Raton, Fla.

Diamond, S. 2000. Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, Cement and Concrete Research, 30(10), pp. 1517-1525.

Dorricott, M.G. et Grice, A.G. 2002. Backfill – The Environmentally Friendly Tailings Disposal System. In Proceedings Green Processing 2002, pp. 265-270.

Dullien F.A.L. 1979. Porous média, Fluid transport and pore structure, New York: Academic Press.

Dweck, J., Buchler, P. M., Vieira Coelho, A. C. et Cartledge, F. K. 2000. Hydration of a Portland cement blended with calcium carbonate, Elsevier Science Ldt, Thermochimica Acta 346, 2000, pp. 105-113.

Dweck, J., Ferreira da Silva, P.F., Büchler, P.M., et Cartledge, F.K. 2002. Study by thermogravimetry of the evolution of ettringite phase during type II portland cement hydration, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 69(1), pp. 179 - 186.

Elberling, B., Nicholson, R. V. et David, D. J. 1993. Field evaluation of sulphide oxidation rates. Nordic Hydrology 24, pp. 323-338.

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(3), pp. 375-383.

Elberling, B. et Nicholson, R.V. 1996. Field determination of sulphide oxydation rates in mine tailings. Water Resources Research, 32 (6), pp. 1773-1784.

Elberling, B. et Langdahl B.R. 1998. Natural heavy-metal release by sulphide oxidation in the High Arctic. Canadian Geotechnical Journal, 35, pp. 895-901.

Elberling, B. 2001. Environmental controls of the seasonal variation in oxygen uptake in sulfidic tailings deposited in a permafrost-affected area. Water Resources Research, 37(1), pp. 99–107.

Elberling, B. et Damgaard, L.R. 2001. Microscale measurements of oxygen diffusion and consumption in subaqueous sulfide tailings, Geochimica et Cosmochimica Acta, 65(12), pp. 1897-1905.

El-Farhan, Y. H., Petersen, L. W., Rolston, D. E. et Glauz, R. D. 1996. Analytical solution for two-region diffusion with two well-mixed end chambers. Soil Science Society of America Journal, 60, pp. 1697-1704.

Ekmekçi, Z. et DemireL, H. 1997. Effects of galvanic interaction on collectorless flotation behaviour of chalcopyrite and pyrite, Int. J. Miner. Process., 52, pp. 31-48.

Elsener, B., Fluckiger, D. et Bohni, H., 2000. A percolation model for water sorption in porous cementitous materials. In: Materials for Building and Structures, Euromat, Vol. 6, F.H. Wittmann (Ed.), Wiley-VCH, Weinheim, pp. 163–169.

Evangelou, V. P. 1995. Pyrite Oxidation and its Control. CRC Press. 285p.

Fall, M., et Benzaazoua, M. 2005. Modeling the effect of sulphate on strength development of paste backfill and binder mixture optimization. Journal of Cement and Concrete Research 35(2), pp. 301-314.

Fall, M, Benzaazoua, M., et Ouellet, S. 2005. Experimental characterisation of the influence of mill tailings fineness and density on the quality of cemented paste backfill. International Journal of Minerals Engineering 18(1), pp. 41-44.

Fall, M., Adrien, D., Célestina, J.C., Pokharela, M. et Touréa, M. 2009. Saturatedhydraulicconductivity of cemented pastebackfill. Minerals Engineering. Volume 22, Issue 15, December 2009, pp. 1307–1317.

Flatt, J. R. et Woods, R. 1995. A voltammetric investigation of the oxidation of pyrite in nitric acid solutions: relation to treatment of refractory gold ores. J. Appl. Electrochem. 1995, 25, pp. 852-856.

Fleet., M.E. 2006. Phase equilibria at high temperature. In DJ Vaughan (ed.) Sulphide mineralogy and geochemistry. pp. 365-419. (MSA : Washington DC, USA).

Fraser, H.J. 1935. Experimental study of the porosity and permeability of clastic sediments. Journal of Geology, 43, pp. 910-1010.

Fredlund, D.G. et Rahardjo H. 1993. Soil mechanics for unsaturated soils, A Wiley-Interscience Publication, New York.

Fredlund, D.G. et Xing, A. 1994. Equations for soil-water characteristic curve, Canadian geotechnical journal, 31, pp. 521-532.

Freeze, R. A. et Cherry, J.A. 1979. Groundwater, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, N.J.

Fried, E. 2005. Approche pluridisciplinaire pour l'étude du phénomène d'hydratation au sein d'un remblai minier en pâte cimenté. Rapport de stage encadré par Mostafa Benzaazoua. Mars 2005.

Furnas, C.C. 1928. Relations Between Specific Volume, Voids, and Size Composition in Systems of Broken Solids of Mixed Sizes. Report of Investigations 2894. US Bureau of Mines, Minneapolis.

Gardner, W.R. 1958. Some steady state solutions of unsaturated moisture flow equations with application to evaporation from a water table, Soil Science, 85, pp. 228-232.

Garcia-Bengochea, I., Ovell, C.W. et Altschaeffl, A.G. 1979. Pore distribution and permeability of silty clay. ASCE Journal of the Geotechnical Engineering Division, 105, pp. 839-856.

Gerson, A., et Jaseniak, M. 2008. The effect of surface oxidation on the Cu activation of pentlandite and pyrrhotite. In 24th International mineral processing congress. pp. 1054-1063 (Science Press : Beijing).

Glauz, R. D. et Rolston, D. E. 1989. Optimal design of two-chamber, gas diffusion cells. Soil Science Society of America Journal, 53(6), pp. 1619-1624.

Godbout, J., Bussière, B., Aubertin, M., Belem, T. et Benzaazoua, M. 2004. Évolution des propriétés de rétention d'eau des remblais miniers cimentés en pâte durant le curage. Proceedings of the 57th Canadian Geotechnical Conference and the 5th joint CGS-IAH Conference, 24-27 October 2004, Quebec city, Session 4G, pp. 15-22.

Godbout, J. 2005. Évolution des propriétés hydriques des remblais miniers cimentés en pâte durant le curage. Mémoire de maîtrise. École Polytechnique de Montréal, 190 p.

Godbout, J., Bussière, B., Aubertin, M. et Belem, T. 2007. Evolution of cemented paste backfill saturated hydraulic conductivity at early curing time. Proceedings of 60th Canadian Geotechnical Conference and the 8th Joint CGS/IAH-CNC Groundwater Conference, 21-24 October 2007, Ottawa, pp. 2230-2236.

Godbout, J., Bussière, B., Benzaazoua, M. et Aubertin, M. 2010. Influence of pyrrhotite content on the mechanical and chemical behaviour of cemented paste backfill. Proceedings of the 13th International Seminar on Paste & Thickened Tailings (Paste 2010), 3-6 may 2010, Toronto, ON.

Good, B.H., 1977. The oxidation of sulphide minerals in the Sullivan Mine. CIM Bulletin 70 (782), pp. 83–88.

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, École Polytechnique de Montréal, Montréal.

Gosselin, M. Aubertin, M. et Mbonimpa, M. 2007. Évaluation de l'effet du degré de saturation sur la diffusion et la consommation d'oxygène dans des résidus miniers sulfureux. In Proceedings of the 8th Joint IAH-CNC and CGS Groundwater Specialty Conference and 90th Canadian Geotechnical Conference, Ottawa, Ontario, Canada, 21-24 October 2007. CD-ROM.

Gosselin, M., Mbonimpa, M., Aubertin, M., et Martin, V. 2007. "An investigation of the effect of the degree of saturation on the oxygen reaction rate coefficient of sulphidic tailings." ERTEP 2007 - First International Conference on environmental research, technology and policy building tools and capacity for sustainable production Accra, Ghana.

Grabinsky, M.W. et Simms, P.H. 2005. Measurements of suction generated by selfdesiccation in cemented paste backfill. In Proceedings of the 57th Canadian Geotechnical Conference, Saskatoon, Saskatchewan, Sept. 2005, pp. 18-21 (Electronic proceedings).

Grabinsky, MW, et Simms, P. 2006. Self-desiccation of cemented paste backfill and implications for mine design. In Proceedings of the 9th International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Limerick, Ireland.

Grabinsky, M.W., etBawden, W. F. 2007. In situ Measurements for Geomechanical Design of Cemented Paste Backfill Systems. In Proceedings of Minefill 2007, April 29 - May 2, 2007, Montreal, Paper #2456 (Proceedings on CD-ROM), 9 p.

GranDuBé : Grandeurs associées à la Durabilité des Bétons. 2007. Presses Ponts et Chaussées. ISBN-10: 285978425X. 437 p.

Graton, L.C. et Fraser, H.J. 1935. Systematic packing of spheres, with particular relation to porosity and permeability. Journal of Geology, 43: pp. 785-909.

Grice, A. 1998. Underground mining with backfill. Proceedings of the 2nd Annual Summit – Mine Tailings Disposal Systems, Brisbane, pp. 5-15.

Grice, T. 2001. Recent mine developments in Australia. In MineFill'2001: Proceedings of the 7th International Symposium on Mining with Backfill, pp. 351- 357.

Guénot-Delahaie., I. 1997. Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

Guinebretière, R. 2002. Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins. Lavoisier (eds).

Gunsinger, M.R., Ptacek, C.J., Blowes, D.W., et Jambor, J.L. 2006. Evaluation of long-term sulfide oxidation processes within pyrrhotite-rich tailings, Lynn Lake, Manitoba. Journal of Contaminant Hydrology 83, pp. 149– 170.

Hamilton, I.C., et Woods, R., 1981. An investigation of surface oxidation of pyrite and pyrrhotite by linear potential sweep voltametry. J. Electroanalytical Chemetry 118, pp. 327– 343.

Hamilton, I.C., et Woods, R., 1984. A voltamperometric study of the surface oxidation of sulfide minerals. In PR Richardson, SS Srinivasan and R Woods (eds). Electrochemistry in mineral and metal processing. pp. 259-302. (ECS : Pennington, N.J., USA).

Hansbo, S. 1960. Consolidation of clay with special reference to influence of vertical sans drains. Swedish Geotechnical Institute Proc., 18, 159 pages.

Hassani, F.P. et Bois, D. 1992. Economic and technical feasibility for backfill design in Quebec underground mines. Final report 1/2, Canada-Quebec Mineral Development Agreement, Research and Development in Quebec Mines. Contract No. EADM 1989-1992, File No. 71226002.

Hassani, F. et Archibald, J.H. 1998. Mine Backfill. CD-ROM.

Hassani, F.P., Hossein, M. et Ouellet, J. 2001. Strength development in underground high-sulphate paste backfill operation. CIM bulletin, 94, n°1050, (2001) 57-62.

Helinski, M., Fourie, A.B., Fahey, M., et Ismail, M. 2007. Assessment of the self desiccation process in cemented mine backfill. Canadian Geotechnical Journal, 44(10), pp. 1148–1156.

Helinski, M., Fahey, M. et Fourie, A. 2011. Behaviour of cemented paste backfill in two mine stopes: Measurements and modelling, Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, ASCE, 137(2), pp. 171-182.

Hedenblad, G., 1994. Moisture Permeability of Mature Concrete, Cement Mortar and Cement Paste (Ph.D. Dissertation), Report TVBM-1014. Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, Lund, Sweden.

Henderson, A., Newman, P., Landriault, D. et Antoniazzi, P. 1997. The Cost Advantage of Using Paste as a Backfill. 99th CIM Annual General Meeting, Vancouver, British Columbia, April 27-May 1, 1997. CD-ROM.

Herget. G. et De Korompay, V. 1978. In situ drainage properties of hydraulic backfills. Research and innovations, CIM special volume; 1978. pp. 117-23

Hewlett, P.C. 2004. Lea's Chemistry of Cement and Concrete - 4th edition. Butterworth-Heinemann, 2004-01-15 - 1092 pages.

Hillel, D. 1982. Introduction to soil physics, Academic Press, New York.

Hillel, D. 1998. Environmental Soil Physics, Academic Press, San Diego, USA.

Holström, 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, pp. 267-280.

Hua, C., Acker, P., et Ehrlacher, A. 1995. Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste I. Modelling at macroscopic scale. Cement and Concrete Research, 25(7), pp. 1457-1468.

Hua, C., Acker, P., et Ehrlacher, A. 1997. Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste II. Modelling at scale of hydrating grains. Cement and Concrete Research, 27, (2), pp. 245-258.

Irmay, S. 1954. On the hydraulic conductivity of unsaturated soils, Trans. Am. Geophysics Union.

ISO 483. 1999. Petites enceintes de conditionnement et d'essai utilisant des solutions aqueuses pour maintenir l'humidité relative à une valeur constante. 7 pages.

Hunt, A. G., et Gee, G. W., 2002. Water-Retention Estimates using Continuum Percolation Theory: Tests of Hanford Site Soils, in review, Vadose Zone Journal.

Jambor, J.L., 1986. Detailed mineralogical examination of alteration products in core WA-20 from Waite Amulet tailings. CANMET Division Report MSL 86-137(IR). Dept. Energy Mines Resources, Canada.

Jambor, J.L. 2003. Mine-Waste Mineralogy and Mineralogical Perspectives of Acid-Base Accounting. In: Jambor, Blowes and Ritchie (Eds.). Environmental Aspects of Mine Wastes. Min. Assoc. Canada, Short Course Series, 31, Chapter 6.

Janzen, M.P., 1996. Role of ferric iron, trace metal content, and crystal structure on pyrrhotite oxidation. MSc thesis. University f Waterloo. Canada. 175 pages.

Janzen, M.P., Nicholson, R.V., et Scharer, J.M., 2000. Pyrrhotite reaction kinetics: reaction rates for oxidation by oxygen, ferric iron, and for nonoxidative dissolution. Geochim. Cosmochim. Acta 64, pp. 1511 –1522.

Jerz, J. et Rimstidt, J. D. 2004. Pyrite oxydation in moist air. Geochimica et Cosmochimica Acta, 68 (4), pp. 701-714.

Jin, Y., et Jury, W. A. 1996. "Characterizing the dependence of gas diffusion coefficient on soil properties." Soil Science Society of America Journal, 60, pp. 66-71.

Jones, C.F., Lecount, S., Smart, R.St.C., et White, T. 1992. Compositional and structural alteration of pyrrhotite surfaces in solution: XPS and XRD studies. Appl. Surf. Sci. 55, pp. 65– 85.

Jones, D.R., Li, H.Y., Waite, T.D., Fenton, B. 2001. Hydrochemical and geotechnical properties of cemented uranium paste tailings. Proceedings of Tailings and Mine Waste '01, Balkema, Rotterdam, pp. 401-409.

Juang, C.H. et Holtz, R.D. 1986. A probabilistic permeability model and the pore size density function. International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, 10, pp. 543-553.

Rapport-Gratuit.com

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Kamann, P.J.,, Ritzi, R. W., Dominic, D. F., Conrad, C. M. 2007. Porosity and permeability in sediment mixtures. Ground Water.

Keller-Bestrest, F., Collin, G., et Comes, R. 1982. Structure and planar faults in the defective NiAS-type compound 3C Fe7S8. Acta Crystallographica B38, pp. 296-303.

Kelsall, G.H., Yin, Q., Vaughan, D.J., England, KER, et Brandon, N.P. 1999. Electrochemical oxidation of pyrite (FeS2) in aqueous electrolytes. J. Electroanalytical Chemistry. 1999, 471, pp. 116-125.

Kim, J-K, et Lee, C-S. 1999. Moisture diffusion of concrete considering self-desiccation at early ages. Cement and Concrete Research, 29, pp. 1921–1927.

Kirshenbaum, N.W. 1968. Transport and Handling of Sulphide Concentrates: Problems and Possible Improvements, 2nd ed. Technomic Publishing Company, Inc., Stamford, Connecticut.

Kizito, F., Campbell, C. S., Campbell, G. S., Cobos, D. R. , Teare, B. L., Carter, B., et Hopmans, J.W. 2008. Frequency, electrical conductivity and temperature analysis of a low-cost capacitance soil moisture sensor, J. Hydrol., 352, pp. 367– 378, doi:10.1016/j/jhydrol.2008.01.021.

Klein, C. et Hurlburt, C.S.Jr. 1985. Manual of Mineralogy. Ed. John Wiley & Sons.

Klinkenberg L.J. 1941. The permeability of porous média to liquids and gases. API Drilling and Production Practices, American Petroleum Institute, New York, pp. 200-213.

Klute, A. 1972. The determination of the hydraulic conductivity and diffusivity of unsaturated soils, Soils Sci. Am. 113, pp. 264-276.

Klute, A. et Dirksen, C. 1986. Hydraulic conductivity and diffusivity : laboratory methods, No 9 (part 1) in the series Agronomy, American society of agronomy, pp. 687-734.

Koffi, K., Aubertin, M., Hernandez, M.A., Ouamgrawa, M., Chapuis, R. et Bussière, B. 2008. Étude de la conductivité hydraulique des mélanges à granulométrie étalée. GéoEdmonton 2008 61e conférence géotechnique canadienne et 9e conférence spéciale conjointe SCG/AIH-SNC sur les eaux souterraines, Edmonton, Société canadienne de géotechnique, Association internationale des hydrogéologues-SNC, Société géotechnique d'Edmonton, pp. 1478-1483.

Koltermann, C.E., Gorelick, S.M. 1995. Fractional packing model for hydraulic conductivity derived from sediment mixtures. Water Resources Research. 31(12), pp. 3283-3297.

Kovács, G. 1981. Seepage hydraulics. Elseviers Science Publishers, Amsterdam.

Kuganathan K. 2001. Mine backfilling, backfill drainage and bulkhead construction - a safety first approach. Australia's mining monthly February, 2001, pp. 58-64.

Kuklinskii, A.V., Mikhlin, Yu.L., Pashkov, G.L., Kargin, V.F., et Asanov, I.P. 2001. Conditions for the formation of a nonequilibrium nonstroichiometric layer on pyrrhotite in acid solutions. Russ. J. Electrochem. 37, pp. 1269– 1276.

Kwong, E.C.M., 1995. Abiotic and biotic pyrrhotite dissolution. MASc thesis. University of Waterloo, Waterloo, Ontario.

Kwong, Y.T.J., Swerhone, G.W., Lawrence, J.R., 2003. Galvanic sulphide oxidation as a metal-leaching mechanism and its environmental implications. Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis 3, pp. 337–343. doi:10.1144/1467-7873/03/013.

Lafhaja, Z., Goueygoub, M., Djerbia, A. et Kaczmarek, M. 2006. Correlation between porosity, permeability and ultrasonic parameters of mortar with variable water / cement ratio and water content. Cement and Concrete Research. Volume 36, Issue 4, April 2006, pp., 625–633.

Lagerwerff, J.V., Ogata, G., Eagle, H.E. 1961. Control of osmotic pressure of culture solutions with polyethylene glycol. Science 133, pp. 1486–1487.

Landriault, D.A. 1995. Paste backfill mix design for Canadian underground hard rock mining. In: Proc. of the 97th Annual General Meeting of the CIM Rock Mechanics and Strata Control Session, Halifax, Nova Scotia.

