

Application des tests de lixiviation (NFX 31-210) à des produits naturellement exposés à l'action de l'eau



**APPLICATION DES TESTS DE LIXIVIATION (NFX 31-210)
A DES PRODUITS NATURELLEMENT EXPOSES
A L'ACTION DE L'EAU**

RAPPORT FINAL

mars 1995

**M. CUNNEY - CREGU Nancy
P. LE CLOIREC, J. OLLIVIER - ENSTIM Alès**

Créée en 1989 à l'initiative du Ministère en charge de l'Environnement, l'association RECORD – REseau COopératif de Recherche sur les Déchets et l'Environnement – est le fruit d'une triple coopération entre industriels, pouvoirs publics et chercheurs. L'objectif principal de RECORD est le financement et la réalisation d'études et de recherches dans le domaine des déchets et des pollutions industrielles.

Les membres de ce réseau (groupes industriels et organismes publics) définissent collégialement des programmes d'études et de recherche adaptés à leurs besoins. Ces programmes sont ensuite confiés à des laboratoires publics ou privés.

Avertissement :

Les rapports ont été établis au vu des données scientifiques et techniques et d'un cadre réglementaire et normatif en vigueur à la date de l'édition des documents.

Ces documents comprennent des propositions ou des recommandations qui n'engagent que leurs auteurs. Sauf mention contraire, ils n'ont pas vocation à représenter l'avis des membres de RECORD.

- ✓ Pour toute reprise d'informations contenues dans ce document, l'utilisateur aura l'obligation de citer le rapport sous la référence :
RECORD, Application des tests de lixiviation (NFX 31-210) à des produits naturellement exposés à l'action de l'eau, 1995, 175 p, n°93-0110/1A.
- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

© RECORD, 1995

Etude RECORD n°93-0110/1A

APPLICATION DES TESTS DE LIXIVIATION (NF X31-210)
A DES PRODUITS NATURELLEMENT EXPOSES A L'EAU
- Résumé du Rapport n°4 -

Michel CUNEY et Chantal PEIFFERT

CREGU

3, rue du bois de la Champelle - 54500 VANDŒUVRE - FRANCE

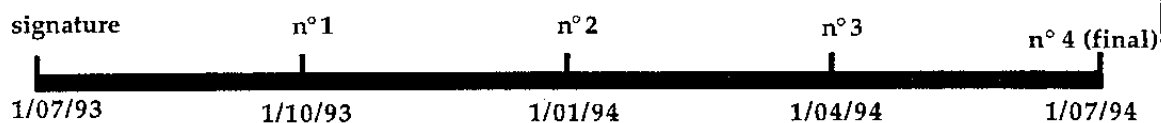
Tél. : (33) 83.44.19.00 Téléfax : (33) 83.44.00.29

Adresse postale : BP 23 - 54501 VANDŒUVRE-LES-NANCY CEDEX FRANCE

RAPPORT N° 4

Date d'échéance : 1 juillet 1994

Position sur planning



SOMMAIRE

I - Introduction	7
I. 1. Les normes réglementaires	7
I. 2. But de l'étude	7
I. 3. Eléments et composés analysés	9
II - Procédure expérimentale.....	9
II.1. Description du mode opératoire	9
-II.1.1. Préparation de l'échantillon solide	9
-II.1.2. Mise en contact-lixiviation.....	9
-II.1.3. Séparation.....	10
-II.1.4. Conditions générales des expériences.....	10
II.2. Analyses des phases solides et liquides.....	11
-II.2.1. Analyse de la roche totale	11
-II.2.2. Analyse des phases liquides	12
- II.2.2.2. Analyse des cations.....	12
- II.2.2.2. Analyse des anions	14
III - Résultats et discussions	15
Remarques préliminaires	15
III.1. Résultats sur les roches saines.....	16
-III.1.1. Granite VB120.....	16
-III.1.2. Granite VB123.....	19
-III.1.3. Granite SE13.....	22
-III.1.4. Basalte.....	25
-III.1.5. Rhyolite RE 08	27
-III.1.6. WR 15 - Calcaire	29
-III.1.7. WR 24 - Grauwacke	31
-III.1.8. REND- Schiste	33

III-2. Résultats sur les roches altérées

-III.2.1. Echantillons type 13.....	37
-III.2.1.1. Caractéristiques des différents échantillons	38
-III.2.1.2. Essai de lixiviation de l'horizon 13 B1h.....	38
-III.2.1.3. Essai de lixiviation de l'horizon 13 B2h.....	40
-III.2.1.4. Essai de lixiviation de l'horizon 13 C1	42
-III.2.1.5. Essai de lixiviation de l'horizon 13 Bd Fe.....	42
-III.2.1.6. Comparaison des quatre horizons à la lixiviation	45
- III.2.2. Echantillons type 102.....	47
- III.2.2.1. Caractéristiques des différents échantillons	38
- III.2.2.2. Essai de lixiviation de l'horizon 102 Bh.....	48
- III.2.2.3. Essai de lixiviation de l'horizon 102 C.....	51
- III.2.2.4. Comparaison du comportement des deux horizons à la lixiviation :	51
- III.2.3. Echantillons type 113.....	53
- III.2.3.1. Caractéristiques de l'échantillon.....	53
- III.2.3.2. Essai de lixiviation de l'horizon 113 A/B :	54

III-3. Résultats sur les minerais

- III.3.1. Caractéristiques des minerais étudiés.....	57
- III.3.2. La lixiviation du minerai du Bourneix.....	58
- III.3.3. La lixiviation du minerai de Salsigne.....	61
- III.3.4. La lixiviation du minerai des Malines	61
- III.3.5. La lixiviation du minerai de Bou Madine.....	64
- III.3.6. La lixiviation du minerai de Moinho (Aljustrel)	64
- III.3.7. La lixiviation du minerai de Nevès Corvo	66
- III.3.8. La lixiviation du minerai de Bragança.....	67
- III.3.9. La lixiviation du minerai d'Almaden.....	70

-III.4. Reproductibilité des tests de lixiviation	70
III.4.1. Tests sur le granite VB 120	70
III.4.2. Tests sur les minerais	71
-III.5. Analyses des anions contenus dans les lixiviats	72
III.5.1. Anions dans les lixiviats des roches granitiques	72
III.5.2. Anions dans les lixiviats des roches sédimentaires.....	72
III.5.3. Anions dans les lixiviats des roches altérées.....	73
III.5.3. Anions dans les lixiviats des minerais	73
-III.6. Comparaison des analyses de lixiviation.....	74
-III.6.1. Comparaison des analyses de lixiviations entre les roches	74
-III.6.2. Comparaison des analyses de lixiviations entre les minerais	78
-III.6.3. Comparaison des analyses de lixiviations entre les entre roches et minerais	82
-III.7. Comparaison des analyses de lixiviation avec les normes industrielles...	82
IV - Conclusion générale	85
Bibliographie	87
Annexe A1. Teneurs des éléments dans la solution témoin.....	89
Annexe A2. Teneurs des éléments dans les roches.....	93
Annexe A3. Teneurs des éléments métalliques dans les solutions de lixiviation des roches et des minerais	98
Annexe A4. Teneurs en anions dans les solutions de lixiviation des roches.....	113
Annexe A5. Fraction soluble cumulée dans le lixiviat- Teneur en élément dans la roche - Norme.....	119
Annexe A6. Rapport Fraction soluble cumulée/Teneur dans la roche initiale.....	127
Annexe A7. "Cinétique de réaction" (Echantillon schiste REND)	134

I - INTRODUCTION

I. 1. Les normes réglementaires

La décision d'autorisation pour l'entreposage des déchets industriels stabilisés dans les sites de stockage repose sur la norme expérimentale AFNOR X 31-210. Cette norme définit les conditions dans lesquelles les tests de lixiviation doivent être appliqués aux déchets. Les fractions lixiviables d'un certain nombre d'éléments ou de composés chimiques ne doivent pas dépasser certains seuils de concentration fixés par la norme. Cependant les quantités d'éléments ou de composés considérés comme polluants pouvant être libérées par des matériaux naturellement exposés à l'air et soumis à la même procédure, n'avaient jamais été déterminées.

I. 2. But de l'étude

Dans le cadre de ce travail, nous nous proposons donc de tester les seuils de concentration en éléments toxiques fixés par la norme AFNOR X 31-210 comparativement aux fractions solubilisées cumulées obtenues pour ces mêmes éléments lors de la lixiviation de matériaux naturels (roches et minerais) dans les conditions de la norme.

Les principaux types de roches et minerais naturels ont été sélectionnés selon les critères suivants :

- ils **représentent plus de 80 % des roches affleurant** à la surface de la terre (granites, calcaire, grauwacke, schiste, basalte, rhyolite ...);
- ils peuvent présenter des **teneurs élevées en certains éléments** considérés comme toxiques mais nous avons toujours veillé à ce qu'elles **correspondent à des volumes de matériaux importants** ;
- certains échantillons ont été choisis en fonction de leur **degré d'altération** (profils pédologiques en particulier) qui peut rendre les éléments plus ou moins disponibles lors des tests de lixiviation ;
- enfin, un certain nombre de **minerais** ont été testés afin de déterminer la **fourchette haute des niveaux de rejets atteints dans les lixiviats**. Les minerais représentent d'excellents analogues d'un stockage de déchet au niveau des concentrations très élevées en éléments considérés comme toxiques et des volumes réduits dans lesquels ils se localisent. Ces minerais renferment des éléments tels que Cr, Pb, Zn, Cd, Ni, As et Hg en fortes teneurs sous forme de sulfures ou d'oxydes.

L'influence du degré d'altération de la roche sur la lixivabilité des différents éléments a été étudié dans le cas des roches granitiques. Pour ce faire, deux profils pédologiques couvrant les horizons B et C et un échantillon prélevé sur un horizon A/B d'un troisième profil ont été étudiés. Chacun des sites sélectionnés correspond à des types de sols différents mais correspondant aux conditions climatiques continentales moyennes d'Europe (sol brun humifère à horizon placique; sol brun ocreux modal et sol colluvial humifère).

Ces différents types de sol renferment des acides humiques pouvant présenter une agressivité variable vis à vis des sites dans lesquels sont localisés les éléments métalliques susceptibles d'être lixiviés.

I. 3. Eléments et composés analysés

Les éléments qui passent en solution lors des essais de lixiviation ont été analysés par ICP-MS. Quinze éléments métalliques ont été déterminés systématiquement:

Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Mo, Ag, Cd, Sb, Hg, Pb, Th et U.

Les anions (carbonates, phosphates, chlorures, fluorures, sulfates, nitrates, nitrites) ont été dosés par chromatographie ionique sur la quasi totalité des essais de lixiviation. Les très faibles concentrations en anions rencontrées systématiquement nous ont conduit à ne pas les analyser dans certains lixiviats.

Les résultats des analyses des anions et des cations permettront :

- d'apprécier la différence de comportement des différentes roches lors des essais de lixiviation,
- de formuler des hypothèses sur les facteurs jouant sur la solubilité de certains éléments pour une roche donnée,
- de les comparer aux normes imposées aux industries concernant l'admission des déchets stabilisés dans les sites de stockage.

L'ensemble des résultats obtenus est synthétisé dans un dossier, indépendant de ce rapport, composé de fiches par éléments, classées par poids atomiques. Les concentrations moyennes de chaque élément dans les différents matériaux naturels sont également reportés en tant que référence.

II - PROCEDURE EXPERIMENTALE

II.1. DESCRIPTION DU MODE OPERATOIRE

Le mode opératoire est fixé par la norme expérimentale AFNOR X 31-210 (Normalisation Française-Essai de lixiviation-1993). Celle-ci concerne la caractérisation des déchets industriels stabilisés au moyen d'essais de lixiviation, permettant l'obtention d'une fraction solubilisée dans des solutions aqueuses se prêtant à des caractérisations analytiques.

La norme a essentiellement pour but de spécifier les conditions dans lesquelles doivent être menées les essais, tant dans leur phase préparatoire (échantillonnage sur site) que dans celle de leur réalisation (préparation de l'échantillon pour l'essai, procédure de lixiviation).

Remarque : Les critères d'admission des déchets sont donnés sur la base de **trois lixiviations successives sur le même prélèvement**.

II.1.1. Préparation de l'échantillon solide

L'échantillon de départ est un prélèvement de roche de granulométrie généralement supérieure à 10 cm, sauf pour les prélèvements de roche altérés. Une partie de la roche est gardée comme témoin, le reste est broyé de façon à obtenir une quantité suffisante de matière pour les expériences de granulométrie inférieure à 4 mm.

La procédure expérimentale de lixiviation définie par les textes de la norme AFNOR nécessite 100 g de matière solide. Quelques dizaines de grammes de l'échantillon sont mises de côté après le broyage pour l'analyse de la roche totale afin de déterminer les concentrations élémentaires dans l'échantillon initial.

II.1.2. Mise en contact - Lixiviation

L'échantillon solide est déposé dans un flacon de deux litres dans lequel on verse 1 litre d'eau déminéralisée. Le flacon est placé horizontalement pendant 16 heures sur un agitateur à plateau de fréquence d'agitation de 60 tours/min.

