

UNIVERSITE DE LIEGE

FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES
Collège de Doctorat Architecture, Géologie et Construction



CARACTERISATION ENVIRONNEMENTALE DES REJETS MINERO-METALLURGIQUES DU COPPERBELT CONGOLAIS

Par :
Arthur KANIKI TSHAMALA

Thèse présentée pour l'obtention du grade de Docteur en Sciences de l'Ingénieur

Année Académique 2007-2008

Université
de Liège



Académie Universitaire
Wallonie-Europe

UNIVERSITE DE LIEGE

FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES
Collège de Doctorat Architecture, Géologie et Construction



CARACTERISATION ENVIRONNEMENTALE DES REJETS MINERO-METALLURGIQUES DU COPPERBELT CONGOLAIS

Par :
Arthur KANIKI TSHAMALA

Thèse présentée pour l'obtention du grade de Docteur en Sciences de l'Ingénieur

Soutenue le 11 décembre 2008 devant le Jury composé de :

Michel CRINE	Prof. à l'ULg, Président	Service de Génie Chimique
Jean FRENAY	Prof. émérite à l'ULg	Service de Génie Minéral, Recyclage et Environnement
Eric PIRARD	Prof. à l'ULg	Service de Géorressources Minérale et Imagerie Géologique
S. GAYDARDZHIEV	Chargé de cours à l'ULg	Service de Génie Minéral, Recyclage et Environnement
P. KALENGA NGOY	Prof. à l'UNILU (R.D. Congo)	Service de Préparation de Minerais
Mukendi KONGOLO	Chercheur à l'INPL (France)	Laboratoire Environnement et Minéralurgie
Christian LUCION	Prof. à l'UCL (Belgique)	Centre technologique international de la terre et de la pierre

EPIGRAPHE

Anticiper afin d'éviter un désastre :

La plupart d'obligations environnementales sont nées avec l'avènement d'un désastre ou d'une catastrophe écologique. Il convient aux lois de laisser les experts exercer leur intuition, à l'évaluation des impacts environnementaux, au lieu de les cloisonner à des caractéristiques figées d'avance.

Principe d'anticipation.

Arthur KANIKI

DEDICACE

*A vous tous qui me soutenez et m'aimez d'un
amour inconditionnel.*

Je ne cite pas vos noms de peur de me tromper.

Je vous dédie ce travail.

Bien mince hommage !

Arthur KANIKI

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été réalisée dans les conditions les plus éprouvantes que je ne saurai décrire ici. Depuis son démarrage effectif en janvier 2004, j'ai effectué 12 fois, en avion, le trajet d'environ 9.000 km qui sépare Liège de Lubumbashi. Compagnies congolaises sur la liste noire européenne, vol des valises et tracasseries dans les aéroports, tous les ingrédients étaient au menu. Sur le terrain, le réseau routier totalement délabré ou inexistant en milieu rural, il a fallu combiner tous les moyens de transport pour atteindre les sites miniers concernés : train, camion, véhicule 4x4, vélo, marche à pied... Il ne manque à cette liste que le bateau et la pirogue !

Cette thèse est la première à être achevée avec l'UNILU suivant la formule dite « sandwich », formule qui n'est encore qu'au stade expérimental surtout en ce qui concerne les sciences appliquées. Etre le premier à la réaliser m'en fait un cobaye.

L'environnement minier au Congo a des caractéristiques particulières qui le rendent « terrain glissant » : pas de données chiffrées, pas d'experts localement, beaucoup de méfiances, beaucoup de spéculations, lacunes au niveau de la loi, etc. Obtenir des informations et des données dans ce contexte a été un véritable cauchemar. L'achèvement de cette thèse est donc l'apothéose d'un courage à braver les difficultés et d'une chance à bénéficier d'un soutien sans dimension. Qu'il me soit alors permis d'adresser mes remerciements à tous ceux qui ont apporté leur soutien à sa réalisation.

Je remercie le Professeur Jean FRENAY pour avoir assuré avec rigueur et grande disponibilité la direction de cette thèse.

Je remercie le Professeur Pierre KALENGA, promoteur local de cette thèse, pour son soutien et ses conseils qui ne sont pas restés aux frontières de la science.

Je remercie le Professeur Mukendi KONGOLO et toute l'équipe du Laboratoire Environnement et Minéralurgie (LEM) de l'Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL) auprès de qui j'ai trouvé un soutien exceptionnel que je ne suis pas prêt d'oublier.

Je remercie les Professeurs Eric PIRARD et Stoyan GAYDARDZHIEV ainsi que l'Assistant David BASTIN, à travers eux, le personnel et chercheurs du secteur GeMMe (Génie Minéral, Matériaux et Environnement) qui ont contribué à ma formation et auprès de qui j'ai trouvé une assistance et une collaboration à nulle autre pareille.

Ce travail d'un caractère multidisciplinaire m'a obligé à courir de gauche à droite pour obtenir de l'aide dans divers domaines : géologie, hydrogéologie, pédologie, métallurgie, minéralogie, physique nucléaire, géomatique, etc. Je remercie tous ceux qui ont consacré leur temps pour répondre à mes préoccupations. Je ne saurai pas citer les noms de peur d'en omettre.

J'exprime mes sentiments de gratitude à l'Etat belge à travers la DGCD (Direction Générale de Coopération au Développement) et la CTB (Coopération Technique Belge) pour m'avoir octroyé cette bourse qui m'a permis de réaliser cette étude.

Je pense à ma mère que le destin a arrachée prématurément à mon affection alors que j'étais en pleine période de recherche ; c'est comme si elle a eu la modestie de fuir l'honneur d'avoir été l'héroïne dans l'ombre de cette thèse.

Le contexte familial n'a pas non plus été clément. Rien de plus éprouvant que d'être tout le temps séparé de sa tendre femme et de ses enfants encore trop jeunes pour raison d'études. Même lorsqu'on est présent, on n'est jamais réellement présent car il faut être sur le terrain ou rester sur le PC pour travailler. En tout cas, la famille en était déjà à la bordure de la névrose. C'est pourquoi je remercie mon épouse Annie MUTANGA et mes deux enfants Kevine KANYINDA et Marc Arthur KANIKI pour avoir souffert et supporté cet éloignement pendant toute la période de mes recherches.

Aux amis, ceux qui l'ont été réellement et ceux qui m'ont permis de découvrir que parfois on se trompe sur les vrais amis : c'est avec un réel sentiment de reconnaissance que je tiens à vous remercier pour les meilleurs et les pires moments passés ensemble et qui ont contribué à mon épanouissement.

Mon véritable *Mentor* est resté cette main invisible qui me plonge dans des marasmes, m'en sort sans la moindre égratignure et m'élève au-dessus de mes ambitions. Il fait de moi un Docteur à thèse, je l'appelle Dieu.

A toutes et à tous : Que Dieu vous ouvre les écluses du ciel pour votre soutien dont j'ai le double privilège d'être témoin et bénéficiaire.

Arthur KANIKI

TABLE DES MATIERES

EPIGRAPHE	1
DEDICACE	2
REMERCIEMENTS.....	3
TABLE DES MATIERES	5
RESUME.....	8
ACRONYMES ET ABREVIATIONS.....	10
LISTE DES ANNEXES	13
INTRODUCTION GENERALE.....	14
Chapitre I	
CARACTERISATION DES REJETS SOLIDES	16
I.1. Introduction.....	16
I.2. Caractérisation des rejets solides.....	19
I.2.1. Echantillonnage	19
I.2.2. Mesures physico-chimiques	23
I.2.3. Analyses chimique et minéralogique.....	25
I.3. Etude de la lixivabilité des rejets solides.....	27
I.3.1. Tests d'extraction simple.....	27
I.3.2. Tests d'extraction séquentielle.....	28
I.3.3. Le test « <i>Toxicity Characteristic Leaching Procedure</i> ».....	31
I.3.4. Percolixiviation	32
I.4. Aspects physico-chimiques du relargage et de la rétention des ETM.....	32
I.5. Radioactivité.....	34
I.5.1. Origine, type de rayonnements et exposition.....	34
I.5.2. Mesure de la radioactivité, unités et seuil d'exposition	36
I.6. Risques de drainage minier acide	38
I.6.1. Définition, mécanisme et prédiction.....	38
I.6.2. Détermination du potentiel de neutralisation d'acide (PN)	40
I.6.3. Détermination du potentiel de génération acide (PA)	41
I.6.4. Interprétation des résultats de prévision statique et prévention.....	41
I.7. Conclusion	43
Chapitre II	
PRESENTATION DE LA PROVINCE DU KATANGA.....	45
II.1. Situation générale.....	45
II.2. Population, superficie et découpage territorial.....	46
II.3. Transport	48
II.4. Géologie et hydrogéologie	51
II.5. Pédologie.....	54
II.6. Climat, relief et végétation.....	56
II.7. Ressources minérales.....	60
II.8. Problématique de la radioactivité au Katanga	62

Chapitre III	
DESCRIPTION DES SITES DE PRODUCTION ET DE DECHARGE.....	64
III.1. Rappel historique	64
III.2. Description des procédés appliqués au Katanga.....	68
III.2.1. Concentration	68
III.2.2. Traitement pyrométallurgique	69
III.2.3. Traitement hydrométallurgique.....	72
III.3. Description des sites.....	77
III.3.1. Site de Lubumbashi.....	79
III.3.2. Site de Kipushi.....	81
III.3.3. Site de Musoshi.....	85
III.3.4. Site de Likasi	86
III.3.5. Site de Kambove et de Kakanda.....	89

Chapitre IV	
CARACTERISATION PHYSICO-CHEMIE ET MINERALOGIQUE.....	91
IV.1. Introduction	91
IV.2. Echantillonnage et prétraitement.....	91
IV.2.1. Echantillonnage des rejets de pyrométallurgie.....	93
IV.2.2. Echantillonnage des rejets de concentration et d'hydrométallurgie.....	94
IV.2.3. Prétraitement.....	95
IV.3. Analyse granulométrique et mesures physico-chimiques	98
IV.3.1. Matériels et méthodes	98
IV.3.2. Résultats et interprétations.....	98
IV.4. Composition chimique des rejets.....	106
IV.4.1. Matériels et méthodes	106
IV.4.2. Mise en solution.....	107
IV.4.3. Résultats et interprétations.....	108
IV.5. Caractérisation par diffraction des rayons X.....	111
IV.5.1. But	111
IV.5.2. Matériel	111
IV.5.3. Résultats et interprétations.....	112
IV.6. Caractérisation au Microscope Electronique à Balayage.....	114
IV.6.1. But	114
IV.6.2. Principe et matériel.....	114
IV.6.3. Résultats et interprétations.....	115
IV.7. Radioactivité.....	125
IV.7.1. Introduction	125
IV.7.2. Appareillage.....	125
IV.7.3. Résultat et discussion.....	127
IV.8. Conclusion	132

Chapitre V	
ETUDE DU COMPORTEMENT ENVIRONNEMENTAL DES REJETS.....	134
V.1. Introduction.....	134
V.2. Extractions simples	135
V.2.1. But	135
V.2.2. Protocole expérimental	135

V.2.3. Résultats et interprétations	136
V.3. Extractions séquentielles	158
V.3.1. But	158
V.3.2. Protocole expérimental	158
V.3.3. Résultats et interprétations	159
V.4. Toxicity Characteristic Leaching Procedure	165
V.4.1. Portée et objet du test.....	165
V.4.2. Protocole expérimental	165
V.4.3. Résultats et interprétations	166
V.5. Percolixiviation en colonne noyée.....	178
V.5.1. But	178
V.5.2. Dispositif et protocole expérimental.....	179
V.5.3. Caractérisation hydrodynamique et saturation des colonnes.....	181
V.5.4. Résultats et interprétations	185
V.6. Percolation sur sol non remanié	191
V.6.1. But	191
V.6.2. Dispositif et protocole expérimental.....	192
V.6.3. Résultats et interprétations	192
V.7. Drainage Minier Acide	198
V.7.1. Principe et méthode.....	198
V.7.2. Résultats et interprétations	199
V.8. Conclusion	204
Chapitre VI	
EVALUATION DES RISQUES ET RECOMMANDATIONS	206
VI.1. Introduction	206
VI.2. Evaluation des risques	207
VI.2.1. Risques en fonction des quantités mobilisables	207
VI.2.2. Evaluation multicritère des risques	210
VI.3. Classification suivant le code minier congolais.....	219
VI.4. Recommandations.....	224
VI.4.1. Proposition d'un critérium de classification	224
VI.4.2. Amendement à la législation congolaise.....	228
VI.4.3. Valorisation des rejets de pyrométallurgie	229
VI.4.4. Remédiation et réhabilitation des sites	229
VI.4.5. Autres études et travaux réalisables en prolongation	230
VI.5. Conclusion	233
CONCLUSION GENERALE.....	235
REFERENCES	237
Annexe A.1. Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides.....	252
Annexe A.2. pH (H ₂ O et KCl) des rejets solides broyés.....	256
Annexe A.3. Résultats des analyses panoramiques réalisées à l'ICP-AES.....	257
Annexe A.4. Diffractogrammes des échantillons des rejets	258
Annexe A.5. Spectres et photos obtenus au MEB.....	275

RESUME

Ce travail aborde la question de la caractérisation environnementale des rejets minéro-métallurgiques. La partie théorique est consacrée d'une part à une synthèse théorique et bibliographique des tests d'évaluation environnementale des matériaux solides d'origine minière ; d'autre part à l'inventaire et la description des sites de production et de décharge de ces rejets. En ce qui concerne l'évaluation environnementale, l'accent est mis sur le devenir des éléments (en) traces métalliques (ETM) considérés comme principaux polluants contenus dans ces matériaux. L'étude expérimentale consiste en une caractérisation des échantillons prélevés sur quelques sites du Katanga suivie d'une mise en œuvre des tests de lixivabilité et d'étude de la migration souterraine des polluants identifiés. La question de la radioactivité et de drainage minier acide y est également évoquée.

L'analyse chimique met en évidence trois catégories d'éléments en fonction de leurs teneurs : les éléments majeurs, mineurs et en traces. Les éléments : As, Cd, Co, Cu, Mn, Pb et Zn sont les principaux polluants identifiés. Le comportement environnemental de l'As et du Cd n'est pas étudié par insuffisance de reproductibilité sur les résultats d'analyse. La diffraction des rayons X montre que les phases majeures cristallisées sont essentiellement constituées des minéraux de la gangue. Elle montre également que les rejets de pyrométallurgie se caractérisent par la présence exclusive de phases amorphes pas ou très peu cristallisées, par conséquent non identifiables par ce moyen. La microscopie électronique à balayage montre que les rejets de pyrométallurgie sont constitués, pour la plupart, de grains arrondis ou allongés, non poreux, d'aspect vitreux avec un état de surface lisse. Bien que la mesure de la radioactivité montre, pour certains échantillons, de taux élevés par rapport au niveau ambiant, les valeurs obtenues ne permettent pas de classer les rejets dans la catégorie des rejets radioactifs.

En ce qui concerne la lixivabilité, les essais d'extraction simple à pH neutre montrent que les rejets de pyrométallurgie sont très peu lixiviables (taux de lixiviation inférieur à 0,5%), les rejets de concentration sont relativement lixiviables (jusqu'à 3%) et le résidu d'hydrométallurgie est très lixiviable (jusqu'à 30%). La faible lixivabilité des rejets de pyrométallurgie, dans les conditions ordinaires (pH 7) s'explique principalement par le fait que les ETM y sont incorporés dans des phases vitreuses chimiquement très peu réactives. La *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP), test réglementaire d'une rigueur assez élevée, car simulant les pires conditions de mise en décharge avec les ordures ménagères, montre que les rejets de pyrométallurgie sont aussi lixiviables au même titre que les rejets de concentration. Pour le résidu d'hydrométallurgie, ce même test semble conduire à des taux d'extraction relativement comparables à ceux obtenus dans le scénario ordinaire. La percolixiviation montre que les premiers lixiviats, correspondant au rapport solide/liquide élevé, sont chargés en polluants et traduisent le relargage à court terme.

L'étude de la migration souterraine des polluants réalisée par percolation des solutions de lixiviation sur sol non remanié montre que les polluants mobilisés ont tendance à s'accumuler dans l'horizon supérieur des sols et à présenter en premier lieu, contrairement à l'opinion la plus répandue, des risques de pollution des sols plutôt que des aquifères. Cette rétention en surface est attribuable à la matière organique, aux argiles ou à des phénomènes de précipitation.

La prévision statique du risque de drainage minier acide sur les rejets pyritiques montre, aussi bien suivant le protocole original de Sobek que celui modifié, que le potentiel

net de neutralisation d'acide et le rapport du potentiel de neutralisation sur le potentiel de génération d'acide sont élevés et tombent dans une zone où la probabilité d'observer le drainage minier acide est quasi nulle. Cette absence du risque de drainage minier acide est attribuable à la nature dolomitique de la gangue.

L'analyse multicritère réalisée pour évaluer de façon globale l'impact environnemental et classifier les rejets suivants les risques qu'ils présentent vis-à-vis de l'homme et de l'écosystème, montre qu'en prenant en considération le critère complexe associant les quatre indicateurs (taux de lixiviation, teneur en polluant, toxicité et perméabilité) avec la même pondération et dans un scénario ordinaire de lixiviation avec de l'eau, aucun des échantillons traités ne peut être considéré comme à faibles risques. Les rejets de pyrométallurgie sont à risques élevés. Le résidu d'hydrométallurgie est à risques élevés dans tous les critères prenant en compte la lixivabilité.

Pour remédier aux risques que présentent les rejets se trouvant dans les bassins, le travail propose un confinement et une phytostabilisation. Cette remédiation est à la fois une alternative moins onéreuse et une mesure conservatoire dans le sens qu'elle offre la possibilité de revenir plus tard aux autres possibilités en fonction de l'évolution du contexte local et du marché des métaux.

ACRONYMES ET ABREVIATIONS

AAS	<i>Atomic Absorption Spectrometer</i> (Spectromètre d'Absorption Atomique)
ABA	<i>Acid-Base Accounting</i>
ACK	Ancien Concentrateur de Kipushi
ACT	Analyse Chimique Totale
AFNOR	Agence Française de Normalisation
AFRICOM	Africa Commodities
AMC	Analyse Multicritère
AMD	<i>Acid Mine Drainage</i> (Drainage Minier Acide)
AUF	Agence Universitaire de la Francophonie
BCK	Chemin de fer Bas-Congo-Katanga
BCR	Bureau Communautaire de Référence
BTP	Bâtiments et Travaux Publics
CEAEQ	Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec
CCC	Congo Cobalt Corporation
CHEMAF	Chemical of Africa
CMC	Code Minier congolais
CIMENKAT	Cimenterie du Katanga
CMSK	Compagnie Minière du Sud Katanga
COMIN	Congo Minerals
CSK	Comité Spécial du Katanga
DIMA	Dikuluwe Mashamba
DMA	Drainage Minier Acide
DR-X	Diffraction des Rayons X
DTPA	Diéthylène Triamine Penta-Acétate
EDTA	Acide Ethylène Diamine Tétracétique
EMT	Bureau d'Etudes Métallurgiques de la GCM
EPA	<i>Environmental Protection Agency</i> Agence pour la Protection de l'Environnement (Etats-Unis d'Amérique)
ETM	Eléments (en) Traces Métalliques
FEL	Fonderie Electrique de Lubumbashi

FEP	Fonderie Electrique de Panda
GAF	Gain Au Feu
GCM	Générale des Carrières et des Mines (Gécamines)
Gécamines	Générale des Carrières et des Mines (GCM)
ICP AES	<i>Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometer</i> Spectrométrie d’Emission Atomique induite par Plasma à Couplage Inductif
ICP MS	<i>Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometer</i> Spectrométrie de Masse induite par Plasma à Couplage Inductif
INERIS	Institut National de l’Environnement Industriel et des Risques
INPL	Institut National Polytechnique de Lorraine
INRS	Institut National de Recherche et de Sécurité
ISO	<i>International Standards Organization</i> (Organisation Internationale des Normes)
KDC	Concentrateur de Kakanda
KMC	Katanga Mining Company
KMP	Katanga Mining Process
KTC	Concentrateur de Kamoto
KVC	Concentrateur de Kambove
KVE	Kambove
KZC	Concentrateur de Kolwezi
MCK	Mining Company Katanga
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MMK	Minière de Musoshi Kinsenda
MTCLP	<i>Multiple Toxicity Characteristic Leaching Procedure</i> Méthode de Lixiviation Multiple pour déterminer les Caractéristiques de la Toxicité
NCK	Nouveau Concentrateur de Kipushi
NCM	Nouveau Code Minier
NF	Normes Françaises
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
PA	Potentiel de génération d’Acide
PAF	Perte Au Feu
PCN	Point de Charge Nulle

PN	Potentiel de Neutralisation d'acide
PNN	Potentiel Net de Neutralisation d'acide
PPN	Profil Pédologique Naturel
PPP	Profil Pédologique du sol Pollué
RAT	Roche Argilotalqueuse
RC	Rejet de Concentration
RDC	République Démocratique du Congo
RH	Résidu d'Hydrométallurgie
RM	Règlement Minier (congolais)
RP	Rejet de Pyrométallurgie
RPN	Ratio du Potentiel de Neutralisation d'acide
SAA	Spectrométrie d'Absorption Atomique
SNSA	Service National de Statistique Agricole
SOCOMIL	Société Commerciale et Minière de Likasi
SODIMICO	Société de Développement Industriel et Minière du Congo
SOMIKA	Société Minière du Katanga
SPLP	<i>Synthetic Precipitation Leaching Procedure</i> Méthode de Lixiviation par des Précipitations Synthétiques
STL	Société de Traitement du Terril de Lubumbashi
TCLP	<i>Toxicity Characteristic Leaching Procedure</i> Méthode de Lixiviation pour déterminer les Caractéristiques de la Toxicité
TLC	Tanganyikan Concession Ltd
TSE	Test Spécifique d'Evaluation Environnementale
UL	Usines de Lubumbashi
ULg	Université de Liège
UMHK	Union Minière du Haut Katanga
UNILU	Université de Lubumbashi
US	Usines de Shituru
US-EPA	<i>United States Environmental Protection Agency</i> Agence des Etats-Unis d'Amérique pour la Protection de l'Environnement
UZK	Usine à Zinc de Kolwezi

LISTE DES ANNEXES

- Annexe A.1. Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides
- Annexe A.2. pH (H₂O et KCl) des rejets solides broyés
- Annexe A.3. Résultats des analyses panoramiques réalisées à l'ICP-AES
- Annexe A.4. Diffractogrammes des échantillons des rejets
- Annexe A.5. Photos et spectres obtenus au MEB

INTRODUCTION GENERALE

Les riches gisements des métaux de base (Co, Cu et Zn) du Copperbelt congolais ont été exploités industriellement au Katanga (RD Congo) pendant près d'un siècle dans un cadre légal non protecteur de l'environnement. La chute dramatique de ces sociétés (Gécamines et SODIMICO) qui contribuaient à plus de 70% au budget de l'Etat congolais a conduit, à partir des années 2000, à l'émergence d'initiatives privées qui se traduisent aujourd'hui par la prolifération de petites et moyennes unités de traitement des minerais. L'implantation de ces unités est caractérisée par une non application des critères de protection de l'environnement récemment introduits à travers la législation minière congolaise.

Le Copperbelt africain est une vaste zone en forme d'un arc de cercle longue de 600 km et large de 50 km (MALU-MALU, 2002). C'est l'une des zones métallogéniques les plus riches du monde. Il est situé à cheval entre la RD Congo et la Zambie. Le Copperbelt congolais (environ 300 km de long et 30 km de large) est entièrement localisé dans la province du Katanga située au sud de la RD Congo. Sa découverte remonte à la fin du XIX^{ème} siècle et l'exploitation industrielle de ses ressources (Cu, Co et Zn) a démarré en 1911 à l'Union Minière du Haut Katanga, devenue Gécamines plus tard.

L'exploitation minière génère d'énormes quantités de rejets susceptibles de contenir des éléments traces métalliques (ETM) dont la particularité est d'être indestructibles et d'être toxiques parfois à des teneurs très faibles. Dans la perspective d'un développement durable, on ne peut pas envisager la relance de l'industrie minière congolaise sans avoir inventorié et caractérisé les différents sites miniers historiques et actuellement en activité.

Où sont localisés les rejets miniers du Katanga ? Que contiennent-ils ? Sont-ils stockés ou mis en décharge ? Sont-ils ultimes ou économiquement valorisables ? Et, quel est leur impact environnemental ? Telles sont les principales questions que nous nous sommes posées au début de cette étude.

La première étape, sous l'étiquette d'un projet de coopération scientifique interuniversitaire, a été réalisée en tripartite : Université de Lubumbashi (RD Congo), Université de Liège (Belgique) et Ecole Nationale Polytechnique de Lorraine (France) (KALENGA *et al.*, 2006). Elle a permis de mettre en évidence l'existence de plus de 350 millions de tonnes de rejets minéro-métallurgiques dont la plupart sont entreposés dans des bassins érigés dans des vallées ou des lits de rivières bloqués par des digues sans aucune précaution pour la protection de l'environnement. Les eaux de pluie et celles de surface qui drainent ces vallées ne sont pas canalisées ou détournées et entrent directement en contact avec les rejets, ce qui présente des risques de pollution de l'écosystème terrestre et aquatique dont l'intensité dépend de la composition chimique et de la lixivibilité de chaque rejet. Ces bassins étant parfois situés en amont des habitations, par temps sec, les vents dominants transportent les poussières jusque dans les zones habitées ou agricoles avec tous les risques sanitaires et environnementaux susceptibles de s'ensuivre. Cette situation accentue les craintes de voir le *scandale géologique* congolais se transformer en *scandale écologique*. D'où l'opportunité de procéder à une caractérisation environnementale approfondie et de proposer des remèdes adéquats.

Les seules teneurs en ETM ne sont pas suffisantes pour caractériser l'impact environnemental réel. Il faut prendre en compte la possibilité de relargage de ces ETM dans l'environnement. C'est pourquoi plusieurs méthodes ont été développées au cours de ces dernières années. La littérature offre un nombre important de tests. Chacun d'eux conduisant à des résultats parfois bien distincts et même contradictoires. Un rejet considéré non dangereux suivant un test normalisé français (test AFNOR : X31 210 par exemple) devient dangereux lorsque l'on applique un test réglementaire américain (test US EPA : SPLP). Pourquoi ces différences et quel est le meilleur test à adopter ? Seule une connaissance adéquate des paramètres physico-chimiques et de la spéciation des ETM dans les rejets sont susceptibles d'apporter des réponses à cette interrogation. Notre travail s'inscrit donc dans cette thématique générale de développement des méthodologies de caractérisation environnementale. Il se propose d'apporter sa contribution en faisant l'examen des tests et normes existantes en la matière et leur critique en termes d'adéquation à la réalité congolaise afin de proposer des tests mieux appropriés.

Cette étude vise également à fournir des propositions de valorisation et/ou de remédiation dans la perspective d'une gestion durable des sites concernés et des rejets contenus dans le contexte particulier de la relance du secteur minier congolais.

Pour atteindre cet objectif, l'étude procède par des analyses chimiques élémentaire et minéralogique, par des tests chimiques d'extraction (simple et séquentielle) en batch et en colonne et par l'étude de la migration des ETM dans le sol au niveau du laboratoire. D'autres caractéristiques susceptibles d'avoir un impact sur l'environnement, telles que les risques de drainage minier acide et la radioactivité, seront également évaluées afin d'établir globalement les risques que ces rejets présentent pour l'homme et l'écosystème.

Outre l'introduction et la conclusion, ce travail est composé de six chapitres. Le premier chapitre présente les différents aspects à prendre en considération pour caractériser, du point de vue environnemental, un rejet et décrit en particulier les paramètres qui ont été retenus dans le cadre de l'étude expérimentale. Le second chapitre présente la province du Katanga, zone administrative où le Copperbelt congolais est localisé. Le troisième chapitre présente les activités qui se sont développées sur le Copperbelt en mettant un accent sur les sites où les rejets concernés ont été produits, stockés ou mis en décharge. Le quatrième chapitre décrit les différents échantillons de rejets obtenus, présente les résultats de la caractérisation physico-chimique et minéralogique pour mettre en évidence les propriétés intrinsèques de chaque rejet. Le cinquième chapitre traite du comportement environnemental des rejets et du devenir des polluants contenus évalués au laboratoire à partir des essais de mobilisation. Enfin, le sixième et dernier chapitre fait la synthèse de l'ensemble des résultats obtenus, évalue globalement les risques, classe les rejets et fait des recommandations sur la méthodologie de caractérisation et sur la remédiation et la réhabilitation des sites.

Chapitre I

CARACTERISATION DES REJETS SOLIDES

- I.1. Introduction
- I.2. Caractérisation des rejets solides
 - I.2.1. Echantillonnage
 - I.2.2. Mesures physico-chimiques
 - I.2.3. Analyses chimique et minéralogique
- I.3. Etude de la lixivabilité des rejets solides
 - I.3.1. Tests d'extraction simple
 - I.3.2. Tests d'extraction séquentielle
 - I.3.3. Le test « Toxicity Characteristic Leaching Procedure »
 - I.3.4. Percolixiviation
- I.4. Aspects physico-chimiques de la rétention et du relargage des ETM
- I.5. Radioactivité
 - I.5.1. Origine, type de rayonnements et exposition
 - I.5.2. Mesure de la radioactivité, unités et seuil d'exposition
- I.6. Prédiction des risques de drainage minier acide
 - I.6.1. Définition et mécanisme
 - I.6.2. Détermination du potentiel de neutralisation acide
 - I.6.3. Détermination du potentiel de génération acide
 - I.6.4. Interprétation des résultats de prévision statique et prévention
- I.7. Conclusion

I.1. Introduction

Ce chapitre a pour but de donner une synthèse théorique et bibliographique sur la caractérisation, du point de vue environnemental, des matériaux solides d'origine minière. L'accent est mis particulièrement sur les rejets minéro-métallurgiques et le devenir des éléments traces métalliques qui sont considérés comme principaux polluants contenus dans ces rejets.

On appelle « éléments (en) traces métalliques » (ETM), un ensemble d'éléments à comportement métallique, difficilement dégradables et dont le rejet dans l'environnement doit être sévèrement contrôlé compte tenu de leur toxicité à des doses parfois très faibles (BAIZE et TERCE, 2002 ; BLIEFERT et PERRAUD, 2001 ; COLINET, 2003 ; GARNAUD *et al.*, 2001). Une substance est dite toxique lorsque mise en contact avec un organisme vivant, elle peut entraîner chez lui une réaction spécifique ou un stress compromettant la réalisation de ses fonctions physiologiques au point d'avoir des effets néfastes sur lui-même et sur sa progéniture (POTVIN, 2004 ; SASSEVILLE, 1980).

L'appellation « ETM » remplace le terme « métaux lourds » dont l'usage dans le domaine environnemental est abandonné car peu précis, désignant tantôt les éléments de densité supérieure à 5, tantôt les éléments qui forment des sulfures insolubles même en milieu acide, tantôt ceux qui diminuent ou inhibent l'activité des enzymes (KANIKI, 2005 ; BLANCHARD, 2000 ; RONDIA, 1989). Ce terme a été utilisé, à tort, pour désigner les métalloïdes et les non métaux (exemple As et Se), et même des métaux qui ne sont pas particulièrement lourds (par exemple Al). Cela a conduit certains auteurs à considérer le terme métaux lourds comme ambigu (BLANCHARD, 2000 ; RONDIA, 1989), ainsi que sans fondement scientifique ni application juridique (MIQUEL, 2001). Les ETM forment un groupe d'éléments caractérisés par leur non destructibilité et leur propriété de pouvoir s'accumuler dans l'environnement. Certains, comme le manganèse, le cuivre et le zinc, sont essentiels pour les organismes vivants (oligoéléments), et leur absence peut entraîner des troubles graves. D'autres comme le Hg, le Pb, le Cd et éventuellement l'As et l'Ag, n'ont pas de fonctions biologiques et peuvent provoquer des empoisonnements en très petites quantités (GOBAT *et al.*, 2003 ; BLIEFERT et PERRAUD, 2001 ; COLINET, 2003) ; ils n'entrent pas dans la composition des êtres vivants, bien qu'on les trouve en faibles quantités dans les environnements naturels (GOBAT *et al.*, 2003).

Les ETM sont responsables des phénomènes dits de « bioaccumulation ». On parle de phénomènes de bioaccumulation quand on observe l'accumulation d'une substance dans les systèmes biologiques à des concentrations supérieures à celles décelées dans l'environnement.

Les ETM peuvent atteindre les organismes vivants par inhalation, par pénétration au travers de la peau et par voie trophique (RAMADE, 1977). Leurs mécanismes d'action sur un organisme donné dépendent de leur spéciation, c'est-à-dire des formes chimiques sous lesquelles ils sont présents. Cette spéciation est fonction des propriétés physicochimiques du milieu telles que le pH et les conditions d'oxydoréduction (HOWARD, 1998). La littérature établit que, en ce qui concerne les ETM contenus dans les rejets solides, la lixiviation est la principale voie de leur « libération » et de leur relargage dans l'environnement (ETTLER *et al.*, 2004 ; LIN et CHANG, 2006 ; SASTRE *et al.*, 2002). Il est donc plus qu'indispensable de caractériser ces rejets et de déterminer les conditions appropriées pour leur stockage.

En ce qui concerne les rejets solides d'origine minière, la nouvelle réglementation congolaise a introduit deux dispositions particulières qui montrent l'intérêt de la caractérisation. La première les considère comme des gisements artificiels susceptibles de faire l'objet d'un permis d'exploitation à part (cfr Art. 86 du Code Minier). La deuxième est celle relative à leur classification en fonction de leur impact environnemental potentiel (cfr Annexe XI du Règlement Minier). Le caractère « lixiviable » ou non, fait partie de cette dernière disposition. La caractérisation dans le but d'une valorisation, quoique utilisant les mêmes méthodes, ne procède pas toujours de la même manière que la caractérisation dans le but de la protection de l'environnement. Dans ce travail, on s'intéressera à la caractérisation environnementale des rejets et spécifiquement au devenir des ETM qu'ils contiennent.

La législation congolaise utilise le terme « rejet » à la place du terme « déchet » repris dans les législations internationales.

Dans sa signification habituelle, on utilise le mot « rejet » pour désigner tout résidu d'un processus de production ou de transformation. Cette définition ne préjuge pas de la finalité à donner au résidu : stockage, mise en décharge, vente ou valorisation, etc. L'utilisation du mot « déchet » implique l'obligation qu'a son propriétaire de se débarrasser de ce résidu en vertu des lois et du respect de l'environnement.

L'obligation légale de se débarrasser des rejets n'existe pas encore en RD Congo et cela peut avoir des répercussions sur la responsabilité de l'exploitant à prendre en charge le coût d'élimination ou de mise en décharge de ses rejets. Le Code Minier congolais a introduit la notion de permis d'exploitation des rejets avec des conditions moins sévères, ceci risque d'encourager les entreprises à conserver leurs rejets au détriment de l'environnement et même du développement technique et économique.

En ce qui concerne les activités minières, les rejets sont aussi bien les stériles provenant de l'extraction minière que les résidus provenant du traitement minéralurgique ou métallurgique (figure I.1). Nous utiliserons le terme « rejets minéro-métallurgiques » afin de les distinguer des stériles de l'extraction minière.

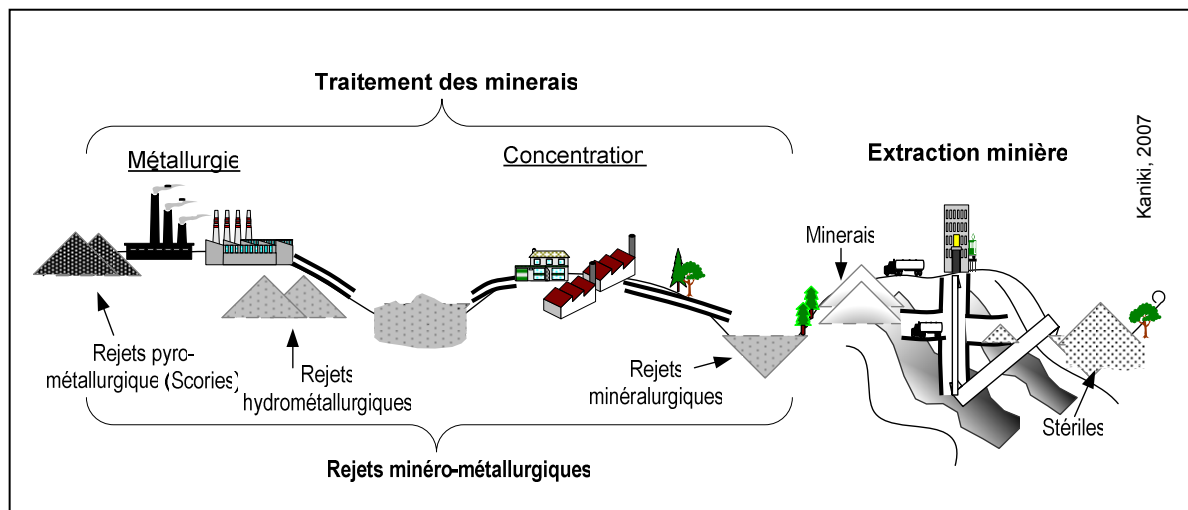


Figure I.1. Opérations minières et minéro-métallurgiques et types de rejets

I.2. Caractérisation des rejets solides

I.2.1. Echantillonnage

L'échantillonnage est la première et l'une des plus importantes étapes de la caractérisation. Il permet de réduire la taille de la fraction d'un lot à étudier ainsi que la procédure à suivre pour effectuer le prélèvement de manière à garantir la représentativité. En effet, quelle que soit la précision des méthodes analytiques utilisées, si l'échantillon n'est pas représentatif, l'évaluation et les conclusions qui en seront tirées risquent de ne pas être en adéquation avec le lot à étudier (HOENIG et THOMAS, 2002 ; NICOLAS, 2006). Plusieurs ouvrages spécialisés donnent des théories suffisamment détaillées en ce qui concerne l'échantillonnage. L'application de ces théories dépend du type de matériau concerné. En ce qui concerne les rejets minéro-métallurgiques dont il est question dans cette étude, les aspects pratiques développés par Pierre GY, applicables dans le domaine du traitement de minerais, peuvent être utilisés notamment pour la détermination de la taille de l'échantillon.

Pour effectuer le prélèvement, Pierre GY recommande des méthodes probabilistes et considère que toute portion d'un lot obtenu par des voies non probabilistes ne mérite pas d'être considérée comme échantillon et devrait être rejetée car susceptible d'apporter une information trompeuse, plus dangereuse que l'absence d'information (GY, 1998).

Un échantillon moyen représentatif est constitué à partir de plusieurs échantillons élémentaires. La fréquence de prélèvement dans le temps (cas d'un flux) ou la distance entre prélèvements dans l'espace (cas d'un dépôt), qui déterminent le nombre d'échantillons élémentaires à utiliser, doivent être fonction de la variabilité du déchet dans le temps ou l'espace. En l'absence de l'utilisation de critères rigoureux qui nécessitent une caractérisation intermédiaire de nombreux échantillons, il est possible d'utiliser des repères empiriques ou de tirer parti des informations disponibles sur le processus générateur du déchet ou le mode de constitution du dépôt (AFNOR, 1988). On peut trouver dans les ouvrages spécialisés un grand nombre de plans d'échantillonnage. La figure I.2 présente quelques plans d'échantillonnage classiques tels que synthétisé par J. NICOLAS (2007).

➤ *Cas A : Echantillonnage aléatoire simple*

Cette technique est la plus élémentaire et la plus connue. Dans ce cas, si les tirages sont réellement indépendants, la probabilité pour un élément quelconque d'être inclus dans l'échantillon est la même pour tous les éléments : elle vaut n/N (N est la taille de la population et n la taille de l'échantillon). Ce plan d'échantillonnage est qualifié de simple car il est à un seul niveau, chaque élément possédant exactement le même statut dans la population. Le nombre d'échantillons différents pouvant être tiré de la population est égal au nombre de combinaisons de n éléments tirés parmi N , soit $N!/n!(N-n)!$

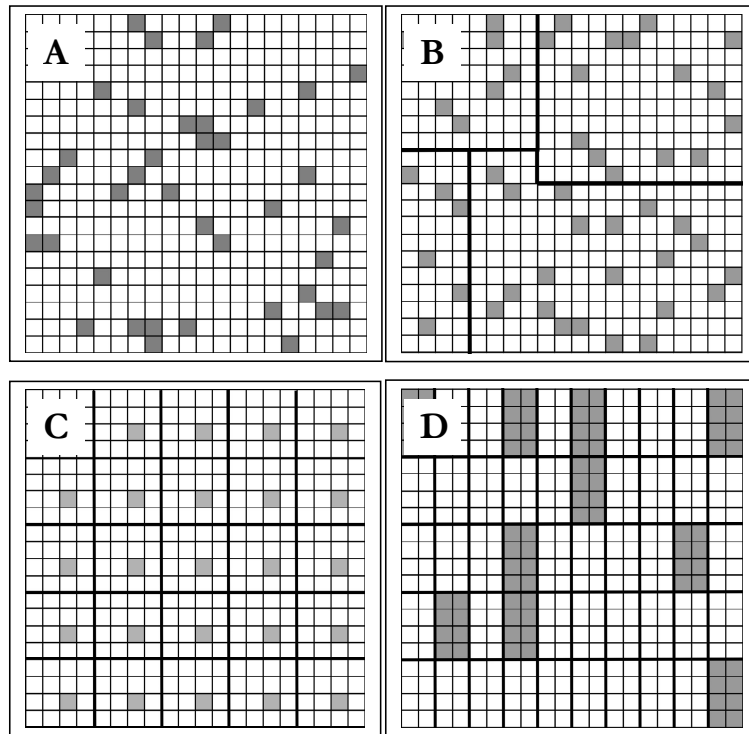


Figure I.2. Quelques plans d'échantillonnage classiques (les points de prélèvement sont en grisé)

Les avantages de l'échantillonnage aléatoire simple sont les suivants :

- Il est universel, car il n'exige aucune information préalable sur la population échantillonnée.
- Les estimateurs sont sans biais et facilement calculables, les statistiques classiques (tests d'hypothèses, ...) sont applicables sans problème.

Les inconvénients sont :

- L'incertitude d'échantillonnage est en général plus élevée que pour les autres plans pour lesquels on utilise des informations complémentaires sur la population.
- Il est indispensable de dresser la liste des individus dans la population, ce qui est souvent difficile. Il en résulte donc un biais qui ne peut être corrigé par des méthodes statistiques, mais dont l'importance et le sens peuvent être plus ou moins évalués.
- Afin d'assurer l'équiprobabilité des tirages, il est pratiquement indispensable que tous les éléments de la population soient à peu près équivalents en taille, poids, volume, etc. Un exemple d'illustration est le fait qu'en saisissant à la main des insectes dans un volume donné, les plus gros individus ont plus de chance d'être tirés que les autres.

Les autres plans d'échantillonnage supposent des connaissances préalables sur la population, ce qui permet d'optimiser le choix des individus.

➤ *Cas B : Echantillonnage stratifié*

L'échantillonnage stratifié est un échantillonnage à plusieurs niveaux, afin de tenir compte d'une structure sous-jacente, qui existe pratiquement toujours dans la population. Le principe est de subdiviser la population, initialement hétérogène, en sous-populations ou strates plus homogènes. Ceci nécessite des connaissances préalables sur la population.

➤ *Cas C : Echantillonnage systématique*

L'échantillonnage systématique, au sens statistique du terme, n'est pas opposé à l'échantillonnage aléatoire, au contraire, il s'agit d'un cas particulier d'échantillonnage aléatoire. Plutôt que d'essayer de trouver, par tirage aléatoire simple, l'individu où qu'il puisse se trouver, on préfère, dans certains cas, se simplifier la tâche en partant d'un élément tiré au hasard et en prélevant ensuite des éléments régulièrement espacés suivant un pas choisi généralement en fonction du coût de l'échantillonnage. Par rapport à l'échantillonnage aléatoire simple, les avantages de l'échantillonnage systématique sont :

- Il est toujours plus représentatif si les éléments de la population sont auto-corrélés positivement ou bien s'ils présentent une tendance. Ce qui signifie que deux éléments proches sont assez semblables. L'échantillonnage aléatoire simple va choisir, par le fait du hasard, aussi bien des éléments proches que des éléments éloignés, ce qui entraîne des redondances dans l'échantillonnage. Le plan systématique est supérieur dans ce cas, puisqu'il impose une distance minimum entre les éléments et répartit mieux les éléments de l'échantillon dans la population.
- Il est également plus précis si le caractère étudié varie linéairement avec le numéro d'ordre des éléments dans la série. Ce phénomène peut apparaître en écologie dans un gradient d'altitude, de distance à la côte, de hauteur de végétation ou dans l'évolution temporelle d'un phénomène.
- Il est plus commode à mettre en œuvre pratiquement sur le terrain, notamment par le fait que seul le premier élément doit être choisi au hasard.

Les inconvénients sont :

- Il est moins performant que l'échantillonnage aléatoire simple si les éléments de la population apparaissent selon une séquence qui engendre des variations périodiques du caractère étudié et si, justement, le pas de sondage est voisin de cette période. Echantillonner par exemple la température de l'air tous les jours à midi risque fort de fournir une estimation de la température moyenne journalière nettement surestimée par rapport à la réalité. Or, les phénomènes cycliques (dans le temps ou dans l'espace) sont fréquents dans la nature. On ne se laissera pas prendre au piège des rythmes "évidents", comme les rythmes circadien, lunaire, saisonnier ou annuel. Par contre, certaines régularités naturelles insoupçonnées passent parfois inaperçues. Un échantillonnage de maisons dans une rue en lotissements structurés peut, par exemple, conduire à choisir systématiquement des maisons plus grandes que les autres.

➤ *Cas D : Echantillonnage par grappes*

L'échantillonnage par grappes présente des ressemblances à la fois avec l'échantillonnage stratifié, en ce sens que, la population est divisée en sous-populations, et avec l'échantillonnage systématique, car la population est d'abord divisée en unités primaires de tailles équivalentes. Les principales différences avec les autres plans d'échantillonnage sont d'une part que chaque unité primaire, composée d'éléments pris côte à côte, est considérée dans son entièreté : tous les éléments sont choisis dans une unité primaire. Par contre, contrairement à l'échantillonnage systématique, on ne choisit aléatoirement qu'une partie des unités primaires.

En résumé, les avantages de l'échantillonnage par grappes sont les suivants.

- Réduction des coûts d'échantillonnage : interroger plusieurs personnes d'une même famille, investiguer tout le cheptel d'un même élevage ou analyser toutes les parcelles d'un même bassin versant permet d'économiser du temps et des frais de trajet;
- Il n'est pas nécessaire d'inventorier tous les individus de la population, mais seulement ceux des grappes sélectionnées. Ceci constitue souvent un avantage décisif, surtout en écologie, car il n'est pas toujours possible d'énumérer tous les arbres d'une forêt ou toutes les plantes d'un champ pour procéder à un tirage aléatoire simple ou systématique de certains d'entre eux, mais l'inventaire complet d'arbres ou de plantes d'une petite parcelle peut être envisagé.
- Est particulièrement indiqué lorsque les individus sont très dissemblables à l'intérieur de chaque groupe (variance intra groupe élevée : par exemple entre parents et enfants dans une grappe constituée d'une même famille).

Les inconvénients sont les suivants :

- Les individus d'une même grappe peuvent se ressembler très fort, par leur proximité (arbres d'une même parcelle par exemple). La précision du résultat en sera donc affectée, car l'échantillon ne reflétera peut-être pas l'hétérogénéité de toute la population. L'erreur d'échantillonnage est donc plus grande que celle du tirage aléatoire simple si la variance intra-groupes est faible et la variance inter-groupes grande.

Dans ce travail, les échantillons qui ont été traités, ont été prélevés soit suivant un plan d'échantillonnage aléatoire, soit suivant un plan d'échantillonnage systématique.

En ce qui concerne les rejets solides contenus dans un bassin totalement à sec, il est parfois intéressant, avant d'effectuer le prélèvement, de déterminer si le vent (local ou régional) apporte ou emporte des poussières sur le site. Ceci est très important pour des sites anciens situés dans des zones proches d'autres activités minières. Dans le cas où le vent apporte des poussières sur le site, le prélèvement en surface devra, autant que possible, être évité. Pour cela, une des techniques consiste à utiliser le montage de la figure I.3 dont voici la description :

-On place des poteaux d'environ 1,8 m de hauteur munis de trois porte-objets sur lesquels on dispose des lamelles en verre A, B, et C. Ces lamelles sont recouvertes de vaseline. Elles sont exposées pendant une période donnée à l'air libre, la poussière présente dans l'air est ainsi « fixée » par la vaseline.

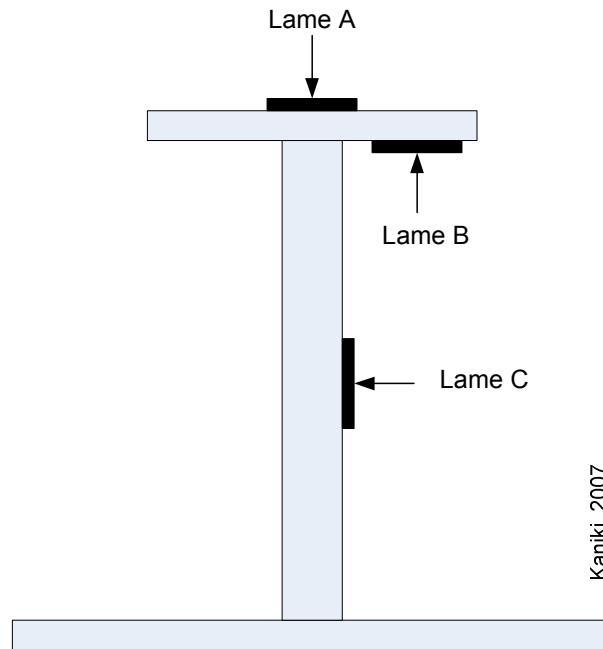


Figure I.3 Montage du dispositif de prélèvement des retombées ou des envolées des poussières

-La lame (A) est placée horizontalement, face enduite vers le haut. Elle capte les poussières qui retombent. Les poussières fixées sont à mettre en parallèle avec les retombées de poussières mesurées par la méthode NBN T101-94 (jauges de déposition type classique).

-La lame (B) est placée horizontalement, face enduite vers le bas. Elle capte les poussières remises en suspension à partir du sol.

-La lame (C) est placée verticalement et permet de mesurer les poussières apportées directement par le vent et qui ne se déposent pas nécessairement.

Après avoir été exposées pendant une période donnée (une semaine, à adapter en fonction du degré de saturation des lames) à l'air libre, les lames sont analysées au microscope électronique et optique (agrandissement 100 x), ce qui permet de déterminer les différents types de poussières présentes (quantité et nature). Si cette méthode présente certains avantages, elle est malheureusement sensible aux pluies trop violentes qui « lavent » la vaseline et rendent ainsi impossible toute détermination. La sensibilité de la mesure peut être accrue en tenant compte de la direction des vents dominants dans le choix de l'emplacement du dispositif (SGS ECO CARE CONSULTANTS, 1994).

I.2.2. Mesures physico-chimiques

La mobilité et la biodisponibilité des ETM dans l'environnement sont gouvernées par des paramètres physico-chimiques aussi bien du matériau que du milieu (QUEVAUVILLER, 2007). Les principales sont : le pH, la granulométrie, la densité, le taux d'humidité et la teneur en matières organiques.

Le pH du matériau solide

Il permet de caractériser la capacité du matériau à neutraliser les solutions acides ou basiques auxquelles il est soumis. Il permet aussi de renseigner sur la mobilité des ETM étant donné l'interaction avec les phénomènes d'adsorption. Plusieurs méthodes existent pour mesurer le pH d'un matériau solide. Ces méthodes consistent à fragmenter le matériau et le mettre en contact, pendant un temps donné, avec des solutions acides, basiques ou neutres pour un rapport solide/liquide fixé. Les paramètres opératoires sont choisis afin d'atteindre un état stationnaire avant de procéder à la mesure du pH. La norme ISO 10390 recommande l'utilisation de l'eau (pH H₂O) pour mesurer l'acidité réelle (appelée aussi acidité actuelle ou active) et une solution de KCl (pH KCl) pour mesurer l'acidité d'échange (ISO, 2005).

La granulométrie

La granulométrie a pour objet la mesure de la taille des particules élémentaires qui constituent l'ensemble du matériau. La méthode de détermination de la granulométrie la plus simple est obtenue par passage au travers d'une série de tamis de mailles décroissantes (CEAEQ, 2006). Pour les particules les plus fines (moins de 40 à 80 µm), d'autres méthodes sont conseillées, notamment la sédimentométrie ou le granulomètre à diffraction laser. Le résultat est traduit par des courbes dont la forme est caractéristique de la taille ainsi que de l'homogénéité. Les rejets provenant de la concentration par flottation sont généralement fins. Cela est dû au domaine dimensionnel opératoire requis pour la concentration par flottation. La granulométrie des rejets de pyrométallurgie peut varier fortement suivant la réalisation de la granulation. La taille des grains granulés n'est généralement pas considérée comme un paramètre important.

La mesure de la granulométrie est importante étant donné qu'elle est liée à la surface spécifique qui est le siège même des interactions et des réactions chimiques.

La densité

La densité est le rapport de la masse volumique du matériau par la masse volumique du corps de comparaison, qui est l'eau pour les solides et les liquides. Les mesures doivent être effectuées dans les mêmes conditions. Ce paramètre est important et intervient dans beaucoup de calculs se rapportant aux essais de lixiviation en colonne.

Le taux d'humidité

L'humidité du matériau doit être déterminée car elle permet de calculer la masse sèche des échantillons. Ceci permet de supprimer l'étape de séchage des échantillons soumis aux tests ou de corriger le poids contenus en un élément donné. Le principe de la détermination de l'humidité consiste à sécher le matériau à une température d'environ 105°C (BLANCHARD, 2000).

$$\text{Taux d'humidité (\%)} = \frac{\text{masse du rejet humide} - \text{masse du rejet sec}}{\text{masse du rejet humide}} \times 100$$

Le matériau est considéré comme sec lorsque la variation du poids entre deux pesées à des temps différents devient nulle ou très négligeable. Plusieurs modes opératoires basés sur ce principe sont proposés dans la littérature. La norme internationale ISO 11465, initialement élaborée pour les sols, est actuellement la plus utilisée dans le domaine de l'environnement aussi bien pour les rejets solides que les sédiments pollués (ISO, 1994).

La teneur en matières organiques

La matière organique joue un rôle important dans le comportement environnemental d'un matériau. En effet, elle modifie les propriétés physico-chimiques du matériau par sa capacité de retenir l'eau, d'offrir des nutriments aux bactéries et de participer aux phénomènes d'adsorption (BLIEFERT et PERRAUD, 2001). Au cours d'un traitement pyrométallurgique, la matière organique est détruite. Dans un traitement de concentration par flottation, la teneur en matière organique peut inclure également l'apport des collecteurs et des moussants qui se retrouvent en fin d'opération aussi bien dans le concentré que dans le rejet. Pour les résidus d'hydrométallurgie, cette teneur devrait être beaucoup plus proche de celle du matériau de départ si le procédé s'est déroulé à faible température et qu'il n'y a pas eu d'ajout de matières organiques ou oxydantes. Plusieurs méthodes existent aussi ici, les plus courantes sont basées sur la perte de poids à une température d'environ 450°C. La norme internationale NF ISO 14235 prévue pour les sols peut avantageusement être appliquée aux rejets solides minéro-métallurgiques.

I.2.3. Analyses chimique et minéralogique

Une étape importante de la caractérisation des matériaux est la détermination de la composition chimique et minéralogique. L'analyse chimique élémentaire donne la teneur en éléments chimiques qui, pour chaque type de rejet, dépend de la composition du minerai qui a été traité et des conditions opératoires. La connaissance minéralogique comprend, entre autres, la formule chimique des minéraux présents, l'assemblage ou le type d'association minérale ainsi que les aspects morpho et granulo minéralogiques (LASTRA *et al.*, 1998; PETRUK, 2000).

Les méthodes d'analyse pratiquées directement sur les poudres solides gagnent du terrain. Elles permettent de se soustraire à la mise en solution. Les plus anciennes sont la spectrométrie à arc ou à étincelle utilisée surtout pour l'analyse des métaux. D'autres méthodes comme la fluorescence X permettent également de travailler sur des échantillons massifs ou sur poudre. La spectrométrie d'absorption atomique permet également des analyses sur poudres. Mais deux causes d'erreurs principales existent :

- Le problème de la neutralisation de l'effet de matrice : une façon de résoudre ce problème est d'utiliser comme étalons des échantillons solides représentatifs de la matrice des échantillons à analyser ;
- Le problème de l'homogénéité de la poudre et de la représentativité de l'échantillon : le broyage doit être le plus fin possible pour obtenir une granulométrie convenable et homogène.

Ces causes d'erreurs liées à l'analyse sur solide sont actuellement mieux résolues à partir d'une mise en solution préalable aussi bien pour l'analyse des éléments majeurs que des éléments en traces (VERNET et GOVINDARAJU, 1993). Il est plus facile en effet d'apporter les corrections nécessaires à partir d'une solution (dilution, tampons, correcteurs, etc.) pour rendre une méthode spécifique et précise. C'est pourquoi les méthodes les plus utilisées actuellement sont la spectrométrie d'absorption atomique, l'ICP-AES (spectrométrie d'émission atomique dans un plasma à couplage inductif) et l'ICP-MS (spectrométrie de masse dans un plasma à couplage inductif). Toutes ces méthodes demandent une mise en solution préalable de l'échantillon. La mise en solution peut s'effectuer soit directement par des acides soit en passant par des fondants :

- l'attaque par des acides, appelée encore mise en solution par voie humide, est utilisée de préférence pour les matériaux solubles dans les acides. L'utilisation d'acides forts concentrés et à chaud est le processus le plus général, de même que l'utilisation combinée d'agents acides concentrés et oxydants divers ;

- l'attaque par des fondants, appelée encore la mise en solution par voie sèche, a d'abord été utilisée pour les matériaux quasiment insolubles dans les acides. Mais avec l'avènement des méthodes comme la spectrométrie d'absorption atomique, l'ICP-AES et l'ICP-MS, la fusion avec les borates alcalins a tendance à se généraliser. Ces fondants permettent de transformer l'échantillon en un produit soluble soit dans l'eau, soit dans un acide dilué.

En ce qui concerne les analyses minéralogiques, une technique conventionnelle comme la diffraction des rayons X permet d'identifier des phases cristallisées ainsi que de caractériser l'arrangement des réseaux cristallins. Seule l'interprétation qualitative est souvent utilisée. On ne peut identifier que les phases cristallisées en proportions importantes (sensibilité de 1 à 3% du minéral) (IMYIM, 2000). Les techniques récentes se basent de plus en plus sur l'analyse d'images. Ces techniques se sont grandement développées grâce au progrès informatique. Les possibilités de l'analyse d'image sont multiples et variées : identification des phases minérales, détermination quantitative des minéraux, granulométrie, forme des grains et texture minérale, maille de libération, associations minérales, etc. Cependant, pour que le résultat soit correct, la préparation de l'échantillon doit répondre à certaines conditions notamment la représentativité.

La première étape de l'analyse d'images est l'acquisition de l'image. Plusieurs types d'image sont possibles : image de microscopie optique à transmission, à réflexion, microscopie électronique en détection BSE (électrons rétrodiffusés) ou EDS (émissions de rayons X). Chacune présente ses caractéristiques propres ; les plus utilisés à l'heure actuelle sont les images de microscope électronique à balayage (MERMILLOD-BLONDIN, 2003). Le principe du microscope électronique à balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie, point par point, la surface de l'échantillon (KNIGHT *et al.*, 2002). Dans la partie expérimentale de ce travail, cette technique sera utilisée pour l'analyse minéralogique des rejets.

I.3. Etude de la lixivabilité des rejets solides

L'étude du comportement environnemental des rejets est difficile, voire impossible, à aborder uniquement par le biais d'analyses chimiques et minéralogiques classiques. Il faut utiliser des techniques susceptibles de simuler les conditions dans lesquelles ces rejets sont ou seront soumis.

Il existe plusieurs tests de lixiviation qui sont définis par les associations de normalisation à l'échelle des pays (ministères de l'environnement ou autres organismes nationaux) ou à l'échelle internationale (associations de normalisation) : AFNOR, ISO, DIN, etc. Ces tests présentent chacun un choix plus ou moins arbitraire des paramètres de lixiviation (durée de lixiviation, type de réactifs, rapport solide/liquide, agitation, granulométrie, etc.). Leurs résultats donnent lieu à différentes interprétations et types de présentations. La classification de ces méthodes peut être faite du point de vue du protocole expérimental et des mécanismes mis en évidence ou du point de vue de l'objectif poursuivi. Certaines méthodes sont d'ordre réglementaire, c'est-à-dire visent la conformité à une référence bien établie. D'autres ont un caractère purement scientifique. Parmi ces méthodes, nous retiendrons les tests d'extraction simple, les tests d'extraction séquentielle et les tests de lixiviation en colonne. Les lecteurs trouveront en annexe A.1 une liste d'une vingtaine de tests de lixiviation établie sur base des données de la littérature. Ces tests sont brièvement décrits et classés suivant les pays où ils sont couramment appliqués. Tous ces tests sont basés sur la mise en contact du matériau avec la solution de lixiviation dans un réacteur agité ou non, pendant un temps de contact suffisant pour atteindre l'équilibre.

I.3.1. Tests d'extraction simple

Les tests d'extraction simple sont utilisés pour déterminer la mobilité ou la biodisponibilité d'ETM présents dans les rejets solides. La mobilité des ETM est définie comme leur aptitude à être libérés du composé où ils sont liés pour être transférés vers des composés où ils sont de moins en moins énergétiquement retenus ; le composé ultime étant représenté par la phase aqueuse (JUSTE, 1988).

Pour la biodisponibilité, les définitions proposées dans la littérature sont nombreuses et pas toujours équivalentes (MADSEN, 2003)¹. Il y a un accord sur le fait qu'elle correspond à la proportion susceptible d'être absorbée ou assimilée par des organismes vivants (LELEYTER et BARAUD, 2005 ; LAPERCHE *et al.*, 2004 ; BAIZE et TERCE, 2002). Les avis quant au test applicable pour sa mesure divergent énormément. Les uns acceptent les tests d'extraction simple (méthode chimique) tandis que les autres penchent du côté de méthodes biologiques mettant en évidence la quantité absorbée au travers d'un transit intestinal ou celle assimilée par les cellules microbiennes vivantes. Lorsque des électrolytes faibles sont utilisés, on trouve parfois une corrélation entre les résultats des différentes méthodes.

Les tests d'extraction simple sont largement employés en raison de leur facilité de mise en œuvre. Une gamme étendue de réactifs est utilisée depuis les acides forts (eau régale, acide nitrique ou acide chlorhydrique) jusqu'aux solutions salines neutres non

¹ Cité par Laperche *et al.*, 2004.

tamponnées (CaCl_2 , NaNO_3 , etc.). D'autres types de solutions sont également utilisées pour leur capacité à former des complexes hydrosolubles très stables avec de nombreux cations : solutions salines tamponnées, agents complexants (EDTA, DTPA). En faisant un inventaire des réactifs utilisés, on a trouvé : les solvants organiques, l'eau, les sels simples, les sels des cations alcalins et alcalino-terreux, l'acide acétique, les acétates, l'acide oxalique et les oxalates, le citrate de sodium, les fluorures, l'acétylène, l'acétone, l'EDTA, le DTPA, les pyrophosphates de sodium et de potassium, l'oxalate d'ammonium acide et le tartrate d'ammonium, l'hydrochlorure d'hydroxylamine et l'hydroquinone, le dithionate de sodium, l'hypochlorure (ou hypobromure) de sodium, le peroxyde d'hydrogène, l'hydroxyde de sodium, le carbonate de sodium, l'acide nitrique, l'acide hydrochlorique et les acides forts. De cette longue liste, certes non exhaustive, on peut remarquer que, dans les études environnementales concernant les rejets solides, les sels neutres, l'eau et les acides dilués ou faibles sont les plus utilisés. Cela est dû au fait qu'il est question de simuler les conditions naturelles. En réalité, les phénomènes responsables de la lixiviation des rejets ne sont pas toujours naturels. Ils peuvent être anthropogéniques, ce qui justifie l'utilisation d'autres types de réactifs.

En ce qui concerne le mode opératoire, la lixiviation se déroule en batch, à température ambiante, avec un rapport solide/liquide suffisamment faible pour que la solubilisation soit totale et que le solide soit totalement dispersé et sous agitation afin d'accélérer le processus. La granulométrie est recommandée dans un intervalle donné beaucoup plus pour des raisons techniques que pour des raisons cinétiques. Les paramètres rapport solide/liquide, agitation, granulométrie et temps sont parfois étudiés dans des intervalles très grands en vue de faire ressortir leur influence. Dans les tests normalisés (AFNOR, DIN, US EPA, NEN, etc.), les paramètres sont fixés de manière à extraire le maximum de polluants. L'interprétation des résultats est faite en comparant la concentration dans la solution d'extraction à une valeur réglementaire fixée sur base de la toxicité du polluant ou des concentrations habituellement rencontrées dans le milieu envisagé avec une marge de sécurité variant d'un facteur de 10 à 100.

En conclusion, les tests d'extraction simple sont appliqués en chimie environnementale pour simuler les phénomènes susceptibles d'être rencontrés réellement. Ces phénomènes peuvent être naturels ou anthropogéniques. La grande différence entre l'essai de laboratoire et le phénomène naturel est le facteur temps. L'extraction est accélérée de plusieurs manières : par l'emploi de réactifs concentrés et/ou plus agressifs que ceux rencontrés habituellement dans le milieu naturel, par l'emploi d'une grande quantité de liquide d'extraction, par la mise en contact par agitation, etc.

I.3.2. Tests d'extraction séquentielle

On parle d'extractions séquentielles lorsque plusieurs lixiviations sont réalisées successivement sur un même échantillon dans un ordre prédéterminé, en utilisant des réactifs de force croissante permettant ainsi d'obtenir des informations sur les fractions « facilement mobilisables » (extraites avec de l'eau ou une solution neutre), « mobilisables » (extraites par exemple avec l'EDTA ou le DTPA) et « immobiles » (extraites avec de l'eau régale ou en analyse totale avec de l'acide fluorhydrique. Les fractions chimiques ainsi obtenues ne sont pas définies minéralogiquement mais plutôt rattachées à des classes de constituants pour lesquelles les solutions d'extraction ont été sélectionnées, en particulier :

- La fraction « échangeable » qui qualifie les éléments adsorbés sur les surfaces minérales par des liaisons non spécifiques de type attraction électrostatique. C'est par exemple le cas des cations échangeables en position interfoliaire dans les argiles. Cette fraction est couramment extraite par des solutions salines à pH neutre. Le principe est de provoquer l'échange des éléments retenus à la surface des solides par un ion introduit en quantité largement excédentaire dans la solution ;
- La fraction « adsorbée et/ou liée aux carbonates » qui contient les éléments précipités ou coprecipités avec les carbonates. Ces éléments sont classiquement extraits par l'acide acétique du fait de la baisse de pH qui induit une dissolution des phases carbonatées ;
- La fraction liée « aux matières organiques » est en général extraite par le peroxyde d'hydrogène qui est un oxydant puissant qui détruit les matières organiques ;
- Les fractions liées aux « oxy-hydroxydes plus ou moins bien cristallisés » sont différenciées en fonction de leur plus ou moins bonne cristallinité (qui sont plus ou moins réactives vis-à-vis des ETM), dans tous les cas réduites à l'aide de réducteurs plus ou moins puissants. De ce fait, certains protocoles distinguent une fraction liée aux « oxydes amorphes » (extraite par exemple avec de l'hydroxylamine hydrochlorique accompagnée d'acide acétique à pH 2, ou de l'acide chlorhydrique), et une fraction liée aux « oxydes cristallisés » (également extraite avec de l'hydroxylamine - HCl et acide acétique à 90°C) ;
- La fraction « résiduelle » se compose essentiellement des minéraux silicatés primaires et secondaires (argiles principalement), qui nécessitent une attaque acide à l'aide de mélange d'acides concentrés pour assurer une dissolution totale. L'eau régale ($\text{HNO}_3 + \text{HCl}$) n'est pas recommandée car elle ne dissout pas entièrement les phases résiduelles. Un mélange comprenant des acides tels que HF, HClO_4 , HCl et HNO_3 est ainsi préférable.

Ces spéciations opérationnelles sont plus empiriques que les spéciations aqueuses. Elles n'ont d'intérêt que lorsque l'on effectue des comparaisons entre valeurs obtenues dans les mêmes conditions d'extraction (QUEVAUVILLER, 2007).

Sur base de ce qui précède, de nombreux protocoles d'extraction séquentielle ont été proposés depuis une vingtaine d'années. Ils diffèrent principalement par le nombre d'étages et le type de réactifs utilisés. Le plus ancien est celui proposé par TESSIER *et al.* (1979) et qui comporte 5 étages d'extraction (tableau I.1.).

Si le protocole proposé par TESSIER a l'avantage de présenter une étude critique des conditions expérimentales choisies, il ne peut en toute rigueur être utilisé que dans le cadre défini par les auteurs (sols et sédiments).

Tableau I.1. Protocole d'extraction séquentielle d'après Tessier *et al.* (1979)

Réactifs	Formes des métaux traces
Chlorure de Mg (pH 7)	Echangeable
Acétate de sodium (pH 5)	Liés aux carbonates
Hydroxylamine (pH 2)	Liés aux oxydes
Eau oxygénée (pH 2)	Liés aux matières organiques
HCl+HClO ₄	Fraction résiduelle

Source : (Baize et Tercé, 2002)

De nombreuses études s'y sont référés par la suite en apportant des modifications : nombre d'étapes (GUPTA et CHEN, 1975), choix des réactifs et temps de contact (RIISE *et al.*, 1990 ; SALBU *et al.*, 1994 ; BARONA *et al.*, 1995 ; CLARK *et al.*, 1996 ; MAIZ *et al.*, 1997) ou ordre des séquences (CARBOL, 1993 ; SCHULTZ *et al.*, 1998) . Très peu d'auteurs ont justifié les changements apportés au protocole élaboré par TESSIER. Certains incluent une première fraction dite « soluble dans l'eau » (OUGHTON *et al.*, 1992), d'autres font la distinction entre les fractions liées aux oxydes de fer et de manganèse sous forme amorphe ou cristalline (MILLER *et al.*, 1986), tout en n'oubliant pas ceux qui ne tiennent pas compte de la fraction liée à la matière oxydable (PAVLOTSKAYA *et al.*, 1974] et ceux qui considèrent plusieurs fractions ayant des degrés de fixation plus ou moins importants avec la matière organique (RAURET *et al.*, 1989) . De plus, parmi les auteurs précités, certains ajoutent une ou plusieurs étape(s) de lavage (H₂O, EDTA...), en effectuant des mesures ou non sur le ou les rinçat(s) résultant(s).

Face à cette situation, des organismes nationaux et internationaux de normalisation (AFNOR, NEN, ASTM, etc) ont proposé des protocoles normalisés pour, non seulement uniformiser mais aussi pour rendre les résultats comparables. On peut noter qu'au niveau européen, depuis 1999, les activités du Comité européen sur l'harmonisation des tests de lessivage/extraction (European Network for Harmonization of Leaching/Extraction tests) ont été multipliés afin d'établir des essais de lixiviation communs pour tous les pays de la Communauté Européenne (VAN DER SLOOT, 2000). Ces protocoles concernent : les sols, les rejets solides granulaires, rejets solides monolithes, les sédiments pollués et les rejets d'incinération des ordures ménagères.

C'est ainsi qu'au niveau européen on trouve actuellement le protocole dit de BCR (Bureau Communautaire de Référence), qui comporte 3 étapes d'extractions à réaliser dans des conditions bien déterminées (URE *et al.*, 1993 ; QUEVAUVILLER *et al.*, 1996):

- étape 1 : CH₃COOH (fraction acido-soluble) ;
- étape 2 : NH₂OH.HCl (fraction réductible) ;
- étape 3 : H₂O₂ et CH₃COONH₄ (fraction oxydable).

Quel que soit le protocole proposé, les méthodes d'extractions séquentielles restent l'objet de critiques basées principalement sur leur non sélectivité. En effet, chaque solution d'extraction est susceptible d'agir sur plusieurs fractions à la fois. De plus, lors de la solubilisation d'une phase, une redistribution est possible.

I.3.3. Le test « *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* »

La *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) ou « Méthode de Lixiviation pour déterminer les Caractéristiques de la Toxicité » est une méthode d'évaluation du comportement de rejets développée en 1986 aux Etats-Unis par l'EPA (Environmental Protection Agency). Faisant suite à la méthode dite *EP (Extraction Procedure) toxicity*, la TCLP a été développée dans le but d'avoir un protocole applicable tant aux rejets liquides et solides qu'aux rejets multiphasiques qu'ils soient minéraux ou organiques (CEAEQ, 2005 ; US-EPA, 1995).

Ce test rentre dans la catégorie des tests d'extraction simple avec la particularité qu'il n'est pas dédié uniquement au matériau solide, ce qui lui donne un caractère un peu différent des autres tests d'extraction simple. On trouve dans la littérature une mise en œuvre de la TCLP ou de ses variantes dans la caractérisation du comportement environnemental de matériaux très variés : sédiments contaminés (HARDAWAY *et al.*, 1999), sols pollués (DERMATAS *et al.*, 2006 ; THURNAU, 1996 ; YUKSELEN et ALPASLAN, 2001), rejets miniers et métallurgiques (MARGUI *et al.*, 2004 ; HALIM *et al.*, 2003), boues, déchets industriels et hospitaliers, mâchefers d'incinération des ordures ménagères, résidus de broyage de véhicules (KHUDRE *et al.*, 1991), déchets électroniques (KEVIN *et al.*, 2006), déchets stabilisés/solidifiés (JANUSA *et al.*, 1998 ; YUKSELEN et ALPASLAN, 2001), etc. La particularité du test est liée au fait qu'il est développé de telle manière qu'il soit applicable aux cas particuliers sans restreindre la possibilité de comparer les résultats. C'est ainsi qu'il s'applique aussi bien aux rejets solides, liquides que gazeux.

En ce qui concerne les rejets solides, la lixiviation est réalisée avec une solution d'acide acétique pour simuler les conditions de décharge où le matériau est mis en contact avec des rejets organiques d'origines diverses (agricole, ménagère, industrie agro-alimentaire, etc.), la putréfaction de la matière organique produisant naturellement de l'acide acétique. Suite à ce choix de lixiviation acide, ce test est considéré comme étant plus sévère.

Plusieurs variantes ont été développées, il s'agit notamment :

- TCLP modifié, lixiviation en milieu acide acétique lorsque la capacité de neutralisation est supérieure à 3 eq/kg à un pH de 9 pour les résidus industriels non dangereux et les résidus stabilisés ou solidifiés ;
- SPLP « synthetic precipitation leaching procedure », est une lixiviation qui simule les pluies acides (elles ont un pH de 4,2 à l'Est du Mississippi) appliquée aux résidus industriels non dangereux et aux matières résiduelles traitées par stabilisation/solidification afin d'évaluer les possibilités de leur valorisation. Cette méthode est tirée de la méthode EPA 1312 : *Synthetic Precipitation Leaching Procedure* (SPLP).

Une variante particulière de la TCLP, est le test MTCLP (*multiple toxicity characteristic leaching procedure*) pratiqué au Japon et qui propose 10 extractions successives sur le même échantillon solide ou solidifié réduit en grains. La première extraction correspond pratiquement à la TCLP, tandis que les 9 suivantes utilisent des solutions de lixiviation à pH 3 simulant les pluies acides.

I.3.4. Percolixiviation

Cette catégorie de tests est amplement employée pour simuler les conditions réelles sur site. Ce test est parfois qualifié de test intégrateur, en ce sens qu'il permet une approche globale des phénomènes mis en jeu. Deux modes de réalisation peuvent être distingués : les colonnes à flux ascendant dites « noyées » où le fluide circule du bas de la colonne vers le haut, ce qui assure une saturation complète, et les colonnes à flux descendant dites « arrosées » où la saturation peut ne pas être totale.

Plusieurs protocoles sont proposés dans la littérature. Ils diffèrent sur différents aspects : sens de circulation du fluide, remplissage de colonne avec ou sans compactage, débit constant ou variable, expression des résultats, etc.

A titre d'exemple, on peut considérer le test TS14405 de percolation recommandé dans la directive décharge pour l'utilisation de déchets en technique routière. Le matériau est mis en place dans la colonne en cinq couches compactées. Après mise à l'équilibre avec la solution lixivante durant 72 heures, celle-ci est alimentée à débit constant et des prélèvements de percolats sont réalisés pour des ratios L/S (l/kg) fixés jusqu'à 10. Les résultats sont exprimés en mg/l et/ou en mg/kg en fonction du ratio L/S. Ils peuvent éventuellement servir à un modèle de prédiction du relargage en scénarios.

Parmi les nombreux protocoles existants, certaines exigences de base sont communes : la colonne de lixiviation doit avoir un diamètre intérieur d'au moins 3 cm ; le rapport entre sa hauteur et son diamètre doit être compris entre 5 et 10 ; la nature de la colonne et des tuyaux ne doit pas affecter la composition du lixiviat, la taille maximale de grains ne doit pas dépasser 10% du diamètre de la colonne, la pression à l'intérieur de la colonne ne doit pas dépasser 3 bar.

I.4. Aspects physico-chimiques du relargage et de la rétention des ETM

Pour bien évaluer l'impact environnemental des rejets, il est nécessaire de comprendre les mécanismes physico-chimiques intervenant lors de leur contact avec un liquide.

Le contact des rejets avec de l'eau modifie l'équilibre à l'interface et déclenche le processus de transfert. Celui-ci se traduit par la mise en place d'un flux massique tendant vers un nouvel équilibre. Le largage d'un ETM comprend d'une part les réactions physico-chimiques de « libération » de l'espèce et d'autre part le transport qui conduit à la mobilisation du polluant dans le percolat ou le liquide de lixiviation.

Dans un tas constitué de particules fines, c'est-à-dire peu perméable, l'écoulement de l'eau (convection ou advection) est très faible et le transport des ETM se fait principalement par diffusion des espèces selon le gradient de concentration entre l'eau de percolation et la zone de lixiviation.

Au tout début de la mise en contact du solide avec l'eau de percolation, le phénomène de lixiviation (mise en solution des espèces présentes à la surface) est

généralement majeur. L'intensité du largage est liée à la fraction des ETM potentiellement disponible à la lixiviation.

Lorsque le tas est très perméable et en l'absence de toute interaction chimique avec le reste de la phase solide, les ETM sont transportés par le flux d'eau, à la même vitesse que celle-ci. Les mécanismes de rétention et de relargage sont donc gouvernés par l'hydrodynamique du système et les interactions physico-chimiques.

Après leur passage en solution, les ETM peuvent être immobilisés à nouveau suite aux phénomènes suivants :

-Sorption : adsorption physique (résultant de réactions d'échange ionique ou de force de Van der Waals) et adsorption chimique (liaisons covalentes). Dans le cas de l'échange d'ions, la tendance à la substitution dépend de la charge et de la taille des ions intervenant. Dans le cas de l'adsorption par formation de liaisons covalentes, l'affinité d'un cation pour la surface d'un solide augmente avec la tendance du cation à former des liaisons fortes avec l'oxygène. En effet, le processus d'adsorption est une réaction des groupes $-OH$ à la surface du solide avec l'élément. Cette réaction est analogue à la réaction d'hydrolyse d'un ETM (noté M) par l'eau, la seule différence étant que, une liaison H^+ est remplacée par le solide comme le montre les équations (I.1) et (I.2).



L'adsorption est un processus réversible, ce qui signifie que le polluant peut être adsorbé et par la suite remobilisé. Enfin, on peut noter que la sorption des ETM diminue lorsque la teneur en cations majeurs (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} , etc.) augmente étant donné l'existence d'un nombre limité de sites disponibles (phénomène de compétition).

-Précipitation : accumulation d'espèces à la surface des phases solides pour former de nouvelles phases solides insolubles. Si le produit ionique de la phase solide est dépassé, le contaminant métallique précipite sous forme solide. Cependant, dans la plupart des cas le contaminant n'est pas présent à des teneurs aussi élevées et il est plus probable que le principal processus, outre l'adsorption, soit l'incorporation de l'élément métallique dans un autre minéral majeur, par exemple par le biais d'un processus de co-précipitation. Les différentes sortes de phases solides doivent donc être distinguées pour établir les processus exacts régissant les interactions entre solutés, phases aqueuses et phases solides.

Après leur passage en solution, les ETM peuvent également être maintenus dans la solution suite aux phénomènes de complexation avec la phase aqueuse ou avec les colloïdes. En effet, les ETM peuvent former des complexes aqueux avec différents ligands organiques et inorganiques initialement présents dans le matériau solide ou dans le liquide. Une augmentation de la concentration du ligand pourra entraîner l'augmentation de la concentration de l'élément dans la solution due à la formation de complexes de coordination. La complexation peut aussi s'effectuer avec les colloïdes du fait de leur petite taille, de leur surface spécifique élevée et de leurs propriétés de charges.

I.5. Radioactivité

I.5.1. Origine, type de rayonnements et exposition

La radioactivité est un phénomène physique dans lequel des noyaux atomiques instables se désintègrent en dégageant de l'énergie sous forme de rayonnements ionisants, pour former des noyaux atomiques plus stables. Depuis les origines, la vie s'est développée dans un bain de rayonnements ionisants auxquels elle s'est adaptée. Ces rayonnements ont une origine cosmique ou proviennent de la croûte terrestre où demeurent les isotopes instables d'éléments de très longues demi-vies physiques tels que le thorium, l'uranium, le potassium ou le rubidium (THE et TUBIANA, 2001). Suivant leur nature et leur énergie, on distingue plusieurs types de rayonnements :

- Rayonnements particuliers chargés : on trouve ici les rayonnements alpha (α) et bêta (β) respectivement constitués de noyaux d'hélium et d'électrons. Les rayonnements α ont un parcours dans l'air de quelques cm au maximum et dans l'eau de quelques microns. Ils sont arrêtés par une feuille de papier (figure I.4). Les rayonnements β ont un parcours sinueux (trajectoire sinusoïdale) de l'ordre de quelques mètres dans l'air, quelques microns dans l'eau). Ils sont arrêtés par quelques millimètres de métal léger ou d'une épaisseur plus grande de matière plastique (BEIR, 1990 ; MACONCHIE *et al.*, 2001).

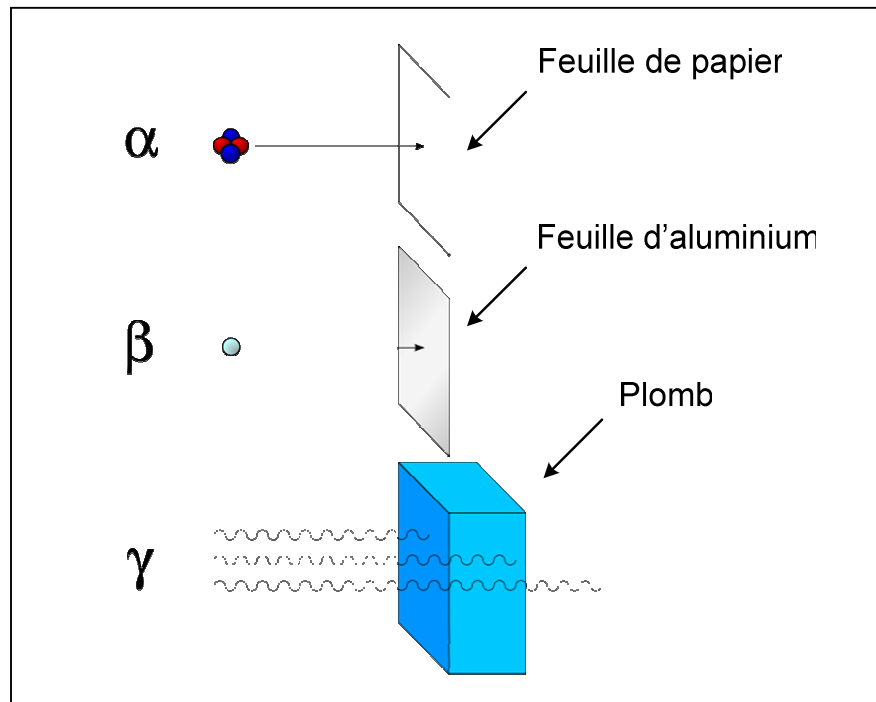


Figure I.4. Portée des rayonnements ionisants

- Rayonnements électromagnétiques : on trouve ici les rayonnements gamma (γ) et X. Les rayonnements γ se propagent en ligne droite et sont très pénétrants (selon leur niveau d'énergie). Ils proviennent de désintégrations radioactives. Les rayonnements X ont des

propriétés identiques aux γ . Ils sont émis soit lors d'interactions d'électrons avec les noyaux, soit volontairement par des appareils adéquats.

- Rayonnements particuliers non chargés : les neutrons. Le pouvoir de pénétration des neutrons est très important et variable selon leur énergie.

L'exposition moyenne continue de l'homme aux sources naturelles est évaluée à 2,4 mSv par an en dose efficace². À titre d'exemple, les personnes vivant en Europe occidentale reçoivent une dose annuelle naturelle de 3 mSv dont la moitié est due au radon. Certains milieux présentent aussi une radioactivité spécifique : eau de pluie : 3,3 à 1 Bq/l, eau de mer : 10 Bq/l, sol sédimentaire : 400 Bq/kg, sol granitique : 8.000 Bq/kg, lait : 80 Bq/l dont 50 Bq de ⁴⁰K, Corps humain : 12.000 Bq dont 6.000 Bq de ⁴⁰K.

En ce qui concerne l'exposition naturelle, il faut noter aussi qu'il existe des variations importantes en fonction de l'altitude et de la nature des terrains, allant de 1 à 10 mSv, et atteignant 100 mSv dans de larges régions comme le Kerala en Inde ou la ville de Ramsar en Iran (NAIR *et al.*, 1999 ; BERRINGTON *et al.*, 2001 ; THE et TUBIANA, 2001). En altitude, à plus de 4500 m, le personnel de l'aviation subirait une radioactivité naturelle évaluée à 3,6 mSv/an. Pour cette raison, certaines compagnies déconseillent aux hôtesses et pilotes de faire des enfants ensemble. Même en altitude, on observe aussi de grandes variations, par exemple, les doses dues à des vols au-dessus des pôles sont supérieures à celles des vols au-dessus des régions équatoriales. Il semble aussi, qu'il soit déconseillé de prolonger trop longtemps ses vacances sur la plage de Copacabana à Rio de Janeiro (Bresil) à cause du sable saturé en thorium qui fait monter la dose équivalente à 50 mSv/an, soit autant que pour un travailleur du nucléaire (THE et TUBIANA, 2001).

A l'irradiation naturelle s'ajoute, depuis la fin du XIX^{ème} siècle, une irradiation médicale délivrant en moyenne 1 mSv par an mais pouvant aller de moins de 1 mSv à plus de 20 mSv par an.

Enfin, depuis 1950, il faut ajouter des irradiations d'origine industrielle, notamment celle liée à la production d'électricité par énergie nucléaire (extraction et traitement de l'uranium, fonctionnement des réacteurs, rejets, etc.) correspondant à une exposition de l'ordre de 0,01 à 0,02 mSv par an, et celles des autres sources naturelles dont le charbon à 0,01 mSv par an. Par ailleurs les essais nucléaires en atmosphère contribuent à une exposition moyenne de 0,005 mSv/an et l'accident de Tchernobyl à 0,002 mSv/an (THE et TUBIANA, 2001).

On distingue deux sortes d'irradiation. L'irradiation externe, exposition d'un individu dans un champ de rayonnements émis, et l'irradiation interne par l'inhalation de gaz radioactif ou par l'ingestion d'eau et des poussières radioactives.

Les effets les plus sévères sont provoqués par les irradiations artificielles, notamment lors des accidents dans les centrales nucléaires ou suite à des contacts avec des produits enrichis ou des résidus irradiés. Le risque d'irradiation externe dépend de la durée de l'exposition et de la distance de la source. Plus la distance de la source radioactive est

² Les termes (dose efficace et dose équivalente) et les unités (mSv, Bq, etc.) sont expliqués dans le paragraphe qui suit.

grande, plus la dose est réduite. Lorsque l'on a été exposé à une source de radioactivité, il y a des symptômes qui peuvent apparaître déjà après quelques jours. Ce sont par exemple des brûlures de la peau, des vomissements, des vertiges, des migraines et des hémorragies internes.

I.5.2. Mesure de la radioactivité, unités et seuil d'exposition

Pour caractériser le rayonnement dû à l'exposition à un matériau radioactif, il faut pouvoir quantifier celui-ci à l'aide des grandeurs définies possédant chacune une unité précise. On distingue deux types de grandeurs : des grandeurs objectives et des grandeurs subjectives. Les grandeurs objectives caractérisent la source ou la dose absorbée par la cible ; tandis que les grandeurs subjectives tentent d'estimer le risque pour la santé (SUCPR, 2004 ; WIKIPEDIA, 2008).

Une source est caractérisée par son activité, c'est à dire le nombre de noyaux qui s'y désintègrent par seconde. L'unité utilisée est le Becquerel (Bq). On utilise quelquefois (en biologie par exemple) le nombre de désintégrations par minute. Le curie (Ci) était autrefois utilisé : il se définit comme l'activité d'un gramme de radium, soit 37×10^9 désintégrations par seconde, soit $37 \text{ Bq} = 1 \text{ nCi}$. On peut également utiliser le coulomb par kilogramme (C/kg) qui mesure la charge d'ions libérée dans la masse d'air suite à l'exposition aux rayonnements X et gamma. L'ancienne unité équivalente était le Roentgen qui correspond au nombre d'ionisations par kilogramme d'air. Pour les rayonnements ionisants, la dose absorbée par la cible est définie comme l'énergie reçue par unité de masse, en joules par kilogramme, c'est-à-dire en Grays (Gy) dans le système SI. L'ancienne unité était le rad. $1 \text{ Gy} = 100 \text{ rad}$. Lors d'une exposition durable, on définit le débit de dose, c'est-à-dire l'énergie absorbée par kilogramme et par unité de temps. L'unité du débit de dose est le gray par seconde (Gy/s). Ces grandeurs, activité, dose et débit de dose sont des grandeurs mesurables objectives, qui peuvent être déterminées à l'aide d'appareils de physique (compteurs, calorimètres, horloges).

Lorsque les rayonnements émis rencontrent la matière, ils lui cèdent de l'énergie ; la quantité d'énergie communiquée à la matière par unité de masse est la dose absorbée. Cependant, à dose absorbée égale, les effets biologiques sont différents selon la nature du rayonnement et les tissus exposés. On a ainsi défini les notions de dose équivalente (H) et de dose efficace (E) qui sont des grandeurs subjectives dont le but est d'évaluer le risque pour la santé. La dose équivalente est la dose absorbée affectée d'un coefficient qui tient compte de la nature du rayonnement. La dose efficace est le produit de la dose équivalente par le coefficient de pondération propre aux tissus (0,05 pour la thyroïde et 1 pour le corps entier) ; elle est donc le résultat d'une double pondération. Leur unité est le Sievert (Sv). Lorsque le rad était utilisé comme unité de dose absorbée, l'unité de dose équivalente était le rem, acronyme de « rad equivalent man ». Actuellement, le rem est remplacé par le Sievert (Sv), qui est « Gray equivalent Homme » et est une unité du Système International (SI). La dose équivalente (H) n'est pas mesurable au vrai sens du mot, mais elle est évaluée en fonction de la dose reçue et de la nature du rayonnement suivant la relation (I.3).

$$H = w_R \cdot D \quad (\text{I.3})$$

Dans la relation (I.3), H est la dose équivalente exprimée en Sievert (Sv), D est la dose absorbée exprimée en Gray (Gy) et w_R est un paramètre qui dépend de la nature du

rayonnement. Il est égal à 1 pour les rayons gamma et bêta, à 20 pour les rayons alpha, et de 5 à 20 lors d'une irradiation par les neutrons selon leur énergie.

Afin de pouvoir comparer des situations d'irradiation hétérogène qui conduisent à différentes distributions de la dose équivalente dans l'organisme, la CIPR (Commission Internationale de Protection Radiologique) a introduit la notion de dose efficace E comme la somme pondérée des doses équivalentes H_T aux organes et tissus T irradiés. C'est seulement par la connaissance de E , dont les unités sont elles aussi le Sievert, que l'on peut calculer le risque pour la santé ; par exemple le risque d'induction de cancer.

$$E = \sum w_T \cdot H_T \quad \text{ou} \quad E = \sum w_T \cdot w_R \cdot D_{R,T} \quad (I.4)$$

Dans la relation (I.4), w_T est le facteur de pondération pour l'organe ou tissu T qui a reçu la dose équivalente H_T et qui exprime le détriment relatif à cet organe ou tissu.

Pour évaluer les risques, il faut également tenir compte de la durée d'exposition. Les effets biologiques des rayonnements ionisants sont directement liés aux doses reçues et à la durée d'exposition pendant laquelle ces doses sont absorbées : une même dose reçue en quelques minutes est considérablement plus dangereuse que si elle est reçue pendant plusieurs semaines. En radioprotection, on mesure donc des débits de dose absorbée à l'aide de débitmètres et l'unité utilisée est le Sv/h ainsi que ses sous multiples. Le tableau I.2 résume les différentes unités de mesure de la radioactivité couramment utilisées ainsi que les facteurs de conversion.

Tableau I.2. Unités de mesure de la radioactivité

Désignation	Unité S.I.	Ancienne unité	Relation
Activité : A (nombre de désintégrations par unité de temps)	becquerel (Bq) 1 Bq=1 dés./sec	curie (Ci) 1 Ci=3,7.10 ¹⁰ dés./sec	1 Ci=3,7.10 ¹⁰ Bq
Dose absorbée : D	gray (Gy) 1 Gy=1 J/kg	rad (rd) 1 rad=0,01 J/kg	1 Gy=100 rad
Equivalent de dose : H	sievert (Sv)	rem	1 Sv=100 rem
Débit de dose	gray par heure Gy/h	rad/h	1 Gy/h=100 rad/h
Débit d'équivalent de dose	sievert par heure Sv/h	rem/h	1 Sv/h=100 rem/h

La Commission internationale de protection radiologique, CIPR, fixe les normes de limitation des doses auxquelles la population peut être exposée. Ces valeurs ne doivent pas être considérées comme un niveau normal d'irradiation des personnes pendant le travail, mais comme une limite que l'on ne doit, en principe, jamais atteindre. Ces normes sont adoptées par l'Organisation internationale du Travail, OIT, l'Agence Internationale de l'Energie Atomique, AIEA, et par l'OMS. En ce qui concerne la population en général et

pour le corps entier, la dose maximale, en plus de celle provenant du rayonnement naturel (par exemple les applications médicales) est fixée à 1 mSv par an. Par exemple, lors d'un scanner médical, le patient reçoit une dose de 0,05 mSv à 15 mSv suivant les organes examinés. Pour éviter tout risque d'altération sanguine, on se limite à un maximum de trois examens de ce type par an. Quant aux personnes professionnellement exposées aux rayonnements ionisants, la dose maximale pour un travailleur est limitée à 20 mSv par an. Mais il faut signaler que jusqu'en 1992, les doses équivalentes n'étaient pas mesurées de la même façon en Europe et aux États-Unis ; aujourd'hui ces doses sont standardisées. La dose cumulée d'une source radioactive artificielle est estimée dangereuse à partir de 500 mSv, dose à laquelle on constate les premiers symptômes d'altération sanguine. En 1992, la dose équivalente maximale (dem) pour une personne travaillant sous rayonnements ionisants était fixée à 15 mSv sur les 12 derniers mois en Europe et à 50 mSv sur les 12 derniers mois aux États-Unis. Depuis août 2003, la dem est passée à 20 mSv sur les 12 derniers mois (Wikipédia, 2008). Mais le débit de dose ne doit pas non plus dépasser 2 µS/h sachant que l'environnement naturel émet un rayonnement inférieur à 0,12 µSv/h.

I.6. Risques de drainage minier acide

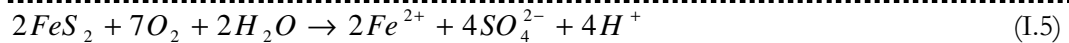
I.6.1. Définition, mécanisme et prédiction

Les stériles résultant de l'exploitation minière et les rejets de concentration contenant des minéraux sulfurés métalliques présentent une grande instabilité chimique. Exposés à l'air libre et à l'eau, ils subissent diverses réactions générant de l'acide sulfurique, permettant la solubilisation des éléments métalliques.

Ce phénomène connu sous le nom de Drainage Minier Acide (DMA) peut être à l'origine de pollutions et de déséquilibres écologiques sévères et irréversibles. La prévision de ce phénomène est nécessaire afin d'éviter les coûts énormes qu'implique la remédiation.

Bien que d'autres minéraux soient capables de générer des phénomènes analogues, les réactions principales concernent la pyrite (FeS_2) qui est le sulfure le plus répandu. L'oxydation de la pyrite joue un rôle central dans la production du drainage minier acide. SINGER et STUMM (1968) ont proposé un modèle d'oxydation de la pyrite en trois étapes successives faisant intervenir à la fois des molécules d'oxygène et des ions ferreux.

La première étape est l'oxydation directe par l'oxygène qui produit des sulfates, du fer ferreux et de l'acide d'après la réaction (I.5). Au cours de cette étape, seul le soufre est oxydé en sulfate, le fer est solubilisé sous forme d'ions ferreux.

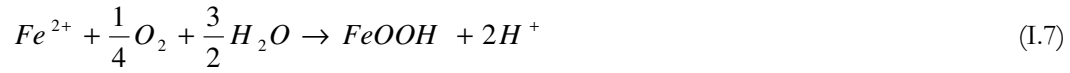


À la seconde étape, le fer ferreux est oxydé en fer ferrique (réaction I.6). À faible pH (<4), des bactéries (dont *Acidithiobacillus ferrooxidans*) catalysent la réaction provoquant l'augmentation de sa vitesse d'un facteur de 20 à 1.000.000 fois (NORDSTROM et SOUTHAM, 1997)³. Cette étape n'affecte pas la pyrite, mais est préalable à l'étape 3, où l'oxydation ne requiert plus l'action de l'oxygène.

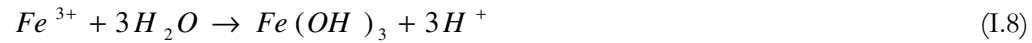
³ Cité par (Potvin, 2004)



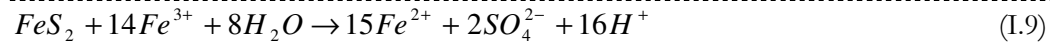
Le Fe^{2+} peut également être oxydé en $FeOOH$ et produire de l'acide (réaction I.7):



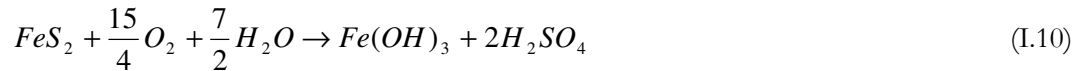
À un $pH > 4$, le Fe^{3+} est précipité sous forme d'hydroxyde ferrique ($Fe(OH)_3$), ce qui augmente l'acidité produite (réaction I.8) :



Si le $pH < 4$, le fer ferrique peut demeurer soluble et oxyder directement la pyrite, libérant encore plus d'acide dans l'environnement (réaction I.9) :



La réaction globale d'oxydation de la pyrite peut être exprimée ainsi par l'équation (I.10) :



A ne pas oublier que le Fe^{3+} peut également oxyder la pyrite même en absence d'oxygène (réaction I.11) :



C'est ce qui explique parfois la présence du soufre élémentaire dans la zone d'oxydation des sulfures.

Ces équations montrent que l'oxydation d'une mole de pyrite génère deux moles d'acide sulfurique. On considère habituellement (AUBERTIN *et al.*, 2002) que l'oxydation directe par l'oxygène (Équation I.5) se produit à un pH proche de la neutralité ($5 < pH < 7$), contrairement à l'oxydation indirecte (Équation I.9) qui prédomine à plus bas pH ($pH < 4$). Le taux d'oxydation (c'est à dire la quantité d'acide produite pour une période de temps donnée) des sulfures dépend de plusieurs facteurs (PERKINS *et al.*, 1995), dont l'apport en oxygène, la température, le pH , l'activité bactérienne, l'aire des surfaces des minéraux et leur cristallinité. De façon générale, on considère que le taux de réaction est contrôlé par l'équation (I.6). Ce taux est faible à pH neutre et, grâce à la présence des bactéries, il augmente lorsque le pH diminue.

La prédiction des risques de DMA se fait en général en trois étapes : une première étape de prévision statique dont le but est d'établir l'existence du risque, une deuxième étape de prévision cinétique qui vise à déterminer la vitesse des réactions susceptibles de se dérouler et enfin une dernière étape de modélisation et simulation (BENZAOUA *et al.*,

2004). La première étape, est critique non seulement parce qu'elle est la base des législations en la matière mais aussi parce que de son résultat découle la nécessité de procéder ou non à des investigations supplémentaires.

La prévision statique porte sur la composition du matériau et le bilan acide-base : c'est la méthode dite « Acid-Base Accounting » (ABA). La méthode consiste à déterminer le potentiel de génération d'acide (PA) à partir de la teneur en pyrite ou en sulfures et le potentiel de neutralisation d'acide à partir des carbonates et autres minéraux neutralisants. On peut ensuite établir la probabilité de production de DMA à partir d'une combinaison de ces deux paramètres faite de manière à établir une comparaison avec des critères empiriques, historiques ou législatifs susceptibles de déterminer la nécessité ou non de procéder à d'autres investigations afin d'établir l'existence de ces risques.

Les essais cinétiques portent sur la mesure des vitesses de réaction et la chimie des eaux de drainage. La limitation de l'oxydation des sulfures et de la lixiviation de métaux par action galvanique, la possibilité d'occlusion isolant les sulfures de l'oxygène et des eaux de drainage sont autant d'aspects qui influencent la vitesse des réactions responsables du DMA et de la lixiviation des ETM. Ces aspects ne sont pas abordés dans ce travail.

I.6.2. Détermination du potentiel de neutralisation d'acide (PN)

Plusieurs méthodes pour déterminer le potentiel de neutralisation acide existent. La plus ancienne est celle proposée par SOBEK *et al.* (1978). Elle consiste à neutraliser d'abord l'alcalinité du matériau avec une solution de HCl à chaud et en excès. Le HCl est ensuite dosé en retour à l'aide d'une solution de NaOH. Le PN correspond à la quantité d'acide consommée pour neutraliser l'alcalinité du matériau et est exprimé en quantité de CaCO_3 par tonne d'échantillon.

Cette façon de procéder surestimerait le PN étant donné que l'acide utilisé ne réagit pas uniquement avec les carbonates. Des études très connues ont montré par exemple qu'une bonne partie des minéraux silicatés participe à la réaction de neutralisation. On peut citer l'étude de LAWRENCE et WANG (1996) qui a consisté à analyser l'Al et d'autres cations contenus dans les lixiviats obtenus à partir de cette méthode. Une autre étude est celle de KWONG et FERGUSON (1997) qui ont étudié plus de 26 échantillons traités par une méthode similaire en utilisant la diffraction des rayons X pour observer les modifications minéralogiques survenues au cours de la réaction. Ils ont conclu que la biotite, la chlorite et les amphiboles contribuent à la détermination de PN alors que le quartz, la muscovite, le plagioclase et le K-feldspath ne le font pas.