Landriault, D.A. et Tenbergen, R. 1995. The present state of paste fill in Canadian underground mining. Proceedings of the 97th Annual General Meeting of CIM. Halifax:CIM, pp. 229-238.

Landriault, D., Welch, D. et Morrison, D. 1996. Mine Tailings Disposal as a Paste Backfill for Underground Mine Backfill and Surface Waste Deposition. Prepared for the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Short Course, March 9 and 10.

Landriault D.A., Verburg, R., Cincilla, W. et Welch, D. 1997. Paste technology for underground backfill and surface tailings disposal applications. Short course notes, Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Technical workshop – april 27, 1997, Vancouver, British Columbia, Canada, 120 pages.

Landriault, D. 2001. Underground Mining Methods: Engineering Fundamentals and International Case Studies – Backfill in undergroud mining. Edited by William A. Hustrulid, Richard C. Bullock, Richard L. Bullock. 2001. 718 pages (pp 601-614).

Lane, K.S., et Washburn, D.E. 1946. Capillarity tests by capillarimeter and by soil filled tubes. Proceedings Highway Research Board.

Lapierre, C., Leroueil, S. et Locat, J. (1990). Mercury intrusion and permeability of Louiseville clay, Can. Geotech. J., 27, pp. 761-773.

Lefebvre, R. 1994. Caractérisation et modélisation numérique du drainage minier acide dans les haldes de stériles. Thèse Ph.D., Université de Laval.

Legrand, D.L., Bancroft, G.M., et Nesbitt, H.W. 2005. Oxidation of pentlandite and pyrrhotite surfaces at pH 9.3 : Part I . Assignment of XPS spectra and chemical trend. American mineralogist 90, pp. 1055-1061.

Lehmann, M.N., Kaur, P., Pennifold, R.M., et Dunn, J.G. 2000. A conparative study of the dissolution of hexagonal and monoclinic pyrrhotites in cyanide solution. Hydrometallurgy. 55, pp. 255-273.

Leonards, A. 1962. Engineering properties of soil, ch. 2, Foundation Engineering, McGraw-Hill Book Company.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

le Roux, K.-A. 2004. In situ properties and liquefaction analysis of cemented paste backfill. Ph.D. Dissertation, University of Toronto, Ontario, Canada, pp. 1–204.

Levens, R.L., Marcy, A.D. et Boldt, C.M.K. 1996. Environmental Impacts of Cemented Mine Waste Backfill, RI 9599, United States Bureau of Mines, 23 pages.

Lianxing, G. et Voke, F.M. 1996. Intergrowths of hexagonal and monoclinic pyrrhotites in some sulphide ores from Norway. Mineralogical magazine 60, pp. 303-316.

Lide, D.R. 2002. Handbook of chemistry and physics. 82e edition, CRC press. ISBN: 0-8493-0482-2. Pp 8.108 – 8.116 et 15.25 – 15.26.

Ligon, J.T., Johnson, H.P., et Kirkham, D. 1962. Unsteady-state drainage of fluid from a vertical column of porous material. Journal of Geophysical Research, 16, pp. 5199-5204.

Lim, P. C., Barbour, S. L., et Fredlund, D. G. 1998. The influence of degree of saturation on the coefficient of aqueous diffusion. Canadian Geotechnical Journal, 35, pp. 811-827.

Lins, Y., Schanz, T., et Fredlund, D.G. 2009. Modified Pressure Plate Apparatus and Column Testing Device for Measuring SWCC of Sand. Geotechnical Testing Journal, 32(5). Paper ID GTJ101318. Available online at: www.astm.org.

Liu Q.K., Bernier, L. et Rosenblum, F. 1999. Preliminary investigation of the possible pastefill selfheating at Louvicourt Mine. Rapport interne. 91 pages.

Liu, R., Wolfe, A.L., Dzombak, D.A., Horwitz, C.P., Stewart, B.W., et Capo, R.C.2008. Electrochemical study of hydrothermal and sedimentary pyrite dissolution. Applied Geochemistry. 2008, 23, pp. 2724-2734.

Liu, G., et Si, B. C. 2008. "Analytical modeling of one-dimensional diffusion in layered systems with position-dependent diffusion coefficients." Advances in Water Resources, 31, pp.251-268.

Lu N, et Likos WJ. 2004. Unsaturated soil mechanics. Wiley, 556 pages.

MacKay, P. L., Yanful, E. K., Rowe, R. K., et Badv, K. 1998. A new apparatus for measuring oxygen diffusion and water retention in soils. Geotechnical Testing Journal, 21(4), pp. 289-296.

Madinier, B. 2003. Détermination des caractéristiques hydrauliques non saturées d'un sable par essai de drainage gravitaire. Rapport de stage de fin d'études, ENSG, dépt. CGM, École Polytechnique, Montréal.

Maqsoud, A., Bussière, B., Mbonimpa, M., Aubertin, M., et Wilson, W.G. 2007. Instrumentation and monitoring techniques for oxygen barrier covers used to control acid mine drainage. Energy and Mines, 29 April-2 May 2007, Montreal, Quebec, pp. 140-149. CIM.

Maqsoud, A., Bussière, B., Aubertin, M. et Mbonimpa, M. 2012. Predicting Hysteresis of the Water Retention Curve from Basic Properties of Granular Soils. Geotechnical and Geological Engineering.

Majima, H., et Peters, E., 1966. Oxidation rates of sulfide minerals by aqueous oxidation at elevated temperatures. Trans. Metall. Soc. AIME 236, pp. 1409– 1413.

Marinho, FAM., Take, WA., et Tarantino, A. 2008. Measurement of matric suction using tensiometric and axis translation techniques. Geotech Geol Eng. doi:10.1007/s10706-008-9201-8

Marshall, T. J. 1959. The diffusion of gases through porous media. Journal of Soil Science, 10, pp. 79-84.

Marshall, T.J., Holmes, J.W., Rose, C.W. 1996. Soil physics. 3rd ed. Cambridge University Press., Cambridge, U.K.

Masrouri, F., Bicalho, KV., Kawai, K. 2008. Hydraulic testing in unsaturated soils. Geotech Geol Eng. doi:10.1007/s10706-008-9202-7.

Masse, I. 2003. Étude des différents facteurs influençant les essais de traceur non réactif en conditions non saturées. Mémoire de M.Sc.A, dépt. Génie minéral, École Polytechnique, Montréal.

Mayoral, M. C., Izquierdo, M. T., Andrés, J. M. et Rubio, B. 2002. Mechanism of interaction of pyrite with hematite as simulation of slagging and fireside tube wastage in coal combustion, Thermochimica Acta, 390(1-2), pp. 103-111.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Bussière, B., Chapuis, R.P (2001) Une approche partiellement couplée d'analyse des transferts de fluides en milieux stratifiés non saturés. Modélisation et Simulation en Génie Civil: De la Pratique à la Théorie: Comptes-Rendus de la 1ère Conf. Int. Albert-Caquot, Paris, 3-5 Octobre 2001, pp. 49, Comptes-Rendus sur CD-ROM. Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées.

Mbonimpa, M. et Aubertin, M. 2002. Mouvement des gaz en milieux poreux partiellement saturés, Document présenté dans le cadre du cours CIV 6908, Chaire industrielle CRSNG-Polytechnique-UQAT.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Dagenais, A.-M., Bussière, B., Julien, M., et Kissiova, M. 2002. Interpretation of field tests to determine the oxygen diffusion and reaction rate coefficients of tailings and soil covers." 55th Canadian Geotechnical Conference and 3rd Joint IAH-CNC and CGS Groundwater Specialty Conference Niagara Falls, Canada.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Chapuis, R. P. et Bussière, B. 2002. Practical pedotransfer functions for estimating the saturated hydraulic conductivity. Geotechnical and Geological Engineering, 20(3), pp. 235-259.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Aachib, M., et Bussière, B. 2003. Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. Canadian Geotechnical Journal, 40, pp. 916-932.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Bussière, B. 2011. The oxygen consumption test to evaluate the diffusive flux into reactive tailings : Interpretation and numerical assessment. Canadian Geotechnical Journal 48, pp. 878-890.

McKibben, M.A., et Barnes, H.L., 1986. Oxidation of pyrite in low temperature acidic solutions: rates laws and surface texture. Geochim. Cosmochim. Acta 50, pp. 1509–1520.

MEND Report. 1998. Laboratory studies of pyrrhotite oxydation.

MEND Report 10.2. 2006. Paste Backfill Geochemistry – Environmental effects of leaching and weathering. April 2006. http://www.mend-nedem.org/reports/files/10.2.pdf

MEND Report 1.20.1. 2009. Prediction manual for drainage chemistry from sulphidic geologic materials. December 2009.

Meng, T., Wu, C. et Wang, O. 1993. Study on spontaneous combustion of galvanic interaction to acid-bacterial leaching of mixed metal sulphides. Hydrometallurgy 9, pp. 235-256.

Merkus, H.G. 2009. Particle size measurements: fundamentals, practice, quality. Particle technology series, Springer Science+Business Media B.V.

Meerdink, J.S., Benson, C.H., et Khire, M.V. 1996. Unsaturated hydraulic conductivity of two compacted barrier soils, Journal of Geotechnical Engineering, 122(7), pp. 565-576.

Metha, P.K. et Monterio, P.J.M. 1993. Concrete: Structure, properties, and materials – 2nd edition. Prentice Hall Canada. 548 pages.

Mikhlin, Yu.L., Tomashevich, Ye.V., Pashkov, G.L., Okotrub, A.V., Asonov, I.P., et Mazalov, L.N. 1998. Electronic structure of the non-equilibrium iron-deficient layer of hexagonal pyrrhotite. Appl. Surf. Sci. 125, pp. 73–84.

Mikhlin, Yu., 2000. Reactivity of pyrrhotite surfaces: an electrochemical study. Phys. Chem. Chem. Phys. 2, pp. 5672–5677.

Mikhlin, Yu.L., Varnek, V., Asonov, I.P., Tomashevich, Ye.V., Okotrub, A.V., Livshits, A., Selyutin, G., Pashkov, G.L., 2000. Reactivity of pyrrhotite (Fe9S10) surfaces: spectroscopic studies. Phys. Chem. Chem. Phys. 2, pp. 4393– 4398.

Mikhlin, Yu.L., Kuklinskii, A.V., Pashkov, G.L., Asonov, I.P., 2001. Pyrrhotite electrooxidation in acid solutions. Russ. J. Electrochem. 37, pp. 1277–1282.

Mikhlin, Yu.L., Kuklinskii, A.V., Pavlenko, N.I., Varnek, V.A., Asonov, I.P., Okotrub, A.V., Selyutin, G.E., et Solovyev, L.A. 2002. Spectroscopic and XRD studies of the air degradation of acidreacted pyrrhotite. Geochim. Cosmochim. Acta 66, 4057– 4067.

Miller, R.J. et Low, P.F. 1963. Threshold gradient for water in clay system. Proc. of the Soil Science Society of America , 27(6), pp. 605-609.

Miller, J.A., Li, C., Davidtz, J.C., et Vos, F. 2005. A review of pyrrhotite flotation chemistry in the processing of PGM ores. Minerals Engineering 18, pp. 855-865.

Millington, R. J. 1959. Gas diffusion in porous media. Science, 130, pp. 100-102.

Millington, R. J., et Quirk, J. M. 1961. "Permeability of porous solids." Transactions Faraday Society, 57, pp. 1200-1207.

Mjornell, K.N. 1994. Self-desiccation in Concrete (Ph.D. Dissertation), P-94:2. Dept. of Building Materials, Chalmers University of Technology, Goteborg, Sweden, pp. 41-43.

Moerman, A., Rogers K. et Cooper M., 1999. Paste Backfill at Brunswick: Part 1: Technical Issues in Implementation, CIM Underground Operator's Conference, Bathurst, N.B pp.1-10.

Mohamed, A.M.O., Hossein, M. et Hassani, F.P. 2002. Hydro-mechanical evaluation of stabilized mine tailings. Environmental Geology 41, pp. 749-759.

Morimoto, N., Nakazawa, H., Nishiguchi, K. et Tokonami, M. 1970. Pyrrhotite : Stoichiometric compounds with composition $Fe_{n-1}S_n$ (n>8). Science 168, pp. 964-966.

Morimoto, N., Gyobu, A., Mukaiyama, H. et Izawa, E. 1975. Crystallography and stability of pyrrhotites. Economic geology. 70, pp. 824-833.

Morin et K. A., Gerencher, E., Jones, C.E., et Konasewich, D.E. 1991. Critical literature review of acid drainage from waste rock. MEND Project 1.11.1. MEND Reports 1988-2000 on CDROM: Predicting, Treatment, Monitoring, Technology Transfer, New Ideas.

Mphela, N. 2010. Fundamental Studies of the Electrochemical and Flotation Behaviour of Pyrrhotite. University of Pretoria. 484 pages.

Mualem, Y. 1976. A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media, Water Resources Research, 12, pp. 1248-1254.

Mualem, Y. 1986. Hydraulic conductivity of unsaturated soils: prediction and formulas, in method of soils analysis, No 9 (part 1) in the series Agronomy, American society of agronomy, pp. 799-823.

Murphy, R. et Strongin, D.R. 2009. Surface reactivity of pyrite and related sulfides. Surface Science Reports. 64(1), pp. 1–45.

Mycroft, J.R., Nesbitt, H.W., et Pratt, A.R., 1995. X-ray photoelectron and auger electron spectroscopy of air-oxidized pyrrhotite: distribution of oxidized species with depth. Geochim. Cosmochim. Acta 59, pp. 721–733.

Nawfal., E.M. 2012. Simulations du comportement géotechnique des remblais dans les chantiers miniers : effets du drainage et de la consolidation. Mémoire de maitrise. École Polytechnique de Montréal.

Nakazawa, H. et Morimoto, N. 1971. Phase relations and superstructures of pyrrhotite, $Fe_{1-x}S$. Mat. Res. Bull., 6, pp. 345-358.

Naldrett, A.J., Singh, J., Krstic, S., et Li, C.S. 2000. The mineralogy of the Voisey's Bay Ni-Cu-Co deposit, nothern Labrador, Canada : Influence of oxidation state on textures and mineral compositions. Economic geology 95, pp. 889-900.

Nastev, M., Therrien, R., Lefebvre, R. et Gélinas, P. 2001. Gas production and migration in landfills and geological materials. Journal of Contaminant Hydrology, 52(1), pp. 187-213.

Navarra, A., Graham, J.T., Somot, S., Ryan, D.H. et Finch, J.A. 2010. Mössbauer quantification of pyrrhotite in relation to self-heating. Minerals Engineering 23 (2010) pp. 652–658.

Neville, A.M. 1995. Properties of Concrete. 4th edition. Prentice-Hall. 872 pages.

Ngabe, B., Edwin van der Spuy, J. et Finch, J.A. 2011. Estimating activation energy from a sulfide self-heating test. Minerals Engineering, 24(15), pp. 1645–1650.

Nicholson, R.V. 1984. Pyrite oxidation in carbonate-buffered systems : Experimental kinetic and control by oxygen diffusion in the porous medium. Ph.D. Thesis, University of Waterloo, Waterloo, Ontario, Canada.

Nicholson, R. V., Gillham, R. W., Cherry, J. A., et Reardon, E. J. 1989. "Reduction of acid generation through the use of moisture-retaining cover layers as oxygen barriers." Canadian Geotechnical Journal, 26, pp. 1-8.

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, 550, pp. 14–30. Washington, DC.

Nicol, M.J., Scott, P.D., 1979. The kinetics and mechanisms of the non-oxidative dissolution of some iron sulphides in aqueous acidic solutions. J. S. Afr. Inst. Min. Metall. 79,pp. 298–305.

Ninteman, D.J. 1978. A literature survey: spontaneous oxidation and combustion of sulfide ores in underground mines. United States Department of the Interior Bureau of Mines Information Circular, 8775.

Nordstrom, D.K., et Alpers, C.N. 1999. Geochemistry of acid mine waters. In: Plumlee, G.S., Logston, M.D. (Eds.), The Environmental Geochemistry of Mineral Deposits: Part A. Processes, Methods, and Health ssues. Society of Economic Geologists, Littleton, CO., Reviews in Economic Geology, 6A, pp. 133– 160.

Olsen, H.W.1962. Hydraulic flow through saturated clays. Clay and clay minerals, 9, pp. 131-161.

Olsen, H.W. 1965. Deviations from Darcy's law in saturated clays. Proc. of the Soil Science Society of America, 29, pp. 135-140.

Olson, R.A., Neubauer, C.M. et Jennings, H.M. 1997. Damage to the pore structure of hardened Portland cement paste by mercury intrusion, J. Am. Ceram. Soc., 80(9), pp. 2454-2458.

Orlova, T.A., Stupnikov, V.M., Krestan, A.L., 1989. Mechanism of oxidative dissolution of sulphides. Zhurnal Prikladnoi Khimii 61, pp. 2172– 2177.

Ouellet, J., Bussière, B. et Gagnon, G. 1995. Simulation numérique du remblayage d'un chantier de mine avec du remblai hydraulique cimenté: Élaboration du modèle, 3rd Canadian Conference on Computer Applications in the Mineral Industry, Montreal. pp. 331-339.

Ouellet, J., et Servant, S. 1998. Numerical simulation of the drainage in a mining stope filled with hydraulic backfill. Minefill '98, Brisbane, pp 105-110.

Ouellet, J., et Servant, S. 2000. In-situ mechanical characterization of a paste backfill with a self-boring pressuremeter. CIM Bulletin, 93(1042).

Ouellet, S., Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M. et Belem, T. 2003. Sulphide reactivity within cemented paste backfill: oxygen consumption test results. 56th Annual Canadian Geotechnical Conference and 4th Joint IAH-CNC and CGS Groundwater

Specialty Conference, Winnipeg, Manitoba, September 29 - October 1, 2003. Comptes-Rendus sur CD-ROM, 8p.

Ouellet, S., Bussière, B., Benzaazoua, M., Aubertin, M. et Belem, T. 2004. Effect of binder type and mixing water chemistry on microstructural evolution of cemented paste backfill, Proceedings of the 57th Annual Canadian Geotechnical Conference and 5th joint IAH-CNC/CGS Conference, Quebec city, Canada, October 23-27, 8 pages.

Ouellet. S. 2006. Caractérisation minéralogique, évolution microstructurale et comportement environnemental de remblais miniers cimentés en pâte. Thèse de doctorat École Polytechnique de Montréal. 287 pages.

Ouellet, S., Bussière, B., Mbonimpa, M., Benzaazoua, M. et Aubertin, M. 2006. Reactivity and mineralogical evolution of an underground mine sulphidic cemented paste backfill. Minerals Engineering 19(5), pp. 407-419.

Ouellet, S., Bussiere, B., Aubertin, M. et Benzaazoua, M. 2007a. Microstructural evolution of cemented paste backfill: Mercury intrusion porosimetry test results. Cement and Concrete Research 37(12), pp. 1654-1665.

Ouellet, S., Bussière, B., Benzaazoua, M. et Aubertin, M. 2007b. SEM-XMAP: scanning electron microscopy and X-ray dot-mapping applied to cemented paste backfill. 9th International Symposium in Mining with Backfill, 29 April - 2 May 2007, Montreal, Quebec. CIM.