II.1.3. Séparation

Au terme des 16 heures de mise en contact, le lixiviat est filtré sur une membrane de diamètre de pore 0,45 μm .

Le système de filtration est constitué:

- d'un filtre.
- d'une seringue accueillant le lixiviat.
- de poids exerçant une force verticale sur la seringue.
- d'un bêcher réceptionnant la solution après filtration.
- d'une potence sur laquelle sont disposés deux plateaux permettant de supporter les poids ainsi que le système filtre-seringue.

Ensuite, le pH du lixiviat est mesuré.

II.1.4. Conditions générales des expériences

L'eau déminéralisée utilisée comme solution de lixiviation possède une résistivité de 18 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (le minimum fixé par la norme est 0,2 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$).

L'agitation de 60 tours/min reste permanente pendant toute la durée de mise en contact de l'échantillon avec la solution (16 heures).

La température de mise en contact est celle du laboratoire (20-25°C).

La lixiviation a été effectuée sur 3 prélèvements différents sur certains échantillons obtenu par quartage de la roche initiale broyée afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. Les tests de reproductibilité sont discutés dans le paragraphe III-2-3.

Trois lixiviations successives sont réalisées pour tous les échantillons. Le solide est récupéré après chaque essai et séché dans une étuve à 100°C jusqu'à évaporation de l'eau résiduelle. L'essai de lixiviation est renouvelé sur le solide récupéré.

L'utilisation de seringues et de flacons neufs pour chaque essai est un facteur d'atténuation de la pollution éventuelle des solutions lors des diverses manipulations.

La balance utilisée pour les différentes pesées est une *Mettler PC 2000*. La précision de la mesure est de $\pm 0,01$ g.

II.2. ANALYSES DES PHASES SOLIDES ET LIQUIDES

II.2.1. Analyse de la roche totale

Les analyses de roches totales ont été réalisées au Service d'Analyses des Roches et Minéraux du Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG).

Mode opératoire:

Une analyse de roche totale comprend les six points suivants:

- 1) Mélange de 0,5 g d'échantillon avec 1,5 g de métaborate de lithium (pour obtenir une fusion complète à basse température).
- 2) Mesure de la perte au feu à 950°C (élimination de carbonates, H₂O...)
- 3) Fusion du solide restant à 1080°C.
- 4) Reprise du verre dans une solution d'acide nitrique 1N.
- 5) Les éléments majeurs dans la solution sont déterminés par ICP-ES (Al, Si, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ti, P).
- 6) Les teneurs des éléments en traces dans les solutions sont déterminées par ICP-MS ou ICP-ES pour certains d'entre eux.

Le calibrage des appareils est réalisé à partir de standards géochimiques internationaux. Ces standards sont des roches naturelles qui ont été analysées par plus de cinquante laboratoires.

L'ICP-ES est une technique couplant une torche à plasma et un spectroscope d'émission. Un plasma peut être défini comme un nuage de gaz hautement ionisé, composé d'ions, d'électrons et de particules neutres. La torche assure le transport de l'échantillon jusqu'au coeur du plasma. Ces éléments sont excités. Le signal reçu par le spectromètre est proportionnel à la concentration de l'élément dans la solution.

Les limites de détection en ICP-ES sont :

Cr : 3 ppb	Zn : 1 ppb	Sb : 80 ppb
Mn : 1 ppb	As : 50 ppb	Hg : 50 ppb
Co : 8 ppb	Mo : 8 ppb	Pb : 20 ppb
Ni : 4 ppb	Ag : 4 ppb	Th : 10 ppb
Cu : 1 ppb	Cd : 4 ppb	U : 30 ppb

II.2.2. Analyse des phases liquides

- II.2.2.1. Analyse des cations

L'analyse est effectuée par technique **ICP-MS** (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectroscopy) sur un spectromètre *PERKIN ELMER SCIEX-ELAN 5000*

L'ICP-MS est une technique couplant une torche à plasma et un spectromètre de masse. Le principe de fonctionnement (ROSIN, 1993) est le même que celui de l'ICP-ES, excepté qu'après ionisation, un spectromètre de masse sépare les espèces ioniques selon leur rapport masse atomique/charge. La présence d'un détecteur permet de déterminer les teneurs en éléments, et même de certains isotopes, dans la solution.

Les limites de détection en ICP-MS (données du constructeur) sont :

Cr : 0,02 ppb	Zn : 0,003 ppb	Sb : 0,001 ppb
Mn : 0,002 ppb	As : 0,006 ppb	Hg : 0,004 ppb
Co : 0,0009 ppb	Mo : 0,003 ppb	Pb : 0,001 ppb
Ni : 0,005 ppb	Ag : 0,003 ppb	Th : < 0,0005 ppb
Cu : 0,003 ppb	Cd : 0,003 ppb	U : < 0,0005 ppb

c'est à dire plusieurs ordres de grandeur au delà des limites nécessaires dans le cadre de ce travail.

Un écart type a été calculé après la détermination des concentrations. Il permet le calcul du taux d'erreur. Ce taux d'erreur est directement fonction de la concentration. Si la fluctuation est de 0,01 ppb sur une concentration de 0,01 ppb, le taux d'erreur est de 100 %. La fluctuation étant constante, ce taux d'erreur diminue pour des concentrations élevées. Plus l'élément est lourd, plus la séparation par le spectromètre est efficace: la sensibilité de l'appareil augmente donc avec le poids atomique de l'élément à doser.

L'ICP-MS est une technique comparative. Les résultats sont donnés par comparaison avec une "solution étalon" qui contient tous les éléments à doser à des concentrations parfaitement connues.

Dans la présente étude, pour l'analyse des lixiviats, une solution étalon contenant 15 éléments a été préparée à partir des standards suivants:

- Cr	1mg/ml	dans HCl 1%.
- Mn	0,985mg/ml	dans HNO ₃ 1%.
- Co	1g/l Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	dans HNO ₃ 0,5mol/l.
- Ni	1mg/ml NiCl ₂ .6H ₂ O	dans HCl 1%.
- Cu	1g/l Cu(NO ₃) ₂ .3H ₂ O	dans HNO ₃ 0,5mol/l.
- Zn	1mg/ml ZnCl ₂	dans HCl 1%.
- As	1g/l H ₃ AsO ₄	dans HNO ₃ 0,5mol/l.
- Mo	1mg/ml (NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	dans NH ₄ OH
- Ag	1g/l AgNO ₃	dans HNO ₃ 0,5mol/l.
- Cd	1mg/ml CdCl ₂ .2,5H ₂ O	dans HCl 1%.
- Sb	0,1005mg/ml	dans HCl 8%.
- Hg	0,995mg/ml	dans HNO ₃ 1%.
- Pb	1mg/ml Pb(NO ₃) ₂ .4H ₂ O	dans HNO ₃ 0,5mol/l.
- Th	1mg/ml	dans HNO ₃ 5%.
- U	0,975mg/ml	dans HNO ₃ 1%.

La solution utilisée pour la dilution a été réalisée à partir d'un mélange comportant 99% d'eau ultra pure et 1% d'acide nitrique (HNO₃ 70%, redistillé à 99,999%).

Réalisation des analyses :

Une solution appelée "blanc" a été analysée à l'ICP-MS. Il s'agit de la solution d'acide nitrique 1% utilisée pour la préparation de la solution contenant les étalons. Cette analyse permet de connaître la pollution apportée par la solution d'acide nitrique 1%.

Le dosage de la solution étalon est alors réalisé. Il y a soustraction du nombre de coups correspondant au signal d'un élément détecté dans le blanc à celui détecté dans l'étalon. Ainsi le véritable nombre de coups correspondant à une concentration donnée est déterminé.

Lors de l'analyse des solutions, les nombres de coups de chaque élément du blanc sont retirés à ceux des solutions. Une comparaison entre le nombre de coups de l'élément dans

la solution à celui de l'élément dans l'étalon donne la concentration du métal dans le lixiviat.

- II.2.2.2. Analyse des anions

L'analyse des anions présents en solution (carbonate, phosphate, sulfate, nitrate, nitrite, chlorure et fluorure) a été effectuée par chromatographie ionique.

La chromatographie ionique est une technique de chromatographie en phase liquide qui permet la séparation et le dosage des ions avec une grande sensibilité (< 1 ppb). Cette technique résulte du couplage d'une résine échangeuse d'ions et d'un conductimètre (Marcenac 1988).

Principe :

L'éluant contient des ions de charges opposées aux groupements fixés par la résine. Ces ions sont en équilibre avec les sites échangeurs de la phase stationnaire dans la résine sous forme de paire d'ions.

L'arrivée au niveau des sites échangeurs d'un ion à doser modifie cet équilibre. Donc, tout le long de la colonne, il y aura échange entre les ions de l'éluant et ceux de l'échantillon à doser.

L'affinité des ions pour le site échangeur dépend de la charge et de la taille de cet ion, ainsi que de la force ionique, du pH de l'éluant et de la nature de la résine.

Le paramètre mesuré est la conductance de ces ions qui est proportionnelle à la concentration des ions dans la solution.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

REMARQUES PRÉLIMINAIRES:

1) Les concentrations déterminées par ICP-MS sont données en ppb. Les concentrations cumulées des trois lixiviations sont exprimées en terme de fractions solubilisées ou fraction lixiviable par kilogramme de matière.

2) Une "solution témoin" a été préparée afin de déterminer la contamination éventuelle apportée par toutes les étapes du mode opératoire. Un litre d'eau déminéralisée a été agité pendant 16 heures dans un flacon de 2 litres, sans échantillon, puis filtré en suivant le protocole expérimentale de la norme. L'analyse par ICP-MS a permis de montrer que les teneurs en éléments dissous dans la "solution témoin" sont négligeables (annexe A1).

3) Les éléments dont les teneurs ne sont pas représentées sur les différentes figures sont des éléments pour lesquels la teneur est en dessous de la limite de détection (0,01ppb soit 0,0001mg/kg de matière) et/ou des éléments pour lesquels le pourcentage d'erreur lors de l'analyse par ICP-MS est trop important.

Le pourcentage d'erreur est fourni en même temps que le résultat des analyses. Certains éléments, même s'ils ont quelques dizaines de % d'erreur, figurent quand même sur le graphe. En effet, les résultats obtenus pour les trois lixiviations successives étant du même ordre de grandeur, on considère que ceux-ci restent significatifs.

III.1. RESULTATS SUR LES ROCHES SAINES

Les tests de lixiviation ont tout d'abord été conduits sur des roches saines de composition granitique. Les granites sont un des types de roches les plus répandus. De plus, ils peuvent contenir un grand nombre d'éléments dont les rejets dans les eaux sont réglementés par la norme. La comparaison de 2 granites (VB 120 et 123) de composition globale voisine, mais présentant des concentrations en éléments métalliques différentes, avait pour but de tester l'effet des concentrations initiales d'éléments polluants dans des échantillons ayant des caractéristiques globales identiques par ailleurs. Un troisième échantillon de granite (SE 13) présentant des compositions chimique et minéralogique différentes a été ensuite testé. Ensuite, les principaux types de roches ignées et sédimentaires ont été sélectionnés.

III.1.1. Granite VB120

a. La roche initiale

La roche dénommée VB 120 est un granite ne présentant pas d'altération particulière appartenant au Massif des Ballons situé dans les Vosges Méridionales (PAGEL, 1981). Elle est représentative de la composition moyenne d'un massif rocheux affleurant sur plus de 200 km². Il s'agit par ailleurs d'un type de granite très répandu dans le socle cristallin hercynien (Vosges, Massif central, Massif armoricain ...). Cette roche est à grain grossier (5 mm à plusieurs cm) et essentiellement composée de quartz, feldspath potassique (en grands phénocristaux roses), plagioclase, biotite et amphibole. Les minéraux accessoires sont : sphène, magnétite, uranothorite, épidote, zircon, apatite, ± ilménite, ± uraninite ± sulfures.