Depuis, plusieurs méthodes ont été développées, notamment celle de LAPPAKKO (Neutralisation Potential Procedure), de BC Research Inc. (Initial Test Procedure) et de LAWRENCE et SCHESKE (1997). Avec quelques différences, toutes ces méthodes portent sur la neutralisation de l'échantillon avec une quantité connue d'acide, la détermination de la quantité de base équivalente à l'acide consommé, la conversion de la quantité mesurée en potentiel de neutralisation en unité de quantité de CaCO_3 (g, kg ou tonne) par unité de quantité d'échantillon (kg, tonne ou 1.000 tonnes).

Le grand inconvénient de ces méthodes est qu'elles s'étendent parfois sur une longue période allant de 16 heures à une semaine, parfois même à la difficulté d'observer l'arrêt de certains phénomènes tel que le dégagement gazeux. D'autres nécessitent la connaissance de la réactivité de chaque minéral, donnée qui n'est pas toujours disponible.

I.6.3. Détermination du potentiel de génération acide (PA)

Contrairement au potentiel de neutralisation acide, les méthodes de détermination du potentiel de génération acide sont peu nombreuses. D'après certains auteurs, ces méthodes seraient même un peu plus faciles (PRICE et ERRINGTON, 1995 ; COASTECH RESEARCH, 1991 ; KWONG et FERGUSON, 1997). Elles consistent à doser la teneur en sulfures métalliques et à la convertir d'abord en équivalent de H_2SO_4 puis en $CaCO_3$ nécessaire pour la neutralisation. Le protocole proposé par SOBEK consiste à dissoudre les sulfates à l'aide de HCl, à oxyder les sulfures avec HNO_3 , à déterminer ensuite la teneur en sulfures en soustrayant du soufre total le soufre restant après chaque attaque. La soustraction est faite parce que l'analyse du soufre est réalisée dans le résidu. Dans la littérature, on ne trouve pas trop de critiques apportées à cette méthode, alors que l'on sait que la sélectivité des acides utilisés est très limitée. L'idéal serait de procéder à une analyse élargie de la spéciation du soufre avant d'adopter ou non ce mode opératoire.

La méthode de calcul de PN et PA est importante dans la prédiction du DMA. La précision repose sur l'écart entre les hypothèses de calcul et les conditions rencontrées sur le site. Généralement, pour rendre ces méthodes rapides beaucoup d'auteurs recourent à des approximations d'une série de facteurs et de processus qui contribuent à l'acidification et à la neutralisation sur le terrain. Des telles approximations peuvent conduire à des résultats incorrects. Certains auteurs proposent de recourir à des corrections ou à des facteurs de sécurité pour tenir compte des limitations dans l'échantillonnage, de l'hétérogénéité des propriétés et de la composition de l'échantillon (AKCIL et KOLDAS, 2006 ; PRICE, 2005). Ces corrections et ces facteurs de sécurité étant à plusieurs points de vue subjectifs, la probabilité d'avoir des résultats reproductibles ou comparables devient moindre.

I.6.4. Interprétation des résultats de prévision statique et prévention

Deux méthodes de calcul sont couramment utilisées : il s'agit de la différence entre le potentiel de neutralisation et le potentiel de génération acide qui donne le potentiel net de neutralisation ($PNN=PN-PA$) et du rapport du potentiel de neutralisation au potentiel de génération qui donne le ratio du potentiel de neutralisation ($RPN=PN/PA$). PNN est le critère le plus rencontré dans les études portant sur les mines de charbon de l'est de l'Amérique du Nord et RPN est le plus utilisé pour les mines métallifères de l'ouest du Canada.

Beaucoup d'auteurs considèrent que des matériaux ayant une valeur négative de PNN ou une valeur de RPN inférieure à 1 présenteraient des risques évidents de DMA. Les données historiques recueillies sur les sites des mines américaines de charbon ont montré que les matériaux avec un PNN supérieur ou égal à 15 kg de $CaCO_3$ par tonne avaient un drainage non acide. Les mêmes données ont montré que, sur les mêmes sites, 78% des matériaux avec un PNN inférieur ou égal à zéro avaient un drainage acide (PRICE,

2005 ; BRADY *et al.*, 1994). C'est sur base de pareils constats que plusieurs valeurs sont actuellement utilisées comme référence. Le Code minier congolais fixe la valeur seuil du PNN à 20 kg de CaCO₃ pour établir l'inexistence des risques de DMA (cfr Art. 4 de l'annexe XI du Règlement minier). Mais il convient de souligner qu'une zone d'incertitude existe toujours ce qui pousse certains auteurs à proposer des facteurs de sécurité. En ce qui concerne le critère basé sur le RPN, sur base de considérations similaires, le risque de DMA est établi lorsque le RPN est inférieur à 1 ; il n'y a pas de risque lorsque le RPN est supérieur à 2. La zone d'incertitude correspond à : $1 < \text{RPN} < 2$.

La méthode « Acid-Base Accounting » n'a pour but que de classer le matériau suivant une catégorie prédéterminée pour voir s'il y a nécessité ou non de procéder à d'autres investigations afin d'établir l'existence des risques de DMA. La méthode ne fournit aucune information sur la cinétique de génération ni de neutralisation. A cause de cette limitation la méthode est appelée statique.

En ce qui concerne la prévention, AUBERTIN *et al.*, (2002) distinguent cinq approches différentes pour prévenir la formation de drainage minier acide :

- ✚ Élimination de l'action des bactéries : certaines bactéries, comme *Acidithiobacillus ferrooxidans*, peuvent augmenter très fortement le taux de production du drainage minier acide. L'utilisation de bactéricide peut donc permettre de réduire temporairement la formation de DMA, mais ne peut pas permettre pour autant d'arrêter définitivement le processus.
- ✚ Conditionnement des résidus miniers : il est souvent possible de retirer les sulfures du résidu par des techniques de concentration comme la flottation. On obtient alors un résidu non générateur d'acide et un concentré de sulfure que l'on peut retourner dans la mine. Une autre technique consiste à passiver la surface des grains de sulfure en incorporant une substance qui réagit avec les sulfures et forme ainsi une couche protectrice (complexe métallique stable) qui empêche l'oxydation.
- ✚ Neutralisation : il est possible de maintenir le pH de l'eau interstitielle dans les résidus au dessus, ou près, de la neutralité en y ajoutant des matériaux alcalins, comme de la chaux. Cela revient à augmenter le PN.
- ✚ Exclusion de l'eau : une barrière étanche (géomembrane, géocomposite, etc.) peut empêcher les infiltrations d'eau et donc éliminer tout risque de DMA ainsi que le transport d'éventuels contaminants. Cependant une telle infrastructure ne peut être mise en œuvre qu'à la fermeture du parc à résidus et peut être difficile à gérer à long terme. Cette approche est plus intéressante sous des climats arides.
- ✚ Exclusion de l'oxygène : la méthode la plus courante pour gérer les résidus miniers est de les stocker dans un parc à résidus, sous une couverture aqueuse, afin de limiter fortement l'apport en oxygène. En effet, le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau est environ 10.000 fois plus faible que dans l'air. Il est possible de déposer les résidus frais directement sous eau (dépôt subaquatique) ou bien d'envoyer les résidus après la vie de la mine. Il est également possible, après la fermeture du parc à résidus, de construire un recouvrement multicouche fait de matériaux naturels, dont une couche doit rester saturée en eau afin d'empêcher l'oxygène d'atteindre le résidu.

I.7. Conclusion

Ce chapitre a pour but de présenter une synthèse théorique et bibliographique sur la caractérisation des rejets solides du point de vue environnemental. Toute caractérisation doit commencer par l'obtention d'un échantillon représentatif de la matière. Nous avons montré comment on peut effectuer le prélèvement en décrivant quelques plans d'échantillonnage classiques.

Pour caractériser un rejet solide, des mesures physico-chimiques (pH, granulométrie, densité, taux d'humidité, teneur en matière organique, etc.) sont nécessaires car le comportement du rejet dans l'environnement en dépend. Les principes de base qui permettent de mesurer ces paramètres ont été exposés dans ce chapitre. Quant aux analyses chimique et minéralogique, elles sont indispensables étant donné qu'elles permettent d'identifier et de doser les ETM présents et qu'elles permettent également de renseigner sur les minéraux qui les portent ainsi que sur le type d'association de ces minéraux. A l'instar des mesures physico-chimiques, quelques méthodes qui permettent d'effectuer ces analyses ont été décrites.

En ce qui concerne l'étude de la lixivabilité des rejets, il existe beaucoup de tests de lixiviation à travers le monde. Ces tests peuvent néanmoins être classés en fonction de l'objectif poursuivi. Cet objectif peut être la simulation des conditions de l'environnement, l'étude des paramètres qui contrôlent la lixivabilité ou la conformité législative. La classification peut également être faite en fonction des conditions expérimentales de réalisation du test qui rendent certains mécanismes dominants ou non. Par exemple dans un test en batch c'est la convection qui domine sur la diffusion alors que dans un test en colonne les deux mécanismes interviennent. Un test idéal devant être à la fois représentatif des conditions réelles du terrain, compatibles avec les différents types de rejets et reproductibles pour rendre les résultats comparatifs, actuellement aucun test ne peut prétendre remplir, à la fois, ces différentes conditions. Les industries continuant à générer différents types de rejets, ces derniers traversant parfois des frontières comme sous produits ou matériaux à recycler, la nécessité d'harmoniser ces tests devient de plus en plus cruciale.

La radioactivité étant une caractéristique importante dans le contexte du Katanga qui est caractérisé par l'insuffisance des connaissances, des outils de caractérisation et des lois solides susceptibles d'arbitrer et de prévoir les conflits d'intérêt entre les exploitants, les pouvoirs publics et la population, nous avons jugé opportun d'aborder cette question. Après avoir rappelé l'origine, les caractéristiques de la radioactivité et les unités utilisées, nous avons résumé la problématique de la radioactivité au Katanga en montrant l'origine des craintes qui sont à la base des menaces qui pèsent sur les exploitants. Nous avons tenté de montrer que la législation congolaise présente des lacunes aussi bien à la définition d'un rejet radioactif qu'à la détermination d'un taux de radioactivité susceptible de conduire à l'arrêt d'une activité minière.

Enfin, une dernière caractéristique importante des rejets solides est celle relative au risque de générer un drainage minier acide. Après avoir rappelé brièvement les différents mécanismes qui ont lieu au cours d'un drainage minier acide et les méthodes de détermination des potentiels de neutralisation et de génération d'acide, nous avons tenté de

montrer comment on peut interpréter les résultats des essais de prévision statique avant de terminer par la présentation de quelques techniques de prévention du drainage minier acide.

Chapitre II

PRESENTATION DE LA PROVINCE DU KATANGA

- II.1. Situation générale
 - II.2. Population, superficie et découpage territorial
 - II.3. Transport
 - II.4. Géologie et hydrogéologie
 - II.5. Pédologie
 - II.6. Climat, relief et végétation
 - II.7. Ressources minérales
 - II.8. Problématique de la radioactivité au Katanga
-

II.1. Situation générale

La province du Katanga (voir carte politique de la figure II.2) est située en plein centre de l'Afrique, dans la région Sud-Est de la République Démocratique du Congo (RDC). Elle jouxte au Nord la province du Kivu, au Nord-Ouest la province du Kasai, et a des frontières communes avec l'Angola à l'Ouest, la Zambie au Sud, la Tanzanie à l'Est (CHISHOLM *et al.*, 2004).

Bien que naturellement enclavé au cœur de l'Afrique, le Katanga est relié par différentes voies de communication ferroviaires, routières et lacustres permettant un accès à l'Océan. Il existe une infrastructure interne de moyens de communication, bien qu'en mauvais état (réseau routier, chemin de fer, voie fluviale et aéroports).

Le développement du Katanga s'est opéré autrefois autour d'une activité minière florissante, son sous-sol regorgeant de métaux tels le Cu, le Co, le Zn, l'U, le Mn, le Ni, le Sn, l'Au, l'Ag et divers métaux précieux (Pd, Pt, etc.). Articulée autour d'un réseau de production et de distribution d'énergie hydroélectrique efficace, cette activité minière historique a constitué un véritable pôle de développement et a été à la base :

- De la création d'industries importantes, notamment de métaux non ferreux laminés et tréfilés, de ciment, de charbon, d'acide sulfurique, de textile, d'agroalimentaire ;
- D'activités connexes telles le génie civil, la petite industrie de transformation, l'exploitation forestière, l'agriculture et les commerces en tous genres.

Par effet d'entraînement, et en support de ces activités, une structure médicale, sociale et d'enseignement classique, technique et universitaire s'est développée et a permis de disposer sur place d'une main d'œuvre qualifiée à vocation industrielle.

Le Katanga aura, en fait, été longtemps le principal pourvoyeur de fonds du budget de l'Etat congolais.

Les nombreux problèmes politiques et économiques qui ont perturbé le développement de la RDC depuis 1960, ont progressivement miné le tissu socio-

économique de la région. Par ailleurs le blocage, en 1991, par les organismes internationaux de tout financement en faveur du pays a eu raison d'une économie déjà fortement ébranlée. Cette situation a notamment provoqué l'effondrement de la production cuivre-cobalt du principal producteur congolais (MINERAL INFO, 2005), la Générale des Carrières et des Mines (GCM).

La persévérance de quelques opérateurs économiques locaux, ainsi que les efforts de stabilisation du pays permettent aujourd'hui d'envisager la relance de la machine économique.

II.2. Population, superficie et découpage territorial

La population du Katanga a connu un mouvement migratoire important entre 1992 et 1995 à la suite du refoulement des populations d'origine Kasaienne par les autochtones dans certains coins de la Province. En 1996, un travail d'harmonisation des chiffres sur l'évolution de la population a été effectué par les principaux services producteurs de données démographiques (INS, Institut National des Statistiques et l'Administration du territoire) (OCHA, 2000). Grâce à cet effort d'harmonisation, les chiffres en provenance de différentes sources sont assez proches. A titre d'illustration, le tableau II.1 donne, sur trois années, l'évolution de la population du Katanga selon deux principales sources :

Tableau II.1 Evolution de la population du Katanga (en milliers)

Source	Année		
	1998	1999	2000
SNSA ⁴	4.894.000	5.085.000	5.283.000
Recensement Administratif ⁵	4.522.000	4.698.000	4.881.000

Source : (OCHA, 2000)

L'évolution de la population au Katanga est pratiquement similaire à celle de l'ensemble de la population de la RD Congo. Cette dernière est passée de 13 millions en 1955 à 51 millions en 2000. C'est-à-dire qu'elle double pratiquement tous les 25 ans, avec un taux de croissance moyen qui est resté supérieur à 3% au cours des 40 dernières années (figure II.1). Ainsi, la RDC se classe parmi les pays à *fort taux de croissance démographique*. Les hommes et les femmes sont pratiquement en nombre égal, ces dernières étant légèrement plus nombreuses au niveau national (50,5%).

Selon l'INS, en 1984, 58,9% de cette population était constituée de personnes de moins de 20 ans. Le nombre important de jeunes s'explique par un taux élevé de fécondité évalué pour l'année 2000 (Nations Unies en République Démocratique du Congo, 2001) à 6,8 enfants par femme (6,3 entre 1970-75 et 6,7 pour la période 1995-2000) (PNUD, 2002). Cependant, le taux de fécondité varie d'une région à l'autre. Ainsi en 1984, il était de 4,8 enfants par femme dans la Province Orientale alors qu'il se chiffrait à 7,8 enfants par femme au Katanga.

⁴ Service National de Statistique Agricole (SNSA) : Katanga

⁵ Rapport de la Division provinciale de l'Administration du territoire

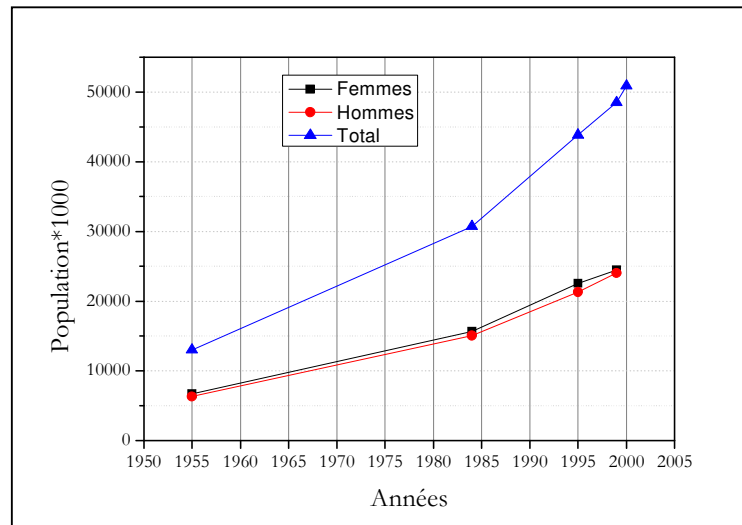


Figure II.1 Évolution et structure par sexe de la population congolaise (1955 – 2000)

Le tableau II.2 présente la répartition spatiale de la population congolaise et son évolution entre 1984 et 1999. Selon les projections de population effectuées à partir du recensement de 1984 et de relevés partiels, le taux de croissance pour la période comprise entre 1984 et 1999 a été de 64% pour la province du Katanga, alors qu'il était de 61% pour l'ensemble du pays. D'autres régions auraient connu un taux moindre, comme la Province Orientale ou le Bas-Congo. La population totale du Katanga représente environ 13% de la population congolaise, proportion qui semble s'être maintenue au cours de cette période.

Tableau II.2 Répartition spatiale de la population congolaise (1984-1999) en million

Provinces	1984 (X 1000)	%	Proportion de femmes (%)	1995 (X 1000)	%	1999 (X 1000)	%	Taux de croissance (1984-99)
Total	30.739	100,0		43.868	100,0	49.518	100,0	61,0%
Kinshasa	2.664	8,7	49,0	4.869	11,1	5.862	11,8	120,0%
Katanga	3.985	13,0	50,2	5.789	13,2	6.545	13,2	64,0%
Bas-Congo	1.994	6,5	51,2	2.638	6,0	2.909	5,9	46,0%
Bandundu	3.769	12,3	52,1	5.025	11,5	5.530	11,2	46,7%
Equateur	3.576	11,6	51,3	4.926	11,2	5.531	11,2	54,7%
Province Orientale	4.318	14,0	51,4	5.563	12,7	6.077	12,3	40,7%
Kivu-Maniema	5.392	17,5	51,3	7.949	18,1	9.056	18,3	68,0%
Kasaï Oriental	2.646	8,6	50,8	3.915	8,9	4.490	9,0	70,0%
Kasaï Occidental	2.395	7,8	51,0	3.194	7,3	3.518	7,1	47,0%

Source: UNIKIN / DDK: La question démographique en République Démocratique du Congo, Kinshasa, 1998, p.25 et - S. NGONDO a Pitshandenge & alii: Perspectives démographiques du Zaïre 1984-1999, pp.31-41 in Nations Unies en République Démocratique du Congo. C.C.A (Bilan Commun de pays), 2001.

Les trois villes les plus importantes du Katanga sont Lubumbashi, 1.200.000 habitants, Kolwezi avec près de 431.000 habitants et Likasi avec 338.000 habitants⁶. Les autres villes sont de moindre importance : 206.000 habitants pour Kambove, 143.000 habitants pour Kipushi et 124.000 habitants pour le territoire de Sakania, incluant la cité de Kasumbalesa.

Le Katanga couvre une superficie d'environ 464.600 km², soit près de 16 fois celle de la Belgique soit presque le territoire de la France (ROBERT, 1956). L'occupation actuelle du territoire est essentiellement agricole, avec des boisés dispersés. Le cadre bâti est quant à lui représenté par de nombreux petits villages traditionnels disséminés de façon rectiligne le long de la route principale et ponctué par les centres urbains de Kolwezi, Likasi, Lubumbashi et Kasumbalesa.

De place en place, les installations minières abandonnées, le plus souvent des mines à ciel ouvert ou des amoncellements de résidus, marquent le paysage.

La province du Katanga⁷ (figure II.2) comprenant cinq districts (Haut Katanga, Haut Lomami, Lualaba, Tanganyika et district urbano-rural de Kolwezi) et 22 territoires, compte quelques 92 collectivités, 80 groupements et environ 7.350 villages (Groupe l'Avenir, 2003).

Les trois grandes villes situées sur le Copperbelt congolais, Kolwezi, Likasi et Lubumbashi (la deuxième ville du pays par le nombre de sa population), constituent des entités indépendantes administrées chacune par une mairie. La majorité des services publics et des bureaux régionaux des ministères s'y retrouvent.

II.3. Transport

Pour l'import et l'export quatre principaux modes de transport connectent le Katanga au reste du mode : routes, rails, air et eau.

Routes : Il y a environ 145.000 km de routes à travers la RDC, seulement 2.500 km sont asphaltées (CHISHOLM *et al.*, 2004). Il y a deux ensembles de routes nettement séparés en RDC. Les routes de l'ouest interconnectées à la capitale Kinshasa et au port de Matadi (le seul pour la RDC) ayant une ouverture sur l'Océan Atlantique. Les routes de l'est ou l'ensemble des routes de l'intérieur qui connectent la deuxième grande ville du pays, Lubumbashi à la région de grands lacs au nord-est. La connexion entre ces deux ensembles de route se fait par bateau ou avion bien que le réseau de chemin de fer, mal entretenu, les relie via la forêt équatoriale.

⁶ Pour les villes de Kolwezi et Likasi, les chiffres proviennent du site Internet : <http://population.com/country.asp?ID=418&cityID=1226>.

⁷ Il s'agit des données d'avant les réformes politiques de cette année, réformes pour lesquelles toutes les données ne sont pas encore disponibles.



Figure II.2 Carte politique de la Province du Katanga

Air et eau : Plusieurs compagnies aériennes privées opèrent en RDC. Il y a 23 aéroports avec pistes asphaltées et 210 avec pistes non asphaltées (CHISHOLM *et al.*, 2004). Pour la zone cuprifère du Katanga, l'aéroport de Lubumbashi et celui de Ndola en Zambie sont les principaux. La totalité des voies navigables du Congo (fleuve Congo, ses affluents et les lacs non interconnectés) s'étendent sur 15.000 km.

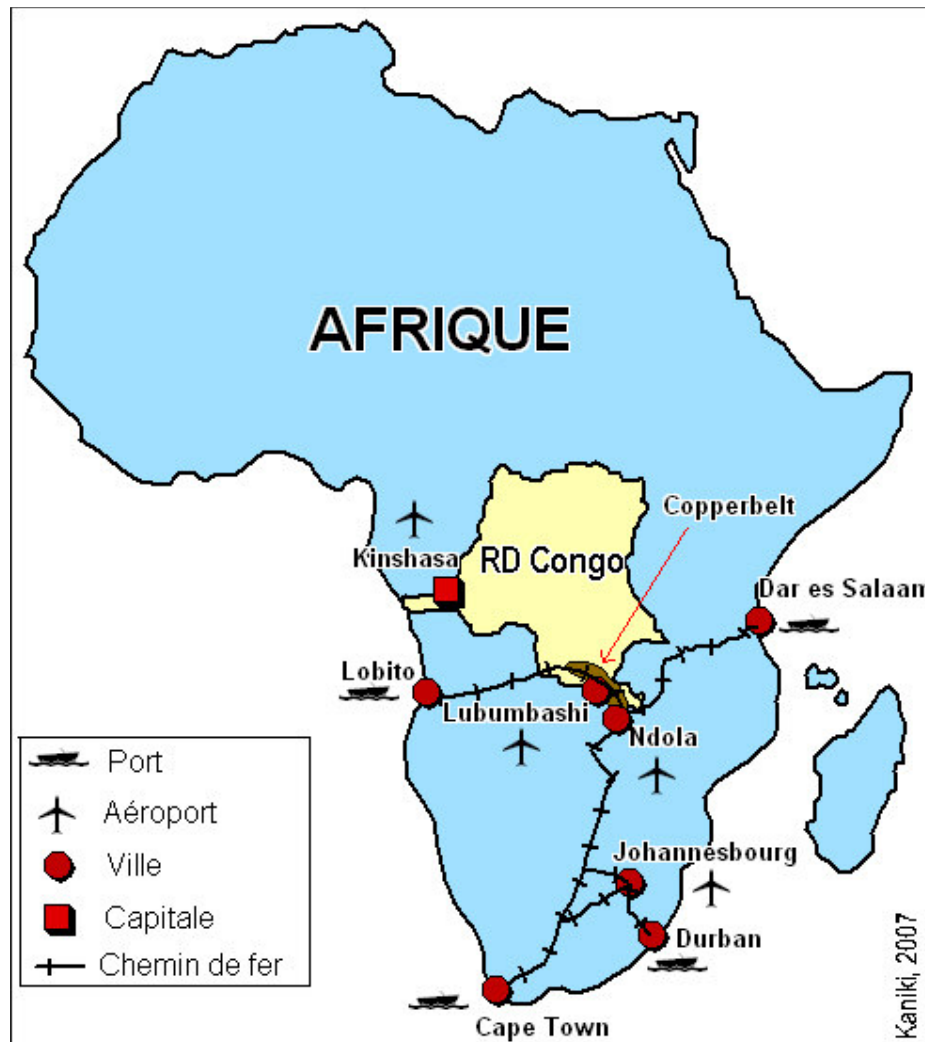


Figure II.3 Carte d'Afrique et points de connexion du Katanga au reste du monde

Rail: La RDC a également deux ensembles de voies ferrées séparés. Le premier connecte Kinshasa, la capitale, à l'océan Atlantique par le port de Matadi. Le second interconnecte les régions sud et est du pays. La région minière est desservie par le second ensemble qui est relié aux chemins de fer de la Zambie. Les produits à l'exportation transitent par les chemins de fer de la Zambie pour atteindre le port de Durban en Afrique du Sud. Une autre alternative est le système TAZARA (Tanzanie-Zambia Railway Authority) qui relie les chemins de fer de la Zambie (via Kapiri Mposhi) au port de Dar es Salaam en Tanzanie (environ 1.860 km). La troisième alternative est le chemin de fer de Benguela à partir de la RDC à travers l'Angola jusqu'à l'Atlantique par le port de Lobito (voir la carte de la figure II.3). Cette voie était coupée suite à la guerre de l'Angola avec les rebelles de l'UNITA. Avec la fin de la guerre, cette voie est en reconstruction (CHISHOLM *et al.*, 2004).

II.4. Géologie et hydrogéologie

Les régions du Copperbelt en Zambie et en RD Congo sont issues d'une ancienne chaîne de montagne, l'Arc lufilien, qui se forma lorsque deux parties de l'écorce continentale, le craton du Kalahari et le craton du Congo, se rencontrèrent. Cette collision n'est que l'une des nombreuses qui se produisirent entre 700 et 500 millions d'années pour former le super continent du Gondwana.

Cette collision a vraisemblablement généré des masses importantes de fluide, qui reconditionnèrent les bases métalliques, largement présentes dans les sédiments accumulés dans le bassin sis entre ces deux cratons. Ces saumures concentrèrent les métaux de base le long des limites stratigraphiques, ou le long des failles, défauts ou autres pièges. La collision produisit aussi un rétrécissement de la croûte terrestre à cet endroit, et la séquence stratigraphique fut tectoniquement poussée vers le nord sur le craton du Congo.

Les premières données géologiques relatives au Katanga remontent à l'époque de l'expédition Bia-Francqui (1891-1893), au cours de laquelle le géologue JULES CORNET put faire un nombre considérable d'observations qui lui permirent d'élaborer une série de publications du plus haut intérêt (ROBERT, 1956).

Complétant les études de JULES CORNET, plusieurs études (CAHEN *et al.*, 1968 ; DRYSDALL *et al.*, 1972 ; CONGOLINE, 2003) ont mis en évidence l'existence de 3 ensembles géologiques nommés : Katanguien (± 600 Ma) liée à l'orogénèse lufilienne, Kibarien (± 1.300 Ma) lié à l'orogénèse kibarienne et le Complexe de base (Craton du Congo, Lukoshien, Bangwelu et Ubedien ; ± 2.000 Ma) liée à l'orogénèse anté-kibarienne (figure II.4). Le Katanguien occupe la partie centrale et méridionale. Egalement connu pour ses importants gisements métallifères (Cu, Co, Zn, U, Pb, Ni, etc.), le Katanguien couvre une superficie de l'ordre de 90.000 km^2 . Son épaisseur, qui croît du nord vers le sud, peut atteindre ou dépasser 9.000 m (BANTON et BANGOY, 1997). Il est constitué des sédiments déposés entre 900 et 500 Ma (CAHEN *et al.*, 1967). D'autres auteurs ont montré que les couches du Katanguien reposent partout par une discordance marquée sur celles du Kibarien. Elles sont donc plus jeunes que le Kibarien, et exprimé en âge absolu, elles représentent la période ultime du Précambrien, comprise entre 1.300 millions d'années et 645 millions d'années. Malgré des études très poussées sur le Katanguien, il ne semble pas que les géologues se soient mis d'accord quant à sa subdivision.

Sur le plan tectonique, le Katanguien est constitué d'une succession des structures plissées, faillées et charriées, ayant une convexité tournée vers le Nord appelée Arc Lufilien du nom de l'orogénèse Lufilienne. Deux grandes ères se dessinent ainsi dans la l'histoire géologique du Katanga, comme dans celle des continents de l'hémisphère Sud : une ère ancienne, au cours de laquelle s'est édifié le socle continental, et une ère plus récente, qui a vu s'effectuer la sédimentation des formations du manteau continental (ROBERT, 1956).

Sur le plan hydrogéologique, des nappes phréatiques de faible puissance sont mises en évidence dans les zones d'altération superficielle. Quant aux aquifères d'importance moyenne et ceux de grande puissance, ils sont localisés dans les formations de Nguba et de Kundelungu où les dolomies présentent une grande perméabilité et des zones fortement fissurées et fracturées (BANTON et BANGOY, 1997).

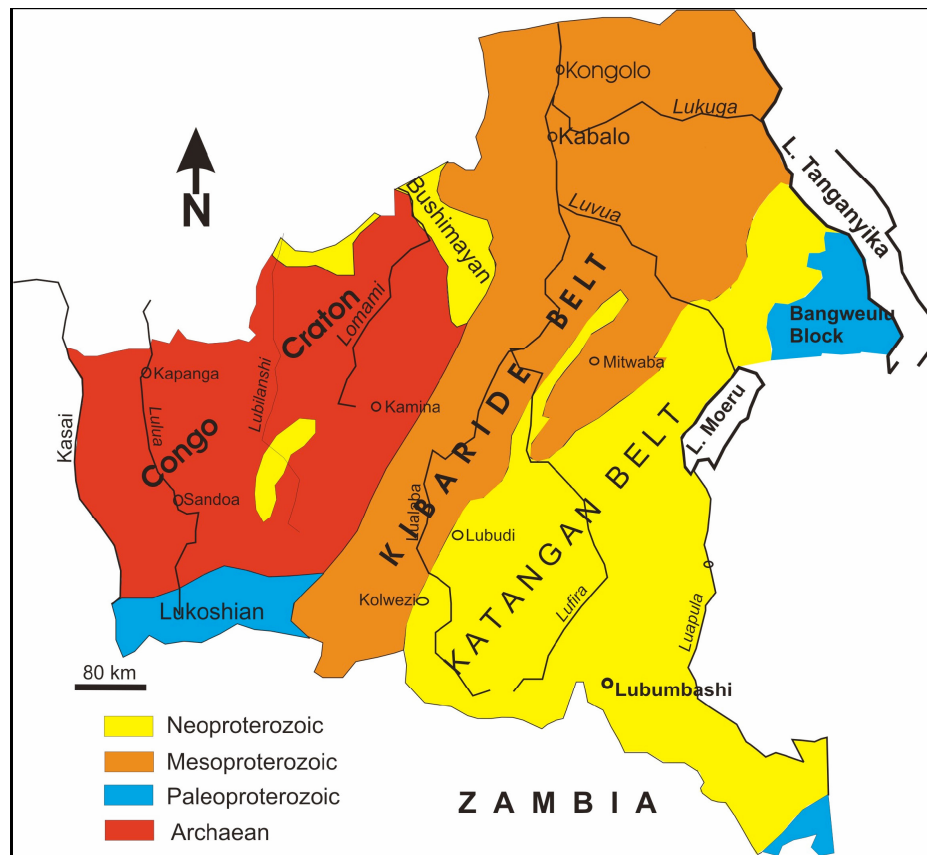


Figure II.4. Les grands ensembles géologiques du Katanga (Source : BATUMIKE, 2004)

Du point de vue lithostratigraphique, ainsi que le montre le tableau II.3, le supergroupe du Katanga ou le Katanguien comprend, de bas en haut (CAILTEUX *et al.*, 1999) :

- *Le groupe du Roan* : Il est situé à la base du Katanguien et comprend quatre sous-groupes qui sont :

- Le sous-groupe des roches argilo-talqueuses lilas (R1) : ce sous-groupe comprend des conglomérats arkosiques et arkoses de Konkola ; la dolomie talqueuse rose et clair et le grès fin dolomitique ; et enfin le grès dolomitique et dolomie gréseuse rouge ;
- Le sous-groupe des mines (R2) : les formations du R2 sont essentiellement les grès dolomitiques, les dolomies cherteuses et stromatolitiques, les shales dolomitiques et les calcaires dolomitiques, dolomies, shales carbonés, dolomies talqueuses. C'est dans ce sous-groupe qu'on trouve les principales ressources minérales exploitées au Katanga ;
- Le sous-groupe de la Dipeta : les formations qui ont été observées sont les dolomies gréseuses et talqueuses à oolithes, argilites claires, roches grés-siliceuses, calcaires dolomitiques, shales, dolomies et les dolomies et shales talqueux, grès ;

Tableau II.3. Lithostratigraphie du Katanguien (Source : CAILTEUX et KAMPUNZU, 1995)

Super-groupe	Groupe	Sous groupe	Formation	Lithologie	
Katanga	Kundelungu	Biano (Ku 3)		Grès et arkoses du Plateau : Arkoses rouges ; poudingues, grès argileux et shales	
		Kiubo (Ku 2)	Ku 2.2	Grès argileux, shales plus ou moins gréseux, oligistifères	
			Ku 2.1	Grès fins et shales avec intercalations des lits de grès fins feldspathiques	
		Kalule (Ku 1)	Ku 1.3		Siltites dolomitiques et shales;
					Calcaire oolitique rose à gris
			Ku 1.2		Grès argilo-dolomitiques à laies de shale, très micacés, oligistifères. Calcaire souvent oolithique, avec bancs de macigno Shale et grès fins micacés
					Dolomie rose à grise
		Ku 1.1		Mixtite (Petit conglomérat)	
		Nguba	Monwezi (G 2)		Dolomie grise, mauve et blanche alternant avec des bancs de shales gris et verts (Série récurrente), shale avec microgrès dolomitiques au sommet
	Muombe (G 1)		G 1.3	Siltites dolomitiques et shales	
			G 1.2	Shale et dolomie laminée stromatolitique (Kaponda), dolomie massive à laminée (Kakontwe)	
			G 1.1	Mixtite (Grand conglomérat)	
	Roan	Mwashya (R 4)	Upper (R 4.2)	Shale, shale carboné, grès arkosique ou arkose au sommet	
			Lower (R 4.1)	Dolomies avec jaspe et oolites ferrugineuses, banc d'hématite et pyroclastite verte	
		Dipeta (R 3)	Upper (R 3.2)	Dolomie avec intercalations de grès et de grès feldspathiques	
			Lower (R 3.1)	Shale à cailloutis ou grès fins feldspathiques	
		Mines (R 2)	Kambove (R 2.3, CMN)		Dolomies à laminations stromatolitiques et talqueuse, siltites dolomitiques
				Dolomitic shales (SD, R 2.2)	Shale dolomitique, shale carboné, dolomies et occasionnellement les grès et arkoses Shale dolomitique, dolomies quartzieuses au sommet
			Kamoto (R 2.1)		Dolomie stromatolitique avec intercalation des shales (RSC)
					Dolomie stratifiée et dolomies laminées litées siliceuses (RSF) Siltites dolomitiques (RAT grises)
		RAT (R 1)	R 1.3	Siltites dolomitiques massive, roses, hématitifères et chloriteuses	
R 1.2			Siltites chloritiques roses à lilas, grès vers le bas, dolomie stromatolitique au sommet		
R 1.1			Siltites légèrement dolomitiques rouges pourpres, hématitifères		

- Le sous-groupe de Mwashya : nous retrouvons dans ce sous-groupe des dolomies siliceuses et oolithes, à hématite, cherts, roches pyroclastiques et shales ; shales rubanés, grès quartzitiques et feldspathiques.

- *Le groupe de Nguba* : Il constitue le Katanguien moyen et comprend de bas en haut :

- Le sous-groupe de Likasi ou de Lubumbashi qui est constitué d'une tillite dite Grand Conglomérat, de dolomies, de calcaires, de shales de Kaponda, calcaires de Kakontwe, dolomie de Kipushi ;
- Le sous-groupe de Monwezi qui est constitué des shales dolomitiques et dolomies de la série récurrente, shales et grès dolomitiques chloriteux et hématifères, shales gréseux, grès feldspathiques et arkoses quartzitiques.

- *Le groupe de Kundelungu* : Il représente le sommet du Katanguien et comprend trois sous-groupes, à savoir :

- Le sous-groupe de Kalule qui est constitué d'une tillite appelée Petit Conglomérat, de calcaires ou dolomies roses, de grès dolomitiques, de calcaires roses oolithiques, de shales, de grès fins ;
- Le sous-groupe de Kiubo constitué des grès feldspathiques rouges, des conglomérats, des arkoses rouges, des shales gréseux et des grès rouges.

II.5. Pédologie

Les sols rencontrés au Katanga sont en grande partie de type ferrallitique classés en latosols dans les anciennes classifications, en ultisols dans la classification américaine et en ferralsols dans la World Référence Base⁸ (KAYA, 2008). Ils résultent de la décomposition profonde, rapide et complète du matériau parental, sous un climat chaud et humide. Ces sols sont d'autant plus pauvres que les processus de ferrallitisation sont plus avancés. Les sols fertiles sont sporadiques et de superficie restreinte.

L'infertilité des sols, à l'instar de la plupart des sols des forêts tropicales, est liée au lessivage des éléments nutritifs par les eaux de pluies. Les éléments les moins solubles tels que le fer et l'aluminium demeurent en surface ce qui fait que les sols ont souvent une teinte rougeâtre. La flore survit grâce à un cycle naturel extrêmement rapide reposant sur la décomposition des végétaux et des animaux morts. Celle-ci est favorisée par la chaleur et l'humidité, deux facteurs propices à la vie bactérienne. Les substances nutritives résultant de la putréfaction sont directement utilisées par les plantes. La couche d'humus ainsi formée est toutefois fort mince. Normalement, elle est protégée des eaux de ruissellement par la couverture végétale mais là où cette dernière a cessé de jouer son rôle (érosion, feu de brousse, etc.), il ne subsiste plus maintenant qu'un paysage fortement érodé (CONGOLINE, 2003 ; SNC-LAVALIN International, 2003).

Les sols de la forêt claire et de la savane qu'on retrouve dans la plupart des sites miniers sont dérivés d'un substrat alcalin (dolomie et calcaire). Ils sont dépourvus de

⁸ World Référence Base⁸ est la classification qui remplace la classification pédologique FAO.

l'horizon Aoo (litière et matière organique) et le rapport C/N de l'humus est de l'ordre de 11 à 13 (PNUD, 2003).

Les gleysols se rencontrent dans le fond des vallées du Katanga méridional. Ce sont des sols minéraux dont la fertilité dépend soit de la richesse chimique des matériaux colluviaux des collines environnantes, soit de leur profondeur.

Six horizons sont généralement mis en évidence au Katanga (figure II.5) :

- ☛ Horizon superficiel : l'épaisseur varie entre 0,2 et 2 mètres ;
- ☛ Horizon des graviers : l'épaisseur maximale est de 1,20 mètres ;
- ☛ Horizon des allites siallitiques : l'épaisseur est comprise entre 0,2 et 0,5 mètres ;
- ☛ Horizon de sols rouges bariolés : l'épaisseur varie entre 0,5 et 25 mètres ;
- ☛ Horizon de roches friables : l'épaisseur est comprise entre 0,3 et 3,5 mètres
- ☛ Roche mère.

L'ensemble de la zone d'altération a une épaisseur variant généralement entre 10 et 60 mètres.

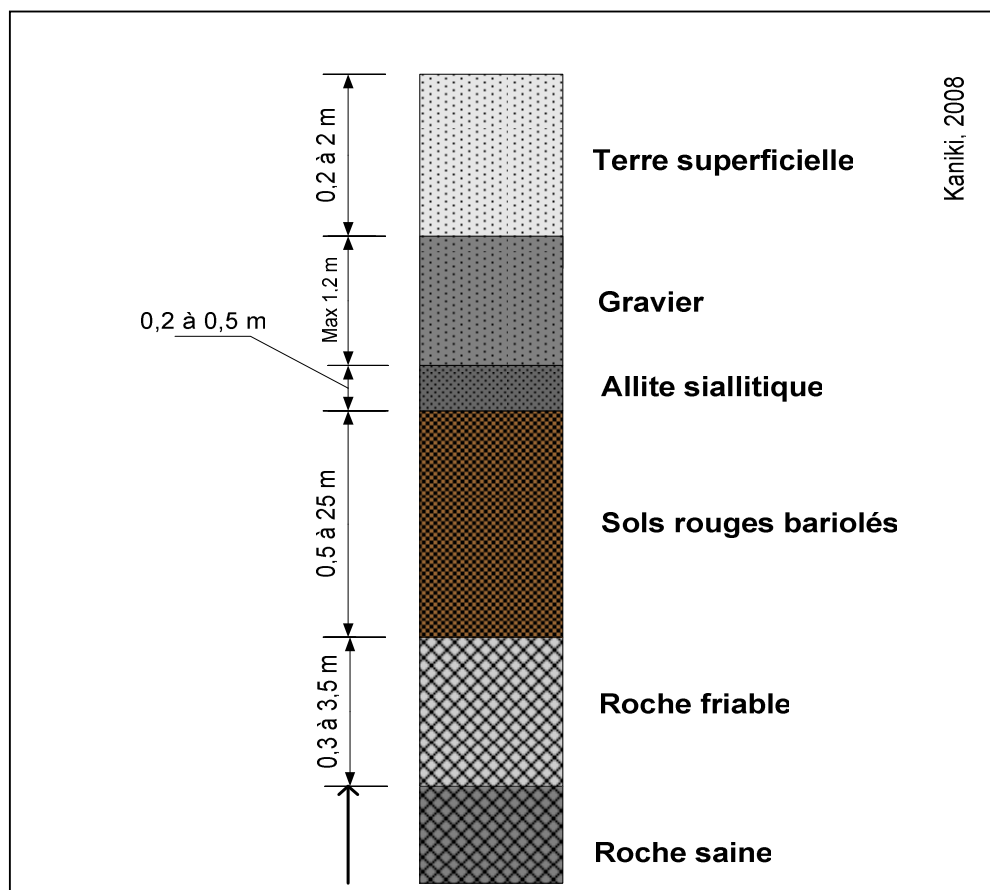


Figure II.5. Profil typique des sols du Katanga

II.6. Climat, relief et végétation

Le Katanga est situé dans la zone tropicale humide caractérisée par sept à huit mois de pluie par an (septembre à avril) et une pluviosité moyenne de 1.285 mm (100 à 140 jours de pluie par an).

Dans le système de W. Köppen, le sud de la RDC est caractérisé par un climat subtropical (moyenne du mois le plus froid en dessous de 18°C) à saison sèche hivernale. Les variations annuelles de température sont nettes et le régime des pluies connaît une saison sèche hivernale bien marquée (www.congoline.com).

Le tableau II.4 présente les normales climatiques à deux stations situées en Zambie, près de la frontière avec la RDC. La station de Mansa est située à environ 250 km à l'est de Likasi et à 160 km au nord-est de Lubumbashi alors que la station de Solwezi est située à 140 km au sud-sud-ouest de Likasi et à 120 km au sud-ouest de Lubumbashi. Ces données portent sur la période 1967-1991 pour ce qui est de la station Mansa et de 1961-1991 pour la station située à Solwezi. D'une manière générale, on considère que l'humidité relative est faible et ne dépasse pas 70% ; la température moyenne annuelle varie entre 19 et 22°C ; la moyenne des maxima est comprise entre 27 et 30°C, et celle des minima entre 11 et 14°C.

Tableau II.4 Normales climatiques représentatives de la zone minière du Katanga

	Station Mansa (1967-1991)		Station Solwezi (1961-1991)	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
Température moyenne	16,5°C Juin	23,2°C Octobre	15,7°C Juillet	22,3°C Octobre
Température maximale moyenne	25,2°C Juillet-Août	31,2°C Octobre	25,0°C Juin	30,6°C Octobre
Température minimale moyenne	8,6°C Juillet	16,9°C Novembre	5,5°C Juillet	16,1°C Janvier
Humidité relative (%)	46% Septembre	80% Janvier	43% Septembre	79% Janvier
Durée d'insolation (heure)	134,4	294,5	134,4	303,8
Vitesse moyenne des vents (m/s)	2,1 Février	4,6 Septembre	2,2 Février	3,3 Août-Sept.
Source: WMO/OMM, 1996, Normales climatologiques (CLINO) pour la période 1961-1990, n° 847.				

Le tableau II.5 présente les données pluviométriques à 5 stations du secteur de Kolwezi. Malgré leur relative proximité, ces stations montrent une pluviométrie très variable d'une station à l'autre ce qui laisse supposer des phénomènes orographiques⁹ importants selon la localisation des stations. Dans cette région, la pluviométrie varie de

⁹ Relatifs aux reliefs.

1.000 à 1.500 mm par année. La saison des pluies débute fin août et se poursuit jusqu'au début juin. La majeure partie des précipitations tombe de décembre à mars et il pleut plus d'un jour sur deux durant cette période (SNC-LAVALIN International, 2003). Les mesures effectuées dans le secteur de Lubumbashi (tableau II.6) montrent un régime pluviométrique de même tendance qu'à Kolwezi. Il est probable qu'il en soit de même dans les autres endroits de la province.

Tableau II.5 Précipitations mensuelles (en mm) dans le secteur ouest de la Générale des Carrières et des Mines (Kolwezi)

CARRIERE DE DIKULUWE (1977-1978)													
Mois	AOÛT	SEPT	OCT	NOV	DEC	JANV	FEV	MARS	AVR	MAI	JUIN	JUIL	TOTAL
Maximum	32,0	81,0	267,8	457,0	469,0	494,0	463,0	420,7	230,4	54,0	24,0	0,0	2.630
Minimum	0,0	0,0	18,8	91,4	75,7	129,0	97,2	79,6	0,0	0,0	0,0	0,0	984
Moyenne	3,0	18,6	126,4	223,1	283,9	252,0	234,1	249,1	85,6	9,0	1,8	0,0	1.486

CARRIERE DE MASH / O (1978-1999)													
Mois	AOÛT	SEPT	OCT	NOV	DEC	JANV	FEV	MARS	AVR	MAI	JUIN	JUIL	TOTAL
Maximum	30,0	74,8	269,8	482,0	453,5	464,0	491,0	402,7	249,0	41,0	24,0	0,0	2.660
Minimum	0,0	0,0	22,6	84,7	160,4	105,0	86,6	107,7	16,8	0,0	0,0	0,0	838
Moyenne	2,2	17,5	113,7	203,9	265,3	220,3	221,7	216,4	77,2	7,9	2,4	0,0	1.348

CARRIERE DE KOV (1977-2002)													
Mois	AOÛT	SEPT	OCT	NOV	DEC	JANV	FEV	MARS	AVR	MAI	JUIN	JUIL	TOTAL
Maximum	27,6	131,0	258,8	316,5	442,8	396,7	366,6	343,7	172,3	47,7	36,0	0,0	1.908
Minimum	0,0	0,0	11,0	59,5	101,7	98,8	63,5	123,6	0,0	0,0	0,0	0,0	822
Moyenne	2,6	24,0	107,9	168,6	232,2	209,7	192,0	229,0	64,6	5,9	1,8	0,0	1.238

CARRIERE DE MUSONOI 3 (1978-1995)													
Mois	AOÛT	SEPT	OCT	NOV	DEC	JANV	FEV	MARS	AVR	MAI	JUIN	JUIL	TOTAL
Maximum	20,0	70,0	244,6	408,0	609,8	401,9	310,6	341,5	213,0	27,4	34,0	0,0	2.190
Minimum	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	77,8	122,8	19,2	0,0	0,0	0,0	429
Moyenne	2,0	10,9	108,3	167,6	245,0	198,7	202,3	235,6	82,2	5,0	2,6	0,0	1.260

CARRIERE DE KOLWEZI (1977-1998)													
Mois	AOÛT	SEPT	OCT	NOV	DEC	JANV	FEV	MARS	AVR	MAI	JUIN	JUIL	TOTAL
Maximum	18,0	94,0	206,7	349,2	403,0	311,4	291,2	323,8	176,2	57,8	13,1	0,0	1.799
Minimum	0,0	0,0	17,6	78,1	101,9	72,5	79,6	34,8	11,2	0,0	0,0	0,0	760
Moyenne	2,3	20,5	94,6	180,6	209,6	201,4	188,0	203,5	72,9	6,0	0,6	0,0	1.169

Source : (SNC-LAVALIN International, 2003)

Tableau II.6. Précipitations annuelles de 1918 à 2006

saisons	Xi (mm)	saisons	Xi (mm)	saisons	Xi (mm)	Saisons	Xi (mm)
1918 - 1919	1190,8	1940 - 1941	1147,6	1962 - 1963	1352,8	1984 - 1985	1296,0
1919 - 1920	716,4	1941 - 1942	1445,9	1963 - 1964	1551,1	1985 - 1986	1186,7
1920 - 1921	1179,9	1942 - 1943	1178,1	1964 - 1965	1114,7	1986 - 1987	1255,3
1921 - 1922	1264,9	1943 - 1944	1209,8	1965 - 1966	1288,3	1987 - 1988	1228,7
1922 - 1923	1399,6	1944 - 1945	1051,1	1966 - 1967	1184,6	1988 - 1989	1098,9
1923 - 1924	1208,2	1945 - 1946	1169,1	1967 - 1968	1163,5	1989 - 1990	1087,1
1924 - 1925	1295,4	1946 - 1947	1416,9	1968 - 1969	1216,6	1990 - 1991	1173,3
1925 - 1926	1046,5	1947 - 1948	1135,5	1969 - 1970	1353,4	1991 - 1992	987,6
1926 - 1927	1121,6	1948 - 1949	1451,6	1970 - 1971	1347,6	1992 - 1993	1068,1
1927 - 1928	1343,1	1949 - 1950	1313,8	1971 - 1972	1336,6	1993 - 1994	1044,0
1928 - 1929	1379,9	1950 - 1951	888,6	1972 - 1973	1366,0	1994 - 1995	1310,3
1929 - 1930	1164,4	1951 - 1952	1256,1	1973 - 1974	1133,8	1995 - 1996	929,1
1930 - 1931	1090,8	1952 - 1953	1316,1	1974 - 1975	987,9	1996 - 1997	1227,9
1931 - 1932	1483,2	1953 - 1954	1402,0	1975 - 1976	1087,7	1997 - 1998	1240,7
1932 - 1933	1305,9	1954 - 1955	1032,5	1976 - 1977	1416,7	1998 - 1999	946,0
1933 - 1934	1212,0	1955 - 1956	1114,2	1977 - 1978	1352,5	1999 - 2000	1386,1
1934 - 1935	1033,1	1956 - 1957	1414,6	1978 - 1979	1174,7	2000 - 2001	1051,9
1935 - 1936	1189,6	1957 - 1958	1319,1	1979 - 1980	1767,1	2001 - 2002	1046,7
1936 - 1937	1190,3	1958 - 1959	1386,0	1980 - 1981	1603,5	2002 - 2003	1267,5
1937 - 1938	976,7	1959 - 1960	986,2	1981 - 1982	1382,4	2003 - 2004	887,6
1938 - 1939	1250,4	1960 - 1961	1027,1	1982 - 1983	1016,6	2004 - 2005	972,2
1939 - 1940	1003,6	1961 - 1962	1228,0	1983 - 1984	1130,2	2005 - 2006	811,0

(Source : KAZADI, 2006)

Les données du tableau II.6 permettent de calculer la moyenne et l'écart-type de la manière suivante :

$$\bar{X} = \frac{1}{N} \cdot \sum X_i = 1.202 \quad \text{et} \quad \sigma = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}} = 182,7$$

En ce qui concerne le vent, le climat au Katanga est influencé par les alizés australes (vents réguliers et constants) soufflant de l'océan Indien de direction générale sud-est - nord-ouest. Durant la saison sèche, les vents soufflent nettement des secteurs compris entre l'est-sud-est et l'est-nord-est. Les vents du sud-est sont les plus nombreux ; ils soufflent environ 144 jours par an, avec une puissance moyenne de 3 à 4 beaufort¹⁰, pouvant aller jusqu'à 7. Quelques vents accidentels et peu nombreux viennent toujours des directions comprises entre nord et sud-sud-est (figure II.6). Durant la saison des pluies les vents dominants soufflent du nord, c'est à dire du secteur compris entre nord-nord-ouest. Des vents accidentels viennent du grand secteur compris entre l'ouest et l'est en passant par le nord. Les puissances moyennes sont un peu plus faibles qu'en saison sèche et se situent autour de 2 beaufort (KAYA, 2008). En saison des pluies les vents sont beaucoup plus irréguliers qu'en saison sèche ; ils changent très souvent de direction.

¹⁰ L'échelle de Beaufort est une échelle de mesure empirique de la vitesse du vent, utilisée dans les milieux maritimes. Le degré Beaufort correspond à la vitesse moyenne du vent sur une durée de dix minutes et est égal à l'arrondi à l'entier le plus proche de la racine cubique du quotient par 9 du carré de la vitesse du vent en km/h.

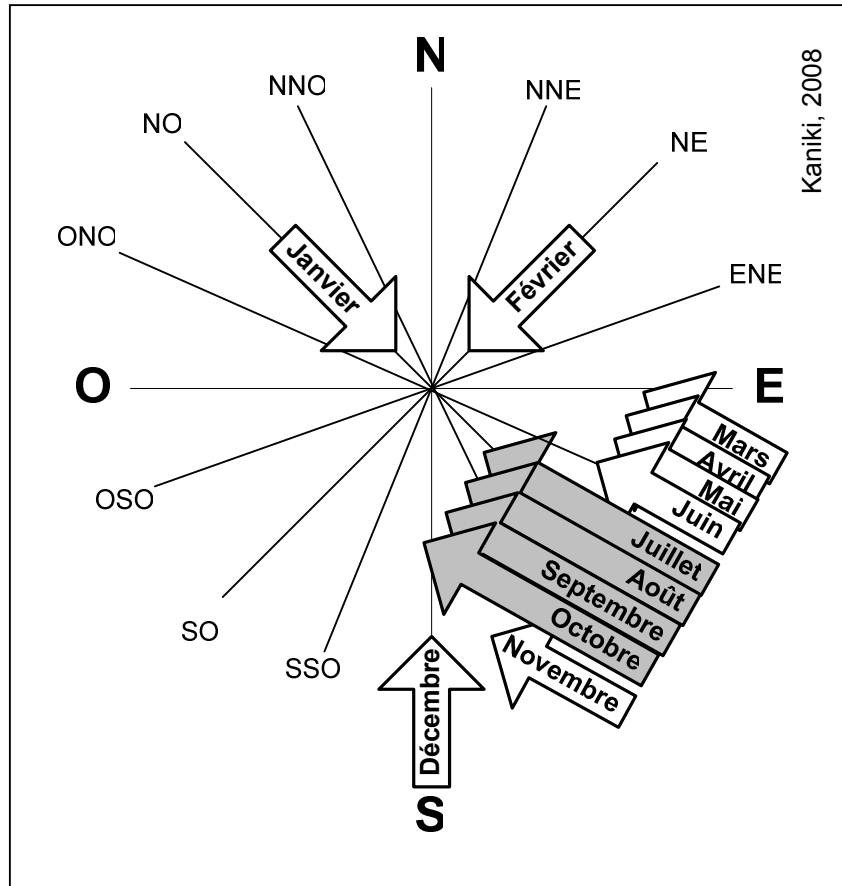


Figure II.6. Directions¹¹ des vents dominants d'après LEBLANC et MALAISSE¹² (1978)

Du point de vue du relief, de façon générale, le relief de la province du Katanga est constitué de plateaux à l'ouest, de massifs au relief tourmenté entourant le lac Upemba au centre, du massif de Kundelungu dans la partie orientale, de hauts plateaux réguliers étagés de 1.400 à 2.000 m d'altitude dans la partie sud, où se concentrent les gisements de cuivre et de cobalt (SNC-LAVALIN International, 2003). Les villes minières de Kolwezi, Likasi et Lubumbashi sont situées respectivement à des altitudes moyennes de 1.450, 1.200 et 1.300 m respectivement.

Quant à la végétation, elle est essentiellement de type soudano-zambézien, qui comprend une forte proportion de groupements herbeux marécageux en progressant vers le nord. Les formations forestières sur terre ferme se présentent généralement sous deux faciès à savoir : les forêts sèches zambéziennes (Muhulu) et les forêts claires zambiennes (Miombo). Du fait de la pratique régulière de feux de brousse, il s'y est développé une flore pyrophile qui résiste aux feux.

¹¹ Rose des vents à 16 directions.

¹² Tiré de KAYA (1978).

II.7. Ressources minérales (Minéral Info, 2005 ; MALU-MALU, 2002 ; MINISTÈRE DES MINES ET HYDROCARBURES, 2005)

Le Copperbelt africain est l'une des zones métallogéniques les plus riches de la planète. Sa découverte remonte à la fin du XIX^{ème} siècle et l'exploitation a démarré en 1911, après la mise en place d'une liaison ferroviaire avec l'Afrique du Sud.

Actuellement il est reconnu que le sous-sol katangais contient les principaux groupes de métaux suivants (<http://www.miningcongo.cd>) :

1. Les métaux de la zone du cuivre : Cd, Co, Cu, Ge, Ni, Pb, U et Zn

Le Cu et le Co se présentent sous forme des gisements stratifiés ; le Katanga représente la réserve de cobalt la plus importante au monde et il se classe dixième pour le cuivre. Certaines sources estiment les réserves de Cu du Katanga à 55.512.000 tonnes. Les principaux gisements de Co se trouvent à Kamoto, Musonoi, Kambove et Kakanda. Les réserves de Co sont évaluées à 3.665.000 tonnes. Elles représenteraient le cinquième des réserves mondiales, selon certaines sources ; la moitié ou même les trois quarts, selon d'autres. L'U et le Ni, sont présents dans des gîtes filoniens.

2. Les métaux de la zone d'étain : Sn, W, Nb-Ta, Be et (Ce,La,Th)PO₄ (monazite)

Les différents gisements du groupe de l'étain sont caractérisés par leur situation dans la zonéographie des pegmatites et leurs environnements lithologiques et structuraux. Le gisement stannifère le plus important est celui de Manono au Nord du Katanga. Le potentiel connu dans la région est de l'ordre de 200.000 tonnes de cassitérite et de ses accompagnateurs fatals (exemple le Nb-Ta et le spodumène). Dans cette zone, outre l'étain, on rencontre le tungstène, le béryl, la monazite et le colombo-tantalite¹³. La monazite est un phosphate minéral de formule (Ce,La,Th)PO₄. À cause de sa capacité à accepter l'uranium et le thorium, la monazite est le minéral le plus radioactif après l'uraninite, la thorianite et la thorite ; c'est d'ailleurs le minéral radioactif le plus commun et, dans plusieurs roches, le principal minéral hôte de l'uranium et du thorium. Si la monazite ne peut pas être exploitée comme minéral radioactif, elle peut néanmoins être exploitée comme matrice de confinement pour les déchets nucléaires. Les matrices de confinement des déchets nucléaires sont des matériaux qui piègent les radionucléides par incorporation et stabilisation à long terme au sein de leur structure avec comme objectif de les isoler efficacement de la biosphère pendant plusieurs dizaines de milliers d'années en attendant la décroissance de leur radioactivité. La décroissance radioactive de la monazite, surtout sous forme d'émission alpha, peut endommager sa structure cristalline, qui passe à un état dit métamicte. La structure cristalline est obtenue à nouveau à partir de l'état métamicte par réchauffement. C'est grâce à cette propriété que la monazite est considérée comme matrice potentielle de confinement de déchets radioactifs.

¹³ Association de deux minéraux : la colombite (Fe, Mn) (Nb, Ta)₂O₆ et la tantalite (Fe, Mn) (Ta, Nb)₂O₆.

3. *Le Fe et le Mn*

Des gisements importants de ces métaux sont localisés dans le Katanga occidental et dans la zone localisée au Sud de la concession cuprifère de la Gécamines (exemple des gisements de Kasumbalesa). Les minerais contenant la magnétite, l'hématite et la goéthite sont évalués à 120 millions de tonnes avec une teneur d'environ 60% de Fe. Les gisements importants de Mn sont ceux de Kisenge.

4. *Les combustibles minéraux* : charbon, schistes bitumineux, pétrole et ses dérivés gazeux et solides

Les gisements les plus importants de ces minéraux au Katanga sont ceux de charbon à Luena et à Kalemie.

5. *Les métaux précieux* : Au, Ag et Pt

L'or est signalé sur toute l'étendue de la « ceinture précambrienne » en liaison avec les roches du craton archéen et des cycles orogéniques Kibalien. Ses gisements sont localisés dans le Katanga septentrional, au sud de Kalemie (où l'on retrouve des filons de quartz accompagnés de pyrite, chalcopyrite et rutile) et dans la partie occidentale du Katanga (Sandoa, Mutshatsha) où il est exploité artisanalement. L'on retrouve également l'or à l'état libre ou occlus dans la pyrite dans les gisements qui jalonnent la chaîne kibarienne (granites associés à des roches basiques pyriteuses, schistes). Les indices de platine sont liés aux gîtes stratiformes du Copperbelt. L'argent provient en grande partie du traitement des minerais cupro-zincifères de Kipushi. Il est à noter également que l'or accompagne presque tous les gisements cupro-cobaltifères et qu'au Katanga méridional, il existe de faibles quantités d'or et d'argent, notamment à Shinkolobwe où des filons de quartz aurifères sont associés aux gisements uranifères.

6. *Les minéraux industriels*

Beaucoup de minéraux industriels sont rencontrés au Katanga, par exemple le gypse qui intervient dans la fabrication du ciment est rencontré à Kapiri dans la dépression de Pande près de Kasenga. Le talc utilisé dans les industries cosmétiques et dans la fabrication de peinture est rencontré dans le gisement de Ruashi Etoile, de Luiswishi, de Kansinya et du village Katanga. Des gisements de saumure utilisée pour la production de chlorure de sodium, de soude caustique, d'hypochlorite de calcium et de chlore sont rencontrés dans le Mwanshia, à Katanga, à Nguba, à Kandeza, à Nganza, à Kalamoto, à Kalengole et à Lulenge. A côté de ces ressources, on rencontre également des gisements de carbonates, de la magnésite, de la bauxite, des argiles, du kaolin, du graphite, des feldspaths, de la barytine, de la fluorine, de la silice, etc.

Cette liste, non exhaustive, a tendance à donner raison à ceux qui ont déclaré que tous les métaux du tableau de Mendeleïev peuvent être trouvés dans le sous-sol katangais au moins à l'état de trace (<http://www.miningcongo.cd> ; COURIVAUD, 2005).

Face à la réalité actuelle caractérisée par une ruée vers le Cu et le Co, cette brève présentation des minéraux industriels montre qu'ils sont des produits stratégiques étant

donné que, malgré leur importance et la moindre attention qu'on leur accorde, ils ne sont toujours pas exploités industriellement.

II.8. Problématique de la radioactivité au Katanga

Dans le grand public, la problématique de la radioactivité au Katanga est généralement liée à la mine de Shinkolobwe qui est située dans la partie centrale du Copperbelt à 35 km de Likasi. Cette mine a été exploitée industriellement pour extraire l'uranium et le radium entre 1921 et 1959. Elle est célèbre car son uranium a servi à fabriquer les bombes atomiques larguées sur Hiroshima et Nagasaki au cours de la seconde guerre mondiale. A l'indépendance du Congo, l'exploitation souterraine de la mine a été arrêtée et les puits ont été condamnés et scellés avec du béton. A la fin des années 1990, l'exploitation artisanale de l'hétérogénite (minéral contenant du cuivre et du cobalt) a connu une expansion qui s'est étendue jusqu'au site de Shinkolobwe où le gisement était particulièrement riche. Etant donné que cette exploitation s'est effectuée de façon anarchique au détriment des règles de sécurité ; un décret présidentiel fut signé en janvier 2004 pour interdire toute activité minière artisanale sur ce site. Malheureusement, la présence des minerais radioactifs étaient déjà signalée par-ci par-là dans les dépôts des villes de Likasi et de Lubumbashi. Malgré le décret présidentiel, les activités ont continué frauduleusement et en juillet 2004 un effondrement a eu lieu causant la mort d'une dizaine de creuseurs. Cet accident, la présence de minerais radioactifs à travers les villes précitées et tant d'autres événements impliquant la mine de Shinkolobwe font craindre une radioactivité élevée au Katanga. Ces craintes se transforment peu à peu en menaces de fermeture de certaines activités par manque de connaissances tant du côté des opérateurs que du côté des services chargés d'effectuer le contrôle. La menace de fermeture qui a pesé sur la mine de Luiswishi pour cause de radioactivité en est un exemple.

Les experts conviennent que la plupart des gisements du Copperbelt contiennent de l'uranium qui forme des occurrences très localisées. Au total, 22 occurrences uranifères ont été répertoriées, associées directement ou indirectement au sous groupe de mines. Certaines de ces occurrences constituent ou ont constitué des amas économiquement exploitables : Shinkolobwe, Swambo, Kasompi, Musonoi et Kalongwe, mais seul le gisement de Shinkolobwe a été exploité pour l'uranium. La plupart des autres occurrences uranifères n'ont jamais été considérés comme des gisements économiques pour l'uranium. C'est le cas de : Chabara, Fungurume, Kakanda, Kalumbwe-Myunga, Kambove, Kamoto, Kolwezi, Luishia, Luiswishi, Mashamba, Mashitu, Mutoshi, Ruashi. Cependant, au cours de l'exploitation minière du cuivre par la Gécamines, certains minerais ou roches contenant des quantités significatives d'uranium ont été stockés dans des remblais spécifiques, notamment à Musonoi et Kambove. Des occurrences uranifères ont été également observées en Zambie, notamment à Mindola, Chibuluma, Luanshya et Kansanshi.

Dans la plupart des gisements cupro-cobaltifères du Katanga où l'on rencontre des roches argilotalqueuses (RAT) on observe également des anomalies à radioactivité élevées qui font que les débits de dose sont compris entre 1 et 10 $\mu\text{S}/\text{h}$. C'est le cas de gisements de Kalukuluku, Luisha, Tenke, Kambove, Kasombo, Luiswishi, etc. Dans les zones latéritiques par contre, on rencontre les isotopes dérivés de l'uranium (produits fils) tel que le radon. Les débits de dose sont alors faibles soit entre 0,6 et 1 $\mu\text{S}/\text{h}$. Ce cas est rencontré à Kafubu. Dans les autres gisements ne figurant pas dans l'un ou l'autre des cas cités, les

débits de dose sont compris entre 0,4 et 0,9 $\mu\text{S}/\text{h}$. Le tableau I.3 donne, à titre indicatif, quelques valeurs de radioactivité des sites du Katanga.

On estime que la population katangaise est exposée à des débits de dose moyens, d'origine naturelle, de l'ordre de 0,28 à 0,40 $\mu\text{S}/\text{h}$. Sur les sites considérés comme hautement radioactifs (Shinkolobwe, Musonoi, Kasompi, Kalongwe et Swambo) et dans les villages avoisinants, le débit de dose auquel la population serait exposée est estimé à plus de 100 $\mu\text{S}/\text{h}$. Certaines sources renseignent que la « radioactivité » à Shinkolobwe serait comprise entre 10.000 et 15.000 coups par seconde. Le principal minéral responsable serait l'uraninite (UO_2) ainsi que la pechblende qui est sa variété collomorphe¹⁴ (cryptocristalline¹⁵).

Tableau I.3. Radioactivité de quelques sites miniers du Copperbelt congolais

Lieu	Bruit de fond ($\mu\text{S}/\text{h}$)	« Radioactivité » max. ($\mu\text{S}/\text{h}$)
Mutoshi	0,20	0,82
Luiswishi	0,80	3,10
Luisha	0,40	1,28
Kalukuluku	0,11	0,29
Kamwale	0,15	0,30
Likasi	0,17	0,53
Kananga	0,23	0,80
Moyenne	0,29	1,02
Ecart-moyen	0,17	0,67

Le Code minier congolais ne fixe pas un seuil de radioactivité permettant l'exploitation ou non d'un gisement donné et encore moins l'activité seuil à partir de laquelle un minerai peut être considéré comme radioactif. Mais comme il attribue au Chef de l'Etat la compétence de décider de la fermeture ou non d'une mine pour une raison donnée (cfr Art. 9 du Code Minier), la question de la radioactivité devient totalement politique. Il est nécessaire, en vue de protéger les investisseurs et la population, qu'il y ait des dispositions légales précises à ce sujet.

En ce qui concerne les rejets solides, le Code minier a prévu, en un seul article, les critères auxquels un rejet doit répondre pour qu'il soit considéré comme radioactif (cfr Art. 6 de l'annexe XI du Règlement minier). Malheureusement, cet article comporte une lacune sévère qui le rend totalement inapplicable. Elle réside dans la fixation d'une activité maximale (exprimée en kBq/kg) pour chaque radioélément sans la mentionner. Enfin, la mission de contrôle de la radioactivité est confiée à des laboratoires privés et services publics qui mesurent la radioactivité en utilisant des grandeurs subjectives (par exemple mSv/h), alors que celles-ci ne mesurent que le risque pour la santé en exposition externe et non l'activité elle-même d'un matériau.

¹⁴ Ou lamellaire.

¹⁵ Une roche est cryptocristalline quand elle est composée de cristaux très petits (de l'ordre du μm), invisibles au microscope optique et très peu visibles au microscope photonique.

Chapitre III

DESCRIPTION DES SITES DE PRODUCTION ET DE DECHARGE DES REJETS

- III.1. Rappel historique
- III.2. Description des procédés appliqués au Katanga
 - III.2.1. Concentration
 - III.2.2. Traitement pyrométallurgique
 - III.2.3. Traitement hydrométallurgique
- III.3. Description des sites
 - III.3.1. Site de Lubumbashi
 - III.3.2. Site de Kipushi
 - III.3.3. Site de Musoshi
 - III.3.4. Site de Likasi
 - III.3.5. Site de Kambove et de Kakanda

III.1. Rappel historique

L'existence de cuivre et d'or dans le bassin du Congo était connue des navigateurs hollandais et portugais qui venaient les chercher, dès le XVI^e siècle, dans leurs comptoirs de l'embouchure du fleuve Congo et de la côte de l'Angola (GECAMINES, 1996).

Vers la fin du XIX^e siècle, au moment de l'intervention européenne en Afrique centrale, le roi des belges réussit à faire accepter par l'Allemagne et l'Angleterre la création d'un Etat, dépendant de lui seul, dont les frontières englobaient le bassin du Congo et les « marches » du Kivu, du Kasai et du Katanga (ex. Shaba). À la suite de la reconnaissance politique de cet Etat par les grandes puissances de l'époque, plusieurs missions belges, envoyées en exploration dès 1890, confirmèrent l'existence d'importants gisements de cuivre et de fer dans le Shaba, et d'or le long de l'axe Congo-Nil (MALU-MALU, 2002).

En 1900, le Comité Spécial du Katanga (CSK), qui venait d'être créé, sollicita les capitaux et le savoir-faire de la Tanganyikan Concession Ltd (TLC) pour hâter l'exploration de la vaste zone qui lui avait été concédée. Devant l'ampleur des résultats obtenus au cours de cette prospection générale, la Société Générale de Belgique prépara un vaste plan d'action, destiné à assurer l'exploitation des gisements de cuivre et d'étain qui avaient été découverts au Shaba (Katanga) et créa, en 1906, l'Union Minière du Haut Katanga (UMHK), la Compagnie du Chemin de Fer Bas-Congo-Katanga (BCK) et la Forminière.

Tandis que l'UMHK préparait la mise en exploitation du gisement de l'Étoile, près de Lubumbashi, des missions de prospection organisées par la BCK et Forminière, entre 1906 et 1912, sillonnèrent le Bas-Congo, le Kwango-Kwilu, le Kasai, le Maniéma et l'Ubangi, et découvrirent les premiers indices des provinces aurifères, diamantifères et stannifères, ainsi que les bassins houillers et de schistes bitumineux, démontrant

l'importance et la variété du potentiel des ressources minérales du territoire du Congo (SNC-LAVALIN International, 2003).

L'exploitation des minerais de cuivre oxydés par les habitants du Shaba (Katanga) remontait cependant à très longtemps. Le métal était utilisé à la fabrication de bijoux et de « croisettes » (figure III.1), monnaie en forme de croix de St-André. Ces exploitations anciennes ont permis à la TLC de choisir, parmi les nombreux indices connus, les sites les plus favorables à une mise en exploitation industrielle.

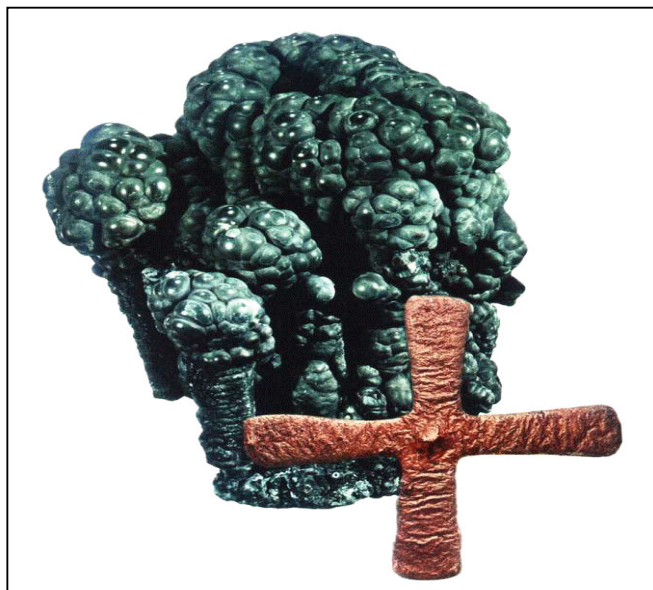


Figure III.1 Vestige de la métallurgie artisanale au Katanga : croisette de cuivre

Tout était à faire et la technologie pour mettre en place les infrastructures nécessaires n'était pas aussi performante qu'aujourd'hui. Néanmoins, le rail du réseau d'Afrique du Sud atteignait Lubumbashi le 27 septembre 1910; le 30 juin 1911, on procédait à la première coulée de cuivre et, en 1913, la production s'élevait à 7.400 tonnes de cuivre par an (GECAMINES, 1996 ; GECAMINES, 1999). On a commencé par traiter le minerai oxydé à haute teneur du gisement de l'Étoile, près de Lubumbashi.

La production de cobalt, quant à elle, a démarré en 1924 à partir des minerais mixtes de Kambove et Kamoto-Musonoi ; celle du zinc date de 1936, à partir des minerais mixtes du gîte de Kipushi. La métallurgie du cadmium commence en 1941 avec l'installation de dépoussiérage des fours water-jacket de la fonderie de Lubumbashi. Lors du raffinage du Cu fondu à Lubumbashi et du Zn traité à Kolwezi, on récupérait également de l'Ag, du Ge et du Pt.

Depuis 1967, la production de la Gécamines, qui a relayé l'UMHK à partir du 1^{er} janvier 1967, a été en constante augmentation pour le cuivre et est passée à 387.000 tonnes/an en 1970 et à 450.000 tonnes/an en 1972. La production de zinc, exprimée en métal contenu dans les concentrés crus, a été également en constante

augmentation sur le site d'exploitation de Kipushi (104.000 tonnes en 1970, 109.000 tonnes en 1971 et 188.000 tonnes en 1972).

La Gécamines disposait alors d'une concession minière de près de 20.000 km² qui contenait des exploitations à ciel ouvert, des mines souterraines et de grandes usines de concentration des minerais et de métallurgie (Cu, Co et Zn). Ses installations sont ainsi restées regroupées géographiquement en trois zones : le Groupe Ouest qui a pour centre principal Kolwezi et disposerait de plus de 80% des réserves cuprifères. Le groupe Centre basé à Likasi, le groupe Sud qui comprend le siège de Lubumbashi et les installations minières souterraines de Kipushi.

Les tableaux III.1, III.2 et III.3 donnent la répartition des usines de traitement de minerais au Katanga dans ces 3 groupes.

Tableau III.1 Usines de concentration, années de mise en service et capacité

Groupes	Concentrateurs	Laveries	Année de mise en service	Capacité nominale (t minerai/an)	
SUD	Kipushi ACK	-	1935 (arrêt 1998)	1.500.000	
	Kipushi CMSK	-	1997	600.000	
	Musoshi ¹⁶	-	1972 (arrêt 2002)	1.800.000	
CENTRE	Kambove	-	1962	1.500.000	
	Kakanda	-	1963	720.000	
	-	Kakanda	1979		
OUEST	Kolwezi (KZC)		1941	4.400.000	
	Kamoto	KTC 1	-	1968	8.000.000
		KTC 2	-	1972	
		DIMA 1/2	-	1980	
		-	Mutoshi	1950	

Une production annuelle supérieure à 450.000 tonnes de cuivre s'est maintenue jusqu'à la fin des années '80. Mais en quelques années seulement, elle a chuté de près de 90% pour au moins deux raisons : la première étant l'absence totale de réinvestissements des profits dans l'entretien des installations et la deuxième, l'effondrement survenu à la mine souterraine de Kamoto. L'endettement de la société était estimé à 600 millions de dollars en 1997. L'investissement minimum pour réhabiliter l'outil de production était évalué au minimum à 200 millions de dollars. De son niveau record de 499.421 tonnes en 1987, la production de Cu de la Gécamines, qui représentait alors environ 20% du PIB, est tombée aux alentours de 35.000 tonnes. De 10.032 tonnes en 1988 (chiffre record), la production de Co est tombée à 9.311 tonnes en 1989 et à 2.808 tonnes en 1997. Autrefois premier producteur mondial de Co, le pays est passé au 3^{ème} rang, derrière la Finlande et la Russie. Quant à la production du Zn, elle est passée de 54.034 tonnes en 1989 à 4.516 tonnes en 1995 et la mine de Zn de Kipushi, a fini par arrêter ses activités en 1993 (MALU-MALU, 2002 ; SNC-LAVALIN International, 2003 ; MINERAL INFO, 2005).

¹⁶ Le Concentrateur de Musoshi n'appartient pas à la Gécamines. La gestion a néanmoins était attribuée à la Gécamines à une certaine période.

Tableau III.2 Usines de traitement hydrométallurgique, années de mise en service et capacité

GROUPE	Usines Hydrométallurgiques	Année de mise en service.	Capacité nominale (t métal/an)
CENTRE	Usine Shituru section cuivre	1929	135.000
	Usine Shituru section cobalt	1947	8.000
OUEST	Usine de luilu section cuivre	1960	175.000
	Usine de luilu section cobalt	1961	9.000
	Usine à Zn de Kolwezi (UZK)	1953	65.000

Tableau III.3 Usines de traitement pyrométallurgique, années de mise en service et capacité

GROUPE	Usines pyrométallurgiques	Année de mise en service.	Capacité nominale (t métal/an)	
SUD	Usine de Lubumbashi (UL)	1911 (arrêt en 1990)	165.000	
	Fonderie électrique de L'shi (FEL)	2003		
CENTRE	Raffinerie Usine Shituru Cuivre	1929		
	Raffinerie Usine Shituru Cobalt	1947		
	Fonderie électrique de Panda (FEP)	1924	18.000	
OUEST	Usine de Luilu (dégazage cobalt)	1962		
	Usine à Zn de Kolwezi	section Zn	1953	
		section Cu		
		section Cd		

En ce qui concerne les métaux de base, le minerai de cuivre est considéré comme le principal minerai exploité au Katanga. Les autres métaux (Co, Zn, Pb, etc.) ne sont que ses accompagnateurs. Le cuivre est rencontré dans les minerais sulfurés et dans les minerais oxydés. Les minerais sulfurés sont les plus importants en terme de quantité.

Les espèces minéralogiques sulfurées les plus rencontrées sont : la chalcopryrite (CuFeS_2), la chalcosine (Cu_2S), la covelline (CuS) et la bornite (Cu_3FeS_4). Les autres espèces : l'énargite (Cu_3AsS_4), la briartite ($\text{Cu}_5(\text{Zn,Fe})\text{GeS}_4$), la gallite (CuGaS_2), la reniérite ($\text{Cu}_3(\text{Zn,Fe,Ge})(\text{S,As})_4$), etc. ne sont rencontrées qu'en faible proportion.

En ce qui concerne les minerais oxydés, les espèces minéralogiques les plus importantes en quantité sont : l'hétérogénite ($a\text{CoO}.b\text{Co}_2\text{O}_3.c\text{CuO}.d\text{H}_2\text{O}$), la malachite ($\text{CuCO}_3.\text{Cu}(\text{OH})_2$), la cuprite (Cu_2O), l'azurite ($\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$) et la ténorite (CuO). Les autres minéraux : la pseudomalachite ($\text{Cu}_5(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_4$), la chrysocolle ($\text{CuSiO}_3.2\text{H}_2\text{O}$), la diopside ($\text{CuO}_3.\text{H}_2\text{O}$), etc. ne sont rencontrés qu'en faible proportion.

III.2. Description des procédés appliqués au Katanga

Après la phase d'extraction minière, les minerais sont généralement concentrés avant d'être soumis au traitement métallurgique dont le but est l'élaboration du métal ou de l'alliage.

III.2.1. Concentration

Les procédés de concentration qui ont été et qui sont encore actuellement appliqués au Katanga sont la flottation et la concentration par gravité. La concentration par flottation est la plus répandue et la plus importante.

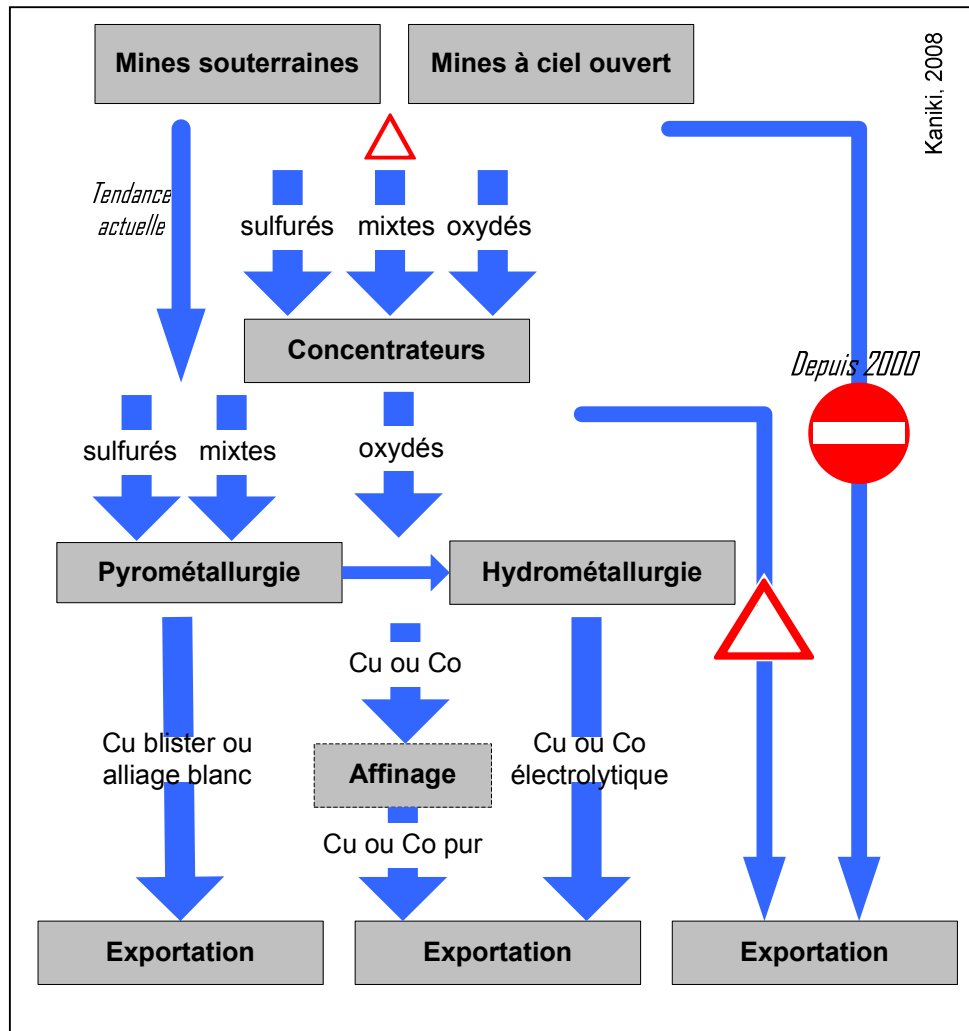


Figure III.2 Circuit de la production du cuivre et du cobalt de la mine à l'exportation

La flottation est une technique de séparation des minéraux basée sur leurs différences de propriétés de surface. Les particules solides sont mises en suspension par agitation dans de l'eau après qu'un broyage humide, plus ou moins poussé, ait libéré de la

gangue l'espèce minérale valorisable. Ce mélange solide-eau (pulpe) est conditionné avec un collecteur, dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface du minéral à flotter, afin de lui conférer une affinité plus grande pour la phase gazeuse que pour la phase liquide. On obtient une action sélective du collecteur en faisant appel à des modificateurs, des déprimants et des activants, qui modifient son affinité pour certaines surfaces minérales. Il s'agit alors du procédé de flottation différentielle, permettant la séparation des différents minéraux de valeur.

La pulpe ainsi conditionnée est introduite dans des réacteurs munis d'agitateurs aérés (cellules de flottation) ou d'injecteurs d'air (colonne de flottation) générant des bulles d'air et les dispersants. Les particules rendues hydrophobes se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre de la pulpe. On obtient ainsi une mousse surnageante chargée en solides, appelée écume. La dimension des bulles et la durée de vie de la mousse sont modulées par l'addition d'un moussant. Le liquide entraîné est drainé par gravité à l'intérieur même de la mousse, laquelle est recueillie par débordement. Les concentrés ainsi obtenus sont traités par voie pyrométallurgique ou par voie hydrométallurgique.

III.2.2. Traitement pyrométallurgique

Le traitement pyrométallurgique est le plus ancien procédé d'élaboration des métaux et actuellement le plus répandu au Katanga. Il est appliqué aux minerais sulfurés et oxydés cupro-cobaltifères ou cuprifères pour produire l'alliage blanc, le cuivre ou l'alliage rouge (voir définitions plus loin). Le traitement pyrométallurgique consiste en une réduction carbothermique dans un four qui peut-être électrique, à réverbère ou autre. D'une manière générale, le procédé comprend les étapes suivantes : préparation de la charge, pesage et enfournement, fusion, coulée et granulation.

Production de l'alliage blanc

L'alliage blanc est considéré comme un produit issu de la métallurgie à haute température du cobalt. Ce dernier est un métal accompagnateur du cuivre. Sont aussi présents, en moindre quantité, le plomb, le zinc, le nickel, l'argent et quelques fois l'or. Le fer est presque toujours présent. Ceci explique la présence des métaux précités dans la composition de l'alliage blanc. Les constituants principaux de l'alliage blanc sont : le cobalt, le fer et le cuivre. La composition moyenne de l'alliage blanc standard est donnée dans le tableau III.4.

Tableau III.4 Composition moyenne d'alliage blanc standard

Eléments					
%Co	%Cu	%Fe	%Ni	%S	%Autres
25-42	15-35	20-40	<1	<10	Mn, Si, C, etc. <4

Le retraitement de la scorie contenant des métaux valorisables à des teneurs techniquement exploitables et de manière rentable constitue la seconde source de

production d'alliage blanc. Au Katanga c'est la Société de Traitement du Terril (STL) de Lubumbashi qui applique cette technique. Avec un diamètre de 17 mètres et une hauteur de 6 mètres, le four électrique de l'usine est le deuxième plus grand four au monde. Sa puissance est de 36 MW. Comme le nom de la société l'indique, les scories traitées proviennent du terril de Lubumbashi appartenant à la Gécamines. Elles titrent environ 2% Co, 1% Cu, 6% Zn et 22% Fe. L'alliage élaboré titre environ 19% Co, 12% Cu et 55% Fe.

A côté de la STL, la production d'alliage blanc au Katanga est actuellement assurée par une centaine d'autres usines opérant à l'échelle industrielle, semi-industrielle ou artisanale.

Du point de vue du procédé, les opérations sont conduites en atmosphère réductrice grâce à l'emploi du coke (ou du charbon), ce qui conduit à l'obtention de phases liquides qui se répartissent dans le four en fonction de leur densité respective :

- La scorie épuisée et rejetée par la suite est la phase la moins dense. Elle surnage le bain, et dans de nombreux cas elle est régulièrement coulée tout au long du processus pyrométallurgique ;
- L'alliage blanc riche en cobalt (jusqu'à 50%) est directement destiné à l'exportation.

Les températures de travail varient en fonction du type de four, de 1.200 à 1600°C. La coulée a lieu entre 1.500 et 1.600°C dans des poches préchauffées. Acheminé vers les bassins, l'alliage est granulé grâce à un jet d'eau froide sous une pression de 10 à 15 bars. Les rendements de récupération en cobalt sont généralement de l'ordre de 80 à 85% et de l'ordre de 90% en cuivre.

Les fours les plus rencontrés sont à arc, avec électrodes triphasées pointées sur la charge (fonctionnement en arc submergé), c'est à dire que les électrodes (en graphite) sont en contact avec la scorie, conductrice. Le revêtement des fours est en chrome-magnésie recouvert de pâte brasque, mélange préparé à base de 80% de coke et 20% de hard pitch; ce qui rend le creuset neutre face au métal. Les fours opérant à l'échelle artisanale et semi-industrielle sont montés localement avec du « matériel de récupération ». Ayant des puissances variant entre 50 kVA et 2 MVA, leur production est estimée entre 10 et 50 tonnes d'alliages par mois (par four).

La charge alimentée comprend :

- Un minerai cupro-cobaltifère ;
- Un réducteur : le coke métallurgique (80-82% de carbone fixe) dont la proportion varie de 20 à 40% selon la teneur des métaux valorisables dans l'alimentation ;
- Un fondant : suivant la nature de la gangue, on utilise soit un fondant acide soit un fondant basique, dont le rôle est de faciliter la scorification pour une bonne séparation d'avec le métal.

La castine, dont le constituant principal est le carbonate de calcium (CaCO_3), est le fondant basique le plus utilisé. Il est souvent ajouté à raison de 40 à 50% de la charge en minerai. Les autres fondants utilisés sont la chaux, la silice, du minerai de fer ou un mélange

de plusieurs de ces fondants. Les mises du fondant et du réducteur dépendent de chaque calcul de charges.

Production du cuivre ou d'alliage rouge

La production du cuivre ou d'alliage rouge à partir des concentrés sulfurés se fait généralement en trois étapes (figure III.3) : grillage, fusion et convertissage. Le produit élaboré suivant ces étapes est soit du cuivre blister lorsque l'alimentation est constituée de minerais cuprifères ou de l'alliage rouge ($\text{Cu} \geq 70\%$, $\text{Co} \leq 10\%$ et Fe) lorsque l'alimentation est constituée de minerais cupro-cobaltifères.

L'étape de grillage permet d'opérer une désulfuration, partielle ou totale, ou une production de sulfate (grillage sulfatant) ou encore une élimination des éléments indésirables (grillage épurant).

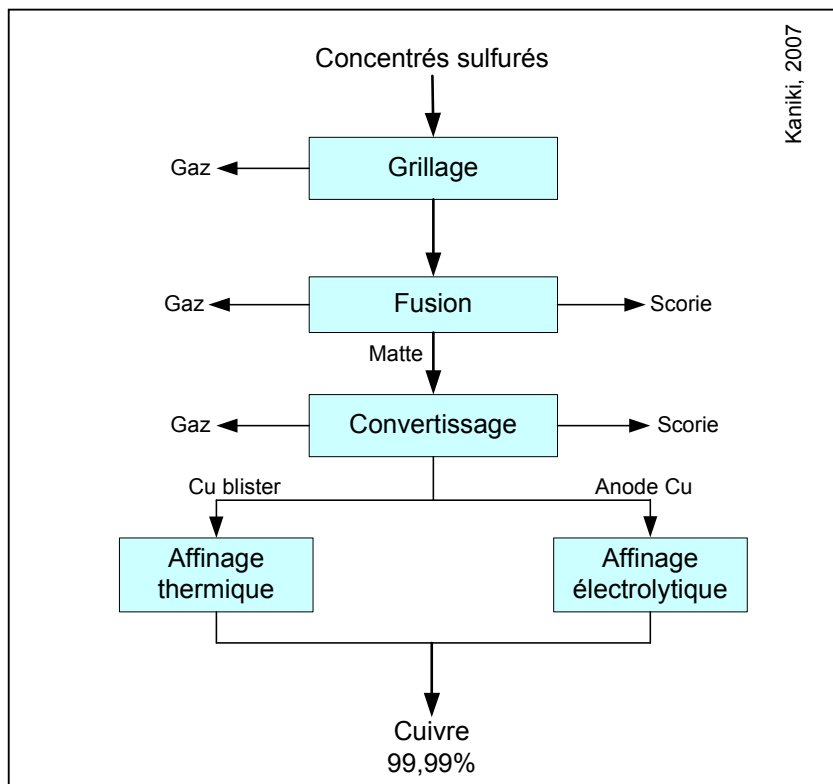


Figure III.3 Schéma simplifié du traitement pyrométallurgique à partir d'un concentré sulfuré

L'étape de fusion consiste à fondre tous les composants de la charge à une température suffisante pour atteindre l'état liquide. Il se dégage ainsi des gaz de combustion et des gaz de réaction suivant le procédé. La fusion est dite « fusion pour matte ». La matte est un mélange de sulfures fondus qui rassemble le Cu et tous les éléments chalcophiles (Ni, Co, Pb, Zn, etc.), en rejetant les éléments de la gangue sous forme d'une scorie et en abaissant la teneur initiale en soufre par oxydation partielle en SO_2 . Enfin, l'étape de convertissage permet de convertir la matte en cuivre métal, ou blister, par oxydation du soufre restant à l'aide de l'air éventuellement enrichi en oxygène. Le soufre oxydé en SO_2

est entraîné hors du convertisseur, et les métaux plus oxydables que le cuivre passent dans la scorie. Le blister ainsi obtenu titre 98 à 99% de cuivre.

Lorsqu'il s'agit des concentrés oxydés (figure III.4), l'étape de grillage n'est pas nécessaire. A l'étape de fusion, on réalise alors soit une réduction par le carbone, soit une sulfuration en atmosphère réductrice en utilisant, comme agent sulfurant, de la pyrite, du gypse, des mattes pauvres, des concentrés sulfurés, etc. Il est à noter que la sulfuration des oxydes de Co n'est pas aisée et que le Co passe plus facilement dans la scorie. D'où nécessité de recycler cette dernière.

L'étape de convertissage ou de fusion peut être suivie d'une étape d'affinage lorsqu'on désire produire un métal de grande pureté. L'affinage est réalisé par voie thermique ou électrolytique. Dans le cas de l'affinage électrolytique, le blister obtenu à l'étape de fusion est coulé sous forme d'anodes. L'affinage permet d'obtenir un produit qui titre jusqu'à 99,99%.

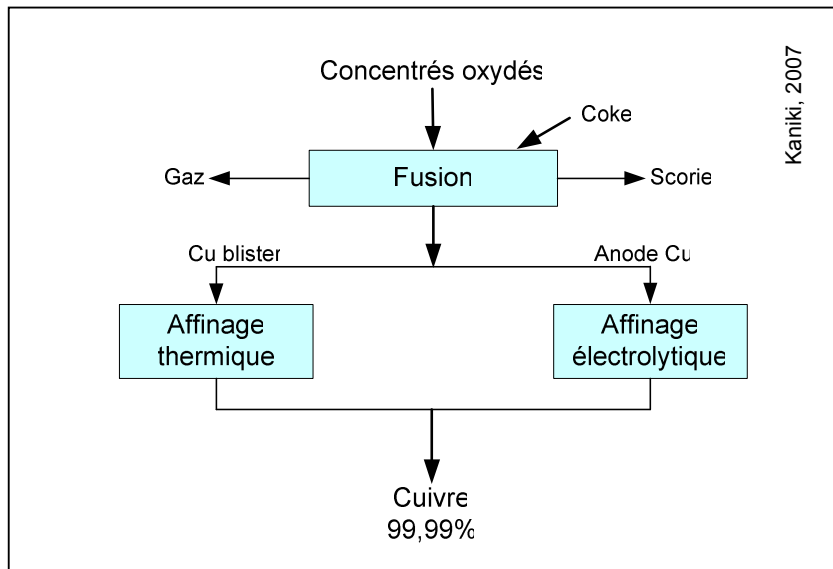


Figure III.4 Schéma simplifié du traitement pyrométallurgique à partir d'un concentré oxydé

III.2.3. Traitement hydrométallurgique

Comparée à la pyrométallurgie, l'hydrométallurgie du cuivre est plus récente. A part la Gécamines qui possède de grandes usines d'hydrométallurgie à Likasi (Shituru) et à Kolwezi (Luilu), le Katanga ne compte que peu, à proprement parler, de grandes usines hydrométallurgiques.

Le traitement hydrométallurgique comporte la mise en solution du métal à valoriser, la séparation de la solution du résidu solide insoluble, la purification de la solution par séparation des impuretés solubles et la récupération du métal à partir de la solution purifiée. Pour que l'opération soit optimale, il faudrait que la solubilisation soit absolument sélective et intégrale, que la séparation solide-liquide soit complète et que la précipitation du métal ou d'un de ses composés n'introduise pas d'impuretés nocives dans le circuit.

Il n'est pas toujours facile d'atteindre ces objectifs d'une manière économique. En effet, la mise en solution n'est ni sélective, ni complète, car les réactifs peu coûteux d'application usuelle ne sont pas spécifiques : la solution obtenue après le stade de lixiviation est donc toujours impure. La séparation solide-liquide fournit des solutions qui contiennent encore des solides fins, et les résidus, en dépit de leur lavage, emportent une partie de la solution. La récupération du métal à partir d'une solution impure provoque de nombreux inconvénients et oblige à prendre des précautions particulières notamment : le travail en circuit fermé et la recirculation des solutions peu épuisées. Tels sont les grands défis de l'hydrométallurgie.

Les principaux produits élaborés par hydrométallurgie au Katanga sont : le cobalt, le cuivre, le zinc et le sel de cobalt. Dans ce travail, à titre illustratif, on se limitera à la description de la production du cobalt et du sel de cobalt à partir d'un concentré cupro-cobaltifère. On peut noter que le Katanga compte actuellement et en tout une dizaine d'usines hydrométallurgiques.

Production du Co et/ou du Cu

Au Katanga, l'hydrométallurgie ou voie humide, a été principalement appliquée au traitement des minerais oxydés cupro-cobaltifères riches et conduisait à l'obtention de Cu et de Co électrolytique. Un schéma typique (figure III.5) pour la production du cuivre comporte les principales étapes suivantes : lixiviation, purification de la solution, électrolyse et affinage.

La lixiviation est réalisée à l'aide de l'acide sulfurique à la pression atmosphérique. Les oxydes de Cu et de Co se dissolvent. Les oxydes supérieurs de Co (Co^{3+}) ne passent pas en solution et doivent par conséquent être d'abord réduits. On utilise, comme réducteurs, le métabisulfite ou le sulfate ferreux. La solution obtenue passe dans les classificateurs pour la séparation du résidu de lixiviation. La purification de la solution peut se faire par précipitation sélective, par extraction par solvant ou par résine échangeuse d'ion. Le Fe et le Cu sont généralement précipités à l'aide du lait de chaux à pH 3,5 et 5,8 respectivement. Parfois on précipite seulement le Fe et le Cu restant en solution est extrait par cémentation sur les granules de Co. La solution exempte de Cu passe à la précipitation du Co à pH 5,8-6,2, qu'on appelle décobaltage. On obtient ainsi deux concentrés distincts (Co et Cu) qui doivent être relixiviés en vue de la réalisation de l'électroextraction.

La GCM qui a appliqué pendant longtemps l'hydrométallurgie dans ses usines de Luilu et de Shituru a développé deux techniques après l'étape de décobaltage. Aux usines de Luilu, le gâteau de précipitation Co est relixivié. La solution obtenue, exempte d'impuretés, passe à l'électrolyse (pH 6,2 à l'entrée, 1,5 à la sortie et température de 65°C). Elle contient environ 50 g/l de Co^{2+} sous forme de sulfate. Elle est chauffée jusqu'à 80°C pour être alimentée à l'électrolyse. Les anodes utilisées sont constituées d'alliage : Co-Si-Mn-Al et les cathodes d'acier inoxydable.

Le tableau III.5 donne les conditions opératoires de l'électrolyse où J_c est la densité de courant ; R_c est le rendement de courant ; W est la consommation énergétique.

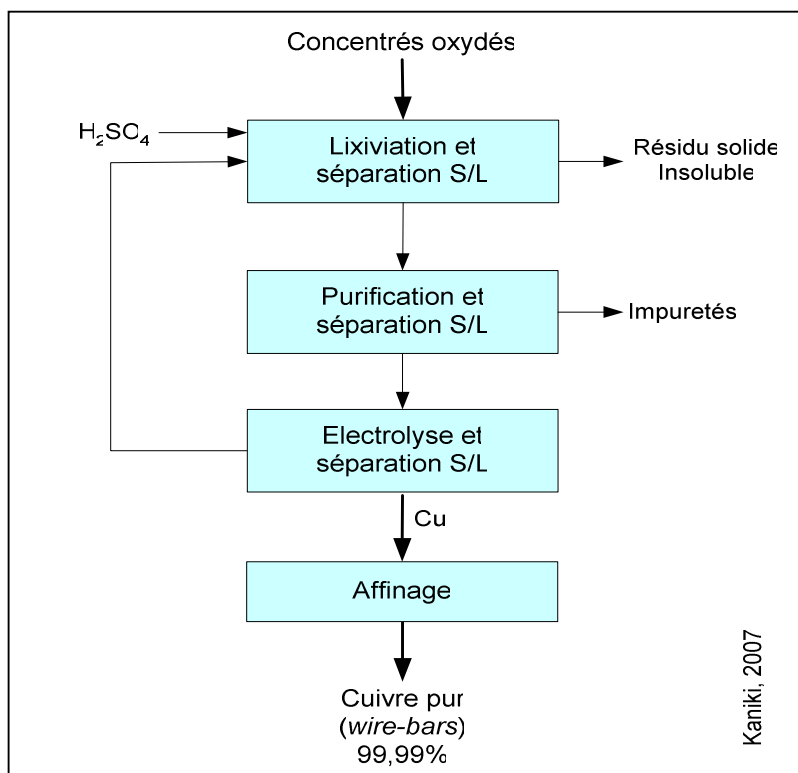


Figure III.5 Schéma simplifié du traitement hydrométallurgique du Cu

Dans ces conditions, on produit du cobalt « pur » dont la composition moyenne est présentée au tableau III.6.