Prapaharan, S, Altschaeffl, A.G., et Dempsey, B.J. 1985. Moisture curve of a compacted clay: mercury intrusion method. J Geotech Eng ASCE 111(9), pp.1139–1143

Payant, R. 2011. The Self-Heating of Sulphide Mixtures. Master of Engineering thesis. McGill University. 90 p.

Payant, R., Rosenblum, F., Nesset, J.E. et Finch, J.A. 2012. The self-heating of sulfides: Galvanic effects. Minerals Engineering 26, pp. 57–63.

Peck, A.J., et Watson., J.D. 1979. Hydraulic conductivity and flow in non-uniform soil. In Workshop on Soil Physics and Field Heterogeneity, Canberra. 12–14 Feb. 1979. CSIRO Div. of Environ. Mech., Canberra, ACT, Australia.

Penberthy, C.J. et Merkle, R.K.W. 1999. Lateral variations in the platinum-group element content and mineralogy of the UG2 Chromitite Layer, Bushveld Complex.South African Journal of Geology 102 (3), pp. 240-250.

Penman, H. L. 1940. Gas and vapor movements in the soil: I The diffusion of vapors through porous solids. Journal of Agricultural Science, 30, pp. 436-462.

Perraton, D.1992. La perméabilité aux gaz des bétons hydrauliques. Thèse de doctorat, INSA de Toulouse, Toulouse, 225 pages.

Persson, B., Bentz, D., Nilsson, L-O. 2005. Self-desiccation and its importance in concrete technology. Proceedings of the Fourth International Research Seminar, Gaithersburg, Maryland, USA, June, 2005, Report TVBM-3126.

Peters, A., et Durner, W. 2006. Improved estimation of soil water retention characteristics from hydrostatic column experiments. Water Resources Research. 42, W11401, 2006.

Peyronnard O., Benzaazoua M. et Tagnit-Hamou A. 2010. Geochemical behavior of mine cemented paste backfill prepared with industrial by-products as alternative binders. Proceedings of International Stabilization/Solidification Technology Forum (S/S Tech), 15-17 June 2010, Sydney, NS (paper no 9).

Philip, M.D., Hockley, B., Dawson, B., Kuit, W. et O'Kane, M. 2009. Sullivan Mine fatalities incident: Technicl investigations and findings, In Securing the future and 8th ICARD, June 22-26, 2009. Skelleftea , Sweden.

Pierce, M.E., 1997. Laboratory and numerical analysis of the strength and deformation behavior of paste fill. M.Sc. Thesis, Queens University, Canada, pp. 1–195.

Plysunin, A.M., Mironov, A.G., et Belomestrova, N.V., Chernigova, S.Y. 1990. Laboratory studies on gold-bearing sulfide oxidation. Geokhimiya 1, pp. 51–60.

Pofsai, M., et Dodonay, I. 1990. Pyrrhotite superstructures: Part I. Fundamentals structures of the NC (N = 2, 3, 4 and 5) type. Eur. J. Mineral. 2, pp. 525– 528.

Posfai, M., Sharp, T.G., et Kontny, A. 2000. Pyrrhotites varieties from 9.1 km deep borehole of the KTB project. American mineralogist 85, pp. 1406-1415.

Potts, P.J. 1987. A handbook of silicate rock analysis. Chapman and Hall, New York.

Potvin, Y., Thomas, E. et Fourie, A. 2005. Handbook on Mine Fill, Australian Centre forvGeomechanics, 179 pages.

Powell, A.V., Vaqueiro, P., knight, K.S., Chapon, L.C., et Sanchez, R.D. 2004. Structure and magnetism in synthetic pyrrhotite Fe_7S_8 : A powder neutron-diffraction study. Physical review B 70 : 014415-1 – 014415-12.

Powers, T.C. 1958. The physical structure and engineering properties of concrete. Portland Cement Association Research Department Bulletin 94, Chicago, IL: 7 pp.

Powers, T.C. 1964. Geometric Properties and Aggregates. Journal of the Portland Cement Association, 6(1), pp. 2-14.

Pratt, A.R., Muir, I.J., et Nesbitt, H.W., 1994. X-ray photoelectron and Auger electron spectroscopic studies of pyrrhotite and mechanism of air oxidation. Geochim. Cosmochim. Acta 58, pp. 827– 841.

Pratt, A.R., Nesbitt, H.W., et Mycroft, J.R., 1996. The increased reactivity of pyrrhotite and magnetite phases in sulphide mine tailings. J. Geochem. Explor. 56, pp. 1– 11.

Prill, R.C., Johnson, A.I., et Morris, D.A. 1965. Specific yield - Laboratory experiments showing the effect of time on column drainage. US Geological Survey Water- Supply Paper 1662-B.

Qiu, Y.J. et Sego, D.C. 2001. Laboratory properties of mine tailings. Canadian Geotechnical Journal, 38, pp. 183-190.

Ramachandran, V.S., Paroli, R.M., Beaudoin, J.J. et Delgado, A.H. 2002. Handbook of thermal analysis of construction materials, Noyes Publication, W.A. Publishing, 680 pages.

Ramlochan, T., Grabinski, M.W. et Hooton, R.D. 2004. Microstrucral and chemical investigations of cemented paste backfills. Proceedings of the 57th Canadian Geotechnical Conference and the 5th joint CGS-IAH Conference, 24-27 October 2004, Quebec city.

Rankine, K.J., Sivakugan, N. et Rankine, K.S. 2004. Laboratory tests for mine fills and barricade bricks. In: Farquhar G, Kelsey P, Marsh J, Fellows D, editors. Proceedings of the 9th Australia New Zealand conference on geomechanics. Auckland; 2004. pp. 218-24.

Rankine, K.J. 2005. An investigation into the drainage characteristics and behavior of hydraulically placed mine backfill and permeable minefill barricades. PhD Dissertation, James Cook University, Townsville, Australia.

Rao, S.R. et Finch, J.A. 1988. Galvanic interaction studies on sulphide minerals. Canadian Metallurgical Quarterly 27, 253–259 (0008-4433/88).

Rao, S.R. et Leja, J. 2004. Surface Chemistry of Froth Flotation. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.

Rassam, D.W. et Williams, D.W. 1999. A numerical study of steady state evaporative conditions applied to mine tailings. Canadian Geotechnical Journal, 36: 640-650.

Rassam, D.W. 2002. Variation of evaporative and shear strength parameters along a tailings delta. Canadian Geotechnical Journal, 39, pp. 32-45.

Refsgaard, J. C., Christensen, T. H., et Ammentorp, H. C. 1991. A model for the oxygen transport and consumption in the unsaturated zone. Journal of Hydrology, 129, pp.349-369.

Regourd., M. 1982. Le béton hydraulique, Chapitre - L'eau. Presse de l'ENPC, pp. 59–68.

Richards, L.A. 1928. The usefulness of capillary potential to soil moisture and plant investigators. J Agric Res (Cambridge) 37, pp. 719–742.

Richards, L.A. 1931. Capillary conduction of liquids through porous mediums. Physics 1 (5): pp. 318–333.

Richards, L.A. 1941. A pressure-membrane extraction apparatus for soil solution. Soil Sci 51(5), pp. 377–386.

Richards, S., et Weeks, L. 1953. Capillary conductivity values from moisture yield and tension measurements on soil columns. Proc Soil Sci Soc Am 17, pp. 206–209.

Ridley AM, et Wray WK. 1996. State of the art report—Suction measurement: a review of urrent theory and practices. In: Alonso EE, Delage P (eds) Proceedings of 1st international conference on unsaturated soils, unsaturated soils, vol 3. Paris, pp. 1293–1322.

Rapport-Gratuit.com

Rijtema, P.E. 1965. An analysis of actual evapotranspiration, Rpe. 659, Cent. For Agri. Publ. and Doc., Wageningen, Netherlands.

Rimstidt, J.D. et Vaughan, D.J. 2002. Pyrite oxidation: A state-of-the-art assessment of the reaction mechanism. Geochimica et Cosmochimica Acta, 67, pp. 873-880.

Ritchie, A.I.M. 1994. Sulphide oxydation mechanisms: Controls and rates of oxygen transport. In J.L. Jambor and D.W. Blowes (eds) : Short Course Handbook on Environmental Geochemistry of Sulfide Mine-Waste, Mineralogical Association of Canada, Waterloo, Ontario, May 1994, pp. 201-245.

Robinson, D. A., Jones, S. B., Wraith, J. M., Or, D., Friedman, S. P. 2003, A review of advances in dielectric and electrical conductivity measurement in soils using time domain reflectometry, Vadose Zone J., 2, pp. 444– 475.

Robitaille, V. et Tremblay, D. 1998. Mécanique des sols. Théorie et pratique. Modulo. 680 pages.

Rodrigues, A., Duchesne, J., Fournier, B., Durand, B., Rivard, P. et Shehata, M. 2012. Mineralogical and chemical assessment of concrete damaged by oxidation of sulfide-bearing aggregates : Importance of thausite formation on reaction mechanisms. Cement and Concrete Research, 42(2012, pp. 1336-1347.

Rolston, D. E. 1986. Gas flux. Methods of soil analysis, part 1: physical and mineralogical methods, A. Klute, ed., Am. So. Agron. - Soil Sc. So., Madison, WI, pp. 1103-1119.

Romero E, Gens A, et Lloret A. 1999. Water permeability, water retention and microstructure of unsaturated Boom clay. Eng Geol 54, pp. 117–127

Romero, E., Gens, A., et Lloret, A. 2001. Temperature effects on the hydraulic behaviour of an unsaturated clay. Geotech Geol Eng 19(3–4), pp.311–332.

Romero, E., et Simms, P.H. 2008. Microstructure Investigation in Unsaturated Soils: A Review with Special Attention to Contribution of Mercury Intrusion Porosimetry and Environmental Scanning Electron Microscopy. Geotech. Geol. Eng. DOI 10.1007/s10706-008-9204-5.

Rosenblum, F. et Spira, P. 1981. Self-Heating of Sulphides. 34-49. CIM. The Thirteenth Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors.

Rosenblum, F., Spira, P. et Konigsmann, K.V.1982. Evaluation of hazard from sulphide oxidation. Proceedings of the 14th International Mineral Processing Congress, Paper IX-2.

Rosenblum, F. et Spira, P. 1995. Evaluation of hazard from self heating of sulphides rocks. CIM Bulletin. April, 1995, pp. 44-49.

Rosenblum, F., Nesset, J. et Spira, P. 2001. Évaluation and control of self heating in sulphides concentrates. CIM Bulletin. 94(1056), pp. 92-99.

Roubault, M. 1963. Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant. Lamare-Poinat. 365 pages.

Rowe, R. K., Booker, J. R., et Fraser, M. J. 1994. POLLUTE v.6 - 1D Pollutant Migration through a Non-Homogeneous Soil. Distributed by GAEA Environmental Engineering Ltd., Whitby, ON, Canada.

Rüdiger, C., Western, A.W., Walker, J.P., Smith, A.B., Kalma. J.D, et Willgoose, G.R. 2009. Towards a general equation for frequency domain reflectometers. Journal of Hydrology 383 (2010), pp. 319–329.

Sakaki,T., Limsuwat,A., Smits,K.M., et Illangasekare, T.H. 2008. Empirical two-point A-mixing model for calibrating the ECH2O EC-5 soil moisture sensor in sands. Water resources research, Vol. 44, W00D08, doi:10.1029/2008WR006870, 2008.

Sallam, A., Jury, W. A., et Letey, J. 1984. Measurement of gas diffusion coefficient under relatively low air-filled porosity. Soil Science Society of America Journal, 48, 3-6. Shackelford, C.D. 1991. Laboratory diffusion testing for waste disposal. A review. Journal of Contaminant Hydrology, 7, pp. 117-120.

Scheidegger A. 1959. "The physics of flow through porous media." Toronto: University of Toronto Press.

Shackelford, C.D. 1991. Laboratory diffusion testing for waste disposal. A review. Journal of Contaminant Hydrology, 7, pp. 177-217.

Shelp, M. L. et Yanful, E. K. 2000. Oxygen diffusion coefficient of soils at high degrees of saturation. Geotechnical Testing Journal, 23(1), pp. 36-44.

Simms, P.H., et Yanful, E.K. 2001. Measurement and estimation of pore shrinkage and pore distribution in a clayey till during soil-water characteristic curve tests. Can Geotech J 38, pp. 741–754.

Simms, P.H., Yanful, E.K. 2002. Predicting soil-water characteristic curves of compacted plastic soils from measured pore-size distributions. Ge´otechnique 52(4), pp. 269–278.

Simms P.H. et Yanful E.K. 2004. A discussion of the application of mercury intrusion porosimetry for the investigation of soils, including an evaluation of its use to estimate volume change in compacted clayey soils, Géotechnique, 54(6), pp. 421-426.

Simms, P., Grabinski, M. 2009. Direct measurement of matric suction in triaxial tests on self-desiccating cemented paste backfill. Canadian Geotechnical Journal. 46, pp. 93-101.

Sivakugan, N., Rankine, K. J. et Rankine, R. M. 2005. Geotechnical aspects of hydraulic filling of underground mine stopes in Australia. Chapter 18, Ground Improvement Case Histories, Eds. B. Indraratna and J. Chu, Elsevier, pp. 513-538.

Sivakugan, N., Rankine, R. M., Rankine, K. J. et Rankine K. S. 2006. Geotechnical considerations in mine backfilling in Australia. Journal of Cleaner Production, Elsevier, 14(12-13), pp. 1168-1175.

Skala, R. Cisarova, I. et Drabek, M. 2006. Inversipn twinning in troilite. American Mineralogist 91, pp. 917-921.

Smart, R.St.C., Jasieniak, M., Prince, K.E., et Skinner, W.M. 2000. SIMS studies of oxidation mechanisms and polysulfide formation in reacted sulfide surfaces. Min. Eng. 13, pp. 857– 870.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Somot, S. et Finch, J.A. 2010. Possible role of hydrogen sulphide gas in self-heating of pyrrhotite-rich materials. Minerals Engineering 23 (2010), pp. 104–110.

Sorrenti, E. 2007. Etude de la passivation de la pyrite : chimie de surface et réactivité. Thèse de doctorat, INPL, Nancy, France. 2007.

Stannard, D.I. 1990. Tensiometers - theory, construction, and use. Ground Water and Vadose Zone Monitoring, ASTM STP 1653, DM. Nielsen and A.I. Johnson. Eds, American Socief~o r Testing Materials, Philadelphia. 34-5 1.Stauffer, D., 1985. Introduction to percolation theory, Taylor and Francis, London.

Steger, H.F., et Desjardins, L.E. 1977. Oxidation of sulphide minerals: 3. Determination of sulphate and thiosulphate in oxidised sulphide minerals. Talanta 24, pp.675–679.

Steger, H.F., et Desjardins, L.E. 1978. Oxidation of sulphide minerals: 4. Pyrite, chalcopyrite and pyrrhotite. Chem. Geol. 23, pp. 225– 237.

Steger, H.F., 1982. Oxidation of sulfide minerals: VII. Effect of temperature and relative humidity on the oxidation of pyrrhotite. Chem. Geol. 35, pp. 281– 295.

Tang, A-M, Cui, Y-J. 2005. Controlling suction by the vapour equilibrium technique at different temperatures and its application in determining the water retention properties of MX80 clay. Can Geotech J 42, pp. 287–296.

Tanikawa, W. et Shimamoto, T. 2009. Comparison of Klinkenberg-corrected gas permeability and water permeability in sedimentary rocks. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences 46(2), pp. 229–238.

Tao, D.P., Richardson, P.E., Luttrell, G.H., et Yoon, R.-H. 2003. Electrochemical studies of pyrite oxidation and reduction using freshly-fractured electrodes and rotating ring-disc electrodes. Electrochimica Acta. 2003, 48, pp. 3615-3623.

Tarantino. A., Ridley, A.M et Toll, D.G. 2008. Field Measurement of Suction, Water Content, and Water Permeability. Geotech Geol Eng (2008) 26, pp. 751–782.

Tavenas, F., Tremblay, M. et Leroueil, S. 1983. Mesure in situ de la perméabilité des argiles. Bulletin of the International Association of Engineering Geology - Bulletin de l'Association Internationale de Géologie de l'Ingénieur december 1982/June 1983, 26-27, (1), pp. 509-513.

Taylor, L.A., 1970. Low temperature phase relations in the Fe–S system. Carnegie Inst. Wash. Yearb. 69, pp. 259– 270.

Taylor, L.A., Mao, H.K., 1971. Observations on the occurrence and stability of smythite Fe3.25S4. Carnegie Inst. Wash. Yearb. 70, pp. 290– 291.

Taylor, H.F.W. 1990. Cement Chemistry. Academic Press Limited. London1990. 491 pages.

Taylor, J.C. et Hinczak, I. 2001. Rietveld made easy: A Practical Guide to the Understanding of the Method and Successful Phase quantifications. J.C. Taylor and I. Hinczak (eds).

Tazawa, E.; Miyazawa, S. et Kasai, T. 1995 Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of hydrating cement paste, Cement and Concrete Research, 25(2), pp. 288-292.

Tessier, D. 1984. É tude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux: hydratation, gonflement et structurationau cours de la dessiccation et de la réhumectation. Ph.D. thesis, Université de Paris VII, Paris, France.

Tibble, P.A. et Nicholson, R.V. 1997. Oxygen consumption on sulphide tailings and covers: measured rates and applications. In Proceedings of the 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, 2, pp. 947-991.

Thomas, J.E., Smart, R.St.C. et Skinner, W.M. 2000. Kinetics factors for oxidative and non-oxidative dissolution of iron sulfides. Min. Eng. 10–11, pp. 1149–1159.

Thomas, J.E., Skinner, W.M., et Smart, R.St.C. 2001. A mechanism to explain sudden changes in rates and products for pyrrhotite dissolution in acid solution. Geochim. Cosmochim. Acta 65, pp. 1 –12.

Todor, D.N. (1976). Thermal Analysis of Minerals, Abacus Press, 256 pages.

Topp, G. C., Ferré, P.A. 2002. Water content, in Methods of Soil Analysis: Part 4, Physical Methods, Soil Sci. Soc. Am. Book Ser., vol. 5, edited by J. H. Dane and G. C. Topp, pp. 417– 46, Soil Sci. Soc. Of Am., Madison, Wis.

Tsirel, S.V. 1997. Methods of granular and fragmented material packing density calculation. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 34(2), pp. 263-273.

Tsuchiuya, Y. et Sumi, K. 2000. Spontaneous Ignition. Conseil National de Recherche Canada. CBD-189.7 pages.

Vachaud, G. et Thony, J.L. 1971. Hysteresis during infiltration and redistribution in a soil column at different initial water contents. Water Resources Research, 1, pp. 111-127.

Vallejo, L.E. 2001. Interpretation of the limits in shear strength in binary granular mixtures. Canadian Geotechnical Journal, 38(5), pp. 1097-1104.

Vanapalli, SK., Nicotera, MV., Sharma, RS. 2008. Axis-translation and negative water column techniques for suction control. Geotech Geol Eng. doi:10.1007/s10706-008-9206-3.