Par rapport à un granite moyen ce massif granitique est relativement enrichi en certains éléments (Cr, Ni, Th, U ...). L'analyse de la roche totale a permis de déterminer les concentrations suivantes:

	VB 120 (teneur en ppm)
Co	9
Cr	89
Cu	8
Mn	465
Ni	36
Th	49
U	17
Zn	28

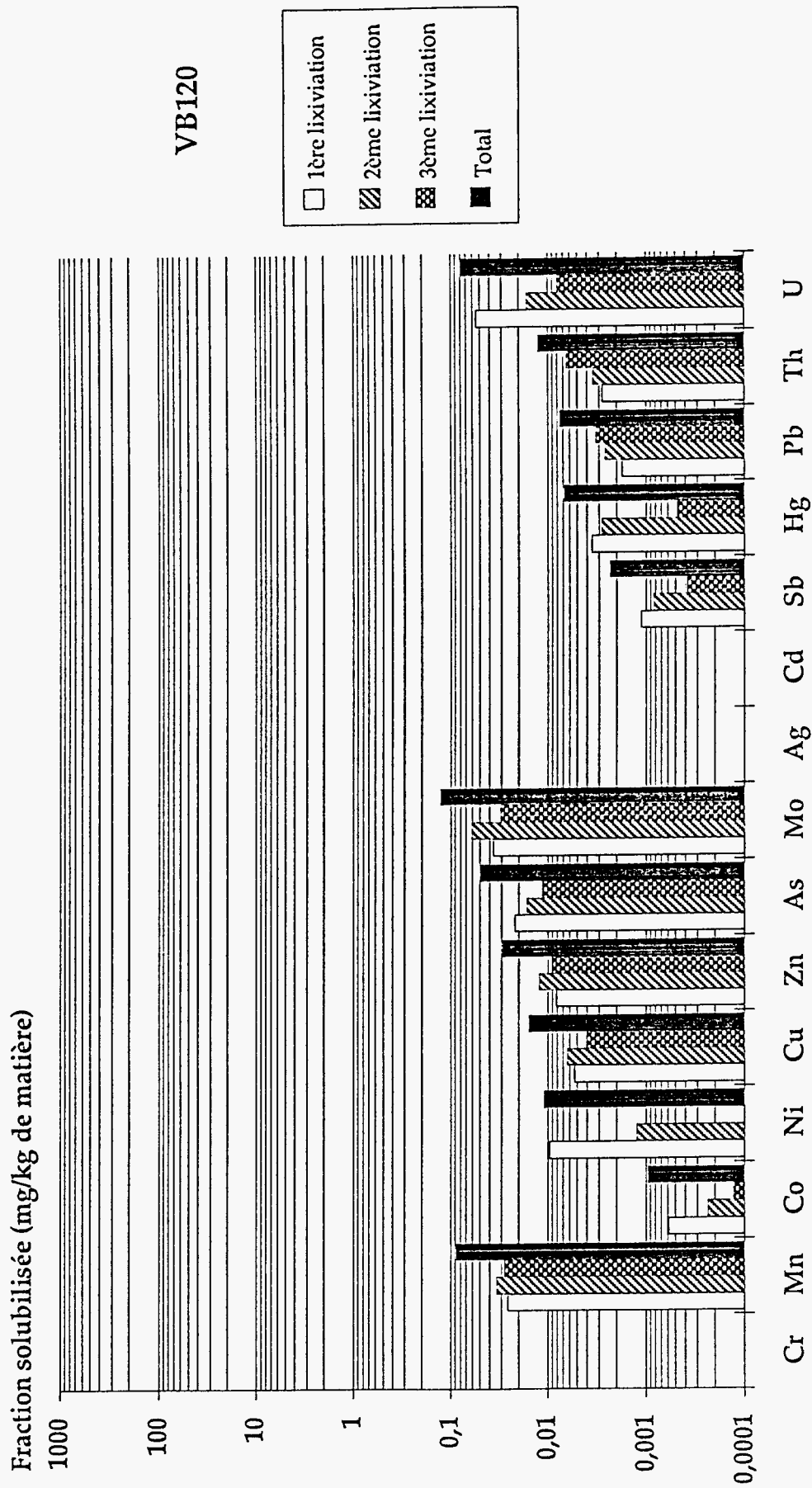


Figure 1 : Fractions solubilisées des éléments dissous dans les solutions provenant des trois lixiviations successives du granite VB120.

Les données analytiques supplémentaires sont consignées dans l'annexe A2. Des analyses antérieures (PAGEL, 1981), ont donné les résultats complémentaires suivants:

-As:	4,5 ppm
-Mo:	12 ppm
-Pb:	41 ppm

b. Le lixiviat

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviation, les mesures du pH des solutions sont, respectivement 6,6, 6,3 et 6,4. Les espèces solubilisées sont présentes sous forme d'ions ou de complexes stables en milieu neutre.

Les analyses de Cd, Cr et Ag sont entachées d'erreurs importantes (de 100 à 300%) du fait de leur très faible concentration dans la solution. Pour certaines déterminations, les éléments Hg, Sb, Th et Co ont quelques dizaines de % d'erreur. Lorsque c'est le cas, les teneurs sont quand même reportées sur le graphe de la figure 1 afin d'avoir l'ordre de grandeur des concentrations en ces éléments dans la solution.

Dans le cas du granite VB 120, Mo, Mn et U sont les éléments lixiviés en quantité la plus importante (annexe A3). Les fractions cumulées sont toutefois très faibles et respectivement égales à 0,13 - 0,09 et 0,08 mg/kg de matière (figure 1).

As, Cu et Zn sont également présents dans les solutions en teneurs relativement élevées (en moyenne 0,03 mg/kg de matière). En dehors du Mn, ces éléments ne sont pas présents en quantité importante dans le solide. Une hypothèse possible pour expliquer la solubilisation de ces éléments métalliques dans les lixiviats est leur présence dans le granite sous forme de minéraux relativement solubles dans l'eau tels que les sulfures partiellement oxydés.

U et Th sont principalement localisés dans l'uranothorite (U,Th)[SiO₄] dans ce type de roche. La destruction de la structure cristalline de ce minéral par les rayonnements α , émis par les radioéléments U et Th, permet la libération facile de l'uranium lors de la lixiviation.

Différents types d'évolution des concentrations des éléments dans les solutions au cours des trois lixiviations successives ont été observées :

- Pour les éléments U, As, Hg, Co, Ni et Sb, les teneurs diminuent d'un essai à l'autre. Cela s'explique par la baisse progressive de la quantité de matière disponible facilement lixiviable.

- Pour Pb et Th, l'évolution observée est inverse. Dans ce cas l'explication la plus probable est que la surface de contact entre le ou les solides renfermant ces éléments

et le liquide augmente au fur et à mesure des essais par hydrolyse progressive des phases minérales hôtes de ces éléments.

- Mn, Mo, Zn et Cu montrent une évolution irrégulière.

Il faut toutefois remarquer que ces variations relatives de concentration restent de faible amplitude. Elles semblent d'autant plus importantes que l'élément est peu lixivié (exemple du Co).

III.1.2. Granite VB123

a. La roche initiale

L'échantillon VB123 est également un granite du Massif des Ballons (Vosges). La composition minéralogique de la roche est globalement identique à celle de l'échantillon VB 120, en dehors d'une plus grande abondance des sulfures. Cet échantillon a été sélectionné car il est représentatif d'une zone du massif dans laquelle certains éléments (Cu, Pb, Zn, As) sont présents en teneurs plus importantes, principalement sous la forme de sulfures. Ceci permet de vérifier si la lixiviation de ces éléments est proportionnelle à la quantité de sulfures dans la roche initiale.

L'analyse de la roche à l'ICP-ES, a donné les résultats suivants (annexe A2) :

	VB 123 (teneur en ppm)
Co	11
Cr	53
Cu	74
Mn	310
Ni	33
Th	35
U	12
Zn	49

Les analyses complémentaires antérieures (PAGEL, 1981) ont donné les concentrations suivantes:

- As: 59,7 ppm
- Mo: < 2 ppm
- Pb: 130 ppm



Figure 2 : Fractions solubilisées des éléments dissous dans les solutions provenant des trois lixiviations successives du granite VB123.

b. Le lixiviat

Les pH mesurés sont respectivement 6,4, 6,2 et 6,3. Les solutions présentent des pH très légèrement plus acides par rapport à l'échantillon VB120 (oxydation des sulfures ?).

Cd, Mo, Ni et Ag présentant un taux d'erreur des analyses par ICP-MS en moyenne de 100%, les teneurs des lixiviats en ces éléments n'ont pas été reportées sur la figure 2.

As et Mn sont les éléments qui apparaissent les plus facilement lixiviables. Les fractions solubilisées sont égales à 0,49 et 0,25 mg/kg de matière (figure 2, annexe A3).

U, Pb, Zn et Cu présentent des fractions solubilisées d'un ordre de grandeur inférieur : 0,02 à 0,04 mg/kg de matière.

Les concentrations recueillies dans les lixiviats pour certains éléments ne semblent pas dépendre uniquement de leurs teneurs dans la roche initiale :

- par exemple U avec seulement 12 ppm dans la roche initiale atteint une fraction solubilisée du même ordre de grandeur que celle de Pb, Zn ou Cu qui sont en concentration de 5 à 10 fois plus élevées dans la roche (50 à 130 ppm) ;

- Cu et Zn présents dans le granite VB 123 en concentrations respectivement 9 et 2 fois plus importantes que dans le granite VB 120 ne montrent pas de lixiviation significativement plus importante de ces éléments. Ainsi la quantité de sulfures de Cu ou Zn dans la roche initiale n'est pas déterminante à ce niveau de concentration.

Par contre, les concentrations initiales plus élevées en As (arsénopyrite probable : FeAsS) (X 13) et Pb (X3) (galène probable) dans le granite VB 123 par rapport au granite VB 120 correspondent effectivement à une libération proportionnellement plus importante de ces éléments dans les lixiviats : As (x10), Pb (x6,7).

De façon encore plus spectaculaire, Mo, ≈12 fois plus concentré dans VB 120 (12 ppm) que dans VB 123 (< 2 ppm) est lixivié plusieurs centaines de fois plus. Mo est probablement présent sous forme de molybdénite (MoS₂) dans VB 120 alors que les traces de Mo présentes dans VB 123 sont localisées dans un minéral peu lixiviable.

Evolution des teneurs dans les solutions au cours des trois lixiviations :

- la teneur en As est légèrement croissante alors que l'on observait l'inverse pour le granite précédent (VB 120).

- les teneurs en Mn et de nombreux autres éléments (Co, Cu, Zn, Sb, Pb) passent par un maximum lors de la 2^{ème} lixiviation.

III.1.3. Granite SE13

a. La roche lixiviée

L'échantillon SE13 est un leucogranite peralumineux du massif de Santa Comba (Galice, NW de l'Espagne). Les minéraux essentiels de taille plurimillimétriques sont : quartz (42 % vol.), feldspath potassique (20 %), plagioclase (26 %), muscovite (8 %), biotite (4 %) et grenat (<<1 %). Les minéraux accessoires sont : apatite, zircon, anatase, tourmaline, uraninite, ilménite et sulfures (arsénopyrite abondante).

Cette roche a été sélectionnée car :

- il s'agit d'un autre type de granite très répandu en Europe,
- il est caractérisé par une teneur en As particulièrement élevée dans toute sa masse, par rapport à un granite moyen.

L'analyse de la roche par ICP-MS pour les éléments présents en concentration significative, a donné les résultats suivants :

	SE 13 (teneur en ppm)
As	117
Co	1,4
Cr	7,8
Cu	7,5
Mn	310
Ni	16
Th	7,5
U	18,5
Zn	64,8

Les données analytiques complémentaires sur la composition globale de la roche initiale sont données dans l'annexe A2.

b. Le lixiviat

Les pH mesurés lors des trois lixiviations successives sont 6,7, 6,3 et 6,4. Il sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus pour les échantillons de granite précédents : VB 120 et VB123.

Les teneurs en Cr, Cd et Ag ne sont pas reportées sur la figure 3 du fait d'une erreur de l'ordre de 100% due à la très faible concentration de ces éléments dans les lixiviats.

Fraction solubilisée (mg/kg de matière)

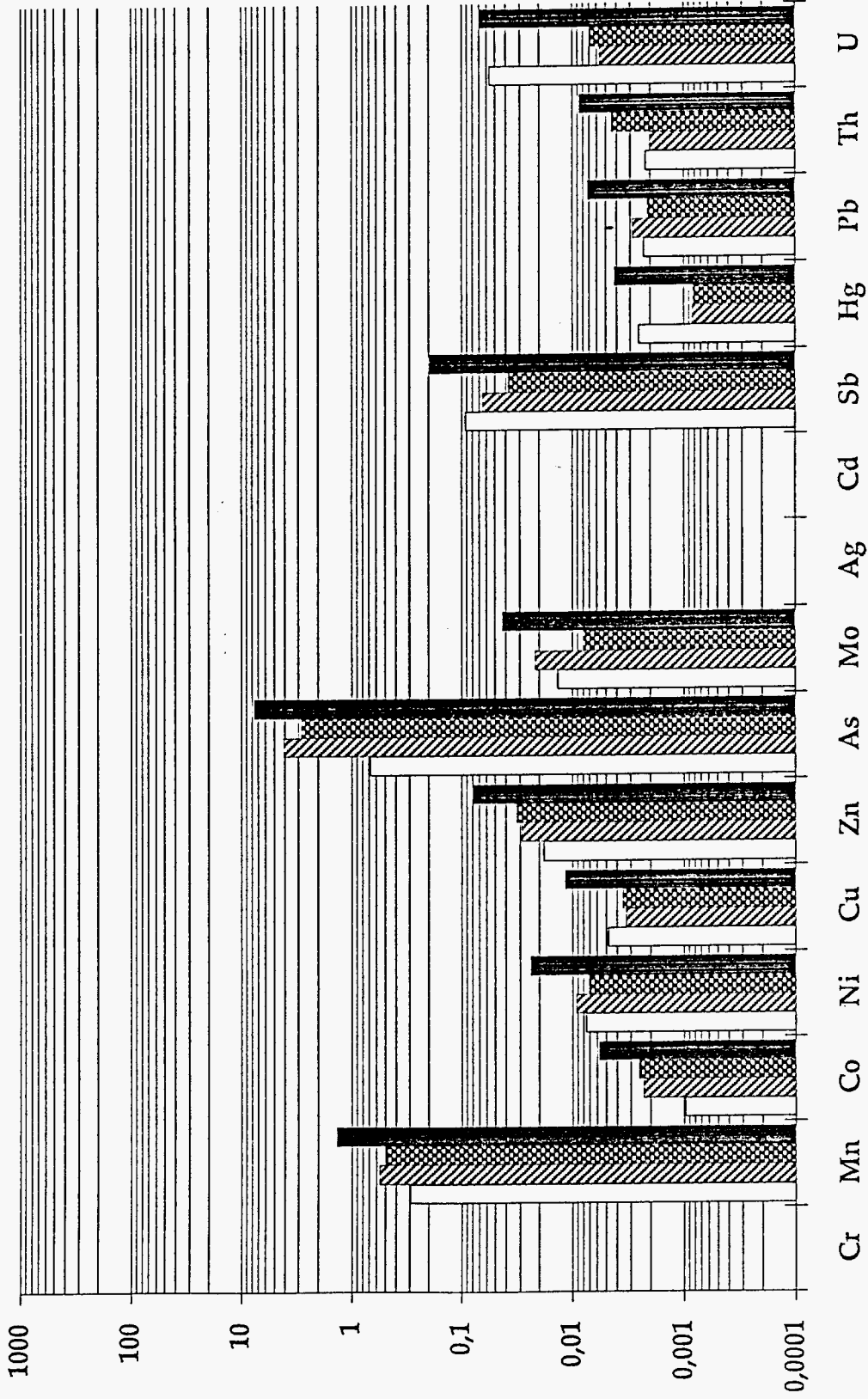


Figure 3 : Fractions solubilisées des éléments dissous dans les solutions provenant des trois lixiviations successives du granite SE 13.