Tableau III.5 Conditions opératoires à l'électrolyse du Co

Usines	pH (à l'entrée)	J_c (A/dm ²)	$U_{A/C}$ (V)	R_c	T° (°C)	W (kWh/kg Co)
Luilu	6,2 – 6,3	3,5	4 – 5	70 – 75%	80	6,90
Shituru	6,2 – 6,3	4,5	4 – 5	85 – 90%	50-55	4,75

Aux usines de Shituru, le gâteau de Co obtenu après précipitation constitue l'alimentation de la section Co. L'électrolyse est réalisée dans des cellules agitées à l'air. Le pH est stabilisé à 7 ; le Co se dépose sur une cathode en acier inoxydable : c'est l'électrolyse en pulpe ou électrolixiviation, c'est à dire une électrolyse s'accompagnant d'une lixiviation. La pulpe alimentée contient 50 g/l de solide dans une solution à 10-15 g/l de Co.

A l'électrolyse en vue d'améliorer la conductibilité électrique de la pulpe, on ajoute 5 g/l de (NH₄)₂SO₄. La pulpe est chauffée à environ 50-55°C avant d'alimenter les cellules d'électrolyses.

Dans les conditions opératoires présentées au tableau III.5, on obtient du cobalt de pureté relativement faible (tableau III.6).

Tableau III.6 Composition moyenne du cobalt électrolytique

Usines	Co (%)	Cu (%)	Ni (%)	Mn (%)	Pb (%)	Si	Zn
Luilu	99,9	0,0015	0,04	2	1	≤5 ppm	30 ppm
Shituru	93-97	0,006-0,017	0,14-0,22	0,12-0,15	0,002-0,02	-	0,7-1,5 (%)

Après électrolyse la teneur de la solution en cobalt diminue jusqu'à 3%. Une partie du Co se retrouve dans le fond des cuves principalement sous forme de paillettes et, une partie du cobalt est récupéré sous forme de dendrites. Notons que dans ce circuit, il n'y a pas de purification du Zn. Il est éliminé lors de l'affinage thermique du Co.

Production de sel de Co

Le schéma de production de sel de Co (figure III.6) est, en grandes lignes, identique à celui de la production du Cu et/ou Co électrolytique. La seule différence réside dans le fait que les opérations ne vont pas jusqu'à l'électrolyse. Le sel de Co est obtenu à l'étape de la purification de la solution.

Le minerai, après la préparation mécanique, est lixivié à l'aide de l'acide sulfurique en présence d'un réducteur. Les réducteurs les plus utilisés sont le sulfate ferreux (FeSO_4) et le métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$). L'opération se déroule en batch à pH très acide (autour de 1) ce qui entraîne le passage en solution d'autres éléments métalliques (Fe, Cu, Mn, Ni, etc.).

La solution chargée en métaux est purifiée par précipitation sélective par élévation du pH. Ainsi, le Fe est éliminé de la solution sous forme d'hydroxyde ou d'hydrosulfate ($(\text{FeSO}_4)_x \cdot (\text{H}_2\text{O})_y$) à pH autour de 3 en une ou deux étapes. Le cuivre est éliminé à pH situé autour de 5 presque toujours en deux étapes (décuivrage primaire et secondaire).

L'élévation du pH pour précipiter le fer et le cuivre se fait à l'aide de chaux ; tandis que la précipitation du cobalt se fait à l'aide de carbonate de sodium.

La tendance actuelle est de récupérer le cuivre directement par électrolyse et d'envoyer la solution venant de l'électrolyse à la précipitation du cobalt par la carbonate de sodium ou la soude caustique à pH situé autour de 7,8. Le Mn est l'impureté la plus indésirable car il précipite avec le Co. En effet, le pH de précipitation du Mn est compris entre 8,5 et 10, alors que celui de Co est compris entre 7,5 et 9. Plusieurs scénarios pour entraîner moins de cobalt lors du décuivrage et pour perdre moins de cobalt dans l'effluent final sont possibles par un jeu d'ajustement de pH et de recirculation (KALENGA et KANIKI, 2003).

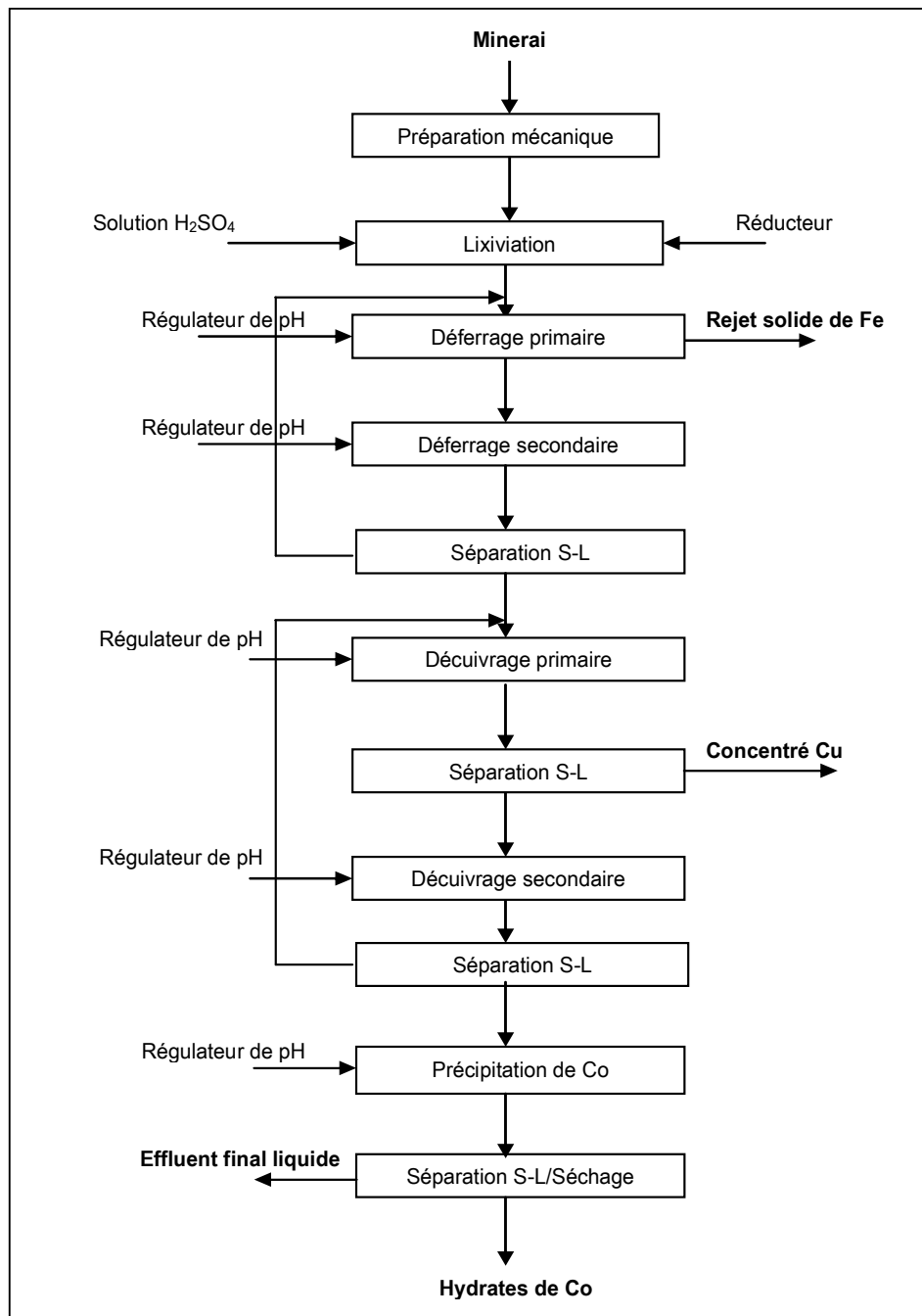


Figure III.6 Flow-sheet de production de sel de Co

III.3. Description des sites

Rappelons que les sites miniers du Copperbelt sont classés en trois groupes : Ouest, Est et Sud (figure III.7). D'après le graphique de la figure III.8 qui montre la répartition des rejets à travers ces différents groupes, on voit que les rejets de métallurgie sont répartis presque en proportions égales à travers les trois groupes, tandis qu'environ 70% des rejets de concentration sont localisés au groupe ouest. Le tableau III.7 donne les estimations des quantités de rejets pour chaque groupe établies à partir des statistiques de production, des enquêtes réalisées et autres documents consultés. Ces données montrent que les grandes quantités des rejets sont celles générées par la Gécamines et la SODIMICO. La production des petites et moyennes unités (environ 150 pour tout le Katanga) est évaluée au minimum à 300 tonnes de rejets par mois.

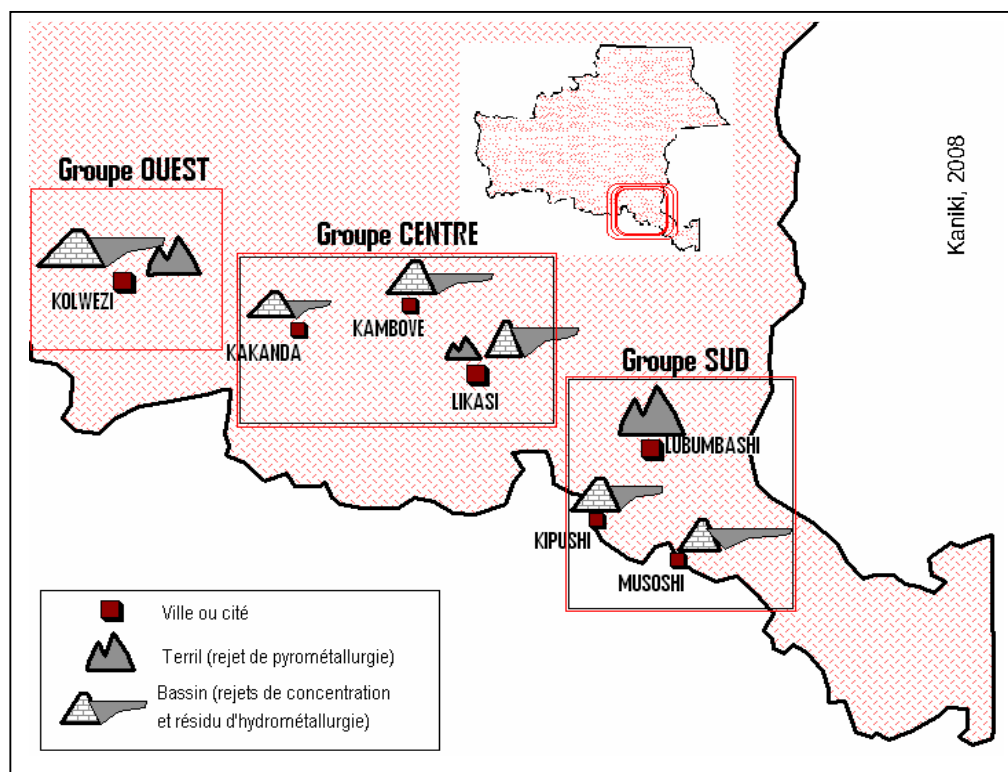


Figure III.7 Sites de décharge des rejets minéro-métallurgiques du Copperbelt congolais

Par insuffisance des moyens, notre travail expérimental s'est limité à deux groupes : le groupe sud et le groupe centre. Le groupe sud compte trois grands sites de décharges de rejets : le site de Musoshi qui contient les rejets de la SODIMICO, le site de Kipushi qui contient les rejets de l'Ancien Concentrateur de Kipushi (ACK) et de la Compagnie Minière du Sud Katanga (CMSK) et le site de Lubumbashi qui contient les rejets des ex Usines de Lubumbashi appartenant à la Gécamines (UL). Le groupe centre compte trois grands sites de décharges : le site de Shituru qui contient les rejets de l'ensemble des usines Shituru, le site de Kambove qui contient les rejets du concentrateur de Kambove ainsi que le site de Kakanda qui contient les rejets du concentrateur de Kakanda. Dans les paragraphes qui suivent, on décrira succinctement ces sites, les rejets qu'ils contiennent ainsi que les procédés qui les ont générés.

Tableau III.7 Estimation des quantités de rejets minéro-métallurgiques du Katanga

Groupes	Rejets de métallurgie		Rejets de minéralurgie	
	Sites	Quantités	Sites	Quantités
SUD	Lubumbashi GCM (ex. UL)	12.800.000	Kipushi	35.000.000
	Lubumbashi (autres)	252.000	Musoshi	25.000.000
	Total	13.052.000	Total	60.000.000
CENTRE	Likasi GCM (Shituru)	13.300.000	Kambove GCM	18.000.000
	Likasi (autres)	1.260.000	Kakanda GCM	10.000.000
	Total	14.560.000	Total	28.000.000
OUEST	Kolwezi GCM (Luilu)	12.200.000	Kolwezi GCM	230.000.000
	Kolwezi (autres)	1.008.000	Kolwezi (autres)	-
	Total	13.208.000	Total	230.000.000
Total		40.820.000		318.000.000
Total général		358.820.000		

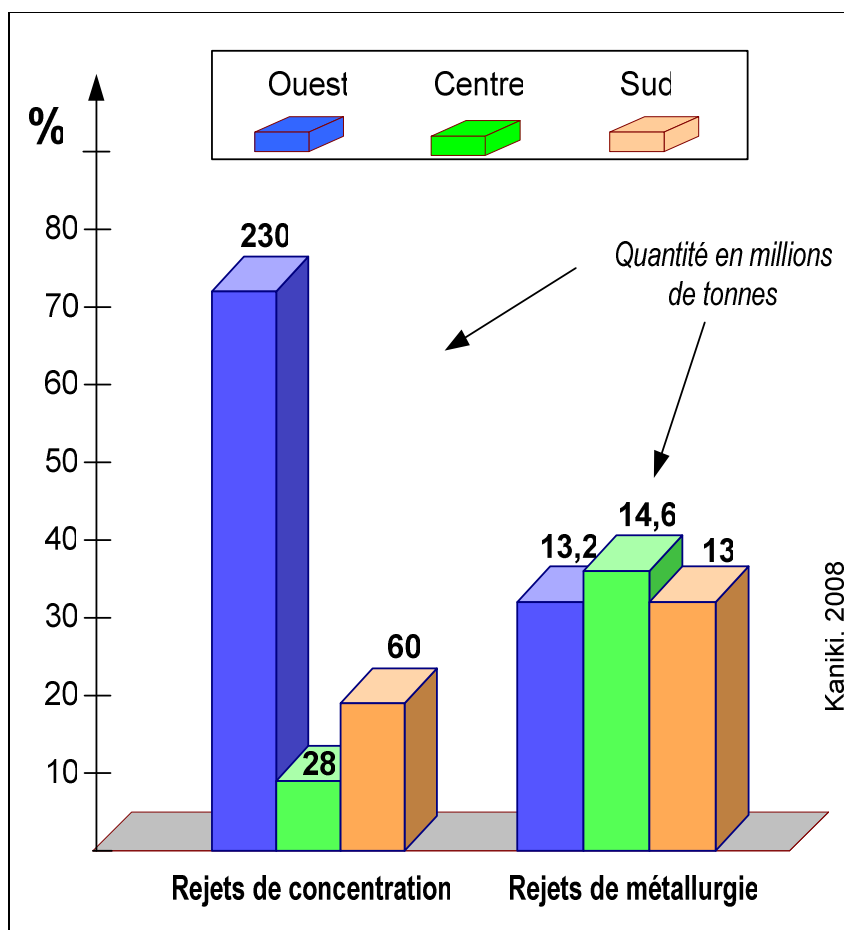


Figure III.8 Répartition des rejets à travers les trois groupes du Copperbelt congolais

III.3.1. Site de Lubumbashi

Lubumbashi est le Chef lieu de la province du Katanga et capitale du cuivre de la République Démocratique du Congo. Située à une altitude de 1.230 m, sur un plateau le long de la rivière Lubumbashi, l'ancienne Elisabethville fut créée en 1910 pour répondre aux besoins de l'U.M.H.K. (Union Minière du Haut-Katanga). Sa position géographique permettait un approvisionnement facile en eau et l'arrivée par le rail du charbon rhodésien, nécessaire au traitement des minerais. Lubumbashi est actuellement le siège de plusieurs grandes sociétés minières dont la Gécamines. Le plus grand site à rejet de Lubumbashi est le terril de scories des ex UL-Gécamines (Usines de Lubumbashi).

Le terril de Lubumbashi est composé des rejets de l'exploitation pyrométallurgique de la Gécamines de 1924 à 1992. La structure de ce terril, considéré comme le plus grand du monde, traduit trois phases d'exploitation distinctes :

- phase A : elle a conduit à la formation du cœur du terril entre 1924 et 1931 ;
- phase B : elle a conduit à la formation de la partie intermédiaire entre 1931 et 1970 ;
- phase C : elle a conduit à la formation de l'enveloppe externe du terril entre 1970 et 1992.

Le cœur est issu du traitement des minerais oxydés provenant des alentours de Lubumbashi (Ruashi, Etoile, Luiswishi, Lukuni, etc.), la partie intermédiaire est issue des minerais cupro-zincifères sulfurés provenant de la mine de Kipushi et l'enveloppe externe est issue des minerais cupro-cobaltifères mixtes provenant de Kolwezi.



Figure III.9 Emplacement du terril de Lubumbashi

La photo de la figure III.9 montre comment les habitations et la rivière Lubumbashi sont situées en aval du terril par rapport à la direction des vents dominants. Les observations faites sur le sol dans cette zone d'habitations, (photos de la figure III.10) montrent des signes avérés de pollution accentués par le fait que l'usine de pyrométallurgie est située à côté du terril et que par conséquent les fumées sont convoyées dans la même direction que les poussières.



Figure III.10 Vue de l'état du sol dans le quartier en aval (habitations) du terril de Lubumbashi en saison sèche (à gauche) et en saison de pluie (à droite). Source : KAYA, 2008

On ne trouve pas beaucoup d'usines à Lubumbashi comme c'est le cas à Likasi et Kolwezi. Les enquêtes effectuées en 2006 ont permis d'en dénombrier une dizaine seulement dont la majorité opère à l'échelle semi-industrielle. Par conséquent, à part le terril de la GCM, il n'y a vraiment pas encore de bassin ou de terril contenant une grande quantité de rejets à Lubumbashi. Au vue de l'importance de certaines usines récemment installées (par exemple Ruashi Mining, SOMIKA et CHEMAF), il n'est pas exclu qu'il y ait, dans les années à venir, d'autres importants parcs à rejets à Lubumbashi.

L'usine de Ruashi Mining est un concentrateur qui traite par flottation le minerai oxydé talqueux de la mine de Ruashi. Ce minerai titre environ 3,5% Cu et 0,5% Co et l'objectif de l'usine est de produire un concentré titrant 18% Cu et 2% Co. La gangue est siliceuse. Le rejet produit titrant environ 1,76% Cu et 0,36% Co est mis en décharge dans un bassin aménagé à côté de l'usine (figure III.11).



Figure III.11 Vue du site de Ruashi Mining avec, à droite, le bassin à rejet (Source : www.ruashi.com)

Le bassin à rejets de Ruashi Mining peut être considéré comme un des futurs grands bassins car, avec une alimentation d'environ 2500 tonnes par jour de minerais, cette usine peut générer jusqu'à 1000 tonnes de rejets par jour.

Les usines de SOMIKA et CHEMAF traitent principalement les minerais cupro-cobaltifères pour produire les sels de cobalt et le cuivre électrolytique suivant des procédés similaires à ceux décrits précédemment dans ce chapitre. L'usine de SOMIKA a une capacité installée de 70 tonnes de minerais par jour et produit environ 2.000 tonnes de rejets solides par mois. Les données en ce qui concerne l'usine de CHEMAF ne sont pas communiquées.

III.3.2. Site de Kipushi

Kipushi est une petite ville minière, située à 30 km à l'Ouest de la ville de Lubumbashi. On y trouve deux concentrateurs : l'Ancien Concentrateur de Kipushi (ACK) de la Gécamines et celui de la Compagnie Minière du Sud Katanga (CMSK) anciennement appelé NCK (Nouveau Concentrateur de Kipushi). Ce dernier a été constitué en 1997 suite à un partenariat entre la Gécamines et le groupe George Forrest International.

La figure III.12 montre l'emplacement des bassins à rejets par rapport aux habitations. On constate également ici que les habitations sont en aval de rejets par rapport aux vents dominants qui soufflent du sud-est.

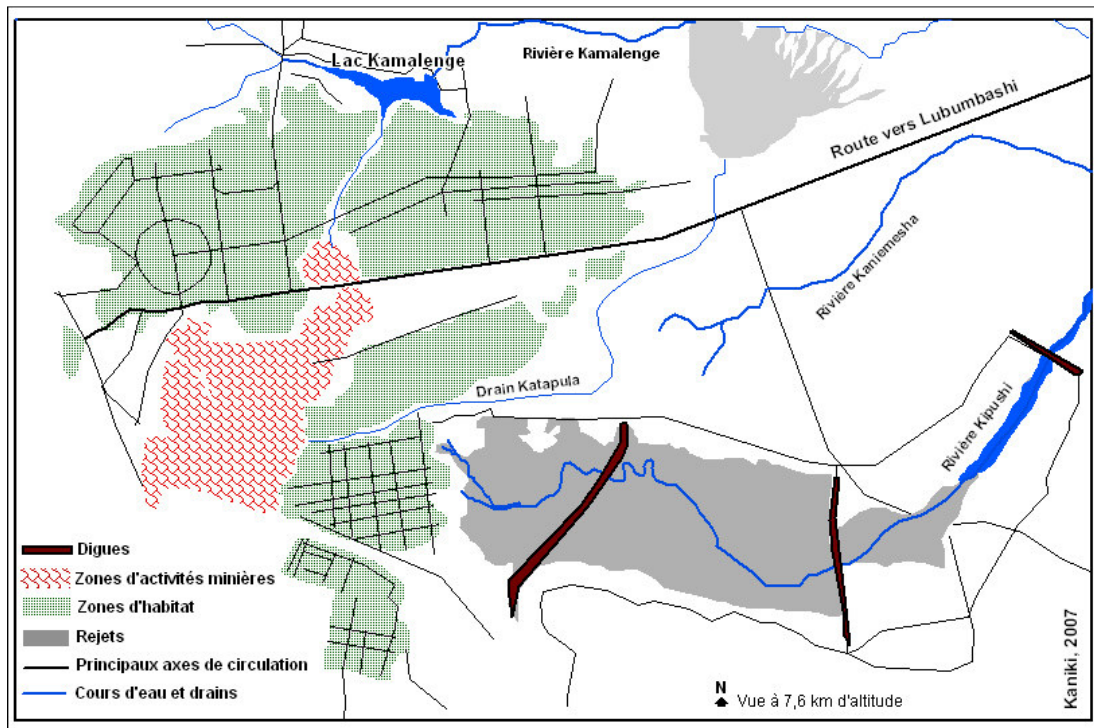


Figure III.12 Localisation des bassins à rejets sur le plan de la ville de Kipushi

Le gisement polymétallique de Kipushi qui contient des sulfures de cuivre et de zinc est en exploitation depuis 1926. Les métaux accompagnateurs comme le plomb, l'argent, l'or et le germanium n'ont jamais été récupérés. Le début de l'exploitation a été réalisé en mine à ciel ouvert. Jusqu'en 1935, seul le minerai oxydé que l'on retrouve dans les premiers 30 à 40 mètres de profondeur était exploité et envoyé à Lubumbashi. Un concentrateur fut alors construit pour augmenter les teneurs plus faibles du minerai sulfuré qu'on trouve sous la zone oxydée. Ce fut dès lors le début de la production et un peu plus tard du stockage des rejets de concentration.

La mine à ciel ouvert arrêtée depuis longtemps a servi, au début, de bassin d'entreposage des rejets du Concentrateur jusqu'à ce que des problèmes sérieux d'infiltration se firent sentir dans les galeries de la mine souterraine. Cette dernière, arrêtée depuis 1993, avait atteint une profondeur de 1485 mètres. Elle pourrait atteindre 1800 mètres selon les réserves connues à ce jour.

Ancien Concentrateur de Kipushi (ACK)

Opérationnel depuis 1935, l'ACK a été conçu pour traiter par flottation les minerais sulfurés mixtes cupro-zincifères de la mine souterraine de Kipushi. Sa capacité était de 20.000 tonnes sèches par mois. L'usine a connu des évolutions successives pour atteindre, en 1950, une capacité de 60.000 tonnes par mois puis de 120.000 tonnes par mois vers les années 1980 avant de connaître un déclin et l'arrêt vers les années 1998. Des raisons économiques et techniques sont les causes principales de sa décadence. Depuis, l'usine est sollicitée sporadiquement pour traiter des minerais cupro-cobaltifères.

La grande partie de minerais cupro-zincifères traités titrait 2 à 4% en Cu et 8 à 13% en Zn. La gangue était principalement dolomitique. Les minéraux de cuivre dans l'alimentation du concentrateur étaient principalement la chalcopirite (CuFeS_2) en forte proportion et la bornite (Cu_5FeS_4) en faible proportion. Le zinc était principalement sous forme de sphalérite (blende) (ZnS). Les principaux minéraux étaient : la galène (PbS), la pyrite (FeS_2), la reniérite ($\text{Cu}_3(\text{Zn,Fe,Ge})(\text{S,As})_4$), la briartite ($\text{Cu}_5(\text{Zn,Fe})\text{GeS}_4$) et la gallite (CuGaS_2).

Le traitement par flottation différentielle se faisait en deux stades (figure III.13) :

- Flottation aux xanthates (R-OCS_2) comme collecteurs des minéraux de cuivre après dépression de la sphalérite et de la pyrite par une solution de cyanure (NaCN) et de sulfate de zinc (ZnSO_4). Le moussant utilisé était le MIBC (méthyl-isobutyl-carbinol $(\text{CH}_3)_2=\text{CH-CH}_2\text{-CHOH-CH}_3$) et le pH fixé entre 9 et 9,5 ;
- Flottation de la sphalérite aux xanthates ou aux dithiophosphates appelés couramment Aerofloats ($(\text{RO})_2\text{PS}_2$) après activation par le sulfate de cuivre (CuSO_4). Le moussant utilisé était l'huile de pin et le pH ajusté entre 10 et 11 avec de la chaux afin de déprimer la flottation de la pyrite.

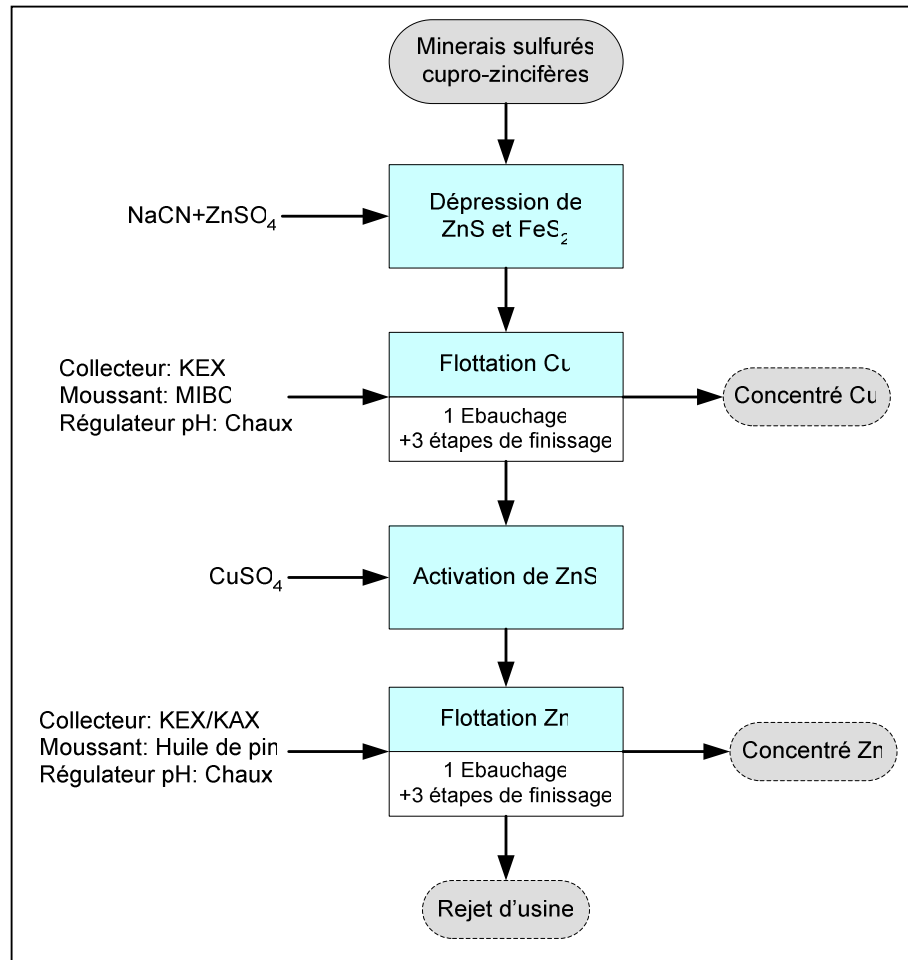


Figure III.13 Schéma simplifié de la flottation différentielle à l'ACK

Compagnie Minière du Sud Katanga (CMSK)

La CMSK reprend et poursuit les activités de l'Association Momentanée de Luiswishi créée en 1996. Anciennement appelée Nouveau Concentrateur de Kipushi (NCK), cette société est née du partenariat entre la Gécamines et le Groupe Malta Forrest pour traiter les minerais cupro-cobaltifères venant de la mine de Luiswishi. Le concentrateur et la mine sont distants de 75 km par rail et de 65 km par route. Le minerai est acheminé au concentrateur suivant les deux modes de transport. La production a démarré en 1998.

Du point de vue minéralogique, le minerai est à gangue siliceuse et fortement argileuse (quartz, chlorite, goéthite). Il contient de la malachite, de la pseudomalachite, du chrysocole, de l'hétérogénite et de la sphérocobaltite (CoCO₃).

En ce qui concerne le procédé, la CMSK applique la concentration gravimétrique et la flottation. Le schéma de traitement comporte un broyage autogène, une préflottation du talc suivi d'une flottation globale du cuivre et du cobalt. La sulfuration est réalisée à l'aide

de NaHS et le collecteur est le KAX. L'usine a une capacité de traitement d'environ 50.000 tonnes sèches par mois d'un minerai titrant 0,9% de cobalt et 3% de cuivre. L'objectif de la société est de produire environ 200 tonnes par jour d'un concentré à environ 9% de cobalt et 22% de cuivre. Le rejet dont le tonnage est évalué entre 44.000 et 45.000 par mois titre environ 0,2% Co et 0,8% Cu. Il est pompé vers une digue construite sur la rivière Kipushi à la suite des deux digues de l'ACK. Le rejet est encore totalement sous eau.



Figure III.14 Vue du bassin à rejet de CMSK

Site de stockage et de décharge des rejets de Kipushi

Le site à rejet de Kipushi est entièrement installé dans le lit de la rivière Kipushi et contient les rejets de la flottation différentielle des minerais cupro-zincifères générés à l'ACK ainsi que les rejets de concentration gravimétrique et de flottation générés à la CMSK. Les rejets de l'ACK sont contenus dans les deux premiers bassins totalement à sec. Les rejets de la CMSK sont dans le troisième bassin qui est encore rempli d'eau (figure III.14).

La mise en décharge dans cette rivière a débuté vers 1960, longtemps après la mise en service de l'ACK. Initialement, la majorité des rejets était retournée dans la mine pour le remblayage. Cette technique a été abandonnée suite aux difficultés d'exhaure de plus en plus préoccupantes du fait de l'augmentation de la capacité du concentrateur ainsi qu'à la perspective d'une récupération future des métaux contenus.

L'ensemble des bassins retenus par les deux premières digues s'étend sur une distance d'environ 2,5 km et couvrent une superficie d'environ 240 hectares. Le volume du premier parc est d'environ 3.228.250 m³, celui du second est d'environ 12.316.000 m³. Ils

contiennent quelque 35 millions de tonnes de rejets à des teneurs en cuivre de 0,2 à 2,22% et de 1 à 8% en zinc ainsi que des réactifs utilisés pour la flottation.

La composition chimique des rejets selon les analyses des services de Géologie de la GCM et des Mines de Kipushi est présentée dans le tableau III.8.

Tableau III.8 Composition chimique moyenne des rejets de concentration à l'ACK

Site	Teneur en %							
	Cu	Zn	Fe	Pb	Cd (ppm)	As	SiO ₂	MgO
Parc 1	0,58	2,38	4,92	0,10	176	0,11	31,31	7,10
Parc 2	0,35	2,80	6,72	0,09	178	0,13	40,94	9,24
Parc 3	0,32	2,18	5,52	0,09	168	0,09	40,18	6,90

III.3.3. Site de Musoshi

Le site de Musoshi est localisé à environ 60 km à vol d'oiseau au sud est de la ville de Lubumbashi. Cette cité minière compte un concentrateur qui était alimenté par la mine souterraine de Musoshi qui a commencé en 1972 l'exploitation d'un gisement de minerais sulfurés de cuivre. Les travailleurs de la mine ont leur camp d'habitation à SODIMICO, une cité située à 1 km de la mine.

Les gisements connus dans les concessions (Musoshi, Kinsenda, Kimpe et Lubembe) font partie de la ceinture du Cu de l'Afrique Centrale. Ils sont situés géologiquement dans la zone de transition entre les faciès lithologiques de type Congo et ceux du type Zambien. Ils sont stratiformes, d'épaisseurs métriques à décimétriques et nécessitent une exploitation en souterrain. La minéralisation cuprifère est essentiellement sulfurée mais elle s'accompagne d'un certain pourcentage de minéraux oxydés de cuivre. Le gisement de Lubembe n'a pas encore fait l'objet d'une exploitation industrielle.

Les mines de Musoshi et de Kinsenda ont connu de très sérieux problèmes tant techniques que financiers dans les années 90, et sont à l'arrêt depuis le 18 mars 2002, suite à la noyade de la mine de Kinsenda. Aucun traitement de minerai ne se fait à ce jour dans les installations de la SODIMICO. Une nouvelle société, la MMK (Minière de Musoshi et Kinsenda) a repris les droits miniers et a installé un four pour le traitement par voie pyrométallurgique.

Avec une capacité installée de 5.000 tonnes de minerais par jour, la SODIMICO effectuait une concentration par flottation au xanthate et à l'hydrosulfure de sodium (NaSH). Les minerais cuprifères sulfurés et oxydés étaient essentiellement constitués de la chalcoppyrite, bromite, cuprite, malachite, chalcosine et azurite. Les rejets en pulpe étaient pompés sur une colline voisine de la mine de Musoshi et de là, par gravité, ils coulaient vers

le bassin de stockage (site à rejets de Shimambo¹⁷). Dans le bassin, les eaux plus ou moins clarifiées par décantation, débordaient et coulaient vers la rivière Kanuampungu qui se jette dans la rivière Musoshi. La rivière Musoshi se jette dans la rivière Kafubu, qui à son tour se jette dans la Luapula. Il faut aussi noter qu'un système dit de sauvegarde avait été mis en place. En cas de panne de la pompe, au lieu que la pulpe s'entasse à l'intérieur de la concession de l'usine, elle était dirigée vers les drains des eaux d'exhaure passant par le camp des travailleurs pour se déverser dans la rivière Kanuampungu.

L'alimentation du concentrateur de SODIMICO était constituée d'un mélange de minerai monométallique de cuivre à 2-2,4% Cu pour la mine de Musoshi et de près de 5% Cu pour la mine de Kinsenda. La gangue du minerai était constituée de shales gréseux et de grès. Du point de vue du procédé, après deux phases de concassage, le minerai était envoyé au broyage humide dans des broyeurs à barres et à boulets. La flottation aux xanthates comportait plusieurs étapes : ébauchage, épuisement et finissage. Les concentrés sulfurés et oxydés étaient mélangés puis finalement décantés et filtrés. Le trop plein des bassins de décantation ainsi que les débordements occasionnels de la flottation étaient déversés dans la rivière Musoshi.

III.3.4. Site de Likasi

La ville de Likasi (anciennement Jadotville) est située à environ 120 km de la ville de Lubumbashi et à proximité des montagnes de Mitumba et de Kundelungu. C'est une région de collines située sur le plateau du Haut-Katanga à une altitude moyenne de 1265 m, elle compte environ 420.000 habitants sur une superficie de 235 km². Elle doit son premier nom, Jadotville, à l'ingénieur belge Jean JADOT (1862-1932).

Les rejets minéro-métallurgiques rencontrés en grande quantité à Likasi sont les scories du four électrique de Panda (FEP) qui a démarré sa production d'alliage cobaltifère en 1924 et les résidus d'hydrométallurgie de l'usine Shituru qui a démarré sa production de cuivre électrolytique en 1929. Les minerais traités provenaient des différentes usines de concentration de la GCM (Kipushi, Kambove, Kakanda et Kolwezi).

GCM - Shituru-Hydro

Le procédé mis en œuvre à Shituru comporte les étapes principales suivantes : mise en solution par lixiviation à l'acide sulfurique, purification de la solution par précipitation sélective, production du cuivre et du cobalt par électrodéposition. Avant la mise en décharge, les résidus sont lavés et déshydratés pour récupérer le plus possible de solution, puis ils sont remis en pulpe et évacués dans le bassin de résidus. Malgré ce lavage, la pulpe finale reste encore acide. Le cobalt électrolytique est raffiné par voie thermique dans le même complexe industriel où est également installée l'usine de production d'acide sulfurique chargée d'assurer l'approvisionnement de la section hydrométallurgie. La capacité annuelle nominale de ce vaste complexe est de 135.000 tonnes de cuivre et 7.200 tonnes de cobalt. A cette capacité correspondent 30.000 tonnes de rejets par mois. Actuellement, la quantité de résidus générés par mois est d'environ 10.000 tonnes.

¹⁷ Site à rejets de Shimambo (en cascades) : vallée située à 13 km de l'usine.

Deux bassins ont été aménagés pour stocker les résidus produits par l'usine de Shituru : le bassin EMT au sud-est et le bassin Shituru aménagé à l'est sur la rivière Likasi. Ce dernier étant complètement rempli depuis plusieurs années, les résidus ne font qu'y transiter avant de se déverser dans le milieu environnant.

GCM - Fonderie Electrique de Panda (FEP)

La Fonderie Electrique de Panda est une usine de traitement pyrométallurgique de minerais cobaltifères et/ou cuivreux. On y a déjà traité des concentrés sulfurés par le passé mais présentement, les concentrés qui alimentent les fours sont essentiellement oxydés.

L'usine comporte 3 fours électriques triphasés à arc qui fonctionnent en continu. Le chargement (minerai, coke et fondant) par four est d'environ 25 tonnes par jour et par four. Dans le passé ce chargement avait atteint 50 tonnes par jour et par four. Les produits solides sortant sont évalués à environ 15% d'alliage et 85% de scorie, ce qui représente actuellement 10 tonnes d'alliage par jour pour les trois fours. La quantité de scories générées par les 3 fours est d'environ 60 tonnes par jour. Ces scories sont granulées et passent dans des trémies de stockage avant d'être évacuées de l'usine. Elles sont alors vendues à la CIMENKAT (Cimenterie du Katanga) pour la fabrication du ciment métallurgique ou mises en terril à côté de l'usine.

L'alimentation de l'usine est constituée de minerais à environ 4% Co ou 20% Cu. Le produit sortant est soit l'alliage blanc à environ 30% Co, l'alliage rouge (75-80% Cu) ou simplement du Cu noir (95% Cu).

Sites de stockage et de décharge des rejets de Likasi

La figure III.15 montre les deux bassins de Likasi (Shituru et EMT) qui contiennent la plus grande quantité des rejets métallurgiques du groupe centre.

- Bassin à rejet de EMT : Ce bassin est situé à environ 1 kilomètre au sud-est de l'usine de Shituru. Il couvre une superficie d'environ 45 hectares. Les résidus sont retenus au sud-est par une digue de 720 mètres de longueur, large d'environ 5 mètres en crête et d'une hauteur maximale de 40 mètres. Les eaux de ruissellement sont évacuées à travers la digue via de déversoirs en béton et en acier. Le niveau des résidus contre la digue est à environ 6 mètres sous le niveau de la crête. Ce bassin ne reçoit plus les résidus de l'usine depuis que la conduite d'amenée a été volée. La Gécamines envisage de reprendre l'utilisation de ce site car il reste environ une hauteur de 4 mètres de capacité.

Le relief de la vallée en aval de la digue permet de supposer que les résidus retenus en amont peuvent atteindre une épaisseur de près de 35 mètres. À quelque 500 mètres en amont de cette digue, une seconde digue, haute d'environ 3 mètres, a été érigée à travers le bassin directement sur les résidus existants pour accroître la capacité d'entreposage. Cette seconde digue a permis d'entreposer les résidus sur une épaisseur additionnelle d'environ 2 mètres dans le secteur nord-ouest du bassin. Cette digue s'est rompue un certain temps après la fin des opérations d'entreposage. Les résidus ayant eu le temps de se stabiliser, seule une faible quantité de rejet s'est épanchée vers le secteur sud-est du bassin.

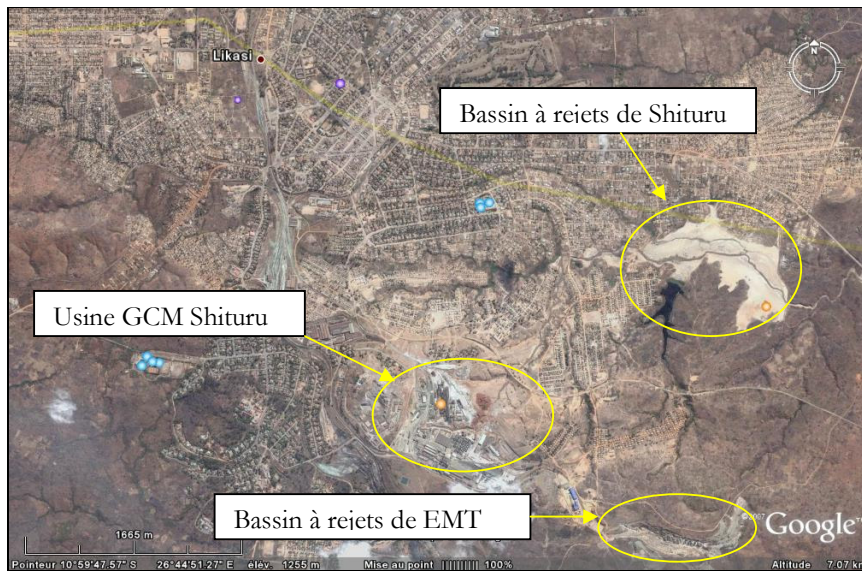


Figure III.15 Vue aérienne du bassin à rejet de Shituru et de EMT à Likasi

La rivière Panda coule à environ 600 mètres en aval de la principale digue. En cas de rupture, les résidus s'épancheraient et contamineraient la rivière sur les 17 km qui séparent le site EMT de la confluence avec la rivière Buluo. Ce point de déversement de l'effluent du bassin de résidus dans la rivière Panda est un secteur très fréquenté par les habitants. Un pont suspendu permet de traverser la rivière à cet endroit et on y pêche.

La surface quasi entière des résidus est littéralement criblée par les excavations laissées par les orpailleurs qui y sont très actifs.

- Bassin à rejets de Shituru : Ce site est situé à environ 2 km à l'est de l'usine de Shituru. Couvrant une superficie d'environ 51 hectares, les résidus sont retenus à l'est par une digue de 750 mètres de longueur, large d'environ 4-5 mètres en crête et d'une hauteur maximale de 20 mètres. Les eaux de ruissellement et les résidus (car le bassin est totalement rempli depuis plusieurs années) sont évacués vers la rivière Likasi par un imposant déversoir en béton. Ce site a été aménagé en plusieurs étapes car il existe, à l'est de la digue principale, une petite digue au travers d'un affluent de la rivière Likasi.

Les résidus pulpés coulent sur le parc, puis sont rejetés par le déversoir en aval de la digue sans aucune rétention, ni sédimentation. Les résidus s'accumulent dans la rivière Likasi, puis Buluo et enfin Panda; on retrouve des résidus en quantités importantes sur au moins 14 km. Les habitants vivant à proximité de la digue utilisent la résurgence qu'on observe à l'extrémité nord de la digue comme source d'eau pour les usages domestiques.



Figure III.16 Vue du bassin à rejet de Shituru

III.3.5. Site de Kambove et de Kakanda

Kambove et Kakanda sont deux cités minières situées à environ 25 km et 50 km respectivement de la ville de Likasi. Elles sont entourées par une série des mines à ciel ouvert de la GCM et comportent chacune un concentrateur. Le concentrateur de Kambove (KVC) a une capacité installée de 1.500.000 tonnes minerais par an, mais il ne tourne qu'à environ 40 à 60% de cette capacité et produit environ 300 tonnes de concentrés par jour. Celui de Kakanda avec une capacité de 720.000 tonnes de minerais par an est complètement à l'arrêt.

Le concentrateur de Kambove a été construit en 1962 pour traiter par flottation les minerais cupro-cobaltifères provenant des mines de Kamfundwa, de Kamoya sud et Kamoya central, de Kamwale, etc. Le circuit de concentration comprend les opérations classiques qui vont du concassage à la flottation pour produire un concentré à 15-20% de cuivre et 4-5% de cobalt. Ce concentré est expédié à Shituru (Likasi) par train pour alimenter le circuit hydrométallurgique. Les rejets solides pulpés étaient pompés et évacués vers le bassin de stockage situé à 12 km du concentrateur. Depuis environ 6 ans, ces rejets sont en grande partie pompés dans une ancienne carrière à côté du concentrateur. Les eaux résiduaires sont drainées et passent près de la cité jusqu'à la jonction avec l'eau de la rivière Mulungwishi à plus ou moins 15 km.

À Kambove les résidus occupent maintenant une superficie d'environ 2,37 km², sur 7,3 km environ de longueur dans la vallée. En 1992, on rapporte (SNC-LAVALIN, 2003) que la digue a cédé et que les rejets se sont épanchés dans la rivière Kababankola puis dans la rivière Kambove jusqu'à la confluence avec la rivière Mura à 11,2 km en aval avec tout ce que cela peut avoir comme impact sur les écosystèmes aquatiques.

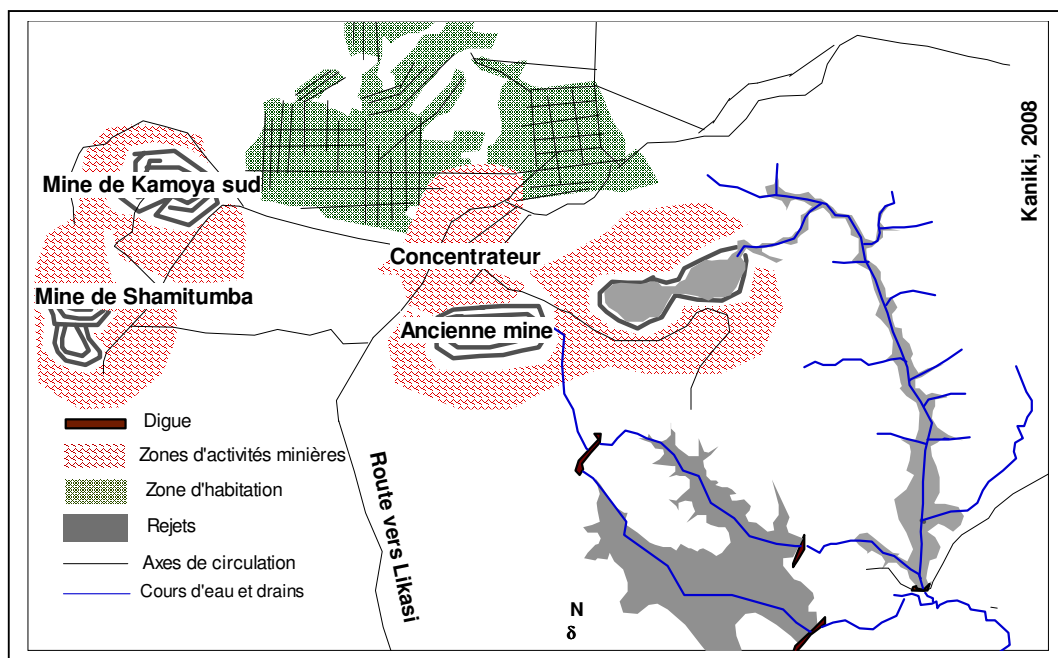


Figure III.17 Localisation des bassins à rejets sur le plan de la cité de Kambove

Le site de Kakanda comporte un concentrateur et une laverie (KDC) capable de traiter jusqu'à 720.000 tonnes de minerais par an. Ce concentrateur est loué par la société KMC qui a signé un accord de traitement à façon avec la GCM.

La GCM avait également négocié et signé un Accord Préliminaire avec PTM Minerals Ltd, une société à responsabilité limitée de l'île du Grand Cayman, pour l'exploitation des rejets des concentrateurs de Kakanda et de Kambove, le 12 août 1996. PTM avait réalisé l'étude de faisabilité qui n'a pas été acceptée par la GCM. D'après cette étude de faisabilité, les rejets exploitables sont évalués à 18,6 millions de tonnes à une teneur de 0,15% de Co et 1,22% de Cu.

Les échantillons sur lesquels l'étude expérimentale de caractérisation a été réalisée ont été prélevés sur les différents sites décrits dans ce chapitre, à savoir : le site de Lubumbashi, le site de Kipushi, le site de Musoshi, le site de Likasi, le site de Kambove et de Kakanda. Le chapitre suivant donne toutes les informations nécessaires sur ces échantillons.

Chapitre IV

CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE DES REJETS

- IV.1. Introduction
- IV.2. Echantillonnage et prétraitement
 - IV.2.1. Echantillonnage des rejets de pyroméallurgie
 - IV.2.2. Echantillonnage de rejets de concentration et résidus d'hydroméallurgie
 - IV.2.3. Prétraitement
- IV.3. Analyse granulométrique et mesures physico-chimiques
 - IV.3.1. Matériels et méthodes
 - IV.3.2. Résultats et interprétations
- IV.4. Composition chimique des rejets
 - IV.4.1. Matériels et méthodes
 - IV.4.2. Résultats et interprétations
- IV.5. Caractérisation par diffraction des rayons-X
 - IV.5.1. But
 - IV.5.2. Matériel
 - IV.5.3. Résultats et interprétations
- IV.6. Caractérisation au Microscope Electronique à Balayage (MEB)
 - IV.6.1. But
 - IV.6.2. Principe et matériel
 - IV.6.3. Résultats et interprétations
- IV.7. Radioactivité
 - IV.7.1. Introduction
 - IV.7.2. Appareillage
 - IV.7.3. Résultats et discussions
- IV.8. Conclusion

IV.1. Introduction

Le présent chapitre a pour but de décrire les rejets et de les caractériser du point de vue physico-chimique et minéralogique. Cette caractérisation permet de mettre en évidence leurs propriétés intrinsèques qui déterminent leur comportement environnemental. Les principales caractéristiques retenues dans ce chapitre sont la distribution granulométrique, la composition chimique et minéralogique, le pH « naturel » ainsi que la radioactivité. Toutes ces informations sont nécessaires à la compréhension, à l'interprétation et à la prédiction des résultats sur le comportement environnemental des rejets.

IV.2. Echantillonnage et prétraitement

Dix-sept échantillons d'un poids total égal à 164 kg provenant de 6 sites du Katanga ont été soit fournis par les exploitants soit prélevés directement sur les sites par les enquêteurs, seuls ou avec l'aide des agents des entreprises concernées. Les conditions

d'obtention ou de prélèvement de ces échantillons sont décrites dans les paragraphes qui suivent. Le tableau IV.1 donne le type, la quantité ainsi que l'origine de chaque échantillon.

Tableau IV.1 Liste des échantillons, codes d'indentification, quantités et origines

REJET DE LA PYROMETALLURGIE				
N°	Code	Quantité (kg)	Entreprise	Désignation
1	1P	14	GCM-FEP	Scorie des minerais de Co et/ou de Cu de four électrique
2	2P	13,8	FEZA MINING	Scorie des minerais de Cu et Co de four électrique
3	3P	7,4	Gpe BAZANO	Scorie des minerais de Cu et Co de four électrique
4	4P	18,2	COMIN	Scorie des minerais de Cu et Co de four électrique
5	5P	15,8	GOPINATH	Scorie des minerais de Cu de four (cubilot)
6	6P	17,4	AFRICOM	Scorie des minerais de Cu de four électrique
7	7P	8,4	STL	Scorie de Cu et Co de four électrique

REJET DE LA CONCENTRATION				
N°	Code	Quantité (kg)	Entreprise	Désignation
8	8C1	8,6	ACK	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu et Zn
9	8C2	11,8	ACK	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu et Zn
10	9C	15	CMSK	Rejet de la concentration des minerais oxydés de Cu et Co
11	10C1	1,1	SODIMICO	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu
12	10C2	2,1	SODIMICO	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu
13	10C3	1,3	SODIMICO	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu
14	10C4	2,1	SODIMICO	Rejet de la concentration par flottation des sulfures de Cu
15	11C	10,4	KMC	Rejet de la concentration des minerais oxydés de Cu et Co
16	12C	10,3	GCM-KVE	Rejet de la concentration des minerais oxydés de Cu et Co

REJET DE L'HYDROMETALLURGIE				
N°	Code	Quantité (kg)	Entreprise	Désignation
17	13H	3,6	GCM-SHITURU	Résidus d'hydrométallurgie de Cu et Co

Dans la suite du travail, les différents échantillons sont identifiés à l'aide de leurs codes présentés dans la colonne N°2 du tableau IV.1. Les abréviations RP, RC et RH sont parfois utilisées pour désigner respectivement les rejets de pyrométallurgie, les rejets de concentration et les résidus d'hydrométallurgie.

IV.2.1. Echantillonnage des rejets de pyrométallurgie

Les rejets de pyrométallurgie se présentent sous forme de terrils. Le plus grand terril est celui de la GCM à Lubumbashi avec plus de 12 millions¹⁸ de tonnes de scories (fig. IV.1). Depuis l'année 2000, il est prévu de retraiter, par pyrométallurgie, le tiers de ces scories par la Société de Traitement du Terril de Lubumbashi (STL) pour produire un alliage blanc (Co-Cu-Fe) et de l'oxyde de Zn. Sur un terril comme celui-ci, l'échantillonnage se fait par sondage. Les échantillons élémentaires sont recueillis de mètre en mètre et mis dans des sacs de 25 à 30 kg. Puis, les équipes compétentes procèdent au quartage au travers des diviseurs à rifles réduisant chaque échantillon à $\pm 2,5$ kg. Ces échantillons sont mis dans des sachets en plastique sur lesquels on attache des étiquettes d'identification.



Figure IV.1. Vue du terril de scories de la GCM

A la STL et dans les usines pyrométallurgiques suffisamment équipées, les rejets sont échantillonnés directement à la sortie du circuit de granulation. Un dispositif installé sur le couloir d'évacuation de la scorie granulée et refroidie prélève des quantités déterminées à intervalles réguliers de temps. A la fin du cycle de production, ces quantités sont mélangées, homogénéisées, divisées, mises en sachets et étiquetées.

Malheureusement, dans la majorité de cas, et pour les petites et moyennes usines, aucun intérêt n'est accordé au rejet. Aucune analyse ni prélèvement n'est effectué. Les rejets sont évacués directement par des camions pour être mis en terrils à côté de l'usine ou sur des sites éloignés. Les particuliers viennent alors chercher ces rejets pour les utiliser comme matériaux de remblayage et de nivellement de terrains ou de routes. La figure IV.2 montre une évacuation et mise en terril des rejets directement à côté de l'usine.

¹⁸ Les récentes estimations portent à 14,5 millions le tonnage des rejets du terril de Lubumbashi et 4,5 millions seraient concernés par le projet de la STL.



Fig. IV.2. (a) et (b) Evacuation et mise en terril des scories dans des petites et moyennes usines

La nature du rejet étant fonction de la charge alimentée (minerais, fondant et coke) et du procédé (conditions de travail), on constate visuellement une grande variabilité dans les rejets provenant des petites et moyennes usines. En effet, ces dernières s'alimentent auprès des creuseurs ou des négociants qui opèrent dans plusieurs carrières dont les minerais n'ont pas une même minéralogie. Les conditions opératoires (composition de la charge, température et durée) sont chaque fois modifiées en vue d'être adaptées aux alimentations. Le prélèvement des rejets auprès de ces usines s'est effectué suivant un plan d'échantillonnage aléatoire consistant à prélever à divers endroits du tas des quantités de l'ordre de 2 kg qui sont ensuite mélangées, homogénéisées, divisées, mises en sachet, étiquetées et acheminées au laboratoire.

IV.2.2. Echantillonnage des rejets de concentration et des résidus d'hydrométallurgie

Les rejets de concentration et ceux d'hydrométallurgie se trouvent dans des bassins constitués d'une vallée (généralement un lit de rivière) fermée par une digue. Les rejets qui y sont déversés sous forme de pulpe décantent et l'eau résultant est évacuée par le déversoir de la digue. Dans d'autres cas, lorsqu'on veut retenir la partie fine des solides avec la digue, la majeure partie de l'eau reste aussi et forme alors un lac artificiel. Dans tous les cas, lorsque ces bassins sont en exploitation, ils apparaissent sous forme de lacs artificiels (figure IV.3.a). Lorsqu'ils sont pleins (comblement du volume disponible) et par conséquent hors service, ils apparaissent alors sous forme d'étendue de terrain totalement désert (figure IV.3.b). Dans le jargon local ces parcs à rejets sont appelés « digues » parce que fermés par une digue.



Fig. IV.3. Vue (a) d'un bassin à rejets en exploitation et (b) d'un bassin à rejets abandonné

Des travaux de caractérisation et d'évaluation des réserves en éléments valorisables contenus dans ces rejets ont été entrepris par les détenteurs de ces bassins et remontent aux années quatre-vingt dix (GECAMINES, 1996 ; SODIMICO, 2002). D'après les informations obtenues auprès de ces entreprises, l'échantillonnage dans les bassins était réalisé de façon systématique avec des mailles carrées d'environ 100 mètres de côté. Les sondages étaient effectués sur des profondeurs variables allant parfois jusqu'à 5 m sur un total d'environ 11 m. Certains échantillons prélevés au cours de ces sondages ont été mis à notre disposition. Sur les sites où les échantillons n'étaient plus disponibles ou étaient en quantité insuffisante, les enquêteurs, aidés par les agents des entreprises concernées, ont effectué à l'aide des pelles des petits puits (profondeur ne dépassant pas 1 mètre) suivant un plan aléatoire couvrant plus ou moins l'étendue du site. Cette tâche n'a pas été aisée suite à l'éloignement de certains bassins et à l'inexistence des routes y menant.

Les échantillons ont donc été soit fournis par les exploitants eux-mêmes ou prélevés par les enquêteurs. Les échantillons fournis ont été soit prélevés dans des lots de réserves des exploitants soit prélevés suite à la demande effectuée par les enquêteurs. Certains exploitants ont précisé la manière dont l'échantillonnage a été effectué. Sur d'autres sites par contre, suite à la difficulté d'accès due à l'éloignement, à l'état des routes ou à l'insuffisance des moyens à la disposition des enquêteurs, les échantillons ont été prélevés par des travailleurs des sociétés minières formés à cette fin et suivant des directives données par les enquêteurs. Ces travailleurs se sont parfois rendus à vélo à plusieurs dizaines de kilomètres pour effectuer le prélèvement.

Il a donc fallu obtenir parfois plusieurs échantillons se rapportant à un même site afin d'effectuer une comparaison non seulement avec les résultats expérimentaux, mais aussi avec les données obtenues dans les archives afin de se rassurer de leur représentativité.

IV.2.3. Prétraitement

Le prétraitement a été effectué suivant la norme ISO 11464 (ISO, 1994). Cette norme spécifie le type d'opérations, les conditions ainsi que le matériel à utiliser pour prélever et prétraiter les échantillons devant être soumis à des analyses physico-chimiques. Les échantillons pulvérulents ont été triés manuellement et passés au tamis de 1 mm avant

l'échantillonnage secondaire comme l'illustre la figure IV.4. L'échantillonnage secondaire a été réalisé à l'aide des diviseurs à riffles ou à couloirs. Le triage manuel avait pour but d'écartier les débris divers (végétaux, verres, cailloux, etc.) parfois rencontrés dans les échantillons. Les mottes retenues sur le tamis ont été écrasées à l'aide d'un maillet et repassées au même tamis. Les scories non granulées ont été fragmentées au concasseur à mâchoires, broyées au broyeur à cylindre et passées au tamis de 425 µm avant l'échantillonnage secondaire (figure IV.5). Cette fragmentation avait pour but de faciliter les opérations de division et de quartage. Les scories granulées ont été tamisées à 425 µm et broyées au cylindre avant l'échantillonnage secondaire (figure IV.6). Le broyage a été nécessaire pour respecter certaines exigences d'ordre pratique, notamment le fait que la taille des particules ne doit pas dépasser 10% du diamètre de la colonne pour les essais de percolixiviation.

L'échantillonnage secondaire a conduit à la constitution de trois lots :

- un lot pour les mesures physico-chimiques ainsi que les analyses chimiques et minéralogiques ;
- un lot pour les tests spécifiques d'évaluation environnementale ;
- un lot de réserve.

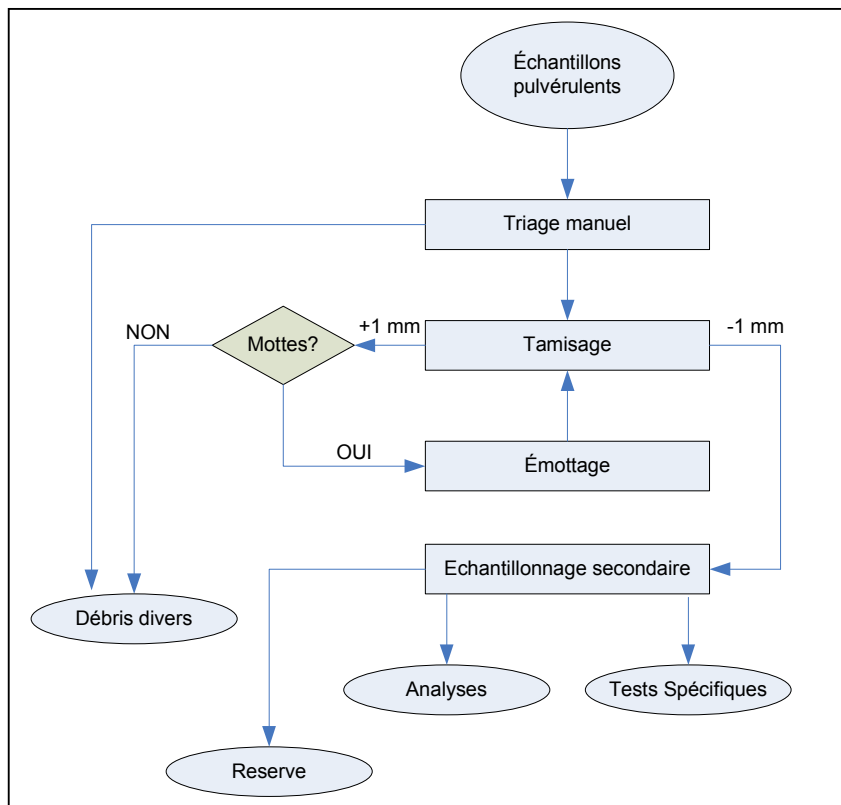


Figure IV.4. Prétraitement des échantillons des rejets de concentration et des résidus d'hydrométallurgie

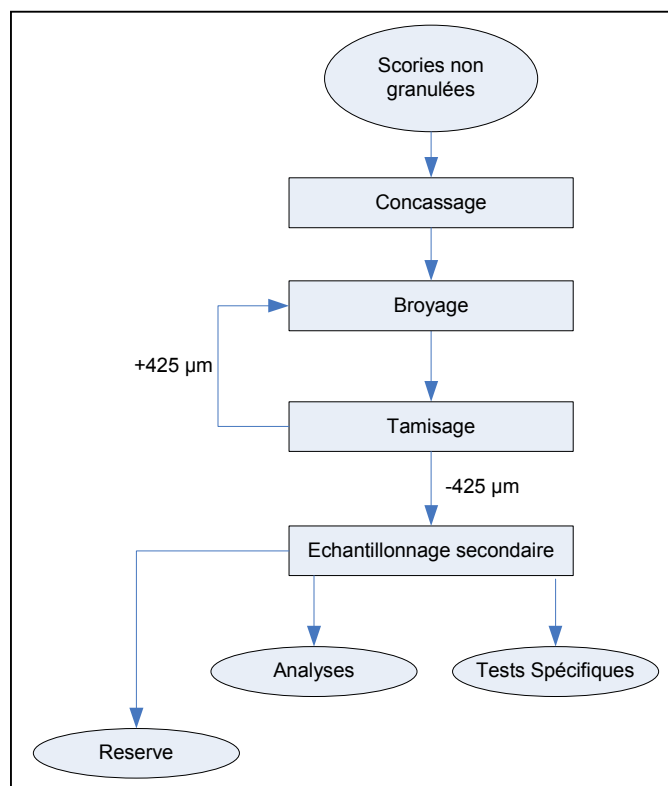


Figure IV.5. Prétraitement des scories non granulées

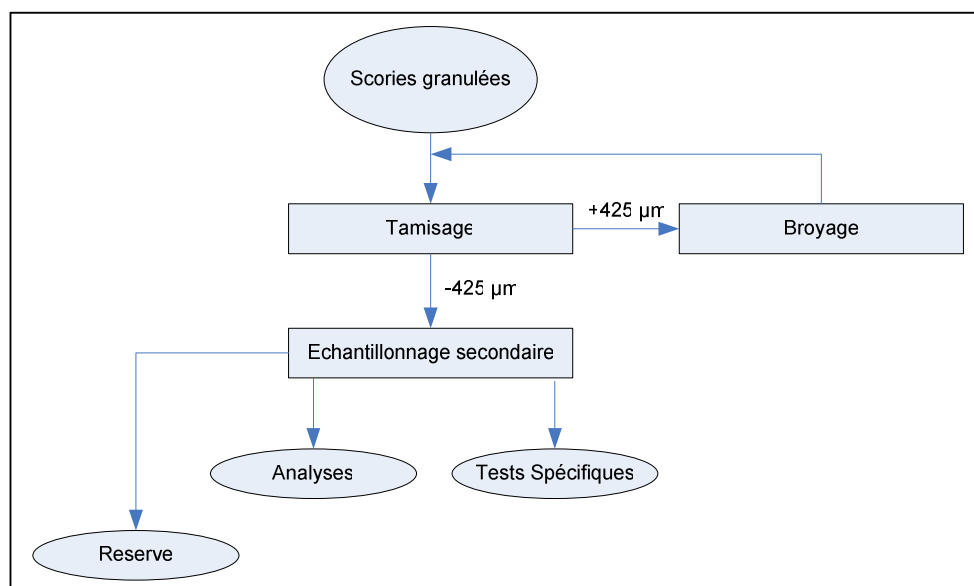


Figure IV.6. Prétraitement des scories granulées

IV.3. Analyse granulométrique et mesures physico-chimiques

IV.3.1. Matériels et méthodes

L'analyse granulométrique a été effectuée au moyen d'une série de tamis de dimensions des mailles comprises entre 1000 μm et 75 μm . Le taux d'humidité a été déterminé suivant la norme ISO 11465 basée sur la perte de masse à 105°C. La teneur en matières organiques a été déterminée par la méthode gravimétrique basée sur la perte de masse à 450°C après 24 heures. Le pH « naturel » a été déterminé suivant la norme ISO 10390 (ISO, 2005). Cette norme établit les lignes directrices de mesure de pH de sol qui peuvent également s'appliquer à la mesure de pH des rejets solides d'origine minière. Deux types de pH ont été déterminés à savoir le pH KCl et le pH H₂O. Le pH KCl est appelé acidité d'échange et le pH H₂O est appelé acidité réelle. La différence entre les deux est donnée et expliquée dans les paragraphes qui suivent.

IV.3.2. Résultats et interprétations

a) *Analyse granulométrique*

L'analyse granulométrique des rejets de la pyrométallurgie a été réalisée sur les échantillons : 1P, 2P, 3P, 4P et 7P qui sont constitués des scories granulées. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.2 et sur la figure IV.7. Les échantillons 5P et 6P n'ont pas été soumis à l'analyse granulométrique étant donné qu'ils se présentaient sous forme de gros blocs.

Tableau IV.2. Granulométrie des échantillons provenant de la pyrométallurgie

Dimensions (μm)	1P	2P	3P	4P	7P
	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)
-75	22,4	36,8	20,1	44,1	46,3
+75 -105	33,6	54,2	35,2	56,4	64,1
+105 -150	49,5	65,1	43,6	69,1	85,0
+150 -175	66,1	78,0	61,1	86,1	92,4
+175 -425	74,3	82,0	79,0	92,1	96,2
+425 -1000	85,1	96,1	85,3	97,1	98,6
+1000	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Les résultats de la figure IV.7 indiquent que les échantillons 4P et 7P contiennent plus de 40% de particules de dimensions inférieures à 75 μm . Les échantillons 1P et 3P n'en contiennent qu'environ 20%. Les échantillons 1P et 3P renferment beaucoup plus de particules grossières. Les courbes de tendance sont générées à l'aide des fonctions logistiques sigmoïdales (type 1, 2) avec une assez bonne corrélation pour l'échantillon 7P (coefficient de corrélation $r^2=0,99784$).

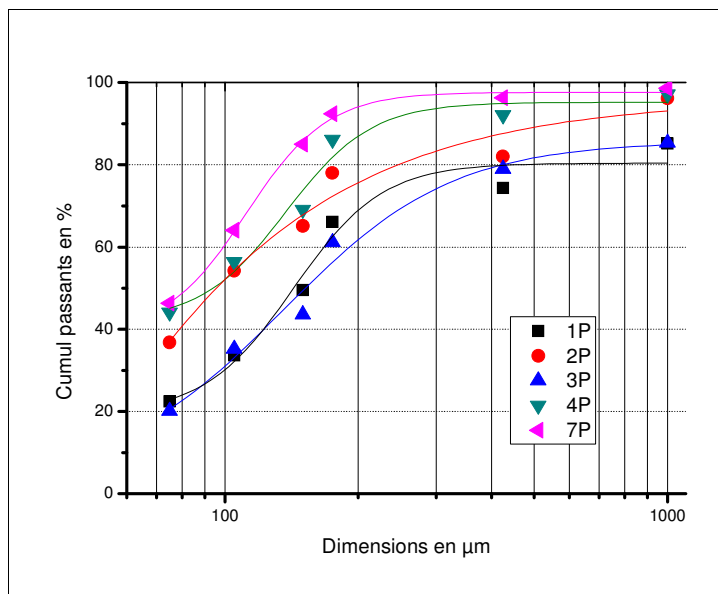


Figure IV.7. Courbes granulométriques des rejets de pyrométallurgie

Les modules de dimensions¹⁹ K_{80}^{20} peuvent être estimés à 150 µm et 170 µm respectivement pour les échantillons 7P et 4P (relativement moins grossiers) et à 300, 500 et 700 µm respectivement pour les échantillons 2P, 3P et 1P (relativement grossiers). Du point de vue répartition granulométrique, les 5 échantillons affichent un profil identique caractérisé par un resserrement en dessous de 200 µm et un étalement au-dessus de 200 µm.

L'analyse granulométrique des rejets de la concentration et d'hydrométallurgie a été réalisée sur les échantillons : 8C1, 9C, 10C1, 12C et 13H. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.3 et sur la figure IV.8.

Tableau IV.3. Granulométrie des rejets de concentration et du résidu d'hydrométallurgie

Dimensions (µm)	8C1	9C	10C1	12C	13H
	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)	Cumul Passant (%)
-75	63,9	62,4	68,4	64,1	77,2
+75 -105	75,1	73,2	77,5	75,3	79,1
+105 -150	78,4	79,5	82,1	81,7	84,1
+150 -175	82,1	84,3	90,2	85,5	94,3
+175 -425	93,2	92,2	96,2	94,1	98,3
+425 -1000	98,3	97,3	98,7	98,2	99,1
+1000	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

¹⁹ Module de dimensions : Dimension caractéristique de l'ensemble.

²⁰ K_{80} est aussi désigné par D_{80} .

Les courbes de la figure IV.8 montrent que les rejets de concentration contiennent plus de 60% de particules de dimensions inférieures à 75 μm . L'échantillon d'hydrométallurgie, 13H, contient plus de 77% de particules de dimensions inférieures à 75 μm .

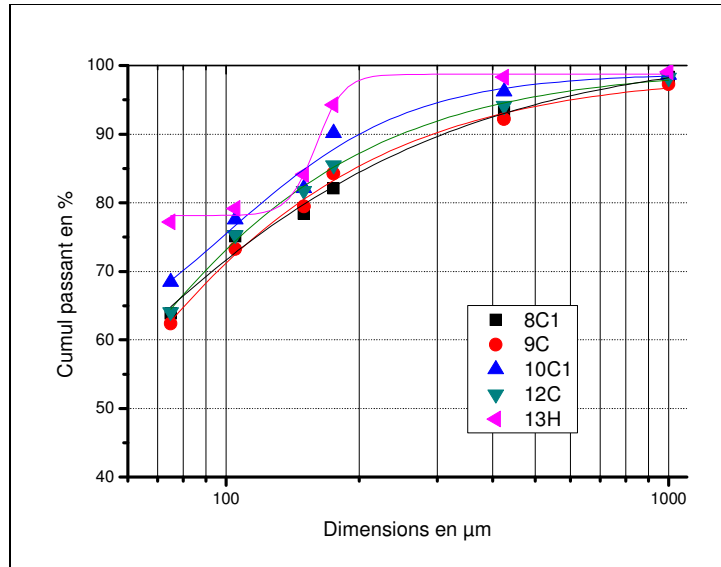


Figure IV.8. Courbes granulométriques des rejets de concentration et résidus d'hydrométallurgie

Les courbes granulométriques ont une allure presque identique caractérisée par un étalement le long du profil granulométrique. Les modules dimensionnels (K_{80}) sont compris entre 100 et 200 μm . Les rejets de concentration et les résidus d'hydrométallurgie sont plus fins que les rejets de pyrométallurgie. Les particules fines ayant une grande surface spécifique et par conséquent une grande réactivité ; on peut donc, s'attendre à une lixivibilité élevée du résidu d'hydrométallurgie et des rejets de concentration par rapport à ceux de pyrométallurgie. Une mesure de densité couplée à celle de la granulométrie peut permettre de prédire les risques liés à l'envol des poussières en période de grands vents.

Les rejets de concentration par flottation sont fins pour la simple raison que la flottation est réalisée dans un domaine dimensionnel très faible (en général inférieur à 250 μm). La granulométrie des rejets de pyrométallurgie est fonction de la pression d'eau qui a été utilisée à la granulation, du débit de cette dernière, de la viscosité de la scorie et du débit de celle-ci au moment de la coulée. Lorsque la pression et le débit d'eau sont élevés, les rejets sont fins, c'est le cas des échantillons 7P et 4P provenant respectivement de la STL et de COMIN.

b) pH

Les résultats des mesures de pH (H_2O et KCl) des différents échantillons sont présentés sur la figure IV.9. Le tableau en annexe A.2 donne les valeurs ainsi que les écarts par rapport à la moyenne de chaque mesure. Comme dit précédemment, le pH H_2O est appelé acidité actuelle, active ou réelle. Dans ce cas, l'électrode ne mesure que les protons de la solution formée par le matériau et l'eau.

L'acidité d'échange est évaluée par la mesure du pH KCl (GOBAT *et al.*, 2003). Dans ce cas, la solution de KCl provoque, par échange avec les ions K^+ , une désorption des ions H^+ fixés sur les minéraux solides. Ce pH KCl est ainsi toujours un peu moins élevé que le pH H_2O de 0,2 à 1,5 unité selon les cas.

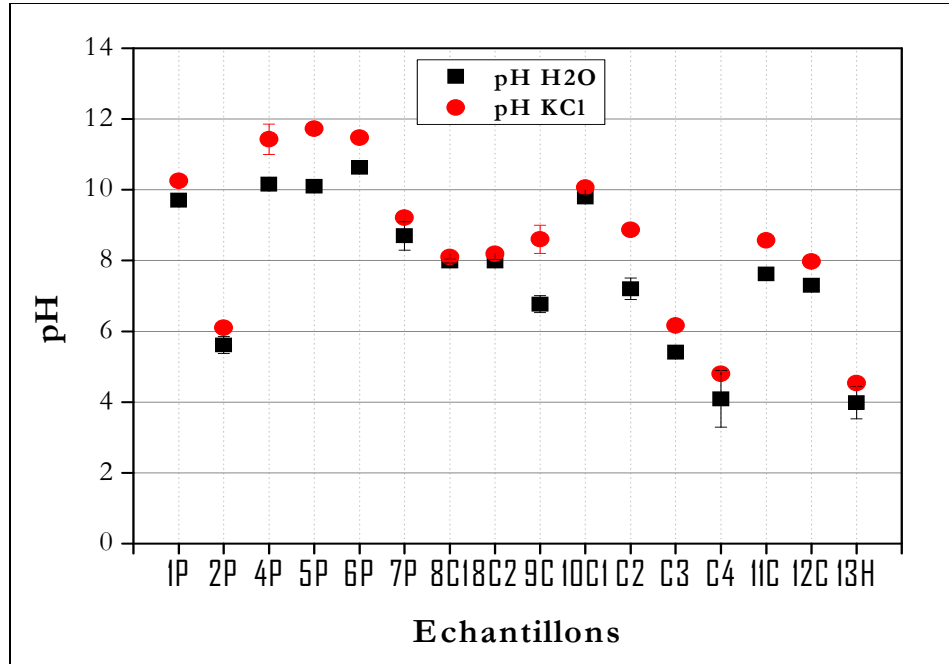


Figure IV.9. pH « naturels » des rejets broyés

Les résultats de la figure IV.9 montrent, à quelques exceptions près, que les rejets de pyroméallurgie et rejets de concentration ont un pH basique. Les rejets de pyroméallurgie ont des pH plus basiques que les rejets de concentration. Cette basicité des rejets de pyroméallurgie pourrait trouver une justification à partir de la chaux formée suite à la calcination de la castine qui est ajoutée dans la charge comme fondant. Cette transformation se déroule suivant la réaction suivante :



Evidemment, le rôle du CaO est de se lier avec le SiO_2 . Le pH acide de l'échantillon 2P ne peut être expliqué de façon plausible étant donné que la teneur en CaO (tableau IV.5.) n'est pas très différente de celle des autres échantillons. Le fait que le pH KCl soit supérieur au pH H_2O ne trouve pas non plus d'explication immédiate plausible.

Ces pH sont un paramètre important qui contrôle le comportement des cations en solution aqueuse. En effet, connaissant le pH de la suspension et le point de charge nulle (PCN) des minéraux présents dans la phase solide, on sait déterminer la charge de surface de ces minéraux. Si cette charge est négative, les cations auront tendance à se fixer sur ces minéraux. Evidemment, ce phénomène sera en compétition avec bien d'autres phénomènes susceptibles de se dérouler comme la précipitation, la complexation, etc.

Un PCN élevé implique une faible possibilité d'adsorption des cations métalliques. On peut dire que les cations auront tendance à se fixer sur les minéraux à pH PCN acide ; leur compétitivité sur les minéraux à pH PCN basique, tel que la calcite, sera faible. Le tableau IV.4 donne les valeurs de PCN des quelques minéraux de la gangue.

Tableau IV.4. pH de PCN de quelques minéraux

Minéraux	pH PCN	Minéraux	pH PCN
Calcite CaCO_3	9,5 à 10,8	βMnO_2	7,2
Gibbsite $\gamma \text{Al(OH)}_3$	9,5	Bayerite $\alpha \text{Al(OH)}_3$	5,0
$\gamma \text{Al}_2\text{O}_3$	9,5	Kaolinite	2 à 4,6
$\alpha \text{Al}_2\text{O}_3$	9,1	Birnessite δMnO_2	2,8 à 4
Ferrihydrite Fe(OH)_3	8,5	Feldspath	2 à 2,4
Hématite $\alpha \text{Fe}_2\text{O}_3$	8,5	Montmorillonite	2,5
Boehmite $\gamma \text{AlO(OH)}$	8,2	Quartz SiO_2	2 à 3
Goethite $\alpha \text{FeO(OH)}$	7,6 à 8,3		

Source: (LAPERCHE *et al.*, 2004)

Ces mesures du pH montrent que les phénomènes d'adsorption seront relativement plus importants dans les rejets de la pyroméallurgie avec pour conséquence un faible passage des cations en solution ou tout simplement une faible lixivabilité. L'estimation du domaine d'activité à partir du PCN doit évidemment tenir compte aussi de la cristallinité. Par exemple, les oxydes amorphes de Mn ont un PCN très faible (2,3) comparé aux oxydes cristallisés tels que le βMnO_2 qui a, comme l'indique le tableau IV.4, un PCN égal à 7,2.

Les résultats précédents permettent de conclure que l'adsorption sera plus importante sur les rejets de pyroméallurgie, importante sur les rejets de concentration et très faible sur le résidu d'hydroméallurgie qui a, comme l'indique la figure IV.9, un pH acide.

c) Indice d'acidité

Dans la perspective d'une utilisation dans le domaine des Bâtiments et Travaux Publics (BTP), il est intéressant d'évaluer le caractère basique ou acide des rejets pyroméallurgiques. Pour cela on utilise l'indice d'acidité des scories qui se calcule par la formule (IV.2) :

$$I = \frac{\text{SiO}_2}{(\text{CaO} + \text{MgO})} \quad (\text{IV.2})$$

L'alumine n'intervient pas en raison de son caractère amphotère. L'indice d'acidité représente le rapport de l'oxygène des acides (principalement la silice) à l'oxygène des bases contenu dans la scorie. Le tableau IV.5 donne les valeurs de I calculées sur base des résultats des analyses chimiques des rejets de pyrométallurgie. Une bonne scorie doit évidemment avoir un I au plus égal à un. Les résultats du tableau IV.5 montrent que tous les rejets de la pyrométallurgie ont un indice d'acidité légèrement supérieur à un à l'exception des échantillons 6P et 7P qui ont des valeurs relativement supérieures.

Tableau IV.5. Indice d'acidité des rejets pyrométallurgiques

N°	Echantillons	SiO ₂	CaO	MgO	I
1	1P	41,59	26,76	6,79	1,24
2	2P	47,16	25,3	6,84	1,47
3	3P	49,35	22,74	6,37	1,70
4	4P	43,39	25,99	10,45	1,19
5	5P	52,54	27,36	8,22	1,48
6	6P	44,57	13,17	4,34	2,55
7	7P	47,21	12,62	6,86	2,42

L'indice d'acidité est également un paramètre qui renseigne sur le caractère hydraulique de la scorie si on envisage de la recycler dans la fabrication des liants hydrauliques tels que le ciment. Les bonnes propriétés hydrauliques sont observées pour les scories ayant un indice d'acidité inférieure à 1. La norme française NF EN 197-1 concernant la fabrication de ciment, n'autorise l'addition d'une quantité de scorie supérieure à 5% seulement si, parmi d'autres conditions, I est inférieur à 1.

Tableau IV.6. Humidité et teneur en matières organiques des rejets

N°	Echantillons	Teneur en %		
		H ₂ O temporaire	H ₂ O permanente	Matière Organique (M.O.)
1	1P	6,81	3,11	0,02
2	2P	7,25	3,40	0,04
3	3P	8,83	3,26	0,03
4	4P	6,30	3,33	0,03
5	5P	1,54	0,43	0,00
6	6P	1,11	0,41	0,00
7	7P	7,41	3,21	0,02
8	8C1	16,45	6,12	1,86
9	8C2	16,93	6,04	1,73
10	9C	15,53	6,65	2,13
11	10C1	17,32	5,53	1,02
12	10C2	16,90	5,58	1,05
13	10C3	17,50	5,53	1,01
14	10C4	15,51	5,58	1,06
15	11C	14,37	6,07	1,54
16	12C	14,59	6,11	1,56
17	13H	12,21	7,23	2,71

d) Humidité et teneur en matières organiques

Les mesures de l'humidité (% H₂O) et de la teneur en matières organiques (% M.O.) ont donné les résultats du tableau IV.6 qui sont également présentés à la figure IV.10. La norme ISO 11465 recommande, avant toute mesure physico-chimique, de laisser à l'air libre à la température du laboratoire (environ 20°C) les échantillons étalés en une couche mince (épaisseur inférieure à 15 mm), sur un plateau ne pouvant pas absorber l'humidité et ne pouvant pas provoquer de contamination. L'application de cette norme nous a conduit à définir deux types d'humidité : une humidité temporaire et une humidité permanente. L'humidité temporaire est celle qui est mesurée sur le rejet tout venant. Elle dépend fortement de la saison et du temps qui a précédé le prélèvement ainsi que de conditions de stockage. Les échantillons 10C1 à 10C3 prélevés au lendemain de jours pluvieux présentaient une humidité fort élevée. L'humidité permanente est celle qui est mesurée au laboratoire suivant la norme ISO 11465. Elle est inférieure à l'humidité temporaire étant donné que les échantillons subissent une sorte de pré-séchage lorsqu'ils sont étalés à l'air libre à environ 20°C pendant 24 heures.

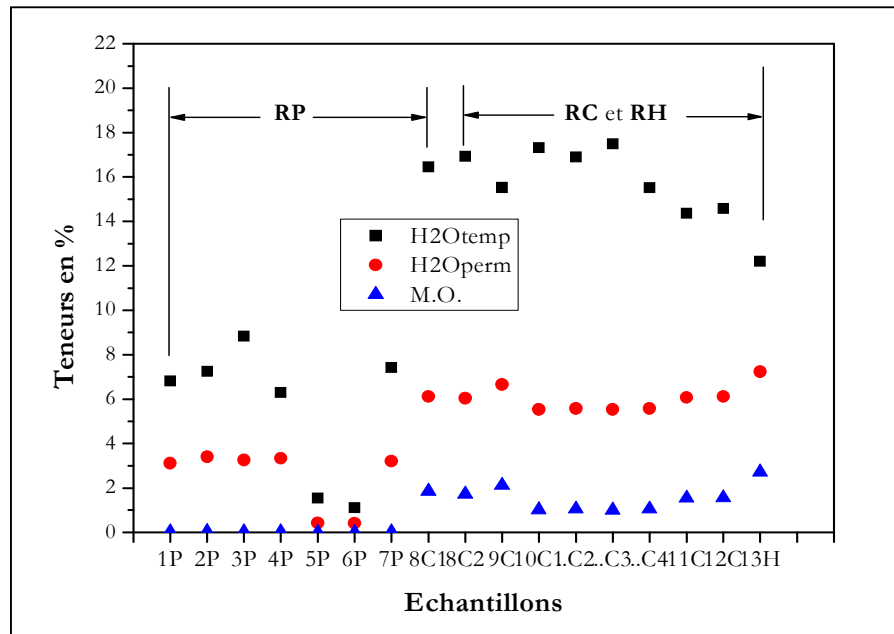


Figure IV.10. Humidité et teneur en matière organique des rejets

Les résultats de la figure IV.10 montrent que les rejets de pyrométallurgie ne renferment presque pas de matière organique. Leur humidité permanente est faible par rapport à celle des rejets de concentration et du résidu d'hydrométallurgie. Leur humidité temporaire est encore beaucoup plus faible que celle des rejets de concentration et le résidu d'hydrométallurgie. On constate aussi que les humidités permanente et temporaire sont très peu corrélée (figure IV.11), ce qui montre le caractère aléatoire de l'humidité temporaire. La très faible humidité des échantillons 5P et 6P se justifie par le fait que, sous forme de gros blocs non poreux et sans fissures, leur absorption d'humidité est très faible. En ce qui concerne les rejets de concentration et le résidu d'hydrométallurgie, l'humidité permanente est fortement corrélée à la teneur en M.O. (Figure IV.12).

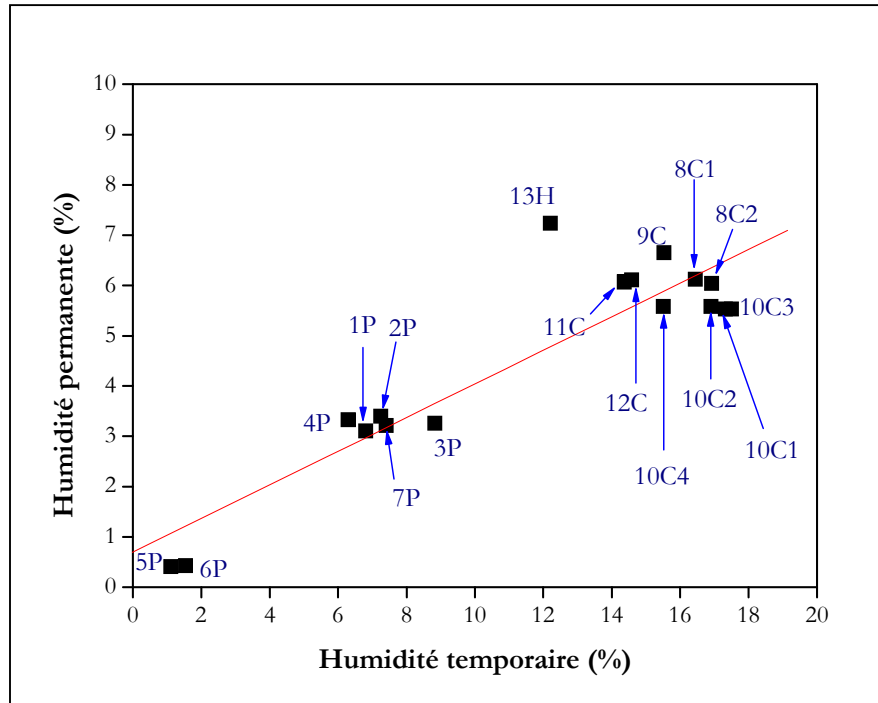


Figure IV.11. Corrélation humidité temporaire - humidité permanente

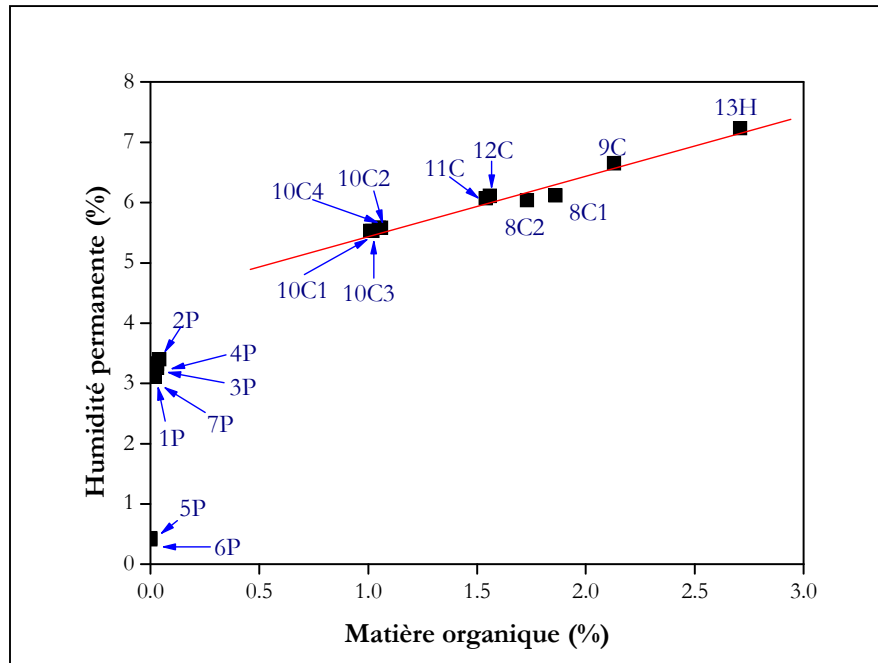


Figure IV.12. Corrélation matière organique - humidité permanente

IV.4. Composition chimique des rejets

IV.4.1. Matériels et méthodes

Les analyses chimiques des rejets ont été réalisées par Spectrométrie d'Absorption Atomique et par Spectrométrie d'Emission Atomique utilisant un Plasma à Couplage Inductif (ICP-AES). Pour la Spectrométrie d'Absorption Atomique, les échantillons solides ont été broyés à moins 65 mesh, mis en solution par dissolution dans l'acide chlorhydrique (HCl) précédée d'une fusion au peroxyde de sodium (Na_2O_2). Pour l'ICP-AES, les échantillons solides ont été broyés, micronisés, fondus au métaborate de lithium (LiBO_2) et dissous dans l'acide nitrique (HNO_3) avant d'être analysés. L'appareil utilisé est de type Jobin-Yvon JY 70Type II.

L'ICP-AES constitue une méthode polyvalente et sensible, grâce aux hautes températures produites par le plasma de gaz inerte. Le principe de fonctionnement de cet appareil repose sur l'émissivité. Tout élément est émissif par excitation lorsqu'il est porté à une température suffisamment élevée (environ 8.000°C). L'étude spectrale des échantillons repose sur la mesure du rayonnement émis. L'échantillon à analyser est nébulisé dans un plasma d'argon entretenu par induction électromagnétique. L'intensité du rayonnement émis selon une longueur d'onde correspondant à l'élément à doser permet d'en déterminer la concentration dans l'échantillon.

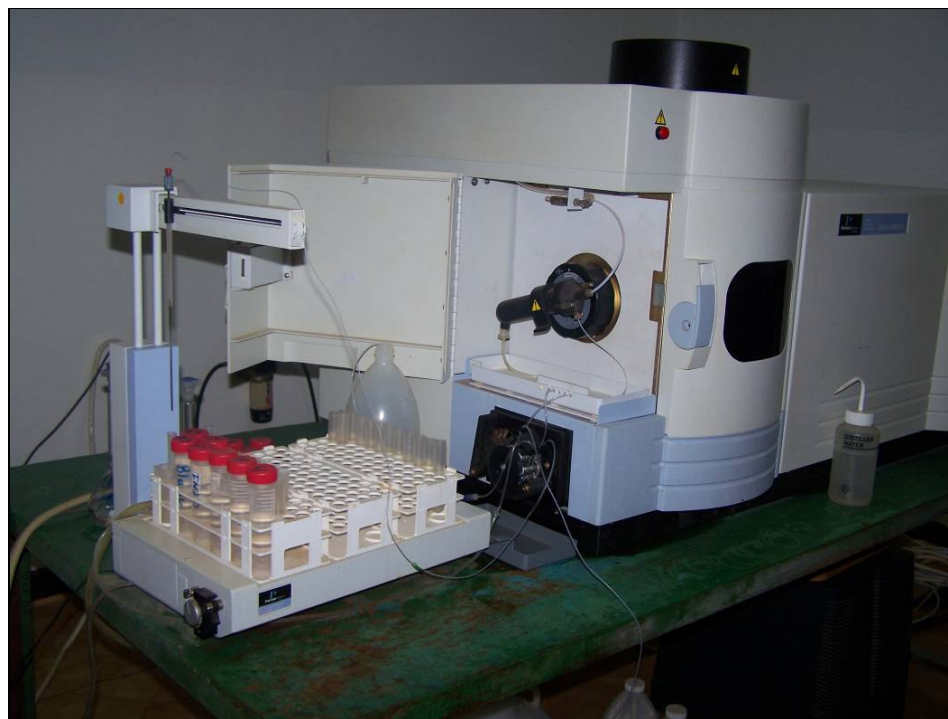


Figure IV.13. Vue de l'appareil d'analyse par ICP-AES du laboratoire Robinson à Lubumbashi

Le CO_2 a été dosé par combustion à 1.400°C après séchage à 110°C . Le gaz de combustion contenant le CO_2 à doser est acheminé vers un détecteur à infrarouge qui affiche directement la concentration grâce à un système informatisé. La perte au feu (PAF) a été déterminée par pesée des échantillons grillés entre 1.000 et 1.060°C après passage à l'étuve à 110°C . Le S a été déterminé par les méthodes gravimétriques classiques : fusion, mise en solution et précipitation à l'aide du chlorure de baryum (BaCl_2) et pesée du BaSO_4 obtenu.

IV.4.2. Mise en solution

La mise en solution est une étape très importante de l'analyse chimique des échantillons solides. Quelle que soit la sensibilité de l'appareil ou la précision des mesures, si la mise en solution n'est pas complète on ne peut pas obtenir des résultats corrects. Dans notre étude, la mise en solution des échantillons solides a été réalisée par fusion alcaline et dissolution dans HCl ou HNO_3 suivant les cas.

La fusion alcaline est une méthode qui consiste à réaliser un verre alcalin, en portant à 1.000 - 1.600°C , pendant 30 minutes, l'échantillon solide mélangé avec le fondant. Ce verre est ensuite dissous dans de l'acide chlorhydrique ou de l'acide nitrique 20% à chaud (120°C). Cette technique est classique pour l'analyse spécifique des éléments présents en faibles teneurs (métaux en particulier). Toutefois l'étape de fusion et dissolution peut entraîner la perte de certains composés (Hg, As, Se par exemple) par volatilisation lorsqu'ils sont à des états d'oxydation élevés.

A Liège, la fusion a été réalisée à l'aide du peroxyde de sodium (Na_2O_2) tandis qu'à Nancy c'est le métaborate de lithium (LiBO_2) qui a été utilisé. L'avantage de la fusion avec les oxydes et peroxydes alcalins est que les attaques sont plus aisées et les fusions sont effectuées à des températures plus basses : 460°C pour le Na_2O_2 . L'inconvénient majeur des fusions avec le peroxyde réside cependant dans la production d'une réaction violente qui se traduit par un point d'amorçage très lumineux ayant pour effet la destruction du fond du creuset aussi bien en carbone vitreux qu'en fer ou en nickel. Mais, en présence d'autres éléments, par exemple de minerais calcaires ou de réfractaires à base de magnésie la fusion est généralement calme (VERNET et GOVINDARAJU, 1993). On observe aussi qu'en ajoutant une petite quantité de Na_2CO_3 au peroxyde de sodium, la réaction violente a beaucoup moins tendance à se produire.

La fusion par différents borates de lithium est actuellement la plus répandue pour l'analyse des matériaux géologiques. Les matériaux très siliceux, à l'acidité plus élevée, comme les matériaux silicatés, les sables siliceux, les oxydes acides, s'attaquent mieux avec le métaborate de lithium qui fond à 845°C . L'avantage déterminant de cette méthode d'attaque plus efficace que les attaques acides, surtout en mélange avec le tétraborate de lithium, est sa quasi-universalité. Les borates alcalins sont capables de dissoudre la plupart des roches ou minéraux pour donner une masse vitreuse transparente souvent colorée, facilement soluble dans les acides dilués. La présence d'un excès de lithium et d'ions borates en solution est un autre avantage important pour les méthodes d'analyse actuelles car elle renforce la stabilité des solutions et provoque un effet tampon qui corrige les interférences dues à la matrice (VERNET et GOVINDARAJU, 1993). Les autres avantages sont d'ordre pratique. La fusion au four avec reprise par HCl ou HNO_3 et agitation magnétique

pour la dissolution se prête bien à l'analyse en série. Les borates de lithium n'attaquent pas le platine si les conditions oxydantes sont maintenues. Ainsi le produit de fusion ne colle pas aux creusets et peut être versé quantitativement dans une solution acide. Il est essentiel que les conditions oxydantes soient maintenues pour éviter la réduction d'éléments comme Fe, Cu, Pb, Co avec le risque de les retrouver dans le platine. Le rapport fondant - échantillon le plus utilisé est de 3/1.

Quoique considérée comme très efficaces, les attaques par fusion alcaline sont considérées parfois comme peu adaptées au dosage des éléments traces dans le domaine de l'environnement (HOENIG et THOMAS, 2002) en raison des apports importants de fondants qu'elles nécessitent. Ces craintes sont à écarter compte tenu des exigences actuelles au niveau du marché des produits de laboratoire qui font qu'on trouve des produits avec un degré de pureté très élevé. Mais il est souhaitable de faire toujours une analyse en blanc pour corriger toute contamination éventuelle.

IV.4.3. Résultats et interprétations

Les analyses panoramiques semi-quantitatives ont été réalisées par ICP-AES sur 4 échantillons (7P, 8C1, 10C1 et 11C) et ont permis la recherche de 55 éléments. Les résultats sont présentés dans le tableau en annexe A.3. Outre les éléments valorisés dans les minerais de départ (Co, Cu et Zn), ces résultats mettent en évidence la présence d'autres éléments susceptibles d'être valorisés tels que le Ge, le Ti et le Li. Quant aux analyses chimiques quantitatives effectuées par ICP-AES et par spectrométrie d'absorption atomique, les résultats présentés dans le tableau IV.7 permettent de distinguer trois catégories d'éléments :

- les éléments majeurs : présents à des concentrations supérieures à 0,1% en masse ;
- les éléments mineurs : présents à des concentrations inférieures à 0,1% ;
- les éléments traces et ultra-traces : de l'ordre de 0,01% (100 ppm) à la limite de détection (30 à 50 ppm).

Tableau IV.7. Teneurs moyennes en ETM des échantillons des rejets

N°	Ech.	Teneur en pourcentage										
		Ag	As	Cd	Co	Cu	Fe	Ge	Mn	Pb	U	Zn
1	1P	<0,003	0,003	<0,003	0,548	0,347	1,708	<0,05	0,716	0,015	<0,05	0,266
2	2P		0,265		0,127	0,989	0,654		0,005	0,019		
3	3P		0,262		0,125	1,855	0,729		<0,003	0,006		
4	4P		0,932		0,265	1,209	0,410		<0,003	0,006		
5	5P		0,091		2,425	1,669	0,160		0,003	0,022		
6	6P		0,412		4,417	22,30	0,192		0,020	0,056		
7	7P		0,337		0,146	18,29	0,143		0,101	0,164		2,957
8	8C1		0,119	0,024	0,011	0,615	5,669	0,136	0,092	0,142	<0,05	4,248
9	8C2		0,122	0,022	0,013	0,300	6,494	0,142	0,097	0,097		3,477
10	9C		0,005	<0,003	<0,003	0,825	0,725	1,561	0,040	0,003		0,013
11	10C1		0,011			0,240	1,209	0,010	<0,003	0,003		
12	10C2		0,013			0,385	1,462	0,012		0,003		
13	10C3		0,008			0,333	1,287	0,009		0,003		
14	10C4		0,035			5,580	1,734	0,960		0,006		
15	11C		1,104			0,101	1,326	0,050		0,004		
16	12C		0,009	0,526	1,622	4,506	0,049	0,003		0,014		
17	13H		0,011	0,431	0,627	6,245	0,022	0,019	0,010			

Du point de vue fiabilité et précision, l'avantage d'avoir réalisé certaines analyses dans plusieurs laboratoires (Université de Liège, Institut National Polytechnique de Lorraine, Université de Lubumbashi et laboratoires privés du Katanga) nous a permis d'établir une comparaison entre différents résultats. L'erreur sur une analyse est restée cependant difficile à déterminer en raison du nombre élevé d'étapes analytiques, allant du prélèvement de l'échantillon au dosage en passant par plusieurs étapes de traitement. Toutefois, des erreurs de quelques dixièmes de pour-cent ont été considérées comme inacceptables pour les éléments majeurs, quelques centièmes de pour-cent pour les mineurs et des dizaines de ppm pour les traces et ultra-traces. Les tableaux IV.8 et IV.9 sont quelques exemples retenus pour montrer l'appréciation de la marge d'erreur à partir de la reproductibilité des résultats analytiques.