Van Genuchten, M.Th. 1980. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated sol, Soil Sci. Soc. Am. J., 44, pp. 892-898.

Vangpaisal, T. et Bouazza, A. 2004. Gas permeability of partially hydrated Geosynthetic Clay Liners. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, January 2004, pp. 93-102.

Vaughan, D.J., et Craig, J.R. 1978. Mineral Chemistry of Metal Sulphides. Cambridge Univ. Press, Cambridge, UK. 493 pages.

Vedalakshmi, R., Sundara raj, A., Srinivasan, S. et Ganesh Babu, K. 2003. Quantification of hydrated cement products of blended cements in low and medium strength concrete using TG and DTA technique, Elsevier Science Ldt, Thermochimica Acta 407, 2003, pp. 49-60.

Verburg, R. 2002. Paste technology for disposal of acid-generating tailings. Mining environmental management. Juillet 2002. Pp. 14-18.

Verburg, R., et Landriault, D.A. 2006. Revue de la littérature. Rapport confidentiel.

Villar, M.V., Martın, P.L., et Lloret, A. 2005. Determination of water retention curves of two bentonites at high temperature. In: Tarantino A, Romero E, Cui YJ (eds) Proceedings of the international symposium on advanced experimental unsaturated soil mechanics. June 27–29, 2005, Trento, Italy. Taylor & Francis Group, London, pp. 77–82.

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, Génie Minéral, Ecole Polytechnique de Montréal. 2004.

Viallis-Terrisse., H. 2000. Interaction des Silicates de Calcium Hydrat´es, principaux constituants du ciment, avec les chlorures d'alcalins. Analogie avec les argiles. PhD thesis, Universit´e de Bourgogne, 2000.

Vitel, M. 2010. Effet de la passivation des sulfures contenus dans des rejets miniers afin de réduire leur potentiel de génération de drainage neutre contaminé (DNC) en nickel. Rapport de stage. École des mines de Nancy France - Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

Vu, T.H., Frizon, F. et Lorente, S. 2009. Architecture for gas transport through cementitious materials. Journal of Physics D: Applied Physics, 42(10).105501doi:10.1088/0022-3727/42/10/105501.

Wang, X., 2007. Exploring Conditions Leading to Self-Heating of Pyrrhotite-Rich Materials. Master's Thesis, McGill University.

Wang, X., Rosenblum, F., Nesset, J.E., Somot, S. et Finch, J.A. 2009. Oxidation, weight gain and self-heating of sulphides. In: Proceedings of the Forty First Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors, pp. 63–77.

Ward, J.C., 1970. The structure and properties of some iron sulphides. Rev. Pure Appl. Chem. 20, pp. 175– 206.

Washburn, E.W. 1921. Note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material, Proceedings, National Academy of Sciences, 7, pp. 115-116.

Watson, K.K. 1967. Experimental and numerical study of column drainage. ASCE Journal of the Hydraulics Division, 93(HY2), pp. 1-15.

Wegener, S. 1977. Research into the Spontaneous Combustion of Sulphide Lead, Copper, and Zinc concentrates. Laboratory 4.11, Diary 4-3602/1977 I. Bundesanstalt Fur Materialprufung (BAM).

Winslow, D.N. et Diamond, S. 1970. A mercury porosimetry study of the evolution of porosity in portland cement. Journal of Materials, 5(3), pp. 564-585.

Wickland, B.E. 2006. Volume change and permeability of mixtures of waste rock and fine tailings. Ph.D Thesis. University of British Columbia. 349 pages.

Williams, D. J., Wilson, G. W. et Panidis, C. 2003. Waste Rock and Tailings Mixtures as a Possible Seal for Potentially Acid Forming Waste Rock. IN: Proceedings of 6th International Conference on Acid Rock Drainage, "Application of Sustainability of Technologies", Cairns, Queensland, Australia, pp. 427-436.

Williamson, M., Rimstidt, J.D., 1994. The kinetics and electrochemical rate-determining step of aqueous pyrite oxidation. Geochim. Cosmochim. Acta 58, pp. 5443– 5454.

Wilson, G. W., Newman, L. L. et Ferguson, K. D. 2000. The Co-Disposal of Waste Rock and Tailings. IN: Fifth International Conference on Acid Rock Drainage, Denver, Colorado, USA, (2) pp. 789-796.

Wilson, G.W. 2001. Co-disposal of Tailings and Waste Rock. Geotechnical news, 19(2), pp. 44-49.

Wilson, G. W., Plewes, H. D., Williams, D., et Robertson, J. 2003. Concepts for Co-Mixing of Tailings and Waste Rock. IN: Proceedings of 6th International Conference on Acid Rock Drainage, "Application of Sustainability of Technologies", Cairns, Queensland, Australia, pp. 437-444.

Wu, C. 1995. Fault Tree Analysis of Spontaneous Combustion of Sulphide Ores and its Risk Assessment. Journal of Central South University of Technology 2, pp.77-80.

Wu, C. et Li, Z. 2005. A simple method for predicting the spontaneous combustion potential of sulphide ores at ambient temperature. Mining Technology (Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy Section A) 114, A125–A128.

Xu, R. 2000. Particle characterization: light scattering methods. Kluwer Academic.

Yakhontova, L.K., Nesterovich, L.G., et Grudev, A.P., 1983. New data on natural oxidation of pyrrhotite. Vestnik Moskovskogo Universiteta Geologiya 38, pp. 41–44.

Yanful, E. K. 1993. Oxygen Diffusion through Soil Covers on Sulphidic Mine Tailings. Journal of Geotechnical Engineering-Asce, 119(8), pp. 1207-1228.

Yanful, E.K., Simms, P.H., and Payant, S.C. 1999. Soil covers for controlling acid generation in mine tailings: a laboratory evaluation of the physics and geochemistry. Water, Air, and Soil Pollution, 114, pp. 347-375.

Yang, Q., et Zhang, S. 2004. Self-desiccation mechanism of high-performance concrete. Journal of Zhejiang University SCIENCE. 5(12), pp. 1517-1523.

Yang, H., Rahardjo, H., Wibawa, B., et Leong, E-C. 2004. A soil column apparatus for laboratory infiltration study. Geotechnical Testing Journal, 27(4), pp. 347-355.

Yang, F., Wu, C. et Li, Z. 2011. Investigation of the propensity of sulfide concentrates to spontaneous combustion in storage. Journal of Loss Prevention in the Process Industries, 24(2), pp. 131–137.

Yilmaz, E., Belem, T., Benzaazoua, M. et Bussière, B. 2008. Experimental study of hydromechanical and geochemical properties of cemented paste backfill from a design point of view. Tailings and Mine Waste'08, 18-23 October 2008, Vail, Colorado. Balkema, pp. 139-152.

Yilmaz, E., Benzaazoua, M., Belem, T. et Bussière, B. 2009. Effect of curing under pressure on compressive strength development of cemented paste backfill. Minerals Engineering (doi 10.1016/j.mineng.2009.02.002) 22(9-10), pp. 772-785.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Yilmaz, E. 2010. Investigating the hydrogeotechnical and microstructural properties of cemented paste backfill using the cuaps apparatus. In: Ph.D. Dissertation, University of Quebec at Abitibi-Temiscamingue (UQAT), Rouyn-Noranda, Quebec, Canada, 432 pages.

Young, D.F. 1967. Effect of time-dependent stenosis on flow through a tube. American Society of Mechanical Engineers, 67-WA/BHF-2, 7 p.Yu, A.B., et Zou, Z.P. 1997. Porosity calculation of particle mixtures: an overview, Proc. of the 1997 TMS Annual Meeting, Orlando, Florida, USA, Feb. 9–13., Metals & Materials Society, Warrendale, PA, pp. 237–256.

Yu, A. B., Bridgwater, J., et Burbidge, A. 1997. On the modelling of the packing of fine particles. Powder Technology, 92, pp. 185-194.

Yuster, S.T. 1951. Theoritical consideration of multiphase flow in idealized capillary systems, Proceedings of 3rd World Pet. Congr., 2, pp. 437-445.

Zachmann, D.W., Duchateau, P.C., and Klute, A. 1981. The calibration of the Richards flow equation for a draining column by parameter identification. SSSA Journal, 45, pp. 1012-1015.

Zapletal, K. 1969. Introduction to the Rietveld method. In RA Young (ed.) The Rietveld Method. pp. 1-38 (Oxford University Press : New York).

Zhang, Y.L. et Evangelou, V.P. 1996. Influence of iron oxide forming conditions on pyrite oxidation, Soil Science, 161, pp. 852-864.

Zhang, Z.F., Ward, A.L. et Keller, J.M. 2011. Determining the Porosity and Saturated Hydraulic Conductivity of Binary Mixtures. Vadose Zone Journal (2011), 10(1), Publisher: Soil Sci Soc America, p. 313.

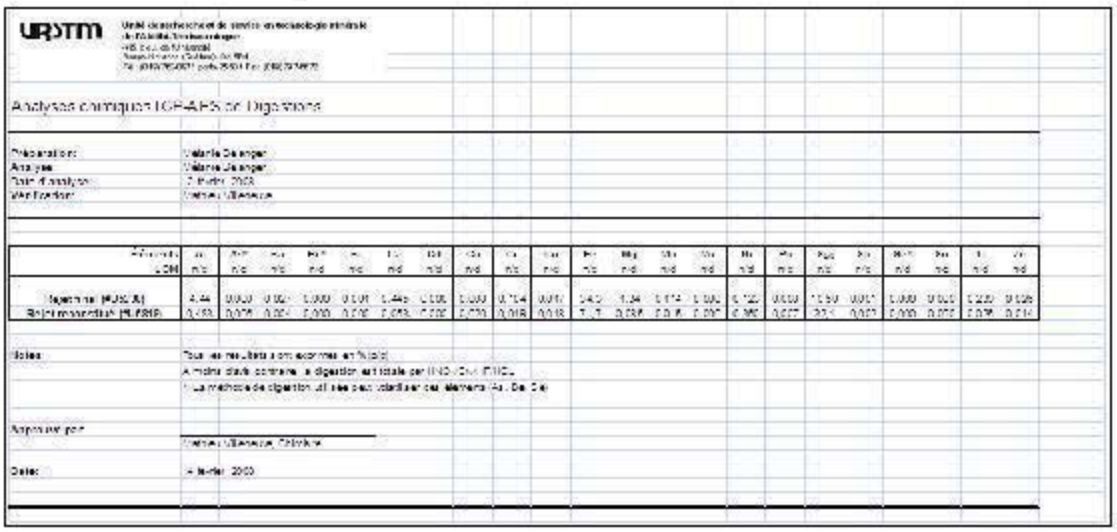
Zur, B. 1966. Osmotic control the matric soil water potential. Soil Sci 102, pp. 394–398.

APPENDICE A

CERTIFICATS D'ANALYSE – COMPOSANTES DES REMBLAIS

ANALYSES CHIMIQUES ICP-AES

Rejets final et reconstitué



URSTM

Analyses chimiques ICP-AES de Digestions

Préparation : Valérie Deneger
Analyse : Valérie Deneger
Date d'analyse : 7 février 2008
Vérification : Valérie Deneger

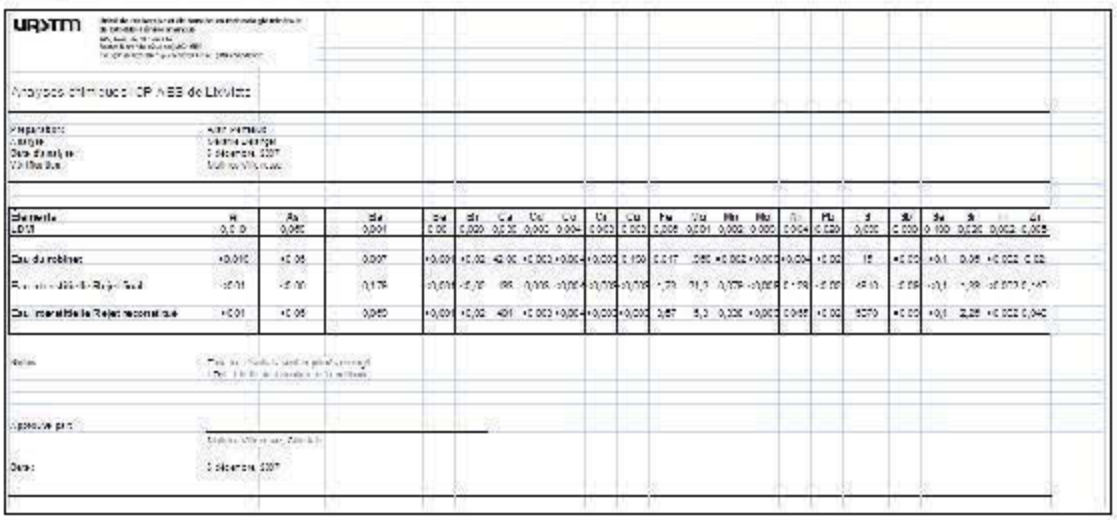
Eléments	Al	Ba	Ca	Fe	K	Li	Mg	Mn	Na	Ni	Pb	Rb	Sr	Ti	Zn
LQM	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Ingestion (RUSTA)	4,44	0,003	0,182	0,000	0,101	0,44µ	0,105	0,000	0,154	0,001	24,0	0,04	0,174	0,000	0,150	0,001	0,000	0,000	0,220	0,126
Rejet reconstitué (RUSTA)	0,183	0,078	0,004	0,000	0,216	0,013	0,000	0,018	7,7	0,038	0,0 A	0,007	0,382	0,017	0,1	0,001	0,000	0,002	0,018	0,010

Notes : Tous les résultats sont exprimés en %(p/p)
A moins d'avis contraire, la digestion est totale par (HNO3 Ova, FHCl)
* La méthode de digestion utilisée pour doser ces éléments (Al, Ba, Ca)

Approuvé par : Valérie Deneger, Chimiste

Date : 4 février 2008

Eaux



URSTM

Analyses chimiques ICP-AES de Lixiviats

Préparation : Valérie Deneger
Analyse : Valérie Deneger
Date d'analyse : 5 décembre 2007
Vérification : Valérie Deneger

Eléments	H	As	Bi	Cd	Co	Cr	Cu	Ga	Li	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Sn	Tl	V	Zn
LQM	0,0 0	0,005	0,001	0,00	0,000	0,000	0,000	0,004	0,003	0,003	0,005	0,001	0,000	0,000	0,004	0,004	0,020	0,000	0,100	0,020	0,002	0,005
Eau du robinet	+0,010	+0,05	0,007	+0,00	+0,02	42,00	+0,003	+0,00	+0,002	0,159	0,017	0,05	+0,002	+0,003	+0,004	+0,00	15	+0,00	+0,1	0,05	+0,002	0,02
Rejet reconstitué - Rejet final	+0,01	+0,05	0,178	+0,00	+0,02	68	0,016	+0,00	+0,178	+0,178	1,73	71,1	0,178	+0,005	0,178	+0,00	49,0	+0,00	+0,1	1,39	+0,002	0,147
Eau reconstituée Rejet reconstitué	+0,01	+0,05	0,045	+0,00	+0,02	401	+0,003	+0,00	+0,045	+0,045	3,87	5,3	0,226	+0,005	0,045	+0,00	5570	+0,00	+0,1	2,28	+0,002	0,042

Notes : Tous les résultats sont exprimés en mg/l
Pour les éléments dont la concentration est inférieure à la limite de quantification, la valeur de la limite de quantification est utilisée pour les calculs

Approuvé par : Valérie Deneger, Chimiste

Date : 5 décembre 2007

Eaux de drainage remblai hydraulique non sulfureux

Analyses chimiques ICP-AES de Lixiviats

Préparation: Jovette Godbout
Analyse: Mélanie Bélanger
Date d'analyse: 2 mai 2012
Vérification: Mathieu Villeneuve
Projet: PC-Jovette

Éléments	Al	As	Ba	Be	Bi	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Mo	Ni	Pb	S_{tot}	Sb	Se	Si	Ti	Zn
LDM	0,010	0,060	0,001	0,001	0,020	0,030	0,003	0,004	0,003	0,003	0,006	0,001	0,002	0,009	0,004	0,020	0,090	0,090	0,100	0,020	0,002	0,005
RH sans liant (U21591)	<0,01	1,20	<0,001	<0,001	0,592	649	0,131	<0,004	<0,003	<0,003	<0,006	40,7	0,042	<0,009	<0,004	<0,02	602	5,70	0,792	89,7	0,006	<0,005
RH avec liant (U21592)	<0,01	0,695	0,157	<0,001	2,05	902	0,103	0,315	0,502	<0,003	<0,006	<0,001	<0,002	<0,009	0,186	0,793	489	4,93	4,94	64,3	<0,002	<0,005

Notes: Tous les résultats sont exprimés en mg/L
LDM : Limite de détection de la méthode

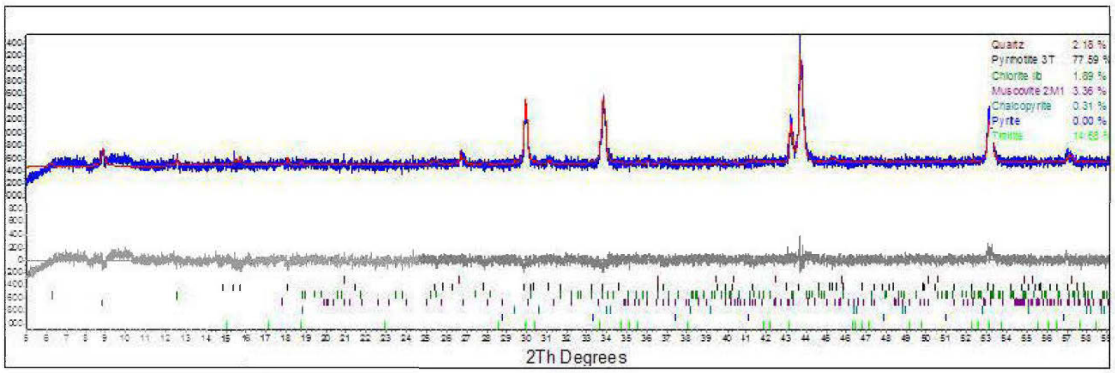
Approuvé par: _____
Mathieu Villeneuve, Chimiste