As est l'élément qui est le plus abondamment lixivié (figure 3, annexe A3). Sa fraction solubilisée est de 7,7 mg/kg de matière. Cette lixiviation importante correspond à une concentration particulièrement élevée de cet élément dans la roche initiale (117 ppm) sous forme d'un sulfo-arséniure (FeAsS). Cependant, cette concentration n'est que 2 fois supérieure à celle du granite VB 123, alors que la fraction solubilisée est presque 16 fois plus importante. Cette différence de comportement provient soit d'une différence dans la nature du support minéralogique de l'arsenic soit du degré d'altération de cette phase.

Mn est ensuite l'élément qui passe le plus facilement en solution. La fraction solubilisée en Mn est de 1,36 mg/kg de matière. Ces concentrations sont 15 fois supérieures à celles du granite VB 120 et 5 fois supérieures à celles du granite VB 123 alors que les teneurs initiales en manganèse sont voisines dans les trois échantillons.

Les fractions solubilisées en Sb, U, Zn et Mo sont beaucoup plus faibles et varient de 0,2 à 0,04 mg/kg de matière.

L'observation au microscope optique et au microscope électronique à balayage de l'échantillon SE13 montre que :

- As est présent dans la roche sous forme de cristaux losangiques de sulfoarséniure FeAsS (arsénopyrite) disséminés dans toute la masse de la roche ;
- Sb est présent en substitution dans cette phase ;
- Mn est localisé principalement dans les grenats qui sont partiellement altérés dans cette roche, ce qui rend cet élément beaucoup plus facilement lixiviable.

De la 1^{ère} à la 3^{ème} lixiviation, les teneurs des éléments évoluent différemment :

- pour Co et Zn les concentrations augmentent,
- pour Sb elles diminuent,
- pour As ou Mn ou encore Mo, elles présentent des variations irrégulières. Ainsi les teneurs en As sont de 69,6, 416,9 et 289 ppb respectivement pour la 1^{ère}, la 2^{ème} et la 3^{ème} lixiviation.

La fluctuation des teneurs semble être fonction du degré de l'altération des minéraux hôtes des éléments métalliques :

- si celui-ci est important, la 1^{ère} lixiviation libère la plus grande partie de l'élément par rapport à ce qu'il est possible de lixivier,
- dans le cas contraire, une 2^{ème} et une 3^{ème} lixiviation contribuent à une altération plus importante de la phase minérale hôte de l'élément et les teneurs en éléments dans les phases liquides augmentent au cours des lixiviations successives.

III.1.4. Basalte

a. La roche

L'échantillon est un basalte d'Ardèche (France). Les basaltes sont les roches magmatiques effusives (volcanique) les plus communes à la surface de la terre. Elles forment des coulées pouvant recouvrir des surfaces considérables (de quelques dizaines à plusieurs milliers de km²). De couleur noire, ce basalte est composé d'une matrice microlithique (minéraux de taille inférieure au millimètre) renfermant des phénocristaux (cristaux plurimillimétriques automorphes) de plagioclase et de clinopyroxène.

L'analyse de la roche totale est donnée en annexe A2.

b. Le lixiviat

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviations le pH sont respectivement de 7,1 ; 7,5 et 6,4. Il sont donc sensiblement plus alcalin que ceux obtenus lors de la lixiviation des roches granitiques.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec la roche ainsi que les fractions solubles cumulées sont reportées dans l'annexe A3 et la figure 4.

Par rapport aux autres roches, tous les éléments (sauf Cr) présentent des fractions solubles cumulées en quantité mesurable et d'ordres de grandeur voisins.

Les fractions solubles cumulées les plus importantes sont celles des éléments U, Mn et As avec respectivement 0,39 ; 0,17 et 0,10 mg/kg de matière. Les autres éléments ont des fractions solubles cumulées comprises entre 0,006 et 0,09 mg/kg. D'une manière surprenante l'uranium présente une fraction soluble cumulée supérieure à celles obtenues sur les granites beaucoup plus riches en uranium (0,03 à 0,08 mg/kg pour 12 à 18.5 ppm U dans les granites). La quantité importante d'uranium solubilisée dès la première lixiviation suggère que cet élément semble être localisé dans un site beaucoup plus labile dans le basalte que dans les granites.

Par contre, les plupart des autres éléments métalliques présents dans le basalte se trouvent sous forme de minéraux peu lixiviables. De plus, pour la plupart de ces éléments leurs concentrations dans les solutions décroissent au cours des trois lixiviations successives.

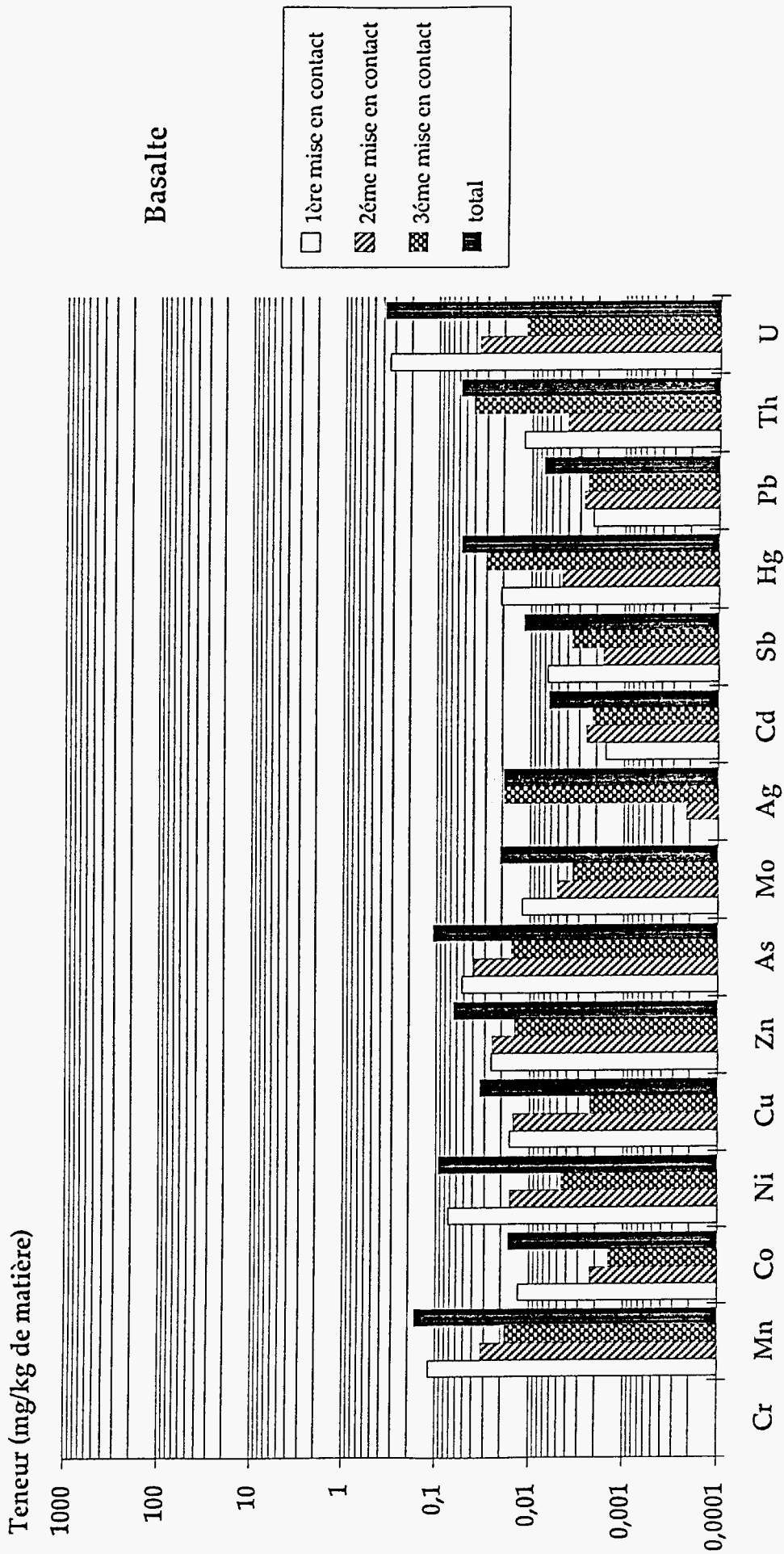


Figure 4 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Basalte avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

III.1.5. Rhyolite RE 08

a. La roche

L'échantillon RE 08 est une rhyolite prélevée dans le massif volcanique de l'Esterel (Provence). C'est une roche magmatique effusive acide essentiellement composé d'un verre finement recristallisé, rougeâtre (rubéfaction avec formation d'hématite) et ne renfermant que quelques rares phénocristaux de quartz. Les rhyolites présentent des compositions chimiques semblables à celles des granites, mais elles diffèrent par la très petite taille des cristaux qui les composent. Comme pour le basalte, la plupart des éléments sont donc localisés dans une matrice très finement cristallisée.

L'analyse de la roche totale est donnée en annexe A2.

b. Le lixiviat

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviations les pH sont respectivement de 6,8 ; 6,7 et 6,6 comme dans le cas des granites.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec la roche ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées figure 5.

Les teneurs observées pour la plupart des éléments sont comparables à celles mesurées sur les solutions provenant de la lixiviation du basalte, voire encore plus faibles pour un nombre d'entre eux. Les fractions solubles cumulées sont comprises entre 0,01 et 0,06 mg/kg de matière. Les fractions solubles cumulées les plus importantes sont celles de Th, Mn, Hg, Ag, As, U et Cu qui sont respectivement de 0,072 ; 0,050 ; 0,044 ; 0,030 ; 0,027 ; 0,023 ; 0,012mg/kg de matière.

Les teneurs des autres éléments sont inférieures à 0,010 mg/kg de matière (ce qui représente en solution des concentrations de l'ordre de quelques dixièmes de ppb seulement).

Le comportement des différents éléments au cours des trois lixiviations successives est très variable et probablement peu significatif à ces niveaux de concentration.