Tableau IV.8. Estimation de la marge d'erreur sur analyse chimique (Cas du Cd, Pb et Zn)

Echantillon	Composition en pourcentage, moyenne et écart moyen											
	Pb tab1	Pb tab2	Moy	Ecart	Cd tab1	Cd tab2	Moy	Ecart	Zn tab1	Zn tab2	Moy	Ecart
1P	0,015	0,018	0,0165	0,0015	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,266	0,205	0,2355	0,0305
2P	0,005	0,004	0,0045	0,0005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,019	0,003	0,011	0,008
3P	<0,003	0,002	<0,0025	0,0005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,006	0,002	0,004	0,002
4P	<0,003	0,003	<0,0030	0	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,006	0,004	0,005	0,001
5P	0,003	0,004	0,0035	0,0005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,022	0,016	0,019	0,003
6P	0,020	0,010	0,0150	0,005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,056	0,028	0,042	0,014
7P	0,164	0,170	0,1670	0,003	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	2,957	2,322	2,640	0,3175
8C1	0,142	0,135	0,1385	0,0035	0,024	0,019	0,0215	0,0025	4,248	2,418	3,333	0,915
8C2	0,097	0,095	0,0960	0,001	0,022	0,017	0,0195	0,0025	3,477	2,153	2,815	0,662
9C	0,003	0,003	0,0030	0	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,013	0,010	0,0115	0,0015
10C1	<0,003	0,001	<0,0020	0,001	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,003	0,002	0,0025	0,0005
10C2	<0,003	<0,001	<0,0020	0,001	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,003	0,002	0,0025	0,0005
10C3	<0,003	<0,001	<0,0020	0,001	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,003	0,001	0,002	0,001
10C4	<0,003		<0,0030	0	<0,003		<0,003	0	0,006		0,006	0
11C	<0,003	0,002	<0,0025	0,0005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,004	0,002	0,003	0,001
12C	0,003	0,002	0,0025	0,0005	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,014	0,008	0,011	0,003
13H	0,019	0,001	0,0100	0,009	<0,003	0,000	<0,0015	0,0015	0,010	0,005	0,0075	0,0025

L'As n'a pas été suivi compte tenu des aberrations et de la non reproductibilité constatées dans les résultats. Ces difficultés seraient attribuables aux méthodes utilisées de mise en solution par voie sèche susceptibles de provoquer des pertes par volatilisation. En effet, l'As, le Hg et le Se, plus que les autres éléments volatils sont très sensibles compte tenu de leur faible température d'ébullition.

Tableau IV.9. Estimation de la marge d'erreur sur le taux d'extraction (Cas de Co, Cu et Zn)

N°	Echant	Réactif	Taux d'extraction et écart moyen											
			Co1	Co2	Moy	E.M.	Cu1	Cu2	Moy	E.M.	Zn1	Zn2	Moy	E.M.
1	1P	H ₂ O	0,04	0,10	0,07	0,03	0,27	0,15	0,21	0,06	0,18	0,07	0,13	0,05
2	6P	H ₂ O	0,02	0,06	0,04	0,02	0,04	0,04	0,04	0	0,07	0,04	0,06	0,01
3	7P	H ₂ O	0,04	0,13	0,09	0,05	0,06	0,02	0,04	0,02	0,04	0,04	0,04	0
4	11C	H ₂ O	0,04	0,03	0,04	0	0,25	0	0,13	0,13	0,13	0,05	0,09	0,04

Les résultats présentés au tableau IV.7 ont suggéré le suivi des éléments Co, Cu, Mn, Pb et Zn compte tenu de leur présence dans la majorité d'échantillons. Le Co, Cu, Mn et Zn sont présents dans presque tous les échantillons à un seuil de détection de 30 ppm. L'As et le Cd, présents dans les échantillons 8C1 et 8C2, non suivi dans cette étude, mériteraient bien de l'être dans les prochaines études. La perte au feu (PAF), le gain au feu (GAF) ainsi que la composition en éléments majeurs de la gangue sont présentés dans le tableau IV.10.

Tableau IV.10. Résultats des pertes au feu et analyses effectuées par ICP

Echantillon	Composition en pourcentage								
	PAF	GAF	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂
1P	0,14	-	0,07	1,00	26,76	6,79	7,08	3,41	41,59
2P	0,07	-	0,06	0,79	25,30	6,84	6,17	1,81	47,16
3P	0,17	-	0,07	1,25	22,74	6,37	7,22	1,55	49,35
4P	0,17	-	0,06	1,23	25,99	10,45	6,65	1,96	43,39
5P	-	0,09	0,05	0,74	27,36	8,22	6,77	3,49	52,54
6P	-	2,21	0,09	0,59	13,17	4,34	4,88	31,16	44,57
7P	-	2,42	0,16	1,32	12,62	6,86	7,42	25,79	47,21
8C1	21,69	-	0,58	2,02	16,19	12,26	7,49	8,01	49,72
8C2	21,61	-	0,75	2,27	14,88	11,63	8,96	9,44	46,81
9C	4,43	-	0,03	1,01	0,43	5,76	6,04	3,22	78,28
10C1	2,42	-	0,42	10,63	0,40	1,59	14,05	2,66	69,41
10C2	1,58	-	0,27	9,95	0,33	1,36	13,52	2,85	69,27
10C3	2,12	-	0,29	10,48	0,20	1,55	14,77	2,51	72,42
10C4	Fusion de l'échantillon								
11C	1,88	-	0,06	0,94	0,08	1,44	3,13	2,64	80,86
12C	4,41	-	0,04	0,65	1,10	3,12	2,74	6,33	77,09
13H	13,99	-	0,09	0,64	4,04	8,25	6,89	9,19	72,93

Tableau IV.11. Résultats des analyses effectuées par ICP sur l'échantillon initial

Echantillon	Composition en pourcentage								
	PAF	GAF	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂
10C4	-	-	0,28	7,74	0,30	1,24	11,83	3,29	57,60

La PAF correspond à la perte de poids due à la destruction de la matière organique, des sulfures ainsi que du carbone se trouvant sous forme minérale. Le GAF proviendrait de l'oxydation de certains ETM comme le Fe, Mn, etc.

L'analyse du CO₂ permet d'évaluer la teneur en carbonates et donne une indication sur la nature de la gangue. Celle du soufre donne une indication sur la nature du minerai (oxydé ou sulfuré). Les deux analyses peuvent permettre d'évaluer le caractère acidogène du rejet (cfr le point V.7 du chapitre V). Le tableau IV.12 donne les teneurs en CO₂ et soufre total des échantillons analysés.

Tableau IV.12. Teneurs en CO₂ et en S total des échantillons des rejets

Echantillon	Teneur en pourcentage	
	CO ₂ total	S total
1P	0,59	0,19
2P	0,25	0,07
3P	1,28	0,10
4P	0,50	0,04
5P	0,14	0,03
6P	1,95	0,10
7P	0,07	0,20
8C1	19,81	3,18
8C2	17,73	3,33
9C	1,03	0,04
10C1	0,34	0,31
10C2	0,14	0,18
10C3	0,58	0,13
10C4	1,24	2,25
11C	0,20	0,03
12C	2,11	0,06
13H	0,90	2,75

Les résultats du tableau IV.12 confirment les données recueillies auprès des entreprises et relatives à la nature de minerais ayant générés les rejets. Les valeurs élevées des teneurs en CO₂ (échantillons 8C1 et 8C2) indiquent une gangue dolomitique et les valeurs faibles (échantillons 10C1 à 10C4) se rapportent à une gangue constituée de shales gréseux et de grès. Les valeurs élevées en S (échantillons 8C1 et 8C2) indiquent que le rejet est sulfuré, tandis que les valeurs relativement moins élevées (échantillons 10C1 à 10C4) se rapportent au rejet d'un minerai mixte. La valeur élevée en S de l'échantillon 13H serait attribuable à l'acide sulfurique utilisé à la lixiviation. Au regard de ces résultats, seuls les échantillons 8C1 et 8C2 sont susceptibles de présenter des risques de drainage minier acide (DMA) traité au chapitre suivant.

IV.5. Caractérisation par diffraction des rayons X

IV.5.1. But

L'analyse chimique élémentaire donne la composition chimique totale sans renseigner sur la minéralogie. Ceci ne suffit pas à caractériser un échantillon de rejet solide. L'analyse minéralogique a donc été réalisée dans le but de déterminer les phases minéralogiques présentes dans les échantillons. Cette analyse peut permettre d'identifier les phases majeures de la gangue et celles porteuses des éléments suivis.

IV.5.2. Matériel

L'identification des phases minérales cristallisées a été réalisée par diffraction des rayons X (DR-X) sur poudres désorientées à l'aide d'un diffractomètre Bruker modèle D8 opérant par réflexion sous incidence K α 1 du cobalt et muni d'un détecteur à scintillation. La préparation a été faite sous forme de poudre désorientée afin de diminuer les

phénomènes d'orientation préférentielle. Ce type de préparation favorise l'interaction entre le faisceau incident et un plus grand nombre de cristallites, ce qui permet de mieux rendre compte de toutes les phases présentes dans l'échantillon.

IV.5.3. Résultats et interprétations

Tous les diffractogrammes sont présentés en annexe A.4 et les principales observations sont résumées dans le tableau IV.13.

On constate que les diffractogrammes relatifs aux rejets de concentration et au résidu d'hydrométallurgie montrent les principaux minéraux constituant la gangue des minerais traités ainsi que les minéraux à valoriser restant dans les rejets.

A l'exception des échantillons 5P et 6P, les RP se caractérisent par des diffractogrammes qui montrent la présence exclusive de phases amorphes pas ou très peu cristallisées, par conséquent non identifiables par diffraction des rayons X. Ceci serait dû au refroidissement rapide que subissent ces rejets au cours de la granulation par jet d'eau. Les échantillons 5P et 6P, constitués de scories non granulées, ont mis en évidence la présence d'une phase cristallisée : l'augite.

L'augite est un minéral de la famille des pyroxènes. C'est un clinopyroxène ferromagnésien et calcique de formule brute $((\text{Si,Al})_2\text{O}_6)(\text{Ca,Mg,Fe,Ti,Al})_2$. On rencontre l'augite dans des roches magmatiques ou métamorphiques. Deux hypothèses peuvent expliquer la présence de l'augite dans les échantillons 5P et 6P. La première hypothèse est celle d'un refroidissement lent du minéral formé au cours de la fusion. La seconde est celle d'une fusion incomplète de la charge laissant des grains solides qui sont ensuite entraînés dans la scorie (figure IV.14). La seconde hypothèse tient au fait que le copperbelt congolais présente à certains endroits des affleurements des roches volcano-sédimentaires dans le Mwanshya.

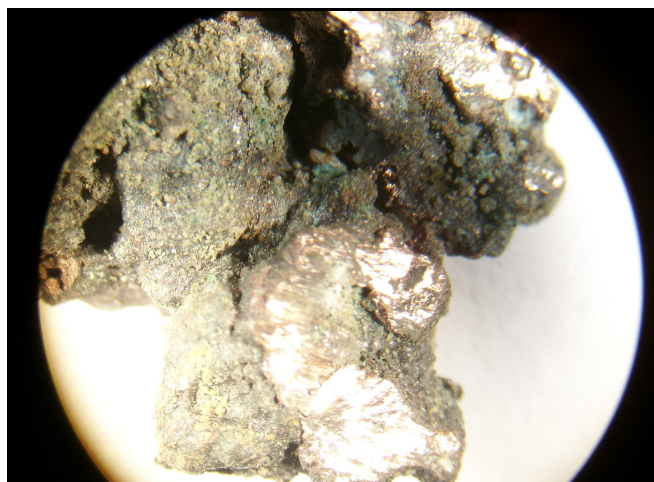


Figure IV.14. Vue au microscope optique des phases minérales non fondues dans certains RP

Tableau IV.13. Phases minérales mises en évidence par diffraction des rayons X

N°	Echantillons	Phases mises en évidence par DRX
1	1P	Phases amorphes
2	2P	Phases amorphes
3	3P	Phases amorphes
4	4P	Phases amorphes
5	5P	Augite, phases amorphes
6	6P	Augite, phases amorphes
7	7P	Phases amorphes
8	8C1	Dolomite, quartz, muscovite, clinochlore, pyrite, calcite, ilménite, sphalérite, malachite, gypse
9	8C2	Dolomite, quartz, hématite, pyrite, muscovite, clinochlore, sphalérite, calcite, ilménite
10	9C	Quartz, dolomite, muscovite, clinochlore, talc
11	10C1	Quartz, microcline, muscovite, clinochlore
12	10C2	Quartz, microcline, biotite, calcite
13	10C3	Quartz, microcline, muscovite
14	10C4	Quartz, microcline, chalcantithe, muscovite, gypse
15	11C	Quartz, muscovite
16	12C	Quartz, dolomite
17	13H	Quartz, gypse, clinochlore, talc, muscovite

Les résultats du tableau IV.13 montrent que les rejets 8C1 et 8C2 proviennent d'un minerai à gangue dolomitique tandis que les rejets 9C à 12C proviennent d'un minerai à gangue siliceuse. Le quartz est le principal minéral observé. La muscovite, observée dans presque tous les échantillons est un silicate hydroxylé d'aluminium et de potassium. Elle est rencontrée souvent dans les roches plutoniques et métamorphiques. On peut également la rencontrer comme minéral secondaire dans les roches altérées. Le microcline, principal minéral à côté du quartz observé dans les échantillons de la série 10C est un feldspath potassique dimorphe de l'orthose de formule $KAlSi_3O_8$. Il est très répandu comme constituant des roches plutoniques. Il est également présent dans certaines roches métamorphiques. La présence de pyrite uniquement dans les échantillons 8C1 et 8C2 provenant des bassins à rejets du site de Kipushi justifie les réserves au sujet de l'existence des risques de drainage minier acide et justifie la nécessité d'évaluer ces risques sur le site de Kipushi.

IV.6. Caractérisation au Microscope Electronique à Balayage

IV.6.1. But

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été réalisée dans le but de caractériser les échantillons des rejets du point de vue chimique et minéralogique en les explorant à une échelle beaucoup plus réduite (de 1 à 30 μm). Cette caractérisation a l'avantage de mettre en évidence la variabilité et la composition chimique des différents grains, leur forme, leur état de surface et de libération ainsi que les types d'associations de grains susceptibles d'être rencontrés dans chaque échantillon. Ces éléments peuvent aider à la compréhension et à l'interprétation des résultats des différents tests d'évaluation environnementale et éventuellement à la proposition de méthodes de valorisation.

IV.6.2. Principe et matériel

Le principe du Microscope Electronique à Balayage (MEB) consiste en un faisceau d'électrons balayant, point par point, la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des signaux. Ces signaux (électrons rétrodiffusés et électrons secondaires) (fig. IV.15) sont analysés par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. Les électrons secondaires sont des électrons arrachés par ionisation. Les électrons rétrodiffusés sont accélérés dans la colonne, ils pénètrent dans l'échantillon avant de revenir en surface. Les électrons Auger sont des électrons émis lors de la désexcitation d'un atome. Leur faible énergie est caractéristique de l'élément émetteur. Sont aussi utilisés, les rayonnements X pour les microanalyses de la composition chimique de la surface.

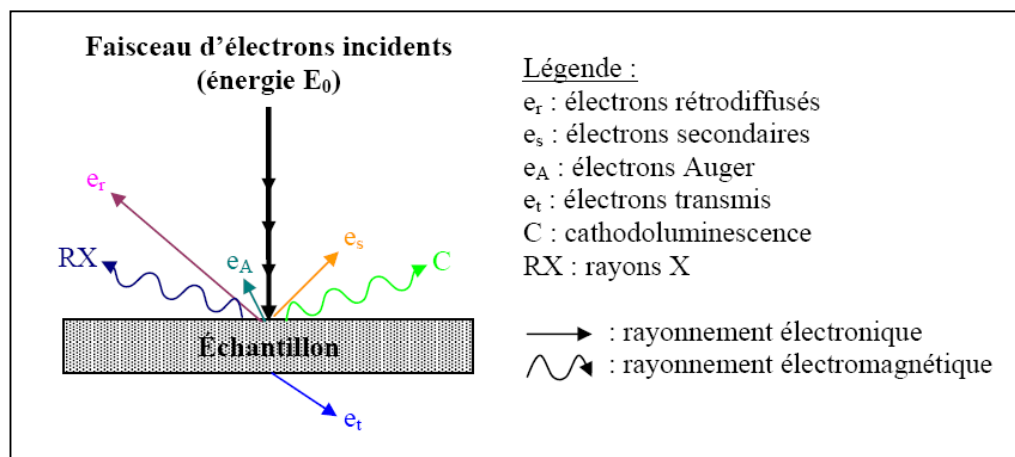


Figure IV.15. Interaction faisceau d'électron et surface de l'échantillon en MEB
 (source : MERMILLOD-BLONDIN, 2003)

Les images électroniques, les images d'émission X et les comptages d'émission ont été réalisés à l'aide d'un ensemble HITACHI S-2500 équipé d'un spectromètre (Si-Li) Super-Quantum Delta discriminant en énergie et d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés K.E. Development.

Il convient également de signaler, du point de vue de la préparation, que l'échantillon a été déposé sur un support adhésif graphité double face et que la surface a été rendue conductrice par vaporisation de carbone. Seuls les échantillons 7P, 8C1 et 13H ont été soumis à cette analyse. Le choix a été fait de manière à avoir des échantillons de nature différente susceptibles d'être étudiés systématiquement.

IV.6.3. Résultats et interprétations

Les grains de l'échantillon 7P se présentent sous forme des granulés arrondis ou allongés d'aspect vitreux, non poreux avec un état de surface lisse (fig. IV.16 et IV.17). L'absence des pores implique une faible surface spécifique qui entraîne d'une part une faible lixivabilité et d'autre part un nombre limité des sites d'adsorption. Il en découle aussi une stabilité dimensionnelle très favorable à la mise en œuvre des essais de percolixiviation. Il en serait de même pour les autres échantillons de pyrométallurgie.

L'analyse chimique moyenne de la plage de la photo de la figure IV.16 illustrée par le spectre de la figure IV.18 montre par ordre d'importance la présence des éléments : Si, Fe, Al, Ca, Mg, Zn, Na, Cu et S. Les teneurs en Zn et Cu sont respectivement de 2,22% et 0,37%. La gangue serait essentiellement constituée de quartz, de minéraux alumino-silicatés (argiles), d'oxydes de fer, de calcium et de magnésium. L'agrandissement (X60 et X100) de deux zones de cette plage (figure IV.17) confirme cette composition comme le montre le spectre de la figure IV.19. L'annexe A.5 montre les photos (figure A.5.1) et le spectre (figure A.5.2) d'une autre plage du même échantillon.

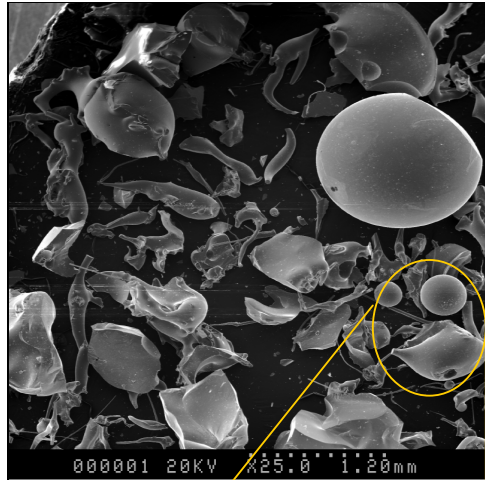


Figure IV.16.a. Photo obtenue en électrons secondaires d'une plage de l'échantillon 7P

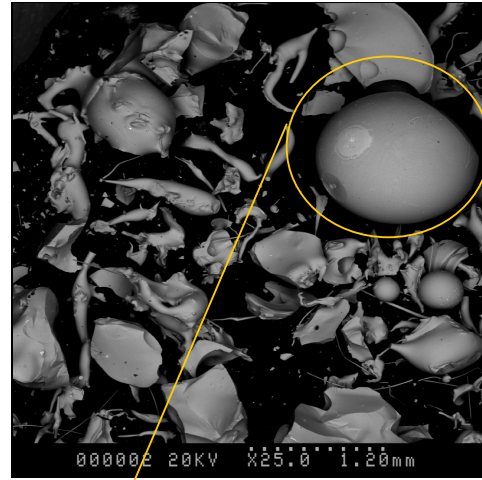


Figure IV.16.b. Photo obtenue en électrons rétrodiffusés d'une plage de l'échantillon 7P

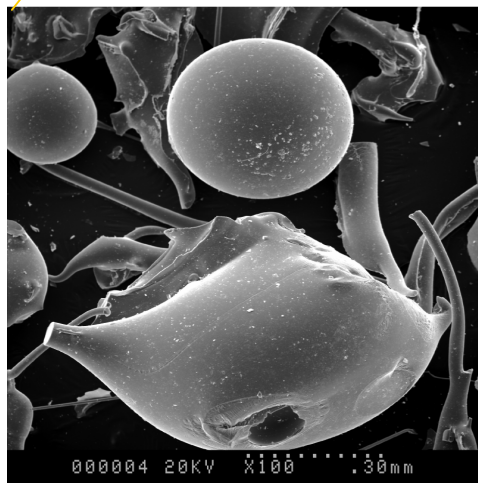


Figure IV.17.a. Agrandissement X100 (image en électrons secondaires)

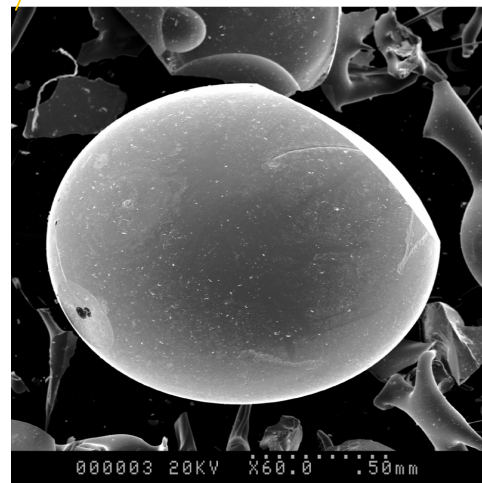
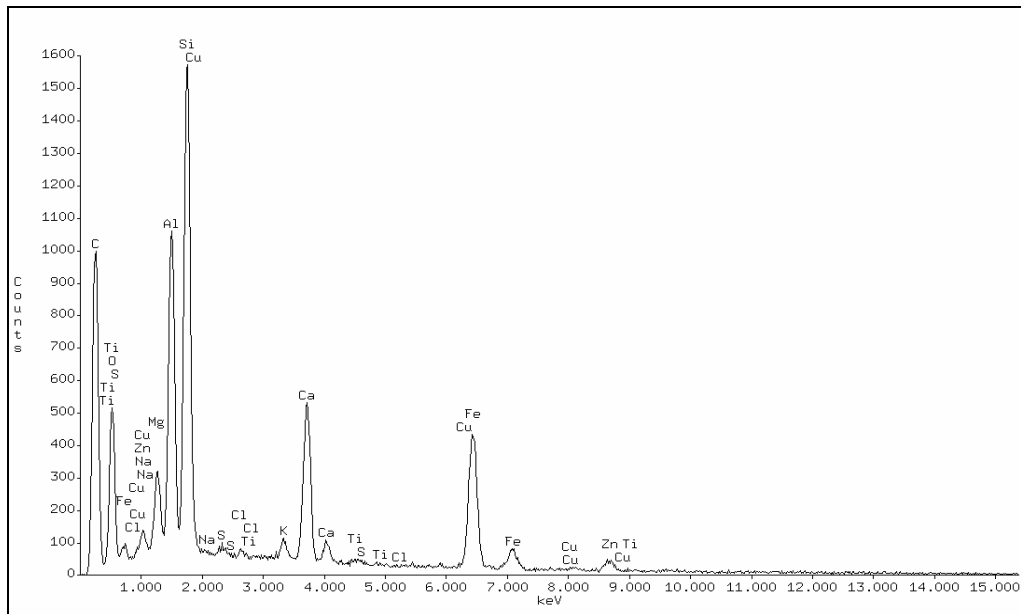


Figure IV.17.b. Agrandissement X60 (image en électrons secondaires)

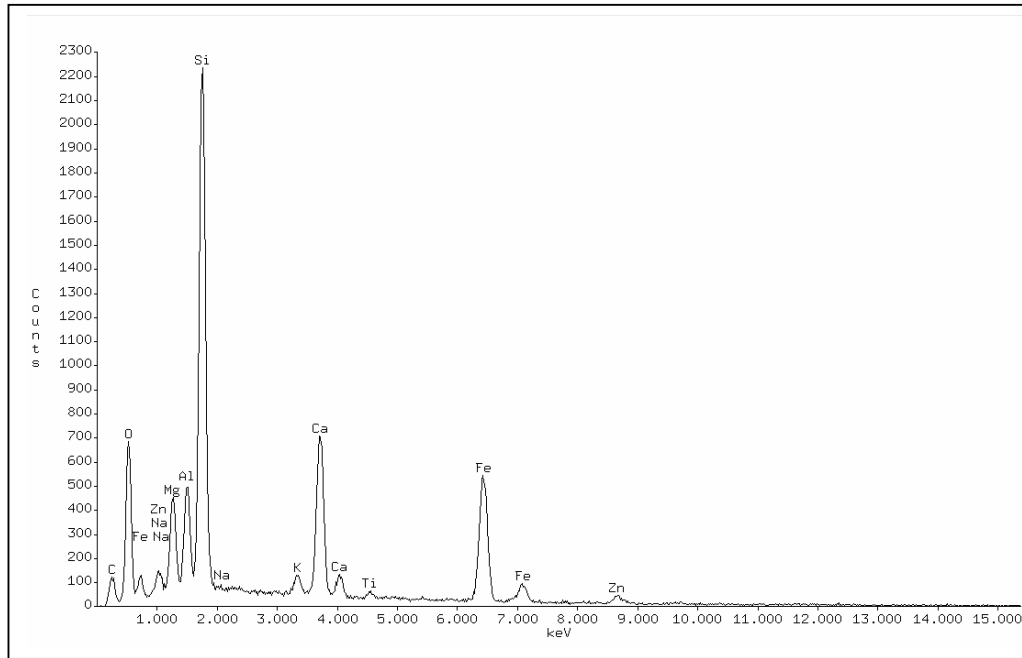


PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=23.68 deg
 Number of Iterations = 6

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0141	2.898	3.85	4.09	+/- 0.19		MgO	6.79	1.519
Al-K	0.0511	2.313	10.00	11.81	+/- 0.22		Al2O3	22.32	3.948
Si-K	0.0820	2.100	14.00	17.23	+/- 0.20		SiO2	36.85	5.531
K -K	0.0046	1.265	0.34	0.58	+/- 0.04		K2O	0.70	0.135
Ca-K	0.0539	1.181	3.63	6.37	+/- 0.11		CaO	8.92	1.434
Fe-K	0.1155	1.182	5.58	13.65	+/- 0.25		Fe2O3	19.52	2.205
Zn-K	0.0178	1.243	0.77	2.22	+/- 0.28		ZnO	2.76	0.306
Cu-K	0.0030	1.248	0.13	0.37	+/- 0.11		CuO	0.47	0.053
Na-K	0.0014	4.361	0.62	0.63	+/- 0.20		Na2O	0.84	0.246
S -K	0.0014	1.733	0.18	0.25	+/- 0.04		SO3	0.61	0.069
Cl-K	0.0014	1.551	0.14	0.21	+/- 0.03		Cl	0.21	0.054
O -K	---	4.208	60.76	42.58 S	---		---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	15.499

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
 Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure IV.18. Spectre et composition chimique de la plage de la figure IV.16



PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
 Number of Iterations = 6

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0184	3.072	5.35	5.65	+/- 0.18		MgO	9.36	2.111
Al-K	0.0187	2.495	3.97	4.65	+/- 0.18		Al ₂ O ₃	8.79	1.567
Si-K	0.1044	1.993	17.05	20.80	+/- 0.18		SiO ₂	44.50	6.730
K -K	0.0066	1.265	0.49	0.83	+/- 0.07		K ₂ O	1.00	0.194
Ca-K	0.0655	1.184	4.45	7.75	+/- 0.11		CaO	10.85	1.758
Ti-K	0.0022	1.250	0.13	0.28	+/- 0.04		TiO ₂	0.46	0.053
Fe-K	0.1280	1.188	6.27	15.20	+/- 0.23		Fe ₂ O ₃	21.74	2.474
Zn-K	0.0138	1.247	0.61	1.72	+/- 0.14		ZnO	2.14	0.239
Na-K	0.0018	4.659	0.85	0.85	+/- 0.18		Na ₂ O	1.15	0.337
O -K	---	4.593	60.82	42.26 S	---	---	---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	15.462

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
 Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure IV.19. Spectre et composition chimique de la plage de la figure IV.17.a.

En ce qui concerne l'échantillon 8C1, la figure IV.20 montre que peu de minéraux porteurs de Cu et Zn sont totalement libérés. La plage étudiée est constituée de particules dont la taille est comprise entre 1 et 30 μm . L'analyse chimique moyenne de cette plage illustrée par le spectre de la figure IV.22 montre par ordre d'importance la présence des éléments : Si, Ca, Mg, Fe, S, Al, Zn, Na et Cu. La teneur en Zn et Cu est respectivement de 2,45% et 0,76%. La gangue semble être constituée principalement de quartz, de carbonates de type dolomite, de sulfures type pyrite et de minéraux alumino-silicatés (argiles). L'analyse détaillée des grains de la figure IV.20.b conduit aux observations suivantes :

- ✚ Grain 1 : Gangue constituée essentiellement de quartz (spectre en annexe A.5 sur la figure A.5.3)
- ✚ Grain 2 : Minéral porteur de Zn et gangue essentiellement constituée de pyrite, dolomite, quartz et silicates (figure IV.21.a). Le spectre correspondant à cette photo est en annexe A.5 sur la figure A.5.4.
- ✚ Grain 3 : Minéraux porteurs de Zn, Cu et gangue essentiellement constituée de pyrite, quartz et dolomite (figure IV.21.b). Le spectre correspondant à cette photo est en annexe A.5 sur la figure A.5.5.
- ✚ Grain 4 : Gangue constituée essentiellement de carbonate de type dolomite avec un peu de quartz (figure IV.23.a).

L'analyse d'une deuxième plage du même échantillon (figure IV.23.b) confirme la présence de gangue constituée de dolomite, quartz, argiles et montre des traces de pyrite. Le spectre correspondant à cette photo est en annexe A.5 sur la figure A.5.6.

Tableau IV.14. Analyse détaillée des grains de la plage de la figure IV.20.b.

Eléments (%)	Grains				
	1	2	3		4
			1	2	
Al	0,17	2,86	0,23	8,41	1,12
Ca	0,03	3,67	-	2,18	31,32
Cu	-	-	0,85	1,90	-
Fe	0,22	14	33,50	16,50	1,96
K	-	0,71	-	2,44	-
Mg	-	4,06	0,87	5,68	28,23
Na	-	0,84	-	-	-
O	53,21	47,48	21,11	41,88	35,29
S	0,34	16,06	41,15	2,43	-
Si	46,02	8,69	0,95	15,13	2,08
Ti	-	-	-	-	-
Zn	-	1,65	1,34	3,44	-
Total	100	100	100	100	100

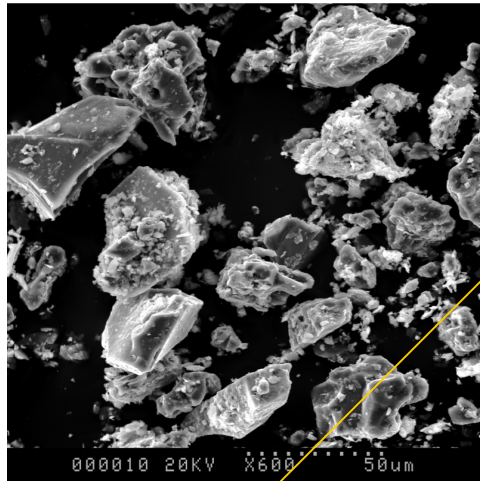


Figure IV.20.a. Photo obtenue en électrons secondaires d'une plage de l'échantillon 8C1

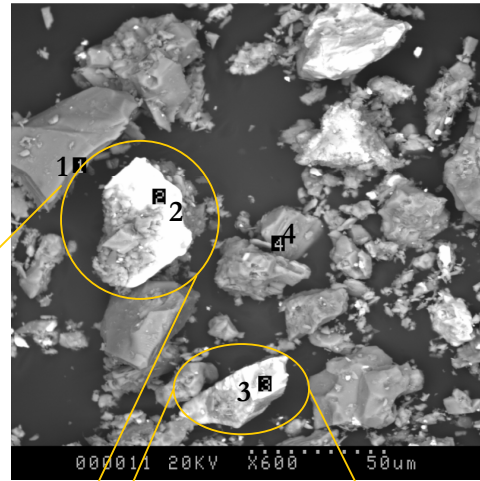


Figure IV.20.b. Photo obtenue en électrons rétro diffusés d'une plage de l'échantillon 8C1

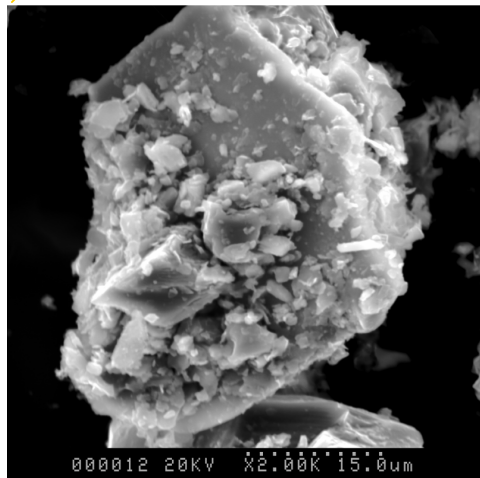


Figure IV.21.a. Agrandissement du grain 2 de la figure IV.20.b.

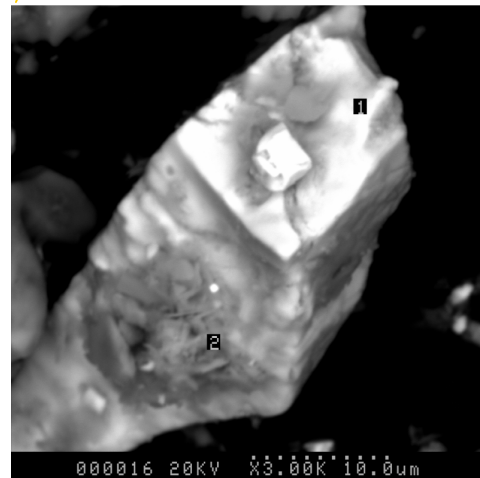
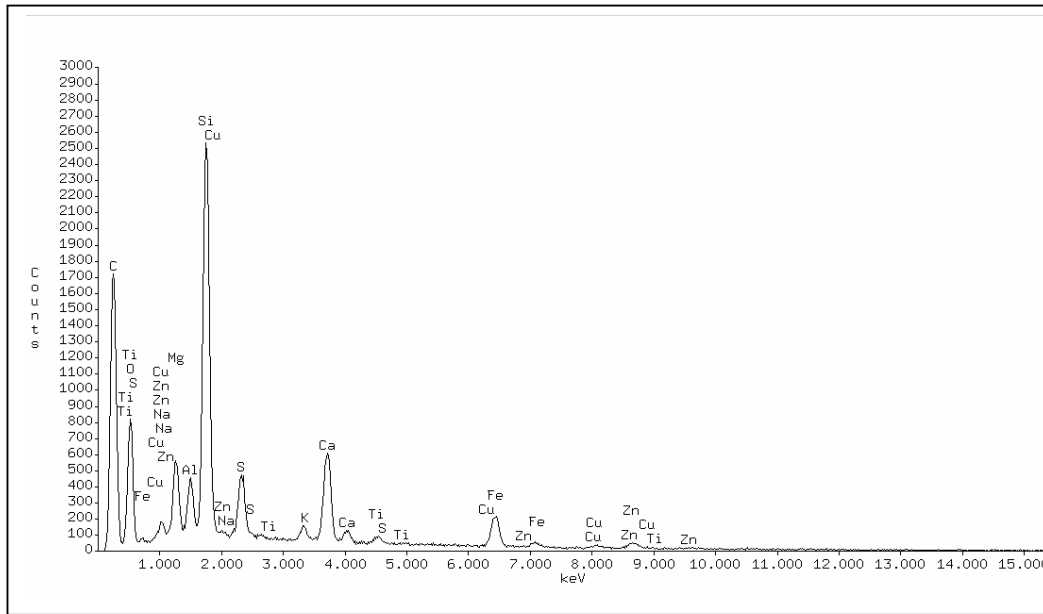


Figure IV.21.b. Agrandissement du grain 3 de la figure IV.20.b.



PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
 Number of Iterations = 6

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element	Wt %	Err. (1-Sigma)	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0221	2.783	5.54	6.16	+/- 0.09	MgO	10.21	2.115	
Al-K	0.0142	2.333	2.68	3.31	+/- 0.07	Al2O3	6.25	1.023	
Si-K	0.1202	1.854	17.35	22.28	+/- 0.18	SiO2	47.66	6.622	
K -K	0.0061	1.313	0.45	0.80	+/- 0.09	K2O	0.96	0.171	
Ca-K	0.0555	1.222	3.70	6.79	+/- 0.13	CaO	9.50	1.414	
Ti-K	0.0056	1.284	0.33	0.72	+/- 0.05	TiO2	1.20	0.125	
Fe-K	0.0441	1.205	2.08	5.31	+/- 0.20	Fe2O3	7.60	0.794	
Zn-K	0.0196	1.250	0.82	2.45	+/- 0.30	ZnO	3.05	0.312	
Na-K	0.0020	4.125	0.78	0.81	+/- 0.17	Na2O	1.10	0.296	
S -K	0.0266	1.737	3.15	4.62	+/- 0.11	SO3	11.53	1.202	
Cu-K	0.0061	1.252	0.26	0.76	+/- 0.13	CuO	0.95	0.100	
O -K	---	5.018	62.87	46.00	S	---	---	---	
Total			100.00	100.00			100.00	14.173	

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
 Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure IV.22. Spectre et composition chimique de la plage de la figure IV.20.

Les photos des plages étudiées de l'échantillon 13H sont présentées en annexe A.5 (figure A.5.7 et A.5.8). L'analyse détaillée des grains de la photo de la figure IV.24 conduit aux observations suivantes :

- ✚ Grain 1 : Minéral porteur de Cu et de Co. La teneur en Cu et Co est respectivement de 8,11% et 3,95%. La gangue est constituée de gypse, de quartz et de silicates (clinochlore²¹, talc²², muscovite²³).
- ✚ Grain 2 : Gangue constituée d'un minéral de fer. Spectre en annexe A.5.
- ✚ Grain 3 : Minéral porteur de Cu (25,72%) et de Co (5,16%).
- ✚ Grain 4 : Gangue constituée de fer oxydée et de quartz.
- ✚ Grain 9 : Gangue identique au grain 4
- ✚ Grain 10 : Gangue identique au grain 4.

Tableau IV.15. Analyse détaillée des grains des plages des figures IV.21.a et IV.21.b.

Eléments (%)	Grains					
	1	2	3	4	9	10
Al	3,37	1,40	2,40	0,77	2,73	12,27
Ca	5,74	-	0,38	-	0,32	-
Cl	-	-	-	0,29	0,28	-
Co	3,95	-	5,16	-	-	-
Cu	8,11	-	25,72	-	-	-
Fe	3,35	54,58	2,32	58,6	51,75	0,36
K	0,35	-	-	-	-	-
Mg	5,30	2,98	4,72	2,38	3,58	21,9
Mn	0,35	-	0,46	-	-	-
P		0,40	-	-	-	-
O	45,81	34,47	40,09	33,1	34,89	46,52
S	14,95	0,71	12,08	0,37	1,09	-
Si	8,71	5,46	6,67	4,48	5,37	17,75
Ti	-	-	-	-	-	1,21
Total	100	100	100	100	100	100

²¹ Clinochlore : $(Mg,Fe,Al)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$

²² Talc : $Mg_3Si_4O_{10} \cdot (OH)_2$

²³ Muscovite : $(K,Na)(Al,Mg,Fe)_2(Si_3,Al_{0,9})O_{10}(OH)_2$

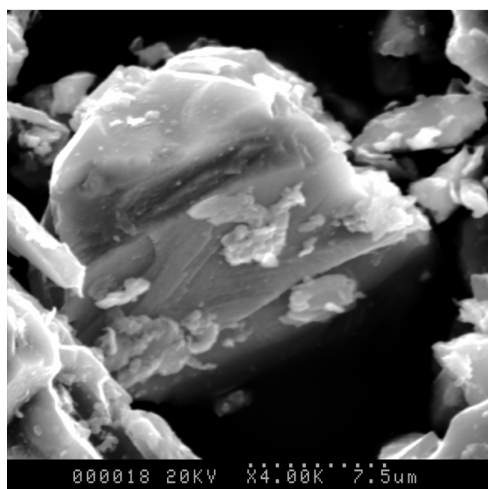


Figure IV.23.a. Zoom du grain 4 de la figure IV.20.b.

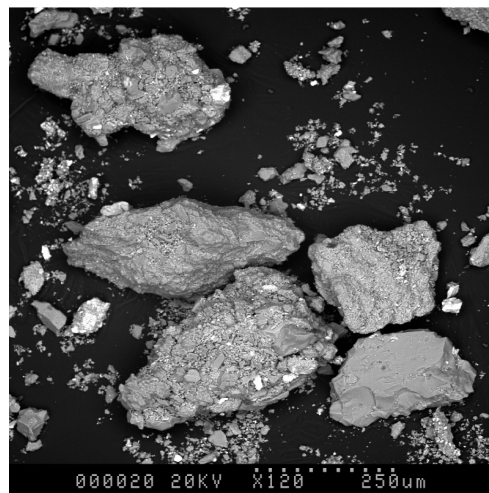


Figure IV.23.b. Zoom sur une autre plage de l'échantillon 8C1



Figure IV.24.a. Photo de la première plage étudiée de l'échantillon 13H

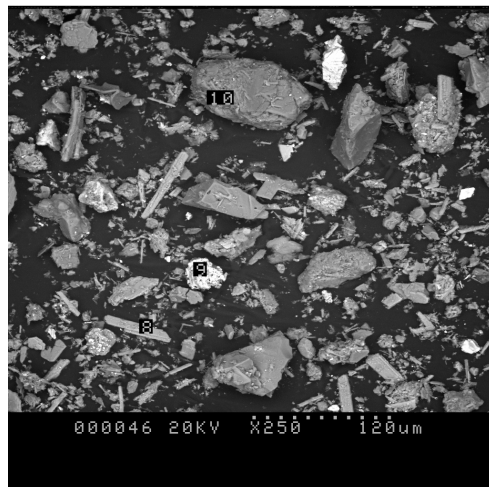
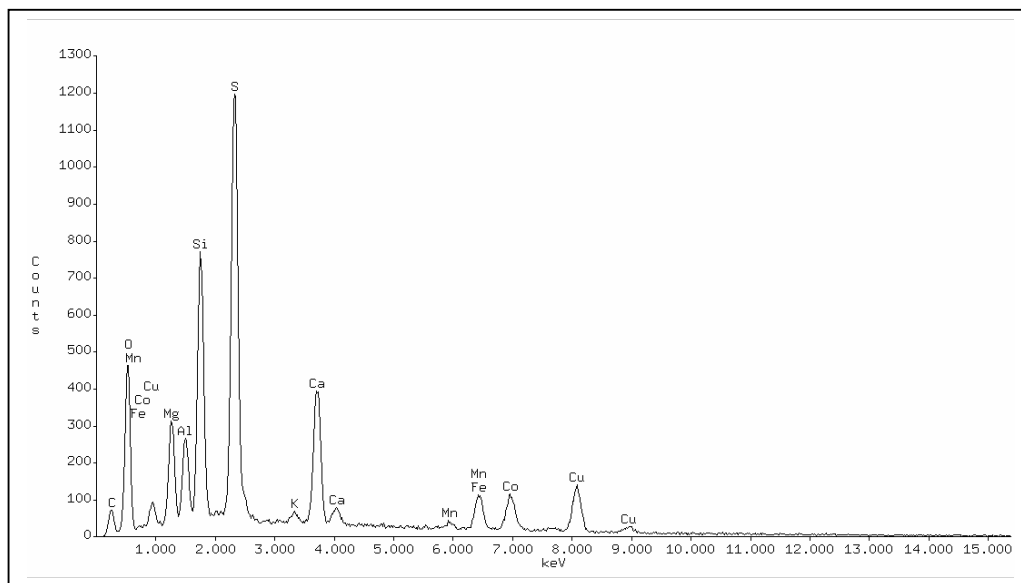


Figure IV.24.b. Photo de la seconde plage étudiée de l'échantillon 13H



PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
 Number of Iterations = 5

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0165	3.209	4.96	5.30	+/-	0.10	MgO	8.79	1.828
Al-K	0.0131	2.571	2.84	3.37	+/-	0.19	Al2O3	6.36	1.046
Si-K	0.0438	1.990	7.06	8.71	+/-	0.15	SiO2	18.64	2.600
S -K	0.0972	1.538	10.61	14.95	+/-	0.14	SO3	37.33	3.908
K -K	0.0026	1.329	0.20	0.35	+/-	0.04	K2O	0.42	0.074
Ca-K	0.0469	1.225	3.26	5.74	+/-	0.12	CaO	8.03	1.201
Mn-K	0.0029	1.204	0.15	0.35	+/-	0.08	MnO	0.46	0.054
Fe-K	0.0285	1.176	1.37	3.35	+/-	0.20	Fe2O3	4.79	0.503
Co-K	0.0333	1.186	1.52	3.95	+/-	0.24	CoO	5.02	0.561
Cu-K	0.0654	1.241	2.90	8.11	+/-	0.36	CuO	10.15	1.070
O -K	---	4.733	65.14	45.81	S	---	---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	12.846

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
 Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure IV.25. Spectre et composition chimique du grain 1 de la figure IV.24

IV.7. Radioactivité

IV.7.1. Introduction

L'exposition aux rayonnements ionisants fait, depuis plusieurs décennies, partie intégrante des risques auxquels les populations et l'environnement en général sont exposés. La gestion des rejets radioactifs, même de faible activité, revêt une importance capitale, tant pour la préservation de la santé que de l'environnement. Face à la complexité du problème, de son caractère très évolutif, de la variété d'appareils et d'unités de mesure, ainsi que des insuffisances relevées dans les obligations légales congolaises sur la question, il nous a semblé opportun de consacrer quelques pages à cette problématique. La spéculation qui sévit sur l'étendue du territoire congolais et particulièrement au Katanga avec menace de fermeture de certaines mines est causée en grande partie par ce caractère radioactif.

Le but poursuivi dans cette section est de caractériser les rejets du point de vue de leur radioactivité, d'identifier les radioisotopes y contenus et d'évaluer le niveau des risques liés à la radioactivité afin de proposer des mesures de protection à observer lors des manipulations au laboratoire ou sur sites.

IV.7.2. Appareillage

La mesure de la radioactivité sur le terrain a été réalisée à l'aide d'un compteur Geiger-Müller RM3 portable. Cet appareil est muni d'un tube très sensible alimenté avec une tension réglable que l'on peut lire par affichage LCD à 4 chiffres. Il mesure les rayonnements en continu avec arrêt automatique après une période choisie (1 à 120 secondes). Il est contrôlé par un microprocesseur et a également la possibilité d'effectuer des mesures répétitives avec un choix du temps de comptage et affichage du nombre d'impulsions (jusqu'à 9.999 impulsions/sec) détectées pendant le temps choisi. Il est muni d'une interface RS232 pour pilotage sur PC et acquisition des données. Il est capable de mémoriser jusqu'à 250 mesures.

Un compteur Geiger Muller (GM) consiste en une cathode cylindrique, sous la forme d'un revêtement en graphite conducteur déposé sur la face interne d'un cylindre, et d'une anode sous la forme d'un fil de tungstène tendu à l'intérieur du cylindre. Le cylindre est rempli d'un mélange de gaz inerte (argon ou néon) et d'un gaz d'amortissement (vapeur de gaz halogène). Pour permettre aux particules ionisantes d'entrer à l'intérieur du détecteur, l'extrémité du tube est munie d'une très fine feuille de mica.

Pour faire fonctionner le détecteur, on applique une différence de potentiel de quelques centaines de volts entre l'anode et la cathode afin d'obtenir un champ électrique radial important au voisinage du fil d'anode. Dans ces conditions, les électrons produits lors de l'ionisation du gaz par une particule de grande énergie sont accélérés en direction du fil et acquièrent une grande vitesse sur une courte distance. Cette vitesse élevée leur permet d'ioniser à leur tour d'autres atomes, et de libérer de nouveaux électrons. Cette multiplication très rapide des charges produit une avalanche d'électrons autour du fil anodique. Le signal électrique ainsi obtenu peut alors être amplifié et enregistré en sortie.



Figure IV.26. Vue du Compteur Geiger Müller RM3

L'identification des radioisotopes a été réalisée au laboratoire du Service Universitaire de Contrôle Physique des Radiations (SUCPR) de l'Université de Liège à l'aide de la chaîne de spectrométrie gamma PM Tube Base/Preamp Model 2007P munie d'un détecteur solide de NaI, ayant une tension de sortie de 760 V et assisté par ordinateur avec le programme Génie 2000. La chaîne de comptage comprend le détecteur et une électronique de comptage. L'avantage de ce matériel est de pouvoir identifier et quantifier les émetteurs de rayon gamma, ce qui n'est pas possible avec les détecteurs ordinaires tel que le Geiger-Müller. L'interaction des photons dans le détecteur génère des impulsions électriques d'amplitude proportionnelle à l'énergie des photons émis par la source : l'ensemble de ces informations se retrouve dans le spectre en énergie dans lequel les informations importantes sont données par les pics d'absorption totale (position = énergie photonique, surface = activité du radionucléide).

A titre comparatif, plusieurs autres mesures ont été réalisées à l'aide du détecteur proportionnel à gaz et du détecteur solide. Le détecteur proportionnel a un faible rendement pour mesurer les rayonnements alpha et convient plus à la détection des rayonnements bêta et gamma à cause de sa fenêtre qui est constituée de mylar²⁴. Le détecteur solide convient uniquement pour le rayonnement gamma et pour le rayonnement électromagnétique X. Les dosimètres ont été également utilisés pour apprécier l'ordre de grandeur des doses susceptibles d'être reçues.

²⁴ Mylar : Nom de marque d'une matière plastique dérivée du xylène et utilisée principalement en film. Le film de Mylar est un diélectrique que l'on emploie dans certains condensateurs et transformateurs, ainsi que dans les microphones. En ruban fin, le Mylar sert comme isolant thermoplastique des fils métalliques en raison de sa bonne cohésion diélectrique, de sa résistance à la tension et aux produits chimiques, de son imperméabilité à l'eau, etc. (<http://www.universalis.fr>).

IV.7.3. Résultat et discussion

Avant d'utiliser un compteur GM, il est indispensable de déterminer son point de fonctionnement. En effet, le taux de comptage dépend de la tension appliquée entre l'anode et la cathode. Si la tension est trop faible, les électrons d'ionisation se recombinent avec les ions et on ne mesure aucun signal électrique. Au delà d'une tension seuil, on observe un signal lié à l'avalanche des électrons d'ionisation sur le fil anodique. Cette tension seuil est fonction du gaz utilisé et du diamètre de l'anode. Au delà de cette tension seuil, de plus en plus de coups sont mesurés. Cependant, sur une plage importante de tensions, ce nombre de coups est quasiment indépendant de la tension appliquée. Il est conseillé de choisir comme point de fonctionnement le milieu du plateau.

Le point de fonctionnement du compteur GM RM3 a été déterminé expérimentalement en utilisant une source à très faible niveau de radioactivité constituée par un écran de télévision. Le résultat (figure IV.27) a montré que le plateau de la tension de sortie est situé entre 400 et 600 V, avec une très faible corrélation pour des temps de comptage inférieurs à 60 secondes. Nous avons donc choisi d'effectuer toutes les mesures à une tension fixe de 500 V. Bien que la longueur du plateau trouvée expérimentalement diffère de celle indiquée par le fournisseur, la tension déterminée reste la tension théorique proposée par le fournisseur.

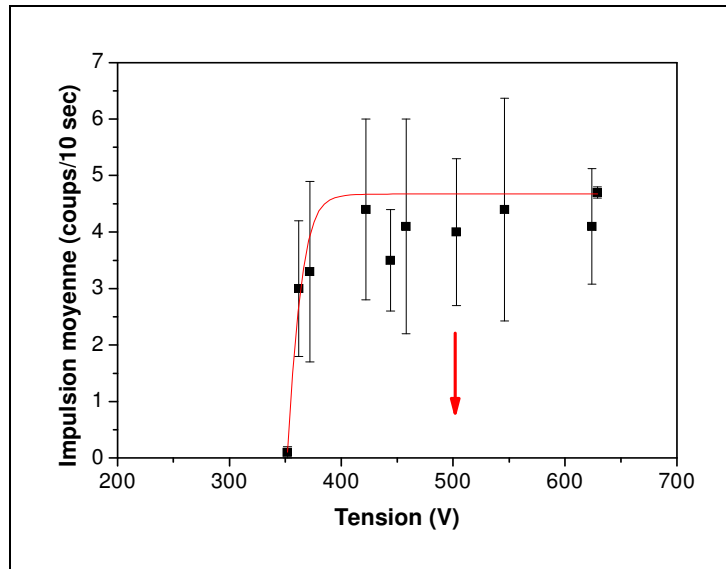


Figure IV.27. Point de fonctionnement expérimental du GM RM3

Les valeurs de la figure IV.27 sont peu groupées à cause du faible temps de comptage (entre 10 et 30 minutes). En effet, la désintégration ou l'émission des rayonnements ionisants sont des phénomènes à la fois spontanés et aléatoires. Si il est possible de prévoir le comportement d'un grand nombre de radioéléments dans le temps (estimation de l'activité), en revanche il est pratiquement impossible de dire exactement à quel moment une émission aura lieu. Cette particularité impose de faire des mesures sur un temps suffisamment long pour réduire le plus possible la marge d'erreur et obtenir un

résultat représentatif. Pour obtenir des valeurs peu dispersées, les laboratoires spécialisés recommandent des temps de comptage allant de 15 heures à 3 jours.

La mesure de la radioactivité à l'aide du GM RM3 a été effectuée en promenant l'appareil tenu à la main sur le bassin à rejet ou autour des terrils à une distance d'environ 1 mètre. Le tableau IV.16 donne les valeurs moyennes obtenues pour quelques sites où les échantillons ont été prélevés.

Tableau IV.16. Activité des échantillons mesurée in situ à l'aide du GM RM3

N°	Echantillons	Sites	Activité (coups/10 secondes)
1	1P	Likasi	8,2
2	2P		17,0
3	4P		9,8
4	5P		14,0
5	6P		10,3
6	13H		8,9
7	7P	Lubumbashi	4,5
8	8C1	Kipushi	4,0
9	8C2		3,8
10	9C		-

Le bassin à rejets correspondant à l'échantillon 9C est encore sous eau. Par conséquent, il n'a pas été possible d'y effectuer des mesures.

On peut remarquer que le compteur GM RM3 détecte des impulsions même en absence de toute source radioactive. Ces impulsions sont dues aux rayonnements environnants d'origine terrestre (radioactivité naturelle du sol), ou extraterrestre (rayons cosmiques). Elles peuvent être aussi l'effet de parasites des circuits électroniques (bruit de fond électronique). L'ensemble de ces impulsions constitue le bruit de fond. Quand on veut mesurer le taux d'impulsions dû au rayonnement d'une source radioactive, il faut retirer les impulsions parasites provoquées par le bruit de fond. Cette correction est d'autant plus nécessaire quand les sources étudiées ont des activités faibles. Un inconvénient majeur du détecteur GM réside dans le fait que le facteur d'amplification est tel que toutes les impulsions sont à la hauteur maximale. Comme conséquence, il n'est pas possible de distinguer les différents types de particules constituant l'émission.

Le bruit de fond moyen mesuré à l'aide du GM RM3 à Lubumbashi et Kipushi est de 3,3 coups par 10 secondes ; il est de 5 coups par 10 secondes à Likasi. Comme on peut le constater, le bruit de fond dépend de chaque site.

Remarquons qu'il est difficile de comparer nos résultats avec les valeurs de radioactivité obtenues auprès des entreprises minières locales ou des services publics en charge du contrôle. En effet, les valeurs publiées et mises à notre disposition sont toutes exprimées en $\mu\text{Sv/h}$. Ces valeurs sont :

- Bruit de fond mesuré dans les villes de Lubumbashi et Likasi : 0,135 à 0,311 $\mu\text{Sv/h}$;

- Activité moyenne mesurée dans les mines : 0,15 à 2 $\mu\text{Sv/h}$ (récemment des pics atteignant 56 $\mu\text{Sv/h}$ ont été observés dans la mine de Luiswishi) ;
- Activité moyenne mesurée sur les concentrés destinés à l'exportation : 0,5 à 1,8 $\mu\text{Sv/h}$. Il importe de signaler qu'à l'exportation, les services de contrôle fonctionnent sur base d'une limite réglementaire de 10 $\mu\text{Sv/h}$.

Etant donné que l'activité mesurée dépend de l'appareil utilisé, de la quantité de matière soumise à l'analyse et du bruit de fond ; les valeurs brutes doivent être corrigées pour rendre comparables, entre elles, les différentes valeurs d'activité. A la chaîne de spectrométrie gamma, les mesures effectuées sur les échantillons au laboratoire ont été corrigées en tenant compte du bruit de fond et de la quantité de chaque échantillon. Les mesures ayant été effectuées sur des quantités différentes, la correction a consisté à ramener les résultats à une même quantité (100 g de matières) et à soustraire le bruit de fond (32,4 coups par seconde). Le tableau IV.17 donne les valeurs obtenues.

Tableau IV.17. Activité mesurée au laboratoire à la chaîne de spectrométrie gamma

N°	Echantillon	Quantité (g)	Activité en coups par seconde		
			Brute	Brute moins BF	Corrigée
1	1P	850	142,58	110,18	12,96
2	2P	840	429,08	396,68	47,22
3	4P	580	113,98	81,58	14,07
4	5P	420	182,30	149,90	35,69
5	6P	460	98,56	66,16	14,38
6	8C2	510	37,85	5,45	1,07
7	9C	410	60,13	27,73	6,76
8	10C1	490	66,14	33,74	6,89
9	11C	640	32,47	0,07	0,01
10	13H	250	60,35	27,95	11,18

Les résultats du tableau IV.17, illustrés sur les figures IV.28 et IV.29, montrent que les échantillons de pyroméallurgie ont une activité comprise entre 12 et 48 coups par seconde pour 100 g de matière. Les rejets de concentration ont une activité relativement faible, comprise entre 0,01 et 7 coups par seconde pour 100 g.

Les rejets pyroméallurgiques récents²⁵ (2P à 6P) présentent une activité relativement supérieure à celle des rejets anciens (1P). En effet, comme on l'a déjà mentionné, à la fin des années 1990, l'exploitation artisanale du cuivre et de l'hétérogénite s'est développée sur le site de Shinkolobwe, considéré comme un gisement particulièrement riche et les minerais extraits ont été vendus dans plusieurs usines pyroméallurgiques de Likasi.

²⁵ Rejets générés à partir des années quatre-vingt dix.

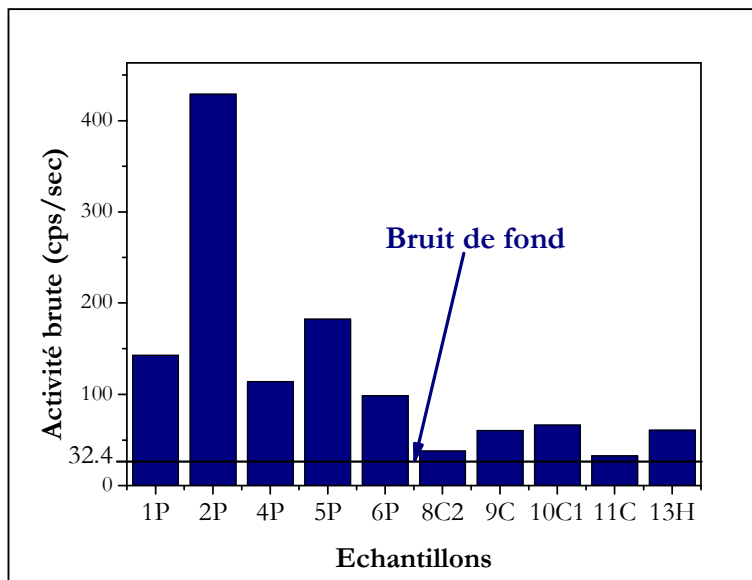


Figure IV.28. Activité brute de différents échantillons mesurée au laboratoire

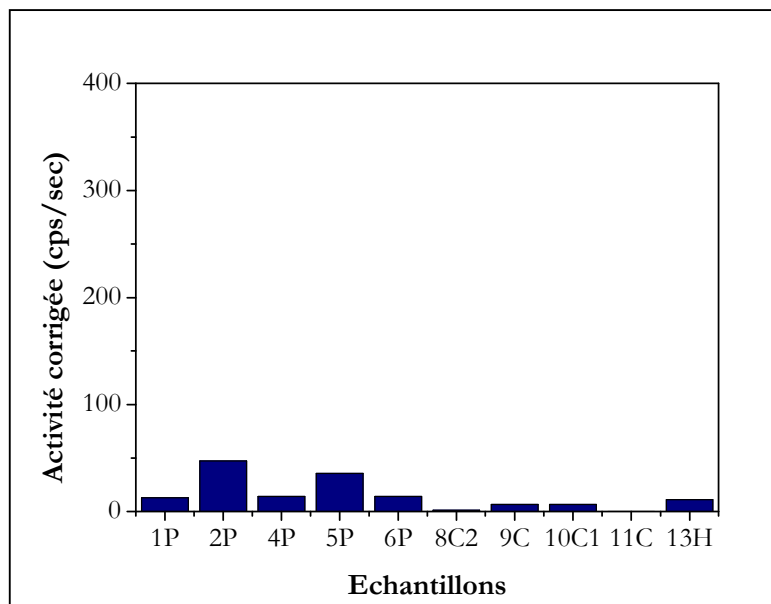


Figure IV.29. Activité corrigée de différents échantillons

Les résultats obtenus au laboratoire confirment les mesures faites sur terrain. En effet, ainsi que le montre la figure IV.30, on observe une corrélation assez bonne entre l'activité mesurée sur le site et l'activité mesurée au laboratoire.

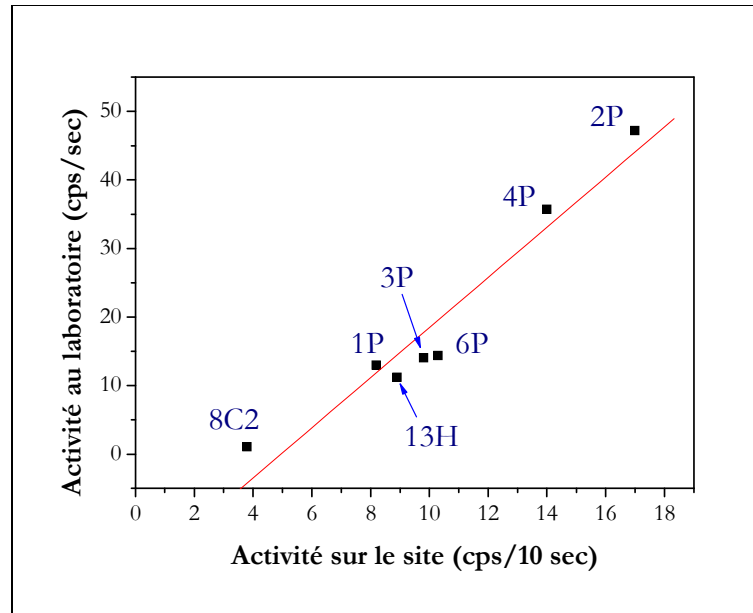


Figure IV.30. Corrélation activité des rejets sur le site et activité au laboratoire

Le spectre obtenu par spectrométrie gamma sur différents échantillons a présenté le même profil (figure IV.31) caractéristique de l'uranium 238.

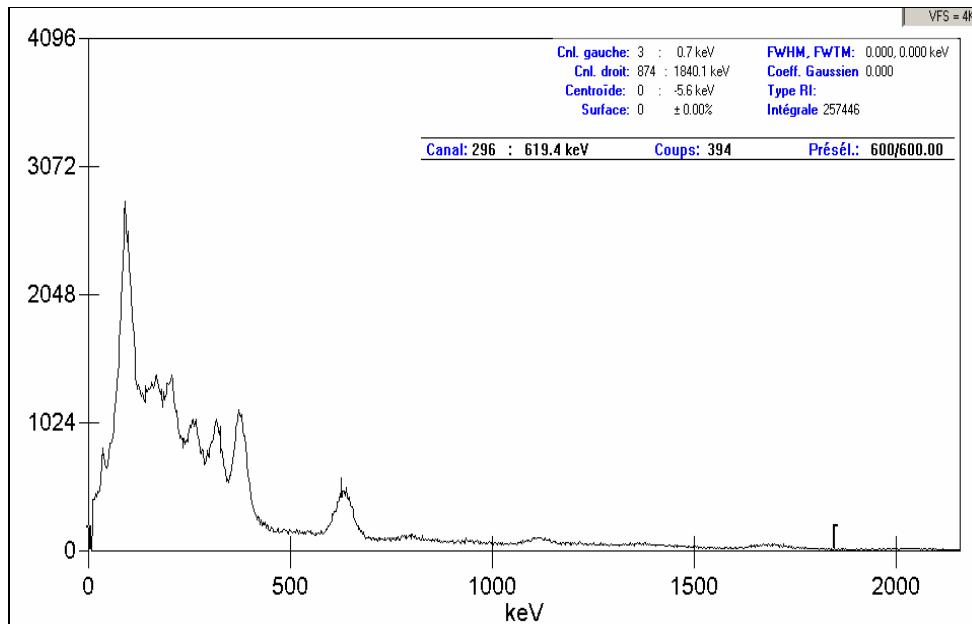


Figure IV.31. Spectre mis en évidence à la spectrométrie gamma

L'uranium est le principal radioélément qui a été exploité au Katanga en vue de la récupération de son isotope 235, seul nucléide naturel qui soit fissile²⁶ ou fissible. Il compte dix-sept isotopes, tous radioactifs, dont trois seulement sont présents à l'état naturel : ²³⁸U ; ²³⁵U et ²³⁴U. Quelles que soient les teneurs, les proportions entre les trois isotopes formant l'uranium naturel sont (presque) exactement les mêmes : ²³⁸U : 99,28% ; ²³⁵U : 0,71% ; ²³⁴U : 0,0054%. La demi-vie de ²³⁸U est de 4,47 milliards d'années. Dans un rejet, l'activité maximale fixée pour l'uranium 238, au niveau européen, est de 1 kBq/kg.

Comparé aux valeurs réglementaires, le taux de radioactivité mesuré sur différents échantillons reste faible et aucun de ces rejets ne devrait être considéré comme radioactif. Toutefois, pour rendre comparables les différentes valeurs, il faudrait les exprimer en une même unité. La conversion des coups par seconde en becquerel dépend du mode de désintégration et de l'efficacité de comptage. Pour l'effectuer, on procède par expérimentation en appliquant une relation linéaire entre les deux unités. L'activité en Bq s'obtient en multipliant les coups par seconde par un coefficient qui tient compte de l'appareil (surface de son détecteur et efficacité de détection), de la géométrie de comptage (géométrie de la source) et du radioisotope en présence. Il faut donc fabriquer un sac « fantôme », utiliser une source radioactive étalon de laboratoire et tracer une courbe expérimentale de correspondance. Ceci n'a pas été réalisé par insuffisance de moyens.

IV.8. Conclusion

La caractérisation physico-chimique et minéralogique a été le but poursuivi dans ce chapitre. Les résultats obtenus peuvent être résumés de la manière suivante :

Du point de vue de la granulométrie, les rejets de concentration sont relativement moins grossiers et se placent entre les rejets de pyrométallurgie (grossiers) et le résidu d'hydrométallurgie (fin). Du point de vue de la répartition, les courbes granulométriques présentent une allure presque identique caractérisée par un étalement le long du profil granulométrique. La mesure du pH des différents échantillons a montré que presque tous les rejets avaient un pH basique, plus élevé pour les rejets de pyrométallurgie que pour les rejets de concentration. Le résidu d'hydrométallurgie, à cause de son pH acide, serait le siège d'une faible adsorption des cations à cause de la charge positive de surface des minéraux à PCN élevé. La basicité élevée des rejets de pyrométallurgie serait attribuable à la castine ajoutée habituellement à la charge comme fondant. La valeur de l'indice d'acidité supérieure à 1 des rejets de pyrométallurgie traduit l'absence de qualités hydrauliques. En conséquence, les possibilités de leur recyclage en cimenterie ou en BTP²⁷ ne serait que très limité.

L'analyse chimique a permis de mettre en évidence la présence des éléments Co, Cu, Mn, Pb et Zn dans plusieurs échantillons. Leur concentration est le reflet de deux principaux facteurs : la teneur des minerais à l'alimentation et l'efficacité du procédé de traitement qui a été mis en œuvre. L'étude devrait se focaliser sur ces éléments en vue

²⁶ Un isotope est dit fissile si son noyau peut subir une fission sous l'effet d'un bombardement par des neutrons de toutes énergies (rapides ou lents) : division en plusieurs nucléides légers accompagnée d'un dégagement d'énergie très important. Le terme fissible renvoie à des isotopes susceptibles de fissionner uniquement sous l'effet d'un bombardement de neutrons rapides.

²⁷ BTP : Bâtiments et Travaux Publics.

d'étudier leur lixivabilité et leur mobilité souterraine. Bien que présents dans quelques échantillons, l'As et le Cd, ne seront pas suivis du fait que l'erreur analytique n'a pas permis d'obtenir la reproductibilité souhaitée.

L'analyse minéralogique effectuée par diffraction des rayons X a permis de déterminer les phases majeures cristallisées. Elle a montré aussi que les rejets de pyrométallurgie sont des vitrifiats amorphes sauf dans le cas où ils sont refroidis lentement. Les phases constituant la gangue sont aisément observées grâce à leur abondance. Les phases portant les éléments valorisables sont difficilement mises en évidence à cause de leur faible teneur. Il faut par conséquent, en plus des résultats de l'analyse minéralogique, recourir aux informations sur le gisement du minerai d'origine en vue de déterminer ces phases avec plus d'exactitude. Les résultats obtenus au microscope électronique à balayage ont montré que les rejets de pyrométallurgie sont constitués de grains arrondis ou allongés, non poreux, d'aspect vitreux avec un état de surface lisse. Des billes de très faible taille ont été également observées sur quelques échantillons. Les rejets de concentration et le résidu d'hydrométallurgie seraient en grande partie constitués de grains peu libérés avec une gangue tapissant leur surface et une association plus ou moins complexe : un grain de 30 μm susceptible de porter plusieurs types de minéraux.

Enfin, bien que la mesure de la radioactivité a montré pour certains échantillons des taux élevés par rapport au niveau ambiant, les valeurs obtenues ne permettent pas de classer les rejets dans la catégorie des rejets radioactifs.

L'ensemble des résultats obtenus dans ce chapitre montre que, bien que le profil de certaines propriétés peut être dressé d'avance, il n'est pas possible d'attribuer aux rejets des caractéristiques prédéterminées tant que la composition des minerais à l'alimentation, la composition des ajouts et l'efficacité du procédé de traitement sont susceptibles de varier dans l'espace et dans le temps.

Chapitre V

ETUDE DU COMPORTEMENT ENVIRONNEMENTAL DES REJETS

- V.1. Introduction
 - V.2. Extractions simples
 - V.2.1. But
 - V.2.2. Protocole expérimental
 - V.2.3. Résultats et interprétations
 - V.3. Extraction séquentielle
 - V.3.1. But
 - V.3.2. Protocole expérimental
 - V.3.3. Résultats et interprétations
 - V.4. Toxicity Characteristic Leaching Procedure
 - V.4.1. Portée et objet du test
 - V.4.2. Protocole expérimental
 - V.4.3. Résultats et interprétations
 - V.5. Percolixiviation en colonne noyée
 - V.5.1. But
 - V.5.2. Dispositif et protocole expérimental
 - V.5.3. Caractérisation hydrodynamique, Remplissage et saturation des colonnes
 - V.5.4. Résultats et interprétations
 - V.6. Percolation sur sol non remanié
 - V.6.1. But
 - V.6.2. Dispositif et protocole expérimental
 - V.6.3. Résultats et interprétations
 - V.7. Drainage Minier Acide
 - V.7.1. Principe et méthode
 - V.7.2. Résultats et interprétations
 - V.8. Conclusion
-

V.1. Introduction

Le présent chapitre traite de la caractérisation des rejets du point de vue de leur comportement dans l'environnement. Il s'agit d'une évaluation environnementale focalisée sur le devenir des polluants métalliques (Co, Cu, Mn, Pb et Zn) identifiés et dosés (voir chapitre IV). La méthodologie adoptée a consisté à faire l'examen des tests et normes existantes et leur critique en termes d'adéquation au contexte de l'étude. L'impact environnemental potentiel est déterminé après mise en œuvre de tests sélectionnés pour leur pertinence.

L'étude du comportement environnemental des polluants contenus dans une matrice solide est difficile, voire impossible, à aborder par le biais des analyses chimiques classiques. C'est dans cette optique que des techniques de lixiviation, simulant plus ou

moins les conditions gouvernant la mobilité des polluants présents dans la matrice solide, ont été développées dès le début des années 1980 (QUEVAUVILLER, 2007). Actuellement, on dénombre une trentaine de tests ayant aussi bien des points de convergence que de divergence dans leur mode opératoire. Leur description sommaire a été faite au chapitre premier du présent travail. Les tests mis en œuvre dans cette étude ont été sélectionnés sur base des critères suivants : leur usage généralisé dans les travaux scientifiques, leur reconnaissance et normalisation au niveau international, leur caractère légal au niveau national (RDC) ainsi que la possibilité d'être mis en oeuvre dans les limites de la réalisation de l'étude (durée et budget de la thèse).

Du point de vue de la réalisation au laboratoire, tout le matériel utilisé a été soigneusement lavé afin de limiter les risques de contamination. Une attention particulière a été accordée aux opérations conduisant à l'obtention des solutions très diluées où la moindre contamination était susceptible d'entraîner l'annulation pure et simple de tout l'essai. Enfin, certaines règles élémentaires de bonnes pratiques de laboratoire n'ont pas été oubliées, notamment l'acidification au HCl ou au HNO₃ des solutions à analyser afin d'éviter des phénomènes tels l'adsorption d'éléments traces sur les parois des récipients ou la précipitation au contact avec le CO₂ de l'air.

V.2. Extractions simples

V.2.1. But

La connaissance de la composition chimique ne permet pas de déterminer les proportions susceptibles d'être relarguées dans l'environnement et d'être assimilées par les organismes vivants. Il faut procéder par des tests spécifiques simulant différents scénarios capables de provoquer le relargage des ETM dans l'environnement (AFNOR X 31-210, 1988 ; CEAEQ, 2005). L'extraction simple au H₂O ou au CaCl₂ est l'un des tests spécifiques simulant le scénario le plus ordinaire qui consiste en une percolation de l'eau sur un tas de rejet entreposé en pleine nature. Ce test permet de déterminer la capacité des ETM à être libérés dans l'environnement et permet ainsi de mesurer leur mobilité et biodisponibilité (BLANCHARD, 2000 ; HLAVACKOVA, 2005 ; CANEPARI *et al.*, 2005). La mobilité est la capacité d'un élément à migrer de la phase solide où il est retenu vers la phase liquide. Tandis que la biodisponibilité est la possibilité à être assimilé par un organisme vivant.

Nos travaux antérieurs (KANIKI, 2005), contrairement à certaines affirmations rencontrées dans la littérature, ayant montré que l'utilisation d'une solution CaCl₂ à la place de l'eau pure ne conduisait pas à des résultats similaires pour tous les ETM, il nous a paru essentiel, dans ce travail, de tester les deux solutions (H₂O et CaCl₂), non seulement pour vérifier cette assertion, mais aussi pour contribuer à la connaissance des mécanismes gouvernant l'utilisation de chacun de ces réactifs.

V.2.2. Protocole expérimental

Après échantillonnage et prétraitement (cfr chapitre IV), 5 g d'échantillons sont prélevés et la lixiviation est réalisée soit à l'eau distillée soit avec une solution de CaCl₂ (0,01 M) en batch pendant 2 heures sur une suspension préparée dans un rapport solide/liquide égal à 1/10 à la température ambiante.

Deux modes d'agitation ont été utilisés : l'agitation électromécanique et l'agitation magnétique. Aucune influence du mode d'agitation n'a été observée. L'influence de chaque solution d'extraction est étudiée en comparant les taux d'extraction obtenus après lixiviation. Le taux d'extraction (en %) est calculé en faisant le rapport entre la quantité extraite (en solution) et celle initialement présente dans le rejet. La cinétique de lixiviation est étudiée en faisant un prélèvement de 2 ml toutes les 20 minutes sur un deuxième essai réalisé dans les mêmes conditions.

V.2.3. Résultats et interprétations

Les tableaux V.1 et V.2 donnent les poids des résidus après extraction, les teneurs en Co, Cu, Mn, Pb et Zn dans les échantillons de départ et dans les résidus ainsi que les concentrations des solutions obtenues, respectivement, après extraction avec H₂O et CaCl₂.

Le taux d'extraction (tableau V.3) est calculé en faisant le rapport entre la quantité extraite en solution (produit du volume et de la concentration) et la quantité théorique initiale déterminée à partir de la teneur dans les résidus et la solution d'extraction. C'est la méthode dite de « l'alimentation reconstituée ».

Les taux d'extraction obtenus, tels que présentés sur la figure V.1, peuvent être analysés sous deux aspects : le premier concerne le taux d'extraction obtenu en fonction du type de rejets et le deuxième concerne ce même taux en fonction du réactif utilisé. Le premier aspect permet de caractériser les rejets en fonction de leur degré de lixivibilité. Le second permet d'établir l'influence de chaque solution d'extraction. Il est également possible de dresser, pour chaque échantillon, une échelle de mobilité de différents éléments en vue d'identifier l'élément qui présente le plus de risque d'être mobilisé.

Tableau V.1. Poids résidus, teneurs rejets et résidus, et solution après extraction simple avec H₂O

Echantillons	Poids Résidus (g)	Co			Cu			Mn			Pb			Zn		
		Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)
1P	5	0,60	0,55	0,11	0,44	0,45	0,60	0,56	0,55	0,34	0,13	0,09	0,06	0,27	0,25	0,24
6P	5	0,45	0,40	0,04	3,75	3,80	0,72	0,21	0,20	0,14	0,13	0,09	0,06	0,41	0,05	0,14
7P	5	0,35	0,35	0,07	0,21	0,25	0,06	0,14	0,15	0,11	0,30	0,23	0,06	2,10	2,35	0,39
8C1	4,9	0,06	0,05	0,15	0,75	0,65	0,26	0,12	0,10	0,38	0,23	0,18	0,20	2,10	2,40	30
9C	5	0,80	0,75	0,48	0,91	0,90	0,23	0,08	0,05	0,24	0,10	0,08	0,00	0,08	0,05	0,32
11C	5	1,00	0,90	0,18	0,11	0,10	0,14	0,08	0,05	0,16	0,06	0,09	0,07	0,24	0,05	0,15
13H	4,7	0,37	0,20	58,0	0,75	0,45	132	0,07	0,05	6,80	0,13	0,06	0,53	0,19	0,05	3,40

Tableau V.2. Poids résidus, teneurs rejets et résidus, et solution après extraction simple avec CaCl₂

Echantillons	Poids Résidus (g)	Co			Cu			Mn			Pb			Zn		
		Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)	Rejet (%)	Résidus (%)	Solution (mg/l)
1P	5	0,60	0,55	1,10	0,44	0,40	0,63	0,56	0,55	0,37	0,13	0,09	0,23	0,27	0,25	0,13
6P	5	0,45	0,45	0,11	3,75	3,90	0,68	0,21	0,20	0,11	0,13	0,09	0,15	0,41	0,05	0,04
7P	5	0,35	0,35	0,44	0,21	0,20	0,04	0,14	0,10	0,14	0,30	0,23	0,23	2,10	2,15	1,70
8C1	4,9	0,06	0,05	0,22	0,75	0,60	0,23	0,12	0,10	0,34	0,23	0,15	0,30	2,10	1,80	3,90
9C	5	0,80	0,70	1,62	0,91	0,95	0,29	0,08	0,05	0,27	0,10	0,08	0,23	0,08	0,05	0,33
11C	5	1,00	0,95	0,26	0,11	0,10	0,18	0,08	0,05	0,18	0,06	0,09	0,30	0,24	0,05	0,21
13H	4,7	0,37	0,20	15,0	0,75	0,45	36,0	0,07	0,05	1,40	0,13	0,07	0,15	0,19	0,05	0,74

Tableau V.3. Taux d'extraction calculé par reconstitution de l'alimentation

Echantillons	Réactif d'extraction	Co			Cu			Mn			Pb			Zn		
		Solution (mg)	Résidus (mg)	Taux (%)	Solution (mg)	Résidus (mg)	Taux (%)	Solution (mg)	Résidus (mg)	Taux (%)	Solution (mg)	Résidus (mg)	Taux (%)	Solution (mg)	Résidus (mg)	Taux (%)
1P	H ₂ O	0,011	27,5	0,04	0,06	22,5	0,27	0,034	27,5	0,12	0,006	4,5	0,13	0,024	12,5	0,19
	CaCl ₂	0,11	27,5	0,40	0,063	20	0,31	0,037	27,5	0,13	0,023	4,5	0,51	0,013	12,5	0,10
6P	H ₂ O	0,004	20	0,02	0,072	190	0,04	0,014	10	0,14	0,006	4,5	0,13	0,014	2,5	0,56
	CaCl ₂	0,011	22,5	0,05	0,068	195	0,03	0,011	10	0,11	0,015	4,5	0,33	0,004	2,5	0,16
7P	H ₂ O	0,007	17,5	0,04	0,006	12,5	0,05	0,011	7,5	0,15	0,006	11,5	0,05	0,039	117,5	0,03
	CaCl ₂	0,044	17,5	0,25	0,004	10	0,04	0,014	5	0,28	0,023	11,5	0,20	0,17	107,5	0,16
8C1	H ₂ O	0,015	2,45	0,61	0,026	31,85	0,08	0,038	4,9	0,77	0,02	8,82	0,23	3	117,6	2,49
	CaCl ₂	0,022	2,45	0,89	0,023	29,4	0,08	0,034	4,9	0,69	0,03	7,35	0,41	0,39	88,2	0,44
9C	H ₂ O	0,048	37,5	0,13	0,023	45	0,05	0,024	2,5	0,95	0	4	0,00	0,032	2,5	1,26
	CaCl ₂	0,162	35	0,46	0,029	47,5	0,06	0,027	2,5	1,07	0,023	4	0,57	0,033	2,5	1,30
11C	H ₂ O	0,018	45	0,04	0,014	5	0,28	0,016	2,5	0,64	0,007	4,5	0,16	0,015	2,5	0,60
	CaCl ₂	0,026	47,5	0,05	0,018	5	0,36	0,018	2,5	0,71	0,03	4,5	0,66	0,021	2,5	0,83
13H	H ₂ O	5,8	9,4	38,16	13,2	21,15	38,43	0,68	2,35	22,44	0,053	2,82	1,84	0,34	2,35	12,64
	CaCl ₂	1,5	9,4	13,76	3,6	21,15	14,55	0,14	2,35	5,62	0,015	3,29	0,45	0,074	2,35	3,05

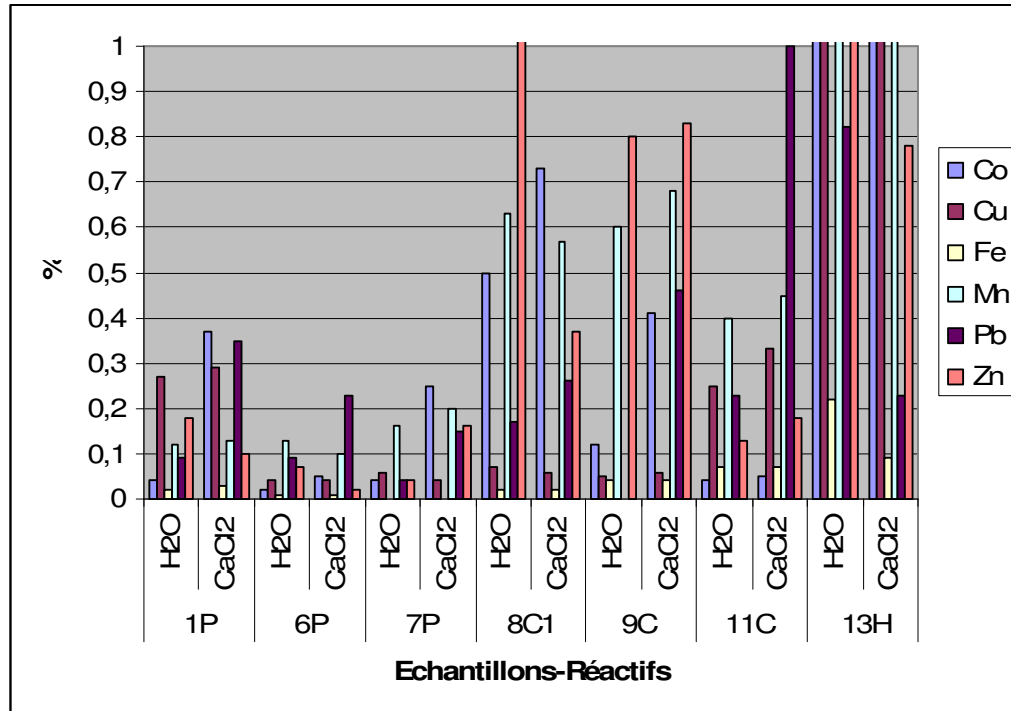


Figure V.1 Taux d'extraction H₂O et CaCl₂

En ce qui concerne le type de rejets, on constate que :

- Les taux d'extraction sur les rejets de pyroméallurgie sont très faibles avec des valeurs inférieures à 0,5%.
- Les taux d'extraction sur les rejets des concentrateurs sont également faibles mais des valeurs supérieures à celles des rejets de pyroméallurgie. Une des valeurs est même proche de 3%.
- Les taux d'extraction sur l'échantillon d'hydroméallurgie sont élevés (jusqu'à plus de 30%).

La faible lixivibilité des rejets de pyroméallurgie s'explique avant tout par le fait que les ETM sont en majeure partie inclus dans des particules vitreuses constituées d'alumino-silicates calciques chimiquement stables et très peu solubles. Elle peut également s'expliquer par quelques unes des caractéristiques mises en évidence dans le chapitre précédent. Il s'agit notamment de la faible surface spécifique due à la granulométrie grossière, de la faible porosité des grains constitutifs ainsi que du pH élevé qui est favorable à l'adsorption des éléments lixiviés sur la surface des minéraux solides présents.

On peut remarquer que la lixivibilité d'un ETM ne dépend pas de sa teneur totale dans l'échantillon. Par exemple les teneurs en Co dans les échantillons 6P et 13H sont les mêmes (environ 0,4%) alors que les taux d'extraction sont très différents : 0,02% pour 6P et 35,98% pour 13H. Ceci reste valable même pour les rejets de même nature. En effet, les teneurs en Co dans 1P et 6P sont très proches (0,55 et 0,41) alors que leurs taux d'extraction ne le sont pas. En présence de CaCl₂ ils sont de 0,39 et 0,05% respectivement. Il en est de même des échantillons 8C1 et 9C, tous les deux générés à la concentration par

flottation. L'échantillon 9C relativement riche en Co (0,83%) ne donne qu'un taux de 0,13% alors que l'échantillon 8C1 relativement pauvre en Co (0,01%) donne cependant un taux d'extraction supérieur à celui de 9C, soit 0,57%.

En établissant une échelle de mobilité des éléments en fonction de la solution d'extraction utilisée (tableau V.4), on constate que très peu de similitudes peuvent être rencontrées dans la succession des éléments même au sein des échantillons de nature identique.

Tableau V.4 Echelle de mobilité des éléments en fonction des solutions d'extraction

N°	Echantillons	Echelle de mobilité	
		H ₂ O	CaCl ₂
1	1P	Cu>Zn>Mn>Pb>Co	Co>Pb>Cu>Mn>Zn
2	6P	Mn>Pb>Zn>Cu>Co	Pb>Mn>Co>Cu>Zn
3	7P	Mn>Pb=Zn>Cu >Co	Co>Mn>Zn>Pb>Cu
4	8C1	Zn>Mn>Co>Pb>Cu	Co>Mn>Zn>Pb>Cu
5	9C	Zn>Mn>Co>Cu>Pb	Zn>Mn>Pb>Co>Cu
6	11C	Mn>Cu>Pb>Zn>Co	Pb>Mn>Cu>Zn>Co
7	13H	Cu>Co>Mn>Zn>Pb	Cu>Co>Zn>Mn>Pb

Concernant le deuxième aspect, c'est-à-dire l'usage du CaCl₂ à la place de l'eau, la comparaison est aisée lorsqu'on met en regard, sur un même graphique, les différentes concentrations obtenues. Les graphiques des figures V.2 à V.5 montrent que :

- Echantillon 1P : le résultat est quasi identique pour le Cu et le Mn. Cependant, le Co et le Pb sont plus lixivés lorsqu'on utilise le CaCl₂.
- Echantillon 6P : H₂O et CaCl₂ conduisent à un résultat quasi identique pour le Co, le Cu et le Mn. Le Pb est à une concentration supérieure lorsqu'on utilise le CaCl₂. L'inverse est observé avec Zn.

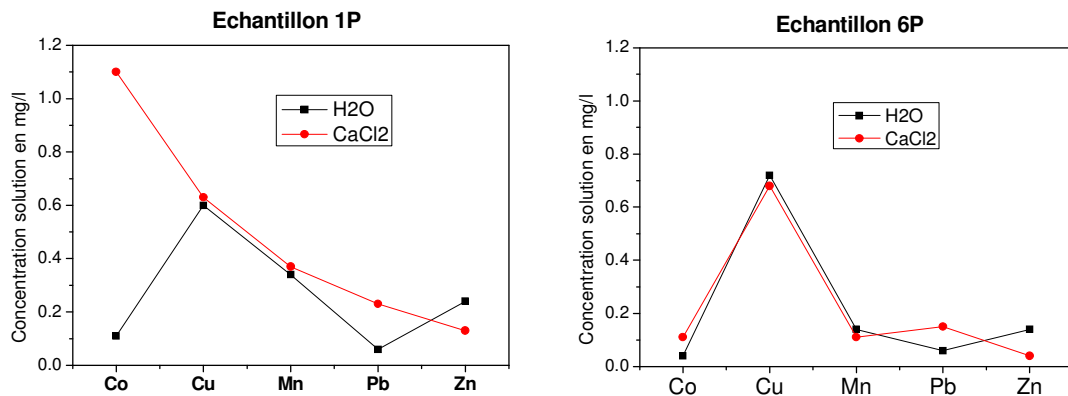


Figure V.2. Concentration des solutions des échantillons 1P et 6P

- Echantillon 7P : même résultat pour le Cu et le Mn. Tandis que le Co, le Pb et le Zn sont à des concentrations supérieures lorsqu'on utilise le CaCl_2 .
- Echantillon 8C1 : H_2O et CaCl_2 conduisent à un résultat quasi identique pour le Co, le Cu, le Mn et le Pb. Cependant, le Zn est à une concentration supérieure lorsqu'on utilise le H_2O .

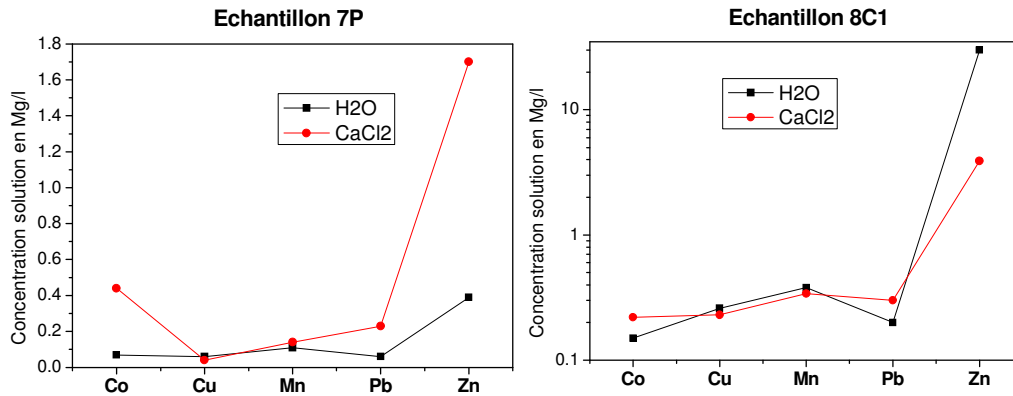


Figure V.3 Concentration des solutions des échantillons 7P et 8C1

- Echantillon 9C : H_2O et CaCl_2 conduisent à un résultat quasi identique pour le Cu, le Mn et le Zn. Le Co et le Pb sont à des concentrations supérieures en présence de CaCl_2 .
- Echantillon 11C : H_2O et CaCl_2 conduisent à un résultat quasi identique pour le Co, le Cu, le Mn et le Zn. Le Pb est à une concentration supérieure en présence de CaCl_2 .

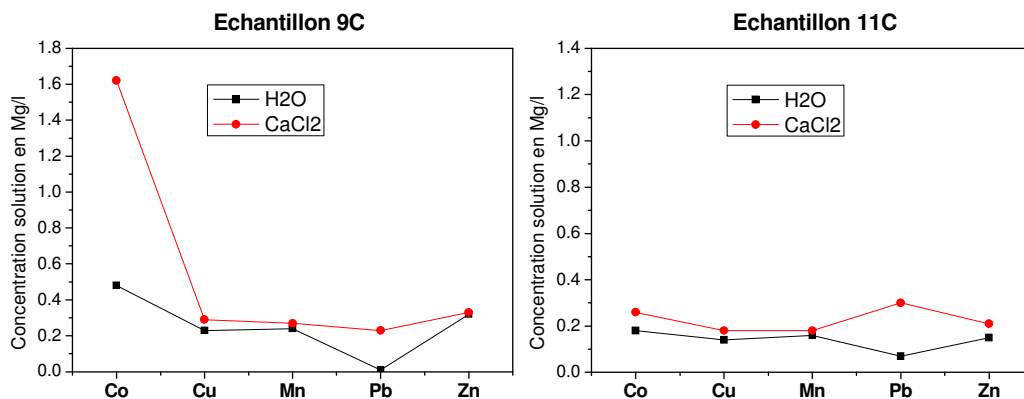


Figure V.4. Concentration des solutions des échantillons 9C et 11C

- Echantillon 13H : H₂O et CaCl₂ conduisent à un résultat quasi identique pour le Pb, le Zn et relativement pour le Mn. Le Co et le Cu sont à des concentrations supérieures en présence de H₂O.

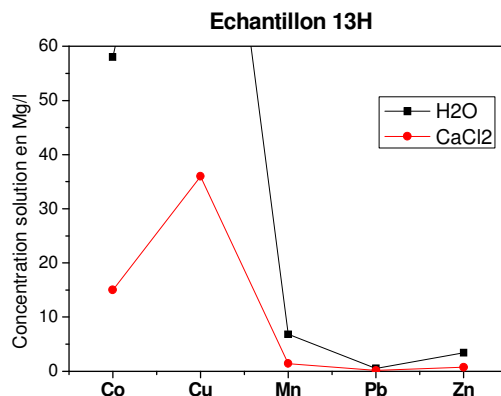


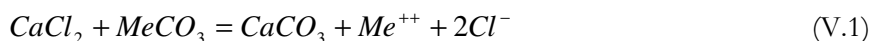
Figure V.5 Concentration des solutions de l'échantillon 13H

Les observations précédentes peuvent être résumées de la manière suivante :

- Les taux d'extraction obtenus avec H₂O sont presque identiques à ceux obtenus avec CaCl₂ pour le Cu et le Mn, à l'exception de l'échantillon d'hydrométallurgie pour lequel les taux obtenus avec H₂O sont supérieurs à ceux obtenus avec CaCl₂.
- Les taux d'extraction obtenus avec H₂O sont, dans presque tous les cas traités, inférieurs à ceux obtenus avec CaCl₂ pour le Co et le Pb. Exception faite pour l'échantillon 13H, pour lequel les deux taux coïncident presque et la situation est inversée pour le Co.

Le fait que les concentrations obtenues avec le CaCl₂ soient supérieures à celles obtenues avec le H₂O peut s'expliquer par deux raisons majeures :

- La compétitivité élevée du cation Ca²⁺ sur les sites d'adsorption. Les ions métalliques entrent en compétition avec le calcium pour les mêmes sites de surface.
- Du point de vue thermodynamique, en solution aqueuse, le CaCl₂ déplace l'équilibre des carbonates des éléments métalliques (MeCO₃) dans le sens de leur dissolution ; à l'exception des carbonates de Ag, Pb et Hg dont les chlorures susceptibles d'être formés sont insolubles. Ce déplacement d'équilibre est dû à la faible solubilité du carbonate de Ca comparativement à la plupart des chlorures métalliques bivalents (équation V.1).



Le caractère complexant de l'ion Cl⁻ peut également être évoqué. En effet, Les anions inorganiques courants (Cl⁻, SO₄²⁻, PO₄³⁻, CN⁻, etc.) sont des ligands susceptibles de complexer les métaux de transition et les alcalins (IMYIM, 2000 ; VAN DER SLOOT *et al.*, 1997 ; DELMAS-GADRAS, 2000). Le calcium déplace facilement non seulement les ions

adsorbés mais aussi ceux qui sont complexés. C'est d'ailleurs pour éviter la complexation des cations par le chlorure que des solutions de nitrates sont également employées. Mais cette complexation est généralement faible et de même intensité que celle avec OH⁻ (LIN et CHANG, 2006 ; RAKOTOARISOA, 2003 ; HLAVACKOVA, 2005).

Bien que la force ionique de la solution de CaCl₂ soit proche de celle de l'eau et des conditions naturelles (ETTLER, 2000 ; MARGUI *et al.*, 2004 ; BLANCHARD, 2000), l'utilisation du CaCl₂ à la place de l'eau conduirait à des taux d'extraction identiques ou supérieurs. La plupart des cations de valence 2 ou 3 ayant aussi une grande affinité pour les mêmes sites d'adsorption, pour obtenir des taux d'extraction supérieurs, le CaCl₂ doit être présent à des concentrations plus importantes que l'élément à extraire. L'utilisation des concentrations supérieures à 1 M se justifie par cette observation, mais parce qu'il s'agit de simuler les conditions naturelles, la concentration conférant une force ionique proche de celle de l'eau naturelle (0,01M) est préférée, c'est la valeur utilisée ici.

Dans les essais, on constate que la solution de CaCl₂ entraîne une faible modification du pH naturel. Etant donné que la concentration reste constante pendant toute la durée de l'essai, on peut considérer que l'équilibre est atteint. On ne peut cependant pas prétendre que l'extraction des éléments adsorbés de manière échangeable ou soluble a été totale. En effet, même si la concentration en ETM dans la solution est contrôlée par la désorption ou la dissolution des phases minérales, tous les processus et les mécanismes réactionnels qui ont lieu sont encore mal connus.

Une des préoccupations fondamentales dans l'analyse des résultats est également celle de trouver une explication à la mise en solution des ETM dans les conditions expérimentales. C'est-à-dire de vérifier si nos résultats sont possibles du point de vue de la thermodynamique et si ils peuvent trouver une justification à partir d'autres données expérimentales rencontrées dans la littérature. Pour cela, on va d'abord comparer les concentrations obtenues au cours de nos essais avec la solubilité des hydroxydes et ensuite on va évaluer nos résultats en les confrontant aux prévisions thermodynamiques à l'aide du diagramme de Pourbaix.

On sait que la solubilité des ETM en milieu neutre est faible et diminue encore en milieu basique à cause de leur précipitation sous forme d'hydroxyde (équation V.2).



La réaction (V.2) est réversible, ce qui signifie que l'hydroxyde formé est en équilibre avec ses ions. Il convient donc de voir si la concentration des ions en équilibre est compatible avec les résultats obtenus expérimentalement. La littérature donne la solubilité des différents hydroxydes à 25°C (tableau V.5). Cette solubilité est la concentration minimale en dessous de laquelle on ne peut pas descendre quelle que soit l'augmentation du pH de la solution. Elle justifie l'existence des ETM en solution même à pH élevé.

Tableau V.5 Limite de solubilité (L.S.) des hydroxydes à 25°C, à pH de saturation

N°	Hydroxydes	Solubilité des hydroxydes	
		mg/l	mole/l
1	Co(OH)₂	0,40	6,48.10 ⁻⁶
2	Cu(OH)₂	0,01	2,29.10 ⁻⁷
3	Mn(OH)₂	2,00	3,72.10 ⁻⁵
4	Pb(OH)₂	0,30	1,53.10 ⁻⁷
5	Zn(OH)₂	0,20	2,68.10 ⁻⁶

Sachant que la précipitation commence lorsque le produit de solubilité est atteint, et connaissant le produit de solubilité des hydroxydes des éléments concernés, on peut établir les courbes de variation des concentrations maximales en solution en fonction du pH.

Le produit de solubilité de l'hydroxyde formé est donné par la relation (V.3) :

$$K_s = [Me^{2+}] \cdot [OH^-]^2 \quad (V.3)$$

$$\text{Soit : } -\log K_s = -\log[Me^{2+}] - 2\log[OH^-]$$

$$\text{Sachant que : } -2\log[OH^-] = 28 - 2pH$$

$$\text{On aura finalement : } \log[Me^{2+}] = \log K_s + 28 - 2pH \quad (V.4)$$

K_s est une constante caractéristique de chaque hydroxyde et ne dépend que de la température. La relation (V.4) représente une droite à pente négative dans un système de coordonnées semi-logarithmique où le pH est porté en abscisse et le logarithme de la concentration en ordonnées.

En ce qui concerne les éléments analysés, le graphique de la figure V.6 montre l'ordre de précipitation quand le pH augmente, le Cu, sous forme d'hydroxyde, précipite le premier ; ensuite c'est le Zn et le Co qui précipitent. Le Mn et le Pb sont les derniers à précipiter. Mais, à cause de la solubilité de leurs hydroxydes, même à pH très élevé, il reste en solution quelques quantités qui sont en équilibre avec les ions OH⁻.