Date: 11 mai 2012

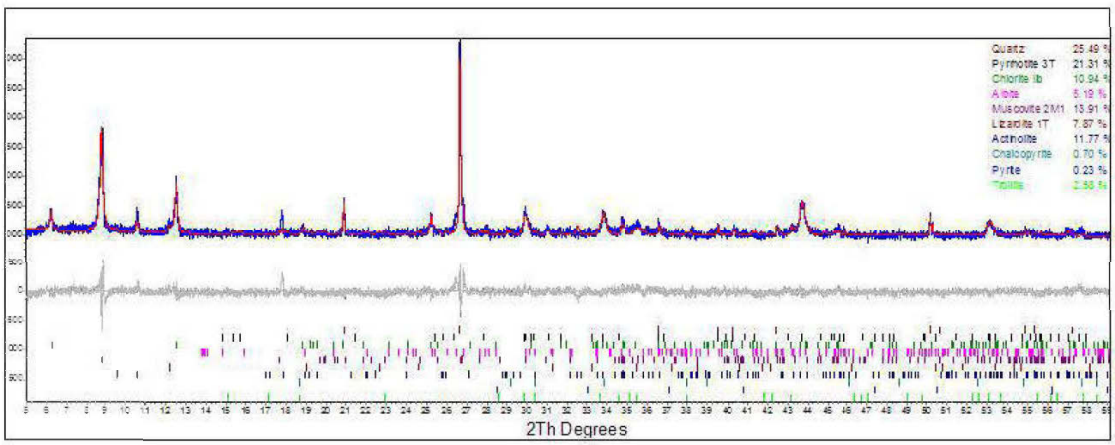
Rapport-Gratuit.com

DIFFRACTOGRAMMES

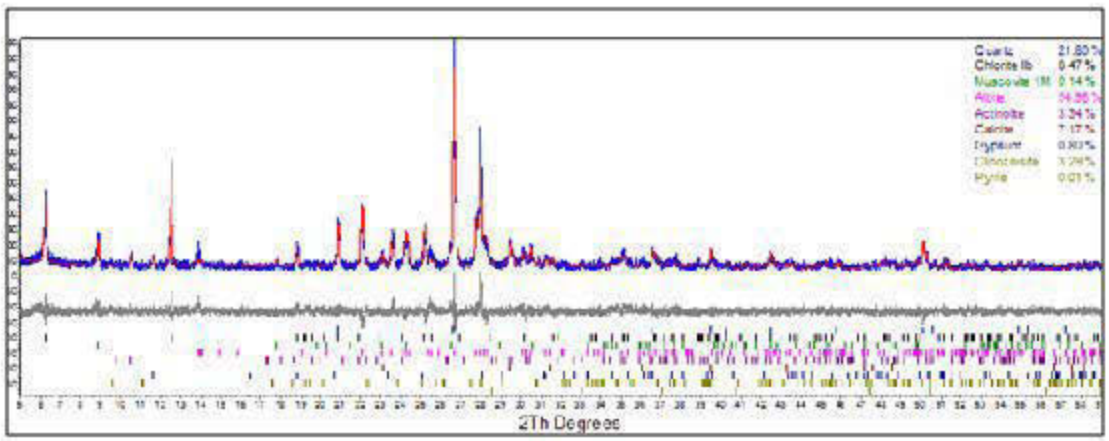
Rejet reconstitué



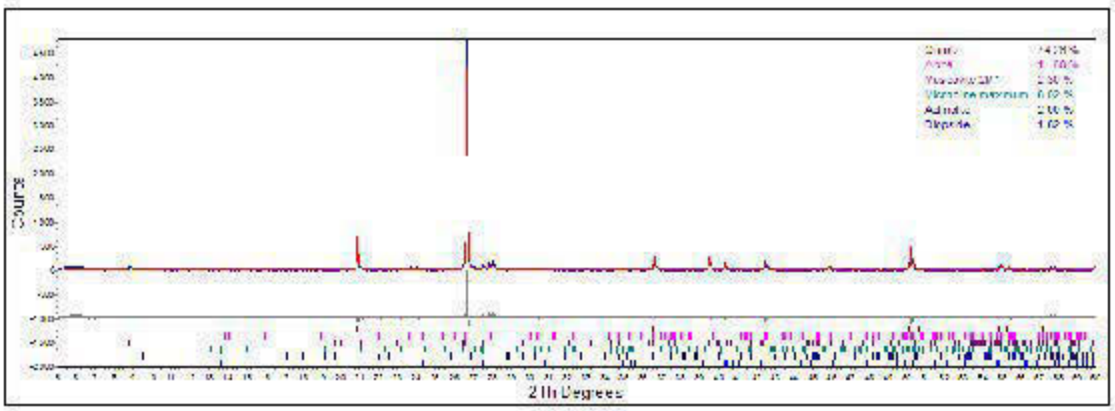
Rejet final



Rejet neutre (Goldex)



Sable

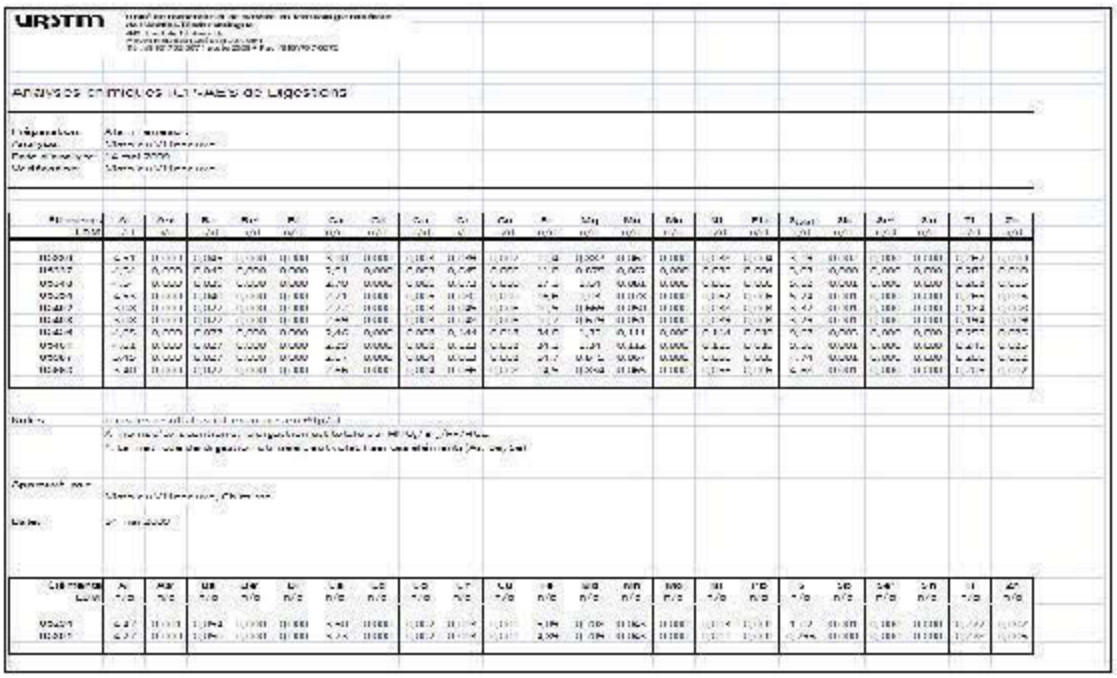


Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

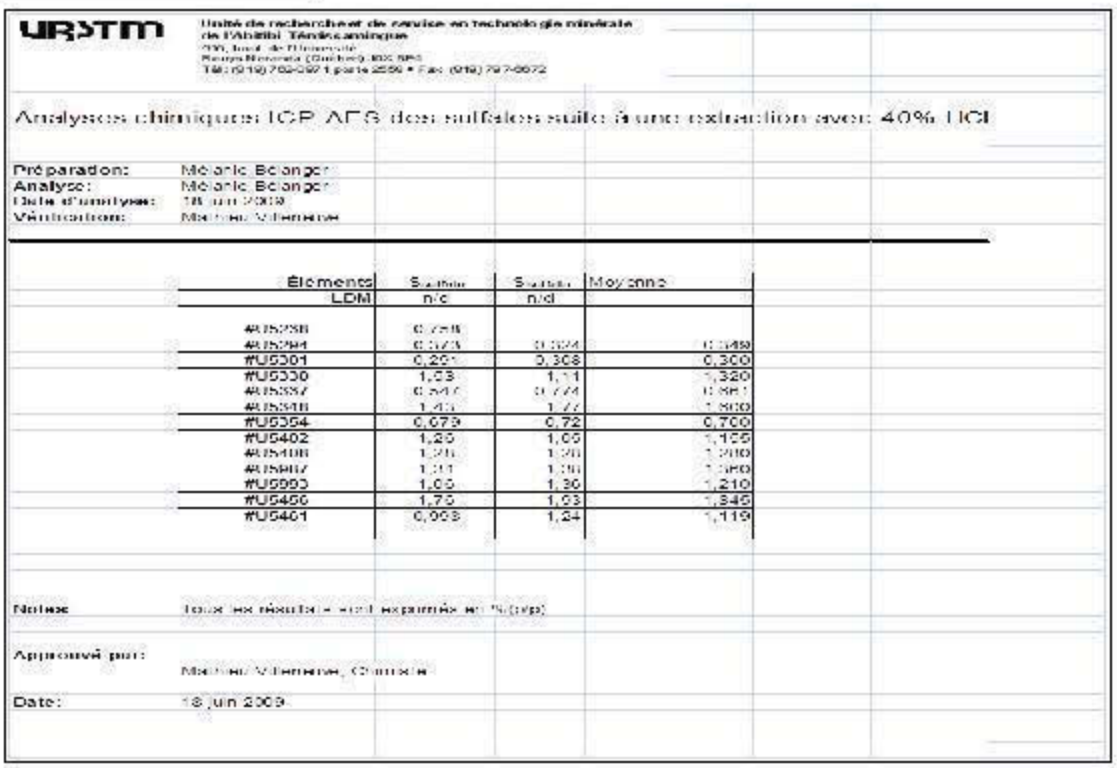
APPENDICE B

CERTIFICATS D'ANALYSES POST-ESSAIS

ANALYSES CHIMIQUES ICP-AES



Quantification des sulfates



Analyses chimiques ICP-AES des sulfates suite à une extraction avec 40% HCl

Préparation: Mélanie Bélanger
Analyse: Mélanie Bélanger
Date d'analyse: 18 juin 2009
Vérification: Mélanie Bélanger

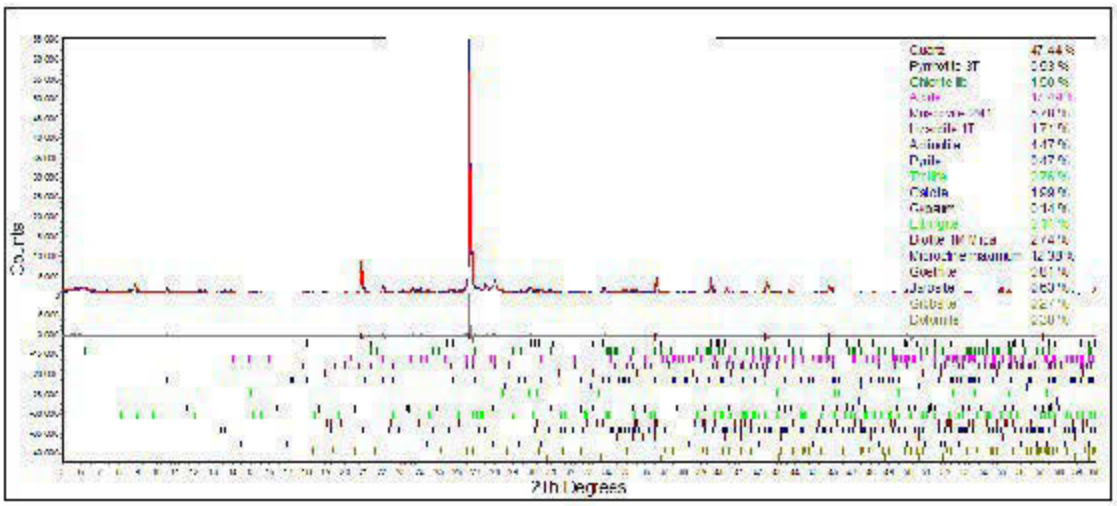
Éléments	Solution	Solution	Moyenne
LDM	n/c	n/d	
#US0258	0,2518		
#US0284	0,1478	0,1004	0,1450
#US0301	0,291	0,308	0,300
#US0330	1,03	1,11	1,320
#US0357	0,5410	0,774	0,981
#US0418	1,410	1,77	1,900
#US0354	0,679	0,72	0,700
#US0402	1,20	1,09	1,155
#US4108	1,210	1,210	1,2100
#US4817	1,311	1,191	1,1900
#US0993	1,09	1,30	1,210
#US0456	1,70	1,03	1,345
#US0401	0,909	1,24	1,119

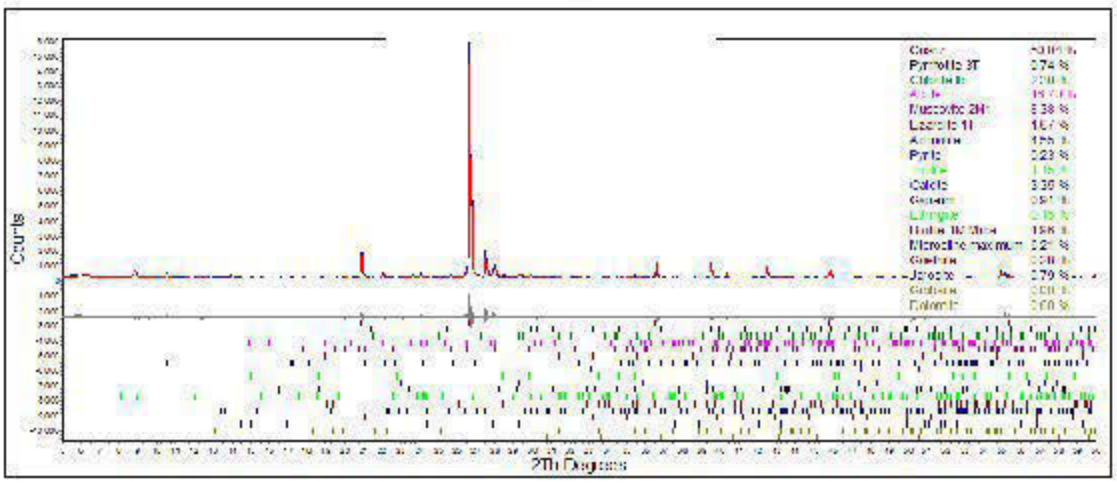
Notes: Tous les résultats sont exprimés en % (p/p)

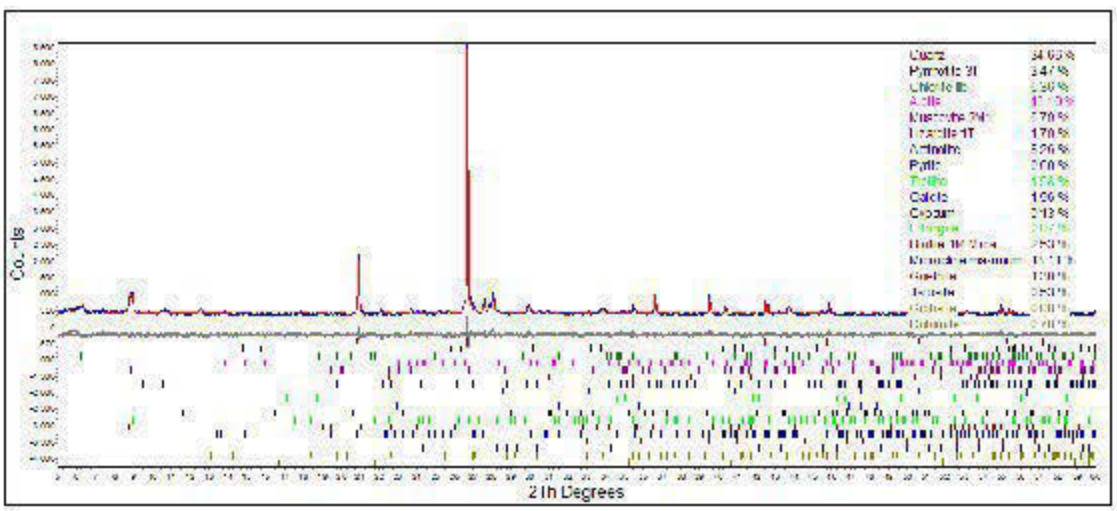
Approuvé par: Mélanie Bélanger, Chimiste