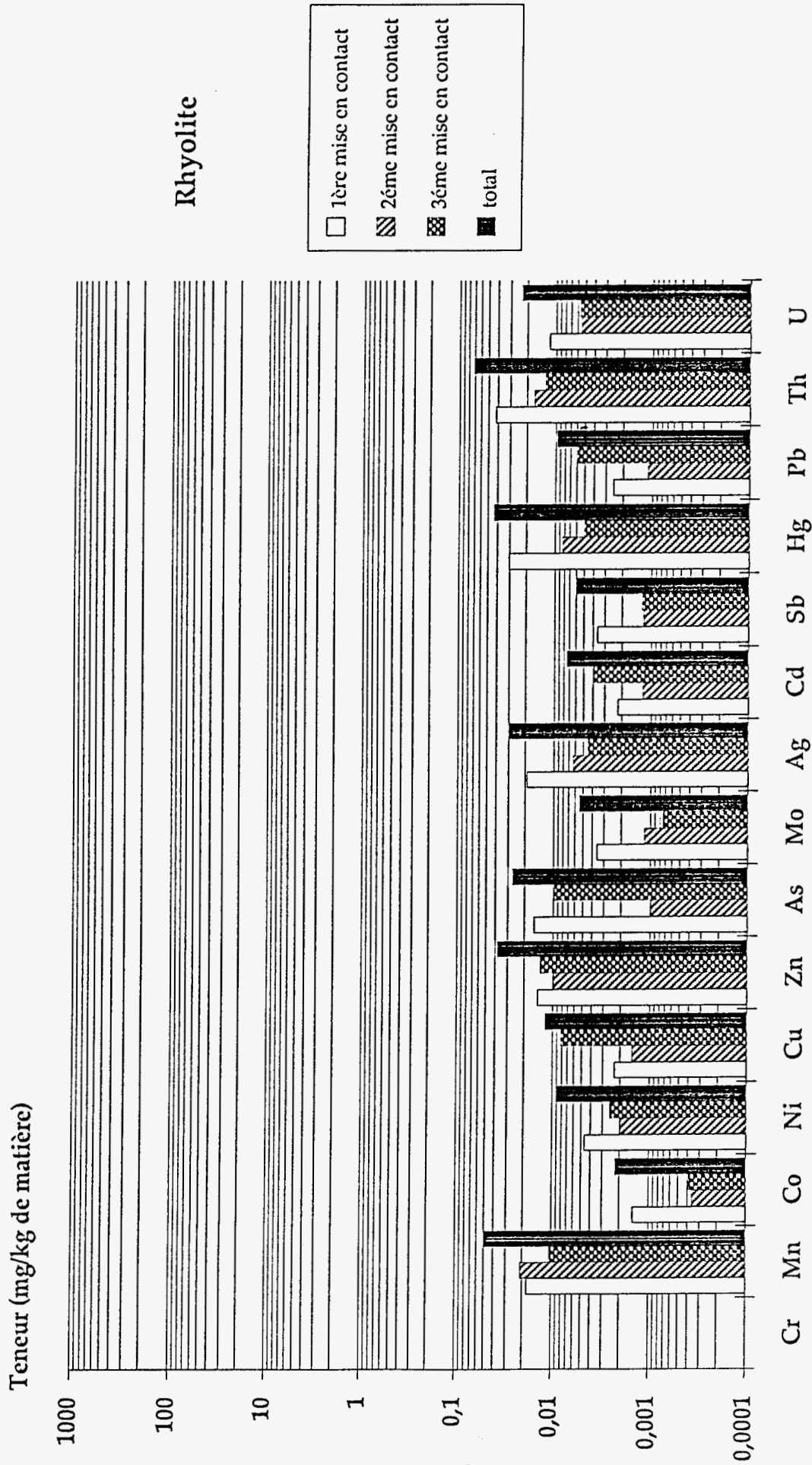


Figure 5 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Rhyolite avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

III.1.6. Calcaire WR15

a. La roche

L'échantillon WR15 est un calcaire du Massif du Harz en Allemagne. Il est essentiellement composé de fin cristaux de calcite. Ce calcaire qui appartient à des niveaux régionalement très étendus sont caractérisés par des teneurs en Pb et Zn anormalement élevées, par rapport à un calcaire moyen, exprimées sous forme de sulfures (galène : PbS et blende : ZnS) finement disséminés.

L'analyse de la roche totale est donnée en annexe A2. Une analyse antérieure (fluorescence X) a donné les résultats complémentaires suivants:

	WR 15 (teneur en ppm)
Cr	20
Cu	20
Ni	14
Pb	1000
Th	0,7
U	2,9
Zn	1500

b. Le lixiviat

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviations le pH sont respectivement de 9,1; 8,8 et 9,2. La dissolution du carbonate de calcium conduit à une nette alcalinisation des solutions.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec la roche ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées figure 6.

Les fractions solubles les plus élevées sont obtenues pour Mo (0,98 mg/kg) et le Pb (0,25 mg/kg). Zn, Mn, Cu et As présentent des fractions solubles encore moins importantes dans les solutions (0,02 mg/kg).



Figure 6 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes du calcaire WR15 avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Le Pb et le Zn ont des comportements semblables. En effet, le plomb présent en forte teneur dans la roche (1000 ppm), n'est pas facilement lixivié puisque sa fraction soluble n'est que de 0,08 mg/kg de matière. Pour une teneur en Zn dans la roche de 1500 ppm, les concentrations dans les solutions ne sont de l'ordre que du centième de mg/kg de matière. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce type de comportement :

1) le zinc et le plomb sont concentrés dans des minéraux peu solubles ou avec une cinétique de dissolution très lente ;

2) la solubilité maximale de Zn (ou Pb) est atteinte à chaque lixiviation. De la 1^{ère} à la 3^{ème} mise en contact les concentrations dans la solution du Pb et du Zn s'accroissent faiblement mais régulièrement, suggérant une altération croissante de la phase contenant ces éléments. Cependant, seule une étude cinétique sur des temps plus longs de mise en contact, permettraient de certifier ce type de comportement.

U et Sb sont libérés dès la première lixiviation en proportion importante par rapport aux lixiviations suivantes. Ces deux éléments pourraient être présents dans les roches dans des sites comportant une fraction facilement soluble.

III.1.7. Grauwacke WR24

a. La roche

L'échantillon WR24 est une grauwacke du Massif du Harz en Allemagne. Il s'agit d'une roche détritique avec une contribution volcanique. Elle est composée de quartz, plagioclase et de minéraux phylliteux. Par rapport à une grauwacke moyenne cette roche est enrichie en Pb (370 ppm) et Zn (104).

L'analyse de la roche totale est donnée en annexe A2. Une analyse antérieure (fluorescence X) a donné les résultats complémentaires suivants:

	WR 24 (teneur en ppm)
Cr	50
Cu	30
Mn	310
Ni	20
Pb	370
Th	9
U	2,7
Zn	104

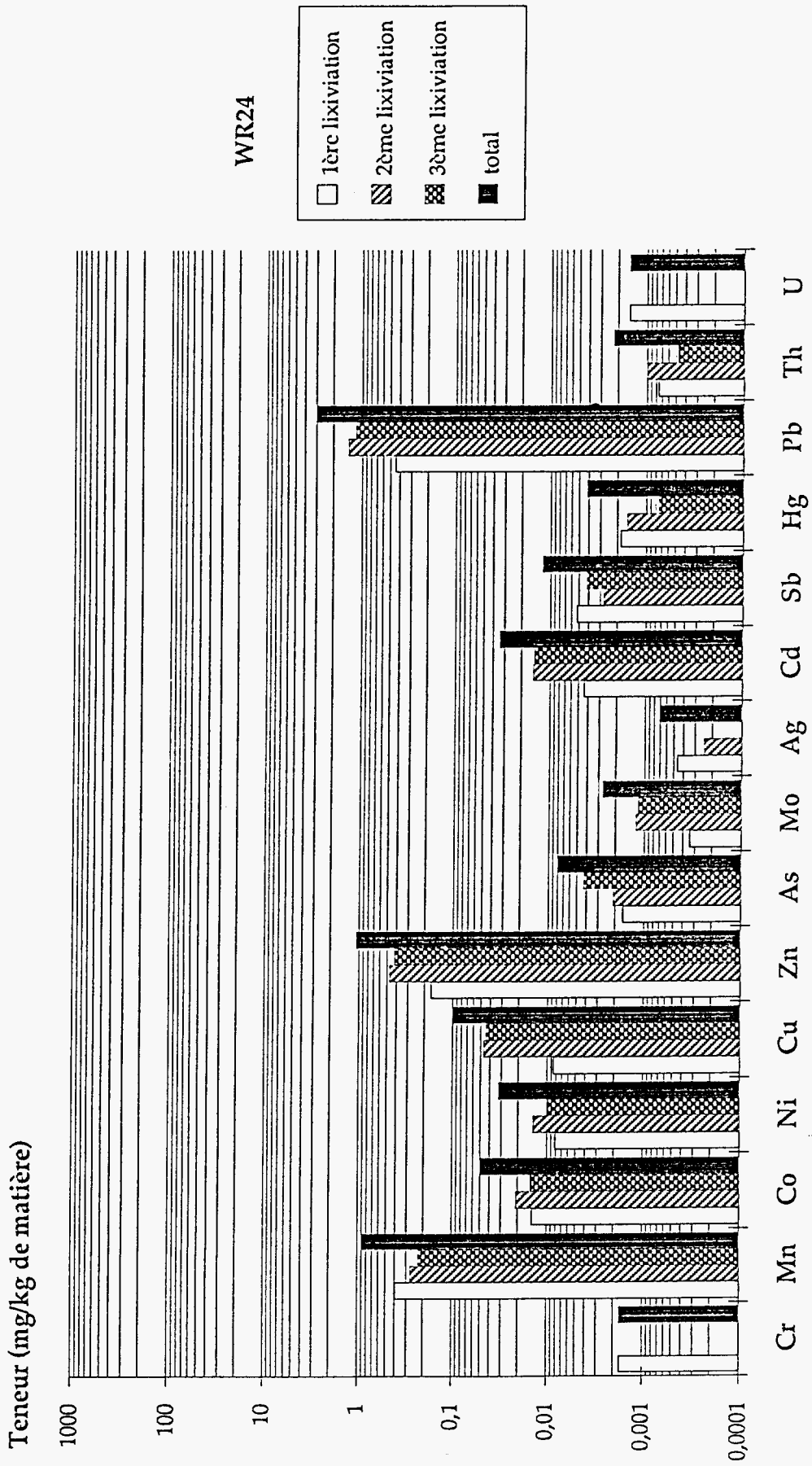


Figure 7 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de la grauwacke WR24 avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

b. Le lixiviat

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviation, le pH mesuré est respectivement de 6,2 ; 6,0 et 6,0.

Les teneurs des éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec la roche ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées figure 7.

Pb est l'élément le plus facilement lixiviable (fraction soluble : 3 mg/kg). Mn et Zn atteignent des fractions solubles de l'ordre du mg/kg de matière. Pb, Mn et Zn, avec des concentrations respectives égales à 370, 310 et 104 ppm dans la roche, sont donc des éléments beaucoup plus facilement lixiviés que dans le calcaire précédent qui présente des fractions solubles beaucoup plus faibles (quelques centièmes de mg/kg) malgré des teneurs en éléments métalliques dans la roche initiale 3 (Pb) à 15 fois (Zn) plus élevées.

L'évolution des concentrations de la première à la troisième lixiviation présente des évolutions variables, mais peu contrastées, de la première à la troisième lixiviation.

III.1.8. Schiste REND

a. La roche

L'échantillon REND est un schiste de Norvège (Alum Shale du Cambrien du fossé d'Oslo). Ces schistes, de couleur noire, renferment des proportions importantes de matière organique. Ils sont bien connus pour leur richesse en éléments métalliques adsorbés sur les particules argileuses très fines et la matière organiques qui représentent les constituants essentiels de cette roche.

Les résultats des analyses de ce schiste par ICP-MS sont les suivantes:

	REND (teneur en ppm)
Co	23
Cr	75
Cu	141
Mn	155
Ni	159
Th	15
U	294
Zn	38

L'analyse de la roche totale est donnée en annexe A2. Des analyses antérieures (ANDERSSON et al., 1983) ont donné les résultats complémentaires suivants :

- As: 110 ppm
- Mo: 340 ppm
- Pb: 14ppm

b. Le lixiviat

Les pH des solutions de la première, deuxième et troisième lixiviation sont respectivement de 5,1, 3,8 et 3,5. Cet abaissement de pH résulte probablement de l'oxydation des sulfures, présents dans la roche sous forme de particules très fines.

Les teneurs des éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec la roche ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées figure 8. L'erreur sur la mesure de Ag, Hg et Pb est supérieure à 30 %. Les teneurs de ces éléments dans les lixiviats ne sont donc pas reportées sur la figure 3.

Une différence d'aspect existe entre la solution de la première lixiviation et les solutions des deux lixiviations suivantes. Des **colloïdes oranges** ont flocculé dans la solution de la première lixiviation. Les deux autres solutions provenant des deuxième et troisième lixiviations sont restées limpides. Cette différence apparaît dans les résultats des analyses des solutions. Pour de nombreux éléments les teneurs dans la solution provenant de la première lixiviation sont moins importantes que les teneurs de ces éléments dans les solutions provenant de la deuxième et de la troisième lixiviation. L'acidification du milieu est probablement responsable de cet accroissement de solubilité.

Des essais de détermination des éléments présents dans les colloïdes ont été tentés en procédant à deux filtrations des solutions obtenues après la 1^{ère} lixiviation en utilisant des diamètres de pores différents. Une partie de la solution de 1^{ère} lixiviation du schiste a été filtrée avec une membrane de diamètre de pore de 0,005 µm et l'autre partie avec une membrane de diamètre de pore de 0,45 µm. Les solutions obtenues ont été dosées par ICP-MS (annexe A3 Bis). Deux importantes différences de concentration sont obtenues dans la comparaison des résultats des dosages de ces deux fractions de solution :

Ø de pore filtre	0,005 µm	0,45 µm
U	72 ppb	156 ppb
Mo	45 ppb	69 ppb

L'uranium et le molybdène sont donc présents dans les colloïdes.