Tableau V.6 Gamme de concentration des solutions d'extraction

N°	Type de rejet	Gamme de concentration des solutions	
		mg/l	mole/l
1	Rejet de pyrométallurgie	0,04 - 1,70	1,9.10 ⁻⁷ – 3,1.10 ⁻⁵
2	Rejet de concentration	0,04 - 30	1,9.10 ⁻⁷ – 5,5.10 ⁻⁴
3	Résidu d'hydrométallurgie	0,1 - 135	4,8.10 ⁻⁷ – 2,5.10 ⁻³

Le tableau V.7 donne les valeurs de pH des solutions après l'extraction réalisée respectivement avec de l'eau et du chlorure de calcium.

Tableau V.7 pH final des solutions d'extraction

Echantillon	pH final	
	H ₂ O	CaCl ₂
1P	7,5	7,6
6P	7,6	8,4
7P	7,6	7,7
8C1	7,2	7,3
9C	6,9	7,2
11C	7,4	7,6
13H	6,3	6,4

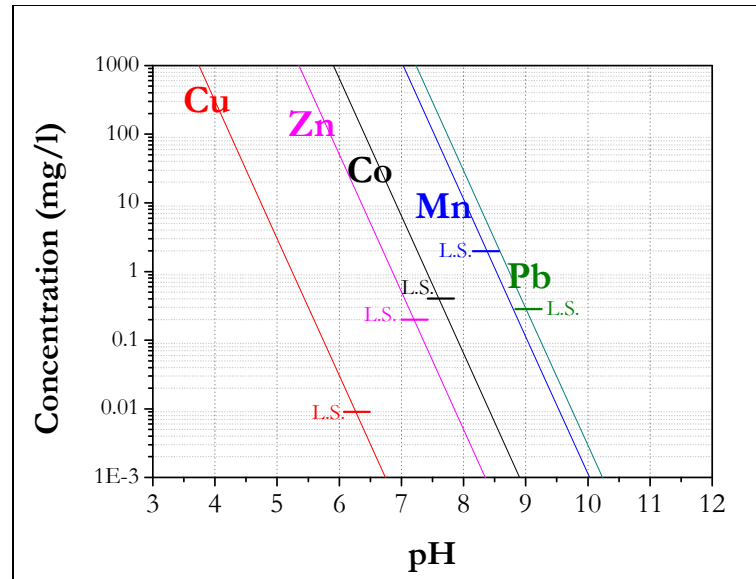


Figure V.6. Limite de solubilité (L.S.) des hydroxydes en fonction du pH

Le tableau V.5 et le graphique de la figure V.6 permettent d'établir le tableau V.8 qui donne la limite de solubilité et la concentration théorique maximale correspondant au pH mesuré à la fin de l'extraction. En principe, la concentration obtenue expérimentalement doit se situer entre la limite de solubilité et la concentration théorique maximale au pH considéré. Lorsque la concentration obtenue expérimentalement est en dessous de la limite de solubilité, cela signifie qu'il y a eu épuisement des quantités lixiviables dans l'échantillon concerné.

Les graphiques des figures V.7 à V.11 indiquent les concentrations obtenues expérimentalement, la limite de solubilité et la concentration théorique maximale au pH mesuré à la fin de l'extraction.

Tableau V.8 Limite de solubilité et concentration théorique maximale à pH final

Eléments	Concentration (mg/l)						
	L.S.	Concentration max. au pH final de la solution d'extraction					
		pH=7,6	pH=7,5	pH=7,4	pH=7,2	pH=6,9	pH=6,3
Co	0,40	0,40	0,60	1,02	2,60	10,2	161
Cu	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
Mn	2,00	71,4	113	179	451	1.794	28.429
Pb	0,30	186	294	466	1.171	4.663	73.906
Zn	0,20	0,03	0,05	0,08	0,20	0,80	12,66

La figure V.7 concernant le Mn montre que les concentrations obtenues sont toutes inférieures au maximum possible à pH correspondant. Les résultats expérimentaux sont donc justifiés. A noter que lorsque le trait représentant le maximum théorique n'apparaît pas sur le graphique cela signifie que la concentration est tellement élevée que le point correspondant est au-delà de la limite adoptée sur le graphique.

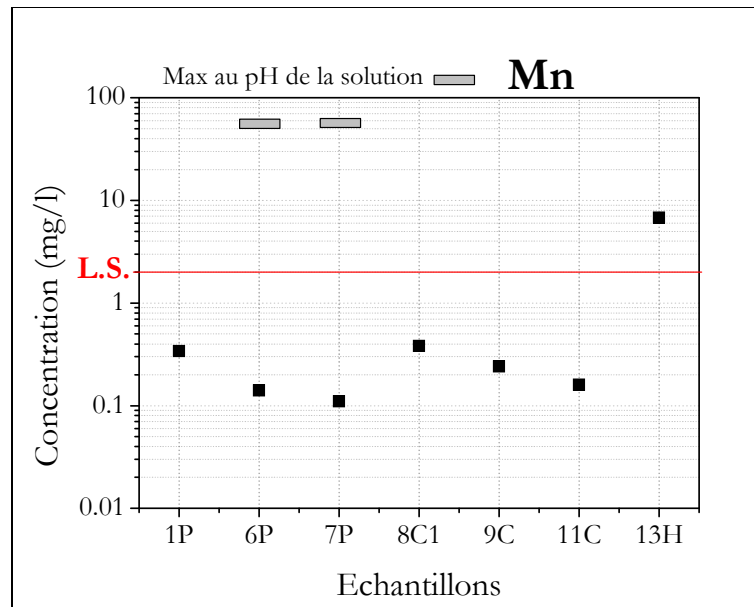


Figure V.7. Concentration en Mn en fonction des limites théoriques

Le graphique de la figure V.8 concernant le Pb traduit une situation identique au Mn. Sauf qu'ici, les concentrations en Pb pour les échantillons 8C1 et 13H sont très proches de la limite de solubilité.

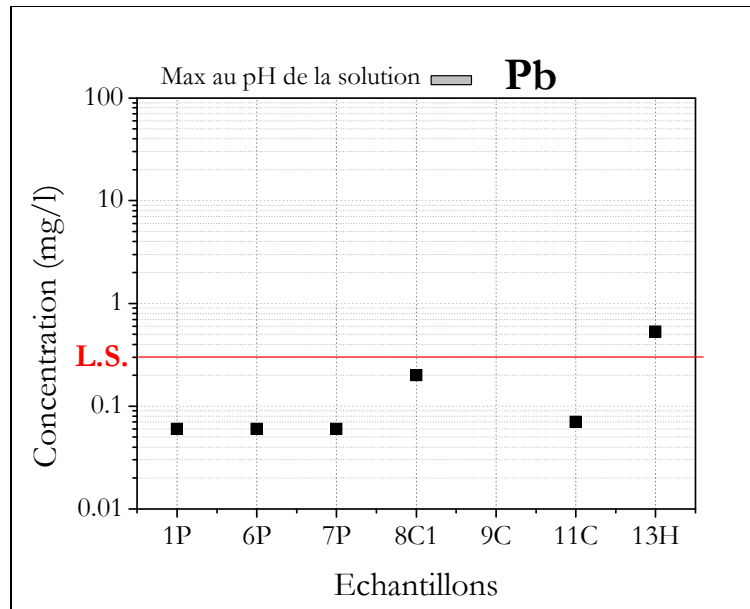


Figure V.8. Concentration en Pb en fonction des limites théoriques

Le graphique de la figure V.9 montre que la concentration théorique maximale du Co à pH correspondant pour les échantillons 6P et 7P correspond à la limite de solubilité. L'ensemble des résultats pour le Co traduit une situation identique aux situations précédentes, sauf qu'ici, c'est plutôt l'échantillon 9C qui est proche de la limite de solubilité.

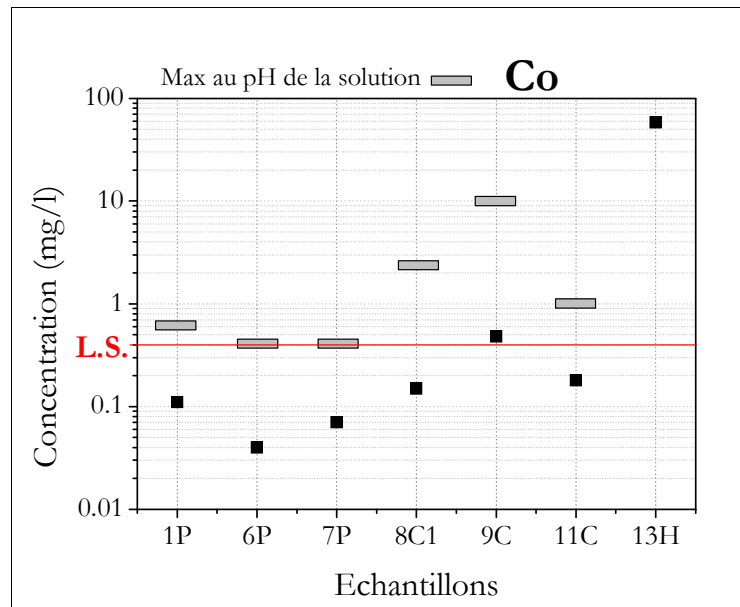


Figure V.9. Concentration en Co en fonction des limites théoriques

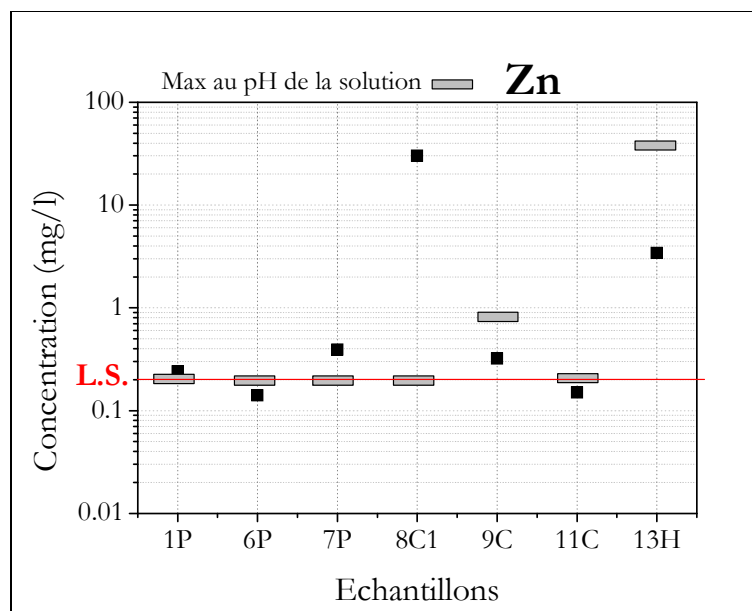


Figure V.10. Concentration en Zn en fonction des limites théoriques

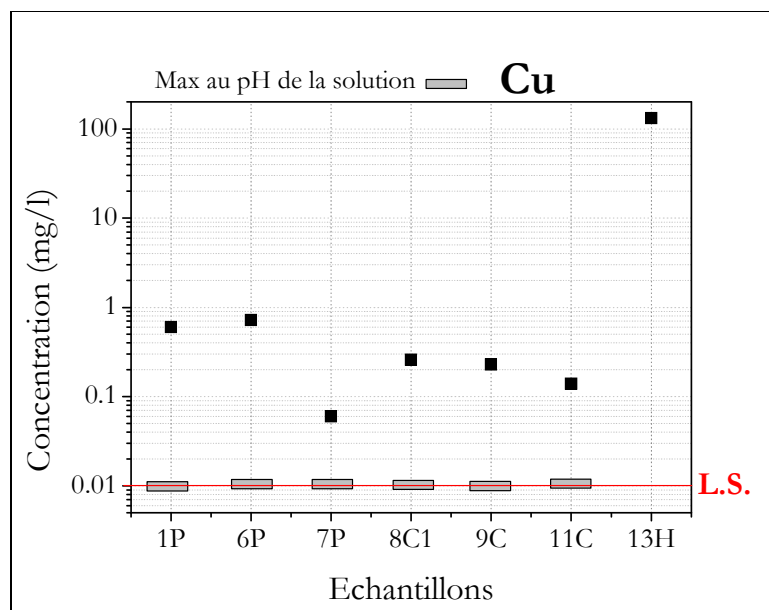


Figure V.11. Concentration en Cu en fonction des limites théoriques

Les graphiques des figures V.10 et V.11 concernant respectivement le Zn et le Cu traduisent une situation particulièrement différente aux autres et qui ne trouve pas, à priori une justification. En effet, on constate que les concentrations obtenues sont supérieures au maximum théorique. Une des justifications serait la formation d'ion aquacomplexe ($Cu^{2+} + 4H_2O = Cu(H_2O)_4^{2+}$ et $Zn^{2+} + 4H_2O = Zn(H_2O)_4^{2+}$).

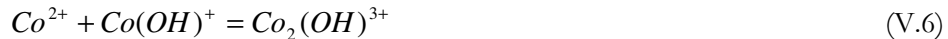
Du point de vue de la thermodynamique, le diagramme de Pourbaix renseigne sur la stabilité des divers éléments en solution aqueuse.

Le diagramme de Pourbaix du Cu (figure V.12) montre qu'il est possible d'avoir cet élément en solution sous forme d'ion Cu^{2+} à condition que le potentiel de la solution soit supérieur à environ 0,3 volt. Le diagramme montre également que lorsque le pH passe d'une valeur égale à environ 5 à 7,5, la concentration de Cu^{2+} en solution passe de 1.10^{-3} à 1.10^{-7} M, à condition que le potentiel soit toujours supérieur à 0,3 volt. Une concentration de 1.10^{-3} M pour le cuivre correspond à 63,55 mg/l et celle de 1.10^{-7} M correspond à environ 0,006 mg/l.

En ce qui concerne le Co, le diagramme de Pourbaix (figure V.13) renseigne qu'il est possible d'avoir du Co en solution jusqu'à un pH d'environ 7,5 grâce à la formation de l'ion complexe $Co(OH)^+$ (équation V.5) à condition que le potentiel de la solution soit compris entre environ -0,2 volt et 0,2 volt.



Le diagramme est tracé à une concentration de 1.10^{-5} M qui correspond à 0,6 mg/l. Cette valeur donne une justification supplémentaire aux concentrations élevée en cobalt des solutions obtenues en réalisant l'extraction avec H_2O sur les rejets de pyrométallurgie et de concentration. Le pH de la solution obtenue sur l'échantillon 13H étant proche de la valeur 6, il correspond à un domaine du diagramme de Pourbaix où il y a existence simultanée des ions complexes $Co(OH)^+$ et $Co_2(OH)^{3+}$. L'ion complexe $Co_2(OH)^{3+}$ correspond à l'équilibre entre Co^{2+} , stable en milieu acide, et l'ion $Co(OH)^+$ (équation V.6).



En ce qui concerne le Mn, le diagramme de Pourbaix (figure V.14) montre qu'il peut exister en solution sous forme de Mn^{2+} jusqu'à pH 7,5 pour un potentiel compris entre -0,6 et 0,0 volt. Le diagramme est tracé à une concentration de 1.10^{-5} M qui correspond à 0,55 mg/l.

Le diagramme de Pourbaix du Pb (figure V.15) montre que le Pb peut exister en solution jusqu'à pH supérieur à 7 à condition que le potentiel de la solution soit compris entre -0,2 et 0,6 volt. Cela est possible grâce à la formation de l'ion complexe $Pb(OH)^+$ (équation V.7). Le diagramme correspond à une concentration de 2,07 mg/l.



Le diagramme de Pourbaix pour le Zn (figure V.16) montre que celui peut exister en solution sous forme de Zn^{2+} jusqu'à pH proche de 8 et sous forme d'ion complexe $Zn(OH)^+$ à un pH légèrement supérieur à 8 à condition que le potentiel de la solution soit supérieur à -0,8 volt. Le diagramme correspond à une concentration de 0,65 mg/l.

La mise en solution des éléments métalliques se justifie donc par la stabilité des ions simples ou complexes qui se forment lorsqu'on opère sur des solutions très diluées à pH neutre dans la zone de stabilité de l'eau. Même à pH très élevé, il est possible de détecter des ETM en solution grâce à la faible solubilité de leurs hydroxydes.

Les diagrammes de Pourbaix présentés aux figures V.12 à V.16 sont générés à l'aide du logiciel HSC Chemistry 5.1 pour des concentrations comprises entre 10^{-3} et 10^{-7} mole/l. Ces concentrations sont suffisamment faibles pour justifier l'égalité entre l'activité et la concentration d'espèces en solution.

Il convient aussi de signaler que les diagrammes de Pourbaix ainsi présentés ne tiennent pas compte de l'effet d'autres anions en dehors de OH. Ces anions peuvent être ceux qui constituent la molécule de départ. Ils peuvent également provenir de la matière organique naturelle (bois, organismes aquatiques, insectes, etc.) ou de celle introduite au cours du traitement (réactifs de flottation par exemple). Les différents anions (organique ou inorganiques) peuvent induire des phénomènes de précipitation ou de complexation pouvant conduire à la stabilisation d'espèces non prévues par le diagramme. Il convient donc d'analyser le diagramme de Pourbaix avec beaucoup de délicatesse.

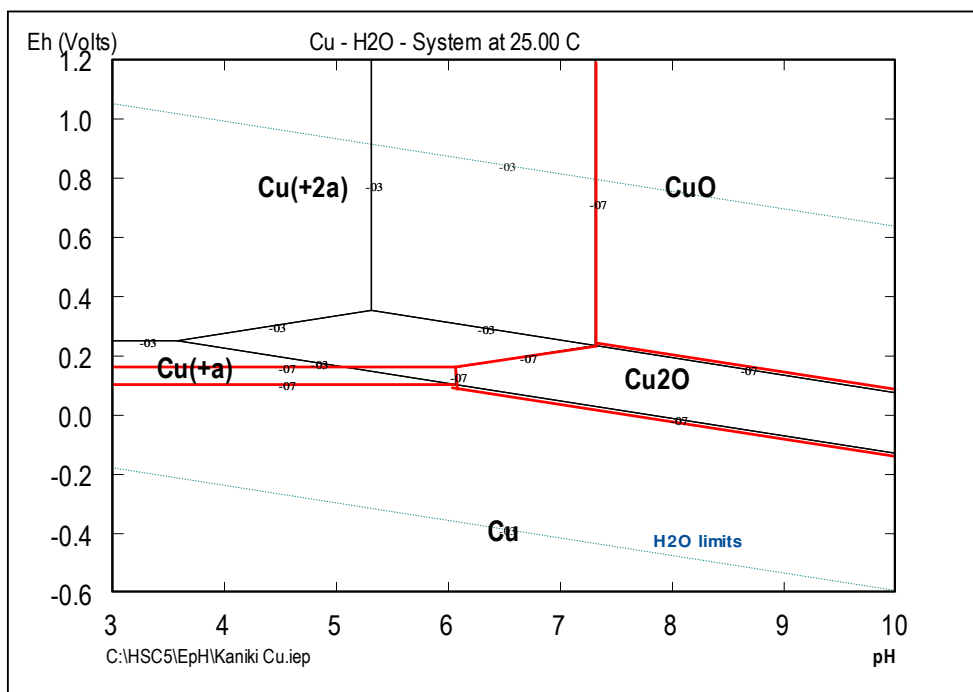


Figure V.12 Diagramme Eh-pH du Cu (1.10^{-3} – 1.10^{-7} M) dans H₂O à 25°C

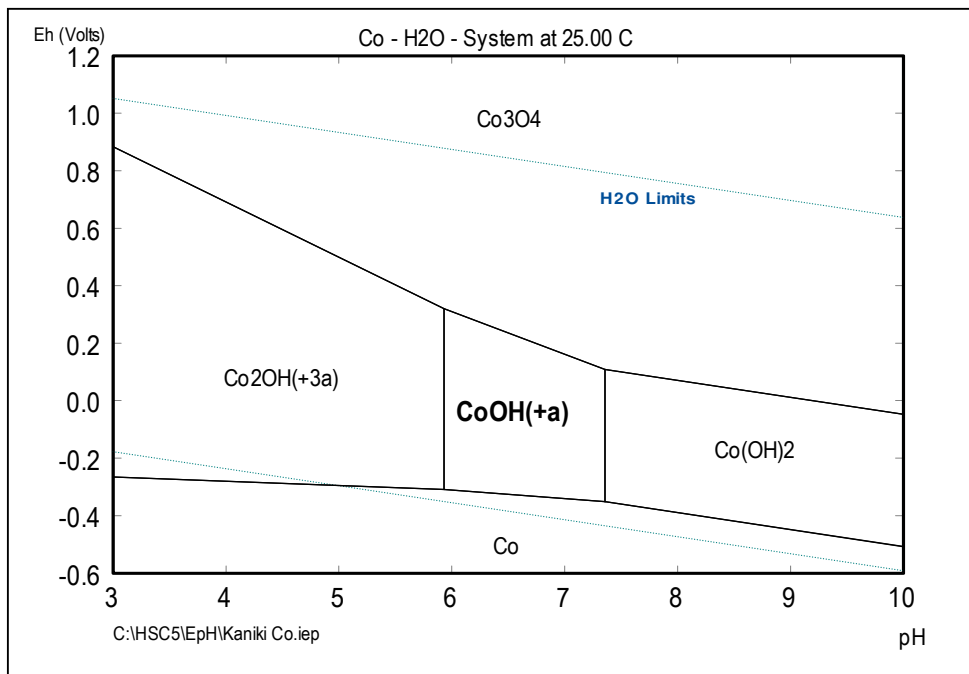


Figure V.13 Diagramme Eh-pH du Co (1.10^{-5} M) dans H₂O à 25°C

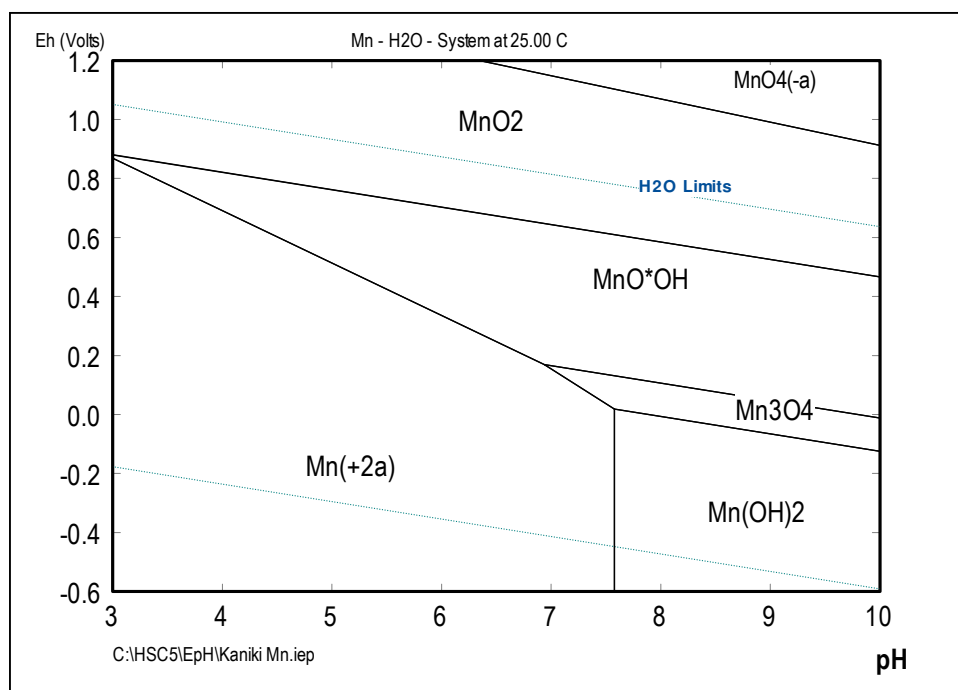


Figure V.14 Diagramme Eh-pH du Mn (1.10^{-5} M) dans H₂O à 25°C

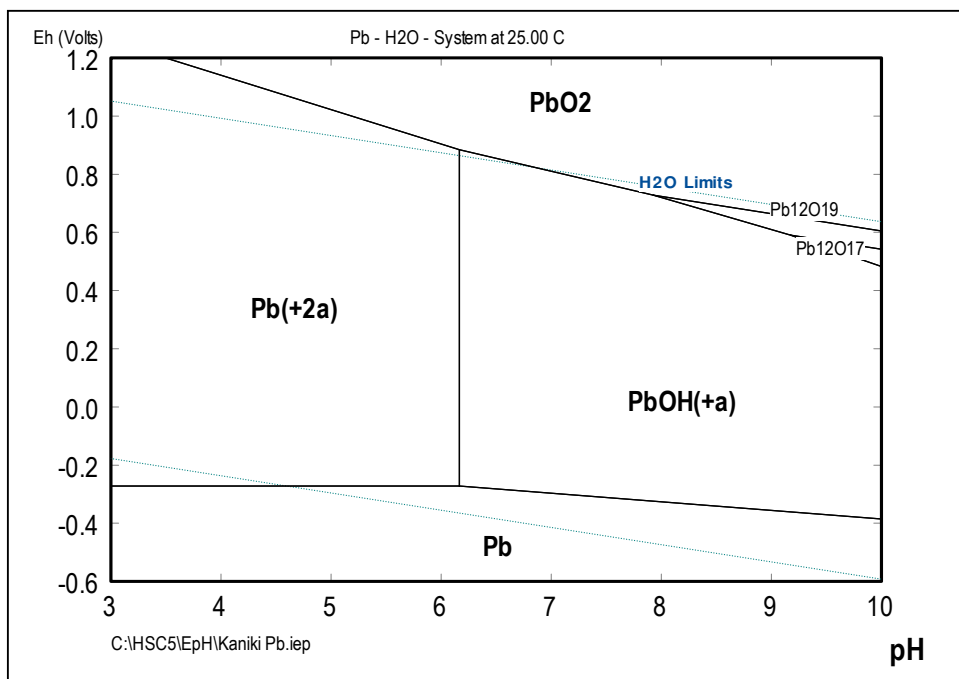


Figure V.15 Diagramme Eh-pH du Pb (1.10^{-5} M) dans H₂O à 25°C

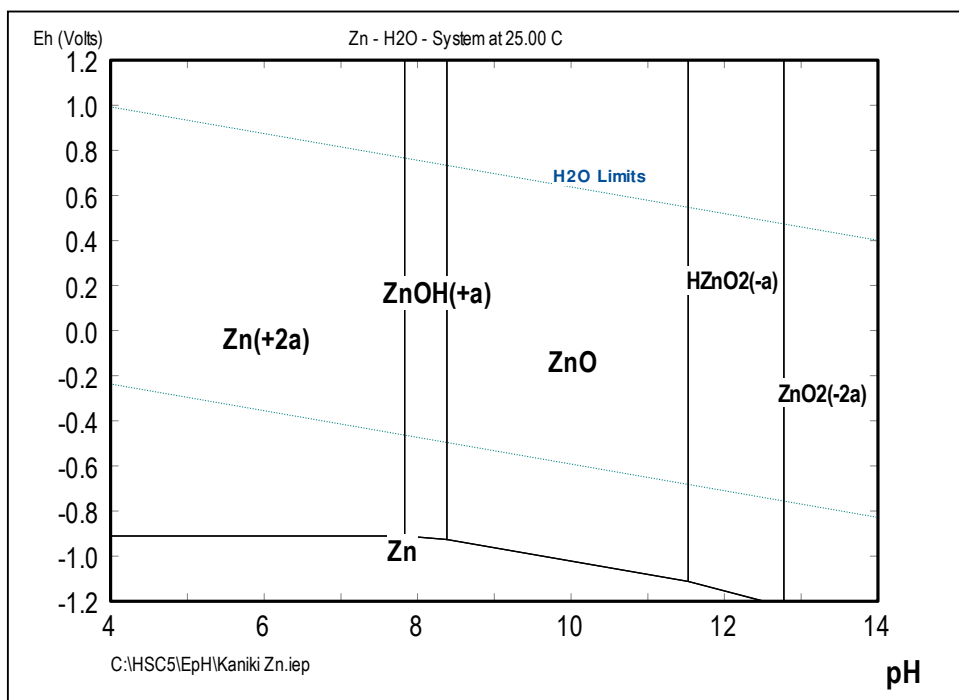


Figure V.16 Diagramme Eh-pH du Zn (1.10^{-5} M) dans H₂O à 25°C

L'étude cinétique réalisée en effectuant des prélèvements toutes les 20 minutes a permis d'obtenir les courbes présentées sur les figures V.17 et V.18. Ces courbes sont mieux ajustées par une fonction logistique. En mathématique, les fonctions logistiques sont des fonctions caractérisées par l'équation (V.8) :

$$f(x) = K \frac{1}{1 + ae^{-rx}} \quad (\text{V.8})$$

Où K et r sont des réels positifs et a est réel quelconque. Pour $a > 0$, leur courbe représentative a la forme d'un S ce qui fait qu'elles sont parfois appelées *sigmoïdes*.

Les fonctions logistiques ont été mises en évidence par PIERRE FRANÇOIS VERHULST (1804-1849) qui cherchait un modèle d'évolution de population non exponentielle comportant un frein en remplacement du modèle exponentiel de THOMAS MALTHUS (1766-1834) utilisé jusqu'alors. Dans le cas où la saturation est le phénomène qui limite le passage en solution des éléments, ce modèle conviendrait le mieux.

Les courbes cinétiques présentées sur les figures V.17 et V.18 montrent que :

- Le Cu et le Co, dans les rejets de pyrometallurgie, ont un profil cinétique semblable caractérisé par une solubilisation rapide. Le maximum de concentration est observé à partir de 60 minutes. Le comportement de ces éléments dans les rejets de concentration est différent. On observe une augmentation rapide de concentration au cours des 60 premières minutes. Ensuite, la concentration continue à augmenter légèrement et les paliers ne semblent pas être observés jusqu'à 120 minutes.
- Le Zn et le Mn ont un profil cinétique semblable. Le passage en solution est relativement lent pour les rejets de pyrometallurgie, mais il atteint plus ou moins le maximum de concentration après 100 minutes. Sur les rejets de concentration, on observe cependant une solubilisation plus ou moins rapide durant les 60 premières minutes ; mais qui devient faible après et le maximum n'est pas observé jusqu'à 120 minutes.
- Le profil cinétique du Pb est différent. La concentration n'augmente que très faiblement au cours du temps et le maximum de concentration n'est pas observé jusqu'à la fin de la durée fixée pour l'essai.

Ces observations permettent de conclure que les éléments analysés se trouveraient sous plusieurs formes avec des vitesses de solubilisation différentes. La solubilisation rapide serait attribuable aux sels hydrosolubles et aux éléments adsorbés. La solubilisation lente met en évidence la présence de composés très lentement solubles dans l'eau et dont les conditions d'équilibre ne peuvent être réalisées qu'au bout d'un temps suffisamment long. Le Pb, par exemple, devrait donc être essentiellement sous une forme non hydrosoluble. On peut remarquer aussi qu'en réalisant l'extraction sur les différents résidus de lixiviation on obtient des courbes cinétiques caractérisées par une mise en solution très lente. Les conditions d'équilibre dépendraient donc de la saturation et de la solubilité et non de l'épuisement des proportions lixiviables.

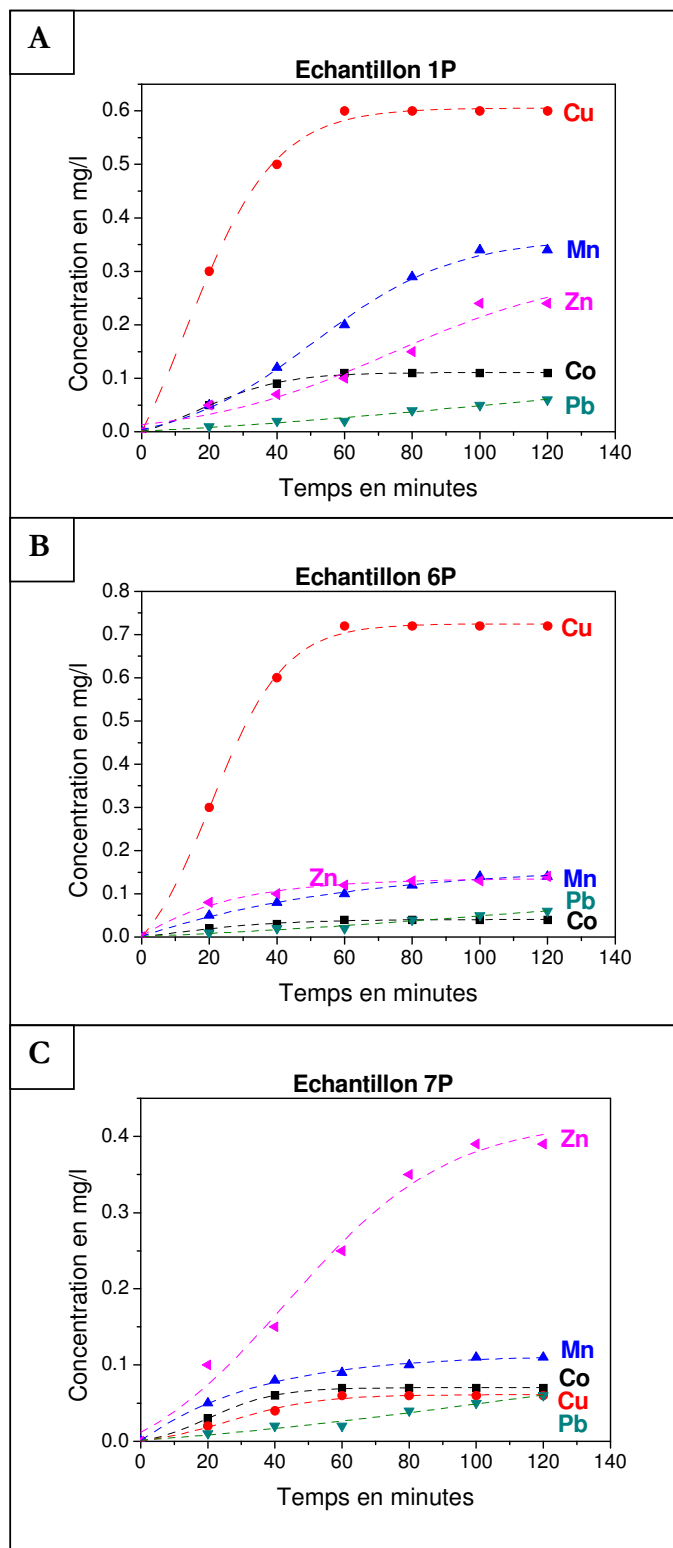


Figure V.17 Cinétique de lixiviation dans l'eau des rejets pyrométallurgiques

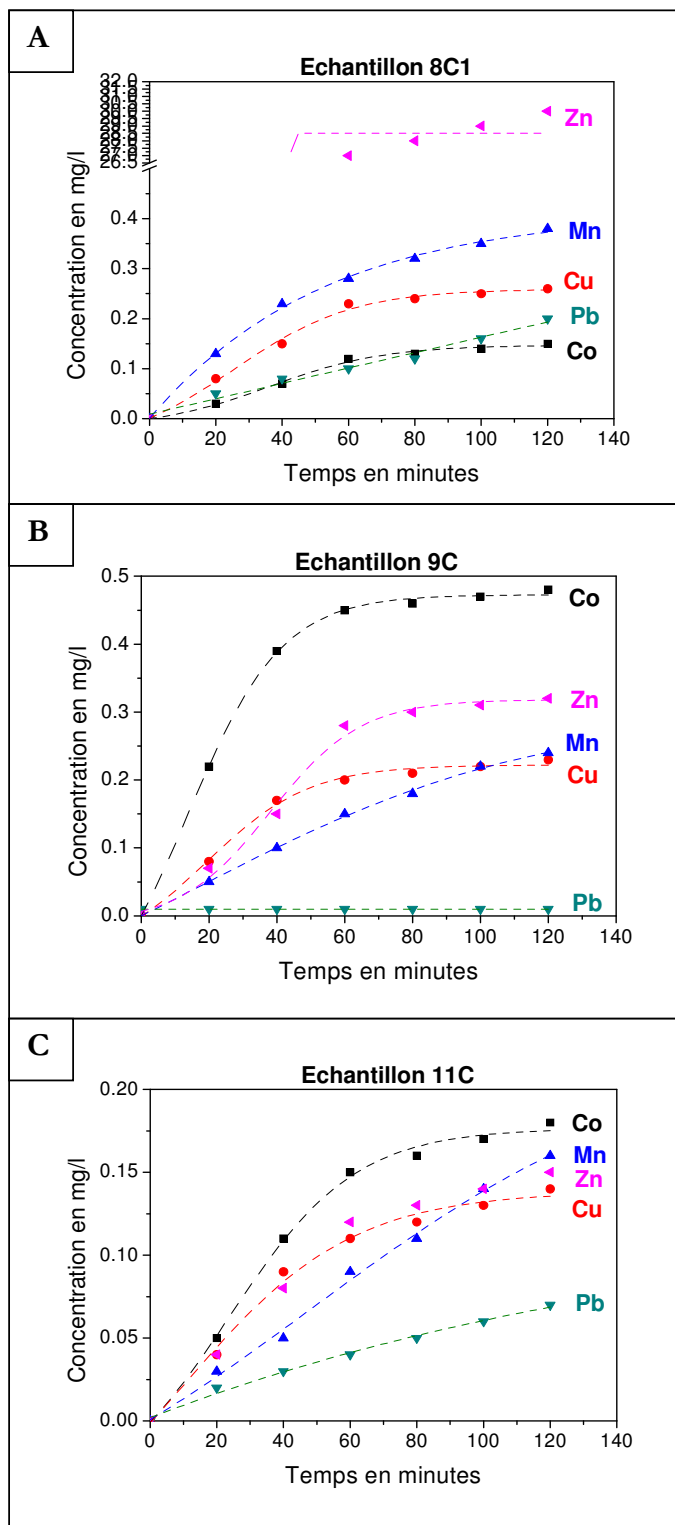


Figure V.18 Cinétique de lixiviation dans l'eau des rejets de concentration

Trois types de paramètres influencent la vitesse d'extraction :

- les paramètres liés aux réactants : granulométrie, concentration des réactifs, pH, rapport S/L, etc.
- les paramètres liés à l'appareillage : vitesse d'agitation et type d'agitation, dimensions de l'équipement, etc.
- les paramètres indépendants (des deux précédents) : par exemple le temps et la température.

Plusieurs études ont été consacrées à l'étude de l'influence de chacun de ces paramètres (ETTLER, 2000 ; VELBEL, 1990). La granulométrie est liée à la surface spécifique des particules du matériau. Plus les grains sont fins, c'est-à-dire la surface spécifique est grande, plus la vitesse d'extraction sera élevée (HLAVACKOVA, 2005 ; IMYIM, 2000). Pour la plupart des tests de lixiviation on doit broyer le matériau. La granulométrie des grains varie significativement selon les normes de lixiviation. Certains tests hollandais de lixiviation imposent que 95% des particules aient une taille inférieure à 125 μm (NEN 7341). En revanche, VAN DER SLOOT *et al.* (1994) proposent d'élever cette taille limite à 300 μm . L'idéal est d'appliquer le test sur le matériau tel qu'il est sans passer par une opération de broyage. Mais les conditions techniques, la variabilité granulométrique du matériau et la nécessité d'harmoniser les tests obligent à déterminer un intervalle dimensionnel d'applicabilité du test. On peut aussi considérer que le broyage soit appliqué, au même titre que l'agitation, par souci d'accélérer le processus dans le temps. Dans notre cas, la plupart de tests ont été réalisés sans rebroyage des échantillons, à l'exception de rejets pyrométallurgiques non granulés.

Il convient de préciser que l'influence de la granulométrie sur la cinétique ne doit pas être considérée comme l'influence sur le taux d'extraction. Si la granulométrie influence significativement la cinétique, il n'est pas évident que son influence sur le taux d'extraction soit aussi importante surtout lorsque les phénomènes d'adsorption sont négligeables. Lorsque les particules sont grossières, la lixiviation se fait d'abord en surface et se poursuit ensuite en profondeur à travers les microcavités laissées par les particules lixiviées.

Les paramètres température, pH et concentration, quoique normalisés, correspondent au scénario naturel dont il est question ici. L'agitation, comme déjà dit, est effectuée dans le but d'accélérer le processus dans le temps. Le seul paramètre qui pose problème devient ainsi le rapport solide/liquide. Un rapport S/L élevé conduit à un faible taux de lixiviation dû à la limite de saturation et à la faible dispersion. Un rapport trop bas est souhaité sauf s'il conduit à l'obtention de solutions très diluées susceptibles de passer en dessous de la limite de détection. Il doit évidemment permettre l'utilisation d'une quantité de matière convenable avec l'équipement de laboratoire. La situation naturelle correspond à un rapport S/L infiniment faible dans la mesure où une quantité donnée de rejet est soumise à une « infinité » des précipitations. Le rapport choisi (1/10) convient bien étant donné qu'aucune limitation due à la saturation ou à la mauvaise mise en suspension n'a été observée d'une part et d'autre part que les solutions obtenues n'ont pas été en dessous du seuil de détection. C'est d'ailleurs le rapport utilisé dans la plupart des tests normalisés (MEHU et ABDEIGHAFOUR, 2000).

Il est également acceptable de procéder par des lixiviations successives (systèmes de type semi-ouvert) où des états d'équilibre successifs sont atteints jusqu'à l'épuisement éventuel du contenu mobilisable (CEAEQ, 2003). Une telle procédure serait une alternative aux rapports S/L trop faibles lorsqu'on est en présence d'un matériau très lixiviable susceptible d'imposer l'utilisation d'un équipement de très grande taille.

Lorsqu'on veut étudier la lixivabilité du matériau à court terme, un ratio S/L élevé peut être appliqué. Une meilleure estimation de ce rapport S/L correspondant à un dépôt naturel consiste à faire le rapport entre la quantité totale des rejets et les précipitations sur le site pendant la période souhaitée. En ce qui concerne la plupart des sites du Katanga, ce rapport est proche de 10. Il est déterminé en calculant les précipitations annuelles correspondant à la surface occupée par les rejets sur le site et en faisant le rapport avec leur quantité (voir tableau V.17).

La plupart des tests de lixiviation sont basés sur un rapport S/L=1/10 (BLANCHARD, 2000 ; YONG *et al.*, 1992). On rencontre cependant des tests où ce rapport est abaissé jusqu'à 1/50 ou à 1/100. Les rapports trop bas, comme on l'a déjà dit, baissent la concentration des solutions obtenues avec le risque de descendre en dessous des limites de détection des méthodes analytiques. Comme ce rapport permet une interprétation de l'aspect temporel du taux de lixiviation la valeur à choisir doit dépendre de l'objectif poursuivi dans le test. Lorsqu'il s'agit de déterminer le taux de lixivabilité qui correspond à la quantité lixiviable à long terme il convient d'appliquer un rapport permettant d'obtenir une bonne dispersion des particules dans la solution. Les ratios élevés appliqués lorsqu'on désire étudier le potentiel de libération à court terme doivent tenir compte des conditions climatiques naturelles.

V.3. Extractions séquentielles

V.3.1. But

La connaissance de la proportion totale susceptible d'être solubilisée par l'eau ne suffit pas pour prévoir le risque de relargage des ETM, il faut en plus connaître les différentes formes chimiques ou les différentes liaisons existant entre ces polluants et les autres éléments de la matrice solide (BLANCHARD, 2000 ; ETTLER, 2000 ; HLAVACKOVA, 2005). On procède alors par extraction séquentielle qui consiste en la mise en solution des espèces chimiques présentes dans un échantillon solide sous l'action de plusieurs réactifs, de force croissante, qui sont mis en oeuvre successivement sur la même fraction d'échantillon.

Ces essais, plutôt que de mettre en évidence les fractions mobiles (ou mobilisables) dans le contexte ordinaire de percolation par l'eau, procèdent par séparations successives, pour catégoriser différentes fractions de façon à prédire leur lixivibilité en terme de scénario. Il s'agit en fait de déterminer en quelque sorte les phases supports responsables de la rétention des éléments dans la matrice solide.

Comme dit dans la partie bibliographique, de nombreux protocoles d'extraction séquentielle sont proposés dans la littérature. Ils diffèrent principalement par le nombre d'étages et le type de réactifs utilisés. Dans cette étude, nous avons choisi le protocole développé par le BCR (actuellement « Standards, Measurements and Testing Programme ») qui a eu pour objectif d'uniformiser les procédures d'extraction et ainsi de faciliter la comparaison des données au niveau européen. Il est composé de trois étapes permettant de distinguer les fractions suivantes :

- (1) Fraction « échangeable » soluble dans l'eau et en milieu acide ;
- (2) Fraction « réductible » constituée des ETM liés aux oxydes de Fe et de Mn ;
- (3) Fraction « oxydable » composée des ETM liés à la matière organique et aux sulfures.

V.3.2. Protocole expérimental

Après échantillonnage et prétraitement comme présenté dans le chapitre précédent, 5 g d'échantillons sont prélevés et la lixiviation est réalisée successivement à l'aide de CH_3COOH , $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, H_2O_2 et $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ dans les conditions suivantes :

-Concentrations des réactifs :

CH_3COOH : 0,11 M et pH 2,85

$\text{NH}_2\text{OH.HCl}$: 0,1 M et pH 2

H_2O_2 : 8,8 M suivi de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 1,0 M et pH 2

-Rapport S/L : 1/40

-Durée : 16 heures

-Température ambiante : $\pm 20^\circ\text{C}$

Deux modes d'agitation ont été utilisés : l'agitation électromécanique et l'agitation magnétique. L'influence de l'agitation n'a pas été remarquée. Le taux d'extraction (en %) est

calculé en faisant le rapport entre la quantité extraite (en solution) et celle présente initialement dans le rejet. L'essai étant de longue durée, l'étude cinétique n'a pas été réalisée.

V.3.3. Résultats et interprétations

Le tableau V.9 et les figures V.19 à V.22 montrent les proportions des éléments dans chaque fraction extraite.

Tableau V.9 Taux d'extraction obtenus à l'extraction séquentielle

Fractions	Echant.	Taux d'extraction en %				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
F1	1P	13,9	5,1	1,4	0,2	6,5
	7P	1,1	1,6	0,2	0,8	1,0
	8C1	5,1	39,0	11,9	16,0	59,6
	9C	6,8	0,8	9,7	0,8	5,6
F2	1P	3,3	1,9	11,4	1,9	3,7
	7P	30,0	5,7	5,7	2,2	2,6
	8C1	5,0	8,0	27,5	14,8	6,4
	9C	4,4	4,4	44,4	3,0	6,3
F3	1P	1,2	1,4	2,0	0,0	2,8
	7P	0,9	0,0	0,0	0,0	0,6
	8C1	3,3	2,5	7,5	4,6	5,1
	9C	0,8	0,7	6,9	0,0	0,0
Résiduelle	1P	81,6	91,6	85,2	97,9	87,0
	7P	68,0	92,7	94,1	97,0	95,8
	8C1	86,6	50,5	53,1	64,7	38,4
	9C	88,0	94,1	39,0	96,2	88,1

Les phénomènes suivants justifient les différentes fractions obtenues :

-Etape 1 (F1): Lixiviation des fractions échangeables, hydrosolubles et acido-solubles. L'acide acétique est utilisé à une concentration suffisante pour pousser la dissolution jusqu'aux carbonates (précipités et coprécipités) sans dissoudre la matière organique et les minéraux argileux.

-Etape 2 (F2): Mise en solution des éléments associés aux composés réductibles (hydroxydes et oxydes de fer et de manganèse) (TESSIER *et al.*, 1979). L'hydrochlorure d'hydroxylamine est choisi pour attaquer les oxyhydrates sans attaquer les minéraux siliceux ni la matière organique. Le maintien d'un pH faible permet de limiter les phénomènes de réadsorption.

-Etape 3 (F3): Oxydation des composés organiques (dérivés alcooliques, carboxyliques, etc.) et libération des éléments associés. La sous-étape d'addition d'acétate d'ammonium permet d'éviter la réadsorption des cations métalliques sur les minéraux à sites échangeables après oxydation de la matière organique.

Les résultats du tableau V.9 et les figures V.19 à V.22 montrent que:

- Echantillon 1P : Les proportions mobilisables (jusqu'à environ 15%) des éléments Co, Cu et Zn sont associées à la fraction F1. Les éléments Pb et Mn mobilisables sont essentiellement associés aux formes réductibles. Une faible association aux fractions oxydables est observée pour tous les éléments. La majeure partie d'éléments reste dans les fractions résiduelles. La séquence de mobilité serait : $Co > Mn > Zn > Cu > Pb$.

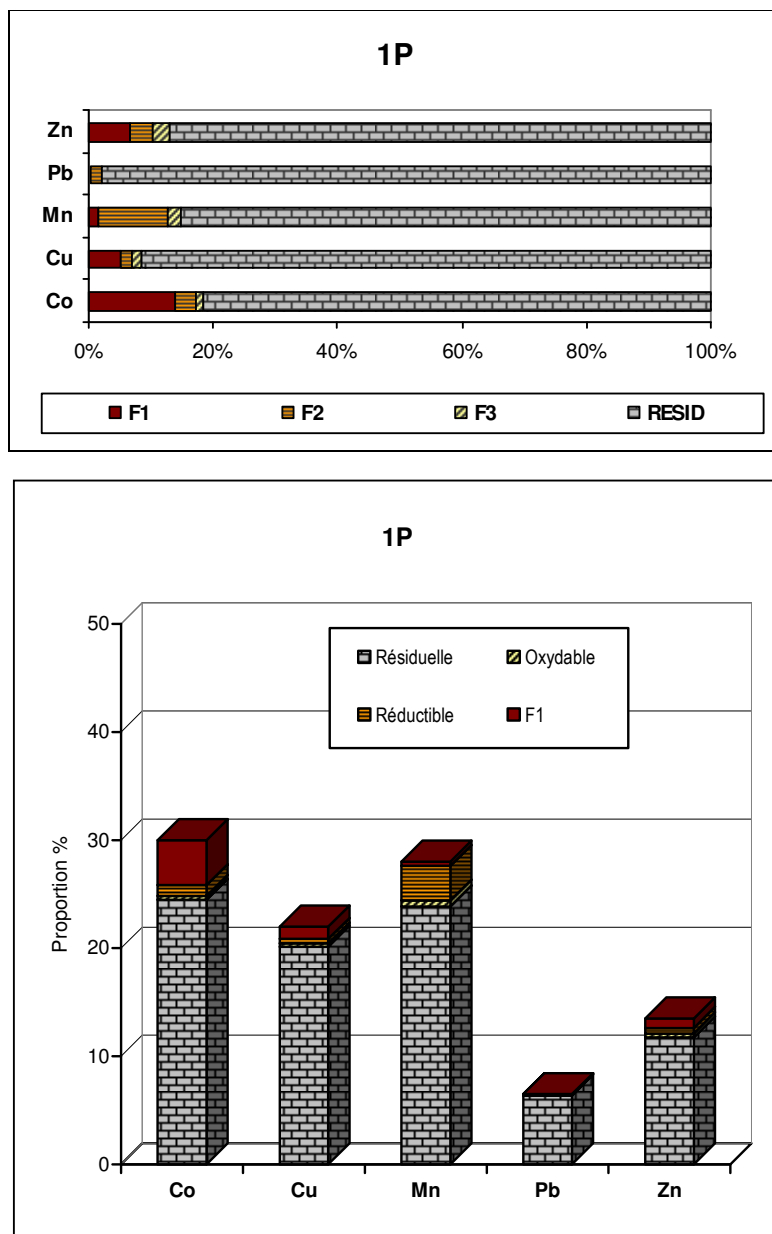


Figure V.19 Répartition des éléments dans les différentes fractions de 1P

- Echantillon 7P : Les proportions mobilisables sont essentiellement associées aux fractions réductibles. Le Co affiche une mobilité potentielle (30%) supérieure à celle de tous les autres éléments. On n'observe pas d'association avec les fractions oxydables. Ceci serait dû à la très faible teneur en matière organique (0,02%). La séquence de mobilité serait : $Co > Cu > Mn > Zn > Pb$.

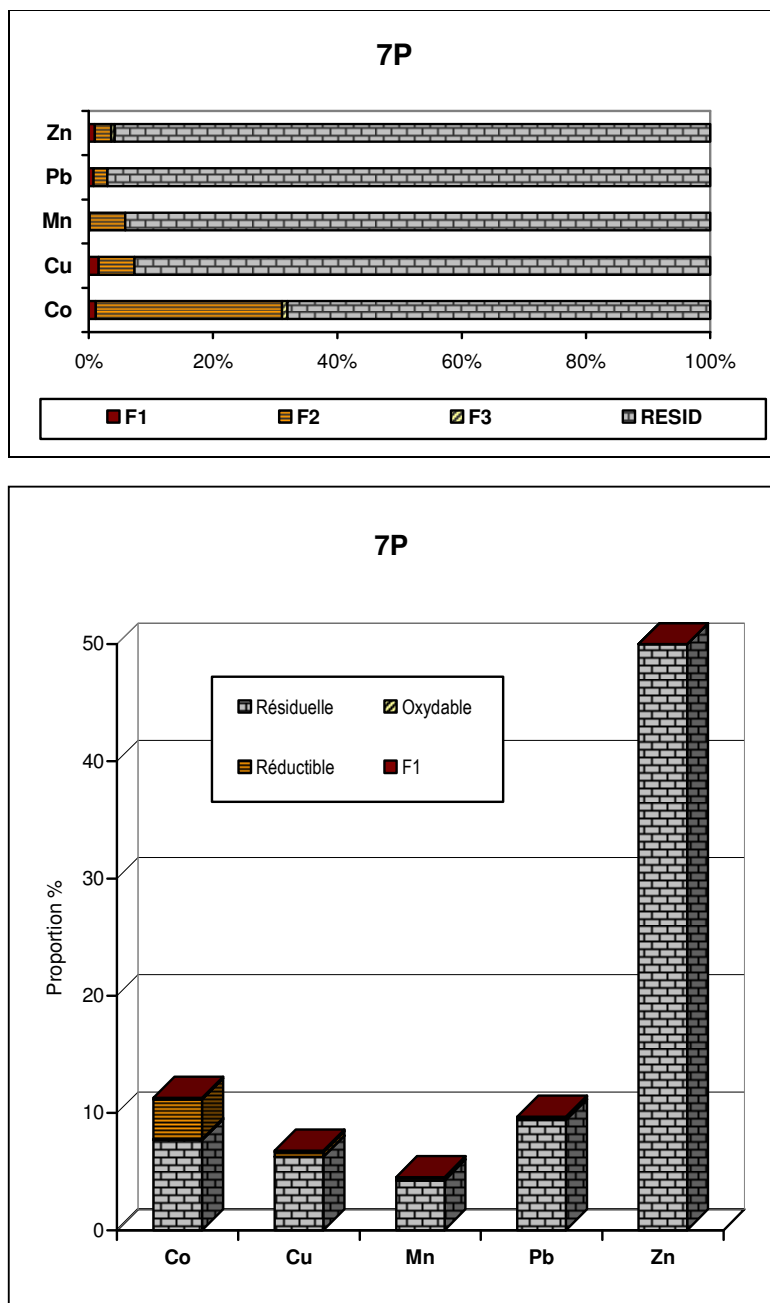


Figure V.20. Répartition des éléments dans les différentes fractions de 7P

- Echantillon 8C1 : Les proportions mobilisables des éléments Cu et Zn sont en grande partie associées à fraction F1. Le Co mobilisable semble être équitablement réparti entre les trois fractions. A la grande différence des RP, on observe ici une association relativement importante avec les fractions réductibles. La séquence de mobilité serait : Mn>Zn>Cu>Pb>Co.

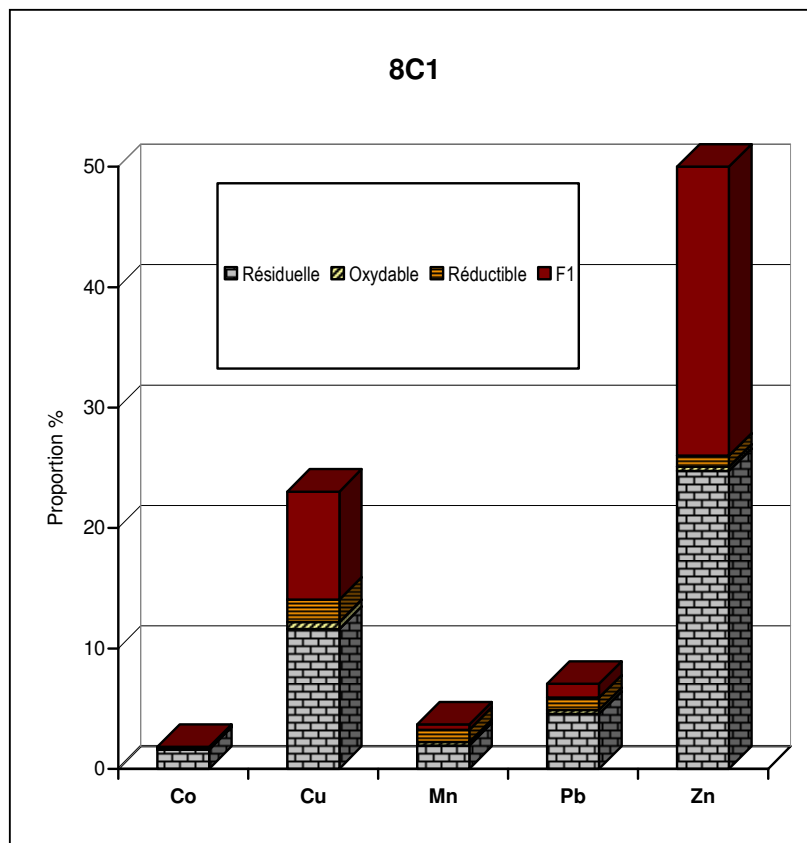
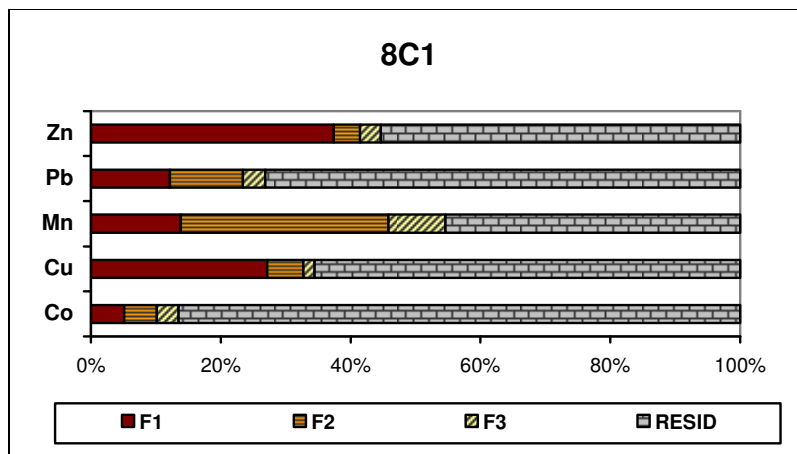


Figure V.21. Répartition des éléments dans les différentes fractions de 8C1

- Echantillon 9C : Le Mn affiche une très grande mobilité potentielle associée aux fractions F1, F2 et F3. Le Pb et le Zn mobilisables ne semblent pas du tout être associés aux formes oxydables ; le Co et le Cu ne le sont qu'en faible proportion. La séquence de mobilité serait : $Mn > Co > Zn > Cu > Pb$.

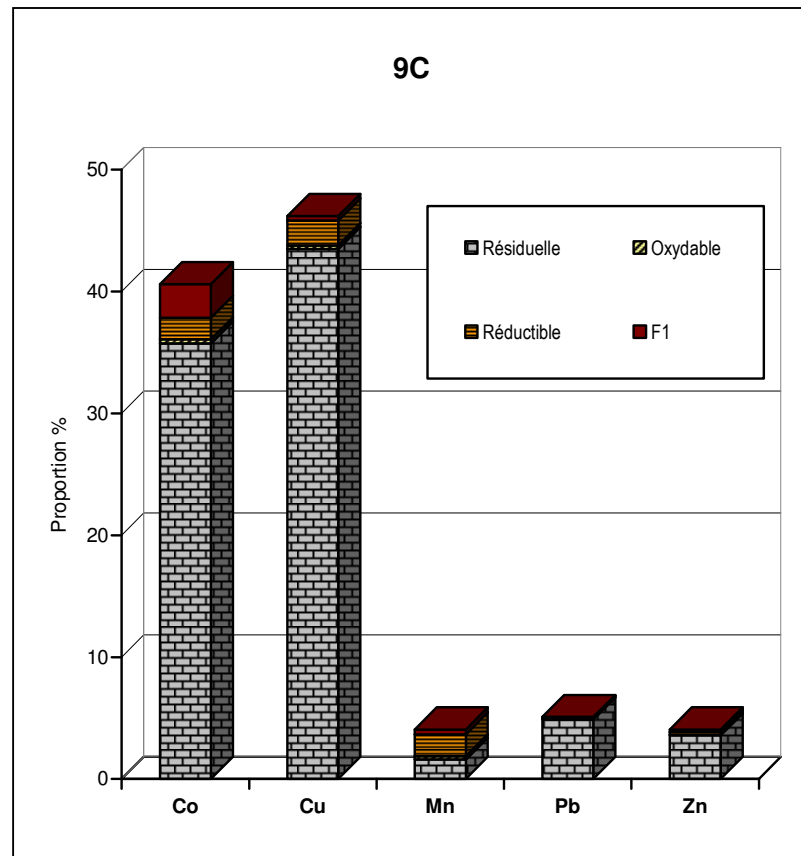
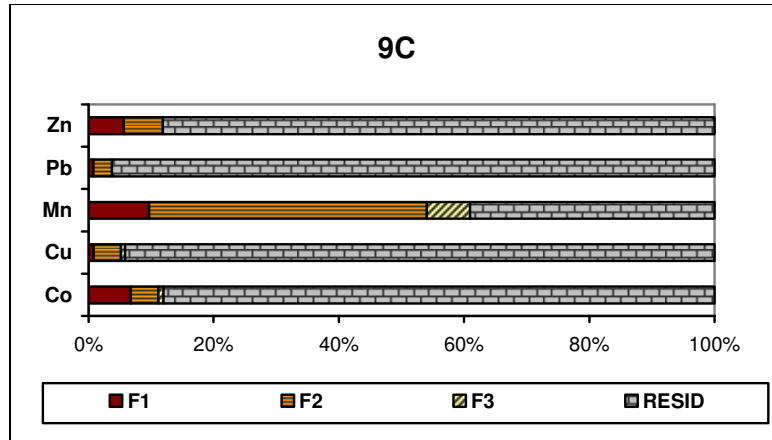


Figure V.22. Répartition des éléments dans les différentes fractions de 9C

L'ensemble des résultats obtenus par extraction séquentielle montre que les rejets de pyrometallurgie peuvent afficher un taux de lixivibilité pouvant atteindre 30%. Ceux de concentration ont une lixivibilité qui peut s'élever jusqu'à 60% du contenu total. Les proportions mobilisables de l'échantillon 1P sont quasiment associées aux fractions F1 et F2 ; tandis que celles de l'échantillon 7P sont presque exclusivement associées aux fractions F2. L'importance de la matière organique, et éventuellement des sulfures, est mieux observée sur les échantillons 8C1 et 9C particulièrement avec le Mn. On peut observer une certaine similitude dans le comportement des éléments quel que soit le type d'échantillon. Le Co est associé aussi bien à la fraction F1 qu'à la fraction F2. Le Cu semble être soit associé (en grande partie) à F1 soit à F2 suivant les échantillons considérés. Le Mn et le Pb semblent également être particulièrement associés à la fraction F2 quelle que soit la nature de l'échantillon. On observe enfin que le Co, le Cu et le Zn ne sont presque pas du tout associés à la fraction F3.

Trois reproches majeurs peuvent être formulés à l'endroit des tests d'extraction séquentielle (ETTLER *et al.*, 2004 ; MARGUI *et al.*, 2004 ; NURMESNIEMI *et al.*, 2005) ; le premier concerne le manque de sélectivité des réactifs. Les phases solides visées ne sont pas les seules attaquées. Un réactif très puissant peut attaquer (même partiellement) d'autres phases et conduire finalement à une surestimation de la fraction visée. L'étude de BOURG (1987) a montré que le $MgCl_2$ utilisé pour dissoudre les éléments échangeables dissout également une partie non négligeable des carbonates et de la matière organique. Le deuxième est la dissolution incomplète des phases ciblées : aucun réactif ne peut entièrement dissoudre une phase donnée (ou alors seulement en endommageant d'autres phases : manque de sélectivité) (QUEVAUVILLER, 2007). Il en découle une sous-estimation de la phase visée. Le troisième concerne la réadsorption ou la redistribution des éléments concernés, qui, relâchés durant l'extraction, peuvent se réadsorber sur des particules de la phase solide restante avant la séparation des phases aqueuse et solide. Les fractions de polluant mis en solution ne sont alors plus représentatives de la spéciation des éléments (YONG *et al.*, 1992). Des études pour empêcher le phénomène de redistribution, notamment par l'emploi de chélatants ou la réduction du temps de contact sont en cours. Elles débordent du cadre de cette étude.

Bien que reprochés, et parfois même controversés, les tests d'extraction séquentielle demeurent des méthodes faciles d'application et susceptibles d'apporter de nombreuses informations sur la spéciation des ETM dans la matrice solide. Il suffit de s'en servir avec rationalité en accordant une importance à la « philosophie du test » et à l'interprétation du mode opératoire adopté.

La multiplicité des modes opératoires dans ce domaine est le résultat d'une recherche permanente, et peut-être obstinée, d'un protocole entièrement sélectif. Mais, comme on l'a déjà dit, aucun schéma d'extraction n'est sélectif et ne peut vraiment le devenir. Les aspects de comparabilité, non spécifiquement abordés dans ce travail, peuvent être consultés dans une large littérature consacrée (SASTRE *et al.*, 2002 ; ETTLER *et al.*, 2004 ; TOKALIOGLU *et al.*, 2003 ; VAN DER SLOOT, 2000 ; MARGUI *et al.*, 2004 ; NURMESNIEMI *et al.*, 2005).

V.4. Toxicity Characteristic Leaching Procedure

V.4.1. Portée et objet du test

Présenté au premier chapitre du présent travail, la *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) ou « Méthode de Lixiviation pour déterminer les Caractéristiques de la Toxicité » a été développée en 1986 aux Etats-Unis par l'EPA (Environmental Protection Agency) pour être applicable à la caractérisation environnementale des rejets solides, liquides et gazeux aussi bien du règne minéral que du règne organique (CEAEQ, 2005 ; US-EPA, 1995). Ce test est l'un des plus répandus. Il est précis et détaillé et a un caractère légal dans plusieurs pays (Canada, Pays-bas, Thaïlande, Japon, Australie, etc.). Plusieurs variantes ont par la suite été développées par diverses équipes de recherche dans le but de répondre à certaines critiques ou encore dans le but de l'adapter à des contextes particuliers. La méthode initiale élaborée par l'US EPA, dite méthode 1311, est celle qui est appliquée dans ce travail. On peut également signaler que c'est la méthode exigée dans la législation de la R.D. Congo lorsqu'il s'agit de classer les résidus miniers dans les catégories « rejets lixiviables » ou « rejets à risques élevés ». Aux USA comme dans d'autres pays (Canada, Australie, Thaïlande, etc.), ce test est appliqué afin d'établir si un déchet peut être considéré comme dangereux. La philosophie développée au Pays-bas est cependant un peu différente, plutôt que d'établir la « dangerosité » du déchet, le test est mis en œuvre afin de déterminer la disponibilité à la lixiviation et la capacité à la neutralisation des contaminants contenus dans un déchet.

V.4.2. Protocole expérimental

Après échantillonnage et prétraitement comme présenté dans le chapitre précédent, 20 g d'échantillons sont prélevés et la lixiviation est réalisée pendant 18 ± 2 heures sur une suspension préparée dans un rapport S/L égal à 1/20 sous agitation continue à température ambiante (DERMATAS *et al.*, 2006 ; HALIM *et al.*, 2003 ; HARDAWAY *et al.*, 1999). Suivant l'alcalinité du matériau, la solution de lixiviation est soit un mélange tampon acide (solution N°1, $\text{pH}=4,93 \pm 0,05$) soit une solution de CH_3COOH de concentration 0,1 M (solution N°2, $\text{pH}=2,88 \pm 0,05$). Le « pré-test » permettant de déterminer l'alcalinité du matériau est réalisé dans les conditions suivantes :

5 g d'échantillon non séché sont mis dans 96,5 ml d'eau distillée, couverts, agités vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 5 minutes, puis mélangés avec 3,5 ml d'une solution de HCl 1 N et portés à $50^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ pendant 10 minutes. La mesure du pH est faite après refroidissement et homogénéisation. Les échantillons dont le pH est inférieur à 5 sont lixiviés par la solution N°1, tandis que ceux dont le pH est supérieur à 5 sont lixiviés par la solution N°2.

Le protocole normalisé exige que les échantillons soient broyés jusqu'à ce que toutes les particules passent à travers un tamis de 9,5 mm. Ce broyage n'a pas été nécessaire en ce qui concerne nos échantillons étant donné que la granulométrie de nos échantillons était déjà en dessous de cette valeur. Deux modes d'agitation ont été utilisés : l'agitation électromécanique et l'agitation magnétique. L'influence de l'agitation n'a pas été mise en évidence.

V.4.3. Résultats et interprétations

Le tableau V.10 donne les résultats de la mesure du pH effectuée au cours du pré-test sur les solutions après refroidissement. Le pré-test a pour but d'évaluer le pouvoir acide/base du rejet et la valeur du pH de la solution d'extraction est choisie pour ne pas s'écarter des conditions naturelles.

Tableau V.10 pH des rejets mesuré au cours du pré-test

N°	Echantillons	pH	E.M. ²⁸	Nombre d'essais
1	1P	3,5	0,04	6
2	6P	4,6	0,06	4
3	7P	3,4	0,02	3
4	8C1	5,4	0,07	4
5	9C	1,9	0,20	6
6	11C	1,3	0,22	6
7	13H	1,5	0,01	3

D'après les résultats du tableau V.10, seul l'échantillon 8C1 doit être traité par l'acide acétique (solution N°2), car il a un pH supérieur à 5. Les autres sont traités par la solution N°1. Le fait que le pH de la solution de pré-test obtenu avec l'échantillon 8C1 soit supérieur à 5 peut s'expliquer par son fort pouvoir neutralisant attribuable à la nature dolomitique de sa gangue. On peut remarquer sur le graphique de la figure V.23 que les valeurs élevées de pH de solution de pré-test sont associées à des teneurs élevées en carbonates ou en CaO+MgO. La teneur élevée en carbonates de l'échantillon 8C1 est évaluée à partir des teneurs en CaO et MgO ou à partir de la teneur en CO₂. Le tableau V.11 donne les concentrations des solutions obtenues après lixiviation suivant la TCLP.

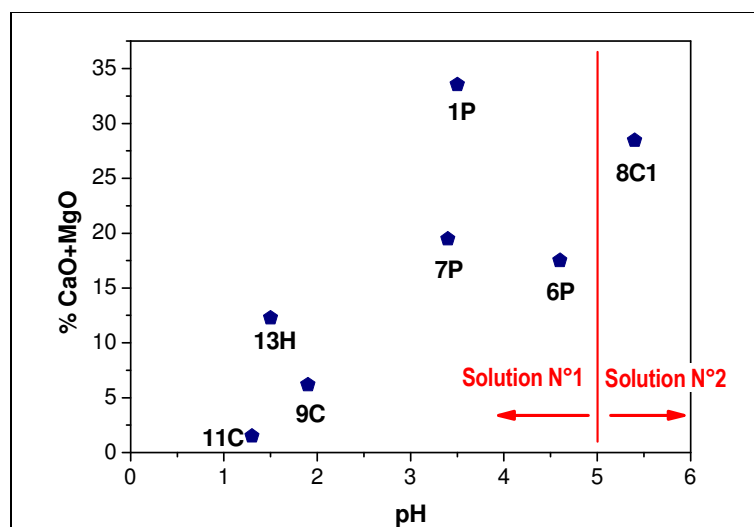


Figure V.23. pH des solutions de pré-test et teneurs des échantillons

²⁸ E.M. : écart-moyen.

Tableau V.11 Concentration des ETM dans les solutions extraites par TCLP

N°	Echantillons	Concentration des solutions d'extraction (mg/l)				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1	1P	33,00	8,20	3,10	0,10	7,00
2	6P	10,70	248,00	1,80	0,10	0,50
3	7P	1,60	1,30	0,10	0,90	8,00
4	8C1	1,20	116,00	5,70	15,00	500,00
5	9C	21,00	2,70	3,10	0,30	1,80
6	11C	4,10	4,00	1,50	0,10	0,20
7	13H	64,0	45,00	3,30	0,90	1,40

La TCLP étant un test réglementaire de conformité, on peut essayer de comparer les concentrations obtenues (tableau V.11) avec les normes pour avoir une première appréciation des caractéristiques des échantillons. Des éléments analysés, seul le Pb est réglementé. La valeur seuil est de 5 mg/l (US EPA, 1980 ; CORUH et ERGUN, 2006). Au delà de cette valeur, le rejet est considéré comme dangereux. Les valeurs du tableau V.11 montrent que l'échantillon 8C1 peut être considéré comme dangereux car la concentration obtenue, soit 15 mg/l, est trois fois supérieure à la limite. Il convient également de signaler que le terme « dangereux » est utilisé pour désigner l'existence de risque vis-à-vis de l'être humain et de l'environnement lorsque des mesures spécifiques de transport, stockage ou gestion ne sont pas prises. Une des limites de l'applicabilité de la TCLP est le nombre très réduit d'ETM réglementés. En effet, sur une vingtaine d'ETM, seuls neuf sont réglementés. Il s'agit de : As, Ba, B, Cd, Cr, Hg, Pb, Se et U. Pour les autres éléments, même si leur caractère toxique a déjà été mis en évidence, les recherches n'ont pas encore permis d'établir leur limite réglementaire. On peut aussi remarquer qu'il est possible, par simple calcul, de montrer qu'un rejet n'est pas dangereux au regard de ce test. En effet, il suffit de comparer la valeur seuil à la concentration qu'on aurait avec un taux de dissolution de 100%.

Tableau V.12 Taux d'extraction obtenus par TCLP

Echantillons	Taux d'extraction TCLP en %				
	Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1P	13,75	4,66	1,38	0,19	6,48
6P	5,94	16,53	2,14	0,19	0,30
7P	1,14	1,55	0,18	0,75	0,95
8C1	5,00	38,67	11,88	16,30	59,52
9C	6,56	0,74	9,69	0,75	5,63
11C	1,03	9,09	4,69	0,42	0,21
13H	43,24	15,00	11,79	1,73	1,84

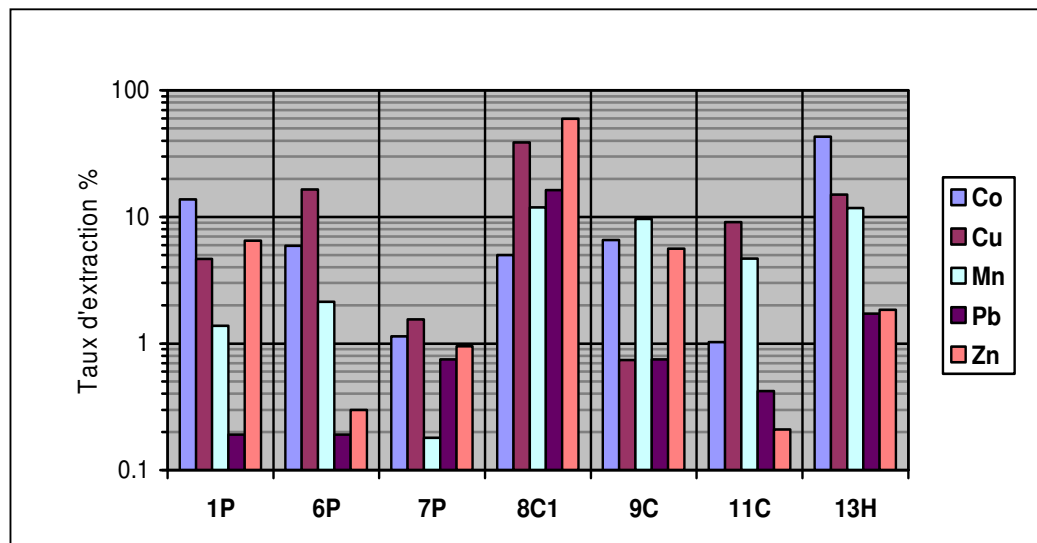


Figure V.24. Répartition des éléments dans les différentes fractions extraites sur 1P

Le tableau V.12 donne les taux d'extraction obtenus par TCLP. Ces résultats, représentés sur le graphique de la figure V.24, montrent que les rejets de pyroméallurgie sont aussi lixiviables que les rejets des concentrateurs et les résidus d'hydroméallurgie ; et parfois même plus lixiviables. Les valeurs élevées sont observées pour le Zn sur l'échantillon 8C1 (59,52%) et pour le Co sur l'échantillon 13H (43,24%). La grande différence de lixivibilité entre éléments nécessite une échelle logarithmique en ordonnée.

On peut également comparer les taux d'extraction obtenus par TCLP avec ceux obtenus dans le scénario ordinaire (lixiviation à l'aide de H₂O et CaCl₂). Le tableau V.13 montre que les taux initialement compris entre 0,02% et 0,4% pour les rejets de pyroméallurgie passent à des valeurs supérieures à 16%. Alors qu'ils étaient inférieurs à 3% pour les rejets des concentrateurs, ils passent à des valeurs proches de 60%. Le minimum dans le scénario ordinaire (0,02%) est élevé au moins 10 fois (0,2%).

Tableau V.13 Comparaison des taux d'extraction obtenus par extraction unique

Echant.	Taux d'extraction en %														
	Co			Cu			Mn			Pb			Zn		
	H ₂ O	CaCl ₂	TCLP	H ₂ O	CaCl ₂	TCLP	H ₂ O	CaCl ₂	TCLP	H ₂ O	CaCl ₂	TCLP	H ₂ O	CaCl ₂	TCLP
1P	0,04	0,39	13,75	0,28	0,30	4,66	0,12	0,13	1,38	0,11	0,44	0,19	0,19	0,10	6,48
6P	0,02	0,05	5,94	0,04	0,03	16,53	0,14	0,11	2,14	0,11	0,28	0,19	0,31	0,09	0,30
7P	0,04	0,25	1,14	0,05	0,04	1,55	0,16	0,24	0,18	0,05	0,18	0,75	0,03	0,16	0,95
8C1	0,57	0,84	5,00	0,08	0,07	38,67	0,72	0,65	11,88	0,21	0,34	16,30	2,77	0,42	59,52
9C	0,13	0,45	6,56	0,05	0,06	0,74	0,80	0,90	9,69	0,00	0,53	0,75	1,06	1,09	5,63
11C	0,04	0,05	1,03	0,28	0,35	9,09	0,53	0,59	4,69	0,20	0,86	0,42	0,37	0,51	0,21
13H	35,98	11,25	43,24	38,19	12,45	15,00	21,69	4,97	11,79	1,36	0,35	1,73	8,25	1,94	1,84

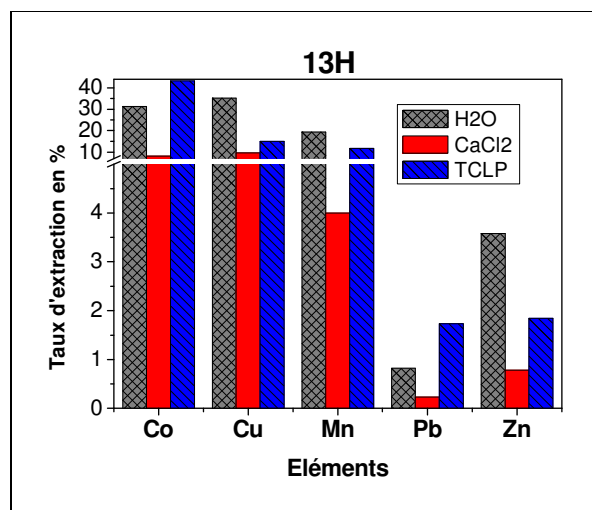


Figure V.25. Comparaison des taux d'extraction pour l'échantillon 13H

Les graphiques des figures V.25 à V.27 montrent que les taux d'extraction obtenus par TCLP sont plus élevés que ceux obtenus par extraction simple dans un scénario ordinaire d'extraction à l'aide de H₂O ou de CaCl₂ sur les rejets de pyrométallurgie et de concentration. Cependant, sur l'échantillon d'hydrométallurgie (13H) la TCLP semble conduire à des taux d'extraction relativement comparables à ceux obtenus dans le scénario ordinaire. Parfois, ces taux sont même inférieurs à ceux obtenus dans un scénario ordinaire.

Le taux d'extraction TCLP inférieur à celui du scénario ordinaire traduit l'influence de la solubilité des différents éléments sur un élément essentiellement sous forme hydrosoluble. C'est le cas de Cu, Mn et Zn dans l'échantillon 13H. En effet, on observe qu'ils sont extraits à des taux plus élevés dans un scénario ordinaire que par TCLP. On constate aussi que parfois, les différents tests conduisent à des taux d'extraction presque identiques. C'est le cas du Mn dans l'échantillon 7P ou celui du Zn dans l'échantillon 11C. Cette situation peut signifier que l'élément concerné est essentiellement sous forme hydrosoluble dans une solution où les autres éléments sont à des concentrations tellement faibles qu'ils n'influencent pas sa solubilité.

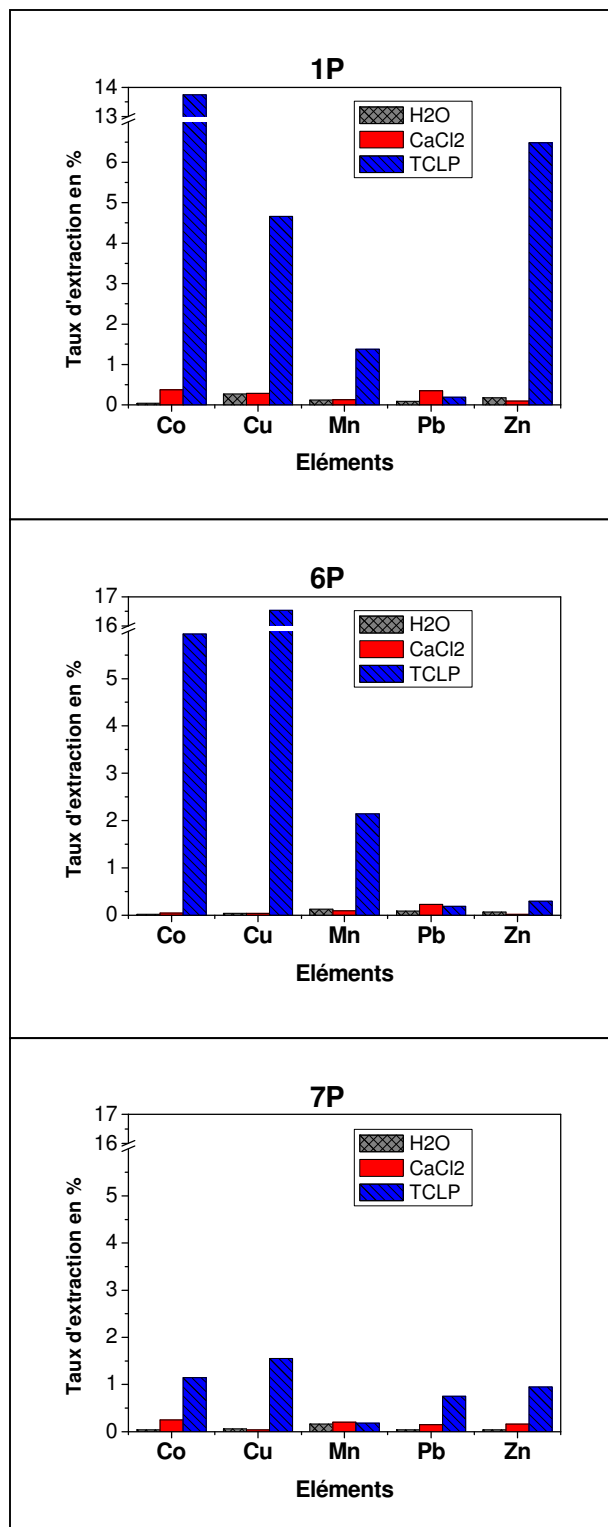


Figure V.26. Comparaison des taux d'extraction pour les rejets de pyrometallurgie

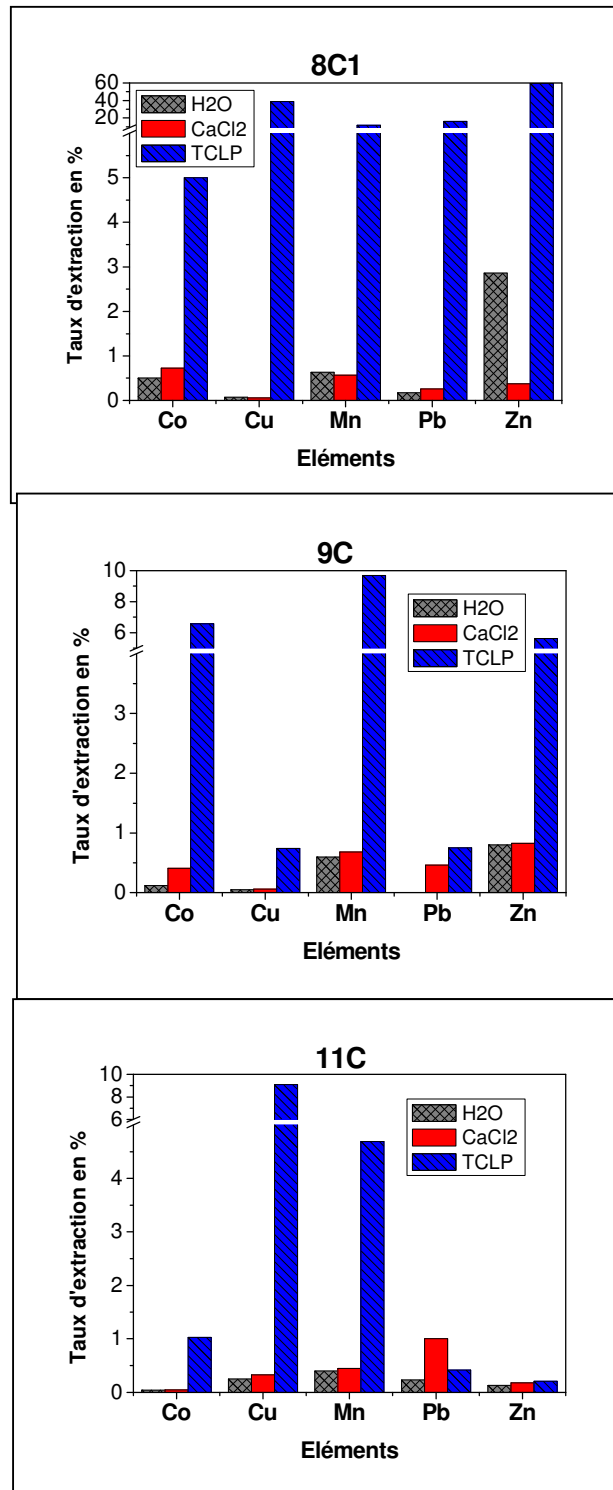


Figure V.27. Comparaison des taux d'extraction pour les rejets de concentration

Depuis quelques années, l'application de la TCLP dans l'évaluation du comportement des rejets industriels a été fort limitée car ce test est construit pour simuler les conditions de décharges des ordures ménagères (SOUHAIL *et al.*, 2005 ; HALIM *et al.*, 2003). La TCLP ne considère pas la grande alcalinité des rejets et la mise en décharge des rejets dans un système « monofill ». Les rejets de traitement de minerais ainsi que d'autres rejets utilitaires ne sont pas toujours mis en décharge avec les ordures ménagères et par conséquent ne devraient pas être soumis à des conditions de lixiviation acide. L'utilisation de l'acide acétique surestimerait le contenu des lixiviats comparativement aux conditions neutre ou basique dans les « monofill », et une mauvaise classification des rejets conduirait à un traitement pas toujours nécessaire. Les rejets à grande capacité de neutralisation acide peuvent également neutraliser très rapidement l'acidité des solutions d'extraction et conduire à un pH d'équilibre élevé qui provoquerait la précipitation de certains éléments métalliques.

En outre, pour des procédés qui génèrent des rejets solides monolithiques, tels que la pyrometallurgie sans granulation des scories, la réduction granulométrie requise par le test conduirait également à une surestimation du potentiel polluant. Un broyage non contrôlé est susceptible de modifier les propriétés superficielles et même massiques des minéraux. La dissipation d'énergie lors de la fracturation engendre des phénomènes d'altération superficielle et d'amorphisation et peut même modifier les propriétés chimiques des minéraux (BLAZY et JDID, 2000). L'amorphisation et l'hypersolubilité sont les conséquences premières des désordres apportés par le broyage non contrôlé des minéraux. Un broyage prolongé apporte un désordre qui se manifeste dans la structure cristalline par une dégradation de la périodicité. La TCLP apparaît ainsi, dans ce cas, comme simulant des scénarios prudents plutôt que des conditions réelles.

D'autre part, HOOPER *et al.* (1998)²⁹ ont montré que la TCLP pouvait sous-estimer la concentration des éléments susceptibles de former des oxyanions tels que Sb, As, Mo, Se et V, particulièrement à des valeurs élevées de pH, parce que ils seraient complexés avec l'ion acétate contrairement aux composés organiques rencontrés réellement dans les lixiviats des rejets municipaux.

En comparant les taux d'extraction TCLP avec la fraction F1 de l'extraction séquentielle, on constate une bonne corrélation (figure V.28 et V.29) malgré la différence du rapport S/L dans le mode opératoire. Ce qui confirme l'hypothèse d'une bonne dispersion au delà d'un rapport S/L supérieur à 1/10.

²⁹ Cité par (Halim *et al.*, 2003)

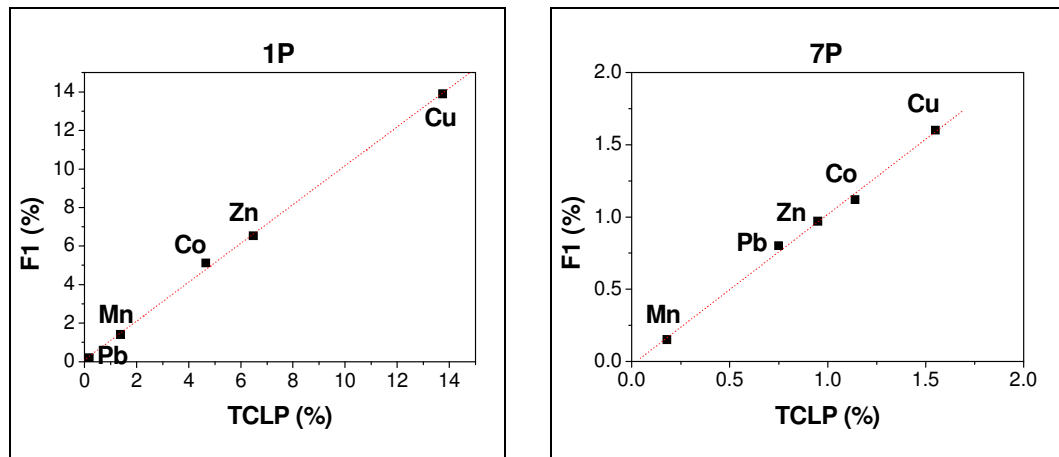


Figure V.28. Corrélation F1 et TCLP pour quelques échantillons de pyrométallurgie

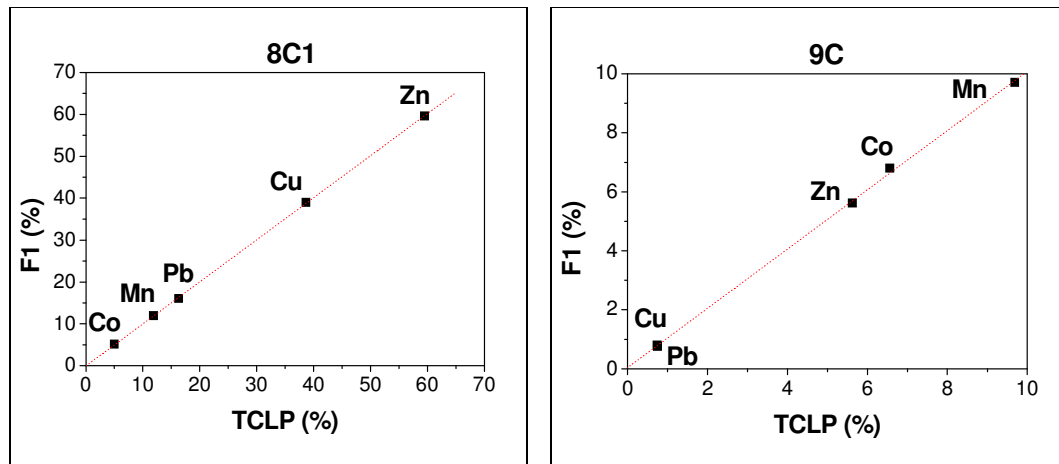


Figure V.29. Corrélation F1 et TCLP pour quelques échantillons de concentration

Les graphiques de la figure V.30 montrent l'influence du pH sur la lixivabilité pour chaque élément. Cette influence est spécifique à chaque échantillon. Autrement dit, chaque élément a une spéciation spécifique qui varie d'un échantillon à l'autre. Ce genre de graphique permet de comparer le comportement des différents éléments dans divers échantillons. On constate par exemple que la spéciation du Cu dans 9C et 7P est semblable ; alors qu'elle est très différente pour 1P et 8C1. La grande lixivabilité d'un échantillon pour un élément donné se traduit par une courbe située au dessus des autres. C'est le cas de l'échantillon 8C1 dont la grande lixivabilité s'observe par la position de sa courbe représentative au dessus de celles des autres échantillons. Il en est de même de la faible lixivabilité de l'échantillon 7P dont la courbe représentative est en dessous de celles des autres échantillons.

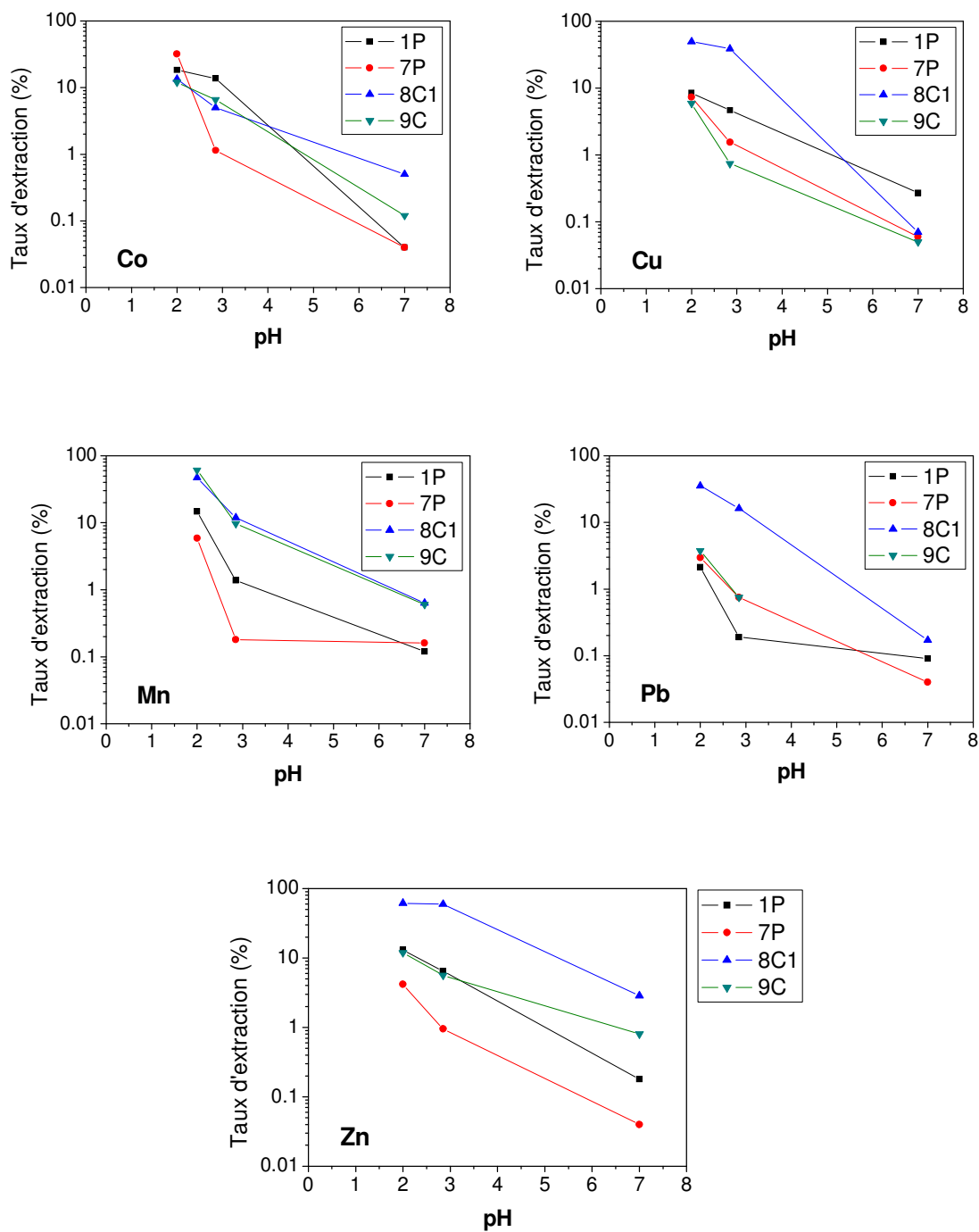


Figure V.30. Influence du pH sur le taux d'extraction

Pour ressortir la sensibilité du taux de lixiviation au faible changement de pH, on a effectué dans les mêmes conditions une série d'essais de lixiviation à pH fixé. Pour ajuster le pH, des solutions de NaOH et HNO₃ (1 et 5 M) sont utilisées. On s'assure que le pH reste constant pendant au moins 10 minutes avant d'effectuer le prélèvement. Le pH est considéré constant lorsque sa variation est inférieure à 0,2 unités. Ces essais ont l'avantage de fournir les informations sur le taux de lixiviation qu'on peut obtenir lorsque le pH est imposé par les conditions extérieures. Les résultats obtenus (figure V.31) montrent globalement que le taux d'extraction est élevé en milieu acide. Il décroît totalement en milieu neutre ou légèrement basique pour le Co et le Cu. Pour le Mn, le Pb et le Zn, on observe encore une augmentation en milieu basique. Cette augmentation est très faible et limitée pour le Mn, alors qu'elle est bien marquée pour le Pb et le Zn. On constate, pour l'échantillon d'hydrométallurgie, que le taux d'extraction est très peu sensible à la variation du pH en ce qui concerne le Mn, le Pb et le Zn. Pour le Co et le Cu, ce taux décroît très fortement en milieu basique suite à la réaction de précipitation de ces éléments sous forme d'hydroxyde.

Ces résultats permettent de déterminer l'allure de la courbe théorique de dépendance du taux de lixiviation au pH (figure V.32). On peut considérer que cette courbe comporte 6 zones pour les éléments analysés. Les zones 1 et 2 sont situées dans la gamme de pH acide et correspondent à des taux d'extraction élevés. La zone 3 située dans la gamme de pH neutre (ou proche de neutre) correspond à des taux d'extraction très faibles. Les zones 5 et 6 situées en milieu basique correspondent à des taux d'extraction presque nuls pour le Co et le Cu, mais assez élevés pour le Mn, le Pb et le Zn. Ces deux zones ont donc des positions variables selon le caractère plus ou moins amphotère de l'élément considéré et dépendent également de l'anion impliqué par la solution de lixiviation.

A chacune des zones ainsi identifiées peut être associé un test de lixiviation. La zone 2, par exemple, correspond à la zone de validité de la TCLP. La zone 3 à celle des tests d'extraction simple à l'aide de H₂O ou des sels neutres. Le test de dépendance au pH est donc un moyen intéressant de comparaison des résultats obtenus par diverses méthodes. Il permet en outre l'identification des facteurs qui contrôlent le relargage des polluants ; par exemple la zone où la solubilité commence à influencer le relargage.

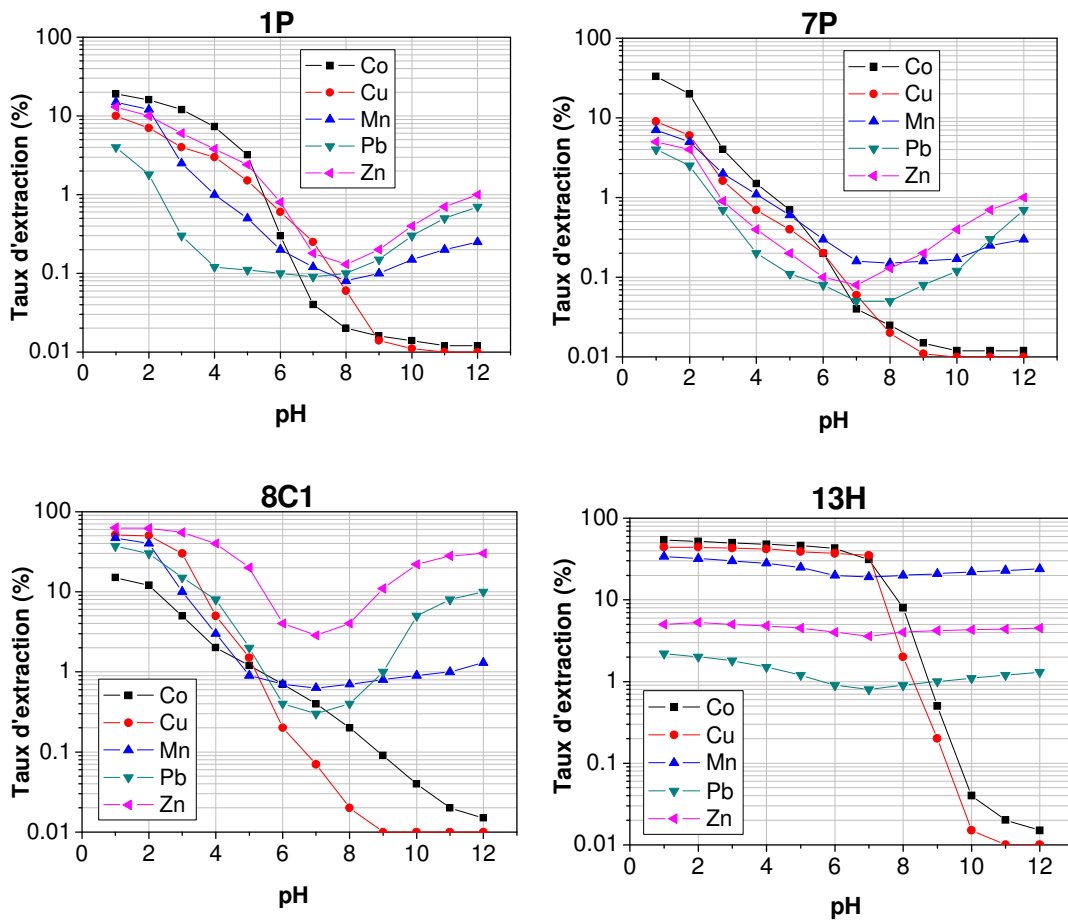


Figure V.31. Taux d'extraction à pH imposé

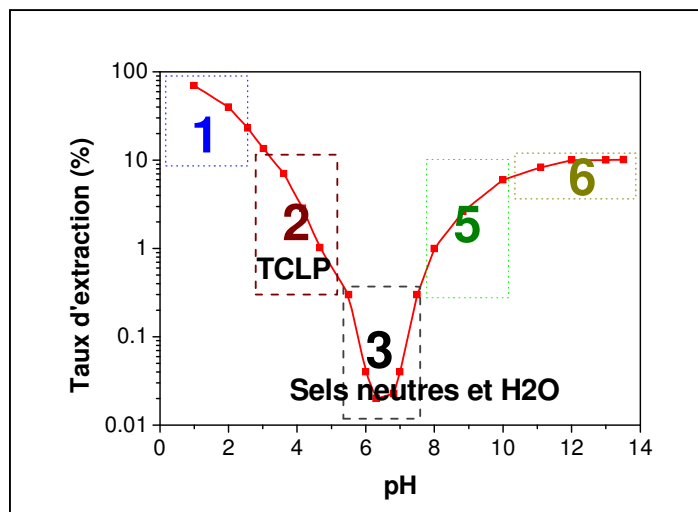


Figure V.32. Courbe théorique de l'influence du pH

L'applicabilité de la TCLP au contexte congolais peut trouver une justification par la manière dont les rejets sont entreposés. En effet, les rivières en RDC sont le principal exutoire des eaux industrielles et des égouts. Les ordures ménagères, les déchets médicaux ainsi que les rejets de l'industrie agricole sont habituellement déversés dans les cours d'eau. A l'heure actuelle, la grande difficulté pour l'application de ce test en RDC est l'absence de normes de concentration. Des études spécifiques sont donc indispensables pour établir ces normes ; au cas contraire, la législation congolaise sur la classification des rejets miniers ne saurait être réellement applicable. Pour établir ces normes en principe il faut procéder par des études de toxicologie. En absence des résultats de telles études, on peut fixer ces valeurs en se référant aux teneurs naturelles dans les eaux souterraines et de surface ainsi que dans le sol. Il importe toutefois de préciser que, le caractère lixiviable ou non lixiviable ne devrait pas être établi à partir de la concentration des solutions d'extraction. Le seul paramètre capable de trancher sur la lixivibilité demeure le taux d'extraction.