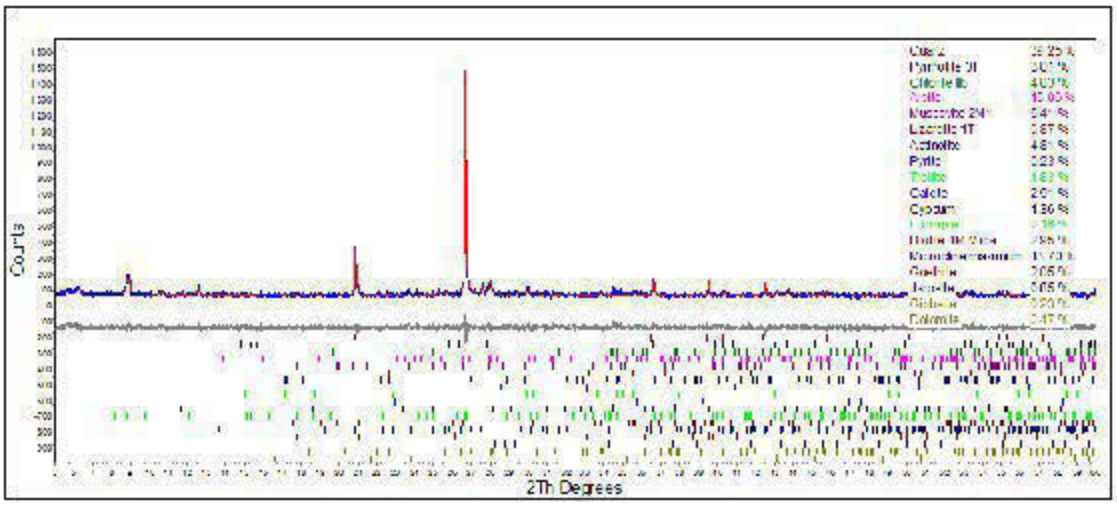
Date: 18 juin 2009

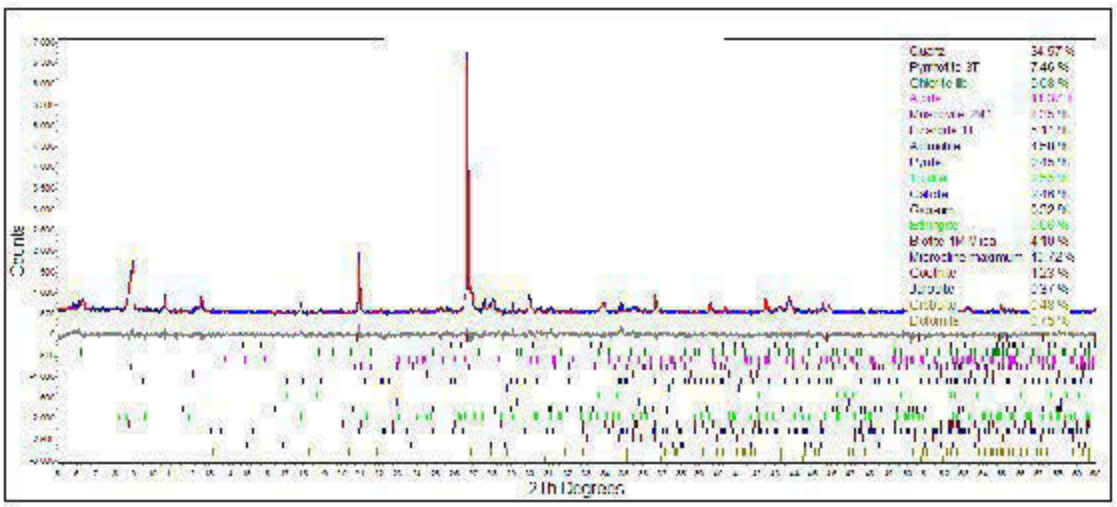
DIFFRACTOGRAMMES

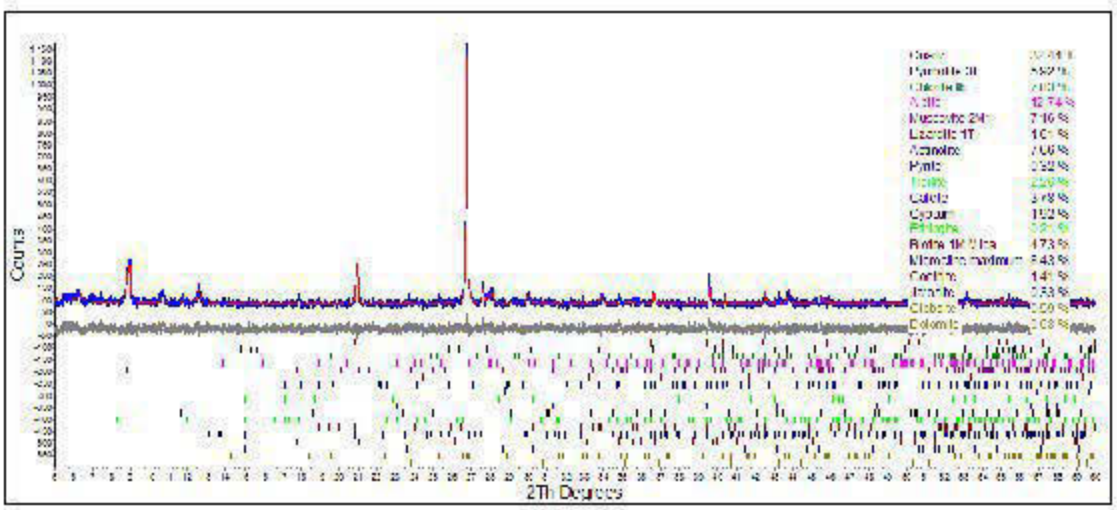


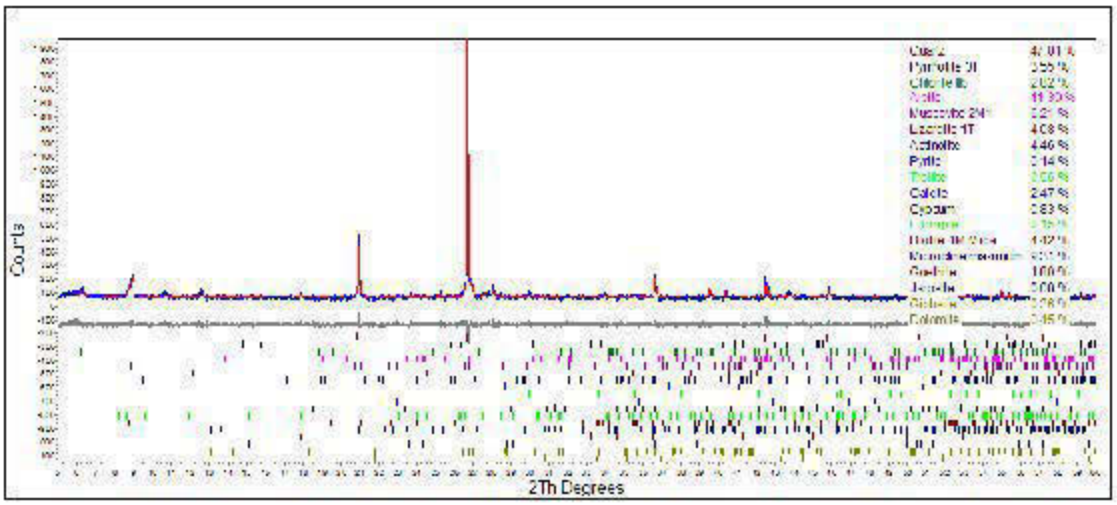


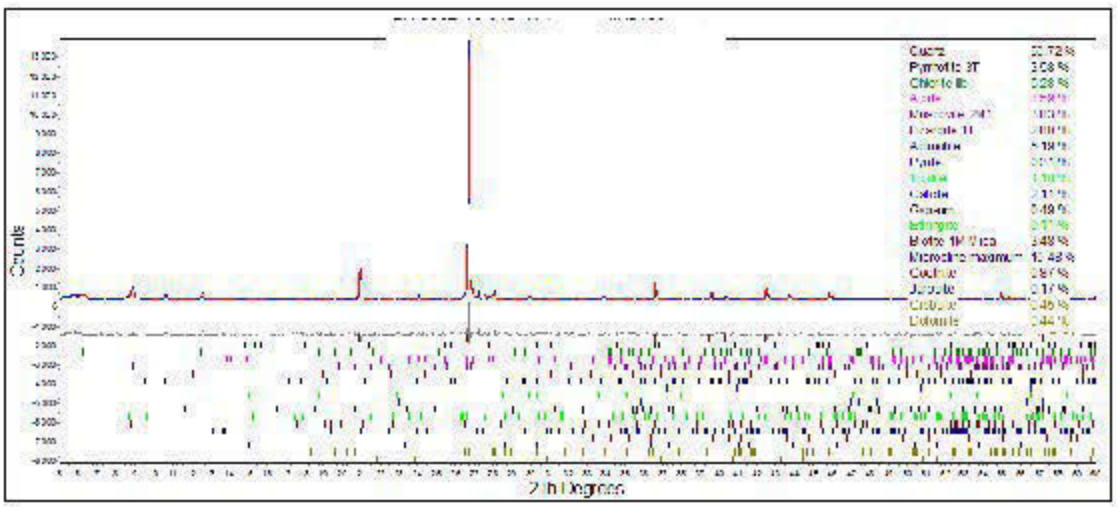


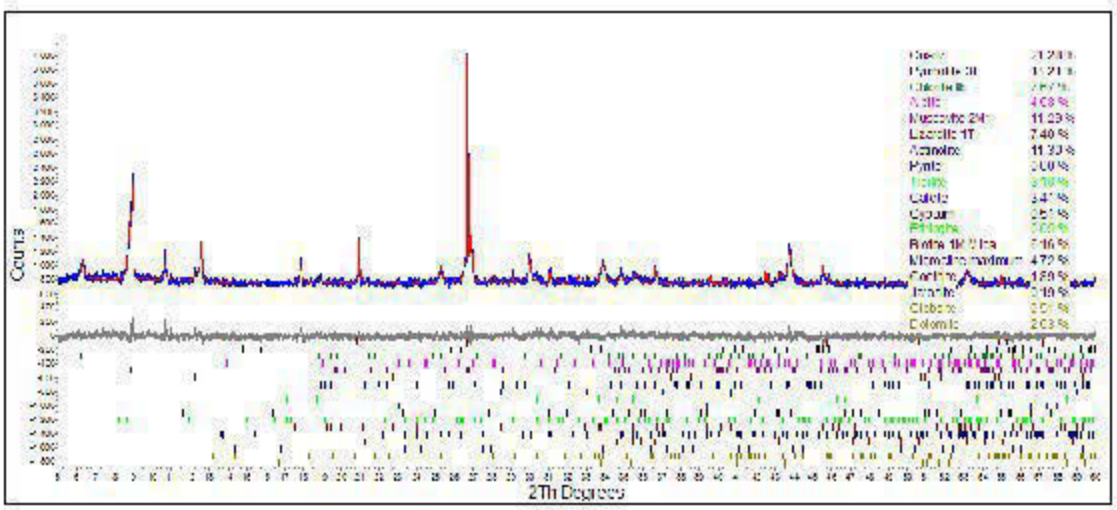

Counts
2Th Degrees

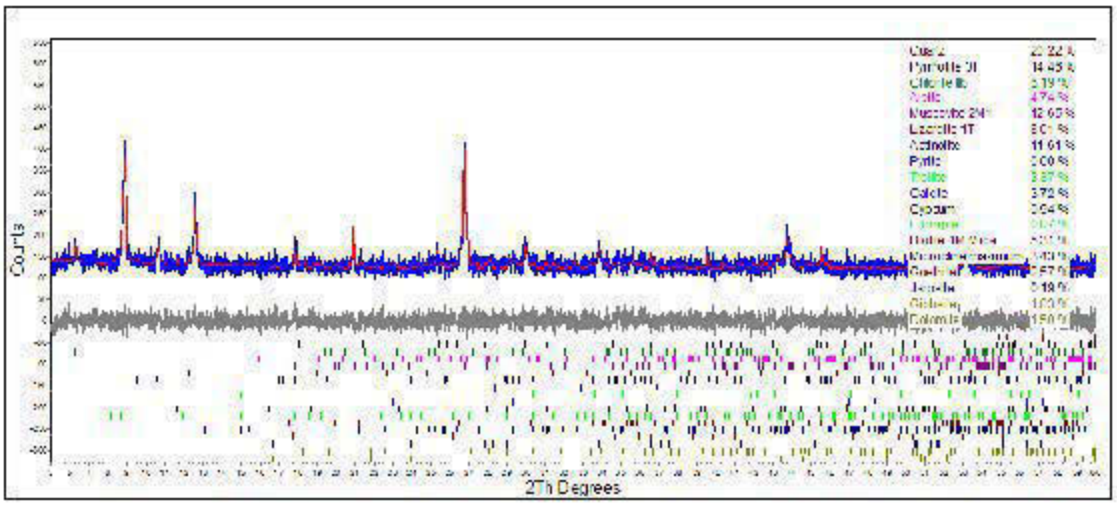

Counts
2Th Degrees

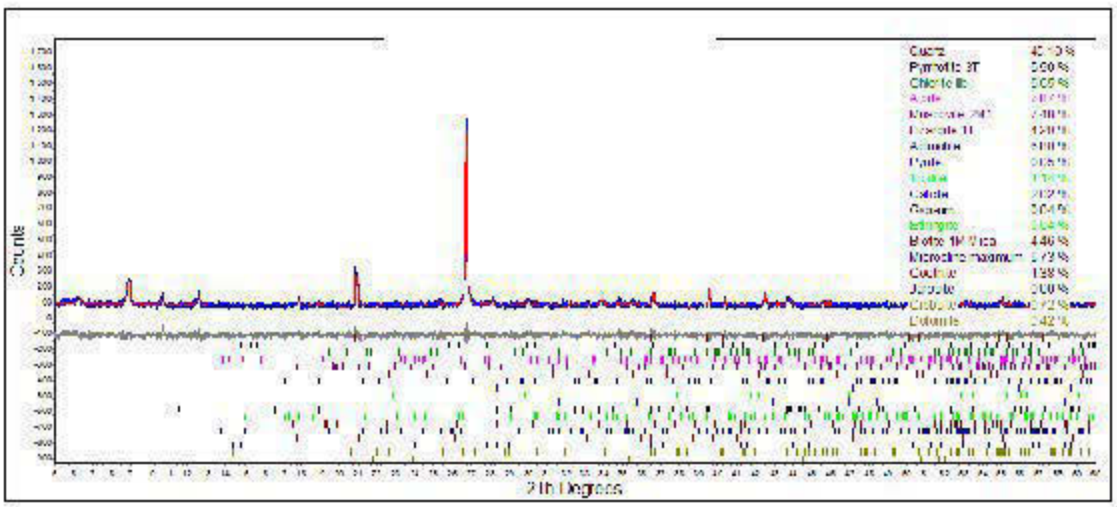

Counts
2Th Degrees

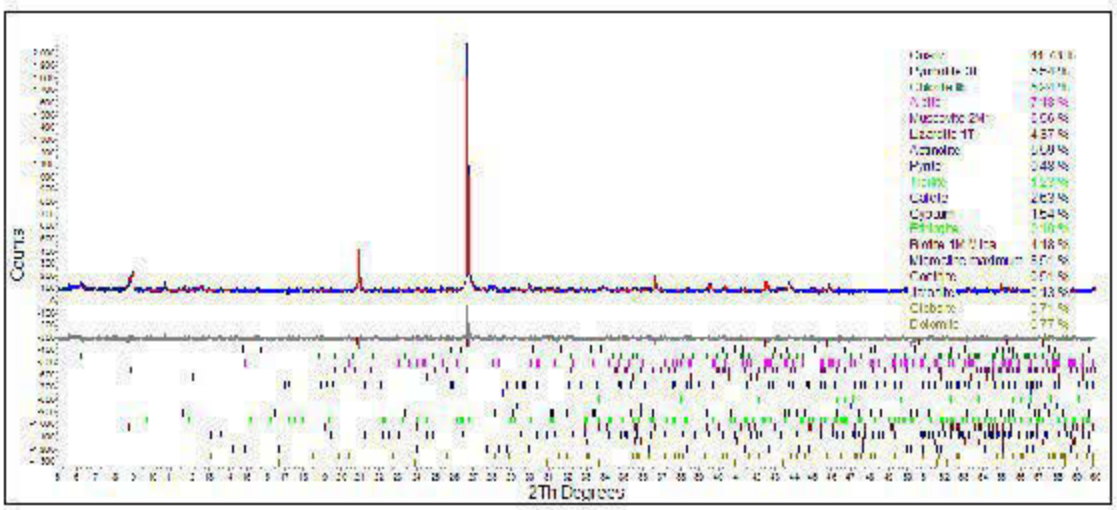

Counts
2Th Degrees


Counts
2Th Degrees

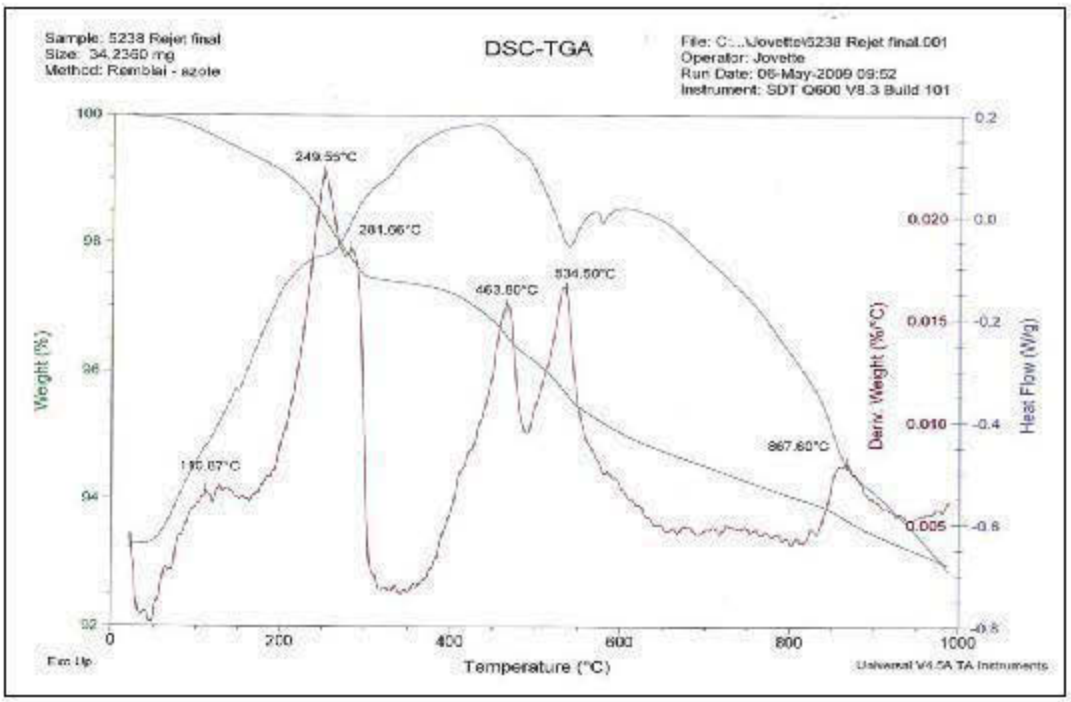

Counts
2Th Degrees

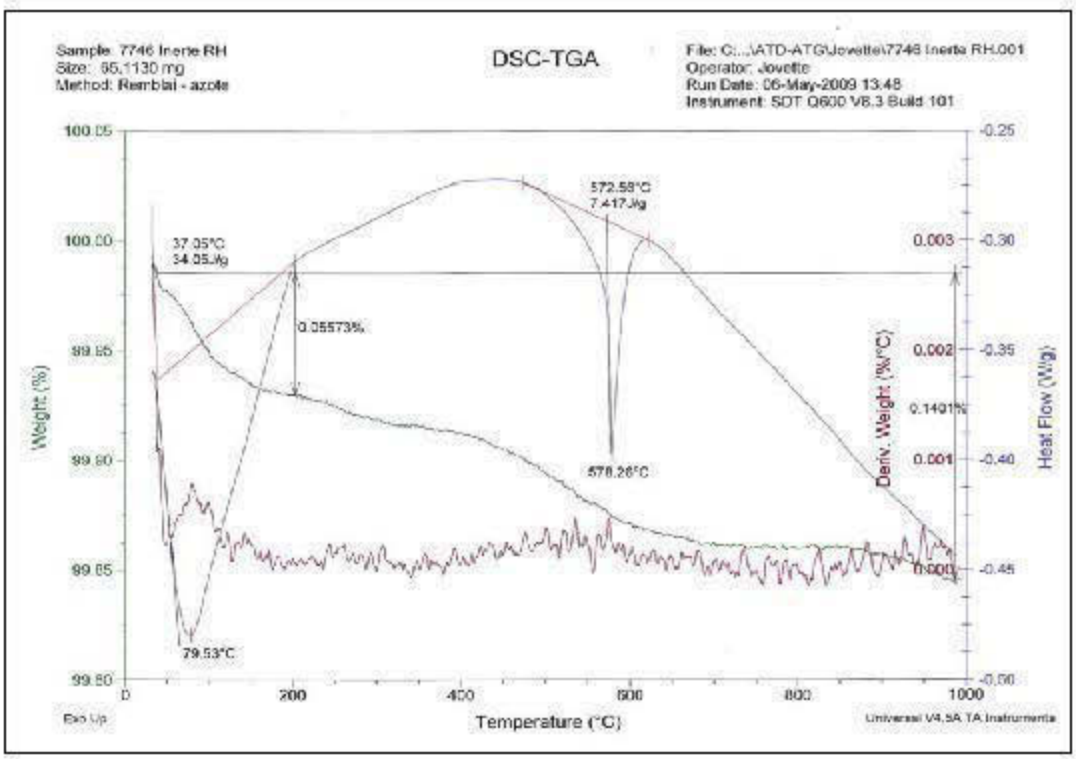

Counts
2Th Degrees


Counts
2Th Degrees

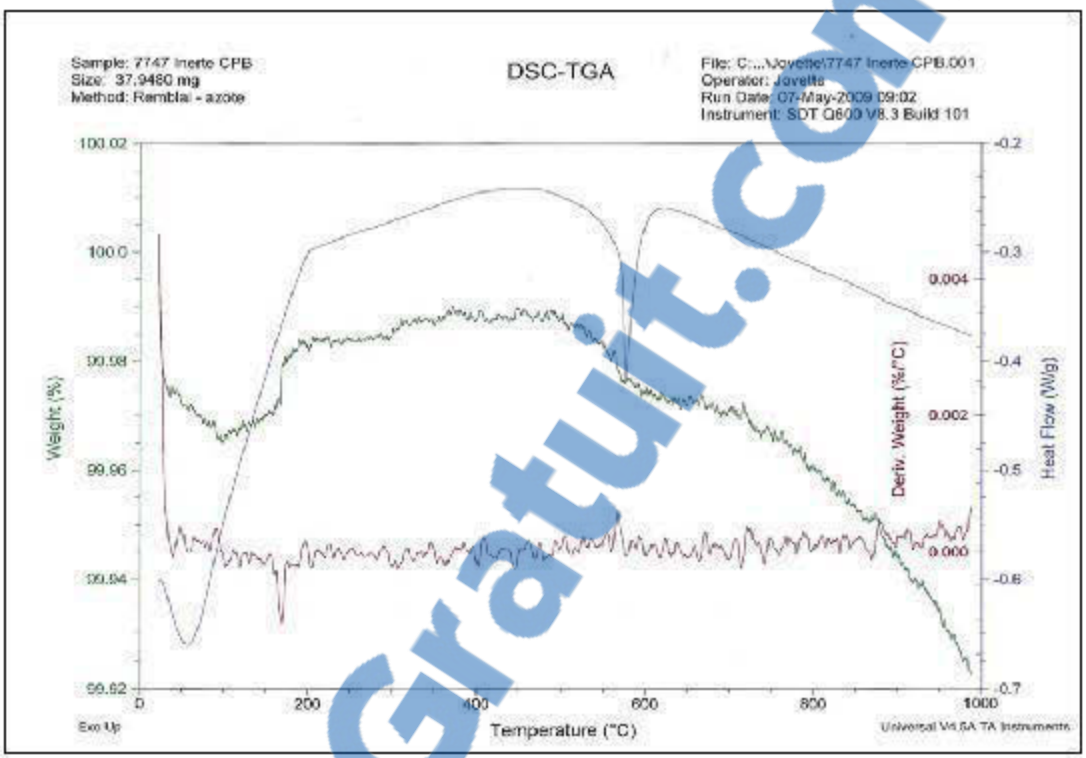