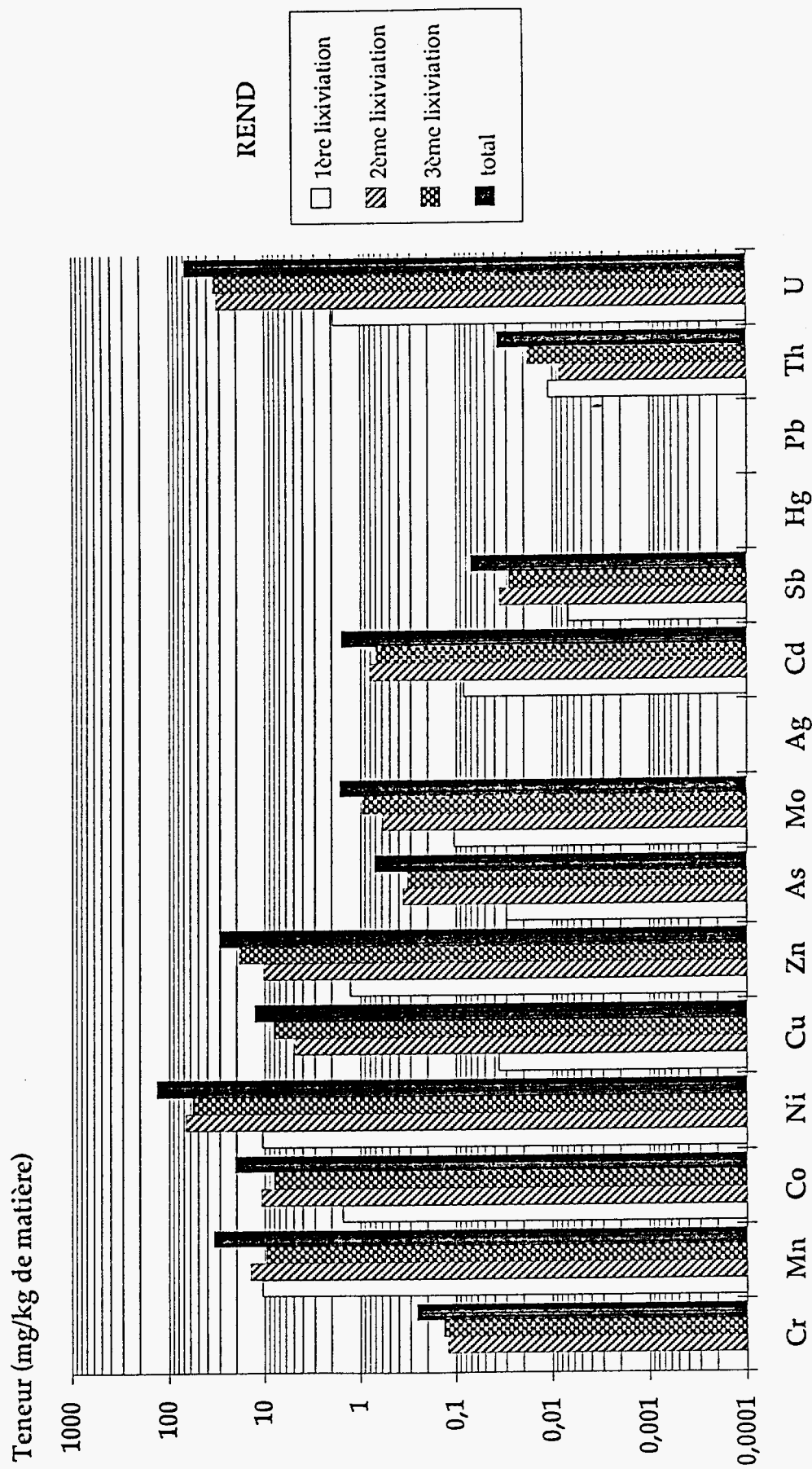


Figure 8 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes du schiste REND avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Ce sont les lixiviats les plus concentrés en éléments solubilisés de toutes les roches étudiées . Le Ni possède la fraction solubilisée la plus élevée (de l'ordre d'une centaine de mg/kg de matière). U, Zn, Mn, Co et Cu ont des fractions solubilisées de quelques dizaines de mg/kg de matière. La plupart de ces éléments (Cu, Mn, U et Ni) sont présents en concentrations importantes (100 à 300 ppm) dans la roche totale.

c. Etude "cinétique" de la dissolution :

Un test d'atteinte de l'équilibre lors de lixiviations de durée variable a été entrepris sur l'échantillon de schiste qui, parmi les roches étudiées, présente les concentrations en éléments toxiques les plus élevées dans les lixiviats. Dans ce but, les expériences suivantes ont été menées : prise d'échantillon de 100 g de schiste et mise en contact de cette prise d'essai avec 1 kg d'eau déminéralisée ; ceci pour une durée de 1, 2, 3, 4, 16 et 160 heures. Les résultats de ces expériences sont donnés en annexe A7.

On peut constater que la plupart des résultats de **mise en contact de 1 à 16 heures sont comparables** (sauf pour Mo où la solubilité s'accroît avec l'augmentation de la durée de contact).

Les solubilités obtenues pour un contact de 160 heures sont comparables à celles obtenues pour des durées plus faibles dans le cas des éléments Mn, Cu, Cd, et Pb. Dans le cas des autres éléments (Cr, Co, Ni, Zn, As, Mo, Ag, Sb, Hg et U), les solubilités obtenues pour 160 heures de mise en contact sont 2 à 10 fois supérieures à celles trouvées pour les durées de contact de 1, 2, 3, 4 et 16 heures.

Les valeurs des solubilités, obtenues pour la plupart des éléments, pour un temps de contact de 160 heures sont inférieures au total enregistré lors des trois mises en contact successives de 16 heures chacune. Par contre, les solubilités obtenues pour une durée de contact de 160 heures sont tout à fait comparables à celles obtenues pour les essais de 2^{ème} ou 3^{ème} mise en contact successives d'une durée de 16 heures (annexes A3 et A7 ; Figure 8) ; Les seules exceptions sont celles du Cr et du Cd qui ne libèrent que 3 et 9,7 ppb respectivement dans la solution alors que pour les essais de 2^{ème} ou 3^{ème} mise en contact successives d'une durée de 16 heures cette solubilité était de ≈ 12 et de ≈ 70 ppb respectivement.

Les solutions sont apparemment arrivées à un maximum de solubilité au niveau de la 2^{ème} mise en contact successive de l'échantillon avec l'eau pour les essais d'une durée de 16 heures. Les fluctuations enregistrées (annexes A3 et A7) sont probablement dues à une hétérogénéité de l'échantillon de roche initial.

III.2. RESULTATS SUR LES ROCHES ALTÉRÉES

Les échantillons sélectionnés sont des granites ayant subi une altération de surface dans différents types de sol (altération pédologique). Ils ont été prélevés dans les horizons B et C qui correspondent chacun à un degré d'altération différent mais qui présentent encore une proportion de roche désagrégée dominante. L'horizon A, constitué essentiellement de matière organique, n'a pas fait l'objet d'expériences.

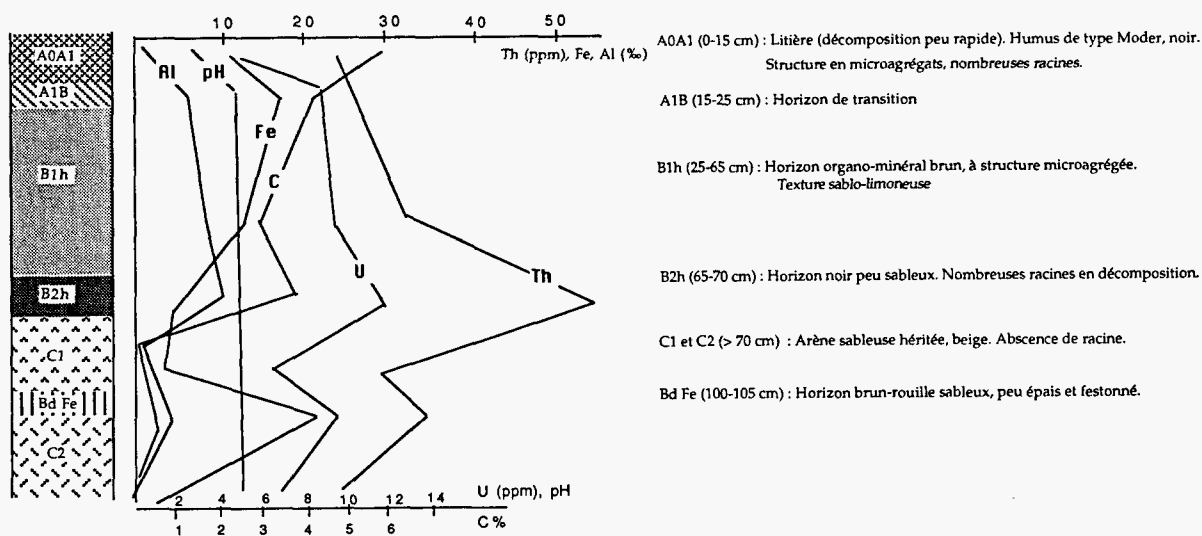
III.2.1. Echantillons type 13

III.2.1.1 Caractéristiques des différents échantillons

Ces échantillons de profil pédologique ont été prélevés sur le granite des Crêtes dans les Vosges. Ils sont caractérisés de la manière suivante (GUENIOT, 1983) :

Sol brun ocreux humifère à horizon placique (échantillon n°= 13)

Lieu-dit : Etang de la Cuve
Climat : Montagnard océanique
Roche mère : Granite des crêtes (U moyen 17 ppm ; Th de 40 à 55 ppm)
Topographie : mi-pente moyenne rectiligne
Végétation : Sapinière -Sapins + Hêtres



Il s'agit d'un sol développé sur une arène remaniée, ayant subi l'action périglaciaire (tassement, fracturation, etc.). Ce sol présente deux horizons particuliers :

- un horizon d'accumulation organique à la base du profil (B_{2h})
- un horizon placique correspondant à une accumulation d'oxydes de fer (B_{dFe}).

Ce profil présente deux fortes anomalies uranifères dans les horizons organique (B_{2h}) et oxydé (Bb_{Fe}). Ce type de profil est voisin des sols plus évolués et hydromorphes (stagnogley de pente). Les argiles dominantes sont du type illites et chlorites.

Les différents horizons étudiés le long de ce profil sont : B1h, B2h, C1 et Bd Fe.

La concentration des éléments, dont le comportement est analysé dans le cadre de ce travail, dans ces échantillons et avant lixiviation sont présentés dans le tableau suivant :

	13 B1h (teneur en ppm)	13 B2h (teneur en ppm)	13 C (teneur en ppm)	13 Bd Fe (teneur en ppm)
As	12,4	25,3	8,7	33,9
Co	5,5	5,6	6,51	9,6
Cr	115	114	76,5	67,4
Cu	2,8	7,2	4,37	6,7
Mn	308	/	154	385
Mo	0,3	0,2	0,08	0,2
Ni	22,1	25,3	24,5	17,5
Pb	38,8	32,4	34,1	33,1
Th	24,4	43	22,9	26
U	8,1	12,8	7,17	10
Zn	43,9	45,8	62,5	33,5

les teneurs de ces éléments varient relativement peu entre les différents horizons. Les résultats analytiques complémentaires (éléments majeurs et autres éléments en trace) sont donnés en annexe A2

-III.2.1.2. Essai de lixiviation de l'horizon 13 B1h :

Pour la première, la deuxième et la troisième mise en contact, le **pH** est respectivement de 5,6 ; 4,9 et 4,8. Ils sont significativement plus acides que ceux obtenus lors de la lixiviation des roches saines équivalentes (granite VB 120 et 123).

Les teneurs des différents cations métalliques dans les lixiviats sont donnés dans l'annexe A3 et la figure 9.