En conclusion, l'application d'un mode opératoire donné pour étudier la lixivibilité d'un rejet dépend fortement du choix du scénario à simuler. Pour que ce choix soit rationnel, il doit tenir compte du type d'exposition auquel le matériau sera soumis. Le mode opératoire à adopter est celui qui simule au mieux ces conditions. Ces conditions doivent tenir compte aussi bien de l'exposition ordinaire que spécifique. Par exemple si il s'agit d'évaluer l'impact environnemental des rejets destinés à être valorisés dans le domaine de bâtiments et travaux publics (BTP), il faudra commencer par élaborer un matériau correspondant. Ensuite ce matériau sera soumis à un test simulant les conditions auxquelles il sera exposé. Pour que le stockage ou la valorisation soit acceptable, il faudra que les flux de polluants émis dans ces conditions soient compatibles avec la qualité et le développement des écosystèmes et des milieux récepteurs concernés, c'est ce que l'on appelle l'éco-compatibilité.

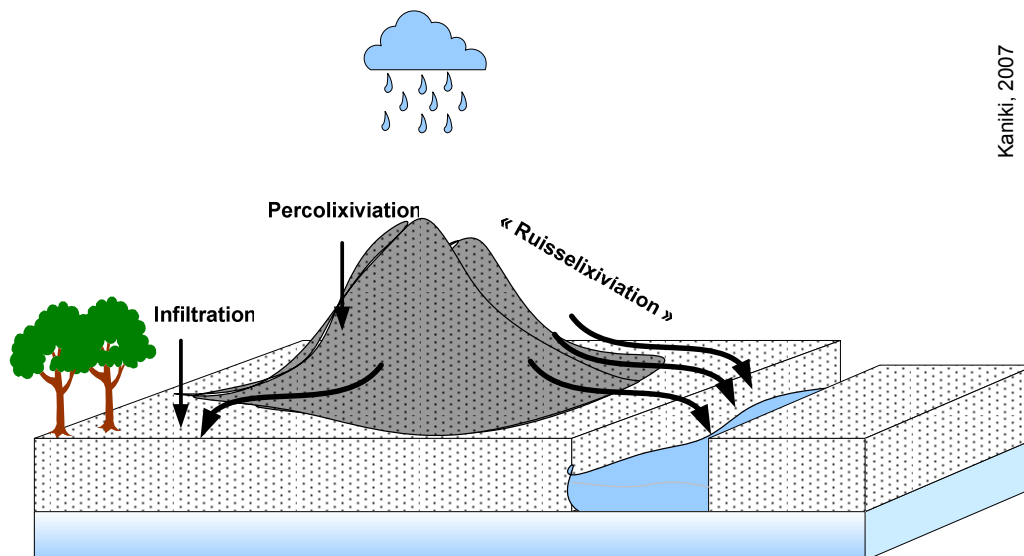
Enfin, il importe de préciser qu'à l'état actuel des connaissances, aucun essai n'apporte de réponse absolue. C'est d'ailleurs la raison d'être du principe de précaution adopté à la conférence de Rio en 1992. D'après ce principe, l'absence de certitude scientifique ne doit pas servir de prétexte à la non prise en considération de mesures préventives. En outre, la qualification ou la classification d'un rejet ne doit pas non plus être figée, elle doit être documentée et traitée au cas par cas. Mais parce que l'avis d'experts chargés de documenter chaque cas est susceptible de varier, il y a nécessité d'établir les directives générales à respecter. Ici, apparaît l'importance des tests d'extraction séquentielle qui peuvent donner beaucoup d'informations compte tenu de leur caractère cumulatif des différentes méthodes.

V.5. Percolixiviation en colonne noyée

V.5.1. But

La percolixiviation permet de simuler le relargage en fonction du temps dans des conditions proches de celles régnant sur le site. Dans le système batch parfaitement agité on a un système particulaire complètement dispersé où toute la surface totale des particules est exposée à la solution de lixiviation et disponible à l'interaction solide/liquide. Dans la percolixiviation par contre, seule une fraction de la surface totale des particules entre en contact avec la solution de lixiviation. Le rapport solide/liquide n'est plus fixé a priori et la mesure du taux d'extraction en fonction du rapport solide/liquide devient possible. Il n'y a pas d'agitation ; par conséquent, la convection ne domine plus forcément sur la diffusion. Mais pour un rejet en place, on peut toujours dégager des zones où les conditions batch agité dominant sur la percolixiviation. C'est notamment les zones d'érosion où les particules sont transportées par le courant (figure V.33). Ce sont les zones de « ruisselxiviation ». La lixiviation en batch est donc à la fois une simulation accélérée de la percolixiviation et une simulation des zones du terril où la convection domine sur la diffusion.

Les hypothèses de base dans les essais de percolixiviation sont : le régime hydrodynamique est permanent, le milieu est saturé (il n'y a pas de gaz), l'écoulement est unidirectionnel, les variations de masse volumique et de la viscosité de la solution en fonction de la concentration en soluté sont négligeables. Pour respecter ces hypothèses, des règles de base concernant la taille de la colonne et des grains, la gamme des concentrations des solutions et la vitesse d'écoulement doivent être observées. La colonne est noyée en réalisant un flux ascendant en vue d'assurer la saturation. En effet, le drainage libre réalisé à flux descendant quoique assimilé à la réalité, ne permet pas de maîtriser les paramètres hydrodynamiques et crée souvent des écoulements préférentiels.



Kaniki, 2007

Figure V.33. Schéma de description des conditions de lixiviation sur un terril

V.5.2. Dispositif et protocole expérimental*Description des colonnes*

La percolixiviation a été réalisée dans des colonnes en PVC de 4,5 cm de diamètre et de hauteur comprise entre 29 et 50 cm (figure V.34). Ces dimensions répondent aux normes selon lesquelles le rapport entre la hauteur et le diamètre doit être compris entre 5 et 10. La hauteur de remplissage doit correspondre au moins au double diamètre de la colonne (OFEFP, 2000 ; MEHU et ABDEIGHAFOUR, 2000 ; PROJET DE NORME CEN/TC 292/WG 6/N138). Ces colonnes ont permis de traiter jusqu'à 500 g de matière. La mesure des débits est faite à partir de la vitesse de rotation de la pompe péristaltique grâce à une droite de calibrage (figure V.35).

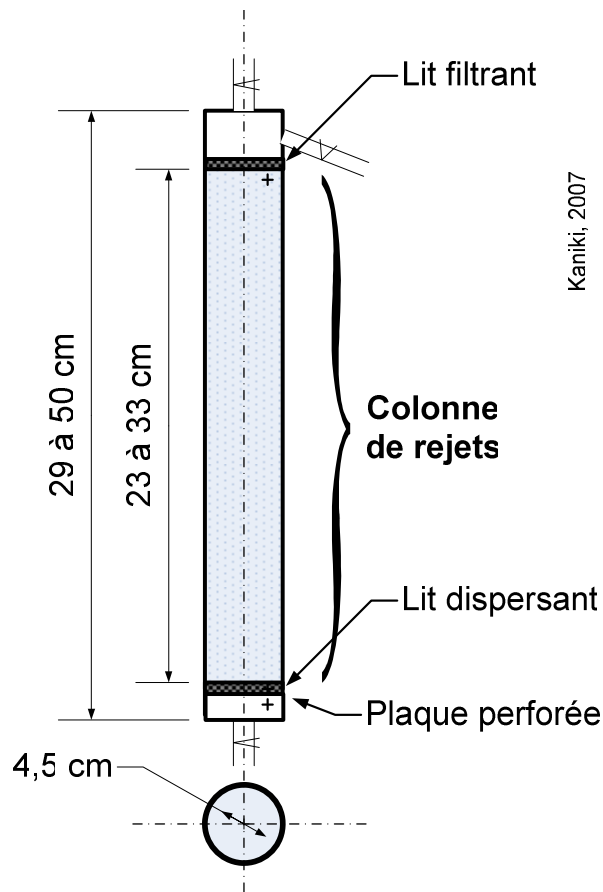


Figure V.34 Description de la colonne de lixiviation

Pour maintenir la matière en place dans la colonne et pour assurer une distribution uniforme du liquide notamment en entrée et en sortie de la colonne, un lit filtrant constitué de sable et de gravier est disposé en haut et en bas de la colonne. L'agent de lixiviation est de l'eau distillée. La percolation à travers l'échantillon est réalisée à flux descendant de façon à ce que le contenu de la colonne reste noyé durant tout le processus de lixiviation, qui dure entre 30 et 40 heures environ.

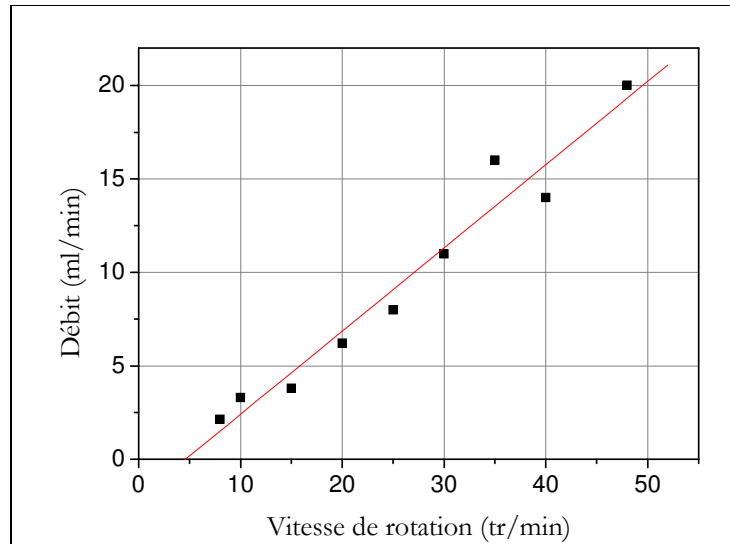


Figure V.35 Droite de calibration de la pompe péristaltique

Mise en place de l'échantillon

L'échantillon est introduit dans la colonne par petites quantités nivelées et légèrement compactées. Cette disposition permet un écoulement radialement homogène du fluide sur les interfaces et prévient la formation de cheminements. Afin d'obtenir la porosité la plus constante possible à l'intérieur de la colonne d'échantillon, le remplissage/tassement est effectué par adjonction de couches successives, épaisses de 1 à 3 cm, de matériau avec humidité naturelle. Le but est d'assurer une porosité suffisante à l'intérieur de la colonne, de façon à ce qu'il ne soit pas nécessaire d'y exercer une surpression trop élevée (< 3 bar). Une couche filtrante est disposée aux deux extrémités de la colonne. La couche inférieure assure un flux régulier à la base de la colonne, la couche supérieure retient les particules éventuellement entraînées. Quelques centimètres de vide sont laissés entre la couche filtrante et l'orifice d'écoulement, afin que les suspensions résiduelles puissent se décanter dans le lixiviat et que celui-ci s'écoule dans le récipient collecteur en étant aussi clair que possible.

V.5.3. Caractérisation hydrodynamique, remplissage et saturation des colonnes

La détermination de la perméabilité est indispensable non seulement pour le calcul des paramètres hydrodynamiques mais aussi pour la définition du caractère percolant du matériau. Un matériau percolant a un drainage aisé qui peut conduire à un taux d'infiltration³⁰ élevé. Un matériau peu percolant a un drainage très difficile (à la limite impossible) et peut être considéré comme un monolithe. Il faut dans ce cas faire appel à d'autres types de test pour mieux simuler les conditions du site (Granular Compact Leaching Test, Availability Test NEN 7341, Tank Leach Test, etc).

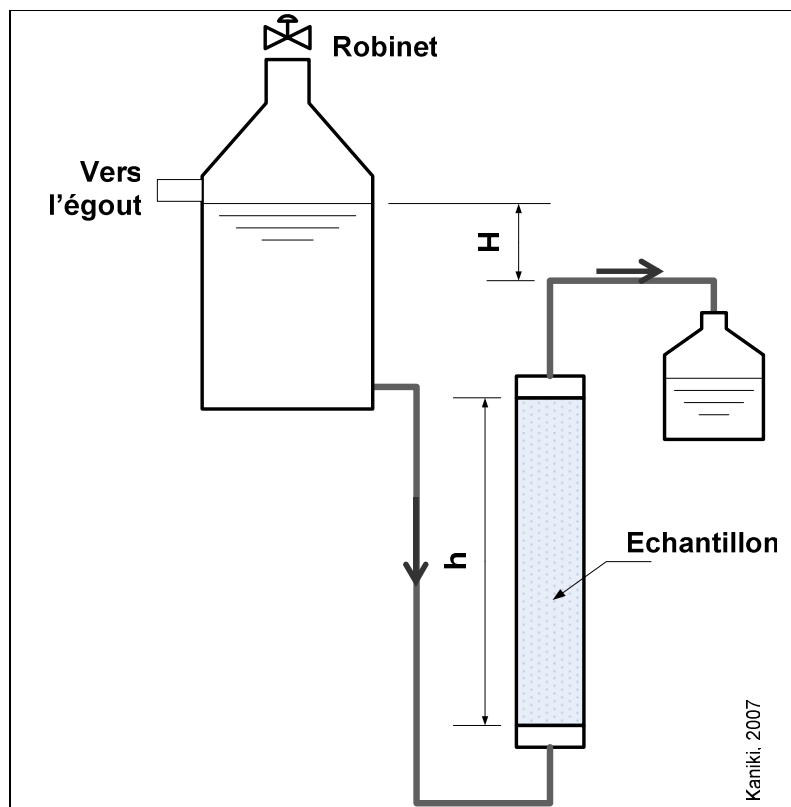


Figure V.36 Principe du perméamètre à niveau constant

La perméabilité a été mesurée en exploitant le principe du perméamètre à niveau constant (figure V.36). L'échantillon est placé dans une colonne limitée aux extrémités par deux treillis comprenant des filtres. L'alimentation est faite à l'aide d'un bac à niveau constant, l'évacuation du trop plein se fait par déversement. La hauteur de charge est mesurée par un tube piézométrique. L'ordinateur enregistre les données et calcule directement la densité des particules, la pression dans la colonne ainsi que la perméabilité. Ces données sont générées dans un fichier Excel avec le volume et le temps écoulé pour l'essai. Ce montage expérimental est présenté sur la photo de la figure V.37. Les résultats sont présentés au tableau V.14 et sur le graphique de la figure V.38.

³⁰ Dans une zone équatoriale, un taux d'infiltration compris entre 10 et 30% de la pluviométrie annuelle est considéré comme élevé.

D'après la figure V.36, si $V [L^3]$ est le volume du liquide ayant traversé l'échantillon pendant le temps $t [T]$; $A [L^2]$ la section de la colonne, $H [L]$ la charge hydraulique et $h [L]$ la hauteur de l'échantillon, la perméabilité $K [LT^{-1}]$ est déterminée par la relation (V.9).

$$K = \frac{V \cdot H}{t \cdot A \cdot h} \quad (V.9)$$

La perméabilité (ou conductivité hydraulique pour les hydrogéologues) est l'aptitude d'un milieu à se laisser traverser par l'eau, sous l'action d'un gradient hydraulique. Elle correspond au coefficient de proportionnalité de la loi de Darcy. C'est une caractéristique du matériau. Cependant, ce n'est pas une propriété propre ou intrinsèque de celui-ci, puisqu'elle est aussi dépendante du fluide. Elle est en effet proportionnelle à la masse volumique ρ de ce fluide et inversement proportionnelle à sa viscosité μ selon la relation (V.10) où k_i représente la perméabilité intrinsèque du matériau $[L^2]$.

$$K = \frac{k_i \cdot \rho \cdot g}{\mu} \quad (V.10)$$

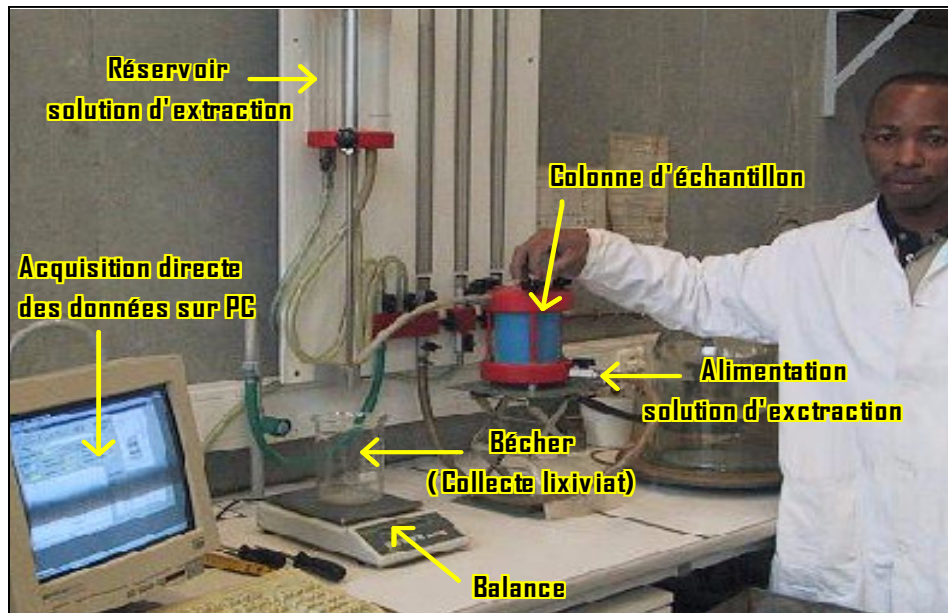


Figure V.37 Montage expérimental pour la mesure de la perméabilité

Plusieurs précautions sont nécessaires pour réduire les erreurs de mesure, notamment :

- le régime permanent doit être établi ;
- les pertes de charge au dehors de l'échantillon doivent être négligeables ;
- les chemins préférentiels le long de la paroi doivent être évités ;
- l'eau d'alimentation doit être désaérée et déminéralisée ;
- les vitesses doivent être limitées pour que le régime soit laminaire ;
- la charge hydraulique doit être suffisamment faible pour éviter l'entraînement des particules.

Tableau V.14 Perméabilité des échantillons

Perméabilité (m/s)									
1P	2P	3P	4P	7P	8C1	9C	10C	11C	13H
$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$3,2 \cdot 10^{-4}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$7,1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-8}$

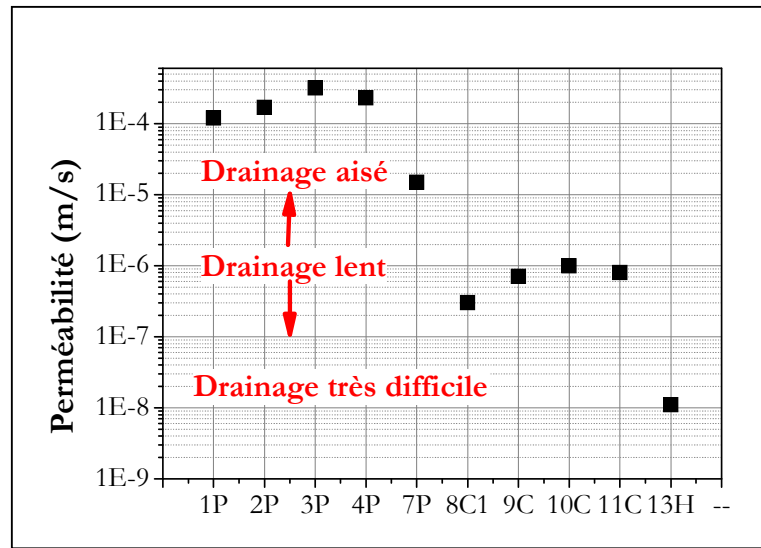


Figure V.38 Perméabilité des échantillons

Lorsque la perméabilité est inférieure à 10^{-10} m/s, le matériau est tout simplement considéré comme imperméable. C'est le cas des massifs rocheux à faible porosité et des argiles non fissurés. Les très faibles valeurs de K (10^{-9} à 10^{-7} m/s) indiquent que le matériau est très faiblement perméable et que par conséquent le drainage est difficile. Ceci est rencontré dans le matériau rocheux à faible porosité, dans les limons compacts ou dans les argiles faiblement fissurées. Les faibles valeurs (10^{-7} à 10^{-5}) montrent une faible perméabilité qui induit un drainage lent. Cette situation est rencontrée dans les sables très fins, les sables limoneux, les limons peu compacts, les argiles très fissurées, les granites altérés, les schistes, les grès, etc. Le drainage est aisé lorsque la perméabilité est supérieure à 10^{-4} m/s. Les résultats présentés au tableau V.14 montrent que : les rejets de pyrometallurgie ont des perméabilités permettant un drainage relativement aisé. Dans le cas où ils sont finement granulés, par exemple échantillon 7P, ils présentent une faible perméabilité susceptible d'induire un drainage lent, ce qui est évidemment à la limite des propriétés souhaitées pour les essais. Les rejets de concentration présentent, quant à eux, une perméabilité faible permettant un drainage très lent. Leur manipulation pour les essais en colonne est laborieuse et nécessite beaucoup de contrôles. Enfin, le rejet d'hydrometallurgie présente, en plus d'une perméabilité très faible, un pouvoir d'absorption et de gonflement élevé qui rend quasi impossible sa manipulation en colonne dans les règles de l'art, en régime permanent. Ce gonflement serait attribuable à l'abondance des matériaux argileux qui ont la réputation d'être hydrophile.

Conditions opératoires

500 g d'échantillons sont introduits dans la colonne et la lixiviation est réalisée avec de l'eau distillée. Suivant le montage de la figure V.39, l'agent de lixiviation vient remplir la colonne de bas en haut. La pompe est réglée sur un débit d'environ 2 ml/min. Lorsque l'agent de lixiviation atteint l'exutoire de la colonne, la pompe est arrêtée. Après le remplissage et avant le début du processus de lixiviation proprement dit, la colonne est laissée au repos pendant 12 heures au moins et 24 heures au plus. C'est la mise en eau ou macération nécessaire pour atteindre les conditions d'équilibre local. Une fois ce délai écoulé, la lixiviation proprement dite peut commencer sous les conditions les plus constantes possible. Le débit idéal pour ce faire est d'environ 3,5 ml/min. Le réglage adéquat de la pompe est vérifié régulièrement et le flux est au mieux gardé constant au cours de la percolation dans la colonne. Cinq lixiviats différents (L1, L2, L3, L4 et L5) sont collectés. Ils correspondent à un rapport solide/liquide cumulé de 10, 4, 1/3, 1/6 et 1/10 respectivement. Les durées de prélèvement sont d'environ 20 minutes, 60 minutes, 11 heures, 23 heures et 38 heures respectivement. Les résultats des analyses des lixiviats sont présentés au tableau V.15 et sur les figures V.40 à V.44.

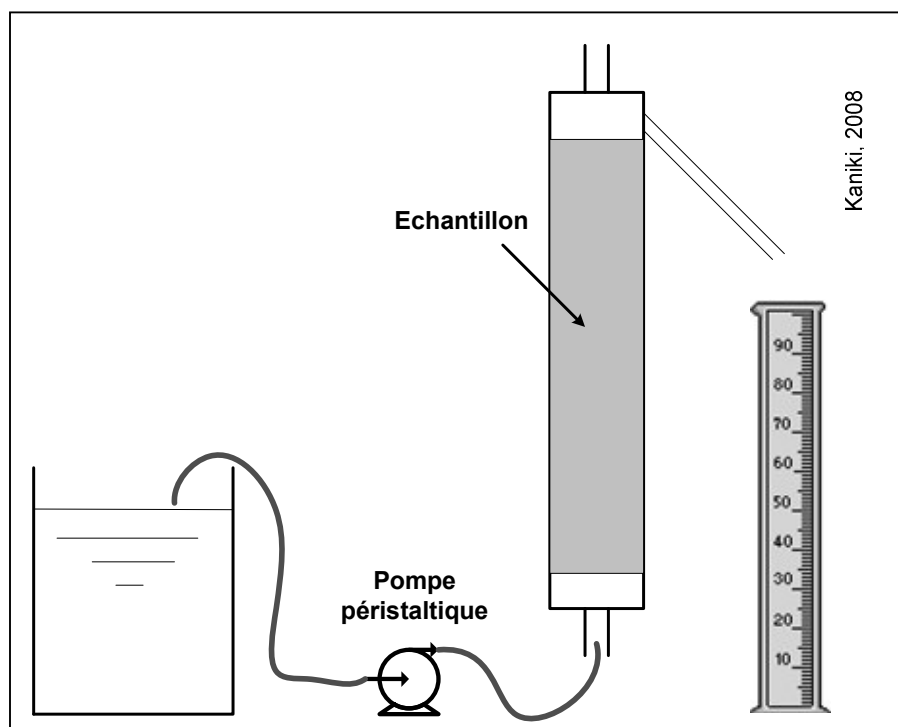


Figure V.39 Montage expérimental pour la réalisation de la percolixiviation

On peut remarquer que les rejets de la pyroméallurgie présentent une stabilité dimensionnelle favorable au maintien d'un régime permanent tout au long de la lixiviation. Ils présentent en plus un coefficient de restitution de solution élevé. Le coefficient de restitution de solution peut être défini comme le rapport entre le volume total de la solution envoyée dans la colonne contenant l'échantillon et le volume de solution récupérée après lixiviation. Il dépend de la granulométrie, de la porosité et de la nature du matériau.

V.5.4. Résultats et interprétations

Les résultats du tableau V.15 montrent qu'au début de la lixiviation le rapport solide/liquide est élevé et les solutions sont plus concentrées. Au fur et à mesure que la lixiviation avance, le rapport solide/liquide diminue et les solutions sortantes sont plus diluées. Aux rapports solide/liquide élevés correspondent les concentrations de relargage à court terme et aux faibles celles, de relargage à long terme. Les grands rapports, mieux simulés par les essais de percolixiviation, sont d'un niveau de réalisme plus élevé étant donné qu'ils correspondent à la situation réelle du terrain où un rejet en place libère d'abord dans un premier temps des solutions concentrées. C'est avec l'épuisement des composés solubles et l'augmentation des précipitations que ces solutions deviennent de plus en plus diluées. On voit ici qu'une norme qui se base sur les concentrations des solutions, aura tendance à bien classer les rejets anciens (c'est-à-dire les considérer comme sans danger) par rapport aux rejets relativement récents.

Tableau V.15 Concentrations des solutions de percolixiviation

Echantillon	Percolats (S/L)		Concentration des solutions (mg/l)				
			Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1P	L1	10	0,11	0,17	0,09	0,05	0,07
	L2	4	0,12	0,18	0,08	0,06	0,08
	L3	1/3	0,11	0,18	0,09	0,06	0,07
	L4	1/6	0,11	0,17	0,09	0,05	0,07
	L5	1/10	0,11	0,18	0,08	0,05	0,07
7P	L1	10	0,06	0,06	0,1	0,05	0,11
	L2	4	0,06	0,07	0,11	0,06	0,12
	L3	1/3	0,07	0,05	0,11	0,06	0,1
	L4	1/6	0,06	0,06	0,1	0,05	0,11
	L5	1/10	0,07	0,06	0,1	0,06	0,11
8C1	L1	10	0,45	0,96	0,81	0,26	98,75
	L2	4	0,32	0,56	0,76	0,24	73,21
	L3	1/3	0,15	0,3	0,7	0,25	39,76
	L4	1/6	0,14	0,23	0,53	0,2	28,6
	L5	1/10	0,14	0,23	0,36	0,21	25
9C	L1	10	0,56	0,42	0,12	<0,012	0,1
	L2	4	0,25	0,19	0,1	<0,012	0,08
	L3	1/3	0,18	0,11	0,09	<0,012	0,07
	L4	1/6	0,17	0,11	0,09	<0,012	0,07
	L5	1/10	0,18	0,11	0,08	<0,012	0,07
13H	L1	10	287,45	675,12	32,12	2,15	12,45
	L2	4	97,43	207,65	11,43	1,03	8,54
	L3	1/3	19,43	39	3,21	0,14	0,84
	L4	1/6	-	-	-	-	-
	L5	1/10	-	-	-	-	-

Les résultats présentés sur les figures V.40 à V.44 montrent que :

- ✚ L'influence du rapport solide/liquide sur les rejets de pyrométallurgie (1P et 7P) est presque négligeable. Les solutions obtenues sont très diluées et les concentrations sont proches de la limite de détection. L'absence de l'agitation et le caractère drainant de la colonne d'échantillon en seraient les principales causes.
- ✚ Les concentrations des percolats présentent dans l'ensemble des teneurs faibles correspondant au scénario ordinaire à pH neutre. Lorsque le rapport solide/liquide devient équivalent à celui correspondant à l'essai en batch, ces concentrations sont parfois légèrement inférieures à celles obtenues en batch à cause de l'absence de l'agitation (tableau V.16).
- ✚ Dans les rejets de concentration et d'hydrométallurgie le Co et le Cu présentent une mobilité nettement supérieure à celle d'autres éléments. On observe que la majeure partie du Co et du Cu mobilisable est libérée au cours des deux premiers prélèvements. Par la suite, les solutions gardent une concentration constante. On peut même supposer que continuer à diminuer le rapport solide/liquide dans un intervalle large reviendrait tout simplement à diluer de plus en plus les solutions.
- ✚ Le Mn et le Zn présentent une mobilité légèrement inférieure à celle du Co et du Cu car on continue à observer une variation de concentration au cours du troisième et parfois même du quatrième prélèvement.
- ✚ Le Pb, aussi bien sur les rejets de concentration que sur ceux de pyrométallurgie, présente une très faible mobilité et les concentrations des solutions sont proches de la limite de détection.
- ✚ Tous les éléments considérés dans l'échantillon 13H présentent une solubilisation très rapide et les concentrations sont très élevées. Le taux de restitution est faible, et le gonflement de la matière à l'intérieur de la colonne ne permet pas de poursuivre l'essai jusqu'au prélèvement L4 et L5. Ce gonflement serait attribuable à la présence de la matière argileuse dans l'échantillon.

Tableau V.16 Comparaison batch agité et essai en colonne

Echantillon	Type d'essai	Concentration (mg/l)				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1P	Batch agité	0,11	0,60	0,34	0,06	0,24
	Colonne	0,11	0,18	0,08	0,05	0,07
7P	Batch agité	0,07	0,06	0,11	0,06	0,39
	Colonne	0,07	0,06	0,1	0,06	0,11
8C1	Batch agité	0,15	0,26	0,38	0,20	30
	Colonne	0,14	0,23	0,36	0,21	25
9C	Batch agité	0,48	0,23	0,24	<0,01	0,32
	Colonne	0,18	0,11	0,08	<0,012	0,07

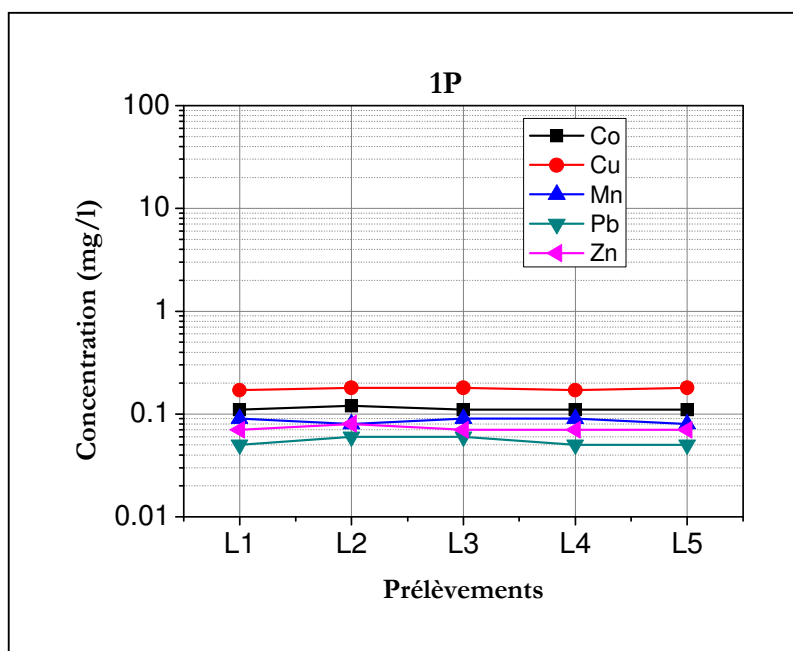


Figure V.40 Concentrations des percolats de 1P

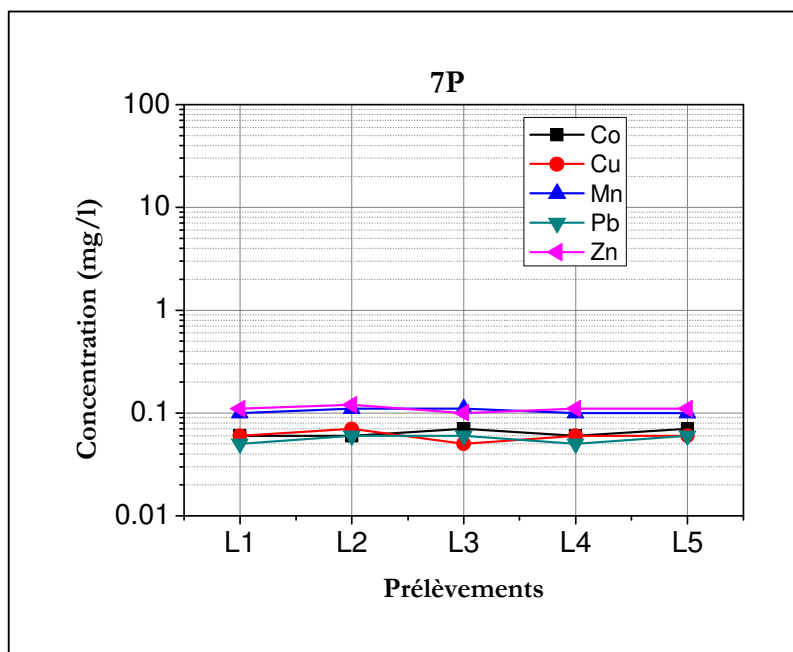


Figure V.41 Concentrations des percolats de 7P

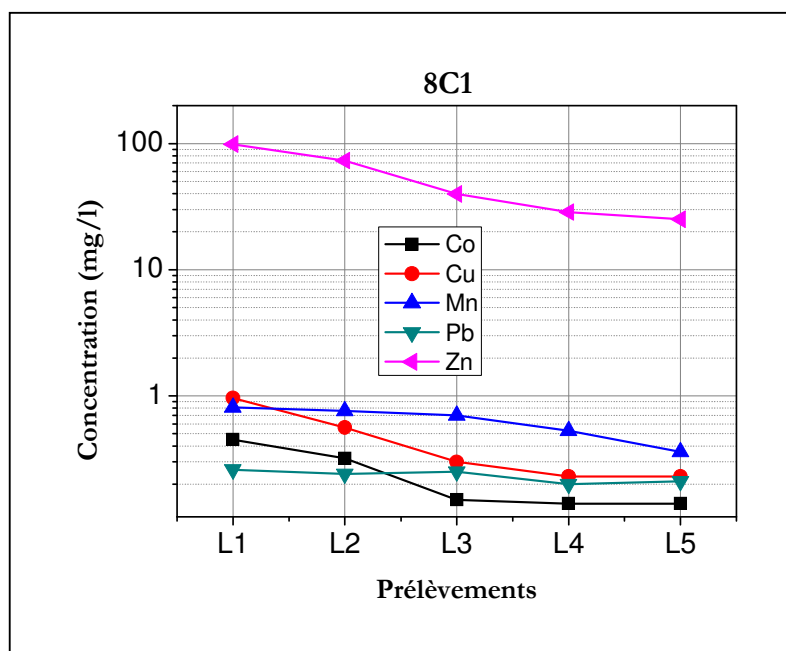


Figure V.42 Concentrations des percolats de 8C1

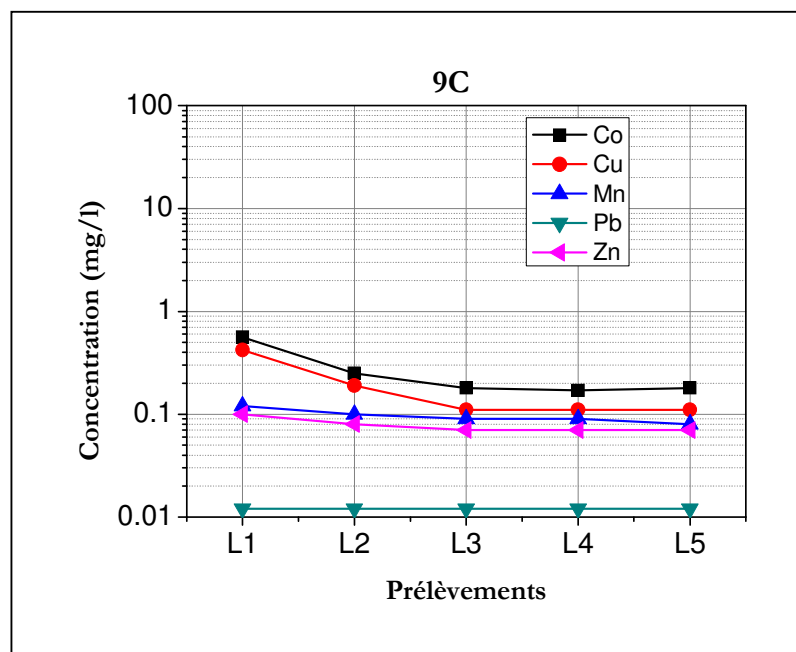


Figure V.43 Concentrations des percolats de 9C

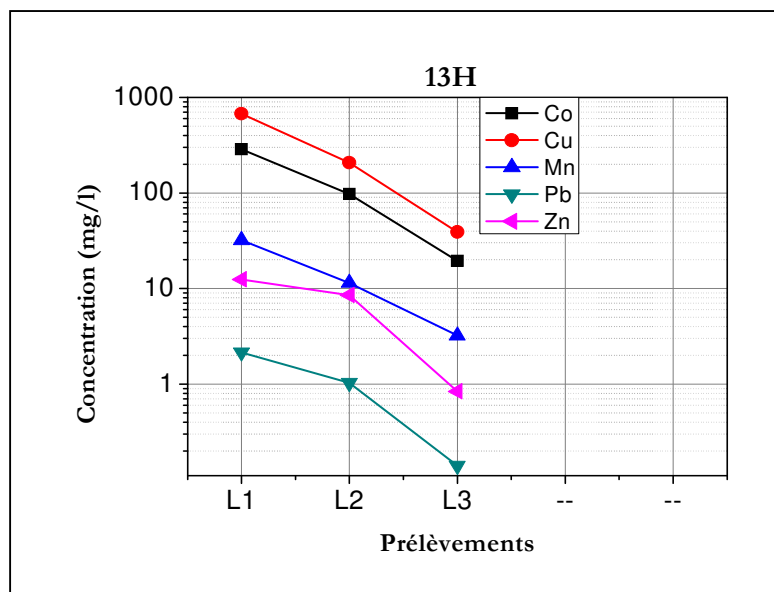


Figure V.44 Concentrations des percolats de 13H

Pour les rejets se trouvant dans des bassins, on peut évaluer le rapport S/L à partir de leur quantité, de la superficie des bassins et des précipitations locales. Au Katanga, la précipitation moyenne annuelle est de 1200 mm (SNC-LAVALIN International, 2003), ce qui correspond à 1.200.000 m³/km². Les surfaces des bassins sont calculées à partir des images satellitaires. Les résultats obtenus sont proches de ceux fournis par la documentation à 0,1 km² près. Le résultat présenté au tableau V.17 montre que le rapport S/L moyen est d'environ 8 sur un an, ce qui correspond pratiquement à la fraction L1 de la percolixiviation.

Tableau V.17 Evaluation du rapport S/L pour quelques sites à rejets du Katanga

N°	Site	Stock rejets (tonne)	Surface bassin (km ²)	Précipitation sur le bassin (m ³ /an)	Rapport S/L annuel
1	Musoshi	25.000.000	2,480	2.976.000	8,4
2	Kipushi	35.000.000	2,310	2.772.000	12,6
3	Kambove	18.000.000	2,180	2.616.000	6,9
4	Kakanda	10.000.000	1,540	1.848.000	5,4
5	Shituru	13.300.000	1,300	1.560.000	8,5
Moyenne		20.260.000	1,96	2.553.000	8,4
Ecart-moyen		7.792.000	0,4	352.500	1,8

Au cours d'une percolixiviation, la colonne d'échantillon est, à tout instant, constituée de 2 zones de drainage (ZP2 et ZP1) séparées par une zone où la lixiviation proprement dite a lieu (figure V.45). Cette zone, assimilée à un front de réaction (FR), évolue de bas en haut lorsqu'on opère à flux ascendant.

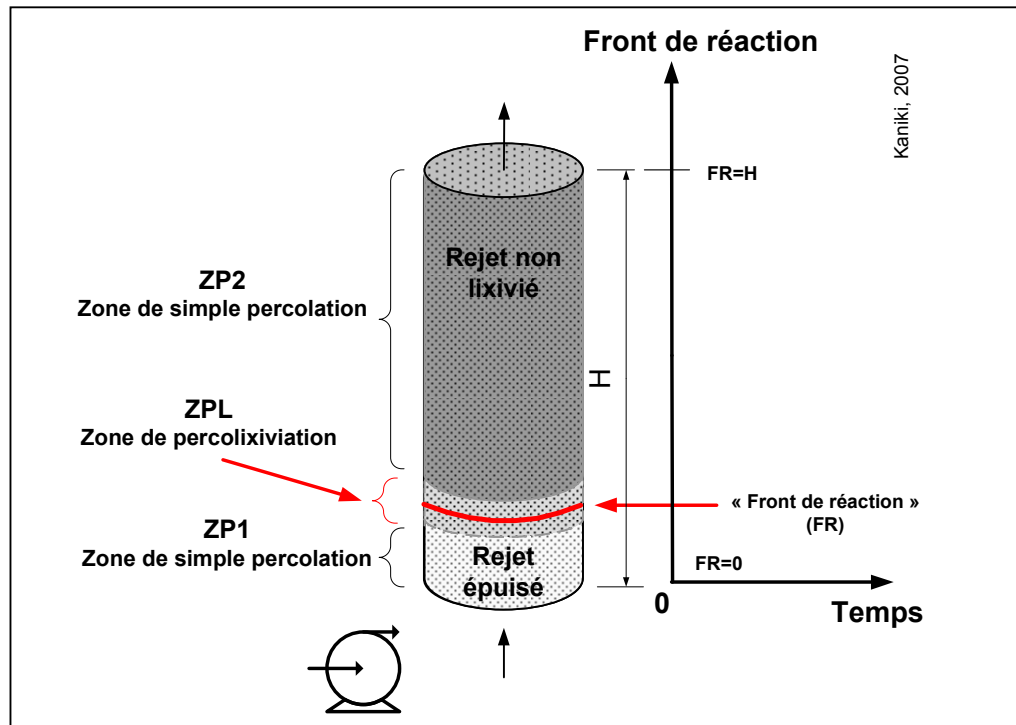


Figure V.45 Evolution du front de réaction en percolixiviation à flux ascendant

En situation réelle (c'est-à-dire sur le site), le front de réaction évolue de haut en bas. Les couches supérieures s'épuisent plus vite parce que l'agent de lixiviation est encore frais. Les couches inférieures s'épuisent lentement parce que la solution qui arrive au contact est déjà chargée. Comme conséquence, la couche supérieure de rejets est plus appauvrie que les couches profondes. Les échantillons prélevés en surface sur les sites devraient par conséquent être plus épuisés que ceux situés dans les couches inférieures du bassin. Ce phénomène est cependant moins marqué lorsque la perméabilité de la colonne est élevée.

Les inconvénients majeurs des essais en colonne sont : un temps un peu long de montage et de réalisation des essais, la difficulté d'obtenir une reproductibilité et le coût un peu plus élevé que celui des essais ordinaires. A cela il faut ajouter le fait que des quantités beaucoup plus élevées de matière sont absolument nécessaires. Un moyen simple d'accélérer le processus est d'augmenter le débit. Mais, on est limité par le fait qu'un débit élevé peut provoquer le transport particulaire, créer de chemins préférentiels d'écoulement du liquide, provoquer la compression du lit poreux ou la fluidisation qui modifieraient le régime d'écoulement. Bien que les conditions régnant sur le site ne puissent être reproduites exactement, la percolixiviation demeure l'approche la plus réaliste capable de mettre en évidence les phénomènes susceptibles de se dérouler sur le site.

Le prélèvement des lixiviats sur site est également un moyen idéal d'évaluation des résultats de laboratoire. Malheureusement, l'alternance de nos séjours locaux et des saisons n'ont pas permis de réaliser cela. A cela s'ajoute aussi l'éloignement des sites et l'insuffisance des moyens de contrôle du montage expérimental.

V.6. Percolation sur sol non remanié

V.6.1. But

La percolation des lixiviats en colonne sur sol non remanié a pour but de simuler cette fois-ci, non plus la lixivabilité, mais plutôt le transport ou la « migration » des polluants dissous en milieu souterrain et de mettre en évidence, éventuellement, les phénomènes susceptibles de contrôler cette « migration ». En situation réelle (sur site), la percolixiviation a lieu verticalement dans la couche de rejets. Les solutions de lixiviation percolent à travers la couche de sol avant d'atteindre la nappe souterraine. Le mouvement de convection est vertical dans la zone vadose (zone non saturée de l'aquifère) et horizontal dans la zone saturée (figure V.46).

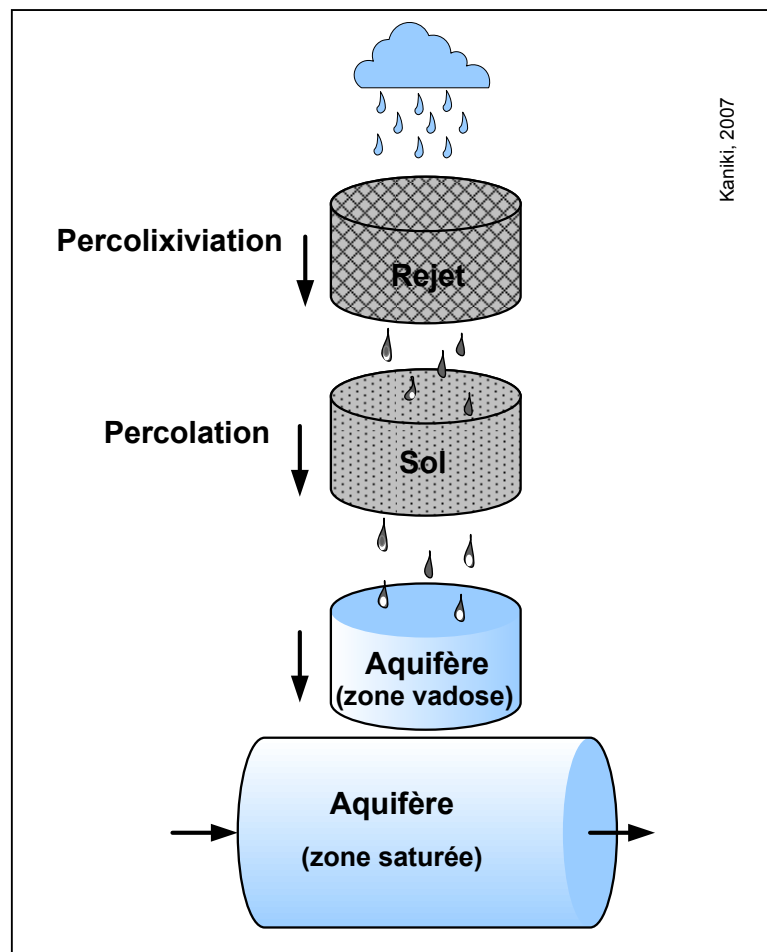


Figure V.46. Direction du flux d'écoulement dans le milieu souterrain

V.6.2. Dispositif et protocole expérimental

Le montage expérimental est semblable à celui de la percolixiviation, mais ici la percolation est réalisée à flux descendant dans des colonnes remplies de sol non remanié sur une hauteur d'environ 45 cm. Les colonnes (essais C1P, C8C1 et C13H) sont percolées par 500 ml des solutions d'extraction (protocole TCLP) des échantillons 1P, 8C1 et 13H respectivement.

En ce qui concerne le sol placé à l'intérieur des colonnes, le prélèvement a été réalisé dans un rayon d'environ 20 m du point des coordonnées E(27°29'9")-S(11°36'51") situé dans la concession de l'Université de Lubumbashi (Katanga - RD Congo). Le profil pédologique naturel (PPN) du sol (tableau V.18) a été établi jusqu'à 50 cm de profondeur en effectuant plusieurs prélèvements chaque fois sur une distance de 5 cm.

Tableau V.18 Profil pédologique naturel

Profondeur en cm	Profil pédologique naturel en ppm				
	Co	Cu	Mn	Pb	Zn
0	110	220	14	16	23
5	124	246	13,9	15,4	22,8
10	110	231	14,2	15,6	23,5
15	106	210	13,6	16,2	22,8
20	122	229	14,1	15,8	23,2
25	114	234	13,8	15	22,7
30	109	219	13,4	16,2	22,3
35	112	210	14	15,3	22,9
40	126	225	13,5	15,8	23,4
Moyenne	114,8	224,9	13,8	15,7	23,0
Ecart-moyen	6,1	9,0	0,2	0,3	0,3

Avant la percolation proprement dite, les colonnes sont saturées pendant au moins 24 h. Le débit d'alimentation imposé par la perméabilité du sol a varié entre 0,7 et 1,6 ml/min. Après percolation, les solutions recueillies ainsi que les colonnes de sol sont analysés.

V.6.3. Résultats et interprétations

Les tableaux V.19 et V.20 donnent, respectivement, la composition des solutions alimentées et recueillies à la sortie de chaque colonne. Le bilan réalisé sur ces colonnes (tableau V.21) montre qu'il y a accumulation des polluants dans la colonne de sol. Le taux d'accumulation moyen est d'environ 80%. La moyenne est établie en écartant les valeurs 100% qui signifient tout simplement que la concentration a été en dessous du seuil de détection.

Tableau V.19 Concentrations des solutions et poids contenus dans l'alimentation

Essais	Concentration des solutions et poids contenus									
	Co		Cu		Mn		Pb		Zn	
	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg
C1P	34	17	9,4	4,7	3,8	1,9	0,1	0,05	7	3,5
C8C1	1,6	0,8	2,3	1,15	6,3	3,15	16	8	512	256
C13H	68	34	48	24	4,2	2,1	0,9	0,45	1,4	0,7

Tableau V.20 Concentrations des solutions et poids contenus après percolation

Essais	Concentration des solutions et poids contenus									
	Co		Cu		Mn		Pb		Zn	
	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg	mg/l	mg
C1P	5,6	2,8	2,1	1,05	0,5	0,25	0	0	1,7	0,85
C9C	0,6	0,3	0	0	0,6	0,3	3,6	1,8	12,6	6,3
C13H	12,4	6,2	9,6	4,8	0,6	0,3	0	0	0	0

Tableau V.21 Bilan de matières de la percolation sur sol non remanié

Bilan	Eléments	Colonne		
		C1P	C8C1	C13H
Entrée (mg)	Co	17	0,8	34
	Cu	4,7	1,15	24
	Mn	1,9	3,15	2,1
	Pb	0,05	8	0,45
	Zn	3,5	256	0,7
Sortie (mg)	Co	2,8	0,3	6,2
	Cu	1,05	0	4,8
	Mn	0,25	0,3	0,3
	Pb	0	1,8	0
	Zn	0,85	6,3	0
Accumulation (mg)	Co	14,2	0,5	27,8
	Cu	3,65	1,15	19,2
	Mn	1,65	2,85	1,8
	Pb	0,05	6,2	0,45
	Zn	2,65	249,7	0,7
Taux d'accumulation (%)	Co	83,5	62,5	81,8
	Cu	77,7	100	80,0
	Mn	86,8	90,5	85,7
	Pb	100	77,5	100
	Zn	75,7	97,5	100

En vue d'établir le profil pédologique du sol pollué (PPP), le gâteau de sol obtenu après percolation a été sectionné en tranches de 5 cm de hauteur. Les échantillons prélevés sur chacune de ces petites colonnes et analysés ont permis d'établir le profil du sol avant et après pollution pour chaque élément (figures V.47 à V.52).

Les graphiques présentés sur les figures V.47 à V.52 montrent que les polluants sont retenus dans l'horizon supérieur de la colonne de sol. Cette rétention peut être due à plusieurs facteurs notamment : la fixation sur les argiles, la matière organique ou les minéraux du sol ou encore la précipitation.

-*Argiles* : les argiles sont des particules très petites, dont la dimension caractéristique n'excède pas 2 μm (BLANCHARD, 2000). Leur faible taille leur confère une forte réactivité physique et une importante surface de contact. Ce sont des aluminosilicates (famille des phyllosilicates hydratés) constitués d'une superposition de feuillets composés de couches tétraédriques (à base de Si-O) et de couches octaédriques (à base de Al-OH ou Mg-OH) entre lesquels se placent divers cations tels que K^+ , Na^+ et Ca^{2+} . Cette fixation peut être due à l'échange ionique, à l'adsorption physique ou chimique.

-*La matière organique* des sols, tout comme les argiles, se caractérise par une grande surface spécifique et par un pouvoir gonflant permettant la pénétration de l'eau et la diffusion de molécules de petite taille qui peuvent ainsi se lier avec les substances humiques. Les substances humiques, par leurs nombreux groupements réactifs (fonctions carboxylique – COOH et phénolique –OH notamment), sont susceptibles de fixer les ions métalliques par complexation et création de liaisons de coordination. Cette rétention peut aussi être le résultat d'un processus d'échange ionique avec les ions H^+ des groupes fonctionnels acides pouvant conduire à la formation des composés organo-minéraux.

-*Les minéraux du sol* : le sol renferme plusieurs minéraux dont les carbonates, les oxydes (Fe, Al, Mn, etc), la silice, etc. Ces minéraux sont capables de piéger les polluants suite à des phénomènes d'adsorption. La silice, par exemple, a un pouvoir d'adsorption important lorsqu'elle est amorphe. Le pouvoir d'adsorption dépend du pH de leur PCN.

Des études supplémentaires sont nécessaires pour établir les facteurs ainsi que les phénomènes responsables de cette fixation. Cette fixation conduit cependant aux déductions suivantes :

- des risques de dispersion et d'exposition par contact direct seraient importants étant donné que les polluants restent en surface ;
- des risques de pollution de sol seraient importants contrairement à l'opinion la plus répandue qui est d'envisager des risques de pollution des aquifères. La pollution du sol, c'est-à-dire l'accumulation des ETM dans l'humus peut provoquer un ralentissement de l'activité des micro-organismes du sol et donc la vitesse de décomposition de la matière organique. Par conséquent, la couche d'humus enrichie en ETM deviendrait permanente et aura tendance à s'épaissir. Toute une série de catastrophes écologiques, auxquelles on s'attend peut-être le moins, pourraient alors en découler.
- la remédiation par excavation, phytoextraction ou le confinement par phytostabilisation (voir chapitre suivant) peuvent être envisageables à priori.

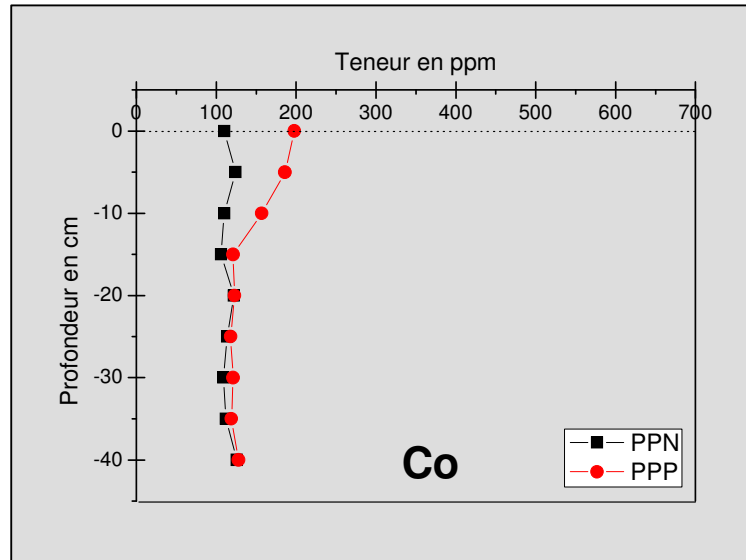


Figure V.47. Profil³¹ de l'échantillon C1P en Co avant et après percolation

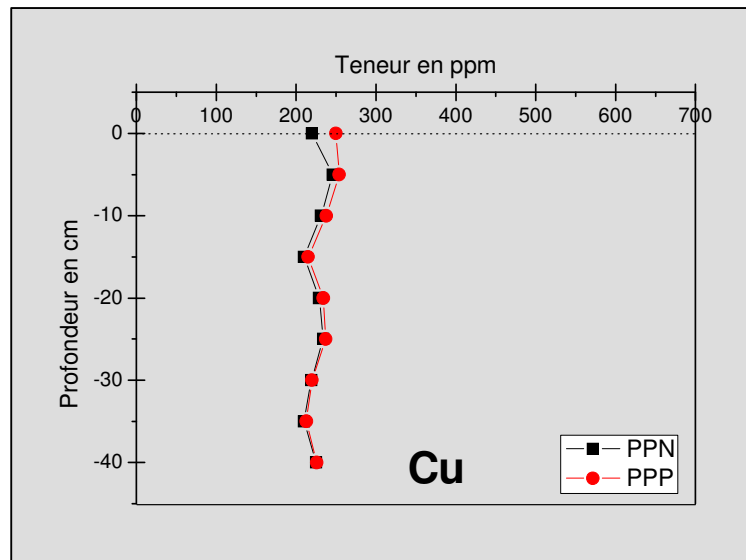


Figure V.48. Profil de l'échantillon C1P en Cu avant et après percolation

³¹ PPN : Profil Pédologique Naturel ; PPP : Profil Pédologique après pollution.

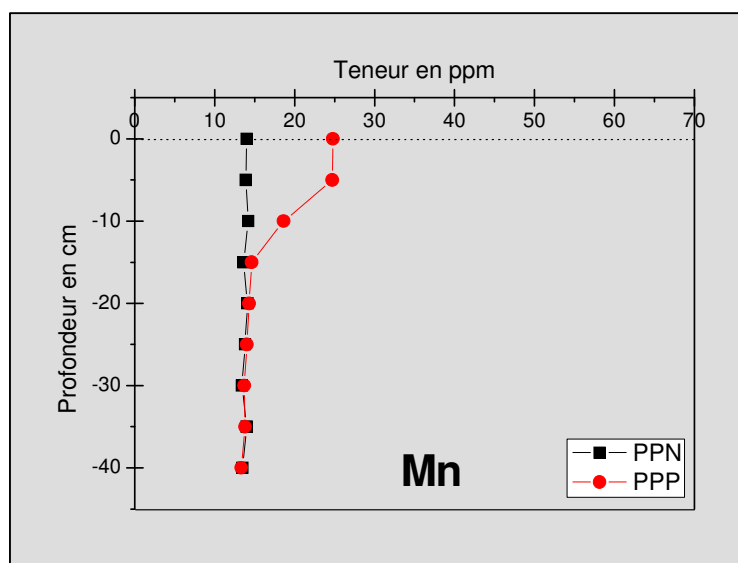


Figure V.49. Profil de l'échantillon C1P en Mn avant et après percolation

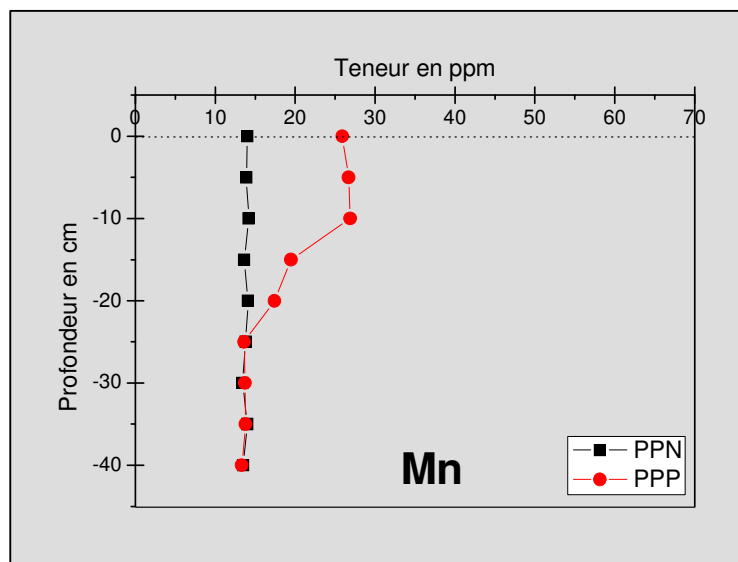


Figure V.50. Profil de l'échantillon C8C1 en Mn avant et après percolation

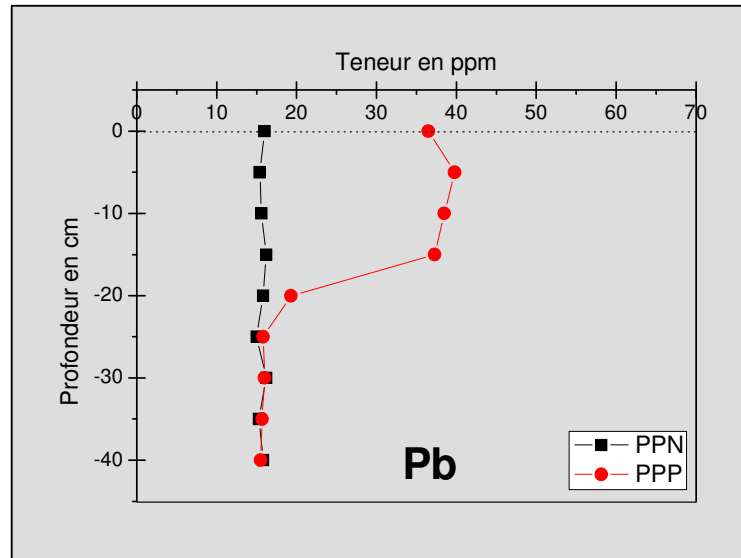


Figure V.51. Profil de l'échantillon C8C1 en Pb avant et après percolation

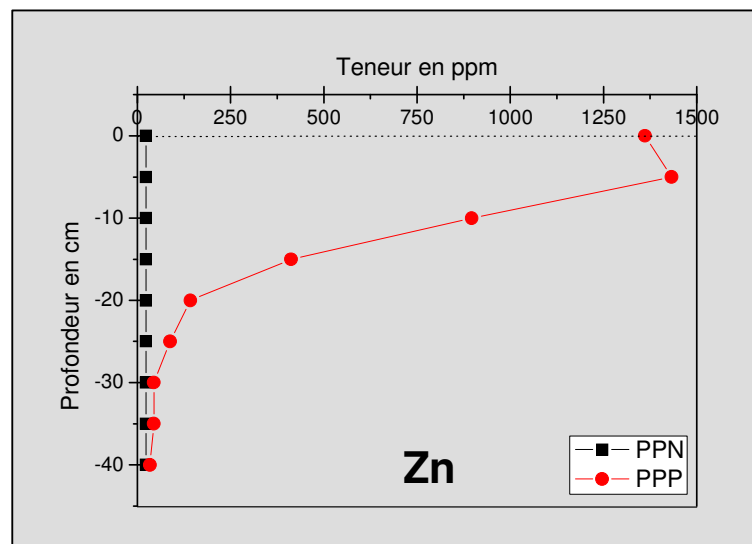


Figure V.52. Profil de l'échantillon C8C1 en Zn avant et après percolation

V.7. Drainage Minier Acide

V.7.1. Principe et méthode

Le phénomène de drainage minier acide (DMA) engendré par les sulfures métalliques peut être prédit par la méthode dite « Acid-Base Accounting » (ABA) déjà évoquée dans l'étude bibliographique du présent travail. Cette méthode consiste en la détermination du potentiel de génération acide (PA) et du potentiel de neutralisation (PN), et en une combinaison de ces paramètres de manière à les comparer à des critères empiriques, historiques ou législatifs susceptibles de donner une indication sur la nécessité ou non de procéder à d'autres investigations afin d'établir l'existence ou non de ce risque.

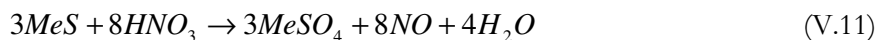
Seuls les rejets de concentration des minerais sulfurés et mixtes méritent d'être soumis au test de prévision de DMA. Il s'agit des rejets de Kipushi (sulfurés 8C1 et 8C2) et de Musoshi (mixtes 10C1 à 10C4). Deux paramètres ont servi à la sélection des échantillons à soumettre au test de prévision des risques de DMA. Il s'agit de la teneur en soufre total et des résultats de l'analyse minéralogique. N'ont été retenus pour être soumis à ce test que les échantillons qui ont présenté une teneur en soufre supérieur à 1% et dont les résultats de l'analyse minéralogique ont révélé la présence de la pyrite :

- Les échantillons 8C1 et 8C2 de Kipushi ont été retenus car ils ont des teneurs en soufre de 3,18% et 3,33% respectivement et la présence de pyrite parmi les phases majeures.
- Les échantillons 10C1 à 10C3 n'ont pas été sélectionnés du fait de leur faible teneur en soufre (0,31%, 0,18% et 0,13% respectivement) et de l'absence de la pyrite dans leur composition minéralogique.
- L'échantillon 10C4, quoique ayant présenté une teneur en soufre de 2,25% n'a pas été retenu en raison de l'absence de la pyrite dans sa composition minéralogique.

Deux méthodes ont été utilisées pour déterminer la valeur de PA. La première méthode (et la plus ancienne) est celle proposée par SOBEK *et al.* (1978). Elle consiste à déterminer la teneur en soufre sous forme de sulfure à partir de l'analyse du soufre total et de l'analyse du soufre restant après attaques successives au HCl et au HNO₃. La deuxième méthode a consisté à corriger la détermination des sulfures en transformant les sulfates insolubles en carbonates solubles à l'aide de Na₂CO₃ et en dissolvant ensuite les carbonates dans CH₃COOH. L'analyse du soufre dans le solide a été effectuée par la méthode gravimétrique classique : fusion, dissolution et précipitation à l'aide du chlorure de baryum. Deux méthodes ont été également utilisées pour déterminer la valeur de PN : la méthode de SOBEK *et al.* (1978) et l'analyse du CO₂. La méthode de SOBEK *et al.* (1978) consiste en un dosage en retour du HCl par NaOH (0,5 N) en utilisant un pH mètre pour déterminer le point équivalent (pH 7).

V.7.2. Résultats et interprétations

Le tableau V.22 donne les teneurs en S total, S sulfures et CO₂ total qui ont permis de déterminer le potentiel de génération et de neutralisation acide. La teneur en S sulfures qu'on obtient par la méthode de SOBEEK est basée sur deux attaques successives : dissolution des sulfates par HCl et dissolution des sulfures par HNO₃ (équation V.11). Le HCl (pH 1) dissout les sulfates hydro-solubles (Fe, Zn, Cu, etc.) et les sulfates solubles en milieu acide (gypse, anhydrite).



Dans notre cas, étant donné que nos échantillons renferment du Pb et du Ba, il n'est pas exclu qu'il y ait du PbSO₄ et du BaSO₄ qui sont peu solubles même en milieu acide. Mais, quoique étant peu solubles, ces sulfates sont quand même relativement attaqués par HNO₃ et la méthode de SOBEEK conduirait à une surestimation de la teneur en sulfures. Nous avons par conséquent, remplacé l'attaque des sulfures par la dissolution des sulfates insolubles. La spéciation du soufre est présentée sur la figure V.53.

Tableau V.22 Teneur en soufre, sulfures et CO₂ des échantillons 8C1 et 8C2

Echantillon	Teneur en %			
	S total	Sulfures (Sobek)	Sulfures	CO ₂ total
8C1	3,18	2,96	2,82	19,81
8C2	3,33	3,13	2,99	17,73

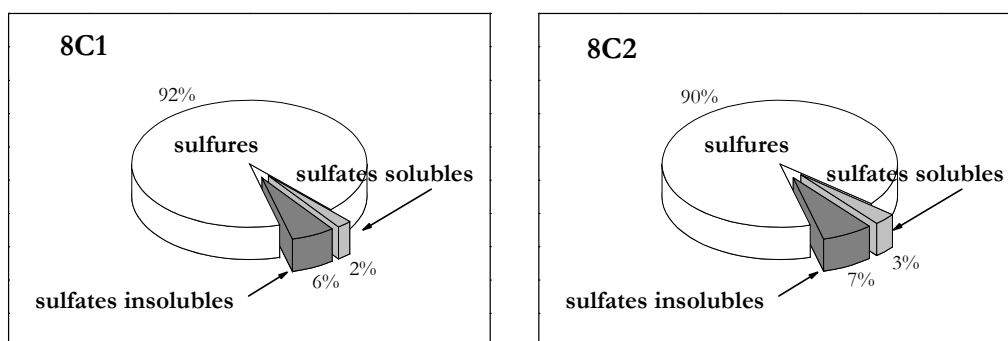


Figure V.53. Spéciation du soufre dans les échantillons 8C1 et 8C2

Pour dissoudre les sulfates insolubles, on les traite à chaud avec une solution concentrée de Na₂CO₃. La réaction est lente, mais elle peut être totale au bout d'une heure environ. Il se forme les carbonates (équation V.12) qui sont ensuite attaqués par l'acide acétique.



La dissolution des carbonates par l'acide acétique (équation V.13) est inspirée de l'ancienne tradition romaine qui consistait à verser du vin, les jours des fêtes, dans les canalisations en Pb pour les nettoyer.



Le facteur de conversion de la teneur en S en $CaCO_3$ est 31,25. Il est obtenu par calcul stœchiométrique en considérant que tout le S est sous forme de FeS_2 et en déterminant la quantité de $CaCO_3$ nécessaire à neutraliser le H_2SO_4 correspondant à la quantité de pyrite. En appliquant ce facteur on trouve les résultats du tableau V.23 où PA est le potentiel de génération acide ; PN, le potentiel de neutralisation et PNN, le potentiel net de neutralisation. L'indice « S » signifie que le résultat est obtenu par la méthode de SOBEK.

Tableau V.23 Réponse de la prévision statique du risque de DMA des échantillons 8C1 et 8C2

Echantillon	Prévision statique (d'après Sobek et al.)				Prévision statique (modifiée)			
	PA _s	PN _s	PNN _s	PN _s /PA _s	PA	PN	PNN	PN/PA
8C1	92,5	466,0	373,5	5,0	88,1	450,0	361,9	5,1
8C2	97,8	422,0	324,2	4,3	93,4	403,0	309,6	4,3

Les résultats des figures V.54 et V.55 montrent que les échantillons 8C1 et 8C2 sont dans une zone où il n'y a pas de risque de DMA. Par conséquent, il n'y a pas nécessité de procéder à d'autres investigations, notamment aux essais cinétiques.

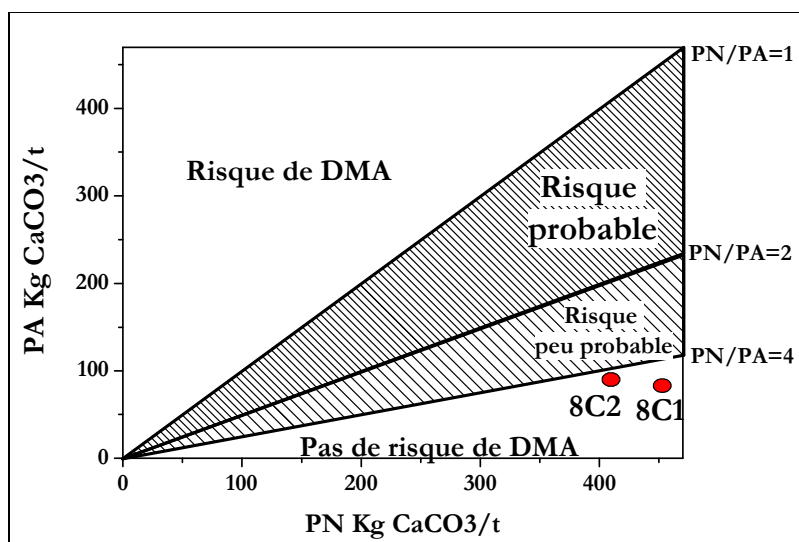


Figure V.54. Réponse de la prévision statique de DMA basée sur le rapport PN/PA

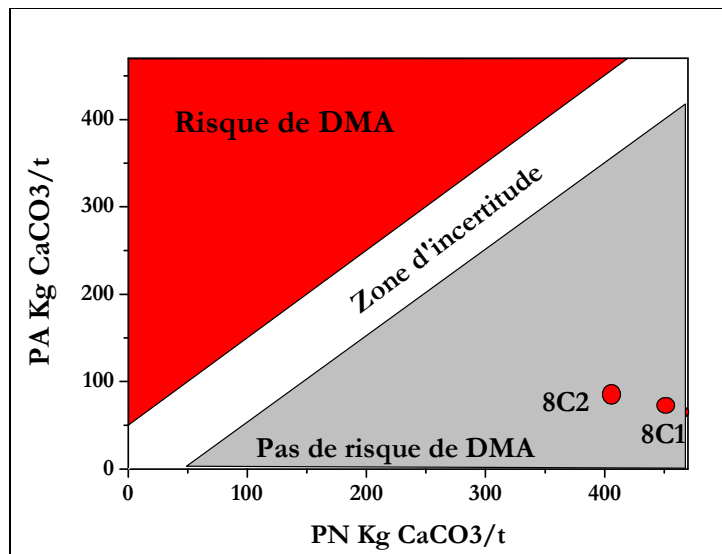


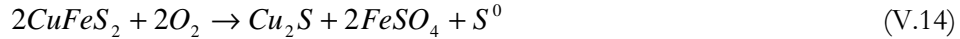
Figure V.55. Réponse de la prévision statique de DMA basée sur le PNN

Les principales conclusions qu'on peut tirer de ces résultats sont :

- ✚ La méthode de SOBEK donne des valeurs élevées aussi bien de PA que de PN. Pour PA, ces valeurs sont élevées étant donné qu'une partie non négligeable des sulfates serait prise en compte dans la détermination des sulfures. En ce qui concerne le PN, la valeur est élevée étant donné qu'au cours du titrage la consommation d'acide n'est pas due uniquement aux carbonates, mais également à certains oxydes, hydroxydes et silicates.
- ✚ Le calcul de la teneur en carbonate à partir du CO_2 donnerait des bons résultats lorsque la teneur en matière organique est faible, c'est-à-dire lorsque le carbone organique est en quantité négligeable. On suppose alors que le CO_2 analysé provient intégralement des carbonates courants : calcite (CaCO_3), dolomite, $(\text{Ca}, \text{Mg})\text{CO}_3$, magnésite (MgCO_3), ankérite $(\text{Ca}(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Mn})(\text{CO}_3)_2)$, sidérite (FeCO_3) et rhodochrosite (MnCO_3).
- ✚ Etant donné que la concentration et le volume de HCl à utiliser pour déterminer NP par la méthode de SOBEK sont choisis à partir des résultats du pré-test qui consiste à déterminer le taux d'effervescence, la quantité d'acide excédentaire à doser en retour varie significativement selon l'appréciation qu'on a de cette effervescence. Un bon choix n'est obtenu qu'après une série de tâtonnements.
- ✚ Le fait que les valeurs obtenues par les deux méthodes soient très proches et conduisent aux mêmes conclusions montre que les valeurs ainsi obtenues sont relativement fiables. Même en prenant l'hypothèse la plus extrémiste de considérer tout le soufre comme étant constitué de pyrite, on arrive à un rapport PN/PA de 4,5 et 4, ou à un PNN égal à 350,6 et 299 kg de CaCO_3 par tonne d'échantillon, respectivement pour les échantillons 8C1 et 8C2. Et la conclusion à tirer reste la même.

Certains auteurs ont pensé que la détermination du potentiel de génération d'acide à partir de la teneur en sulfures était surestimée étant donné que la génération d'acide ne serait attribuable qu'à la pyrite seule et non à tous les minéraux sulfurés. Nous avons à ce sujet une opinion contraire étant donné que, une fois la réaction amorcée, presque tous les sulfures participent à la génération d'acide, soit directement, soit en passant par le soufre élémentaire comme le montre les réactions (V.14) à (V.21) :

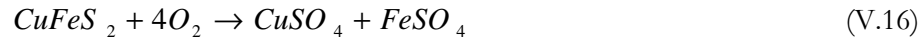
La réaction (V.14) montre l'oxydation de la chalcopirite avec production du soufre élémentaire :



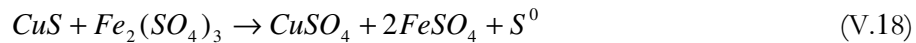
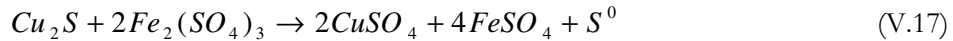
Il est évident qu'en présence d'un excès d'oxygène, l'oxydation peut être totale et empêcher la formation du soufre élémentaire :



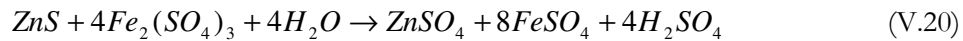
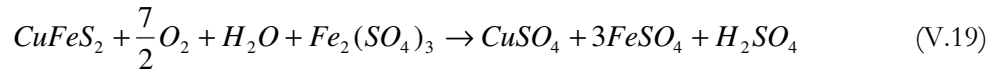
La réaction globale des étapes (V.14) et (V.15) est :



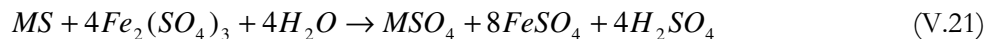
En absence d'oxygène et d'eau, l'oxydation des sulfures par le fer ferrique peut conduire aussi à la formation des sulfates et du soufre élémentaire (réaction V.17 et V.18) :



Une fois la réaction amorcée, le fer ferrique produit par l'oxydation de la pyrite peut participer à l'oxydation d'autres minéraux sulfurés, en présence de H₂O, et contribuer à la formation de l'acide (réaction V.19 et V.20) :



Et d'une manière générale, pour un sulfure de formule MS, l'oxydation par le fer ferrique (produit de la réaction de la pyrite) en présence de H₂O donnera l'acide suivant la réaction (V.21) :



La pyrite doit donc être considérée comme le moteur qui déclenche le mécanisme d'oxydation des sulfures. La méthode utilisée ici pour déterminer la teneur en sulfures ne doit pas être considérée comme « universelle ». Il convient chaque fois de choisir et adapter

le mode opératoire en fonction des informations dont on dispose sur la minéralogie de l'échantillon. Comme les méthodes chimiques demandent beaucoup d'habiletés et beaucoup de temps, l'idéal serait de déterminer la teneur en sulfures directement à l'aide de la méthode de combustion (en présence d'oxygène) et dosage par spectrophotométrie infrarouge, c'est la méthode dite « LECO ». La précision de cette mesure repose sur le fait que, le gaz de combustion contenant le SO₂ à doser est acheminé vers un détecteur à infrarouge, et un système informatisé calcule et affiche la concentration du soufre (élémentaire ou sulfure) présent dans l'échantillon. L'apport des méthodes classiques reste cependant indispensable pour déterminer la spéciation car, comme on l'a déjà dit, le S organique peut être pris en considération.

En ce qui concerne la détermination du potentiel de neutralisation, il convient de préciser également qu'il n'y a pas que les carbonates qui ont la possibilité de neutraliser l'acide généré. Il y a aussi des oxy-hydroxydes (par exemple la limonite) et certains silicates. Cette détermination de PN à partir d'une méthode qui ne considère que les carbonates devrait probablement sous-estimer la « vraie » capacité de neutralisation. Mais, on reste évidemment du côté de la sécurité. Des études ont montré que, quoique en faible proportion, les silicates étaient à même de consommer l'acide. Une littérature abondante est même consacrée à la contribution des silicates au pouvoir neutralisant des matériaux. La contribution de la chlorite³² et de la limonite³³ est évoquée par WARREN (1996) et MILLS (1997). Celle de la biotite³⁴ et de l'amphibole³⁵ par KWONG et FERGUSON (1997). Sans oublier celle de l'olivine³⁶ et des pyroxènes³⁷ qui est évoquée par LAPAKKO, (1994) et BHP Diamonds Inc. (1995). Le grand problème est que la cinétique de neutralisation par les carbonates est plus élevée qu'avec les silicates. Il n'est pas évident d'élaborer un protocole unique qui mette en évidence des réactions de cinétiques très différentes.

La disponibilité des carbonates à la neutralisation n'est pas non plus permanente étant donné que la précipitation de l'hydroxyde de fer et du sulfate de calcium peut couvrir la surface des minéraux carbonatés et empêcher leur contact avec de l'acide. Ces hypothèses sont peu justifiées dans les rejets de concentration où la granulométrie est fine et les matériaux relativement homogènes à cause des opérations antérieures.

³² Chlorite : silicate de Mg, Fe et Al appartenant à la classe des phyllosilicates et de formule (Mg,Al,Fe)₆(Si,Al)₄O₁₀(OH)₈.

³³ Limonite : FeO.OH. C'est un ensemble d'oxydes et hydroxydes de Fe divers (goethite, lépidocrocite, etc.) et d'argiles.

³⁴ Biotite : Phyllosilicate de la famille des micas de composition comprise entre KMg₃AlSi₃O₁₀(OH,F,Cl) et KFeAlSi₃O₁₀(OH,F,Cl)₂ qui peut s'altérer en chlorite.

³⁵ Amphibole : Famille des silicates de Fe, Ca ou Mg (composition variable) en prismes très allongés appartenant au groupe des inosilicates.

³⁶ Olivine : Minéral de la famille des nésosilicates de formule (Mg,Fe)₂(SiO₄).

³⁷ Pyroxènes : Famille des inosilicates se différenciant des amphiboles par absence du groupe OH.

V.8. Conclusion

L'objectif poursuivi dans ce chapitre était de caractériser le comportement environnemental des rejets minéro-métallurgiques du Copperbelt congolais en étudiant particulièrement leur lixivibilité, la « migration » souterraine des polluants métalliques qu'ils contiennent ainsi que le risque de drainage minier acide.

La littérature offre un ensemble de tests et normes de lixiviation. Chacun d'eux conduisant à des résultats bien distincts et parfois même contradictoires les uns des autres. Un rejet considéré non dangereux suivant un test normalisé français (test AFNOR : X31 210) peut devenir dangereux lorsque l'on applique un test réglementaire américain (test US EPA : SPLP). Pourquoi ces différences et quel est le meilleur test à adopter ? Ces questions, ainsi que tant d'autres, ont été examinées en s'appuyant sur des résultats expérimentaux obtenus en mettant en œuvre quelques tests sélectionnés pour leur usage très généralisé, leur pertinence, leur reconnaissance et normalisation au niveau international, leur caractère légal en RD Congo ainsi que la possibilité d'être réalisé dans le cadre de cette étude (durée et budget alloués à la thèse). Ces tests sont : extraction simple à pH neutre (H_2O et $CaCl_2$), extraction séquentielle et TCLP (test légal en RD Congo).

Le pH étant un paramètre important influençant la lixivibilité, des essais à différents pH constant ont été également mis en œuvre. Parce que chaque tas de rejet sur site est saisonnièrement lixivié par les précipitations, des essais de percolixiviation ont été également ajoutés à la batterie de tests en vue de mettre en évidence la qualité des lixiviats en fonction des précipitations locales et en tenant compte de la quantité de rejets sur le site. Enfin, une percolation des lixiviats sur sol non remanié a été réalisée pour simuler le transport ou la « migration » des polluants dans la couche superficielle des sols.

La littérature offre également, en ce qui concerne la prévision statique des risques de drainage minier acide, plusieurs protocoles expérimentaux basée sur la méthode dite « ABA » (Acid-Base Accounting). Dans ce chapitre, nous avons d'abord appliqué le protocole proposé par Sobek et al ; (1978), qui est le plus ancien et le plus général. Ensuite, nous y avons apporté une modification pour l'adapter à nos conditions.

En ce qui concerne la lixivibilité, les résultats obtenus par l'extraction simple à pH neutre ont montré que les rejets de pyrométallurgie sont très peu lixiviables (jusqu'à 0,5%), les rejets de concentration sont relativement lixiviables (jusqu'à 3%) et les résidus d'hydrométallurgie sont très lixiviables (jusqu'à 30%). L'étude cinétique a permis d'établir l'influence des paramètres susceptibles de contrôler cette lixivibilité et de fournir les critères de choix de test à mettre en œuvre en fonction de chaque situation rencontrée. Ce type de test est pertinent dans le sens qu'il permet de déterminer la stabilité du rejet à long terme ainsi que le taux d'extraction maximum dans un scénario ordinaire.

Les essais d'extraction séquentielle ont montré que les rejets de pyrométallurgie peuvent afficher un taux de lixiviation pouvant atteindre 30% du contenu total contre 60% pour les rejets de concentration. Ces proportions sont importantes parce que les polluants sont associés aux fractions échangeables, acido-solubles et réductibles. Très peu de polluants sont associés aux fractions oxydables. Ce test, capable de donner la « réponse » du matériau à l'action des réactifs de « force » différente, est également pertinent pour

déterminer le taux maximum d'extraction suivant différentes conditions d'exposition des rejets.

La TCLP, test simulant les pires conditions de mise en décharge avec les rejets organiques a montré que les rejets de pyrométallurgie sont aussi lixiviables que les rejets de concentration (taux de lixiviation supérieur à 10%). Pour les résidus d'hydrométallurgie, la TCLP semble conduire à des taux d'extraction relativement comparables à ceux obtenus dans le scénario ordinaire ; ceci montre que le relargage est à ce moment contrôlé par la solubilité. Le fait que les résultats de la TCLP sur l'ensemble des rejets soient bien corrélés avec la fraction F1 de l'extraction séquentielle montre que cette dernière résume l'ensemble de simulation.

La percolixiviation a montré que les premiers lixiviats, correspondant au rapport solide/liquide élevé, sont chargés en polluants et traduisent le relargage à court terme pour les rejets de concentration et le résidu d'hydrométallurgie. Le Co et le Cu ont présenté une solubilité nettement supérieure à celle des autres ETM. Le Pb, tant sur les rejets de pyrométallurgie que de concentration, a montré une très faible solubilité.

La percolation sur sol non remanié a, quant à elle, montré que tous les polluants mobilisés ont tendance à s'accumuler dans l'horizon supérieur des sols et à présenter, contrairement à l'opinion la plus répandue, des risques de pollution des sols plutôt que des aquifères. Aux risques de pollution des sols sont associés les risques d'exposition directe (cutanée, inhalation et ingestion) des êtres vivants ainsi que les risques de propagation rapide (ruissellement, envolée des poussières). Cette rétention en surface des polluants est attribuable à la matière organique, aux argiles ou à des phénomènes de fixation. Les principales phases responsables de cette rétention et le caractère réversible ou définitif de cette immobilisation n'ont pas été déterminés et nécessitent des études supplémentaires. Ces résultats de la percolation sur sol non remanié suggèrent une phytoremédiation (phytoextraction et phytostabilisation) ou une dépollution par excavation. Ces aspects sont examinés dans le chapitre suivant.

Enfin, en ce qui concerne la prévision statique du risque de DMA, les résultats obtenus, aussi bien suivant le protocole de SOBEK que le nôtre, montrent que le potentiel net de neutralisation ou le rapport du potentiel de neutralisation sur le potentiel de génération sont élevés et tombent dans une zone où la probabilité d'observer le DMA est quasi nulle. Et, la réponse fournie par le protocole de SOBEK est identique à la nôtre puisque celui-ci surestime à la fois, et le potentiel de génération et le potentiel de neutralisation ce qui pousse les deux marges d'erreur dans le sens de la compensation.

Chapitre VI

EVALUATION DES RISQUES ET RECOMMANDATIONS

- VI.1. Introduction
- VI.2. Evaluation des risques
 - VI.2.1. Risques en fonction des quantités mobilisables
 - VI.2.2. Evaluation multicritère des risques
- VI.3. Classification suivant le code minier congolais
- VI.4. Recommandations
 - VI.4.1. Proposition d'un critérium de classification
 - VI.4.2. Amendement à la législation congolaise
 - VI.4.3. Valorisation des rejets de la pyroméallurgie
 - VI.4.4. Remédiation et réhabilitation des sites
 - VI.4.5. Autres études et travaux réalisables en prolongation
- VI.5. Conclusion

VI.1. Introduction

Ce chapitre a pour but de faire une synthèse des différents résultats obtenus afin d'évaluer l'impact environnemental réel relatif à chaque rejet et effectuer une classification de ces derniers suivant les risques qu'ils présentent pour l'homme et pour l'environnement.

Une formule suffisamment connue exprime le risque comme étant le produit de l'importance du danger par l'intensité de la source (relation VI.1). Le risque traduit la probabilité d'apparition d'un événement (maladie par exemple) pour un individu ou une population pendant une période donnée suite à l'exposition à un danger. Dans notre cas, le danger est une propriété intrinsèque du rejet à générer un effet néfaste ou indésirable.

$$\text{Risque} = \text{danger} * \text{exposition} \quad (\text{VI.1})$$

Pour établir que la présence d'un polluant dans un milieu présente un risque (R), la présence simultanée des trois facteurs suivants est indispensable : la source (S), le vecteur (V) et la cible (C). C'est ce qu'on appelle « Evaluation Simplifiée du Risque » (ESR) traduite par la formule :

$$R = f(S, V, C) \quad (\text{VI.2})$$

L'évaluation simplifiée des risques étant qualitative, elle n'est pas acceptée comme outil efficace d'aide à la décision. C'est pourquoi, aux Etats-Unis, depuis les années 80, une méthodologie dite d'« Evaluation Détaillée (ou Approfondie) des Risques » (EDR ou EAR) a été mise au point avec comme but principal de donner une appréciation quantitative et scientifique des risques.

Le but de ce chapitre n'est pas, à proprement parler, d'évaluer de façon détaillée les risques, ce qui relève évidemment d'une autre orientation, mais plutôt de montrer de quelle manière les résultats obtenus peuvent être intégrés et interprétés dans un processus de prise de décisions basé sur une évaluation semi-quantitative et scientifique des risques.

Nous convenons que la présence des rejets dans l'environnement présente des risques (environnemental et sanitaire) étant donné qu'il y a une source (rejets), il y a un vecteur (eau et air) et des cibles (êtres humains et écosystème).

Dans le chapitre précédent nous avons étudié la lixivibilité de chaque rejet et mis en évidence différents facteurs susceptibles de favoriser le relargage des polluants. Dans ce chapitre, nous évaluons les risques en prenant en considération l'ensemble des facteurs mis en évidence. Nous proposons également un critérium de classification de rejets susceptible d'aider à la prise des décisions concernant la gestion desdits rejets. Subsidièrement, ce chapitre analyse l'applicabilité de la législation congolaise dans ce contexte et formule quelques recommandations.

VI.2. Evaluation des risques

VI.2.1. Risques en fonction des quantités mobilisables

L'impact environnemental ne dépend pas uniquement de la lixivibilité, mais également de la masse des rejets et de leur teneur en ETM et donc de la quantité d'ETM pouvant être relarguée dans l'environnement. Deux rejets ayant un même taux de lixiviation mais des teneurs différentes ne présentent pas les mêmes risques pour l'environnement. Le taux de lixiviation et la teneur doivent être combinés pour obtenir un nouveau paramètre susceptible d'évaluer les risques que les rejets présentent pour l'environnement. Ce nouveau paramètre obtenu en multipliant le taux de lixiviation par la teneur détermine la quantité mobilisable d'un polluant exprimée en mg de polluant par kg de rejet ou gramme par tonne.

Les tableaux VI.1 et VI.2 donnent respectivement les quantités mobilisées par extraction simple avec de l'eau et avec le CaCl₂.

Tableau VI.1 Quantités mobilisées par extraction simple avec H₂O

N°	Echantillons	Quantités mobilisées (mg/kg)				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1	1P	2,40	12,32	6,72	1,43	5,13
2	6P	0,90	15,00	2,94	1,43	12,71
3	7P	1,40	1,05	2,24	1,50	6,30
4	8C1	3,42	6,00	8,64	4,83	581,70
5	9C	10,40	4,55	6,40	0,00	8,48
6	11C	4,00	3,08	4,24	1,20	8,88
7	13H	1331	2864	151,83	17,68	156,75

Les graphiques des figures VI.1 et VI.2 permettent de comparer les taux d'extraction avec les quantités mobilisées. On voit par exemple que l'échantillon 6P présente un faible taux d'extraction en cuivre comparé aux autres échantillons de pyrométallurgie. Mais en tenant compte de la teneur, on constate que c'est l'échantillon qui mobilise le plus de Cu dans l'environnement.

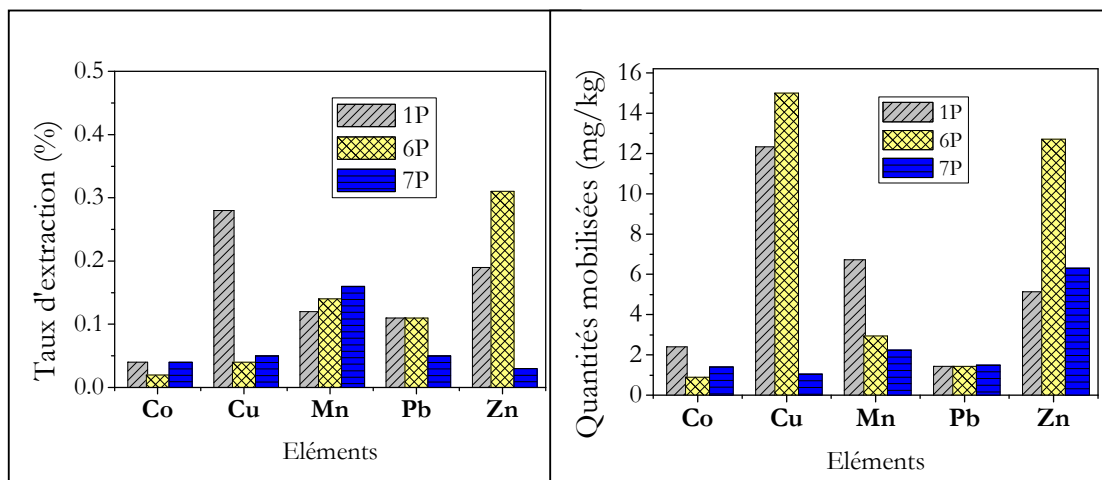


Figure VI.1 Taux d'extraction et quantités mobilisées avec H₂O sur les rejets de pyrometallurgie

L'observation faite pour les rejets de pyrometallurgie est aussi valable pour les rejets de concentration (figure VI.2). En tenant compte uniquement du taux de lixiviation en Co, l'échantillon 8C1 peut être considéré comme présentant plus des risques pour l'environnement que les autres rejets de concentration. On constate cependant qu'en tenant compte aussi de la teneur, la situation est inversée. Même avec un taux de lixiviation élevé, l'échantillon 8C1 ne mobilise que peu de Co dans l'environnement comparé aux autres rejets de concentration.

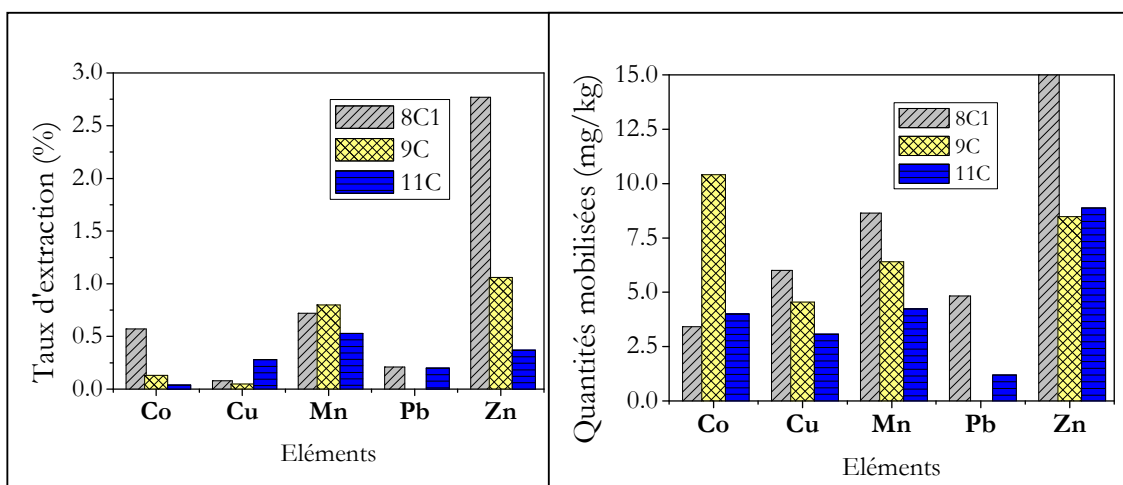


Figure VI.2 Taux d'extraction et quantités mobilisées avec H₂O sur les rejets de concentration

En ne considérant que le nombre de polluant et les quantités par kg que chaque rejet peut relarguer dans l'environnement, on peut faire les constats suivants :

- ✚ Parmi les rejets de pyroméallurgie, l'échantillon 7P est le moins dangereux. Quant aux échantillons 1P et 6P, il est difficile de dire lequel de deux est le plus dangereux. En effet, l'échantillon 1P libère beaucoup de Co et de Mn, tandis que l'échantillon 6P libère beaucoup de Cu et de Zn.
- ✚ En ce qui concerne les rejets de concentration, des considérations analogues permettent de constater que le rejet 8C1 est le plus dangereux étant donné qu'il mobilise à la fois beaucoup de Cu, Mn, Pb et Zn. Il est suivi de l'échantillon 9C qui libère plus de Co, Cu et Mn que l'échantillon 11C.

Tableau VI.2 Quantités mobilisées par extraction simple avec CaCl₂

N°	Echantillons	Quantités mobilisées (mg/kg)				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1	1P	23,4	13,20	7,28	5,72	2,70
2	6P	2,25	11,25	2,31	3,64	3,69
3	7P	8,75	0,84	3,36	5,40	33,60
4	8C1	5,04	5,25	7,80	7,82	88,20
5	9C	36,00	5,46	7,20	5,30	8,72
6	11C	5,00	3,85	4,72	5,16	12,24
7	13H	416,25	933,75	34,79	4,55	36,86

Sur base des mêmes critères, on peut faire les constatations suivantes sur le résultat obtenu en réalisant l'extraction avec le CaCl₂ (figure VI.3) :

- ✚ Le rejet 1P est le plus dangereux des rejets de pyroméallurgie par le fait qu'il mobilise plus de Co, Cu et Mn. Il est suivi de l'échantillon 7P qui mobilise plus de Co, de Mn, de Pb et de Zn que l'échantillon 6P. Mais le fait que l'échantillon 7P libère le Zn en quantité relativement élevée peut conduire à mettre cet échantillon en position concurrente avec l'échantillon 1P.

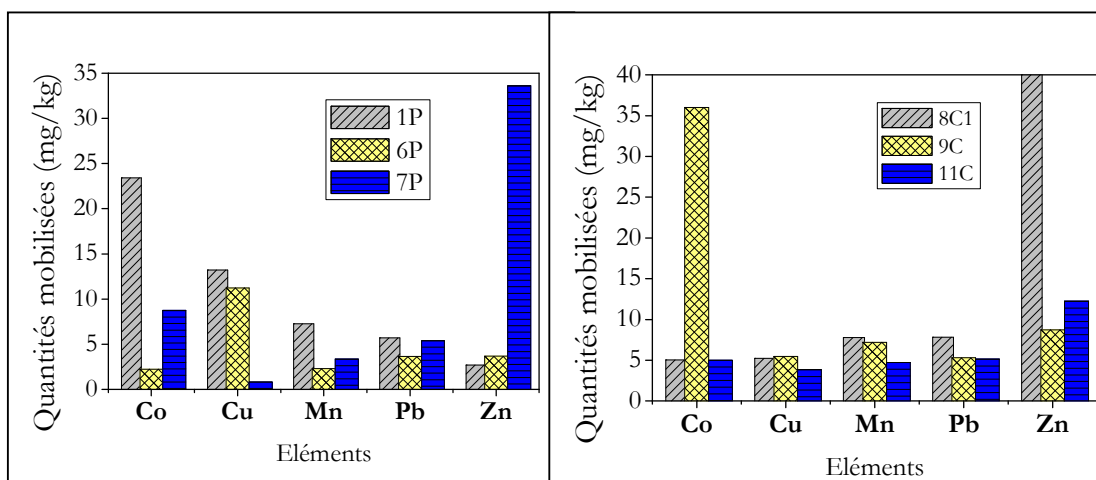


Figure VI.3 Quantités mobilisées par extraction avec CaCl₂

- ✚ Pour les rejets de concentration, les conclusions sont les mêmes que dans le cas de l'extraction avec l'eau : l'échantillon 8C1 reste le plus dangereux des échantillons de concentration. Il est suivi de l'échantillon 9C.

Des considérations similaires peuvent être faites sur les résultats obtenus en réalisant l'extraction suivant la méthode de TCLP (tableau VI.3).