Counts
2Th Degrees

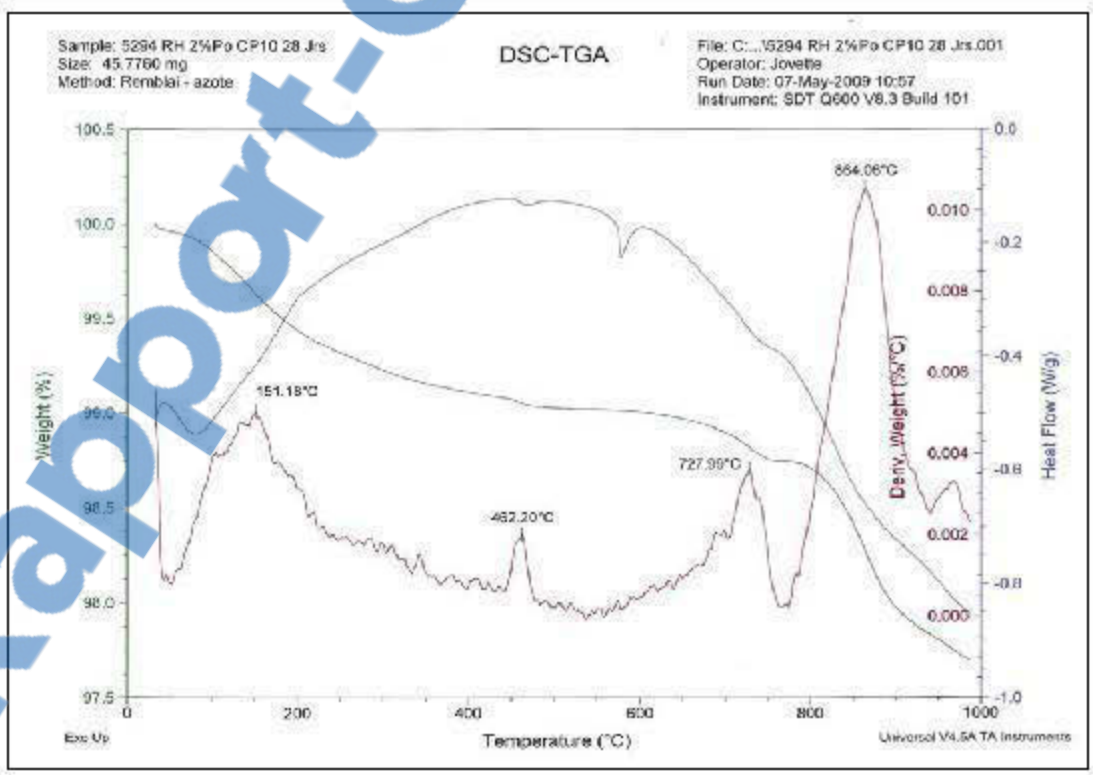
ANALYSES THERMOGRAVIMÉTRIQUES



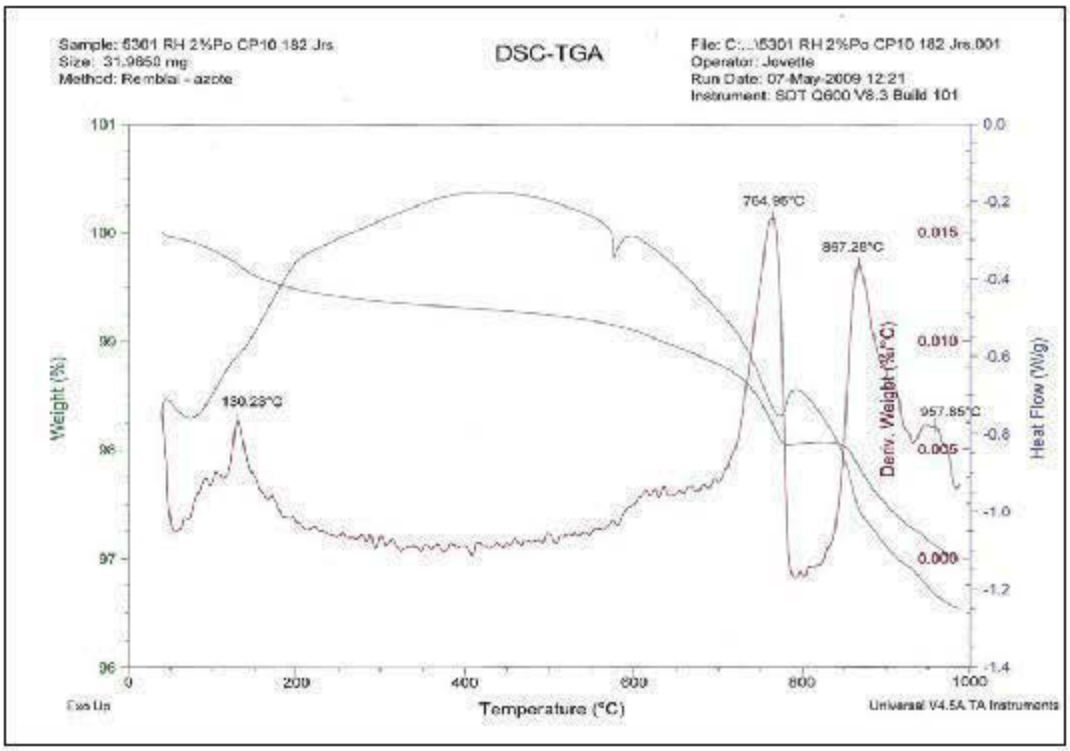


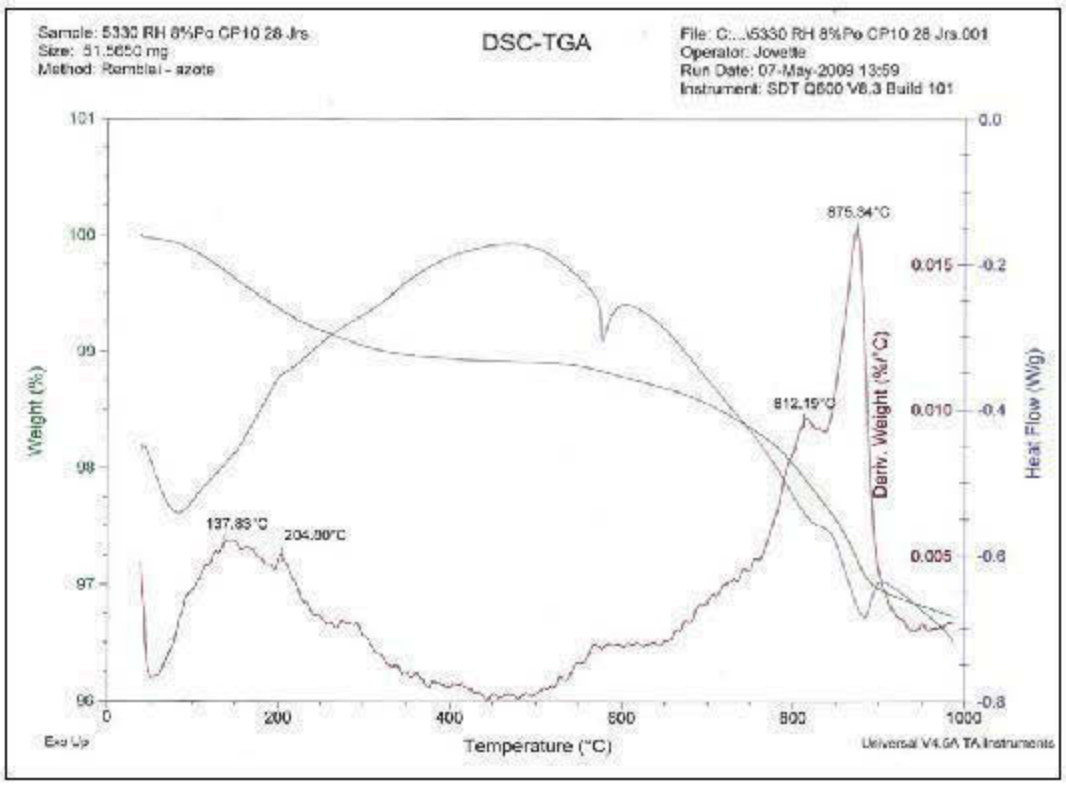
Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

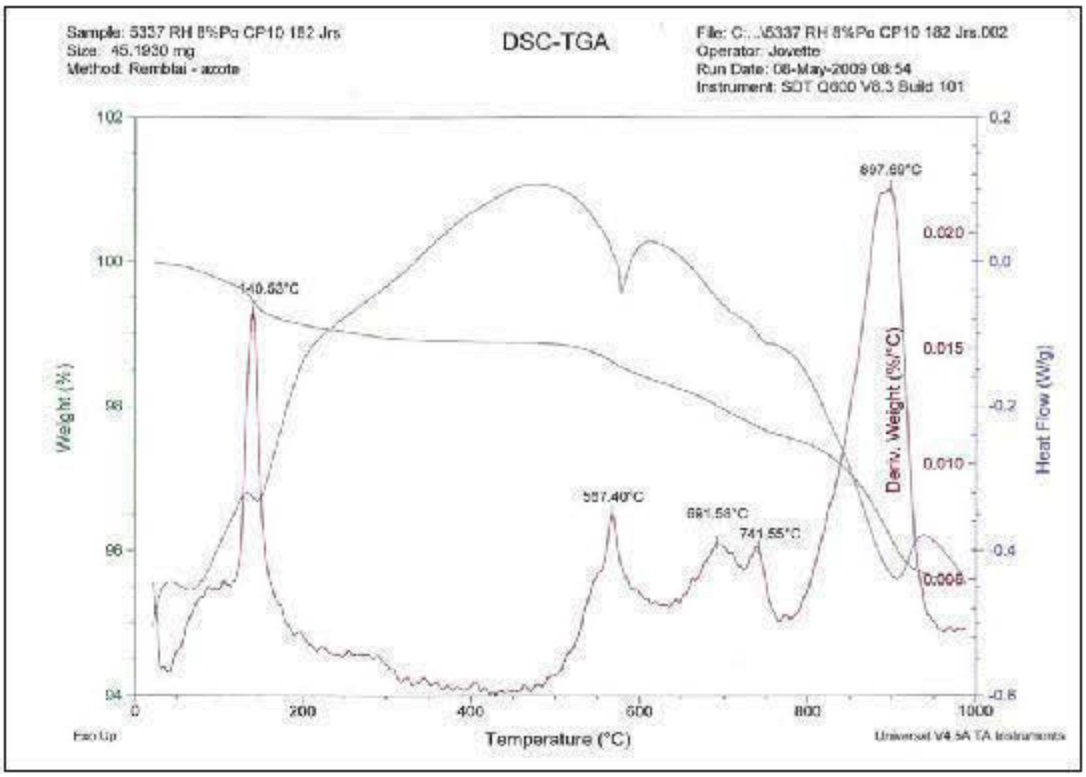


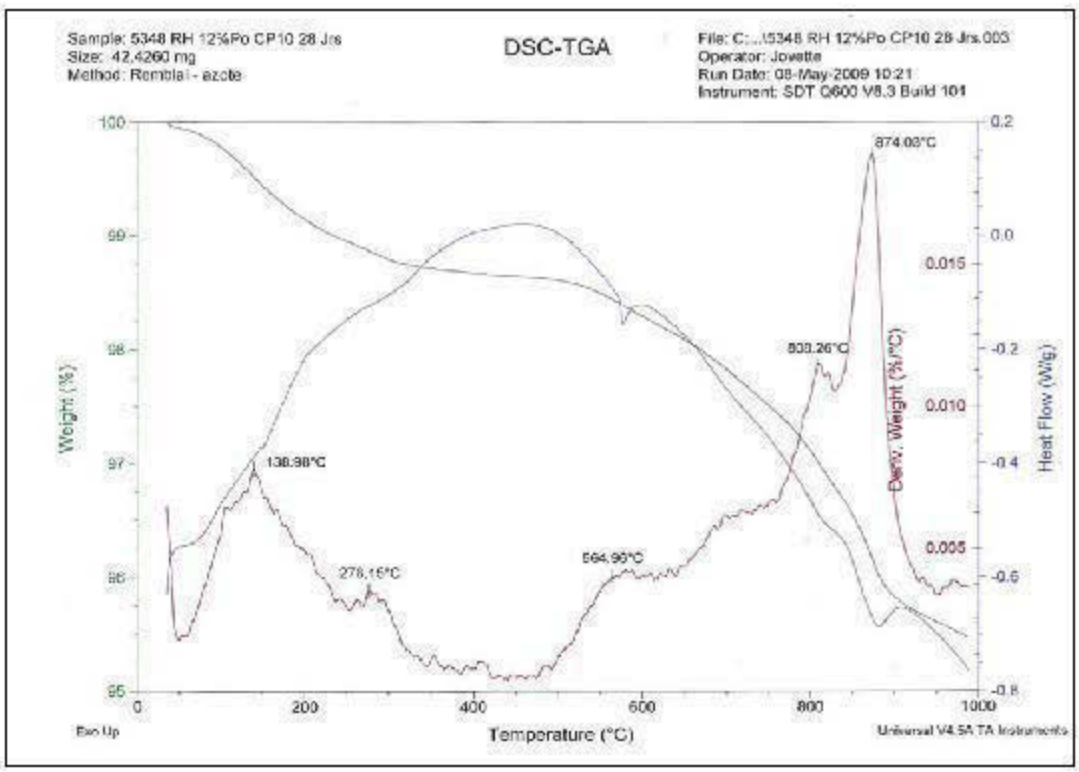


Rapport-Gratuit.com

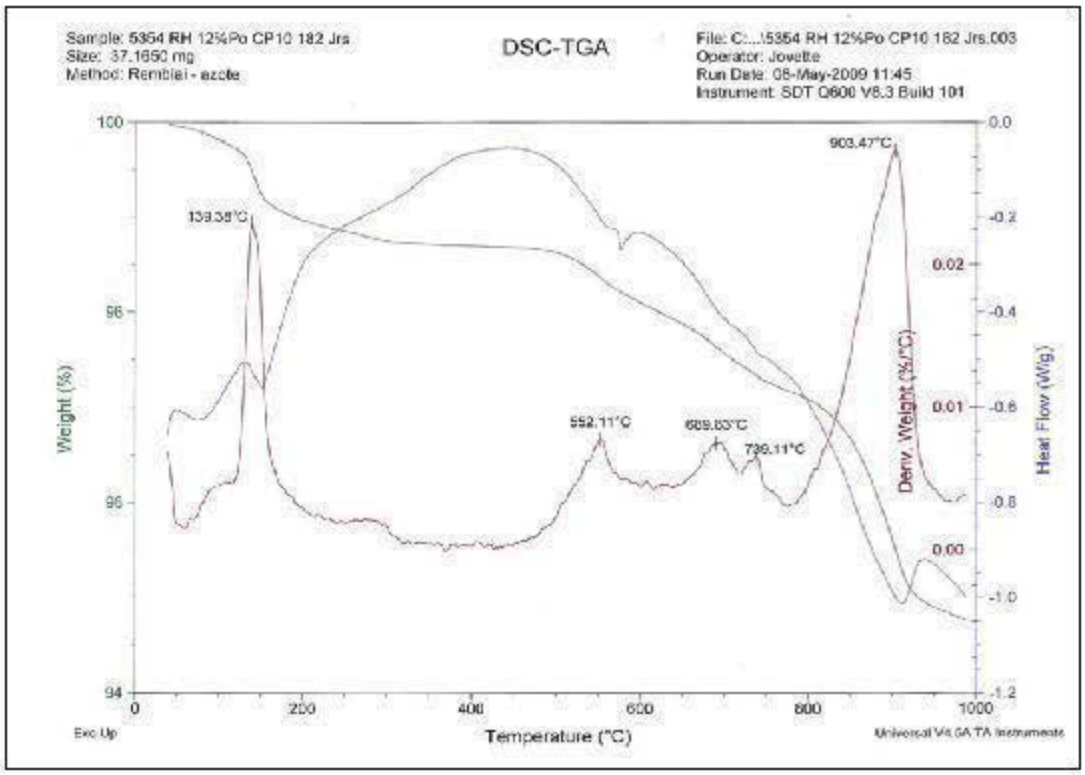

Sample: 5301 RH 2%Po CP10 182 Jrs
Size: 31.9850 mg
Method: Rembial - azote
DSC-TGA
File: C:...\5301 RH 2%Po CP10 182 Jrs.001
Operator: Jovette
Run Date: 07-May-2009 12:21
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
764.96°C
867.28°C
150.23°C
957.85°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments

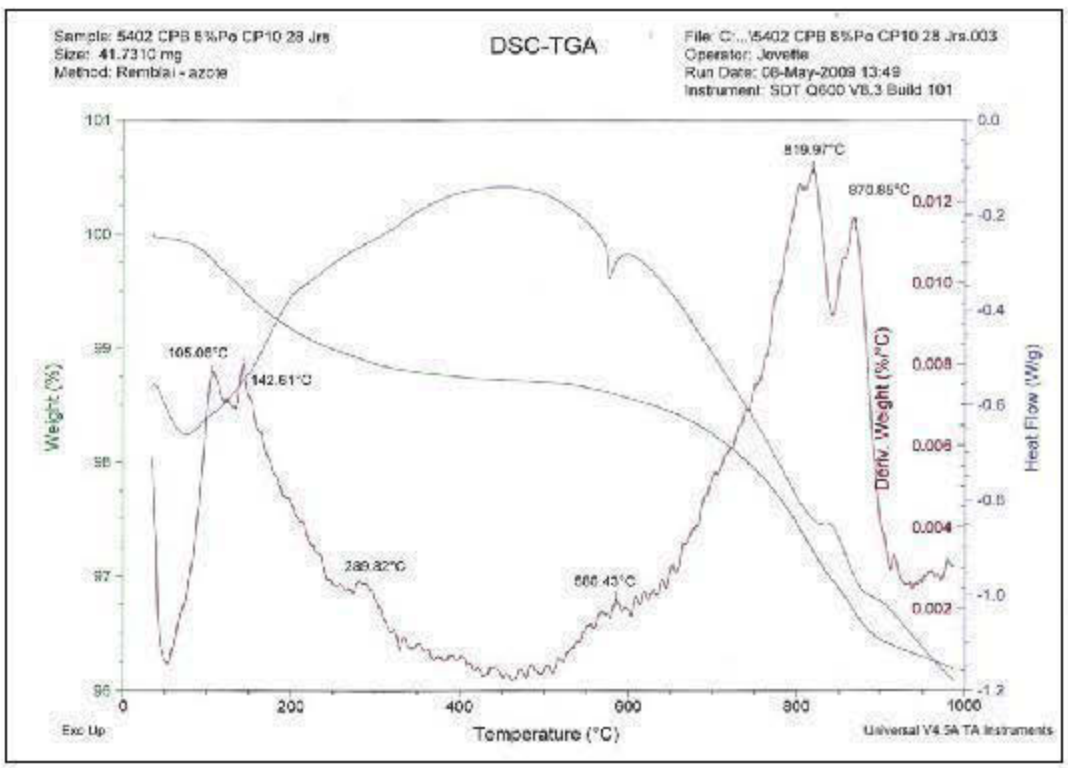

Sample: 5330 RH 8%Po CP10 28 Jrs
Size: 31.5650 mg
Method: Rembial - azote
DSC-TGA
File: C:...\5330 RH 8%Po CP10 28 Jrs.001
Operator: Jovette
Run Date: 07-May-2009 13:59
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
875.34°C
812.15°C
137.83°C
204.00°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments

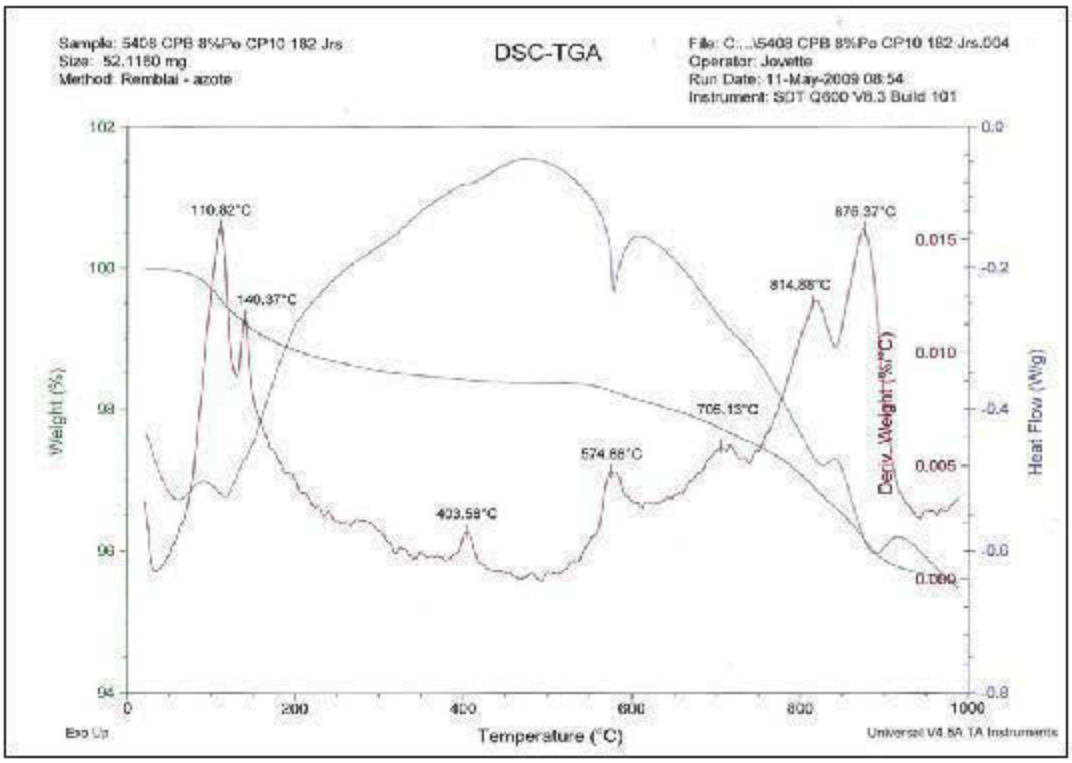


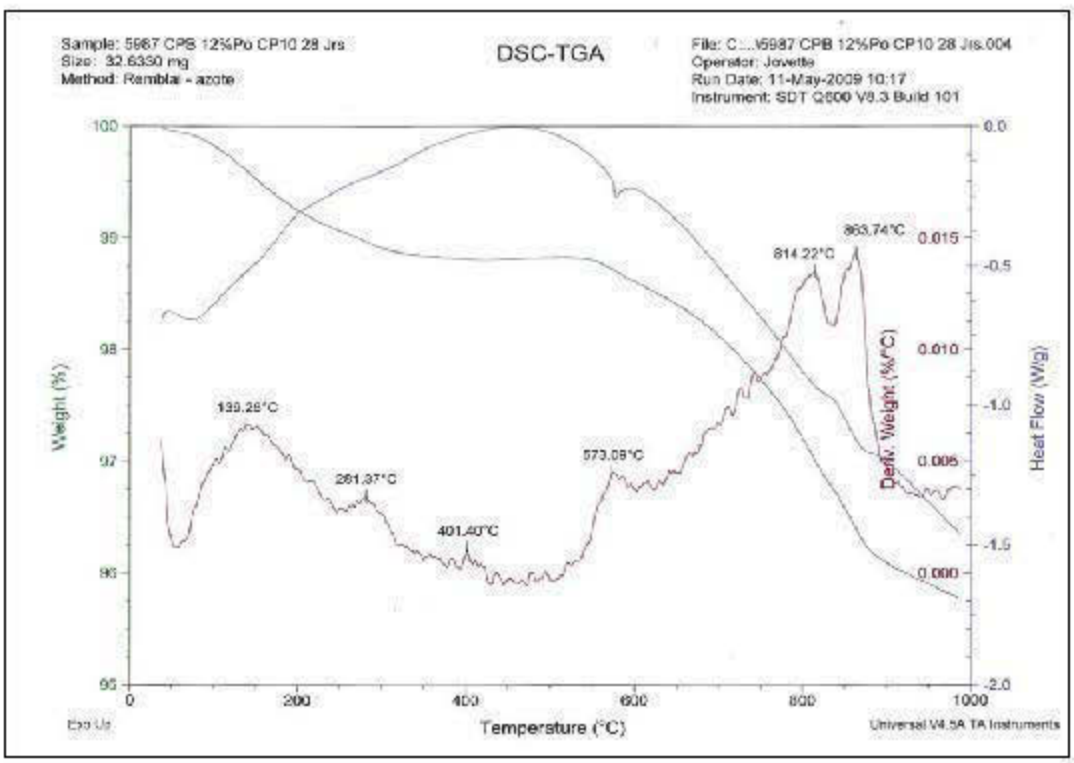


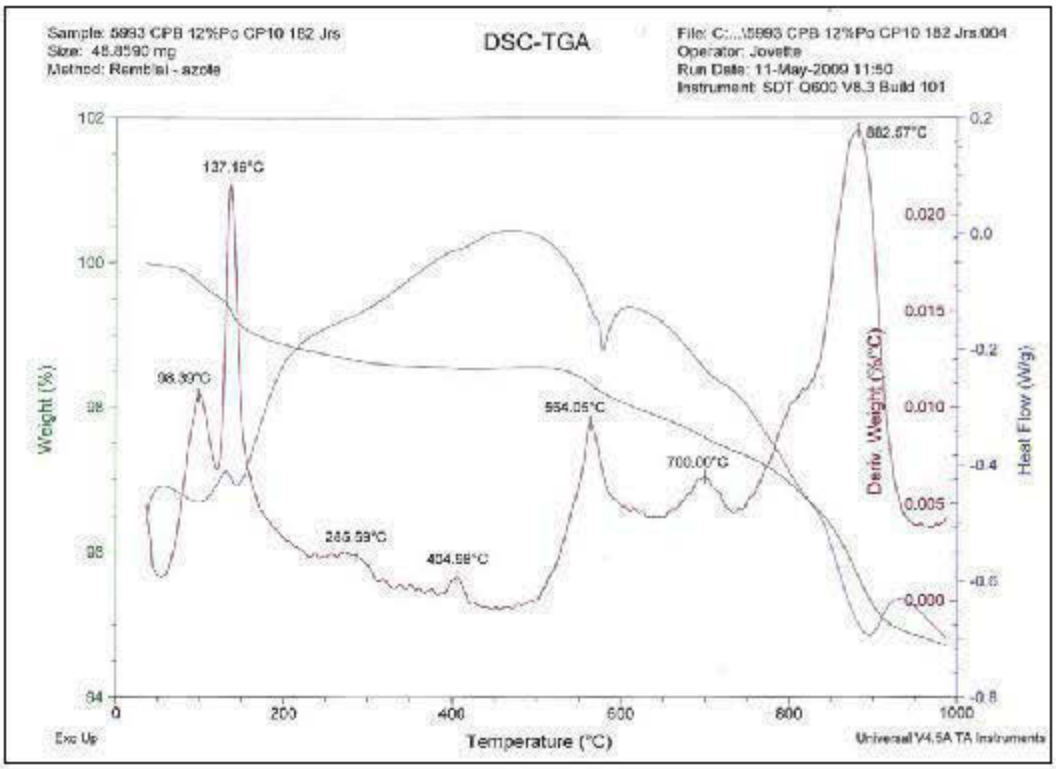
Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

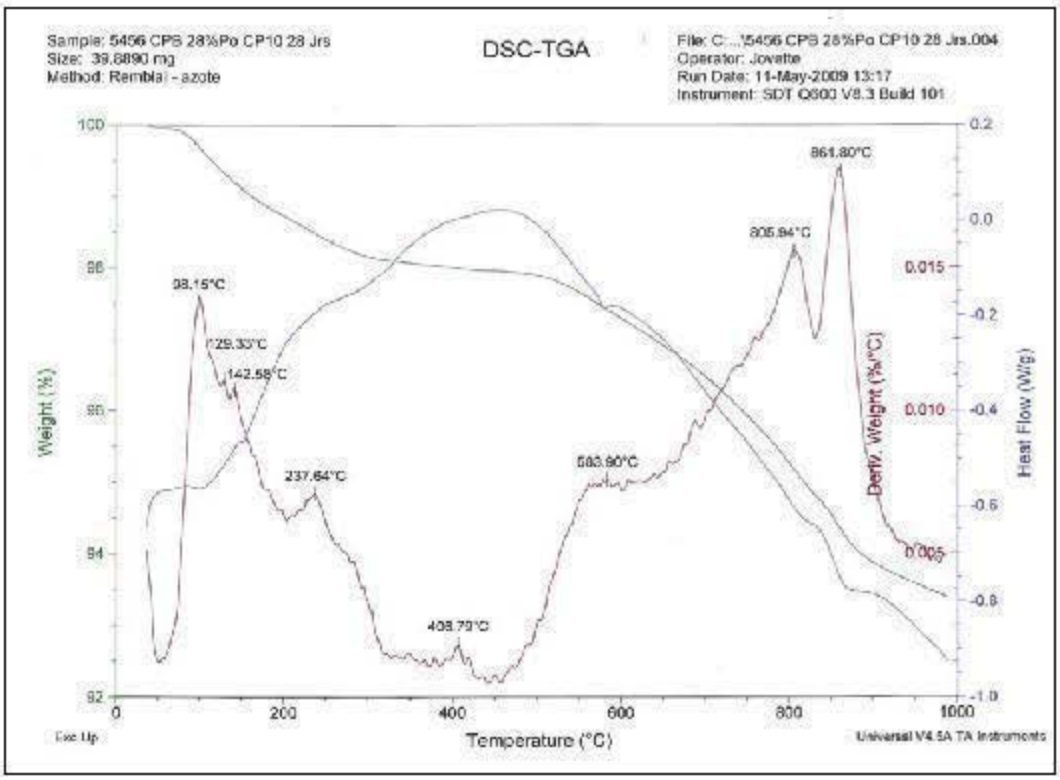

Sample: 5354 RH 12%Po CP10 182 Jrs
Size: 37.1650 mg
Method: Remblai - azote
DSC-TGA
File: C:...\5354 RH 12%Po CP10 182 Jrs.003
Operator: Jovette
Run Date: 08-May-2009 11:45
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
903.47°C
139.38°C
552.11°C
689.03°C
739.11°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments

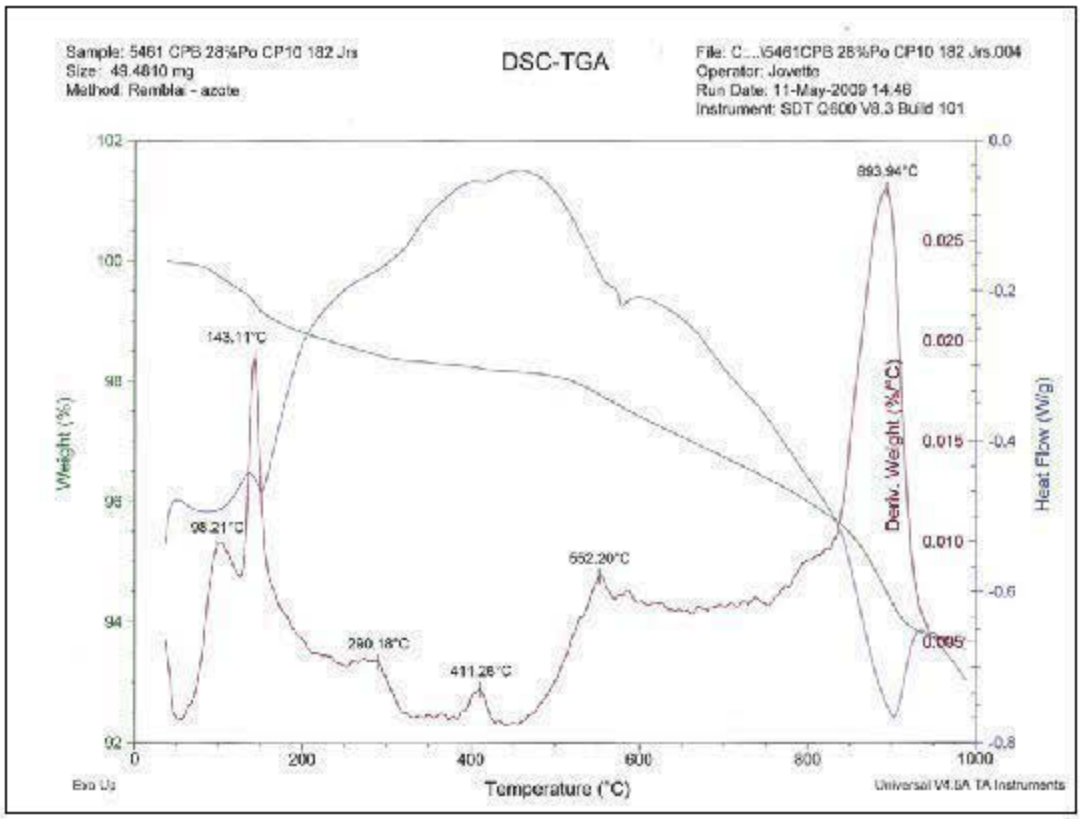

Sample: 5402 CPB 8%Po CP10 28 Jrs
Size: 41.7310 mg
Method: Remblai - azote
DSC-TGA
File: C:...\5402 CPB 8%Po CP10 28 Jrs.003
Operator: Jovette
Run Date: 08-May-2009 13:49
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
819.97°C
870.85°C
105.06°C
142.61°C
289.82°C
566.43°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments


Sample: 5408 CPB 8%Po CP10 182 Jrs
Size: 52.1180 mg
Method: Remblai - azote
DSC-TGA
File: C:...\5408 CPB 8%Po CP10 182 Jrs.004
Operator: Jovette
Run Date: 11-May-2009 08:54
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
110.82°C
140.37°C
403.58°C
574.88°C
705.13°C
814.88°C
876.37°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments


Sample: 5987 CPB 12%Po CP10 28 Jrs
Size: 32.6330 mg
Method: Remblai - azote
DSC-TGA
File: C:...\5987 CPB 12%Po CP10 28 Jrs.004
Operator: Jovette
Run Date: 11-May-2009 10:17
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
139.26°C
261.37°C
401.40°C
573.09°C
814.22°C
863.74°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments


Sample: 5993 CPB 12%Po CP10 182 Jrs
Size: 45.8590 mg
Method: Rembial - azote
DSC-TGA
File: C:...\5993 CPB 12%Po CP10 182 Jrs.004
Operator: Jovette
Run Date: 11-May-2009 11:50
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
137.16°C
882.67°C
98.30°C
554.05°C
700.00°C
265.59°C
404.58°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments


Sample: 5456 CPS 28%Po CP10 28 Jrs
Size: 39.6890 mg
Method: Rembial - azote
DSC-TGA
File: C:...\5456 CPS 28%Po CP10 28 Jrs.004
Operator: Jovette
Run Date: 11-May-2009 13:17
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
861.80°C
805.94°C
98.15°C
129.33°C
142.58°C
237.64°C
583.90°C
408.79°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments


Sample: 5461 CPB 28%Po CP10 182 Jrs
Size: 49.4610 mg
Method: Rambla - azote
DSC-TGA
File: C:...\5461CPB 28%Po CP10 182 Jrs.004
Operator: Jovette
Run Date: 11-May-2009 14:46
Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101
893.94°C
143.11°C
98.21°C
552.20°C
280.18°C
411.28°C
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Heat Flow (W/g)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments

APPENDICE C

ARTICLE DE CONFÉRENCE DE GODBOUT *et al.*, 2010