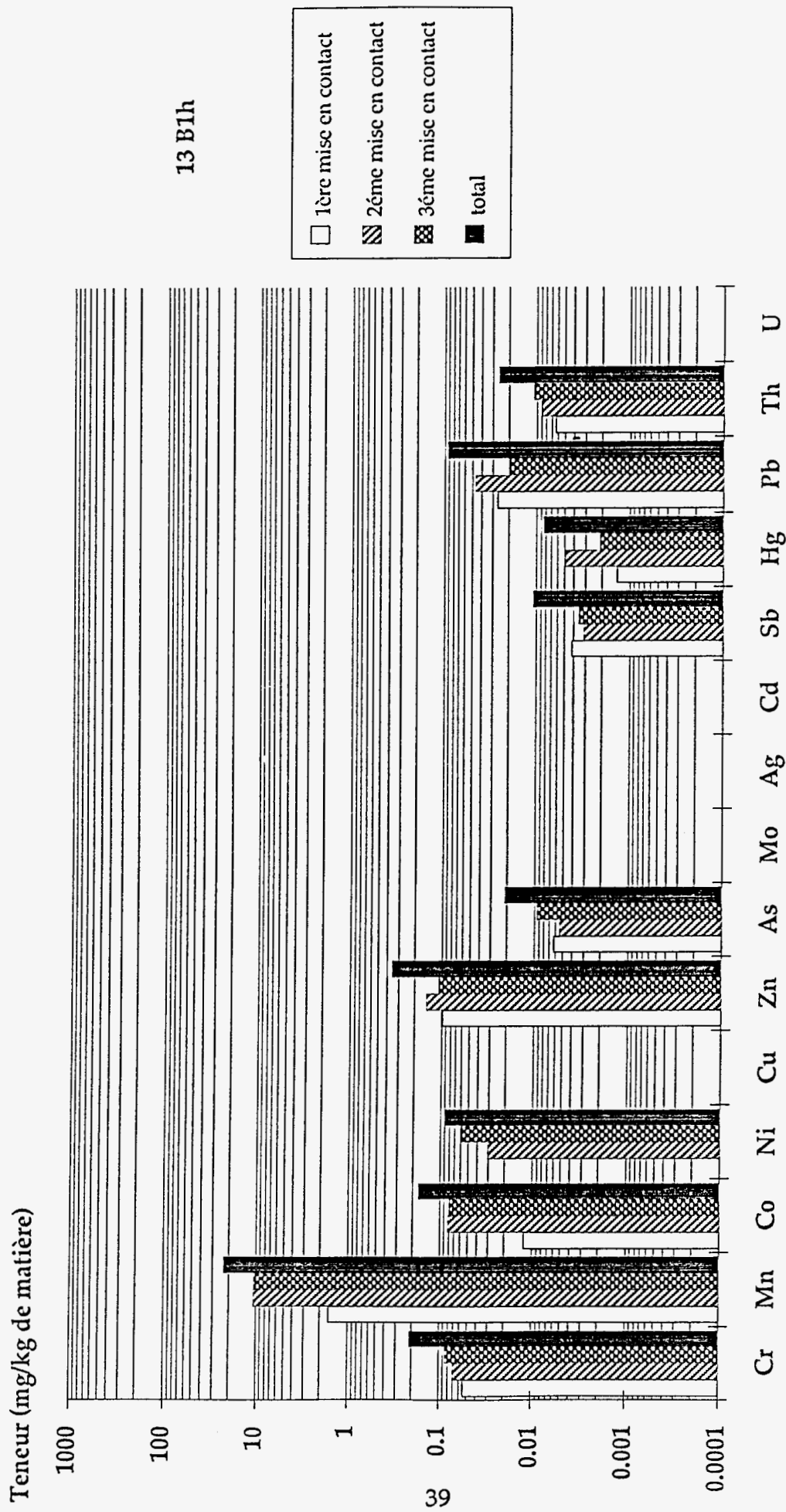


Figure 9 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 13 B1h avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Par rapport aux autres éléments, les teneurs en Mn dans les solutions résultant des mises en contact successives sont de loin les plus importantes (182,7 à 1111,4 ppb de la 1^{ère} à la 3^{ème} mise en contact et la fraction soluble cumulée est de 24,54 mg/kg de matière).

Les autres éléments présentent de très faibles teneurs en solution (inférieures au ppb à quelques ppb). Les fractions solubles cumulées de Zn, Co, Cr et Pb sont respectivement de 0,39, 0,17, 0,16 et 0,12 mg/kg. Les fractions solubles cumulées de Ni, As, Sb, Hg et Th sont comprises entre 0,006 et 0,056 mg/kg de matière. Les teneurs des autres éléments (Cu, Mo, Ag, Cd et U) ne sont pas reportées car elles sont comparables aux valeurs obtenues dans la solution témoin (de l'ordre du centième de ppb).

Les teneurs en Cr, Ni et Th dans les solutions s'accroissent de la première à la dernière mise en contact (Cr passe de 4,04 à 6,75 ppb, Ni d'inférieur à la limite de détection à 6 ppb et Th de 0,6 à 1,1 ppb). Par contre, la teneur en Mn (182,7 ; 1160,7 et 1111,4 ppb) plafonne lors de la deuxième mise en contact. Les teneurs obtenues dans les solutions pour As, Sb et Hg lors des trois lixiviations successives restent faibles (2,1 à 0,04 ppb) et ne présentent donc pas d'évolution significative.

-III.2.1.3 Essai de lixiviation de l'horizon 13 B2h :

Pour la première, la deuxième et la troisième mise en contact de 100 grammes d'échantillon avec 1 kilogramme d'eau, les pH sont respectivement de 5,7; 4,9 et 4,9. Ils sont semblables à ceux obtenus pour l'horizon précédent et montrent la même croissance de l'acidité entre la première et la deuxième lixiviation.

Les teneurs des différents cations métalliques dans les lixiviats sont donnés dans l'annexe A3 et la figure 10.

Mn présente encore la fraction soluble cumulée la plus importante (3,2 mg/kg). Elle correspond cependant au 1/10^e de la valeur obtenue pour l'horizon précédent en réponse à la très faible concentration en Mn de cet horizon (< à la limite de détection).

Les fractions solubles cumulées les plus importantes après le Mn sont celles du Pb et du Zn (0,15 et 0,11 mg/kg de matière respectivement). Les autres fractions solubles cumulées correspondent au centième de mg/kg de matière (donc très faibles) ou ne peuvent être calculées car les teneurs en solution sont trop peu élevées.

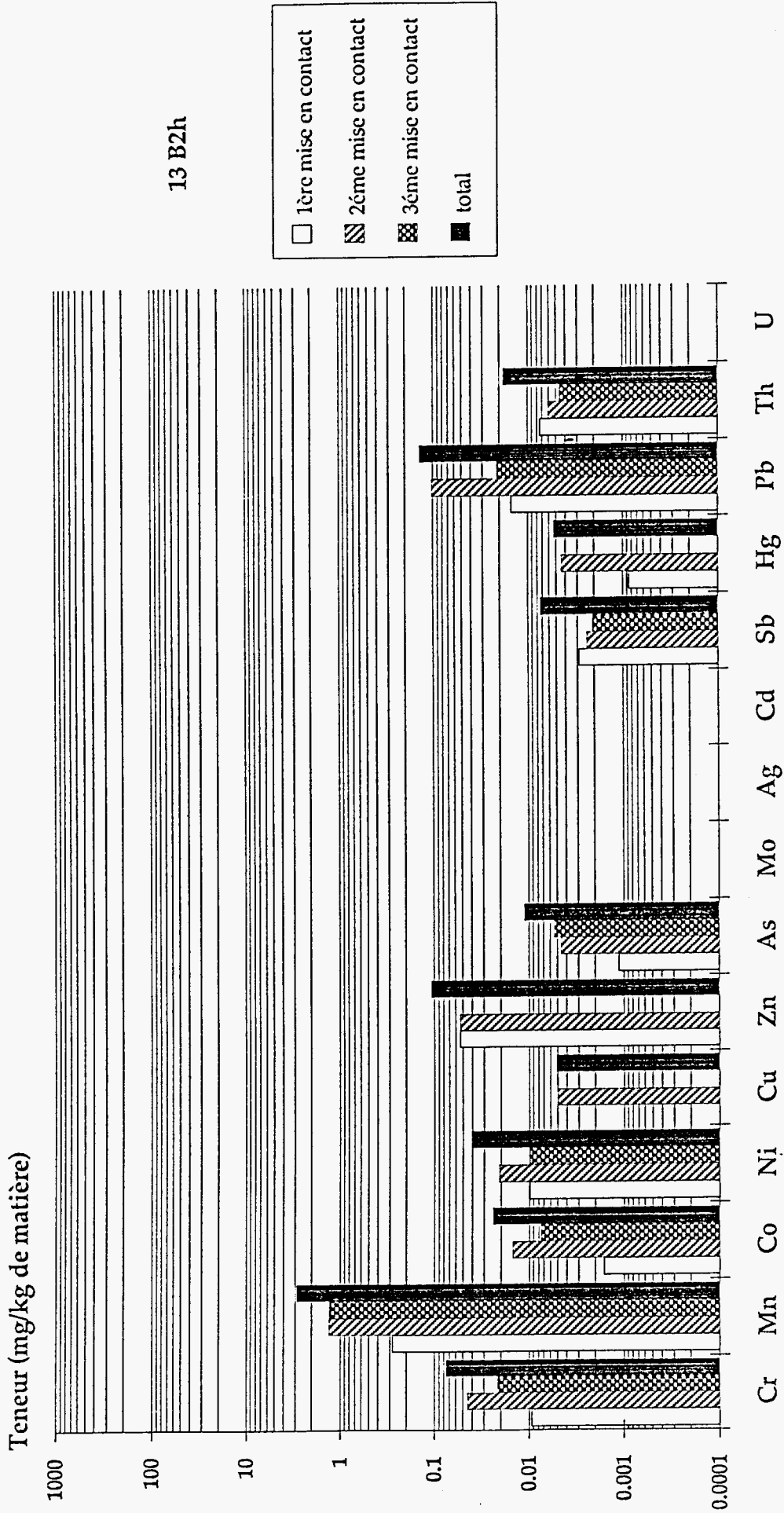


Figure 10 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 13 B2h avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

- III.2.1.4 Essai de lixiviation de l'horizon 13 C1 :

Pour cet horizon, le pH (6,2) reste invariant lors des trois mises en contact successives de 100 grammes d'échantillon avec 1 kilogramme d'eau.

Les teneurs des différents cations métalliques dans les lixiviats sont donnés dans l'annexe A3 et la figure 11.

La fraction soluble cumulée la plus importante est toujours celle du Mn (0,6 mg/kg de matière). Comparée à la fraction soluble cumulée de 13 B1h, elle est 40 fois moins élevée alors que la concentration en Mn dans la roche de départ n'est que 2 fois moins élevée. Le Mn est à sa teneur la plus faible parmi les différents horizons de ce sol (de l'ordre de 20 ppb dans la solution lors de chacune des mises en contact successives). La croissance de la teneur en Mn obtenue dans chacun des essais de lixiviations réalisés successivement avec des échantillons de l'horizon C1, B2h et B1h est **par contre directement corrélée avec le degré de transformation de la roche initiale**. Le Mn est très disponible pour une mise en solution dans l'horizon B des sols, il l'est beaucoup moins dans la roche peu altérée (horizon C) et encore moins dans les granites sains (VB 120-123 et SE 13).

Pour les autres éléments, les fractions solubles ne dépassent pas 5/100^e de mg/kg de matière ou ne sont pas mesurables. Elles sont généralement très inférieures à celles obtenues pour des granites non altérés. Il apparaît donc **les éléments solubles dans ce type de roches altérées ont déjà été lessivés par les eaux météoriques**.

- III.2.1.5 Essai de lixiviation de l'horizon 13 Bd Fe :

Pour la première, la deuxième et la troisième mise en contact de 100 grammes d'échantillon avec 1 kilogramme d'eau, les pH sont respectivement de 5,3; 5,25 et 5,15. Ce sont les pH, les plus acides obtenus parmi les différents horizons de ce sol et l'on n'observe pas l'évolution vers une acidification de la première à la deuxième lixiviation observée pour les échantillons précédents.

Les teneurs des différents cations métalliques dans les lixiviats sont donnés dans l'annexe A3 et la figure 12.

Les teneurs trouvées ici pour la majorité des éléments sont 10 fois moins élevées que les teneurs obtenues lors des essais de lixiviation de l'échantillon 13 B1h (couche superficielle présentant un degré d'altération nettement plus important).

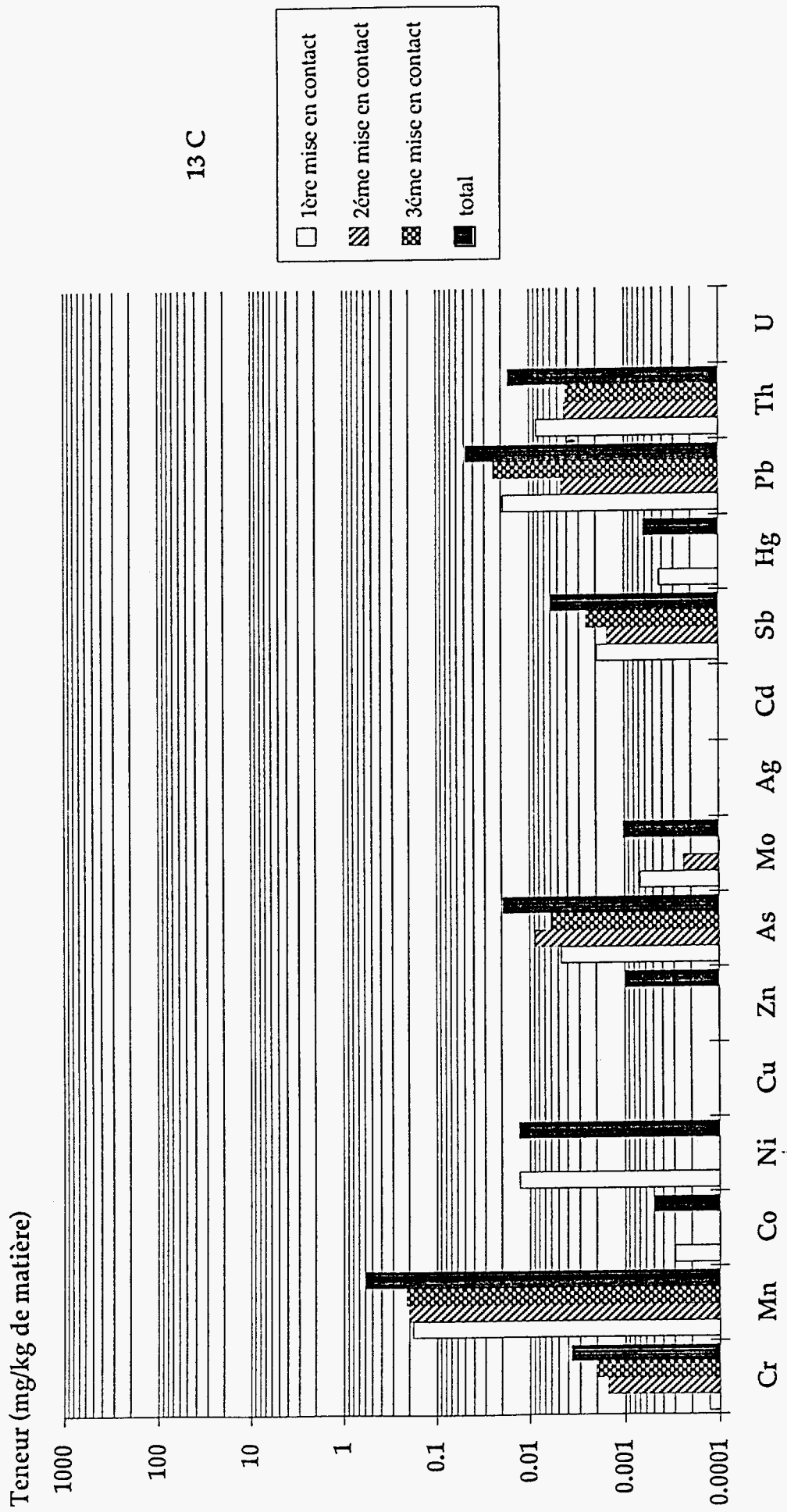


Figure 11 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 13 C avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