Tableau VI.3 Taux d'extraction en mg/kg obtenu par extraction avec TCLP

N°	Echantillons	Quantités mobilisées (mg/kg)				
		Co	Cu	Mn	Pb	Zn
1	1P	825	205,04	77,28	2,47	174,96
2	6P	267,30	6199	44,94	2,47	12,30
3	7P	39,90	32,55	2,52	22,50	199,5
4	8C1	30,00	2900	142,56	374,9	12499
5	9C	524,80	67,34	77,52	7,50	45,04
6	11C	103	99,99	37,52	2,52	5,04
7	13H	1600	1125	82,53	22,49	34,96

Quoique l'expression des résultats sous forme de quantités mobilisées en mg/kg permette de ressortir les risques pour l'environnement, la classification des différents rejets en fonction de ces risques reste difficile. En effet, il est difficile de comparer des rejets qui mobilisent des polluants de nature différente et en quantités et nombre différents. Pour arriver à effectuer cette classification, il faut inventorier les différents critères qui peuvent entrer en considération dans l'évaluation des risques et procéder à une analyse multicritère.

VI.2.2. Evaluation multicritère des risques

Les risques que présentent un tas de rejet mis en décharge en plein air dépendent de plusieurs paramètres. Les plus importants qui ont été déterminés jusqu'ici dans ce travail sont le taux de lixiviation, la teneur en polluant et la perméabilité des échantillons. Un autre paramètre important à ajouter à cette liste est la toxicité relative de chaque polluant. En effet, tous les polluants n'ont pas le même effet néfaste sur l'homme ou sur l'écosystème en général. Il faut donc recourir aussi à des données toxicologiques pour évaluer les risques vis-à-vis de l'environnement.

Les données toxicologiques sur les différents ETM sont fournies par des organismes reconnus et agréés tels que l'INRS, l'ATSDR, l'OMS, EPA US, etc. En ce qui concerne les éléments dont il est question dans ce travail, ces données sont résumées dans le tableau VI.4. Ces éléments sont des oligo-éléments à l'exception du Pb. Les oligo-éléments sont indispensables pour le fonctionnement des cellules (biocatalyseurs, co-facteurs d'enzymes et constituants de molécules³⁸) à des concentrations bien déterminées. Lorsque cette concentration est dépassée ils deviennent toxiques. Cette concentration n'est pas la même pour tous les éléments. Les données toxicologiques montrent que la toxicité du Zn est relativement faible comparée à celle de Co, Cu et Mn. Quant au Pb qui n'a aucune fonction biologique, sa toxicité est établie à des concentrations très faibles. De plus, le Co, Cu, Mn et

³⁸ Par exemple l'hémoglobine et la chlorophylle.

Zn s'éliminent plus ou moins facilement de l'organisme (à travers la sueur, les urines, la salive, les cheveux, etc.) alors que le Pb a un caractère persistant. Ces considérations montrent que pour des quantités mobilisables égales, les rejets mobilisant le Pb présentent plus de risques pour l'environnement que ceux mobilisant les oligo-éléments. Il en est de même des rejets mobilisant le Co, le Cu ou le Mn qui présentent plus de risques que ceux mobilisant le Zn. C'est pourquoi les normes (tableau VI.5) fixent des valeurs très faibles pour le Pb, moins faible pour le Zn et intermédiaires pour le Co, Cu et Mn.

Tableau VI.4 Toxicité de quelques ETM

Eléments	Voies d'exposition	Toxicité
Co	Inhalation Ingestion Cutanée	Effets cutanés; effets cardiaques (cardiomyopathies) ; Effets respiratoires (10% Asthmes) ; Incertitude sur le caractère cancérigène.
Cu	Inhalation Ingestion Cutanée	Lésions hépatiques, troubles gastro-intestinaux, dermatite ; Peu toxique envers les animaux, toxique envers les plantes à des niveaux modérés. Incertitude sur le caractère cancérigène.
Mn	Inhalation Ingestion Cutanée (faible)	Effets nerveux et respiratoires Effets sur la reproduction (avortement et déficit significatif de fertilité)
Pb	Inhalation Ingestion Cutanée (faible)	Saturnisme : effets neurologiques, cardiaques, hématologiques, etc. Faible risque de cancer.
Zn	Inhalation Ingestion Cutanée (faible)	Irritation gastro-intestinale, irritation pulmonaire et anémie ; Toxique pour les végétaux à des fortes teneurs ; Incertitude sur le caractère cancérigène.

Tableau VI.5 Concentrations maximales autorisées dans les eaux suivant différentes normes

Eléments	Concentration en mg/l						
	Eau souterraine ³⁹	Effluent industriel				Eau de distribution	Eau de surface UE
		RDC ⁴⁰	Canada ⁴¹	Belgique ⁴²	Allemagne		
Co	-	-	-	-	-	-	1
Cu	0,1	1,5	0,3	2	0,5	1	1
Mn	-	-	-	-	-	-	-
Pb	0,01	0,5	0,2	0,5	0,5	0,05	0,05
Zn	0,2	10	0,5	1	1	5	5

³⁹ Valeur seuil fixée dans l'arrêté wallon de 2004.

⁴⁰ Prescription du code minier congolais.

⁴¹ Prescription canadienne (Environnement Canada, 1977).

⁴² Source : (VASEL et VANDER BORGHT, 1991)

On peut donc classer les ETM étudiés suivant trois niveaux de toxicité :

- Niveau 1 : Très toxique. Dans cette catégorie on classe le Pb. Il n'est pas essentiel à la vie et présente des effets neurologiques, cardiaques et hématologiques à des doses très faibles. Il ne semble pas exister de seuil de tolérance au Pb chez l'homme, surtout pour les enfants et les femmes enceintes. Il présente en plus un léger risque de cancer (INRS, 2006).
- Niveau 2 : Toxique. Dans cette catégorie on classe le Co, le Cu et le Mn. Ils ont des fonctions biologiques mais à forte concentration ils deviennent nuisibles. L'état actuel des connaissances ne permet pas de leur attribuer avec certitude un caractère cancérigène (INRS, 1997 ; INRS, 2000 ; INERIS, 2005).
- Niveau 3 : Peu toxique. Dans cette catégorie on classe le Zn. Il intervient dans de nombreuses réactions enzymatiques et s'élimine facilement de l'organisme humain. Il ne présente pas d'effets chroniques quels que soient la forme chimique et le mode d'exposition chez l'homme (INRS, 2002). A l'instar du Co, Cu et Mn, son caractère cancérigène n'est pas établi avec certitude.

On a donc un quatrième paramètre à prendre en considération pour évaluer l'impact environnemental réel de chaque rejet. Trois paramètres (taux de lixiviation, teneur et perméabilité) sont quantitatifs mais avec des échelles et des unités différentes. Le quatrième (la toxicité) est qualitatif. Le traitement de ces données par les méthodes statistiques classiques n'est pas possible. Il faut passer par des méthodes élaborées d'analyse statistique multivariée ou multicritère. Il est important de noter que les quatre paramètres retenus ne sont pas les seuls indicateurs des risques. Il y a en bien d'autres tels que l'emplacement par rapport à la direction des vents dominants ou la proximité avec la population, la quantité totale sur le site, la nature du sol ou de la roche sous jacente, etc.

L'analyse multicritère (AMC) est un outil d'aide à la décision développé pour résoudre des problèmes multicritères complexes qui incluent des aspects qualitatifs et/ou quantitatifs dans un processus décisionnel (RENAUD, 2006). En effet, une situation qui implique de nombreux critères de nature différente peut être source de confusion en l'absence d'un processus de décision logique et bien structuré.

Les étapes principales de l'AMC sont : identification des indicateurs et détermination des critères pertinents de décision ; mise à l'échelle ou normalisation des indicateurs ; établissement des matrices des éléments de décision simple ; traitement des valeurs numériques et classement des alternatives (RENAUD, 2006 ; MENDOZA et MACOUN, 2000).

-*Etape 1* : Identification des indicateurs et détermination des critères

On dispose de quatre indicateurs : le taux de lixiviation (L), la teneur (C), la perméabilité (K) et la toxicité (T). L'analyse multicritère est réalisée en utilisant la fonction R « risques » (fonction objectif) qui associe à chaque type de rejets E_i (éléments) un critère f_j défini par la relation (VI.3). Le critère f_j est un indicateur ou une combinaison d'indicateurs.

$$R = E_i * f_j \quad (\text{VI.3})$$

$$f_j = \sum_{i=1}^n C_n^i \quad \text{avec} \quad C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!} \quad (\text{VI.4})$$

Le nombre d'indicateurs, n , étant égal à 4, la relation (VI.4) permet déterminer le nombre total de critères de la manière suivante :

$$f_j = \sum_{i=1}^4 C_4^i = (C_4^1 + C_4^2 + C_4^3 + C_4^4) = 15 \quad (\text{VI.4.bis})$$

Connaissant le nombre d'échantillons E_i et le nombre de critères f_j on peut écrire la fonction objectif (VI.3) sous forme matricielle (VI.5). La matrice (VI.5) est appelée *matrice d'évaluation* et ses lignes sont appelées *éléments de décision simple*.

On dispose donc de 15 critères pour évaluer les risques que présente chaque rejet : ces critères sont : $L, C, T, K, LC, LT, LK, CT, CK, TK, LCT, LCK, CTK, LTK$ et $LCTK$. On peut considérer le critère $LCTK$ qui associe tous les indicateurs comme étant pertinent sous réserve du poids ou pondération de chaque indicateur dans le critère. En effet, en tenant compte de la pondération, les autres éléments de décision peuvent être considérés comme des cas particuliers du critère $LCTK$.

$$R = E_i * f_j = \begin{pmatrix} f_1(1P) & f_1(6P) & \dots & \dots & f_1(13H) \\ f_2(1P) & f_2(6P) & \dots & \dots & f_2(13H) \\ f_3(1P) & f_3(6P) & \dots & \dots & f_3(13H) \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ f_{15}(1P) & f_{15}(6P) & \dots & \dots & f_{15}(13H) \end{pmatrix} \quad (\text{VI.5})$$

-*Etape 2* : Mise à l'échelle ou normalisation

Les unités et les échelles ne sont pas les mêmes pour les 4 indicateurs. Il convient donc de les « normaliser » en vue de les rendre homogènes et traitables numériquement. Nous avons choisi d'attribuer à chaque indicateur trois valeurs comme l'indique le tableau VI.6. La qualification de chacune d'elle est présentée au tableau VI.7.

Tableau VI.6 Mise à l'échelle des indicateurs

Normalisation	Valeurs			
	<i>L</i>	<i>C</i>	<i>T</i>	<i>K</i>
1] 0 ; 1% [] 0 ; 0,5% [Zn	<1.10 ⁻⁷
2	[1% ; 10%]	[0,5 ; 1%]	Co, Cu et Mn	[1.10 ⁻⁷ ; 1.10 ⁻⁵]
3	>10%	>1%	Pb	>1.10 ⁻⁵

Tableau VI.7 Qualification des indicateurs

Classement	Qualification			
	Lixiviabilité « L »	Teneur « C »	Toxicité « T »	Perméabilité « K »
1	Peu lixiviable L=1	Pauvre C=1	Peu toxique T=1	Peu perméable K=1
2	Lixivable L=2	Assez riche C=2	Toxique T=2	Perméable K=2
3	Très lixiviable L=3	Riche C=3	Très toxique T=3	Très perméable K=3

-Etape 3 : Etablissement des matrices des éléments de décision simple

La mise à l'échelle des taux de lixiviation, des teneurs, de la toxicité et de la perméabilité conduit à l'établissement des matrices élémentaires suivantes :

$$L_{H_2O} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 0,04 & 0,28 & 0,12 & 0,11 & 0,19 \\ 0,02 & 0,04 & 0,14 & 0,11 & 0,31 \\ 0,04 & 0,05 & 0,16 & 0,05 & 0,03 \\ 0,57 & 0,08 & 0,72 & 0,21 & 2,77 \\ 0,13 & 0,05 & 0,8 & 0,0 & 1,06 \\ 0,04 & 0,28 & 0,53 & 0,2 & 0,37 \\ 36 & 38,2 & 21,7 & 1,36 & 8,25 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \\ 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \end{matrix} \quad (VI.6)$$

$$L_{CaCl_2} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 0,39 & 0,3 & 0,13 & 0,44 & 0,1 \\ 0,05 & 0,03 & 0,11 & 0,28 & 0,09 \\ 0,25 & 0,04 & 0,24 & 0,18 & 0,16 \\ 0,84 & 0,07 & 0,65 & 0,34 & 0,42 \\ 0,45 & 0,06 & 0,9 & 0,53 & 1,09 \\ 0,05 & 0,35 & 0,59 & 0,86 & 0,51 \\ 11,3 & 12,5 & 4,97 & 0,35 & 1,94 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \\ 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 2 & 1 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \end{matrix} \quad (VI.7)$$

$$L_{TCLP} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 13,8 & 4,66 & 1,38 & 0,19 & 6,48 \\ 5,94 & 16,5 & 2,14 & 0,19 & 0,3 \\ 1,14 & 1,55 & 0,18 & 0,75 & 0,95 \\ 5 & 38,7 & 11,9 & 16,3 & 59,5 \\ 6,56 & 0,74 & 9,69 & 0,75 & 5,63 \\ 1,03 & 9,09 & 4,69 & 0,42 & 0,21 \\ 43,2 & 15 & 11,8 & 1,73 & 1,84 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{matrix} \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 3 & 2 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 3 & 2 & 1 & 1 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 3 & 3 & 3 & 3 \\ 2 & 1 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 2 & 2 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \end{matrix} \quad (VI.8)$$

$$C = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 0,6 & 0,44 & 0,56 & 0,13 & 0,27 \\ 0,45 & 3,75 & 0,21 & 0,13 & 0,41 \\ 0,35 & 0,21 & 0,14 & 0,3 & 2,1 \\ 0,06 & 0,75 & 0,12 & 0,23 & 2,1 \\ 0,8 & 0,91 & 0,08 & 0,1 & 0,08 \\ 1 & 0,11 & 0,08 & 0,06 & 0,24 \\ 0,37 & 0,75 & 0,07 & 0,13 & 0,19 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{matrix} \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 3 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 3 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \end{matrix} \end{matrix} \quad (VI.9)$$

$$T = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.10)$$

$$K = \begin{matrix} \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 1,2 \cdot 10^{-4} \\ > 1 \cdot 10^{-4} \\ 1,5 \cdot 10^{-5} \\ 3 \cdot 10^{-7} \\ 7,1 \cdot 10^{-7} \\ 8 \cdot 10^{-7} \\ 1 \cdot 10^{-8} \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{matrix} \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8C1 \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 3 \\ 3 \\ 3 \\ 2 \\ 2 \\ 2 \\ 1 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.11)$$

-Etape 4 : Traitement numérique des données

Pour rendre la comparaison simple, on attribue également à la fonction objectif trois valeurs correspondant aux qualifications : rejet à faibles risques ; rejet à risques et rejets à risques élevés. Il convient donc de définir sur les indicateurs une opération « * » qui permet de fournir à la fonction objectif trois valeurs correspondant aux qualifications précitées. Nous définissons l'opération *produit* « * » ayant les propriétés suivantes :

- Propriété 1 : le *produit* de deux valeurs identiques donne un résultat identique. Cela signifie par exemple qu'un rejet peu lixiviable renfermant un polluant peu toxique (niveau 1 et 1) donne un rejet à faible risque.

- Propriété 2 : le *produit* de la plus faible valeur à la valeur la plus élevée donne une valeur intermédiaire. Cela signifie par exemple qu'un rejet peu lixiviable renfermant un polluant très toxique (niveau 1 à 3) est à risque non négligeable.

- Propriété 3 : le *produit* d'une valeur inférieure à une valeur supérieure donne une valeur supérieure à la valeur inférieure. Cela signifie par exemple qu'un rejet peu lixiviable contenant un polluant très toxique ne peut pas être à faibles risques.

- Propriété 4 : l'opération *produit* est commutative, c'est-à-dire que le résultat est le même quel que soit l'ordre des facteurs.

Les propriétés 1 à 4 sont résumées par la figure VI.4.

		Valeurs des critères			
		*	1	2	3
Valeurs des critères	1	1	2	2	
	2	2	2	3	
	3	2	3	3	

Résultat, décision multicritère ou décision complexe

Figure VI.4 Résumé des propriétés de l'opération « * » et résultats possibles

En appliquant les propriétés de l'opération *produit*, on peut déterminer tous les critères (simples et complexes) et déterminer la valeur de la fonction « risques ». Remarquons que les critères *C*L* représentés par les matrices (VI.12) à (VI.14) correspondent aux quantités mobilisées (mg/kg) et conduisent aux conclusions tirées antérieurement.

$$C * L_{H_2O} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8Cl \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 3 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 3 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} = \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 2 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 3 & 2 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.12)$$

$$C * L_{CaCl} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8Cl \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 3 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 3 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 2 & 1 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} = \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 2 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 2 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 3 & 2 & 1 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.13)$$

$$C * L_{TCLP} = \begin{matrix} & \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{matrix} 1P \\ 6P \\ 7P \\ 8Cl \\ 9C \\ 11C \\ 13H \end{matrix} & \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 3 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 3 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 3 & 2 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 3 & 2 & 1 & 1 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 3 & 3 & 3 & 3 \\ 2 & 1 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 2 & 2 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} = \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 3 & 2 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 3 & 2 & 1 & 1 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 2 \\ 2 & 3 & 2 & 2 & 3 \\ 2 & 2 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 2 & 2 & 1 & 1 \\ 2 & 3 & 2 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.14)$$

$$C * L_{H_2O} * T * K = \begin{matrix} \begin{pmatrix} 2 & 1 & 2 & 1 & 1 \\ 1 & 3 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 3 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 3 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 2 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 3 & 3 & 3 & 2 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \\ 2 & 2 & 2 & 3 & 1 \end{pmatrix} \end{matrix} * \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 3 \\ 3 \\ 3 \\ 2 \\ 2 \\ 2 \\ 1 \end{pmatrix} \end{matrix} = \begin{matrix} \begin{matrix} (Co & Cu & Mn & Pb & Zn) \end{matrix} \\ \begin{pmatrix} 3 & 3 & 3 & 3 & 2 \\ 3 & 3 & 3 & 3 & 2 \\ 3 & 3 & 3 & 3 & 3 \\ 2 & 2 & 2 & 2 & 2 \\ 2 & 2 & 2 & 2 & 2 \\ 2 & 2 & 2 & 2 & 2 \\ 2 & 3 & 2 & 3 & 2 \end{pmatrix} \end{matrix} \quad (VI.15)$$

La figure VI.5 montre les résultats de l'évaluation des risques suivant quelques critères. Les graphiques des figures VI.6 et VI.7 montrent les différentes classifications qu'on obtient en fonction des critères.

	L_{H_2O}	L_{CaCl_2}	L_{TCLP}	$C^*L_{H_2O}$	$C^*L_{CaCl_2}$	C^*L_{TCLP}	$T^*C^*L_{H_2O}$	$T^*C^*L_{CaCl_2}$	$T^*C^*L_{TCLP}$
1P	1	1	3	2	2	3	2	2	3
6P	1	1	3	2	2	3	2	2	3
7P	1	1	2	2	2	2	2	2	2
8C1	2	1	3	3	2	3	2	2	3
9C	2	2	2	2	2	2	2	2	2
11C	1	1	2	2	2	2	2	2	2
13H	3	3	3	3	3	3	3	3	3

Figure VI.5 Résultats de l'évaluation des risques suivant quelques critères

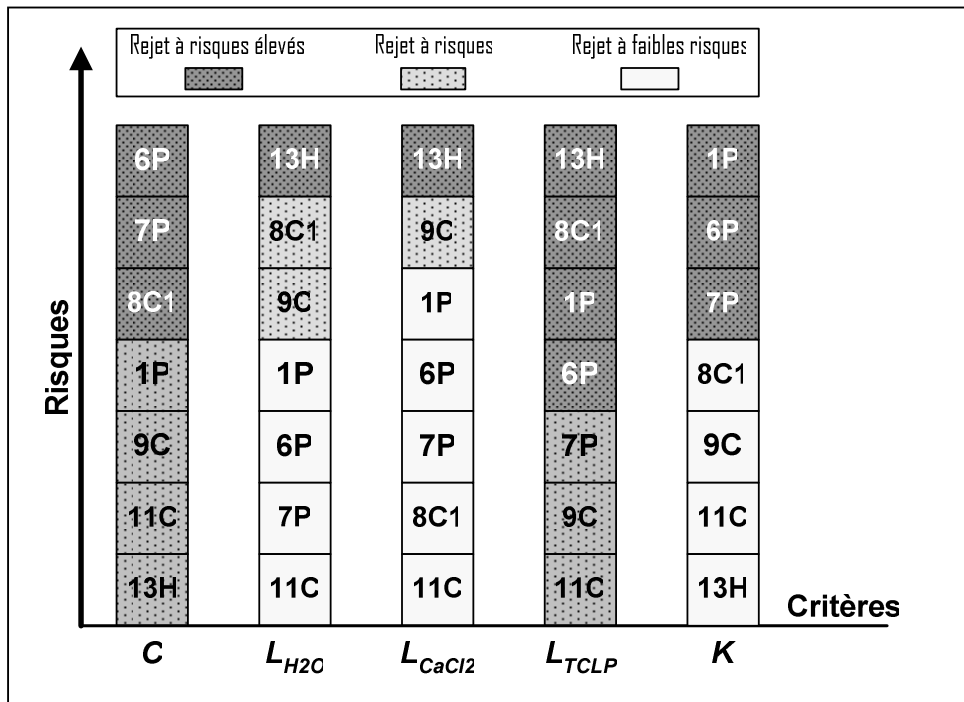


Figure VI.6 Classification des rejets en fonction des risques et des critères simples

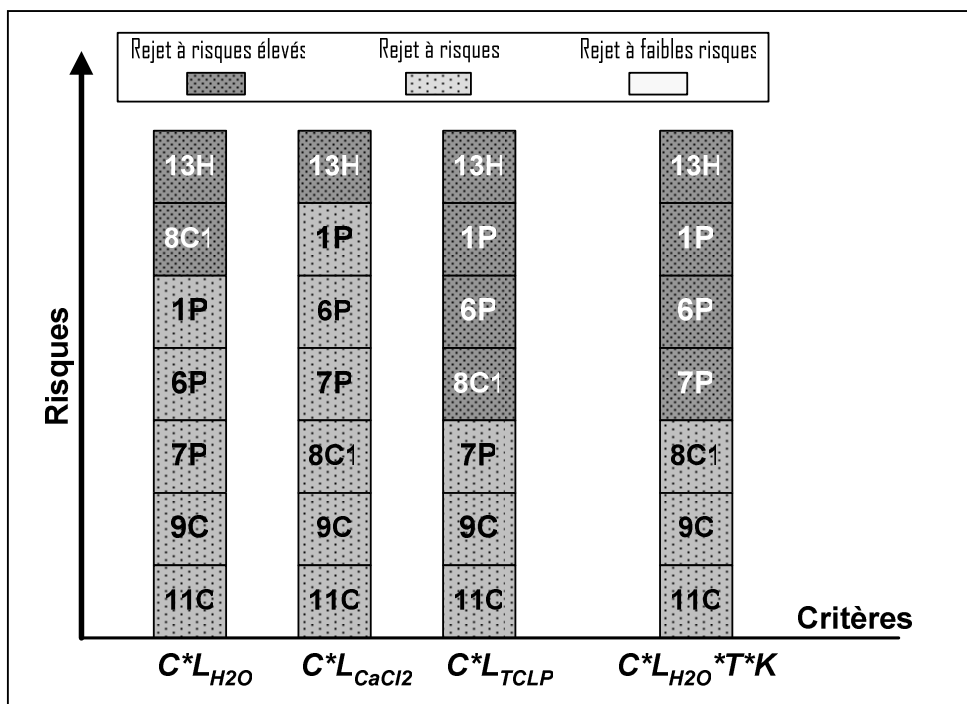


Figure VI.7 Classification des rejets en fonction des risques et des critères complexes

Remarquons que tous les critères ne sont pas pertinents. Les critères pertinents doivent tenir compte au moins de la lixivibilité (L) et de la teneur (C).

La figure VI.7 montre qu'en prenant les critères pertinents, les différentes classifications convergent. On voit par exemple que les rejets 9C et 11C sont toujours au bas de l'échelle, et 13H et 1P toujours au sommet de l'échelle. Ces critères montrent également qu'aucun rejet, au regard des indicateurs pertinents, n'est à faibles risques.

Il est à noter qu'ici on a accordé à tous les indicateurs (taux de lixiviation, teneur, toxicité et perméabilité) le même poids. Il est possible de corriger l'importance relative de chaque indicateur en procédant au calcul de l'indice de cohérence. Cette correction nécessitant beaucoup de calculs n'est pas effectuée ici car n'étant pas très essentielle au regard des objectifs assignés à ce travail.

VI.3. Classification suivant le code minier congolais

La classification des rejets suivant le code minier congolais se réfère aux articles 1 à 9 de l'annexe XI du Règlement Minier congolais. Cette annexe traite de la classification et définit les paramètres à prendre en considération pour déterminer les caractéristiques des rejets. Il convient de préciser que le Code Minier congolais (CMC) définit les rejets miniers comme n'étant pas seulement constitués des stériles de l'extraction minière mais de tout résidu solide ou liquide provenant du traitement minéralurgique ou métallurgique (cfr Art. 1 du Code Minier, 2002).

En fonction de leur impact environnemental, la législation congolaise distingue 7 types de rejets :

- Rejets à risques faibles ;
- Rejets lixiviables ;
- Rejets à risques élevés ;
- Rejets acidogènes ;
- Rejets contaminés par des composés organiques ;
- Rejets radioactifs ;
- Rejets inflammables.

- ✚ Un rejet est à faible risque lorsque sa concentration en métaux n'excède pas une valeur déterminée (tableau VI.8). Les valeurs sont uniquement déterminées pour huit éléments : Cd, Cr, Cu, Ni, Hg, Pb, Fe et Zn. Les concentrations de ces éléments sont exprimées en mg/l. L'arsenic et le cyanure sont classés sur la même liste alors qu'ils ne sont pas des métaux (cfr Art. 2 de l'Annexe XI du Règlement minier congolais).

Tableau VI.8 Concentration de métaux en deçà desquels les rejets miniers sont à faibles risques

Concentration en mg/l									
As	Cd	Cr(hex)	Cu	Ni	Hg	Pb	Cr (tot)	Fe	Zn
1,00	0,10	0,05	0,30	0,50	0,002	0,60	1,00	2,00	1,00

On peut constater que cette disposition est lacunaire étant donné que le test conduisant à l'obtention des concentrations en mg/l n'est pas déterminé d'une part et d'autre part la référence à une concentration totale (s'il s'agit de la concentration totale) n'est pas un critère convenable.

Le fait que les éléments tels que le Co et le Mn dont le caractère plus ou moins toxique est connu ne soient pas sur la liste est dommageable étant donné que ce sont des éléments accompagnateurs du Cu. L'article 2 prévoit également que chaque province peut disposer de ses normes localement, mais à ce jour, ces normes n'ont jamais été établies.

- ✚ Le rejet est lixiviable lorsque, mis à l'essai conformément à la méthode TCLP, il produit un lixiviat dont la concentration en contaminant dépasse les valeurs applicables pour la protection des eaux souterraines sans pour autant dépasser des concentrations déterminées (tableau VI.9). Sur la liste, en ce qui concerne les ETM, les concentrations ne sont pas déterminées pour le Co, le Cu, le Mn, le Zn et plusieurs autres éléments. La loi précise également que lorsque le rejet n'est pas classé comme lixiviable, il est à faibles risques.

Tableau VI.9 Concentrations au delà desquelles les rejets miniers sont à risques élevés

Concentration en mg/l								
As	Ba	B	Cd	Cr(tot)	Hg	Pb	Se	U
5,00	100	500	0,50	5,00	0,10	5,00	1,00	2,00

Les normes applicables pour la protection des eaux sont de 1,5 mg/l ; 0,5 mg/l et 10 mg/l respectivement pour le Cu, le Pb et le Zn. Il n'y a pas de critères pour le Co et le Mn. En appliquant ces critères, on établit les graphiques des figures VI.8 et VI.9 qui montrent que tous les échantillons traités sont lixiviables.

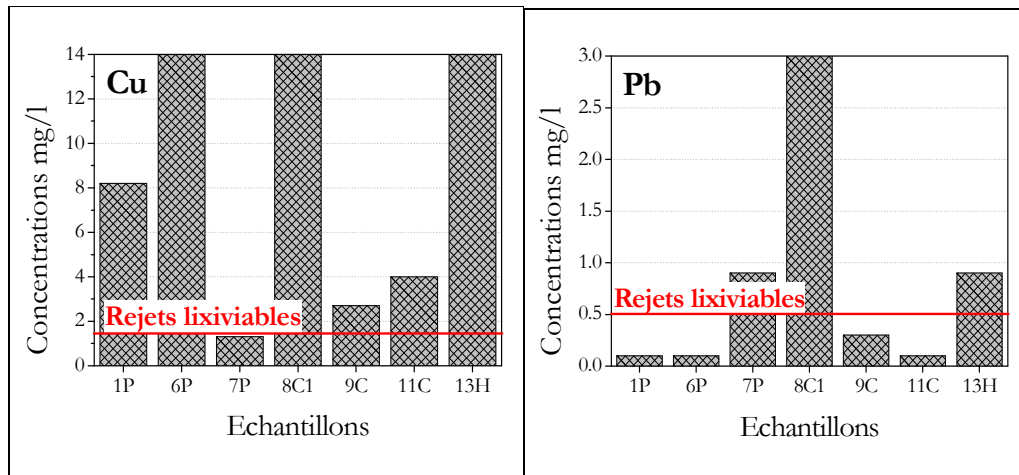


Figure VI.8 Classification suivant le CMC en fonction de la lixivibilité en Cu et en Pb

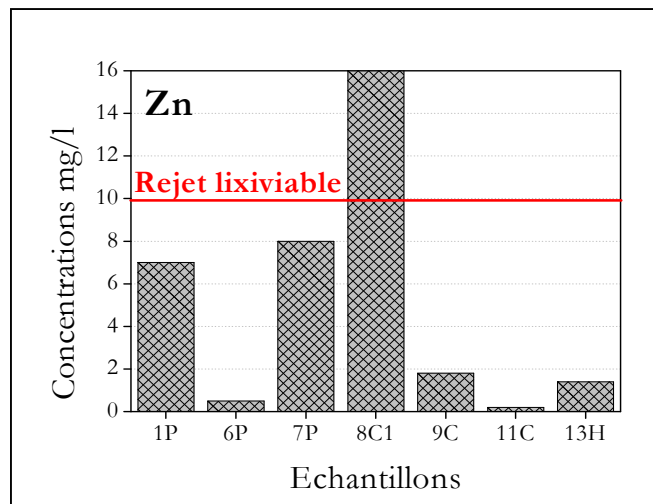


Figure VI.9 Classification suivant le CMC en fonction de la lixivibilité en Zn

- ✚ Le rejet est à risques élevés lorsqu'il produit un lixiviat dont les concentrations sont supérieures à des valeurs déterminées au tableau VI.9. On peut remarquer que le test à mettre en œuvre n'est pas explicitement déterminé. On peut supposer qu'il est le même que précédemment, soit le TCLP.

Ces dispositions appellent les commentaires suivants : le test TCLP spécifie des conditions particulières (lixiviation acide) qui ne peuvent pas à elles seules établir le caractère des risques élevés. Le fait de ne pas tenir compte de la perméabilité, par exemple, fait échapper un des critères intervenant dans l'évaluation des risques. Parmi les éléments analysés, seul le Pb a une concentration réglementée. Ce qui conduit, dans notre cas, à une classification ne prenant en compte que le Pb (figure VI.10).

Il faut préciser qu'un rejet qui n'est pas à risques élevés n'est pas forcément à faibles risques. Le fait de considérer qu'un rejet qui se lixivie en deçà des critères établis pour désigner les rejets lixiviables est à faibles risques, est susceptible d'introduire une ambiguïté étant donné qu'il existe déjà un critère pour les rejets à faibles risques (même si celui-ci est lacunaire).

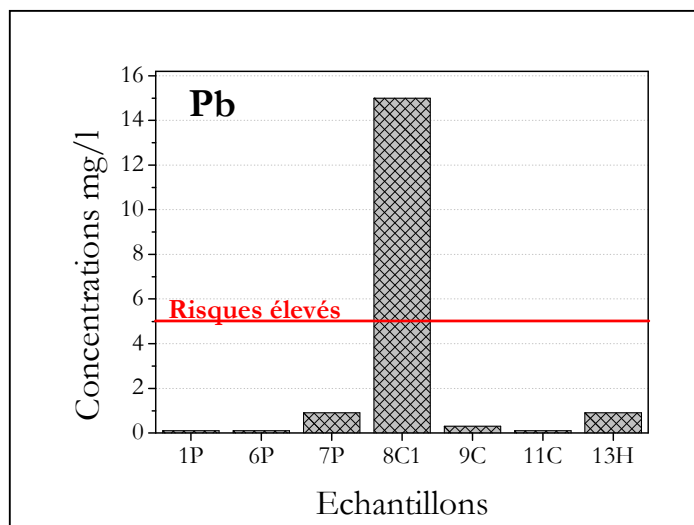


Figure VI.10 Classification suivant le CMC en fonction des risques élevés dus au Pb

- ✚ Le rejet est acidogène lorsqu'il contient des sulfures en quantité supérieure à 0,3% et que son potentiel de génération acide (PA) est confirmé par des essais cinétiques ou, à défaut de tels essais, par des essais statiques qui révèlent que le potentiel net de neutralisation d'acide (PNN) est inférieur à 20 kg de CaCO_3 /tonne de rejets ou que le rapport du potentiel de neutralisation d'acide sur le potentiel de génération d'acide (RPN) est inférieur à 3.

Cette disposition ne précise pas la méthode à appliquer pour déterminer PA et PN. On a montré dans ce travail que différentes méthodes sont susceptibles de conduire à des résultats légèrement différents. Le choix des valeurs de PNN et de RPN est un choix rationnel qui correspond à l'état des connaissances actuelles. Mais faisons remarquer que le

« ou » inclusif utilisé sur le critère PNN et RPN introduit un second choix sur des critères n'ayant pas le même degré de sévérité. Le critère PNN qui évolue en progression arithmétique est moins rigoureux que le critère RPN qui évolue en progression géométrique. Cela peut être démontré mathématiquement, pour toute valeur de PN supérieure à 30, en tenant compte du fait que PN et PA sont strictement positifs.

En appliquant cette disposition légale, on constate qu'aucun des échantillons étudiés n'est acidogène.

- ✚ Le rejet est radioactif lorsque la somme des rapports entre l'activité mesurée et l'activité maximale fixée pour chaque radioélément contenu est supérieure à 1. Les activités sont exprimées en kilo becquerels par kilogramme (kBq/kg).

Cette disposition n'est pas applicable étant donné que, pour aucun élément l'activité maximale n'est fixée par la loi. La radioactivité elle-même, comme on l'a évoqué au quatrième chapitre de ce travail, n'est même pas exprimée en kBq/kg pour les mesures réalisées sur les minerais et les concentrés par les services compétents et les laboratoires locaux agréés.

Les aspects contamination organique et inflammabilité ne sont pas concernés par la présente étude. Il importe cependant de préciser que la loi précise que le rejet est également à risques élevés lorsqu'il est radioactif et que son lixiviat l'est aussi ou si il présente des contaminations particulières aux composés organiques dont les polychlorodibenzofuranes et les dioxines.

On arrive aux conclusions suivantes :

- le rejet 8C1 est à risques élevés à cause de la concentration élevée en Pb ;
- les rejets 1P, 6P, 7P, 8C1, 9C, 11C et 13H sont lixiviables à cause de leur concentration élevée soit en Cu, soit en Pb ou soit encore en Zn ;
- aucun des rejets n'est acidogène.

Etant donné que la présence d'un seul élément lixiviable à une teneur supérieure au seuil fixé par la loi suffit à considérer le rejet comme lixiviable, on peut estimer, vu les caractéristiques des différents rejets, que tous les rejets minéro-métallurgiques du Copperbelt congolais sont lixiviables au regard de la loi congolaise.

Pour un rejet à faibles risques, il n'y a aucune disposition particulière de stockage ou de mise en décharge prévue par la loi. Tandis que, pour les rejets lixiviables, acidogènes ou à risques élevés, la loi oblige d'installer un réseau de surveillance des eaux souterraines. Pour les rejets à risques élevés, la loi autorise un entreposage sur un terrain en couche naturelle homogène de sol non remanié ayant en permanence une conductivité hydraulique (ou perméabilité) égale ou inférieure à 1.10^{-6} cm/sec, à condition de mettre en plus une ou deux géomembranes avec un système de détection de fuites et collecte du lixiviat, suivant le cas.

On peut remarquer que la loi accorde une place particulière à l'eau souterraine en fixant des dispositions précises de protection. En ce qui concerne l'eau de surface ou l'écosystème en général, la loi formule des recommandations d'ordre général que l'exploitant doit présenter dans son plan environnemental. Une fois que celui-ci est approuvé, presque plus rien n'est plus possible pour empêcher la dégradation de l'environnement.

VI.4. Recommandations

VI.4.1. Proposition d'un critérium de classification

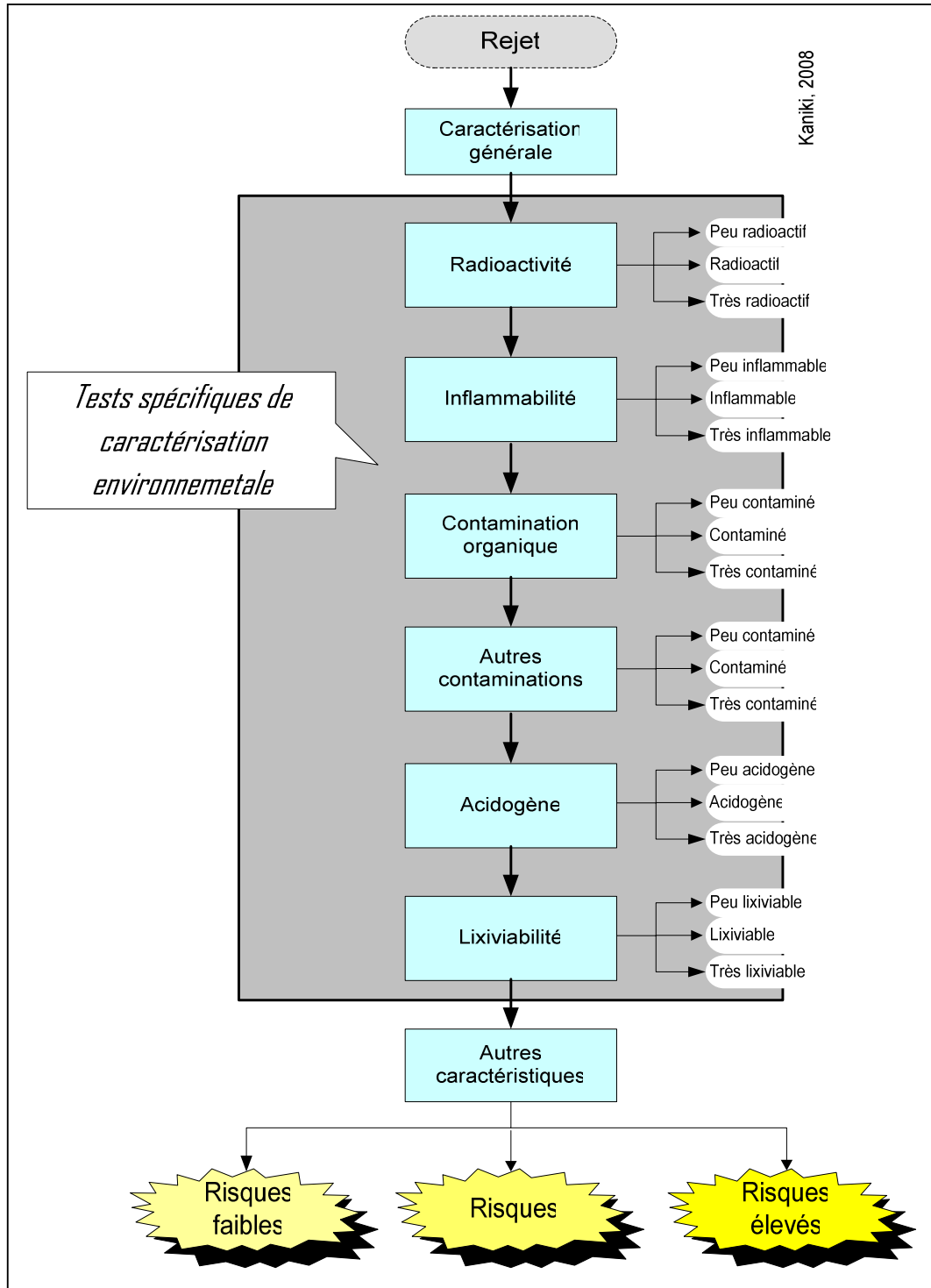
Pour aider le législateur à prendre des mesures rationnelles, claires et simples de gestion des rejets solides, nous proposons le schéma de la figure VI.11 comme schéma général de classification. Ce schéma montre que le rejet doit être classé en tenant compte de ses caractéristiques intrinsèques et comportementales.

Les caractéristiques intrinsèques sont des caractéristiques liées à la nature du matériau. Elles sont déterminées à l'aide des analyses et mesures physico-chimiques standardisées ou normalisées. Parmi ces caractéristiques on peut citer : la composition chimique et minéralogique, le pH, la granulométrie, la teneur en matière organique, la densité, le taux d'humidité, etc. Ces caractéristiques permettent de connaître la nature intime du matériau.

Les caractéristiques comportementales sont des caractéristiques liées à la réaction du matériau face aux sollicitations naturelles et/ou anthropiques auxquelles il sera soumis dans l'environnement. Elles sont déterminées à l'aide des tests spécifiques simulant les conditions dans lesquelles le matériau se trouvera dans l'environnement. Pour une bonne gestion, les conditions de stockage ou de mise en décharge de différents types de rejets doivent être définis dès le départ par les pouvoirs publics, même en terme des directives.

Le requérant d'un droit d'exploitation, à travers son plan environnemental à soumettre à l'approbation, détermine les caractéristiques des rejets qu'il va générer et leur destination. S'ils seront stockés ou mis en décharge, il doit montrer les sollicitations auxquelles ils seront soumis et les tests qu'il met en œuvre pour simuler ces sollicitations. L'autorité en charge de l'approbation devra alors faire vérifier, auprès des experts, la conformité des tests aux directives légales et leur réalisme avant de donner son accord. En cours d'exploitation, les services chargés de contrôle n'auront qu'à vérifier cette conformité avec la réalité sur le terrain. Comme on peut le constater, il n'est pas facile de déterminer d'avance le test le mieux approprié étant donné que le législateur ne connaît pas tous les types de rejets susceptibles d'être générés par l'exploitant.

Sur le schéma de la figure VI.11, « Autres caractéristiques » comprend les caractéristiques qui peuvent être prises en considération au cours de l'évaluation globale des risques. C'est par exemple la toxicité relative d'un polluant.



Kaniki, 2008

Figure VI.11 Schéma général de classification de rejets

On voit sur le même schéma que la liste des caractéristiques n'est pas limitative ; c'est en fait pour « anticiper ». En effet, dans le domaine de l'environnement, la plupart des obligations sont nées à la suite d'accidents ou de catastrophes écologiques avec des conséquences observées après plusieurs années. Les exemples sont multiples : le plomb dans l'eau à Verviers source d'anémie et de problèmes de reins ; le cadmium dans le riz d'une culture irriguée par l'eau d'un effluent pollué au Japon source d'une douloureuse maladie des os appelée Itaï itaï ; l'arsenic dans l'eau de Formose⁴³ source de cancer de peau, etc. Il convient donc que la loi donne une ouverture à l'expert chargé d'évaluer l'impact environnemental d'un matériau de déterminer les autres risques éventuels, au lieu de le cloisonner à des caractéristiques figées. Il serait même souhaitable de faire de l'*anticipation* un principe de gestion de l'environnement au même titre que les autres principes « universellement » reconnus et acceptés : principe de *prévention*, de *précaution*, de *pollueur-payeur*, de *réduction à la source*, etc.

Sur le schéma de la figure VI.11, on voit également que le terme « risques » n'est utilisé qu'à la fin. En effet, ce terme est à attribuer après l'examen de l'ensemble des caractéristiques du matériau. Il ne peut pas être le résultat d'un test spécifique, mais plutôt d'un ensemble de tests. C'est en fait le résultat d'une évaluation environnementale qui prend en compte aussi bien ce qui est facilement mesurable que ce qui ne l'est pas.

En ce qui concerne la lixiviabilité, il est évident que pour un requérant la tendance sera de choisir le test qui simule les conditions ordinaires (lixiviation à l'eau). Pour éviter cette situation nous proposons en plus un schéma décisionnel (figure VI.12) qui amène à prendre en considération aussi bien les conditions ordinaires qu'extrêmes.

Sur la figure VI.12, le choix du facteur 10 peut se justifier par la faible sélectivité et l'absence d'un consensus sur les différents modes opératoires développés à ce jour. Une erreur de 0,1% sur une seule étape dans des conditions jugées suffisamment rigoureuses, bien que faible et acceptable, n'offre pas une assez grande marge de manœuvre dans l'évaluation globale des résultats. Le facteur 10 permet également de ressortir l'aspect relativement qualitatif des protocoles de simulation et de « spéculer » sur l'impact environnemental avec une marge de sécurité importante. Le facteur 10 est le plus souvent choisi dans les normes en environnement.

⁴³ Actuellement Taïwan.

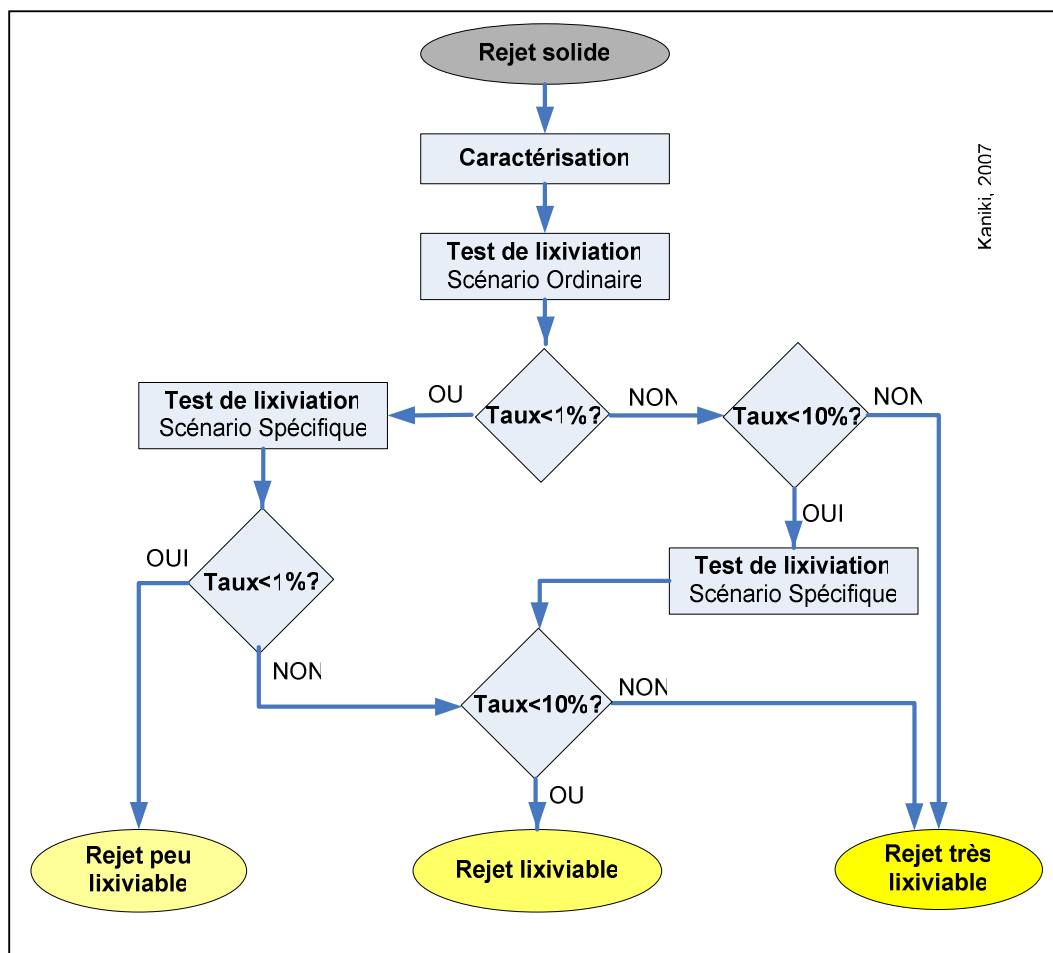


Figure VI.12 Schéma décisionnel de détermination du caractère lixiviable d'un rejet

La tendance à établir une liste des rejets considérés a priori comme dangereux ou à risques observée dans la plupart des pays industrialisés n'est pas encouragée. L'impact environnemental d'un rejet solide ne peut pas être déterminé a priori sans passer par une caractérisation environnementale même si on connaît l'origine du rejet. En effet, une variation d'un paramètre opératoire, d'une entreprise à l'autre voire d'un jour à l'autre peut changer soit la spéciation, soit la teneur, soit encore la disponibilité du polluant au point de modifier radicalement l'impact pour l'environnement. Il faut également rappeler que ce qui différencie un rejet d'un produit est le fait que ni sa composition, ni ses propriétés ne sont rigoureusement et volontairement contrôlées au cours du traitement même quand celles-ci présentent un intérêt économique pour une autre activité.

En introduction à ce chapitre on avait défini le risque comme étant le produit d'un danger par l'exposition. Pour réduire le risque on a donc la possibilité d'agir sur le danger ou l'exposition. On peut agir sur le danger en traitant le rejet par solidification/stabilisation ou extraction de la substance considérée comme source de nuisance. Mais nous estimons qu'il est plus facile et moins coûteux d'agir sur l'exposition que sur le danger.

VI.4.2. Amendement à la législation congolaise

La législation congolaise doit être amendée sur les dispositions relatives à la classification et à la gestion des rejets miniers. Une méthodologie claire et précise devra être adoptée, pour cela, des propositions sont faites dans ce travail. La liste des ETM à contrôler spécifiquement doit être mise à jour ; le cuivre et le cobalt, dont la présence est quasi fatale, doivent y être mentionnés.

L'interdiction formelle de l'abandon et de l'élimination incontrôlée des rejets doit être introduite en vue de préserver l'environnement.

La pratique qui consiste à fermer une vallée ou un lit de rivière à l'aide d'une digue et d'y déverser les rejets est incompatible avec les bonnes pratiques en matière de protection de l'environnement. Les bassins et parcs à rejets doivent être des sites étanches ou isolés où les eaux de surface n'entrent pas en contact avec les rejets et où les eaux résiduaires sont recyclées dans le procédé et/ou traitées avant leur évacuation dans le milieu naturel. Les concentrateurs et les usines hydrométallurgiques qui s'installent actuellement doivent considérer la directive sur les aires d'accumulation des rejets comme une exigence légale (cfr Art. 58 de l'Annexe IX du Règlement Minier). Les risques d'érosion éolienne doivent également être pris en considération dans l'emplacement des sites à rejets en sorte d'éviter la dispersion des polluants.

La préservation de l'environnement a un coût et la bonne gestion des rejets doit être assumée financièrement. Le coût de mise en décharge contrôlée, de réhabilitation et de stockage sain doit être supporté par les producteurs et les détenteurs des rejets ; c'est l'application du principe « pollueur-payeur ». L'article 405 du titre XVIII du Règlement Minier qui stipule que l'exploitant n'est responsable des dommages causés sur l'environnement par ses activités que dans la mesure où il n'a pas respecté les termes de son Plan Environnemental approuvé est en contradiction avec le principe précité et devrait être revu. En rendant l'exploitant responsable des dommages causés par ses activités sur l'environnement, la loi disposera celui-ci à avoir le souci constant de protéger l'environnement plutôt que de se conformer mécaniquement aux prescrits légaux.

Enfin, il est indispensable que la RD Congo se dote d'un Code de l'Environnement de manière à intégrer et fédérer toutes les mesures de protection de l'environnement afin de les placer sous la tutelle du Ministère de l'Environnement. Ceci éviterait le télescopage rencontré dans les services publics en ce qui concerne le contrôle des dispositions relatives à la protection de l'environnement. Le télescopage entre les services du Ministère de l'Environnement et les services du Ministère des Mines est dû au fait que le contrôle des dispositions relatives à la protection de l'environnement par les exploitants miniers est placé sous la tutelle exclusive du Ministère des Mines alors que c'est le Ministère de l'Environnement qui répond de toutes les questions environnementales au Conseil de l'Etat. En plus, l'abrogation de toutes les dispositions contraires à l'esprit et à la lettre du Code Minier paralyse le Ministère de l'Environnement qui pourtant est chargé d'assurer la surveillance continue de l'environnement.

VI.4.3. Valorisation des rejets de pyrométallurgie

Pour valoriser les rejets de pyrométallurgie, on peut les retraiter pour récupérer des métaux contenus ayant une valeur marchande. Les rejets sont alors réenfournés seuls ou en mélange avec d'autres matières premières ou traités par hydrométallurgie éventuellement précédée par une concentration selon les cas.

Les rejets de pyrométallurgie ne contenant pas de métaux valorisables peuvent être recyclés dans le domaine BTP (construction routière, génie civil, etc.) ou en cimenterie comme apport de matière dans la production du ciment métallurgique. En recyclant les scories, les cimenteries peuvent diminuer sensiblement leur production de clinker et, par conséquent, leur consommation de combustibles et leurs émissions de CO₂ par tonne de ciment produite. Le Congo est un pays en pleine reconstruction et la demande en ciment est élevée.

Nous recommandons également que les scories soient refroidies par trempe sous eau. La trempe a pour effet de figer le liquide en un solide vitreux sans agencement particulier des atomes. Cette structure vitreuse confère aux scories un potentiel réactif qui se traduit par un caractère pouzzolanique⁴⁴ plus ou moins accentué selon leur composition chimique. Nous déconseillons le refroidissement lent à l'air étant donné que les scories ont alors tout le temps de cristalliser, et d'adopter une structure cristalline stable qui les rend non réactives. Elles se présentent en fin de traitement sous forme d'une masse plus ou moins monolithique qu'il est nécessaire de fragmenter avant utilisation. Evidemment du point de vue de l'impact environnemental, la scorie refroidie lentement ne mobilise pas facilement les ETM. L'option conseillée ici tient au fait que nous ne préconisons pas une mise en décharge ou une élimination de la scorie mais plutôt son recyclage car, en matière de déchets, l'élimination ne doit être envisagée qu'en dernier ressort.

VI.4.4. Remédiation et réhabilitation des sites

Pour remédier aux risques environnementaux que présentent les rejets se trouvant dans les bassins nous proposons un confinement et une phytostabilisation (figure VI.13). Le dispositif de confinement peut varier d'une simple couverture végétale à une couverture multicouche en géomembrane selon les moyens et les caractéristiques particulières de chaque site. La couverture limite l'exposition, la propagation, la lixiviation et la mobilité verticale des polluants. A ce dispositif peut s'ajouter un système de drainage externe pour éviter l'intrusion des eaux extérieures et un système de drainage interne pour collecter l'excédent d'eau de la partie confinée. Il est indispensable dans ce cas de mettre en place un dispositif de surveillance de l'étanchéité de l'isolation. Ce système permet de protéger l'environnement en attendant de trouver la filière de valorisation ou de recyclage des rejets contenus. La phytostabilisation pratiquée en surface limite l'érosion, protège le dispositif et permet la réutilisation de la zone de confinée.

⁴⁴ La pouzzolane est une roche volcanique rougeâtre et poreuse, utilisée dans la fabrication de ciments et d'agglomérés pour ses meilleures qualités dont la densité, l'isolation thermique et la stabilité (Collection Microsoft® Encarta® 2006).

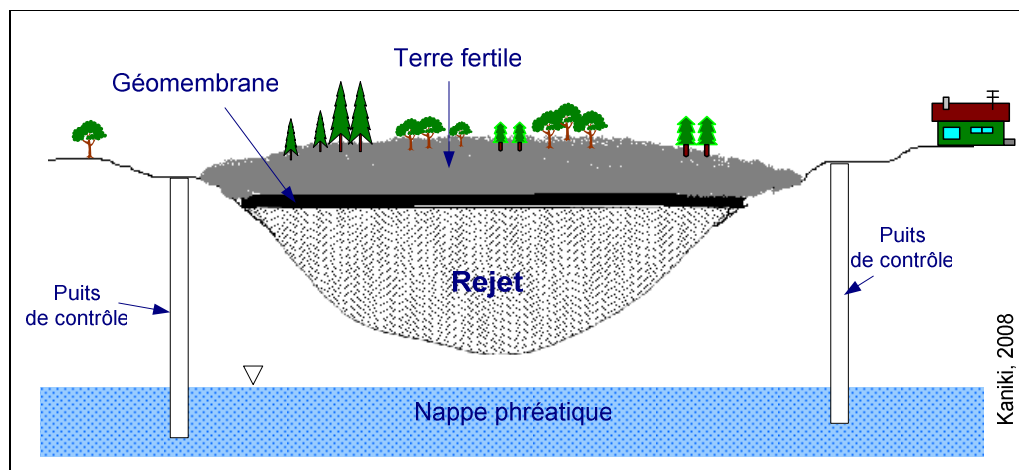


Figure VI.13 Remédiation par confinement et phytostabilisation

VI.4.5. Autres études et travaux réalisables en prolongation

Les moyens alloués à cette étude n'ont pas permis de réaliser une cartographie environnementale de tous les sites concernés et de réaliser une base de données exploitable par SIG. Pour la même raison, il n'a pas non plus été possible de valider les résultats d'évaluation des impacts environnementaux en effectuant par exemple des prélèvements de lixiviat sur les sites. Il y a donc nécessité de poursuivre cette étude.

Ce travail s'inscrivant dans une thématique générale axée sur la maîtrise de l'impact environnemental des activités minières en RD Congo, les autres études susceptibles d'être réalisées dans cette thématique sont :

✚ Caractérisation environnementale des effluents des industries minières. Cette étude a été amorcée en partie en tripartite : Université de Lubumbashi (RD Congo), Université de Liège (Belgique) et Institut National de Lorraine (France). Grâce au financement de l'Agence Universitaire de la Francophonie, des rencontres au Nord et au Sud et des discussions sur les stratégies et l'opportunité de la réalisation de cette étude ont eu lieu. La première partie consistant en une caractérisation environnementale des effluents liquides et des cours d'eau de quelques sites miniers a été réalisée sur terrain. Un petit matériel portable constitué du TRIO-MATE MX300 Field Kit (mesure de pH, température, conductivité et oxygène dissous) et du PC Multi Aqualytic (analyse chimique quantitative sur terrain) a été acquis.

Les résultats obtenus ont montré que les cours d'eau et les rivières présentent des signes avérés de pollution chimique et thermique en aval des lieux de déversement et qu'aucune des industries minières installées au Katanga ne traite ses effluents liquides qui, pourtant, sont déversés dans le milieu naturel. Ces signes de pollution sont atténués et disparaissent lorsqu'on s'éloigne des lieux de déversement. Cette étude qui s'est limitée à quelques sites et qui n'a pas bénéficié d'une caractérisation poussée des échantillons liquides dans les laboratoires mieux équipés du Nord mérite d'être poursuivie.

La baisse des concentrations en ETM quand on s'éloigne des lieux de déversement mise en évidence sur les cours d'eau et les drains d'évacuation des effluents a été mise en évidence et serait due à l'accumulation dans les sédiments. Les cours d'eau et les drains sont curés dans les zones habitées. Les sédiments sont entreposés sans aucune disposition de protection de l'environnement ni de la santé des enfants qui jouent tout autour (figure VI.14). Il y a nécessité de procéder à la caractérisation environnementale de ces sédiments et de proposer de remèdes appropriés.



Figure VI.14 Curage et entreposage des sédiments en zone habitée

✚ -Etude du devenir des réactifs utilisés à la flottation de minerais. Plusieurs concentrateurs actuellement en opération au Katanga traitent par flottation les minerais oxydés et/ou sulfurés cuprifères, cupro-cobaltifères et cupro-argentifères. La pulpe rejetée contient des réactifs résiduels (collecteurs, moussants et modifiants).

Les observations faites sur les eaux usées au Katanga ont mis en évidence la persistance des odeurs, de la couleur (figure VI.15) et des bulles d'air (figure VI.16) qui sont des signes révélateurs de la présence de ces réactifs. Différents auteurs qui se sont intéressés à la toxicité de ces réactifs ont montré que presque tous sont toxiques (POTVIN, 2004 ; HAWLEY, 1972 ; BLAZY et JDID, 2000). Par conséquent les concentrations résiduelles doivent être maîtrisées. Etudier le devenir de ces réactifs peut conduire au recyclage des eaux par exemple. Le coût élevé et l'impact environnemental de ces réactifs justifient l'opportunité d'une telle étude.



Figure VI.15 Vue de la couleur de l'effluent liquide d'un concentrateur du Katanga



Figure VI.16 Vue de la persistance des bulles sur l'effluent liquide d'un concentrateur du Katanga

VI.5. Conclusion

Ce chapitre avait pour but de faire la synthèse des différents résultats obtenus afin d'évaluer l'impact environnemental et de faire une classification des rejets en fonction des risques qu'ils présentent vis-à-vis de l'homme et de l'écosystème.

Après avoir identifié quatre indicateurs pertinents susceptibles d'intervenir dans le choix des critères de classification des rejets en fonction des risques qu'ils présentent, nous avons effectué une analyse multicritère sur une échelle normalisée à trois niveaux. Les résultats obtenus montrent qu'en prenant en considération le critère complexe associant les quatre indicateurs avec le même poids, et dans un scénario ordinaire de lixiviation avec de l'eau, aucun des échantillons traités ne peut être considéré comme étant à faibles risques. Le résidu d'hydrométallurgie de Shituru est à risques élevés dans tous les critères prenant en considération la lixiviabilité. Les rejets de pyrométallurgie sont à risques élevés lorsqu'on prend en considération le critère associant les quatre indicateurs avec une même pondération. Le même critère montre que les rejets de pyrométallurgie présentent plus des risques que les rejets de concentration contrairement à une opinion très répandue qui les considère comme ne présentant aucun risque pour l'environnement.

En appliquant les critères de classification définis dans la législation congolaise, les résultats obtenus montrent que tous les rejets relèvent de la classification « lixiviables » du code minier congolais particulièrement à cause de la présence du Cu dans le lixiviat en teneur supérieure au seuil réglementaire. Aucun de ces rejets n'est à faibles risques. Le rejet de concentration de Kipushi est à risques élevés à cause de la présence du Pb. Le Pb est le seul élément (parmi ceux étudiés dans ce travail) pour lequel un seuil réglementaire de concentration dans le lixiviat est fixé pour la classification des rejets à risques élevés. Si les valeurs des autres éléments (Co, Cu, Mn et Zn) pouvaient aussi être fixées, il n'est pas exclu que d'autres rejets soient légalement considérés comme étant à risques élevés.

En introduction de ce chapitre nous avons considéré que le risque est le « produit » du danger par l'exposition. Donc, pour réduire le risque on a trois possibilités : réduire le danger, réduire l'exposition ou réduire les deux. On peut réduire le danger en retraitant les rejets en vue d'extraire les polluants qui, en plus, peuvent avoir une valeur économique. Si il n'est pas économiquement possible d'extraire les polluants, on peut les immobiliser par des traitements de solidification/stabilisation pour ensuite valoriser le matériau inerte résultant dans le domaine de BTP par exemple. Dans le contexte de la RD Congo, le retraitement est une option qui demande beaucoup de temps et de moyens. En effet, il faut procéder d'abord à une caractérisation systématique des tas, ensuite à une étude de faisabilité intégrant les paramètres techniques (prise en compte des infrastructures : routes, énergie, etc.) et afin réunir les moyens financiers nécessaires.

La réduction de l'exposition est une option moins onéreuse et une mesure conservatoire dans le sens qu'elle n'empêche pas de revenir plus tard au retraitement. C'est l'option que nous proposons comme mesure urgente surtout pour les sites présentant beaucoup de risques comme celui de Kipushi et de Shituru. La réduction de l'exposition consiste en un stockage sain et une mise en décharge contrôlée pour les activités actuelles ; et par un confinement pour les anciens bassins à rejets. L'élimination des rejets n'est pas une option rationnelle étant donné qu'aucun de rejets caractérisés ne peut être considéré

comme ultime. Un rejet ultime est un rejet qui n'est plus susceptible d'être traité dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de son caractère polluant ou dangereux.

Du point de vue législatif, il y a nécessité d'amender les lois en vue de les conformer aux réalités locales de sorte qu'elles soient des lois qui contribuent au développement du pays et non des lois « prêt-à-porter » conçues uniquement pour attirer les investissements extérieurs en vue de perpétuer la corruption, la fraude et le pillage qui enfoncent les populations dans la pauvreté. Ces lois seront en adéquation avec les réalités du pays seulement dans la mesure où les populations contribueront aussi à leur élaboration.

La pression des populations et des ONG pour qu'il y ait respect de l'environnement n'est pas à considérer comme une action dirigée contre les investissements qui participent au développement du pays. Il en est de même de l'analyse critique de la situation environnementale, même si souvent elle semble être alarmiste en montrant qu'une catastrophe environnementale plane, comme l'épée de Damoclès, sur le Katanga suite à l'exploitation incontrôlée de ses ressources naturelles. Les initiatives populaires en faveur de la protection de l'environnement sont plutôt à considérer comme une volonté réelle de participer au développement en veillant que les investissements extérieurs soient réellement un gage de développement communautaire et non une promotion d'intérêts égoïstes et non durables. Le respect de l'environnement doit également être suivi de toute l'éthique de l'entreprise pour une exploitation durable des ressources naturelles.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal poursuivi dans ce travail était de caractériser les rejets minéro-métallurgiques du Copperbelt congolais en vue d'évaluer leur impact environnemental.

Pour déterminer la composition chimique, les analyses ont été réalisées par AAS et ICP-AES. L'analyse minéralogique a été réalisée par DR-X et MEB. Pour étudier la lixivibilité, des tests d'extraction simple à pH neutre (H_2O et $CaCl_2$), d'extraction séquentielle et de TCLP ont été réalisés. Le paramètre choisi pour apprécier la lixivibilité est le taux de lixiviation défini comme le rapport entre la quantité mise en solution sur la quantité totale exprimée en pourcentage. Les essais de percolixiviation ont été mis en œuvre pour mettre en évidence les concentrations dans les lixiviats dans les conditions proches de la réalité sur site. La percolation des solutions de lixiviation sur sol non remanié a été réalisée dans le but d'étudier la migration souterraine des polluants. Les risques de drainage minier acide ont été évalués par prévision statique au moyen de la méthode dite « ABA » (Acid-Base Accounting). La radioactivité a été mesurée d'abord sur site à l'aide d'un compteur Geiger-Müller et ensuite au laboratoire à la chaîne de spectrométrie gamma qui offre en plus la possibilité d'identifier les radioisotopes présents.

Les résultats de l'analyse chimique ont mis en évidence trois catégories d'éléments en fonction de leurs teneurs. Les éléments majeurs, mineurs et en traces. Ce qui a permis d'identifier les éléments As, Cd, Co, Cu, Mn, Pb et Zn comme principaux polluants dont il faut étudier le devenir. L'As et le Cd n'ont pas été pris en considération dans la suite de l'étude compte tenu des aberrations et de la non reproductibilité constatée dans les résultats. L'analyse minéralogique par DR-X a permis d'identifier les phases majeures cristallisées de différents échantillons qui sont constituées pour la plupart de la gangue. Elle a également montré que les rejets de pyrometallurgie se caractérisent par la présence exclusive de phases amorphes pas ou très peu cristallisées, par conséquent non identifiables par ce moyen. Deux échantillons provenant des entreprises qui ne granulent pas leur scorie ont révélé la présence d'une phase cristallisée constituée de l'augite. L'augite est un clinopyroxène ferromagnésien et calcique rencontré dans des roches magmatiques ou métamorphiques dont l'origine, dans ce cas, est attribuable à un refroidissement lent ou à une fusion incomplète de la charge. Les analyses au MEB ont montré que les rejets de pyrometallurgie sont constitués, pour la plupart, de grains arrondis ou allongés, non poreux, d'aspect vitreux avec un état de surface lisse. Bien que la mesure de la radioactivité ait montré pour certains échantillons de taux élevés par rapport au niveau ambiant, les valeurs obtenues ne permettent pas de classer les rejets dans la catégorie des rejets radioactifs.

En ce qui concerne la lixivibilité, les essais d'extraction simple à pH neutre ont montré que les rejets de pyrometallurgie sont très peu lixiviables (taux de lixiviation inférieure à 0,5%), les rejets de concentration sont relativement lixiviables (jusqu'à 3%) et le résidu d'hydrometallurgie est très lixiviable (jusqu'à 30%). La faible lixivibilité des rejets de pyrometallurgie, dans les conditions ordinaires (pH 7), s'explique principalement par le fait que les ETM y sont incorporés dans des phases vitreuses chimiquement très peu réactives. L'étude cinétique a montré que le Co et le Cu ont un profil semblable caractérisé par une solubilisation rapide en ce qui concerne les rejets de pyrometallurgie et relativement lente

pour les rejets de concentration. Le Pb n'est solubilisé que lentement. L'ensemble des résultats de l'extraction séquentielle a montré que les taux de lixiviation peuvent atteindre des valeurs de l'ordre de 30 et 60% respectivement pour les rejets de pyrométallurgie et de concentration. La TCLP, test réglementaire d'une rigueur assez élevée, car simulant les pires conditions de mise en décharge avec les ordures ménagères, a montré que les rejets de pyrométallurgie sont aussi lixiviables au même titre que les rejets de concentration. Pour le résidu d'hydrométallurgie, la TCLP semble conduire à des taux d'extraction relativement comparables à ceux obtenus dans le scénario ordinaire. La percolixiviation a montré que les premiers lixiviats, correspondant au rapport solide/liquide élevé, sont chargés en polluants et traduisent le relargage à court terme.

La percolation des solutions de lixiviation sur sol non remanié a montré que les polluants mobilisés ont tendance à s'accumuler dans l'horizon supérieur des sols et à présenter, contrairement à l'opinion la plus répandue, des risques de pollution des sols plutôt que des aquifères. Cette rétention en surface est attribuable à la matière organique, aux argiles ou à des phénomènes de précipitation.

En ce qui concerne la prévision statique du risque de drainage minier acide, les résultats obtenus sur les rejets pyritiques montrent, aussi bien suivant le protocole original de SOBEK que celui modifié, que le potentiel net de neutralisation d'acide et le rapport du potentiel de neutralisation sur le potentiel de génération d'acide sont élevés et tombent dans une zone où la probabilité d'observer le DMA est quasi nulle. Cette absence des risques de DMA est attribuable à la nature dolomitique de la gangue.

Enfin, pour évaluer de façon globale l'impact environnemental et classer les rejets suivant les risques qu'ils présentent vis-à-vis de l'homme et de l'écosystème, une analyse multicritère sur une échelle normalisée à trois niveaux a été réalisée. Les résultats obtenus montrent qu'en prenant en considération le critère complexe associant les quatre indicateurs (taux de lixiviation, teneur en polluant, toxicité et perméabilité) avec la même pondération et dans un scénario ordinaire de lixiviation avec de l'eau, aucun des échantillons traités ne peut être considéré comme à faibles risques. Les rejets de pyrométallurgie sont à risques élevés. Le résidu d'hydrométallurgie de Shituru est à risques élevés dans tous les critères prenant en compte la lixivabilité.

Pour remédier aux risques que présentent les rejets se trouvant dans les bassins nous proposons un confinement et une phytostabilisation. Le dispositif de confinement peut varier d'une simple couverture végétale à une couverture multicouche en géomembrane selon les moyens et les caractéristiques particulières de chaque site. La couverture va limiter l'exposition, la propagation, la lixiviation et la mobilité verticale des polluants. Le risque étant égal au produit du danger par l'exposition, le confinement abaisse le terme exposition. La phytostabilisation permettra de limiter l'érosion, protéger le dispositif de confinement et assurer la réaffectation de la zone confinée. Cette méthode de remédiation est à la fois une alternative moins onéreuse et une mesure conservatoire dans le sens qu'elle offre la possibilité de revenir plus tard aux autres possibilités en fonction de l'évolution du contexte local et du marché des métaux.

REFERENCES

- AFNOR X 31-210 (1988)** - *Déchets : Essai de lixiviation*, Agence Française de Normalisation, Paris, 17 p.
- AKCIL A. et KOLDAS S. (2006)** - *Acid Mine Drainage (AMD): causes, treatment and case studies*, 14, Journal of Cleaner Production, Pp. 1139-1145
- ASSANI A.A. (2003)** - *La pollution des eaux, du sol et de l'air en RDC*, In : L'état de l'environnement en République Démocratique du Congo à l'aube du III^{ème} millénaire. Disponible sur : <http://www.congonline.com/> (janvier 2005)
- ASSANI A.A. et MUTEBA M. (1994)** - *Aspect de la pollution de la rivière Lubumbashi par la Fonderie Minière de la Gécamines*, Bulletin de la Société Belge d'Etudes Géographiques, 2, Pp. 211-223
- AUBERTIN M., BUSSIÈRE B. et BERNIER L. (2002)** - *Environnement et gestion des résidus miniers*, Cédérom, Les Éditions de l'École Polytechnique de Montréal
- BAIZE D. et TERCE M. (2002)** - *Les Eléments traces métalliques dans les sols : approches fonctionnelles et spatiales*, INRA, Paris, 561 p.
- BANTON O. et BANGOY L. M. (1997)** - *Hydrogéologie : Multiscience environnementale des eaux souterraines*, Presses de l'Université du Québec/AUPELF, Québec, 460 p.
- BATUMIKE M. (2004)** - *Geochemistry and Petrography of the Nguba and Kundelungu Groups, Neoproterozoic Katangan Supergroup, Southeast Democratic Republic of the Congo : Tectonic setting, Paleoweathering condition and Sediment Provenance*, Department of Geoscience, Graduate school of science, Shimane University, Japan, 119 p.
- BEIR V. (1990)** - *Committee on the biological effects of ionizing radiations. Health effects of exposure to low levels of ionizing radiations*, NRC, US National Academy of sciences, Washington, Pp. 112-119
- BENZAOUA M., BUSSIÈRE B., DAGENAIS A.M. et ARCHAMBAULT M. (2004)** - *Kinetic test comparison and interpretation for prediction of the joulet tailings acid generation potentiel*. Environmental Geology, Geology 46-8, Pp. 1086-1101

- BERRINGTON A., DARBY S.C., WEISS H.A., DOLL R. et EMDASH (2001)** - *100 years of observation on British radiologists mortality from cancer and other causes 1897-1997*, British Journal of Radiology, Volume 74, Pp. 507-519
- BHP DIAMONDS INC. (1995)** - *Waste Rock Leaching*, Volume I, Diamonds Project Property Geology, Vancouver, Pp. 29-35
- BLANCHARD C. (2000)** - *Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les sols pollués*, Thèse de Doctorat soutenue à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA), 241 p.+Annexes
- BLAZY P. (2003)** - *Les défis majeurs de la métallurgie extractive des métaux non ferreux : économie d'énergie et environnement. Le cas du cuivre*, N°18, Les Techniques de l'Industrie Minérale, Pp. 27-49
- BLAZY P. et JDID E.A. (2000)** – *Pyrométallurgie et électroraffinage du cuivre*, Techniques de l'Ingénieur, Dossier M 2 241, 20 p.
Disponible sur : <http://www.techniques-ingenieur.fr> (janvier 2006)
- BLAZY P. et JDID E.-A. (2000)** – *Flottation : aspects pratiques*, traité Génie des procédés, Techniques de l'Ingénieur, Dossier J 3 360, 22 p.
- BLAZY P. et JDID E.-A. (2000)** – *Flottation : mécanismes et réactifs*, traité Génie des procédés, Techniques de l'Ingénieur, Dossier J 3 350, 22 p.
- BLIEFERT C. et PERRAUD R. (2001)** - *Chimie de l'environnement: air, eau, sols, déchets*, De Boeck Université, Paris, 436 p.
- BOUCHARD S. (2001)** - *Traitement du minerai. Flottation - Méthodes physiques*, Editions Le Griffon d'argile, Québec, 367 p.
- CAILTEUX J. et KAMPUNZU A.B. (1995)** - *The Katangan tectonic breccias in the shaba province (Zaire) and their genetic significance*, 101 Annales des Sciences, Musée Royal de l'Afrique Centrale, Tervuren, Belgium, Pp. 63-76
- CANEPARI S., CARDARELLI E., GIULIANO A. et PIETRODANGELO A. (2006)** - *Determination of metals, metalloids and non-volatile ions in airborne particulate matter by a new two-step sequential leaching procedure: Part A: Experimental design and optimisation*, Talanta, Volume 69, Issue 3, Pp. 581-587

- CEAEQ** (Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec) (2005) – *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*, MA. 100 – Lix.com.1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, Québec, 17 p.
- CEAEQ** (Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec) (2006) - *Détermination de la granulométrie : méthode gravimétrique par tamis*, MA. 100-Gran. 1.0, R Ministère de l'Environnement du Québec, Québec, 8 p.
- Disponible sur : <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes> (décembre 2006)
- CEAEQ** (Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec) (2006) - *Détermination du carbone et du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge*, MA. 310-CS 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, Québec, 9 p.
- Disponible sur : <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes> (décembre 2006)
- CEAEQ** (Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec) (2006) - *Détermination du potentiel de génération d'acide : méthode par titrage avec de l'acide sulfurique*, MA. 110-PGA 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, Québec, 10 p.
- Disponible sur : <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes> (janvier 2008)
- CHATAIN V. (2004)** - *Caractérisation de la mobilisation potentielle de l'As et d'autres constituants inorganiques présents dans les sols issus d'un site minier aurifère*, Inédit
- CHISHOLM G., MAKEPEACE D., JERGENSEN G. et THORSTEINSON L. (2004)** - *Technical Feasibility Report Katanga Project*, Agence Canadienne de Développement International, 29 p.
- COASTECH RESEARCH (1991)** - *Acid Rock Drainage Prediction Manual*, Projet 1.16.1b NEDEM, Canada
- Disponible sur: <http://www.nrcan.gc.ca> (novembre 2007)
- COLINET G. (2003)** - *Eléments traces métalliques dans les sols. Contribution à la connaissance des déterminations de leur distribution spatiale en région limoneuse belge*, Thèse de Doctorat présentée à la Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 415 p.
- CORUH S. et ERGUN O. N. (2006)** - *Leaching characteristics of copper flotation waste before and after vitrification*, Journal of Environmental Management, Volume 81, Pp. 333-338
- Disponible sur: www.sciencedirect.com (juillet 2007)

- COURIVAUD A. (2005)** - *Impacts écologiques des industries minières implantées dans le bassin du fleuve Congo*, ENGREF, Centre de Montpellier, Synthèse Technique, Inédit
- CRINE M., SCHLITZ M. et SALMON T. (1989)** - *Le traitement biologique d'eaux usées chargées en métaux lourds*, 2^{ème} Congrès International de l'A.I.Lg, Bio-Indus, Pp. 159-173
- DELMAS-GADRAS C. (2000)** - *Influence des conditions physico-chimiques sur la mobilité du Pb et du Zn dans un sol et un sédiment en domaine routier*, Inédit
- DERMATAS D., SHEN G., CHRYSOCHOOU M., GRUBB D., MENOUNOU N. et DUTKO P. (2004)** - *Pb speciation versus TCLP release in army firing range soils*, Journal of Hazardous Materials, In Press, Corrected Proof, Available online 18 January 2006
Disponible sur : www.sciencedirect.com (juillet 2006)
- ETTLER V. (2000)** - *Etude du potentiel polluant de rejets anciens et actuels de la métallurgie du plomb dans le district de Pribram (République tchèque)*, Thèse de Doctorat soutenue à l'université d'Orléans, France, 341 p.
- ETTLER V., KOMARKOVA M., JEHLICKA J., COUFAL P., HRADIL D., MACHOVIC V. et DELORME F. (2004)** - *Leaching of lead metallurgical slag in citric solutions: implications for disposal and weathering in soil environments*, Chemosphere 57, Elsevier, Pp. 567-577
- FEINENDEGEN L. et POLLYCOVE M. (2001)** - *Biologic response to low doses of ionizing radiation: detriment versus hormesis*, J. Nuclear Medicine, 17N-27N et 26N, 42 p.
- GAOMBALET J. (2004)** - *Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage*, Thèse de doctorat soutenue à l'Ecole Polytechnique de LMS, 326 p.
- GARNAUD S., MOUCHEL J.M., CHEBBO G. ET THEVENOT D.R. (2001)** - *Caractérisation des retombées atmosphériques de métaux traces en milieu urbain*, Techniques Sciences et Méthodes, N° 5 mai, 30-39
- GECAMINES (1996)** – *Rapport annuel – Exercice 1996*, Commentaire général, Division des Relations Publiques, Inédit
- GECAMINES (1999)** – *La Gécamines au service de la nation : son apport du passé, actuel et à venir*, Présentation au colloque national du 22 février au 26 février

- GERVAIS C. (1999)** - *Evaluation environnementale des perspectives de valorisation de scories de première fusion de Pb et Zn*, Thèse de doctorat soutenue à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 215 p.
- GOBAT J.-M., ARAGNO M. et MATTHEY W. (2003)** - *Le sol vivant : Bases de pédologie-Biologie des sols*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 358 p.
- GUPTA S.K. et CHEN K.Y. (1975)** – *Partitioning of trace metals in selective chemical fractions of nearshore sediments*, Environmental letters, 10(2), Pp. 129-158
- GY P. (1988)** - *Hétérogénéité, Echantillonnage. Homogénéisation*, Masson, Paris, 607 p.
- GY P. (1998)** – *Echantillonnage*, Techniques de l'Ingénieur, Dossier P 220, 23 p.
Disponible sur : <http://www.techniques-ingenieur.fr> (janvier 2006)
- GY P. (1992)**-*Sampling of heterogeneous and dynamic material systems*, Elsevier, Amsterdam, 653 p
- HALIM C., AMAL R., BEYDOUN D., SCOTT J. et LOW G. (2003)** - *Evaluating the applicability of a modified toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) for the classification of cementitious wastes containing lead and cadmium*, Journal of Hazardous Materials, Volume 103, Issues 1, Pp. 125-140
- HARDAWAY C., GAUTHREAUX K., SNEDDON J. et BECK J. N. (1999)** - *Evaluation of Contaminated Sediments by Toxicity Characteristic Leaching Procedure Extraction Techniques*, Microchemical Journal, Volume 63, Issue 3, Pp. 398-404
- HLAVACKOVA P. (2005)** - *Evaluation du comportement du cuivre et du zinc dans une matrice de type sol à l'aide de différentes méthodologies*, Thèse de Doctorat soutenue à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 187 p.+ Annexes
- HOENIG M. et THOMAS P. (2002)** - *Préparation d'échantillons de l'environnement pour analyse minérale*, Dossier P4150, Techniques de l'Ingénieur, 12 p.
- IMYIM A. (2000)** - *Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques*, Thèse de doctorat soutenue à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 183 p.+Annexes
Disponible sur : <http://docinsa.insa-lyon.fr/these/pont.php?id=imyim> (Mars 2005)

- INCA** (Initiative pour l'Afrique Centrale) - *L'économie primaire d'exportation des matières premières : Les ressources minérale*, Afrique centrale - Une double dimension économique. Inédit
- INDRINGI N., BAMUHIGA L.B. (1998)** - *L'exploitation artisanale de l'or et du diamant dans le Haut-Zaïre (1982-1995) : réponse à la crise, conséquences sur l'environnement*, 51 Cahiers d'Outre-mer, Pp. 157-170
- INERIS** (Institut National de l'environnement industriel et des risques) **(2005)** - *Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques: Cuivre et ses dérivés*, Version N°1-5-février, 66 p.
- INRS (1995)** – *Fiche toxicologique N°154 : Trichlorure de fer et ses solutions aqueuses*, Numéro CAS N°7705-08-0, Cahiers de notes documentaires N°159, 2^{ème} trimestre, Pp. 293-295.
- INRS** (Institut National de Recherche et de Sécurité) **(2000)** – *Fiche toxicologique N°128 : Cobalt et composés minéraux*, Cahiers de notes documentaires – Hygiène et sécurité du travail, 4^{ème} trimestre N°181, 8 p.
- INRS** (Institut National de Recherche et de Sécurité) **(2002)** – *Fiche toxicologique N°75 : Zinc et composés minéraux*, Cahiers de notes documentaires – Hygiène et sécurité du travail N°187, 2^{ème} trimestre, Pp. 157-164.
- INRS** (Institut National de Recherche et de Sécurité) **(2006)** – *Fiche toxicologique N°59 : Plomb et ses composés minéraux*, Numéro CAS N°7439-92-1, 12 p.
- INRS** (Institut National de Recherche et de Sécurité) **(1997)** - *Fiche toxicologique N° 52 : Dioxyde de manganèse*, Services techniques, Numéro CAS N°1313-13-9, Pp. 1-6
- IOANNIDIS TH.A. et ZOUBOULIS A.I. (2006)** - *Selective removal of lead and bromide from a hazardous industrial solid waste using Limited Acid Demand and Separation Factor at ambient conditions*, Journal of Hazardous Materials, Volume 131, Issues 1-3, Pp. 46-58
- ISO 10390 (2005)** - *Qualité du sol : Détermination du pH*, CH-1211, Genève 20, Genève, 7 p.
- ISO 11464 (1994)** - *Qualité du sol : Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*, CH-1211, Genève 20, Genève, 9 p.
- JANUSA M. A., BOURGEOIS J. C., HEARD G. E., KLIEBERT N. M. et LANDRY A. A. (1998)** - *Effects of Particle Size and Contact Time on the Reliability of Toxicity Characteristic Leaching Procedure for Solidified/Stabilized Waste*, Microchemical Journal, Volume 59, Issue 2, Pp. 326-332

JOINT UNEP/OCHA ENVIRONMENT UNIT (2004) - *Mine uranifère de Shinkolobwe : Mission d'évaluation de la situation environnementale*, Rapport préliminaire, Palais des Nations, CH-1211, Geneva 10, Switzerland, 18 p.

Disponible sur : <http://ochaonline.un.org/ochaunep> (janvier 2006)

KALENGA N. et KANIKI T. (2003) - *Implication de l'Université dans la résolution des problèmes liés au traitement artisanal des minerais au Katanga*, Actes des Journées Scientifiques de la Faculté Polytechnique tenues du 14-15/05/03, Pp. 13-18

KALENGA N., FRENAY J., KONGOLO M., DE DONATO P. et KANIKI T. (2006) – *Inventaire des sites de production, de stockage et de décharge des rejets minéraux au Katanga et évaluation des impacts environnementaux*, Rapport du Projet de Coopération Scientifique Inter-universitaire 2005 (PCSI N° 6312PS508), Inédit, 213 p.

KANIKI T. (2005) - *Caractérisation et remédiation de la pollution des sols et aquifères par les éléments traces métalliques (Cas du site pollué de la zone portuaire de Sclaigneaux)*, Mémoire de DEA en Sciences Appliquées défendu à l'Université de Liège, 156 p.

KANIKI T. (2005) - *Rapports (N°1 et 2) d'enquête effectuée à Lubumbashi, Likasi, Kipushi, Musoshi, Kambove et Kakanda*, présenté en août et novembre 2005, Inédit

KAYA M. (2008) - *Contribution à l'étude des facteurs de distribution spatiale des teneurs en éléments traces métalliques dans les sols et les sédiments dans le quartier Gécamines*, Mémoire de DEA en Sciences Agronomiques, Université de Lubumbashi, Inédit

KAZADI M. (2006) - *Contribution à l'étude hydrologique et hydrogéologique du bassin versant de la rivière Karavia et son impact sur la source de Kimilolo*, Mémoire en Sciences, Université de Lubumbashi, Inédit

KEVIN N. V., MUSSON S. E. et TOWNSEND T. G. (2006) - *Factors affecting TCLP lead leachability from computer CPUs*, Waste Management, Volume 26, Issue 3, Pp. 293-298

KIENGE D., MUHINDO S. L. et KIMEME B. R. (2004) - *Rapport des résultats des investigations sur les incidences environnementales dues au fonctionnement de l'usine de la SOMIKA à Lubumbashi (R.D. Congo)*, Inédit, 32 p.

KIMMEL T.A. (1998) - *Development, Evaluation and Use of the Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP): Chemical and biological characterization of sludges, sediments, dredge spoils and drilling muds*, American Society for Testing and Materials, ASTM STP 976, Philadelphia, Pp. 129-140

- KNIGHT R.D., KLASSEN R.A. et HUNT P. (2002)** - *Mineralogy of fine-grained sediment by energy dispersive spectrometry (EDS) image analysis - a methodology*, Environmental Geology, Pp. 32-40
- KWONG Y.T.J. et FERGUSON K.D. (1997)** - *Mineralogical Changes during NP Determinations and their Implications*, BC Proc., 4th International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, Pp. 435-447
- LAPAKKO K.A. (1994)** - *Determinations for Metal Mine Waste and a Proposed Alternative*, USBM SP 06A-94 PA Proc, International Land Reclamation and Mine Drainage Conference and 3rd International Conference on the Abatement of Acidic Drainage, Pittsburgh, Pp. 129-137
- LAPERCHE V., DICTOR M.C., CLOZEL-LELOUP B. et BARANGER P. (2004)** - *Guide méthodologique du plomb appliqué à la gestion des sites et des sols pollués*, BRGM, Orléans Cedex 2, 136 p.
- LASTRA R., PETRUK W. et WILSON J. (1998)** - *Image-analysis techniques and applications to mineral processing*, In: L.J. Cabri and D.J. Vaughan (Editors), Commission on Ore Mineralogy, International Mineralogical Association, Mineralogical Association of Canada, Ottawa, Ontario, Pp. 327-366
- LEBOURG A., STERCKEMAN T., CIESIELSKI H. et PROIX N. (1996)** - *Intérêt de différents réactifs d'extraction chimique pour l'évaluation de la biodisponibilité des métaux en traces du sol*, Agronomie, 16, Pp. 201-215
- LEGROS J.P. (1996)** - *Cartographie des sols : De l'analyse spatiale à la gestion des territoires*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, CH-1015, Lausanne
- LELEYTER L. et BARAUD F. (2005)** - *Evaluation de la mobilité des métaux dans les sédiments fluviaux du bassin de la Vire (Normandie, France) par extractions simples ou séquentielles*, C.R. Géoscience 337, Elsevier, Pp. 571-579
- LEVASSEUR B., BLAIS J.F. et MERCIER G. (2003)** - *Optimisation d'un procédé de lixiviation en milieu basique et acide pour la décontamination (Cd, Pb) d'un mélange de cendres de chaudières et d'électrofiltres d'incinérateur de déchets municipaux*, Journal of Environmental Engineering and Science, Volume 2, N°5, Pp. 355-268
- LIN K.L. et CHANG C.T. (2006)** - *Leaching characteristics of slag from the melting treatment of municipal solid waste incinerator ash*, Journal of Hazardous Materials, In Press, Corrected proof, available on line 6 January 2006
- Disponible sur : <http://www.sciencedirect.com> (Avril 2006)

- LONDON C. (2007)** - *Enjeux et perspectives des déchets*, Techniques de l'Ingénieur, Dossier G2020, 11 p.
- MACONOCHE N., ROMAN E., DOYLE P., DAVIES G., SMITH P.G. et BERAL V. (2001)** - *Sex ratio of nuclear industry employees' children*, 357 Lancet, Pp. 1589-1591
- MAIZ I., ESNAOLA M.V. et MILLAN E. (1997)** - *Evaluation of heavy metal availability in contaminated soils by a short sequential extraction procedure*, The Science of the Total Environment, 206, Pp. 107-115
- MALU-MALU J.J.A. (2002)** - *Le Congo Kinshasa*, Editions Karthala, 396 p.
- MARGUÍ E., SALVADÓ V., QUERALT I. et HIDALGO M. (2004)** - *Comparison of three-stage sequential extraction and toxicity characteristic leaching tests to evaluate metal mobility in mining wastes*, Analytica Chimica Acta, Volume 524, Issues 1-2, Pp. 151-159
- MEHU J. et ABDEIGHAFOUR M. (2000)** - *Etude du comportement de déchets dans différents scénarios de classe III*, Rapport conjoint de INSA, INSAVALOR, POLDEN 69603, Villeurbanne Cedex, 30 p.
- MENDOZA G. A. et P. MACOUN (2000)** - *Application de l'analyse multicritère à l'évaluation des critères et indicateurs*, Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD), 34398, Montpellier Cedex 5, France, 84 p.
- MERMILLOD-BLONDIN R. (2003)** - *Minéralogie quantitative au microscope électronique à balayage et analyse d'images : Application à la caractérisation minéralogique de résidus miniers*, Rapport technique, Chaire CRSNG Polytechnique –UQAT & LEM-INPL, Inédit, 30 p.
- MILLER W.P., MARTENS D.C. et ZELAZNY L.W. (1986)** - *Effect of sequence in extraction of trace metals from soils*, Soil Science Society American Journal, 50, Pp. 598-601
- Mills C. (1997)** - *An Assessment of the Results of Acid Base Accounting (ABA) and Mineralogical Testwork on Eight Samples from the Proposed Minto*, Pelly Crossing report to The Selkirk First Nation, Yukon, 30 p.
- MINERAL INFO (2005)** - *L'informalisation du secteur minier: exemple de la République Démocratique du Congo*, Inédit
- Disponible sur : <http://www.mineralinfo.org> (juin 2005)

MINISTERE DES MINES ET HYDROCARBURES (2003) - *Guide de l'investisseur du secteur des mines et hydrocarbures*, Cellule Technique de Coordination et de Planification Minière (CTCPM), Inédit

Disponible sur : <http://www.miningcongo.cd> (juillet 2005)

MINISTERE DES MINES ET HYDROCARBURES (2005) - *Opportunité d'investissement dans le secteur minier de la République Démocratique du Congo*, Cellule Technique de Coordination et de Planification Minière (CTCPM), Inédit

Disponible sur : <http://www.miningcongo.cd> (juillet 2005)

MIQUEL G. (2001) - *Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé*, Office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, Assemblée Nationale Française, 346 p.

MONBET P. et COQUERY M. (2003) - *Approches analytiques pour l'évaluation de la biodisponibilité des métaux dans les milieux aquatiques*, Rapport Technique, Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable, Direction de l'Eau, Paris, 87 p.

NAIR M.K., NAMBI K.S., AMMA N.S., GANGADHARAN P., JAYALEKSHMI P., JAYADEVAN S., CHERIAN V. et REGHURAM K.N. (1999) - *Population study in the high natural background radiation area of Kerala*, 152 Radiat Res, Inde, Pp. 145-148

NAVARRO A. (2003) - *Approche systémique des déchets*, Techniques de l'Ingénieur, G 2000, 8 p.

NICOLAS J. (2006) - *Principes de l'échantillonnage dans l'environnement*, Université de Liège, Liège, 89 p.

NICOLAS J. (2007) - *Principes de l'échantillonnage dans l'environnement*, Notes de cours dispensé à l'Université de Liège, Inédit, 89 p.

NORDSTROM D.K. et SOUTHAM G. (1997) - *Geomicrobiology of sulfide mineral oxidation*, Mineralogical Society of America Reviews in Mineralogy, 35, Pp. 361-382

NURMESNIEMI H., PÖYKIÖ R., PERÄMÄKI P. et KUOKKANEN T. (2005) - *The use of a sequential leaching procedure for heavy metal fractionation in green liquor dregs from a causticizing process at a pulp mill*, Chemosphere, Volume 61, Issue 10, Pp. 1475-1484

Disponible sur : <http://www.mddep.gouv.qc.ca>

- OCHA** (Bureau de Coordination des Affaires Humanitaires) (2000) - *Impact humanitaire de l'environnement socio-économique : Synthèse 2 – Lubumbashi*, Nations Unies
- OFEFP** (Office Fédéral de l'Environnement, des Forêts et du Paysage) (2000) - *Sites contaminés, estimation de la mise en danger: Directive pour la lixiviation en colonne de matériaux*. 3003 Berne-27
- PERKINS E.H., NESBITT H.W., GUNTER W.D., ST-ARNAUD L.C. et MYCROFT J.R.** (1995).- *Critical Review of Geochemical Processes and Geochemical Models Adaptable for Prediction of Acidic Drainage from Waste Rock*, MEND Report, Project 1.42.1
- PETRUK W.** (2000) - *Applied Mineralogy in the Mining Industry N°1*, Elsevier, Ottawa, Ontario, 268 p.
- PLAGNE V.** (2000) - *Structure et fonctionnement des aquifères karstiques. Caractérisation par la géochimie des eaux*, Editions BRGM, Orléans cedex 2, 376 p.
- PNUD** (Programme des Nations Unies pour le Développement) (2003) - *Environnement : Changements climatiques et diversité biologique en RDC*, Projet de développement réalisé avec le soutien du PNUD
- Disponible sur : <http://www.congoclimatchange.org> (janvier 2005)
- POTVIN R.** (2004) – *Réduction de la toxicité des effluents des mines de métaux de base et précieux à l'aide de méthodes de traitement biologique*, Rapport de synthèse environnementale, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Inédit, 41 p.
- PRICE W.A. et ERRINGTON J.C.** (1995) - *ARD Guidelines for Mine Sites in British Columbia*, Mines and Petroleum BC, Ministry of Energy, Victoria, 29 p.
- PRICE A. W.** (2005) - *Liste des éléments d'information à connaître pour évaluer et atténuer les phénomènes de lixiviation de métaux et de drainage rocheux acide*, NEDEM, Canada, 26 p.
- Disponible sur : <http://www.frameworkforresponsiblemining.org/>
- QUEVAUVILLER P.** (2007) – *Fractionnement d'éléments pour l'étude dans l'environnement*, Techniques de l'Ingénieur, Traité Génie des procédés, Dossier P 3854, 13 p.
- RAKOTOARISOA Z.** (2003) - *Prédiction du comportement environnemental des résidus de procédés thermiques (RPT) utilisés comme matériaux de travaux publics*, Thèse de doctorat soutenue à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 254 p.
- RAMADE F.** (1974) - *Eléments d'écologie appliquée*, Ediscience/McGraw-Hill, Paris

- RAURET G., RUBIO R., LOPEZ-SANCHEZ J.R. et CASASSAS E. (1989)** – *Specific procedure for metal solid speciation in heavily polluted river sediments*, International Journal of Environmental Analytical Chemistry, 35, Pp. 89-100
- REISMAN D.J., SUNDARAM V., SOUHAIL R. A.A. et ALLEN D. (2007)** - *Statistical validation of sulfate quantification methods used for analysis of acid mine drainage*, Talanta, Volume 71, Pp. 303-311
- RENAUD J. (2006)** - *De l'optimisation multicritère à l'aide à la décision : propositions de modèles de choix des recommandations à l'industriel lors de la conception et de la fabrication de produits nouveaux*, 14e Atelier de Raiso Besançon, France
- ROBERT M. (1956)** - *Géologie et géographie du Katanga y compris l'étude des ressources et de la mise en valeur*, Presses de Marcel HAYEZ, Bruxelles, 620 p
- RONDIA D. (1998)** - *Les métaux lourds et l'environnement*, Electricité N° 188, Pp. 3-20
- RUBAN V. (2005)** - *Mobilité potentielle des polluants dans les sédiments de l'assainissement des chaussées*, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Inédit
- Disponible sur : http://www.lcpc.fr/fr/sources/seminaires/sedim_2005/doc/ruban2.pdf
- SALOMONS W. (1995)** - *Environmental impact of metals derived from mining activities: Processes, predictions, prevention*, Journal of Geochemical Exploration, Volume 52, Pp. 5-23
- Disponible sur: <http://www.sciencedirect.com>
- SASSEVILLE J.L. (1980)** - *La problématique des substances toxiques dans l'environnement, tome 1 : L'agression toxique*, Bureau sur les substances toxiques, Ministère de l'Environnement, Gouvernement du Québec, 46 p.
- SASTRE J., SAHUQUILLO A., VIDAL M. et RAURET G. (2002)** - *Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples: microwave-assisted total digestion versus aqua regia and nitric acid extraction*, Analytica Chimica Acta, Volume 462, Issue 1, Pp. 59-72
- SGS ECO CARE CONSULTANTS (1994)** - *Etude d'incidences sur l'environnement du projet d'extension de la plate-forme de Scoribel à Seneffe (Belgique)*, Tome 1 et 2, Inédits
- SLATER R. (2007)** - *The Mining Environment Database on abandoned mines, acid mine drainage and land reclamation*, Waste Management & Research, Volume 13, Pp. 91-92
- Disponible sur : <http://www.sciencedirect.com> (janvier 2008)

- SNC-LAVALIN International (2003)** - *Étude sur la restauration des mines de cuivre et de cobalt en République Démocratique du Congo*, Rapport Préliminaire N° M-6708 (603082), Montréal, 222 p.
- SOBEK A.A., SCHULLER W., FREEMAN JR. et SMITH R.M. (1978)** – *Field and laboratory methods applicable to overburdens and mineral*, U.S. Environmental Protection Agency, EPA-600/2-78-054, Pp. 280-495
- SODIMICO (2002)** - *Présentation de la situation de l'entreprise de juin 1999 à juin 2002*, N°202/DEX/SDM/2.02/06/99
- SOUHAIL R. A.A., HAGEMAN P. L., JEGADEESAN G., MADHAVAN N. et ALLEN D. (2005)** - *Comparative evaluation of short-term leach tests for heavy metal release from mineral processing waste*, Science of The Total Environment, In Press, Corrected proof.
- SOYER J. et ALEXANDRE J. (1987)** - *Pollution atmosphérique et dégradation de l'environnement urbain en régions tropicales. Le cas de Lubumbashi, Shaba, Zaïre*, In : Recherches de géographie urbaine, Presses Universitaires de Liège, tome 2, Pp. 651-664
- SRK (STEFFEN, ROBERTSON, KIRSTEN) (1989)** – *Draft Acid Rock Technical Guide*, Volume 1. BC AMD Task Force, Vancouver.
- SUCPR (Service Universitaire de Contrôle Physique des Radiations) (2004)** - *Radioprotection: collecte, conditionnement, stockage et élimination des déchets radioactifs*, Documents inédits-21
Disponible sur : www.ulg.ac.be/sucpr
- TARITS C., BENOIT M., CAROFF M., REHAULT J.-P., ROLET J., THONON P., TISSEAU C. et WIRTZ B. (2002)** - *Géologie de l'environnement*, Dunod, Paris, 198 p.
- TESSIER A., CAMPBELL P.G.C. et BISSON M. (1979)** – *Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metal*, Analytical Chemistry, 51, Pp. 844-851
- THE G. et TUBIANA M. (2001)** - *Irradiation médicale, déchets, désinformation : un avis de l'Académie de médecine*, Commission (XIII) française de Santé publique - Epidémiologie – Environnement, Inédit
- THOME J.P. (2002)** - *Introduction à l'Ecologie Générale*, Editions CEB, Université de Liège, 101 p.

- THURNAU C. R. (1996)** - *Low-temperature desorption treatment of co-contaminated soils: TCLP as an evaluation technique*, Journal of Hazardous Materials, Volume 48, Issues 1-3, Pp. 149-169
- TOKALIOGLU S., KARTAL S. et BIROL G. (2003)** - *Application of a Three-Stage Sequential Extraction for the determination of extractable metals contents in highway soils*, Turk Journal Chem. 27, Pp. 333-346
- US EPA (1980)** - *Extraction procedure toxicity characteristic*, 45 (98) Federal Register, US Environmental Protection Agency, Pp. 33063-33285
- US EPA (1986)** - *Test Methods for evaluating solid waste*, Volumes I and II (SW-846), Office of Waste, US Environmental Protection Agency, 3rd Edition.
- US EPA (1995)** - *Applicability of the toxicity characteristic leaching procedure to mineral processing wastes*, Office of Waste, US Environmental Protection Agency, 24 p.
- VAN DER SLOOT H.A. (2000)** - *European activities on harmonisation of leaching/Extraction tests and standardisation in relation to the use of alternative materials in construction*, Netherlands Energy Research Foundation, Petten, 14 p.
- VAN DER SLOOT H.A., HEASMAN L. et QUEVAUVILLER PH. (1997)** - *Harmonisation of leaching/Extraction Tests*, Elsevier Science, Amsterdam, Pp. 171-208
- VANN K., MUSSON S. et TOWNSEND (2006)** - *Evaluation of a modified TCLP methodology for RCRA toxicity characterization of computer CPUs*, Journal of Hazardous Materials, Volume 129, Issues 1-3, Pp. 101-109
- VASEL J.-L. et VANDER BORGHT P. (1991)** - *Traitement des effluents liquides industriels*, Actes du Séminaire organisé à la maison du PED à Longwy les 28 et 29 mars 1991 par le Collège Européen de Technologie, Editions CEBEDOC, B-4000, Liège, 212 p.
- VERNET M. et GOVINDARAJU K. (1993)** - *Mise en solution des matériaux avant analyse*, Techniques de l'Ingénieur, Dossier PE 222-1, 16 p.
- WEI L.X. et SUGAHARA T. (2000)** - *High background radiation area in China*, 41 Journal Rad. Research, Tokyo, Pp. 1-76

YONG R.N., MOHAMED A.M.O. et WARKENTIN B.P. (1992) – *Principles of contaminant transport in soils*, Developments in Geotechnical Engineering, 73, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 327 p.

YUKSELEN M. A. et ALPASLAN B. (2001) - *Leaching of metals from soil contaminated by mining activities*, Journal of Hazardous Materials, Volume 87, Issues 1-3, Pp. 289-300

Annexe A.1.

Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides

N°	Localisation	Désignation test	Domaine d'application	Conditions opératoires	Observations
1	Europe	Acid/Base neutralisation N148	Caractérisation des déchets massifs et granulaires	Lixiviation en batch ; L/S=10 ; Lixiviant : eau déminéralisée avec ajout d'acide ou de base	Appliqué pour la détermination de la capacité de neutralisation acide/base et la solubilité des polluants en fonction du pH
2	Europe	Monolithic Compliance Test	Test de conformité pour la caractérisation des déchets S/S monolithiques	Lixiviation sous vide avec renouvellement de l'agent lixiviant ; Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la quantité cumulée relarguée (en mg/m ²) ou le flux (en mg/m ² .s) ; la réalisation sous vide permet au matériau de se saturer en eau plus rapidement
3	Europe	Granular Compliance Test	Caractérisation des déchets granulaires	Lixiviation en batch ; L/S=2 et 10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer les quantités relarguées en mg/kg
4	France	X31 210	Caractérisation des mâchefers	Lixiviation en batch ; L/S=10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la concentration du polluant dans le lixiviat (en mg/l) afin d'évaluer la possibilité de valoriser le déchet dans un autre domaine
5	France	X30 407 (CAED : Capacité d'Absorption en Eau Dynamique)	Caractérisation du comportement à long terme du déchet massif	Lixiviation en batch ; L/S=10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué dans l'étude du transport des polluants dissous dans les matrices poreuses et dans la détermination de la masse d'eau absorbée par masse sèche de déchet : Capacité d'Absorption en eau CAE (%)
6	France	X31 211	Test de conformité pour la caractérisation des mâchefers S/S considérés comme massifs	Lixiviation en batch ; L/S=10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la concentration du polluant dans le lixiviat (en mg/l) afin d'évaluer la possibilité de valoriser le déchet dans un autre domaine
7	France	X30 410	Test de conformité pour la caractérisation des mâchefers S/S considérés comme granulaires	Lixiviation en batch ; L/S=10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la concentration du polluant dans le lixiviat (en mg/l) afin d'évaluer la possibilité de valoriser le déchet dans un autre domaine
8	France	Pore Water Simulation Test	Test paramétrique proposé pour étudier le relargage selon le modèle diffusionnel	Lixiviation en batch ; L/S=0,1 à 10 Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la concentration des polluants en fonction du rapport L/S ainsi que les concentrations dans l'eau des pores

Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides (suite 1)

N°	Localisation	Désignation test	Domaine d'application	Conditions opératoires	Observations
9	France	X 30 407 Test de sensibilité au contexte chimique	Evaluation du comportement à long terme	Lixiviation en batch; L/S=10 Lixiviant : eau déminéralisée pH 12,3 ; 10 et 5	Appliqué pour déterminer les quantités relarguées (mg/kg) suivant différents contextes chimiques
10	France	Test de comportement à la lixiviation sur éprouvettes monolithiques	Evaluation du comportement à long terme des déchets monolithiques	Lixiviation en batch; L/S=10 56 jours, 11 renouvellements Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer les quantités relarguées en fonction du temps et de la surface afin d'étudier les mécanismes de relargage et la cinétique de lixiviation
11	Etats-Unis et Canada	Acid Neutralisation on Capacity	Caractérisation des déchets S/S	Mélange d'un échantillon avec des quantités croissantes d'acide	Appliqué pour étudier la sensibilité des déchets à la variation du pH
12	Etats-Unis et Canada	TCLP modifié	Test de conformité pour la caractérisation des déchets S/S monolithiques	Lixiviation en batch; L/S=20; durée: 18h Lixiviant: acide acétique (pH 3) non maintenu ou solution d'acétate (pH 5)	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant en mg/kg humide dans le déchet
13	Etats-Unis et Canada	ANSI/ANS 16.1	Caractérisation du comportement à long terme des déchets monolithiques	Lixiviation en batch ; 90 jours: 11 renouvellements Lixiviant: eau distillée	Appliqué pour la détermination des coefficients de diffusion
14	Etats-Unis	MEP Multiple Extraction procedure	Caractérisation des déchets S/S en condition acide	9 extractions (acide acétique et pluie acide synthétique) ; L/S=20 ; 24h par solution	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant (en mg/kg) en fonction de l'augmentation de quantité d'acide ajoutée
15	Etats-Unis	SET Sequential Extraction Test	Caractérisation des déchets S/S	15 extractions avec CH ₃ COOH 0,04 M ; L/S=50 ; 24h/extraction	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant (en mg/kg) et pour évaluer l'alcalinité des déchets S/S

Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides (suite 2)

N°	Localisation	Désignation test	Domaine d'application	Conditions opératoires	Observations
16	Etats-Unis	SCE Sequential Chemical Extraction	Caractérisation des déchets S/S	5 extractions avec 5 solutions différentes ; L/S=16-40 ; 2-24h/extraction	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant (en mg/kg) et pour évaluer l'alcalinité des déchets S/S
17	Pays-Bas et Etats-Unis	Compact Granular Leaching Test	Caractérisation du comportement à long terme des déchets granulaires	Lixiviation en batch ; L/S non fixé 64 jours, 8 renouvellements Lixiviant : eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer la quantité relarguée (en mg/m ²) et pour la détermination des coefficients de diffusion
18	Pays-Bas	Redox Static Test	Test réglementaire pour la caractérisation des déchets granulaires et massifs	Lixiviation en batch avec barbotage de l'hydrogène pour contrôler le potentiel réducteur du milieu	Appliqué pour déterminer la quantité relarguée en milieu réducteur et étudier l'influence du potentiel sur la lixiviation
19	Pays-Bas	Availability Test NEN 7341	Test réglementaire pour la caractérisation des déchets massifs	Lixiviation en batch; L/S=50-100 Lixiviant: eau demineralise à pH 4 et 7 contrôlé	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant (en mg/kg) et la possibilité de valoriser le déchet dans le domaine de BTP
20	Pays-Bas	Tank Leach Test NEN 7345	Caractérisation du comportement à long terme des déchets massifs	Lixiviation en batch ; L/V=4-6 64 jours, 8 renouvellements Lixiviant : eau déminéralisée à pH 4 non maintenu/solution alcaline pH 12,5/pH 8 maintenu (eau barbotée par CO ₂ et HNO ₃)	Appliqué pour déterminer la quantité relarguée (en mg/m ²) et pour la détermination des coefficients de diffusion
21	Pays-Bas	pH Static Test	Test réglementaire pour la caractérisation des déchets granulaires et massifs	Lixiviation en batch; L/S initial=5 Lixiviant: eau demineralisee avec l'ajout d'acide ou/et de base	Appliqué pour déterminer la concentration du polluant dans le lixiviat (en mg/l) suivant différents contextes chimiques

Quelques protocoles de lixiviation des rejets solides (suite 3)

N°	Localisation	Désignation test	Domaine d'application	Conditions opératoires	Observations
22	Pays-Bas	Column test NEN 7343	Caractérisation du comportement à court et moyen terme des déchets granulaires	Lixiviation par percolation ; L/S=0,1 à 10 Lixiviant : eau déminéralisée acidifiée à pH 4	Appliqué pour déterminer les quantités cumulées relarguées (en mg/kg) afin d'évaluer la possibilité de valoriser le déchet dans le domaine de BTP
23	Pays-Bas	Cascade Test NEN 7349	Caractérisation du comportement à long terme des déchets granulaires	Lixiviation en batch; L/S=20; 5 étapes (5 jours) Lixiviant: solution acide (pH=2)	Appliqué pour déterminer les quantités cumulées relarguées (en mg/kg)
24	Suisse	TVA Eluatstest	Test réglementaire pour la caractérisation des déchets inertes valorisables	Lixiviation en batch; L/S=10 Lixiviant: eau déminéralisée barbotée en CO ₂ ; pH compris entre 5 et 6	Appliqué pour déterminer les quantités relarguées (en mg/kg)
25	Allemagne	DIN 38 414	Test réglementaire pour la caractérisation des mâchefers et matériaux de démolition	Lixiviation en batch; L/S=10 Lixiviant: eau déminéralisée	Appliqué pour déterminer les quantités relarguées (en mg/kg)
26	Royaume-Uni	WRU Leaching test	Caractérisation des déchets granulaires	Lixiviation en batch; L/S variable Lixiviant: eau déminéralisée ; pH maintenu par ajout d'acide acétique	Appliqué pour déterminer les quantités cumulées relarguées (en mg/kg) en fonction du rapport L/S
27	Europe du Nord	Nordtest Procedure	Caractérisation des déchets granulaires	Lixiviation en batch; L/S=2-10-50 Lixiviant: eau déminéralisée pH 4 (par ajout de HNO ₃)	Appliqué pour déterminer les quantités cumulées relarguées (en mg/kg) en fonction du rapport L/S
28	Europe du Nord	Nordtest Procedure	Caractérisation des déchets granulaires	Lixiviation en batch; L/S=2x100 Lixiviant: eau déminéralisée pH 4 (par ajout de HNO ₃)	Appliqué pour déterminer le maximum extractible d'un polluant en mg/kg humide dans le déchet

Annexe A.2.**pH (H₂O et KCl) des rejets solides broyés**

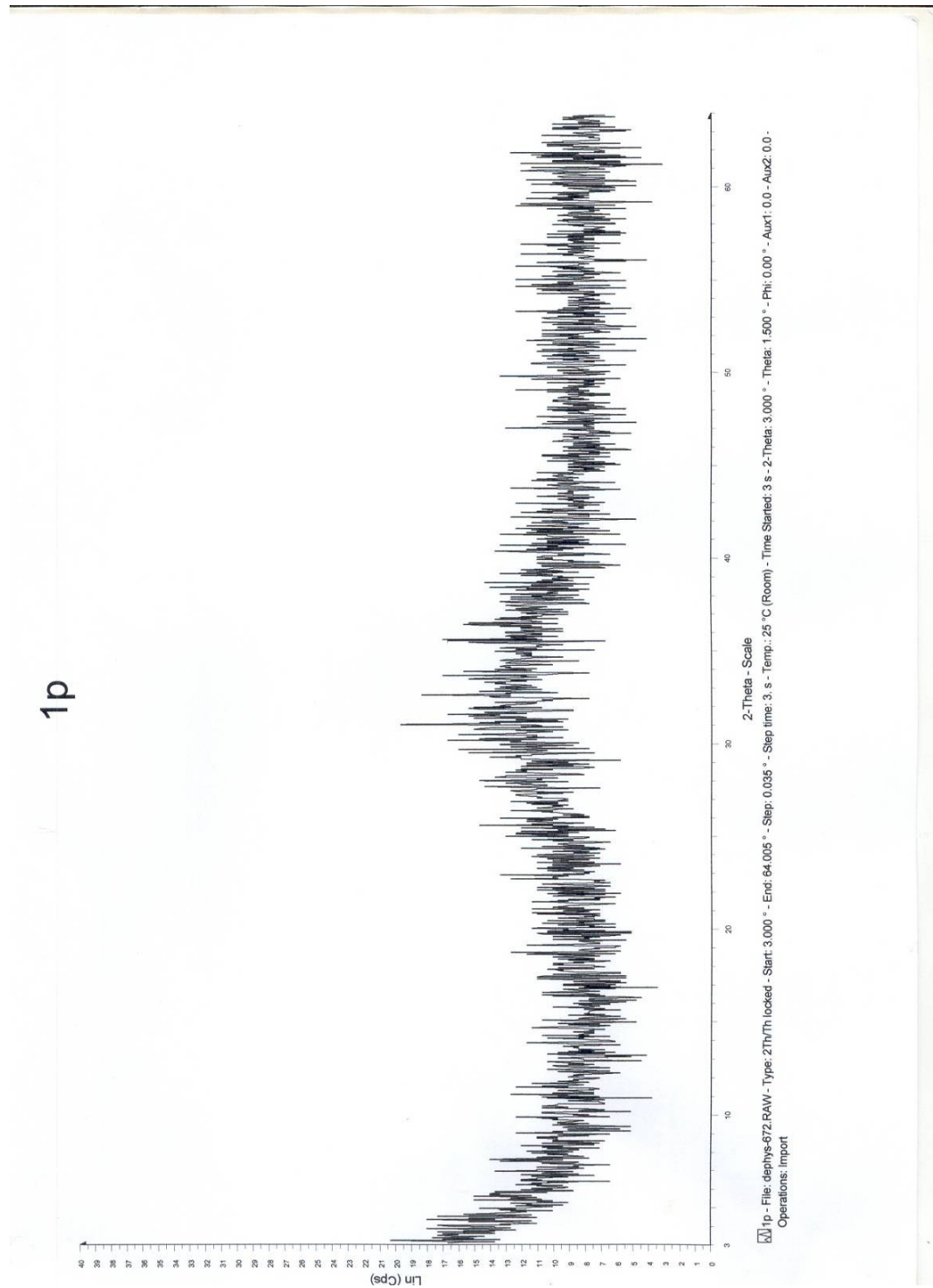
N°	Echantillons	pH H ₂ O	$\bar{\epsilon}^{45}$	pH KCl	$\bar{\epsilon}$
1	1P	9,71	0,12	10,26	0,03
2	2P	5,61	0,24	6,10	0,04
3	3P	-	-	-	-
4	4P	10,16	0,08	11,43	0,43
5	5P	10,10	0,04	11,73	0,05
6	6P	10,63	0,06	11,48	0,02
7	7P	8,70	0,40	9,22	0,16
8	8C1	7,99	0,06	8,10	0,03
9	8C2	7,99	0,04	8,19	0,03
10	9C	6,77	0,24	8,60	0,40
11	10C1	9,80	0,06	10,07	0,00
12	10C2	7,20	0,30	8,87	0,03
13	10C3	5,41	0,04	6,16	0,01
14	10C4	4,09	0,80	4,80	0,06
15	11C	7,62	0,17	8,57	0,00
16	12C	7,30	0,13	7,97	0,01
17	13H	3,98	0,46	4,54	0,08

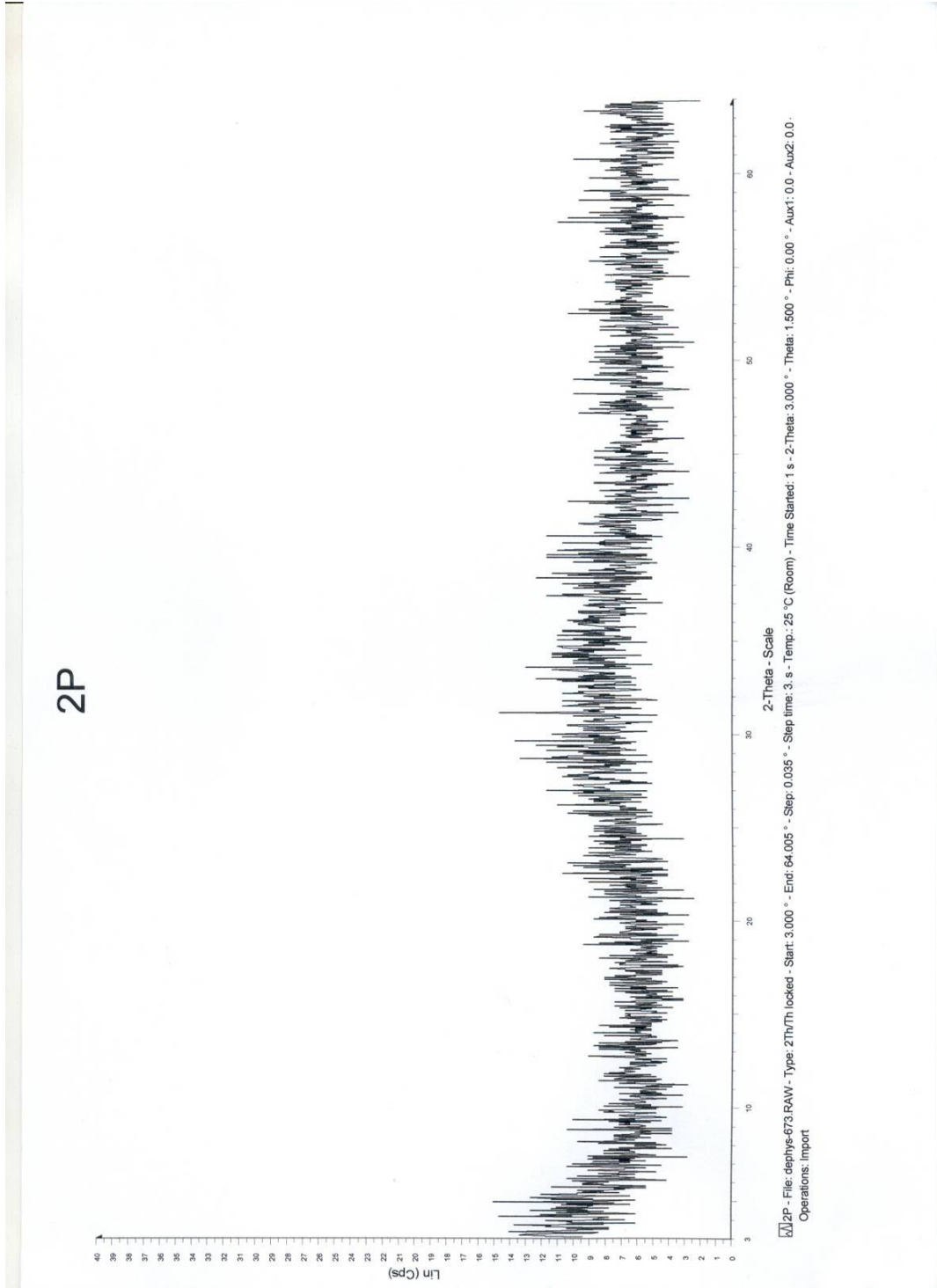
La précision est évaluée en considérant la moyenne des écarts par rapport à la moyenne parce que le nombre de mesures n'est pas le même pour chaque échantillon. Lorsque les écarts sont importants, on augmente le nombre de mesures pour avoir un résultat moyen représentatif (4 à 5 mesures).

⁴⁵ $\bar{\epsilon}$: moyenne des écarts par rapport à la moyenne à 10⁻² près.

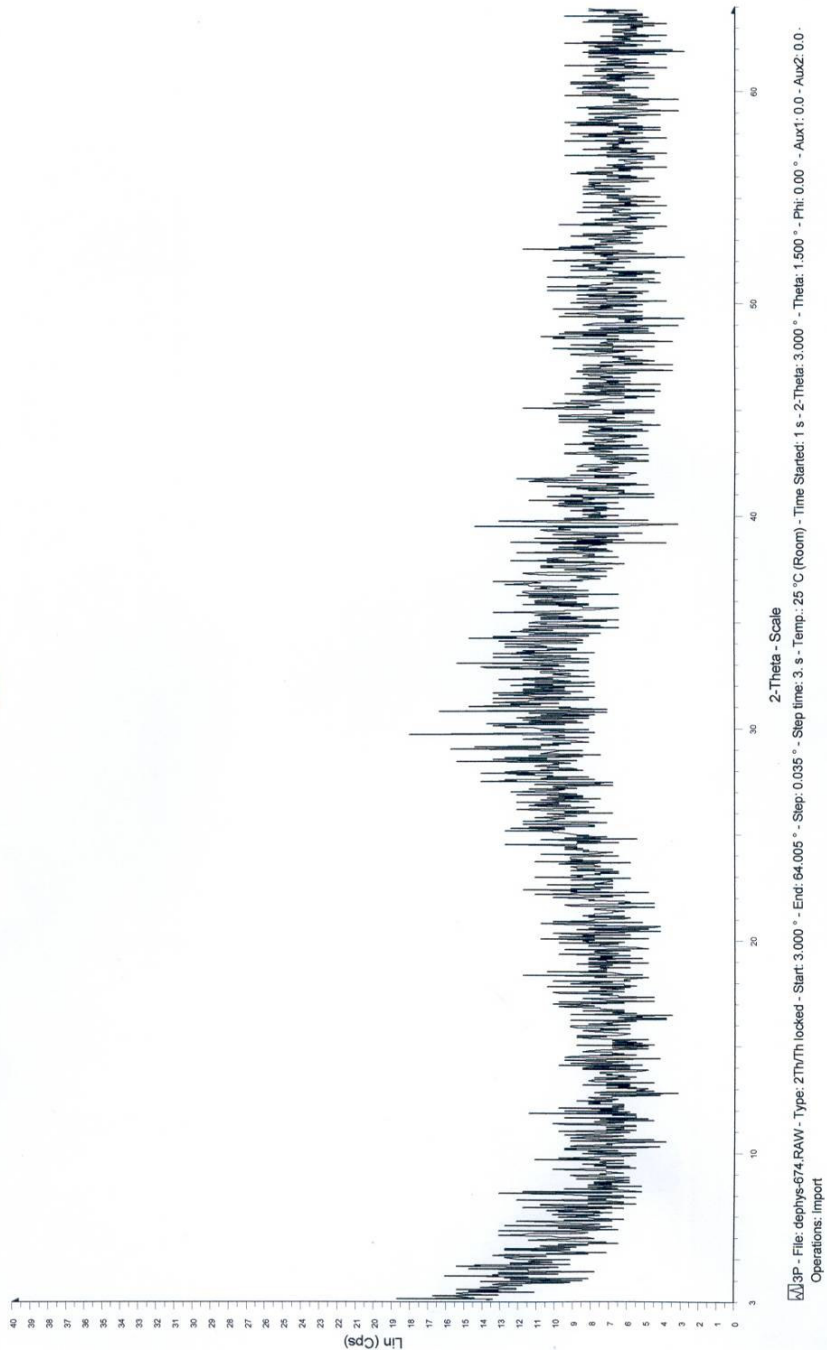
Annexe A.3.**Résultats des analyses panoramiques semi quantitatives réalisées à l'ICP-AES**

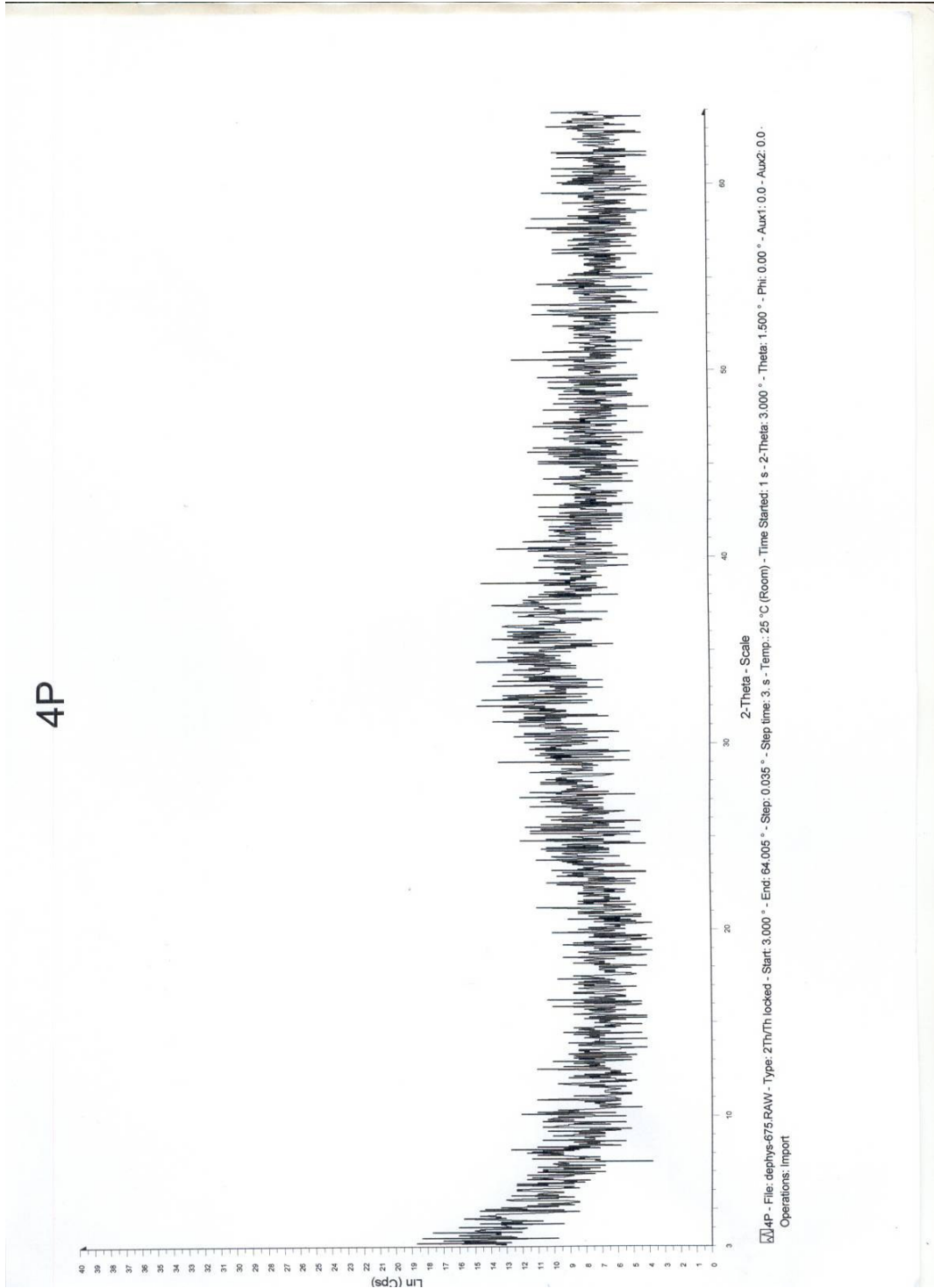
N°	Eléments	Composition chimique en ppm			
		7P	8C1	10C1	11C
1	Ag	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
2	Al	>10	>10	>10	>10
3	As	<0,5	1<x<5	<0,5	<0,5
4	Au	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
5	B	>10	>10	>10	>10
6	Ba	1<x<5	1<x<5	1<x<5	<0,5
7	Be	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
8	Bi	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
9	Ca	>10	>10	1<x<5	1<x<5
10	Cd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
11	Ce	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
12	Co	5<x<10	<0,5	<0,5	>10
13	Cr	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
14	Cu	1<x<5	>10	5<x<10	1<x<5
15	Fe	>10	>10	>10	>10
16	Ga	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
17	Gd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
18	Ge	1<x<5	1<x<5	<1	<1
19	Hg	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
20	In	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
21	Ir	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
22	K	>10	>10	>10	>10
23	La	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
24	Li	>10	>10	>10	>10
25	Mg	>10	>10	>10	>10
26	Mn	1<x<5	1<x<5	<0,5	1<x<5
27	Mo	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
28	Na	<0,5	1<x<5	0,5<x<1	<0,5
29	Nb	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
30	Nd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
31	Ni	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
32	P	1<x<5	1<x<5	1<x<5	<0,5
33	Pb	1<x<5	1<x<5	<0,5	<0,5
34	Pd	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
35	Pt	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
36	Rb	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
37	Re	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
38	Rh	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
39	S	1<x<5	>10	<0,5	<0,5
40	Sb	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
41	Se	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
42	Si	>10	>10	>10	>10
43	Sm	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
44	Sn	1<x<5	1<x<5	1<x<5	1<x<5
45	Sr	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
46	Ta	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
47	Th	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
48	Ti	5<x<10	1<x<5	5<x<10	1<x<5
49	Tl	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
50	U	<1	<1	<1	<1
51	V	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
52	W	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
53	Y	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
54	Zn	>10	>10	<0,5	<0,5
55	Zr	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5

Annexe A.4.Diffractogrammes des échantillons des rejets

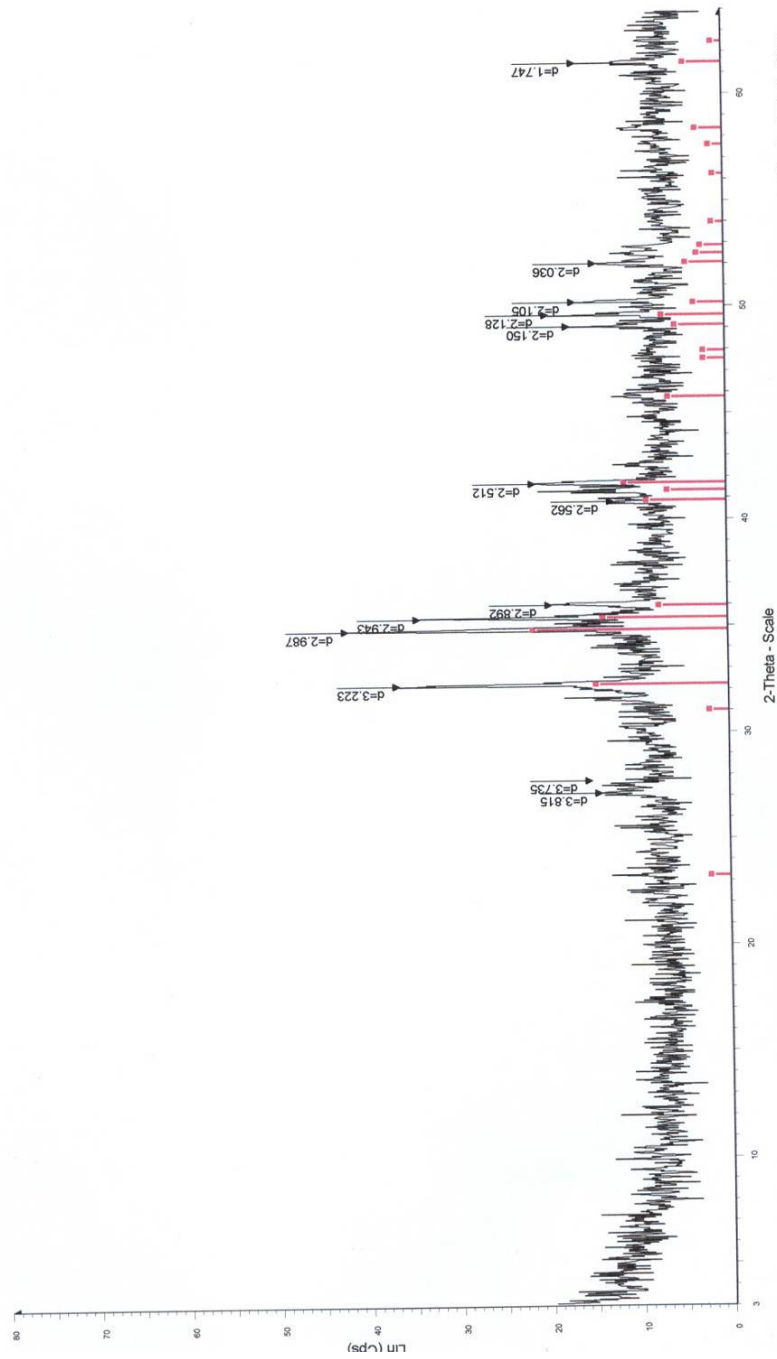


3P

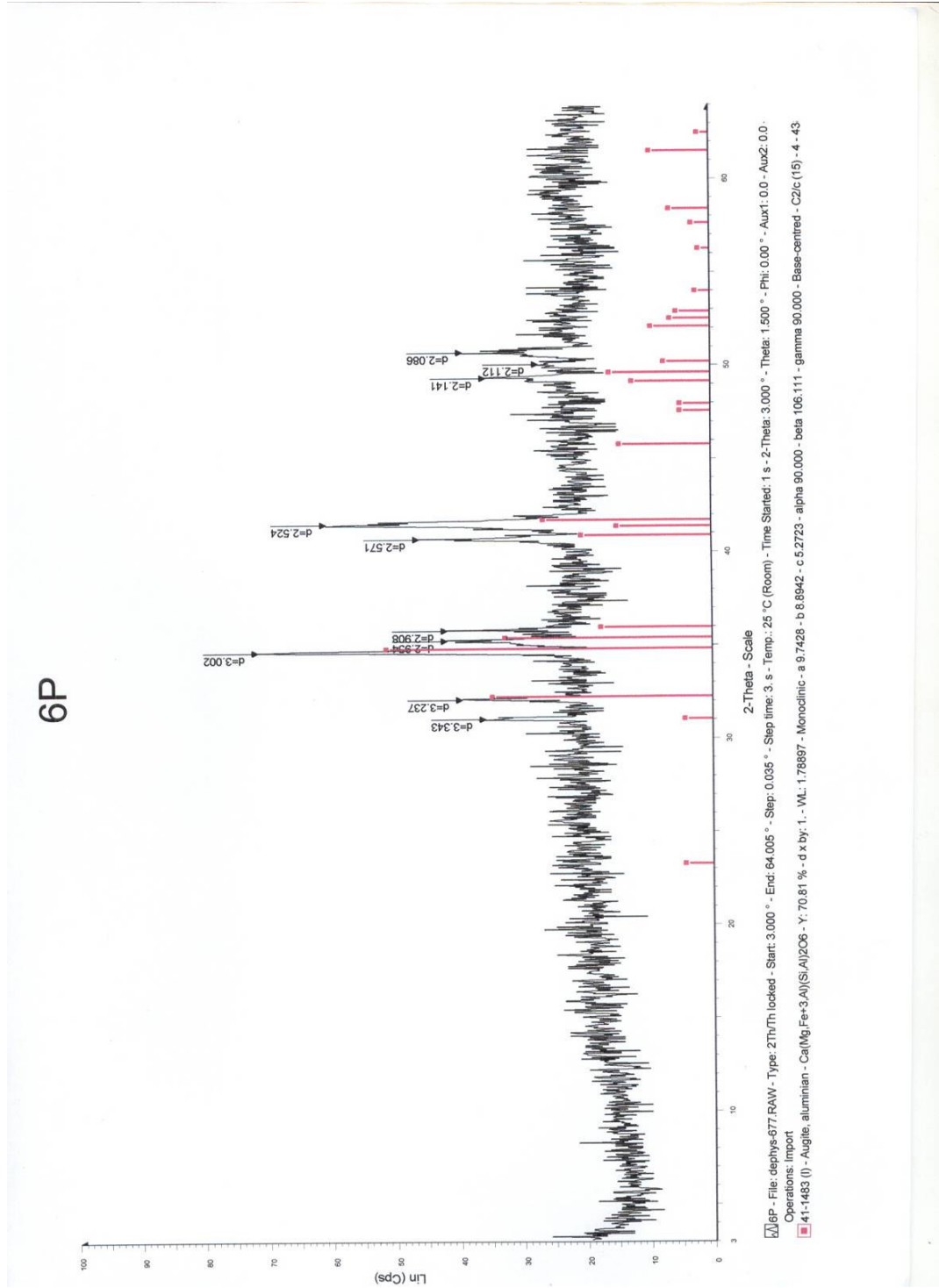




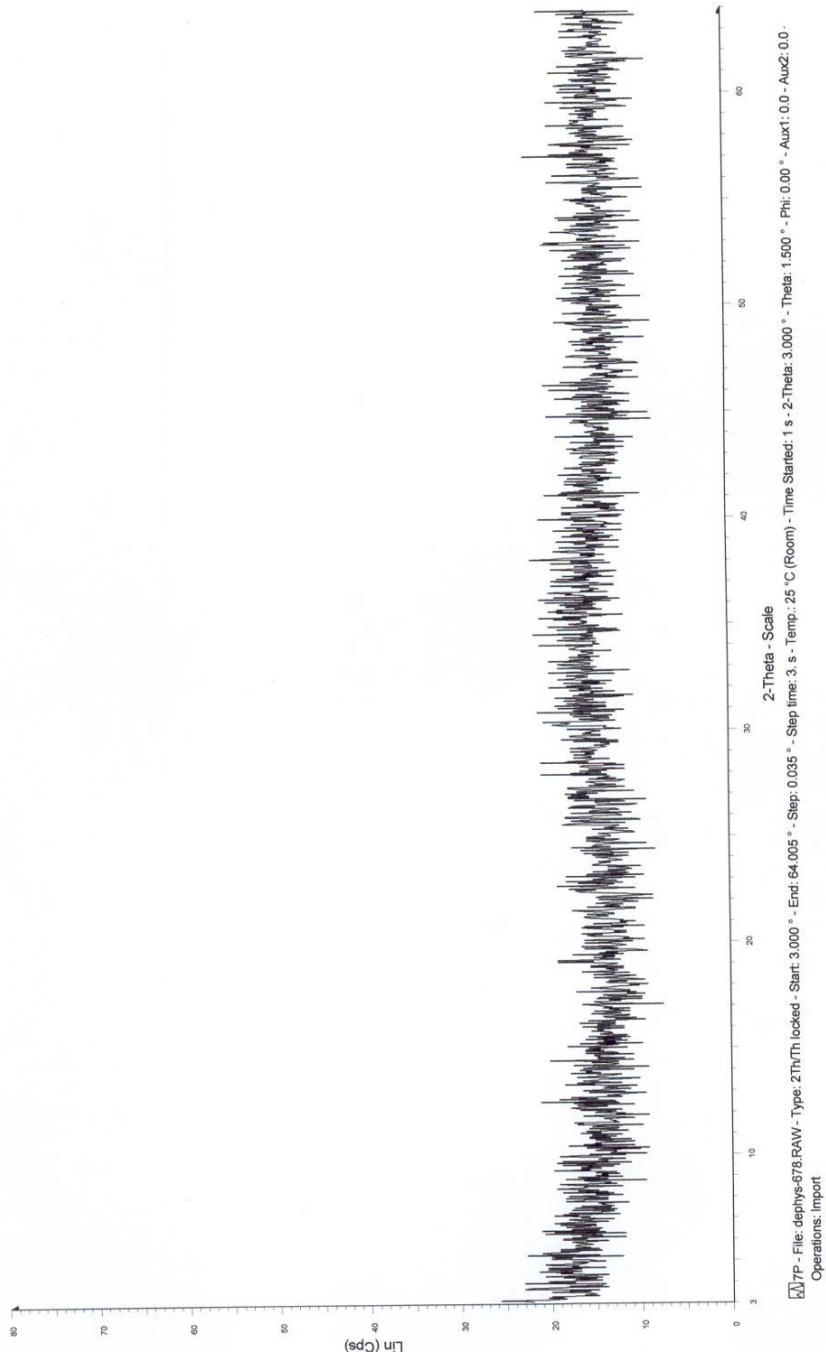
5P

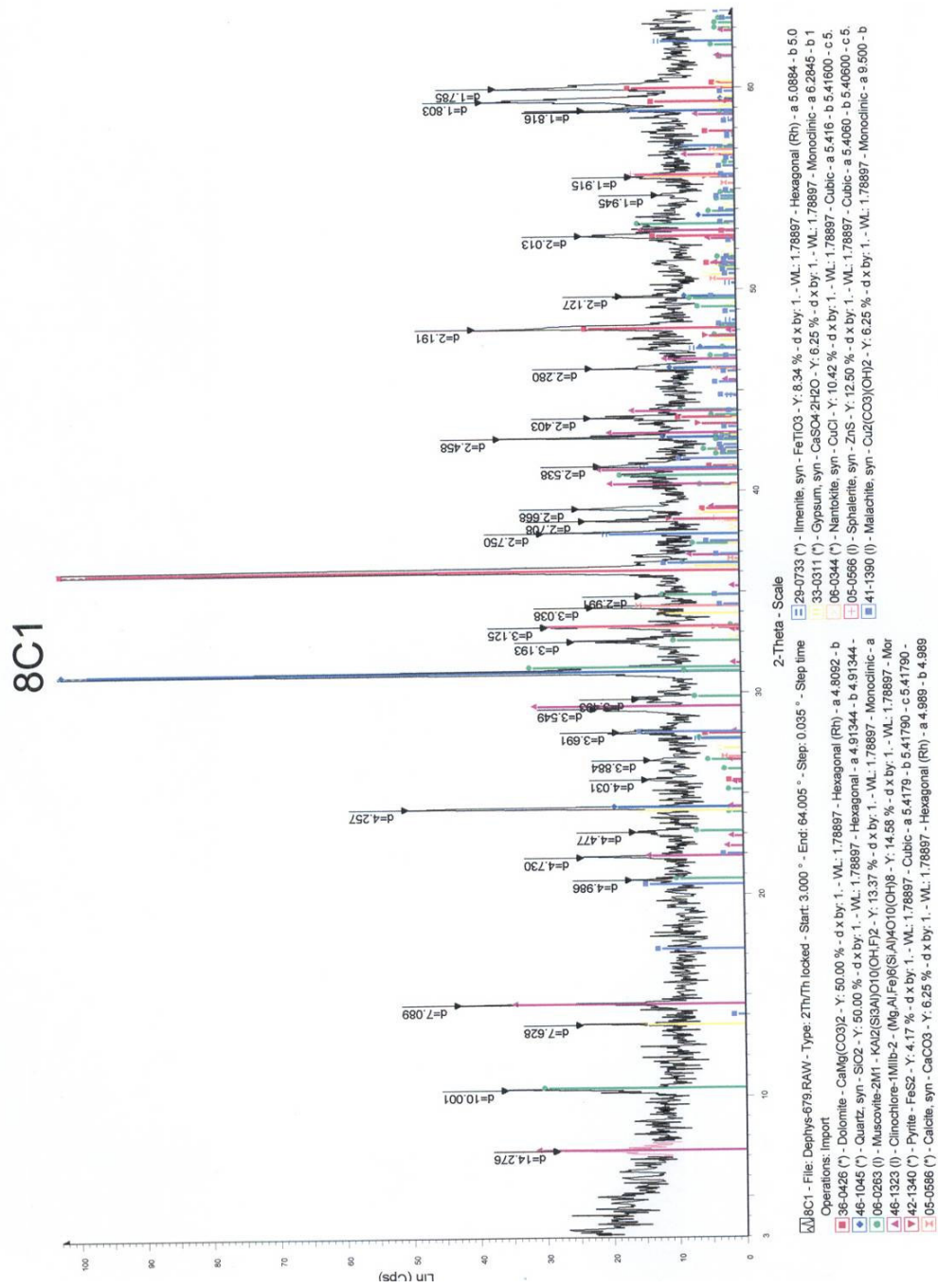


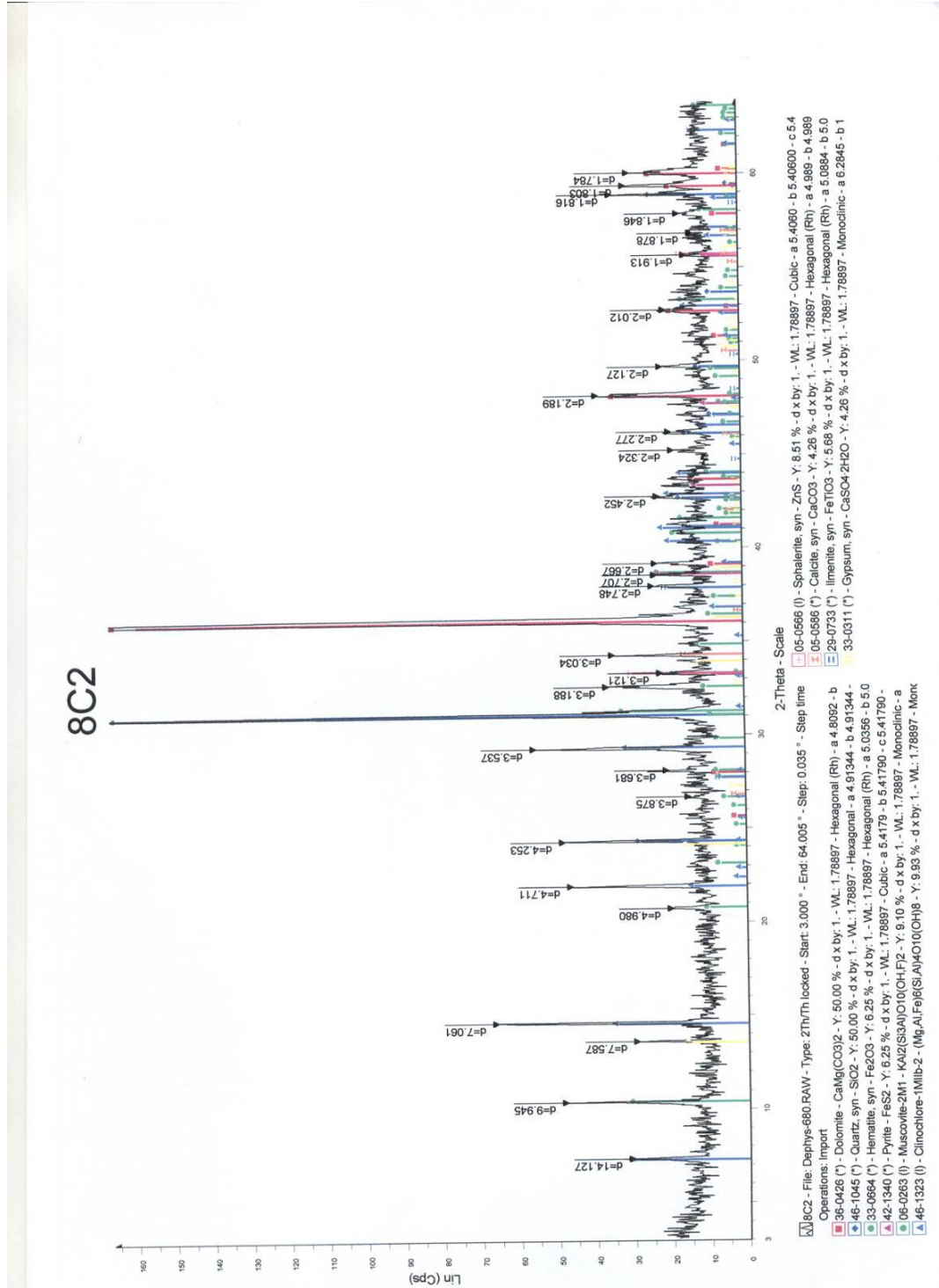
File: dephys-076-RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 3.000 ° - End: 64.005 ° - Step: 0.035 ° - Step time: 3. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 1 s - 2-Theta: 3.000 ° - Theta: 1.500 ° - Phi: 0.00 ° - Aux1: 0.0 - Aux2: 0.0 - Operations: Import
41-1483 (1) - Augite, aluminian - Ca(Mg,Fe+3,Al)(Si,Al)2O6 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.78887 - Monoclinic - a 9.7428 - b 8.8942 - c 5.2723 - alpha 90.000 - beta 106.111 - gamma 90.000 - Base-centred - C2/c (15) - 4 - 43

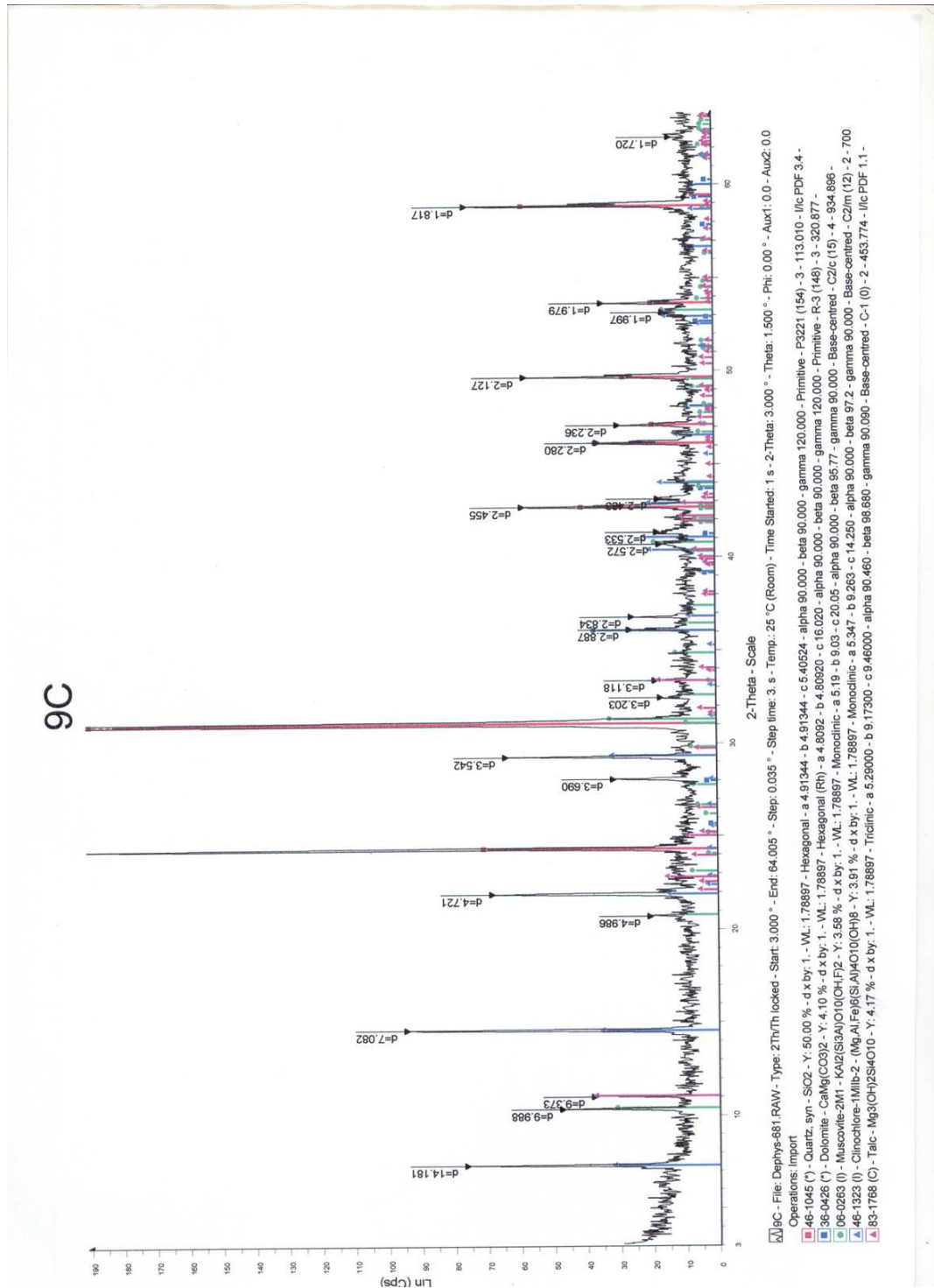


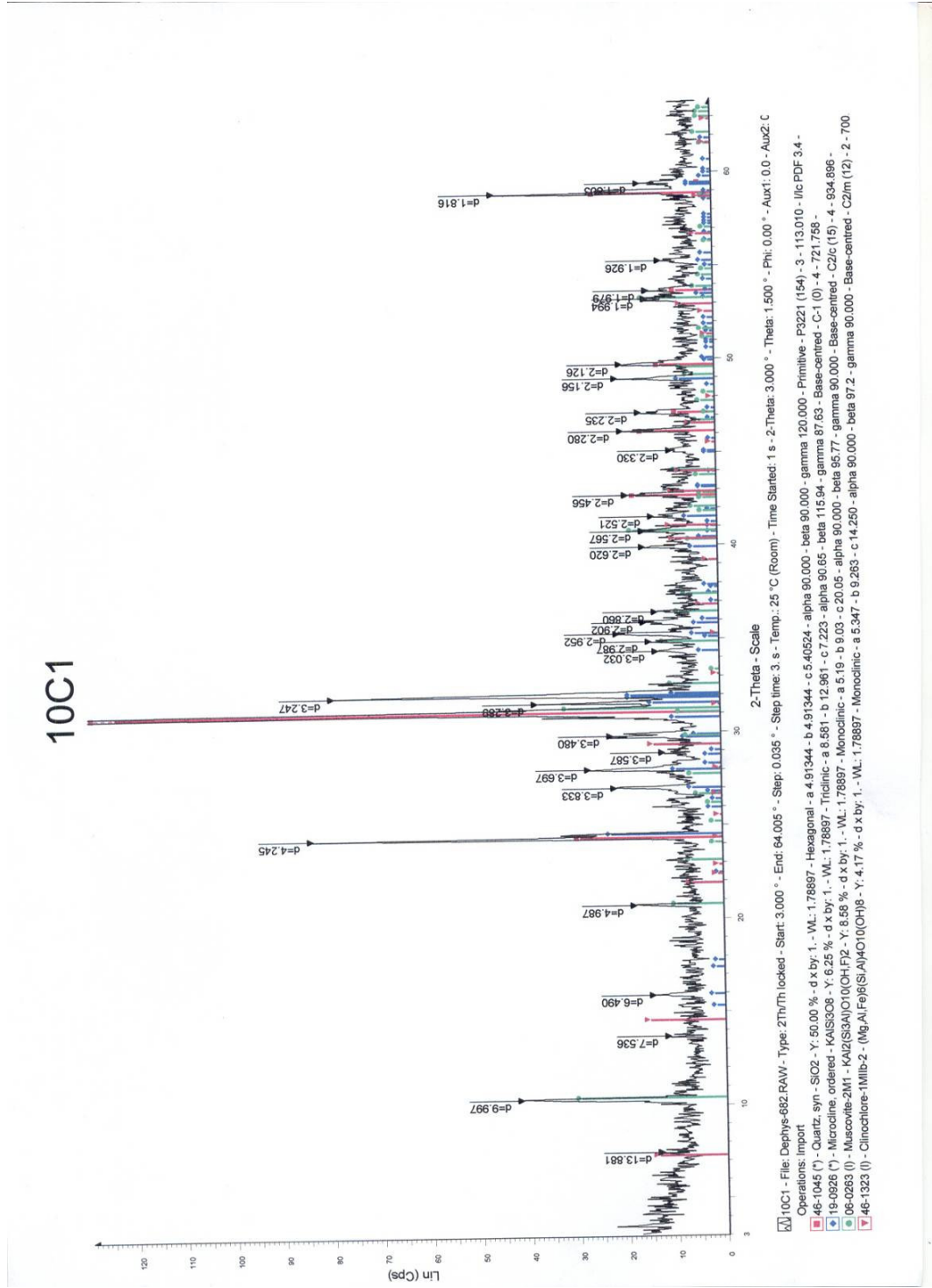
7P

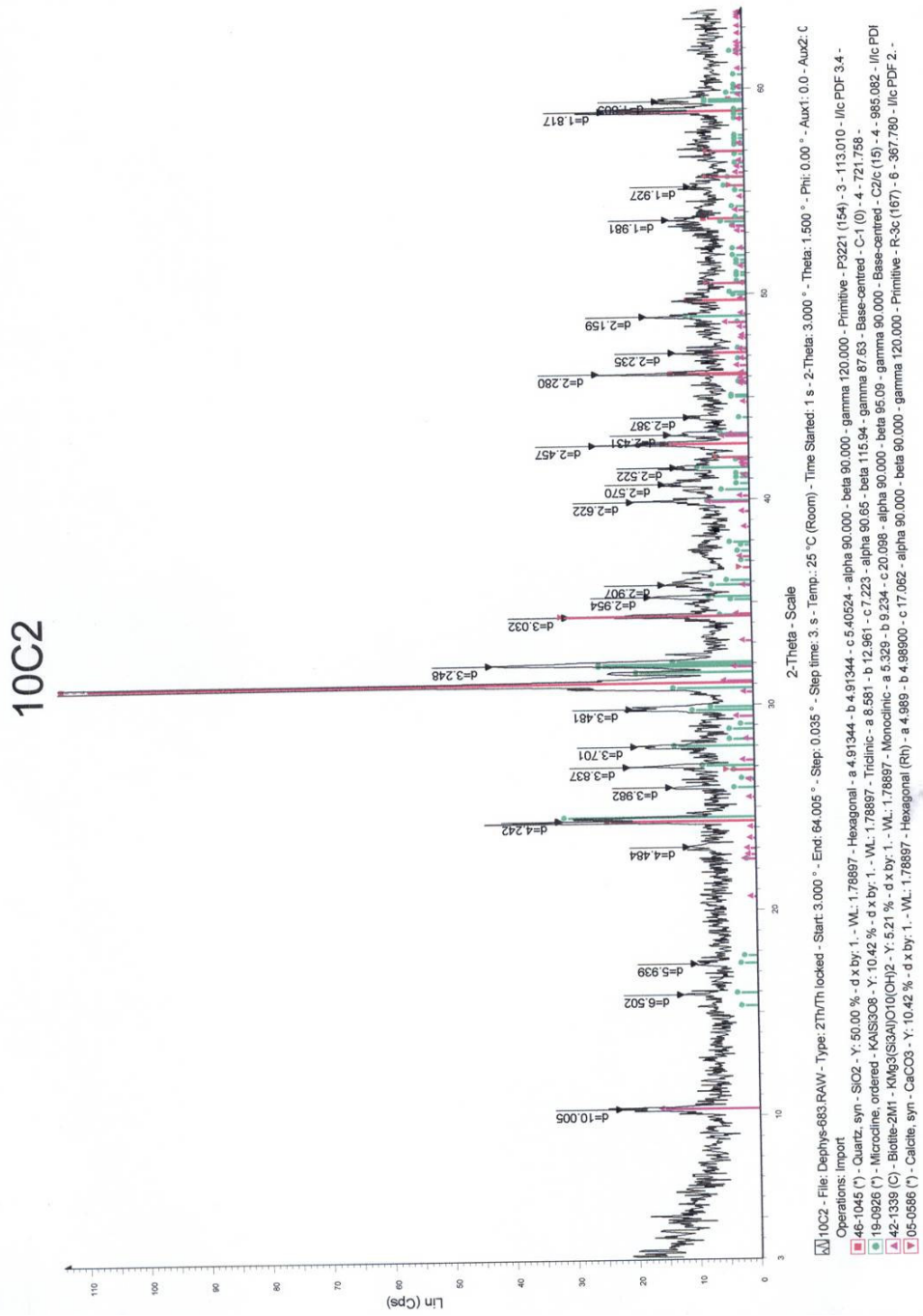


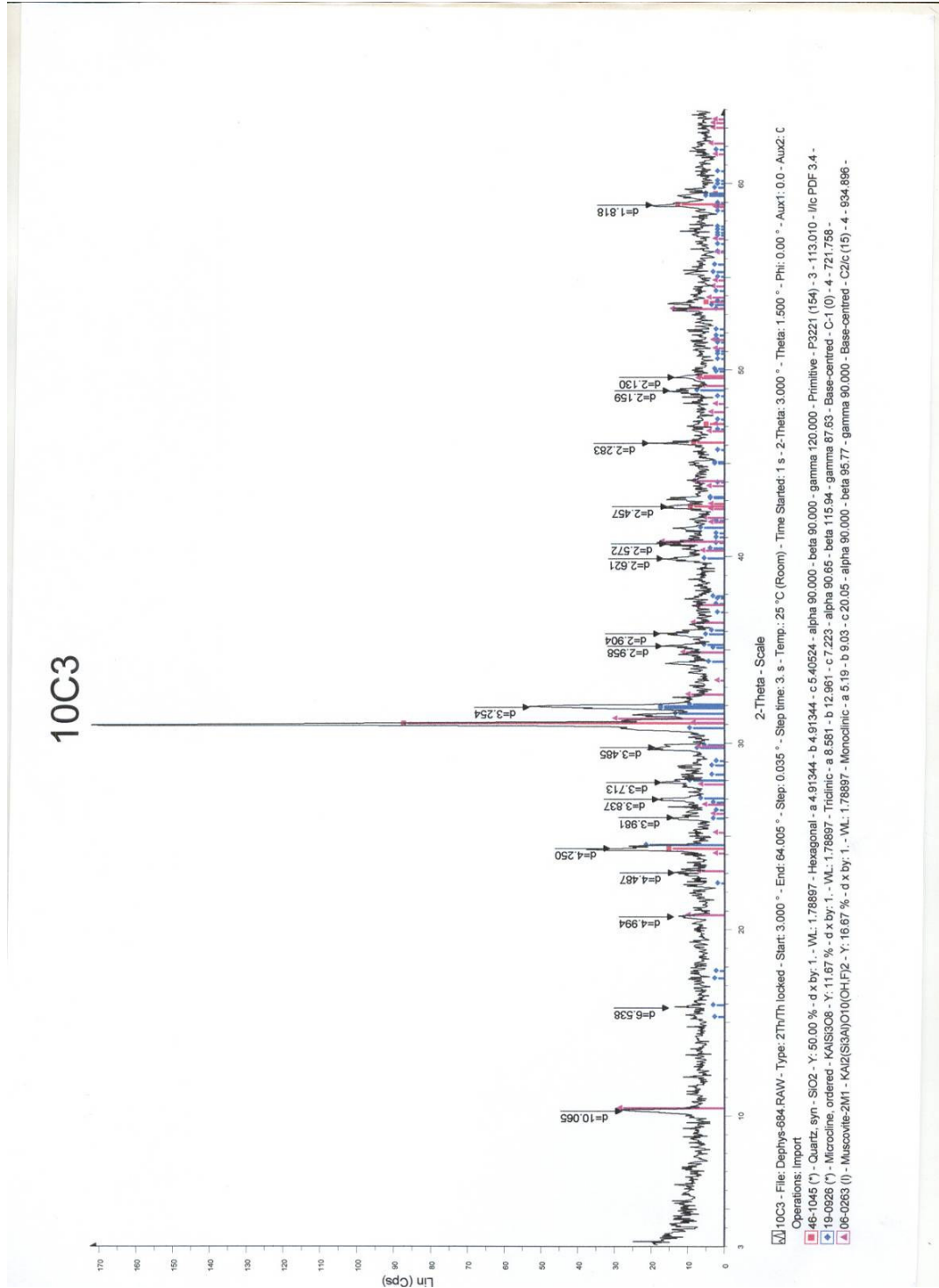


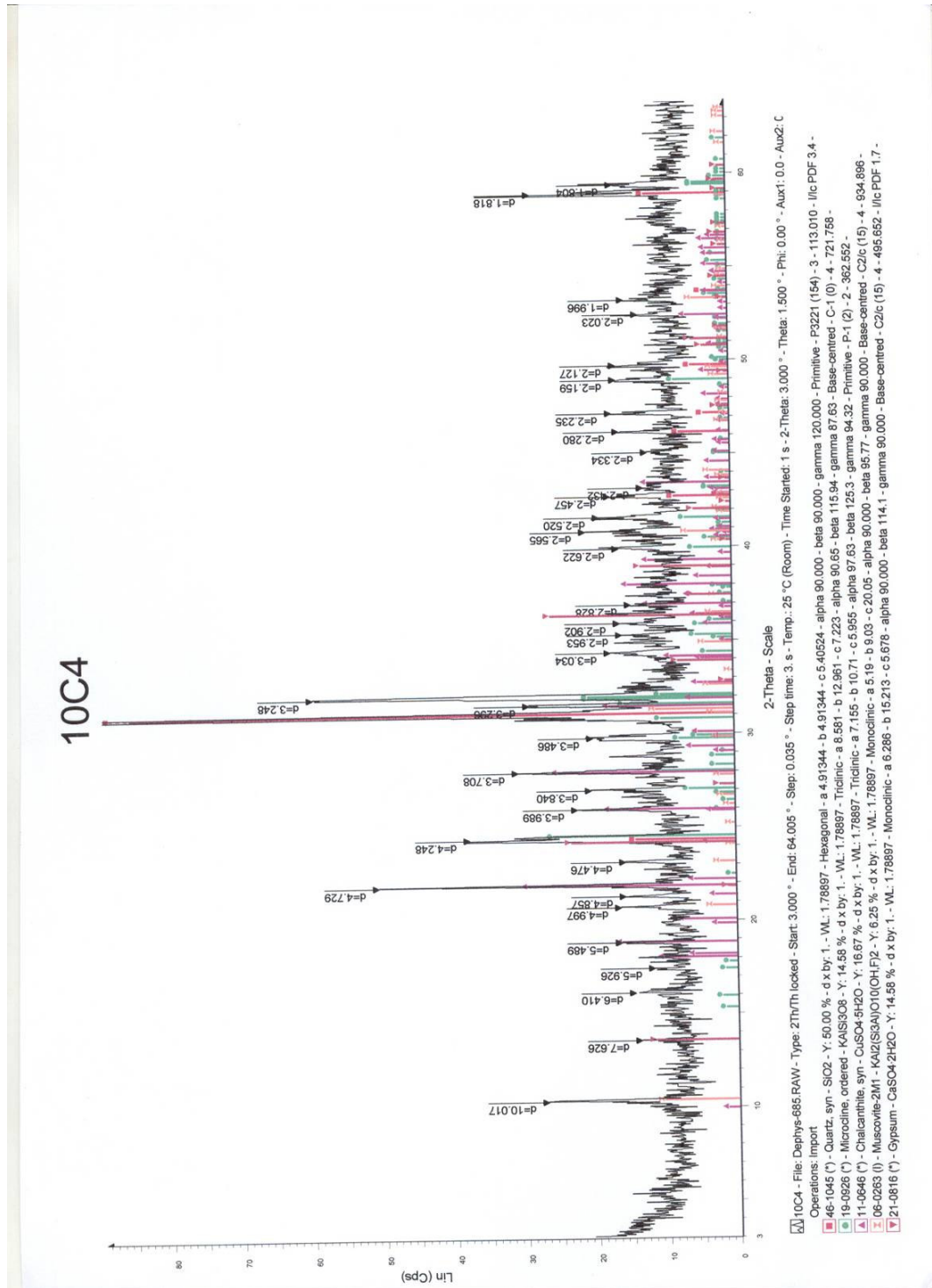


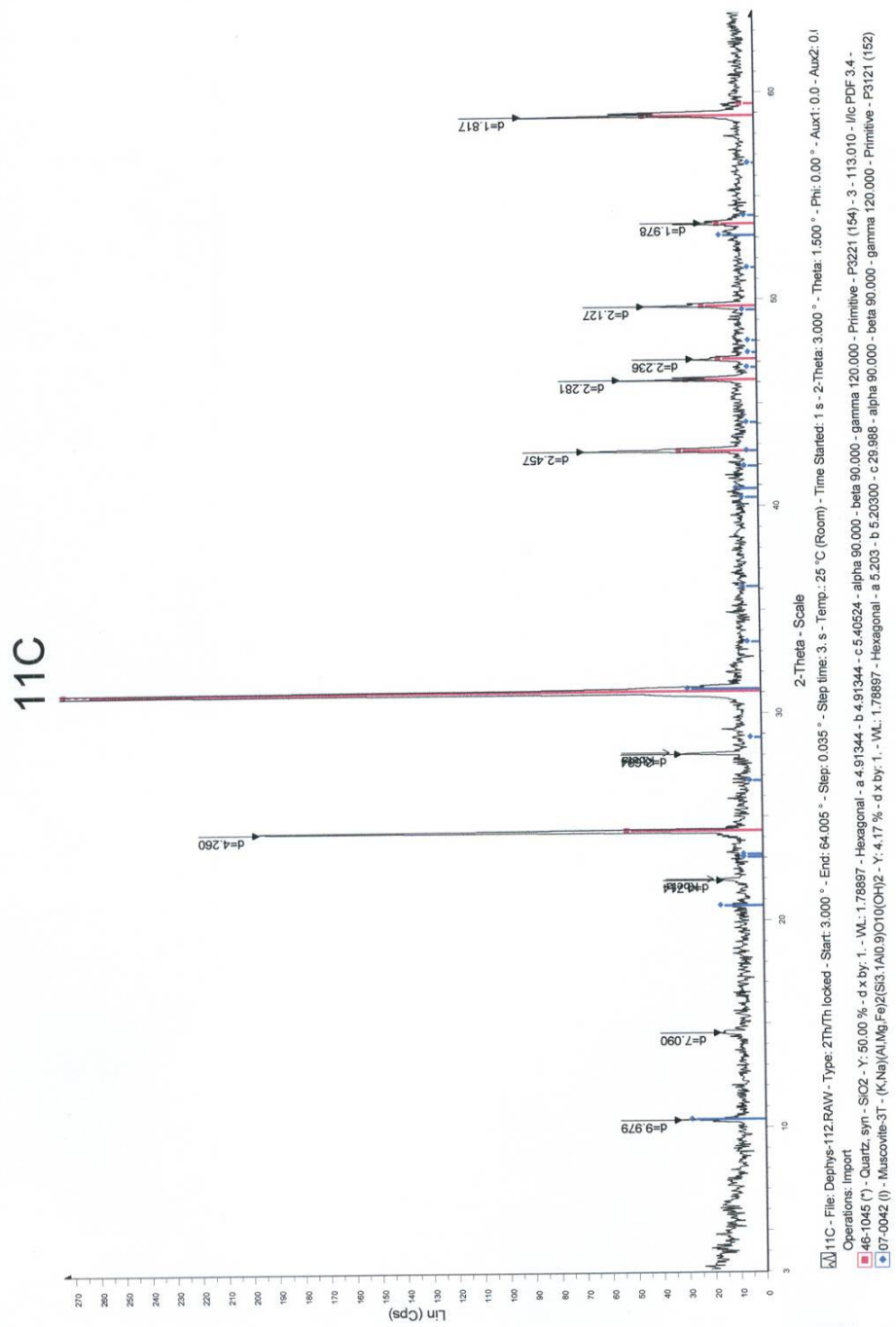


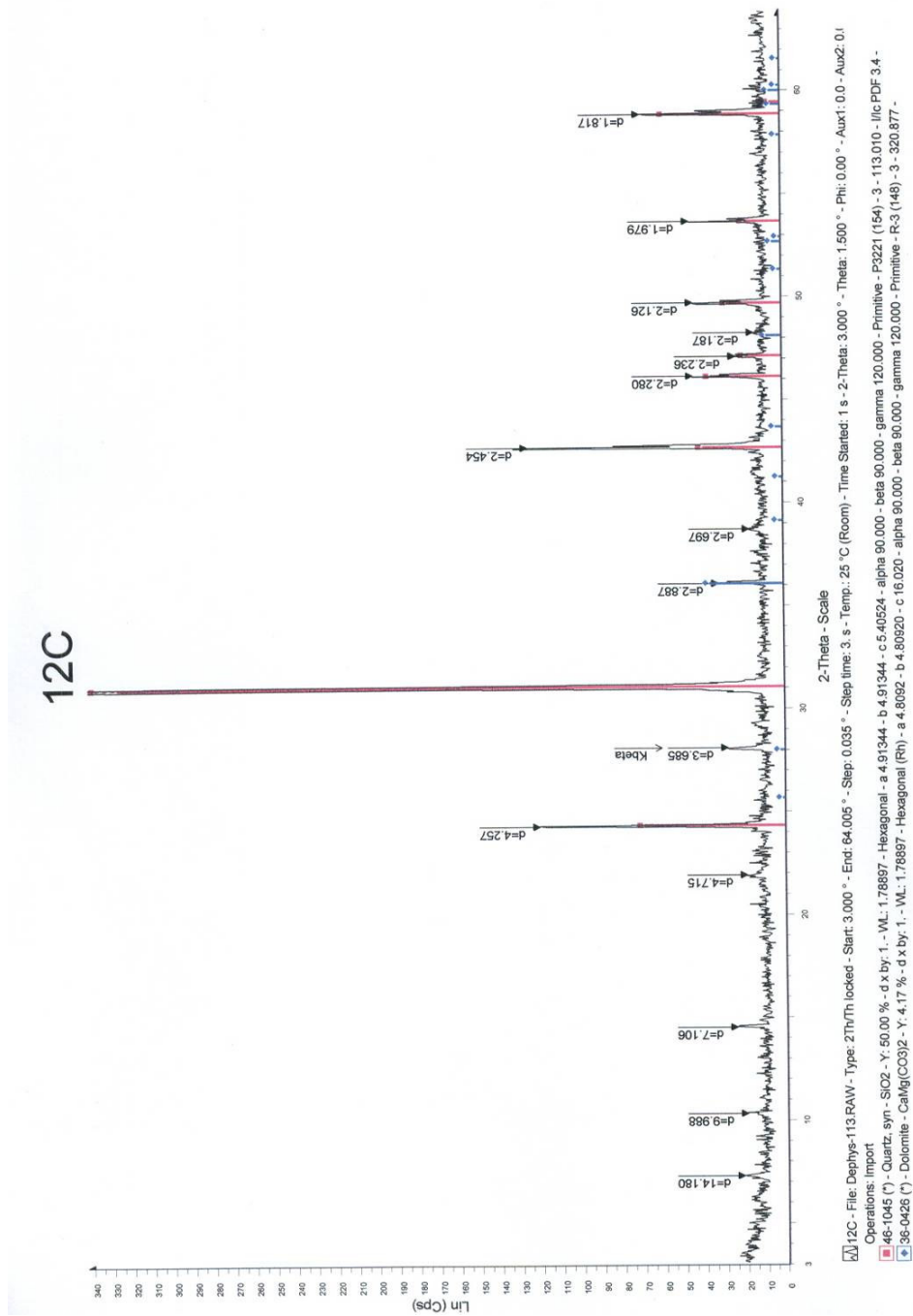


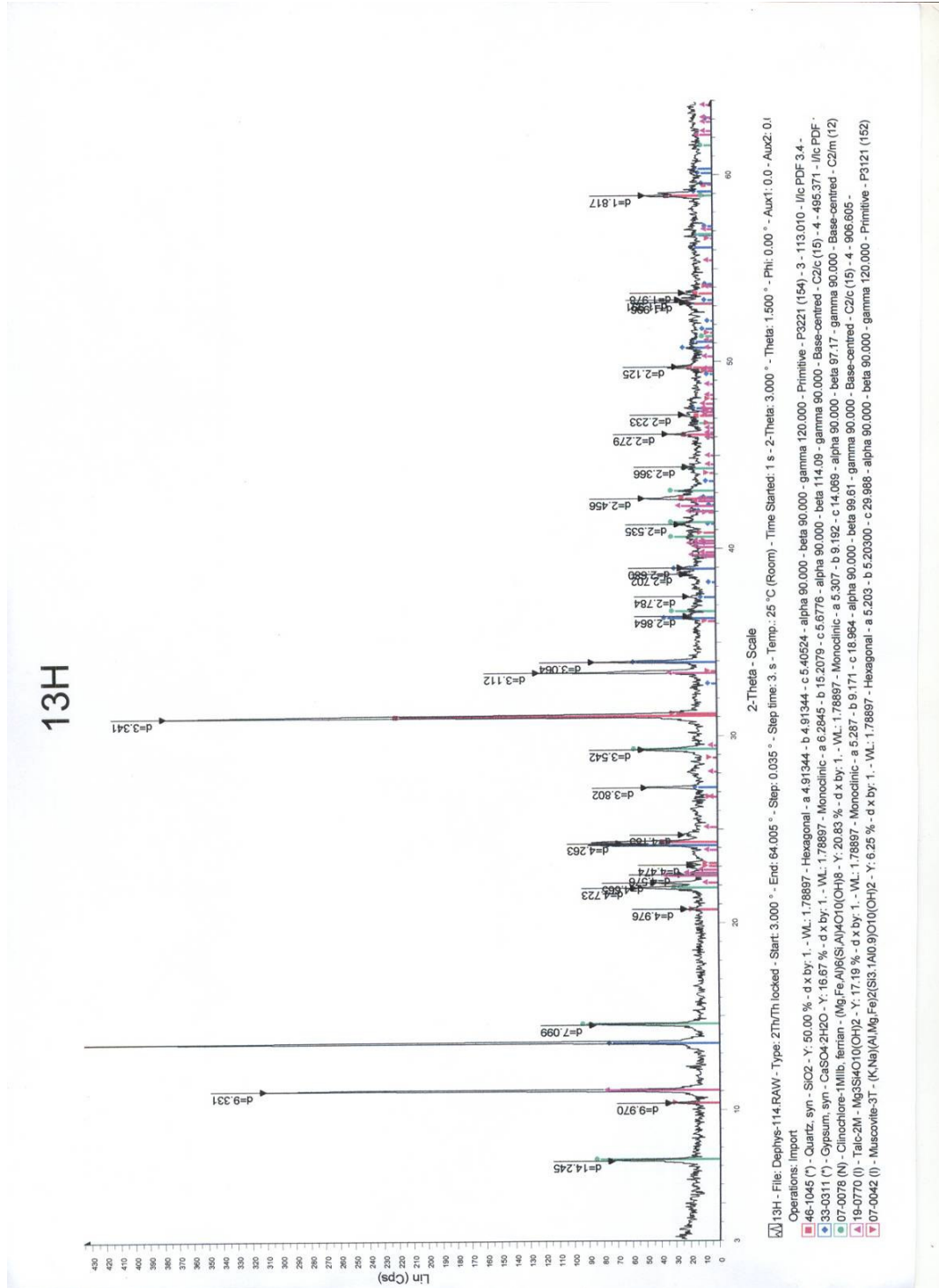












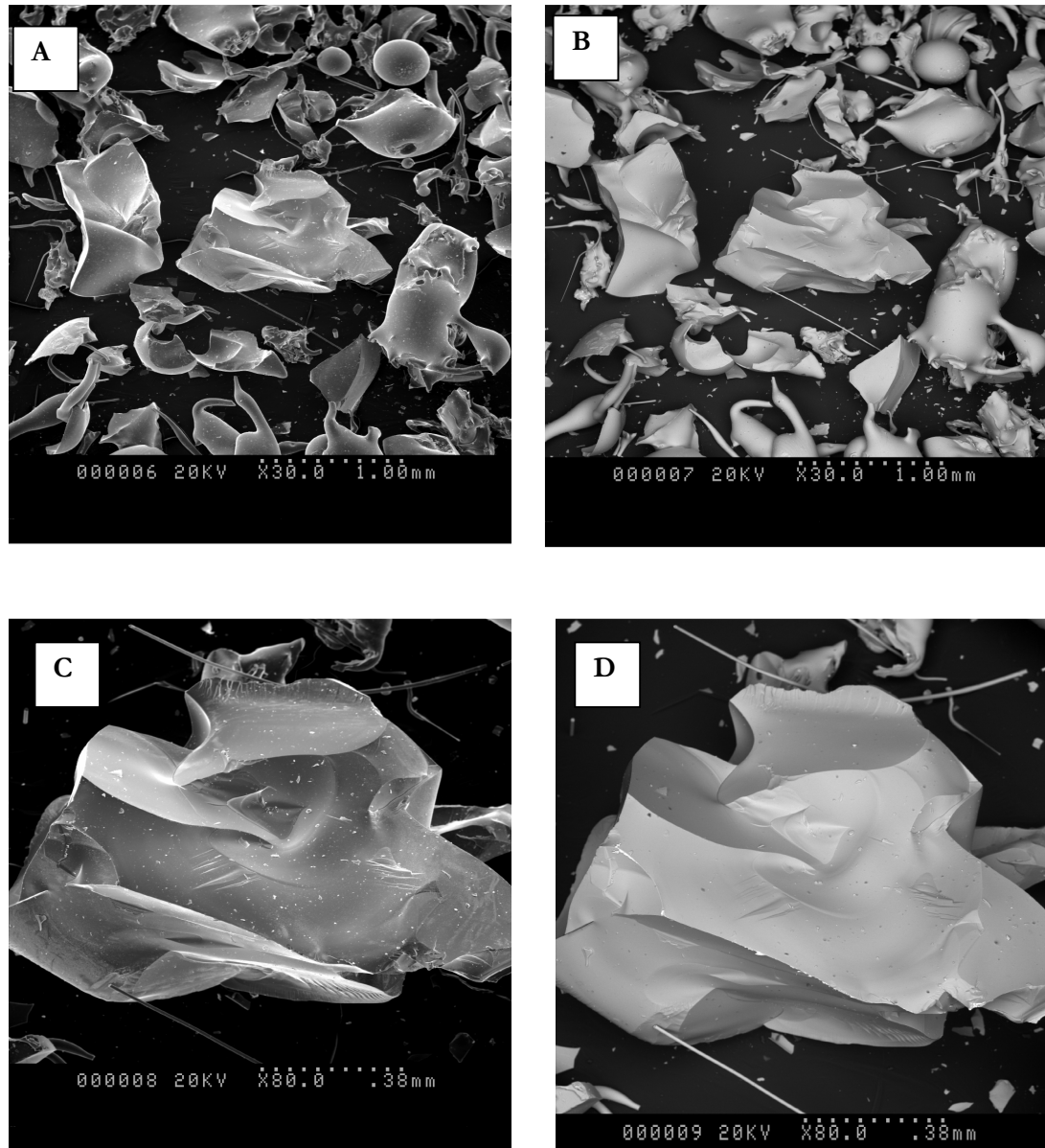
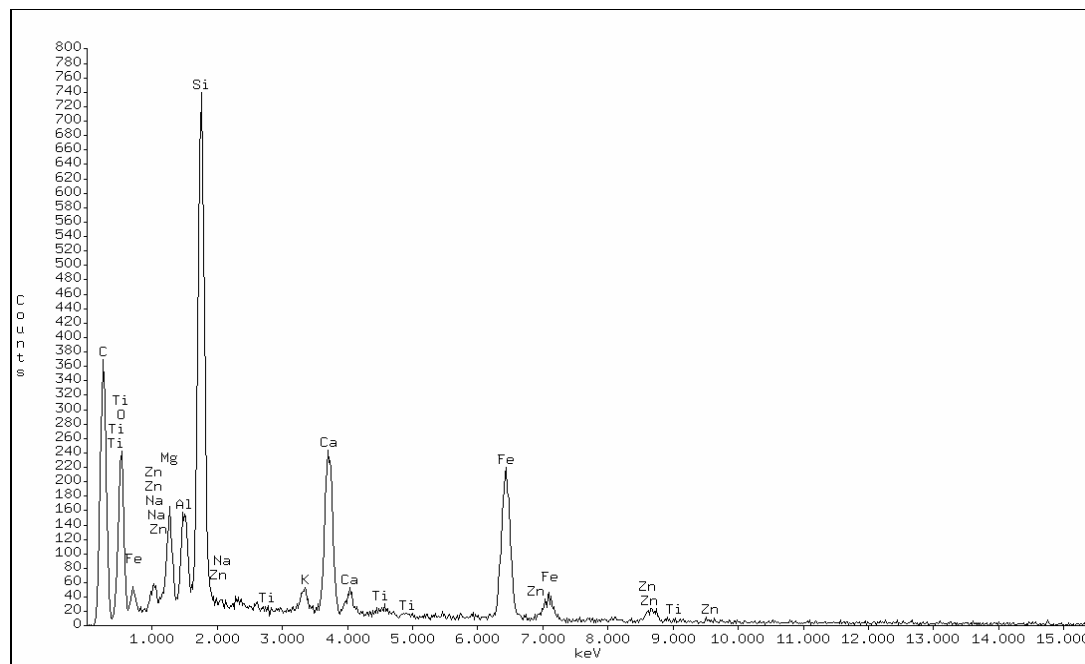
Annexe A.5.Photos et spectres obtenus au MEB

Figure A.5.1

- Photo A : Image en électrons secondaires d'une plage de l'échantillon 7P
Photo B : Image en électrons rétrodiffusés de la plage de la photo A
Photo C : Agrandissement d'un grain de la photo A en électrons secondaires
Photo D : Image en électrons rétrodiffusés du grain de la photo C



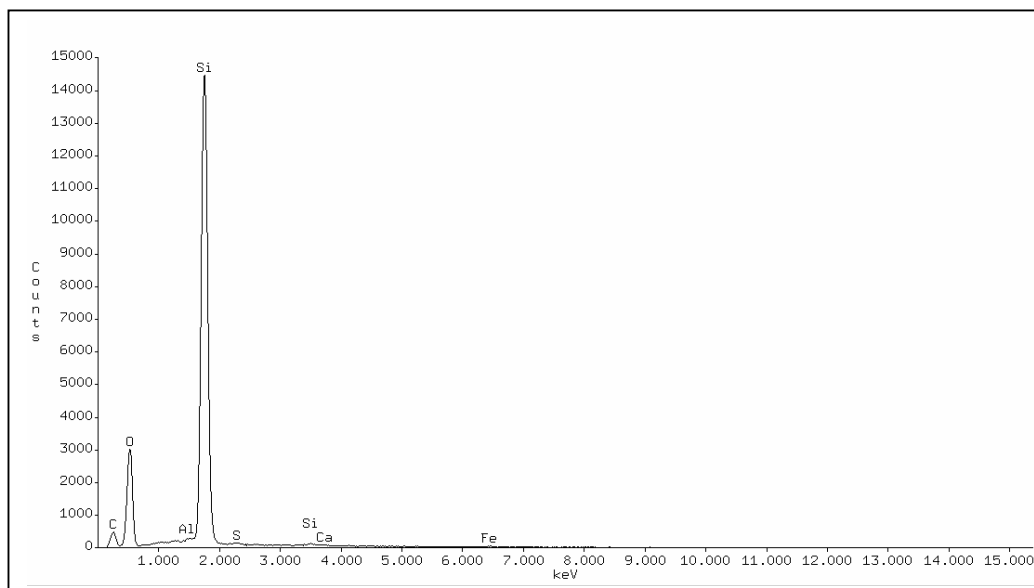
Quantitative Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 5

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0171	3.209	5.28	5.50	+/- 0.34	MgO	9.13	2.099
Al-K	0.0175	2.577	3.90	4.51	+/- 0.33	Al ₂ O ₃	8.52	1.549
Si-K	0.0956	2.038	16.17	19.48	+/- 0.30	SiO ₂	41.68	6.430
K -K	0.0061	1.260	0.46	0.77	+/- 0.12	K ₂ O	0.92	0.182
Ca-K	0.0630	1.178	4.32	7.42	+/- 0.20	CaO	10.39	1.717
Ti-K	0.0022	1.241	0.14	0.28	+/- 0.07	TiO ₂	0.46	0.054
Fe-K	0.1411	1.181	6.96	16.67	+/- 0.41	Fe ₂ O ₃	23.83	2.767
Zn-K	0.0191	1.244	0.85	2.38	+/- 0.27	ZnO	2.96	0.338
Na-K	0.0033	4.787	1.59	1.56	+/- 0.35	Na ₂ O	2.11	0.630
O -K	---	4.449	60.36	41.42	---	---	---	---
Total			100.00	100.00			100.00	15.765

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure A.5.2. Spectre et composition chimique de la plage de la photo A de la figure A.5.1

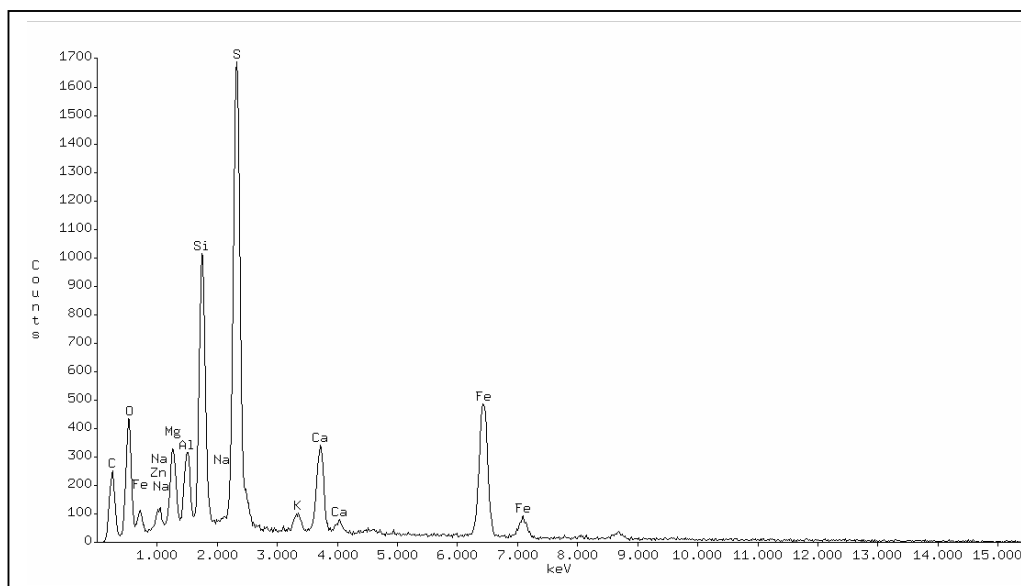


PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 11

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Al-K	0.0010	1.719	0.13	0.17	+/- 0.02		Al ₂ O ₃	0.33	0.047
Si-K	0.3290	1.399	32.86	46.02	+/- 0.17		SiO ₂	98.46	11.825
S -K	0.0017	2.006	0.21	0.34	+/- 0.05		SO ₃	0.86	0.077
Ca-K	0.0003	1.274	0.02	0.03	+/- 0.02		CaO	0.05	0.006
Fe-K	0.0018	1.226	0.08	0.22	+/- 0.04		Fe ₂ O ₃	0.31	0.028
O -K	---	3.717	66.70	53.21	S	---	---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	11.983

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure A.5.3. Spectre et composition chimique du grain 1 de la figure IV.20.b

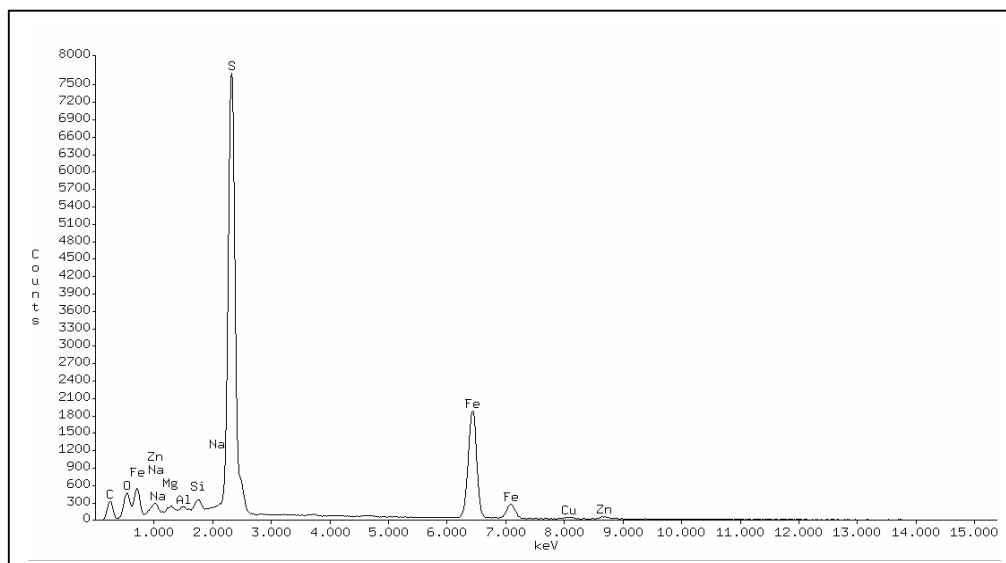


PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 6

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Zn-L	0.0046	3.573	0.56	1.65	+/- 0.32		ZnO	2.05	0.204
Mg-K	0.0129	3.133	3.73	4.06	+/- 0.16		MgO	6.72	1.350
Al-K	0.0116	2.461	2.37	2.86	+/- 0.15		Al ₂ O ₃	5.40	0.857
Si-K	0.0456	1.905	6.92	8.69	+/- 0.13		SiO ₂	18.59	2.503
S -K	0.1070	1.501	11.20	16.06	+/- 0.13		SO ₃	40.10	4.051
K -K	0.0053	1.330	0.40	0.71	+/- 0.07		K ₂ O	0.85	0.146
Ca-K	0.0299	1.227	2.05	3.67	+/- 0.09		CaO	5.14	0.741
Fe-K	0.1173	1.193	5.60	14.00	+/- 0.23		Fe ₂ O ₃	20.01	2.027
Na-K	0.0018	4.776	0.82	0.84	+/- 0.17		Na ₂ O	1.13	0.296
O -K	---	4.261	66.35	47.48 S	---		---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	12.174

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure A.5.4. Spectre et composition chimique du grain 2 de la figure IV.20.b

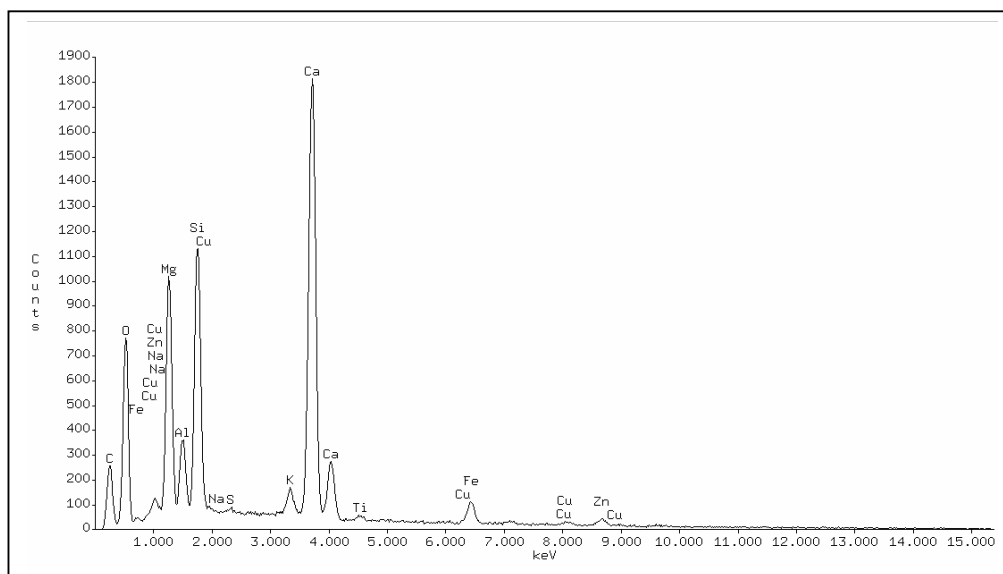


PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 5

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)	No. of Cations
O -K	0.0404	5.220	39.81	21.11	+/- 0.70	---
Mg-K	0.0025	3.463	1.08	0.87	+/- 0.06	0.650
Al-K	0.0009	2.520	0.26	0.23	+/- 0.04	0.154
Si-K	0.0052	1.837	1.02	0.95	+/- 0.03	0.615
S -K	0.3119	1.319	38.72	41.15	+/- 0.19	23.343
Fe-K	0.2927	1.144	18.09	33.50	+/- 0.25	10.907
Cu-K	0.0069	1.235	0.41	0.85	+/- 0.09	0.244
Zn-K	0.0110	1.220	0.62	1.34	+/- 0.21	0.373
Total			100.00	100.00		36.286

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms

Figure A.5.5. Spectre et composition chimique du grain 3 de la figure IV.20.b



PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 5

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % (1-Sigma)	Err.	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0542	2.666	13.76	14.46	+/- 0.20		MgO	23.98	5.872
Al-K	0.0144	2.631	3.26	3.80	+/- 0.10		Al ₂ O ₃	7.18	1.390
Si-K	0.0596	2.046	10.04	12.19	+/- 0.16		SiO ₂	26.08	4.284
S -K	0.0013	1.619	0.15	0.21	+/- 0.04		SO ₃	0.52	0.064
K -K	0.0094	1.200	0.67	1.13	+/- 0.09		K ₂ O	1.36	0.285
Ca-K	0.2042	1.164	13.71	23.77	+/- 0.20		CaO	33.26	5.854
Ti-K	0.0028	1.360	0.19	0.38	+/- 0.05		TiO ₂	0.64	0.079
Fe-K	0.0250	1.228	1.27	3.07	+/- 0.19		Fe ₂ O ₃	4.39	0.543
Zn-K	0.0167	1.248	0.74	2.09	+/- 0.32		ZnO	2.60	0.315
O -K	---	8.261	56.23	38.90 S	---		---	---	---
Total			100.00	100.00				100.00	18.686

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure A.5.6. Spectre et composition chimique de la plage de la figure IV.19.(b).

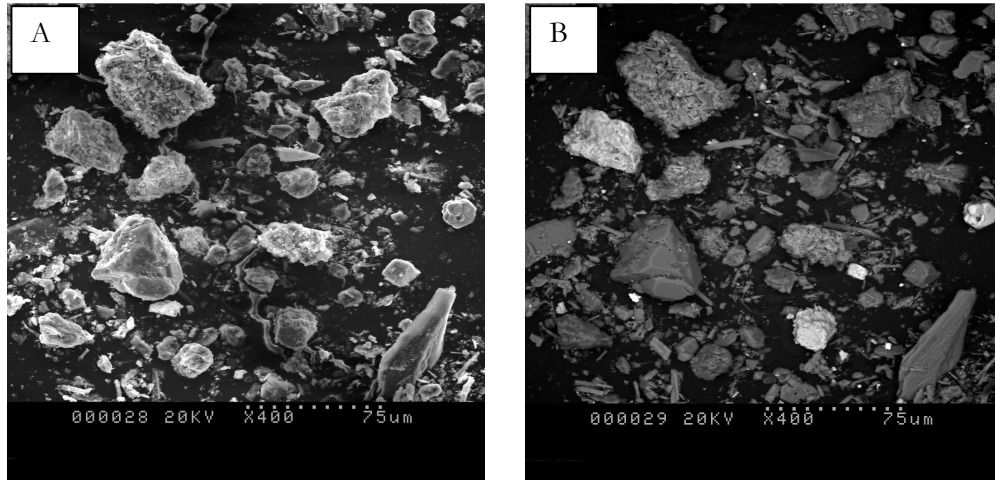


Figure A.5.7. Photos obtenues en électrons secondaires (A) et rétro diffusés (B) d'une plage de l'échantillon 13H

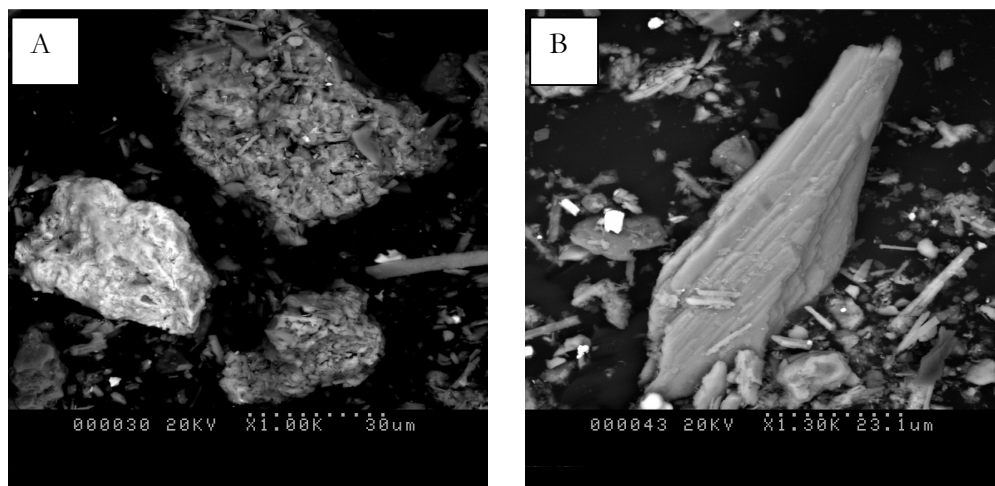
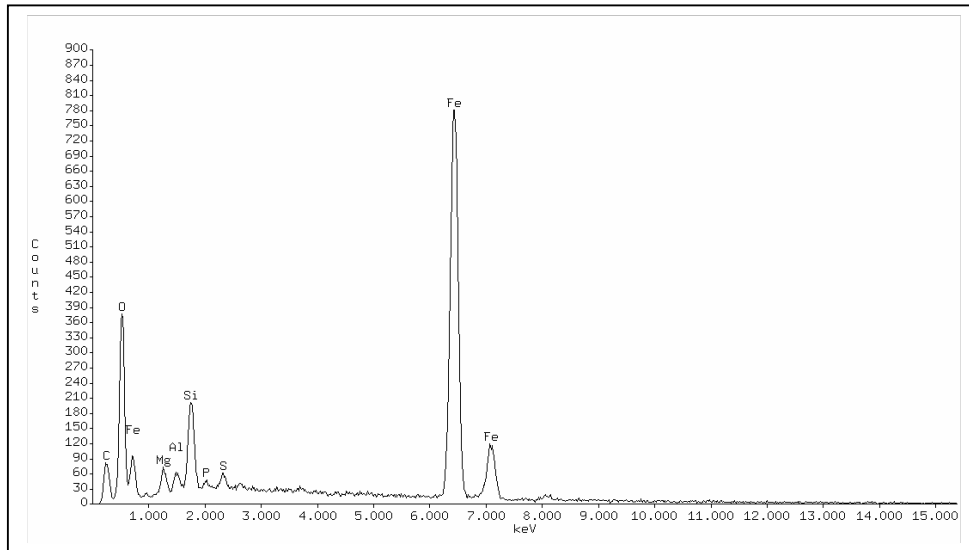


Figure A.5.8. Agrandissement des deux zones de la plage de la photo de la figure A.5.7



PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=22.27 deg
Number of Iterations = 5

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Mg-K	0.0066	4.545	3.47	2.98	+/- 0.26	MgO	4.94	1.367
Al-K	0.0042	3.311	1.46	1.40	+/- 0.12	Al ₂ O ₃	2.64	0.577
Si-K	0.0231	2.361	5.50	5.46	+/- 0.19	SiO ₂	11.68	2.165
P -K	0.0020	2.029	0.37	0.40	+/- 0.07	P ₂ O ₅	0.92	0.144
S -K	0.0044	1.611	0.63	0.71	+/- 0.06	SO ₃	1.78	0.248
Fe-K	0.4952	1.102	27.64	54.58	+/- 0.58	Fe ₂ O ₃	78.03	10.888
O -K	---	2.100	60.93	34.47	S	---	---	---
Total			100.00	100.00			100.00	15.389

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figure A.5.9. Spectre et composition chimique du grain 2 de la figure IV.24