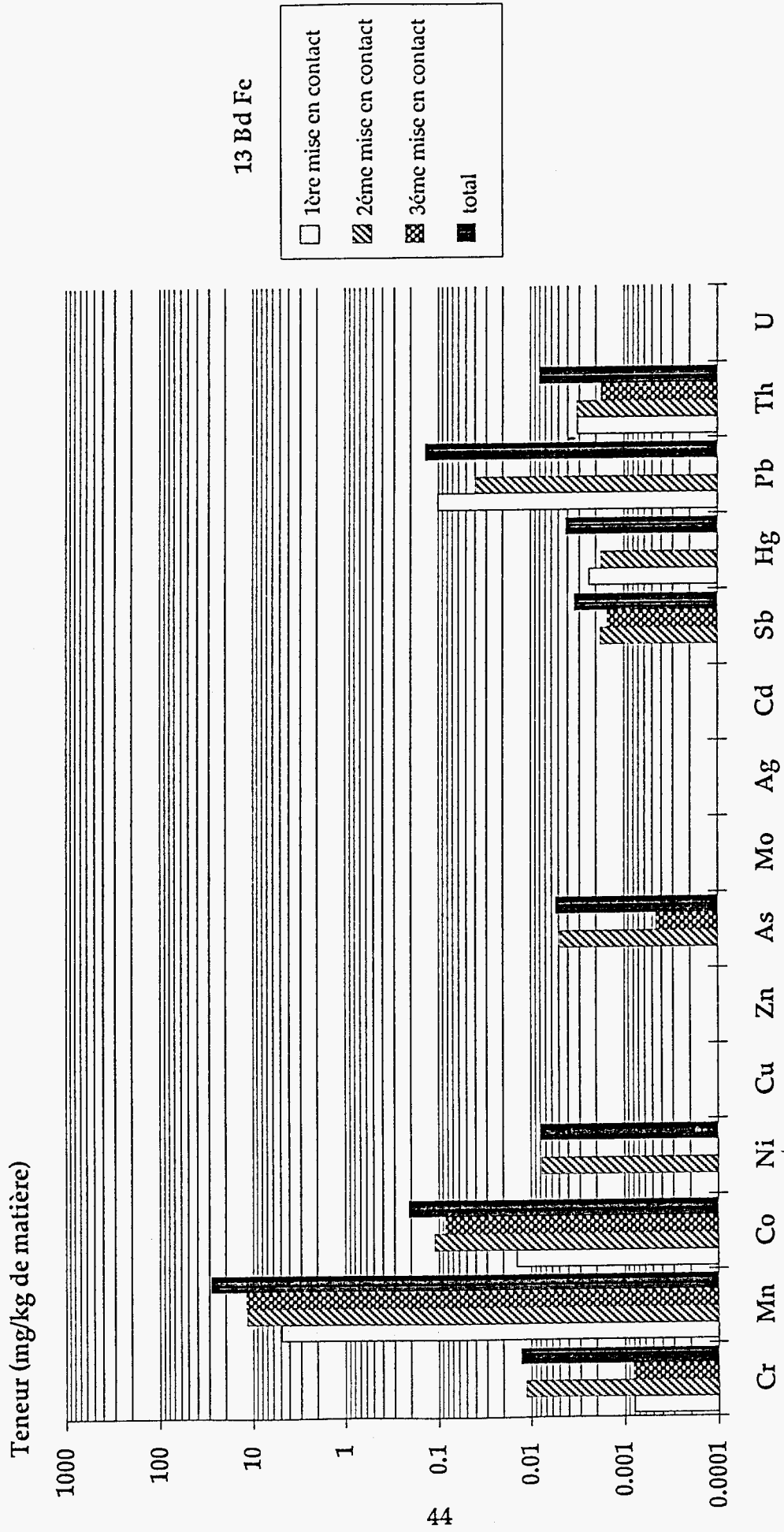


Figure 12 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 13 Bd Fe avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

La teneur en Mn dans la solution atteint son maximum lors de la troisième mise en contact (1385 ppb) et sa fraction soluble cumulée est de 32,1 mg/kg de matière. Les fractions solubles cumulées de Co et Pb sont respectivement de 0,21 et 0,15 mg/kg de matière respectivement. Celle du Cr n'est que de 0,009 mg/kg de matière .

- III.2.1.6 Comparaison du comportement des quatre horizons (13 Bd Fe, 13 C, 13 B2h, 13 B 1h) à la lixiviation ::

Le long de ce profil pédologique, il y a une augmentation de la fraction soluble cumulée avec l'élévation du degré d'altération (de l'horizon C à l'horizon B1h) pour la plupart des éléments (Cr, Mn, Co, Ni, Zn, Sb, Hg) (Fig. 13) L'horizon Bd Fe se comporte pour la majorité des éléments plutôt comme un horizon B malgré sa localisation au sein de l'horizon C. Les fractions solubles cumulées des différents cations métalliques sont représentées sur la figure 13.

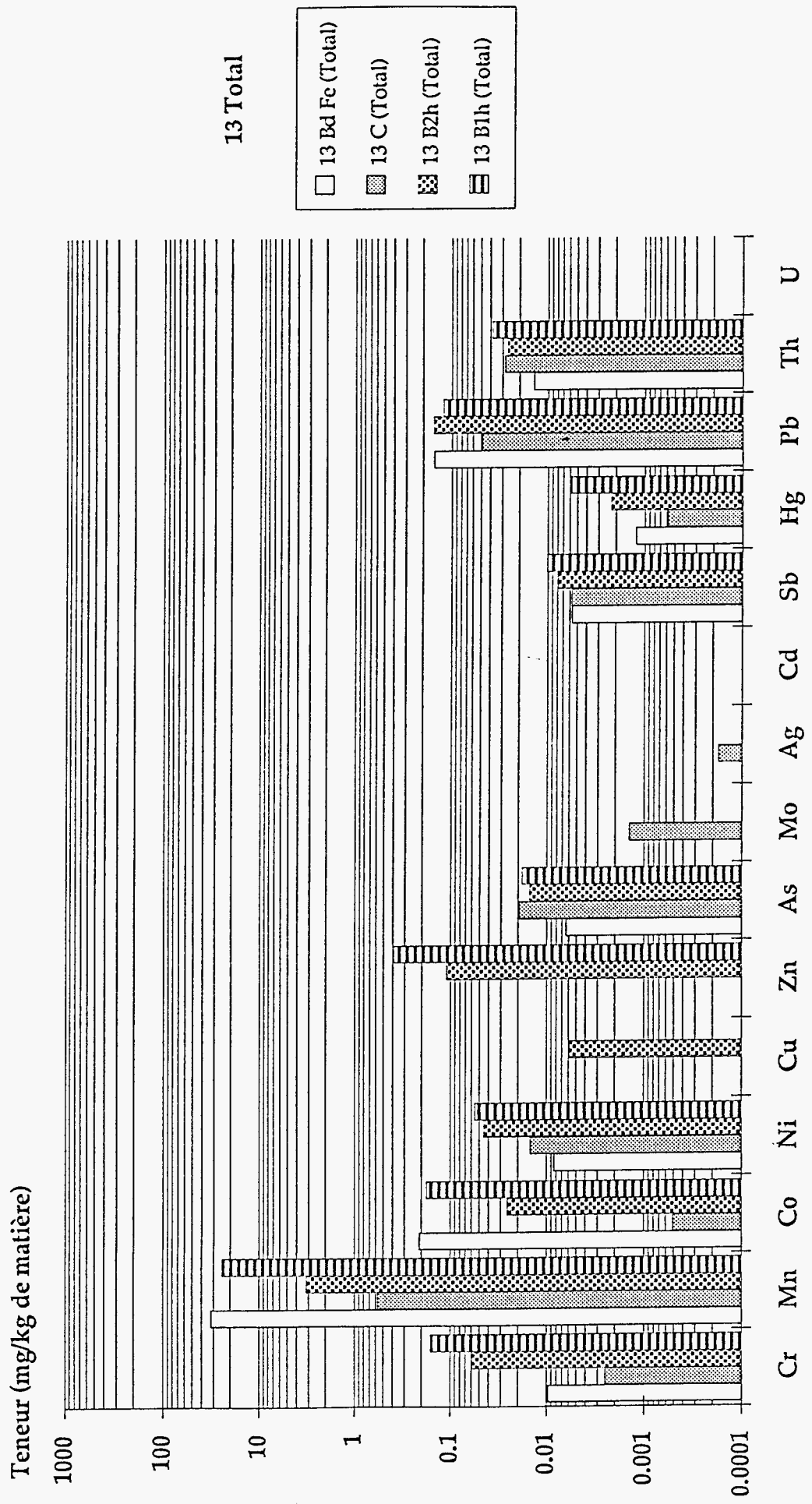


Figure 13 : Fractions solubles cumulées des deux échantillons 13 B2h et 13 B1h.

III.2. Echantillons type 102

- III.2.2.1. Caractéristiques des différents échantillons

Ces échantillons proviennent d'un profil pédologique prélevé sur un faciès granitique appartenant au massif des Ballons (d'où proviennent également les échantillons de granite sain VB 120 et VB 123).

Ce profil pédologique a été caractérisé de la manière suivante par GUENIOT (1983) :

Sol brun ocreux modal (échantillon n°= 102)

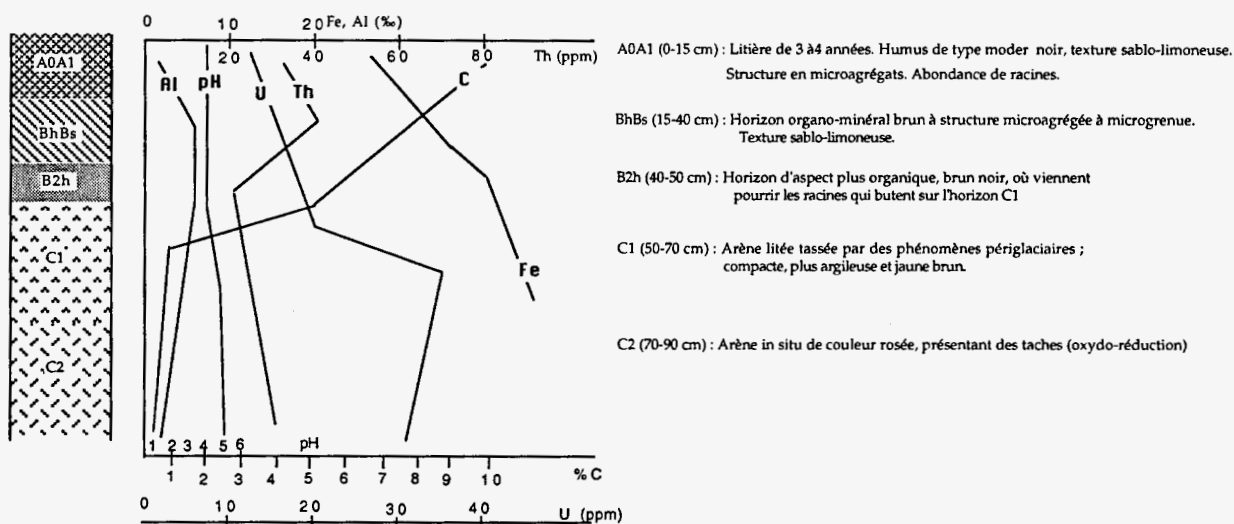
Lieu-dit : Langenberg (Ballon d'Alsace)

Climat : Tempéré océanique (étage montagnard moyen)

Roche mère : Monzonite quartzifère (U moyen 20 ppm - Th moyen 85 ppm)

Topographie : milieu de versant

Végétation : Hêtraie -Sapinière (quelques chênes et épicéas)



Il s'agit d'un sol brun ocreux typique, mais présentant un horizon organique particulier, appelé B2h. Ce sol est situé sur une arène compactée résultant de phénomènes périglaciaires. Les argiles dominantes sont de type illite et chlorite. Elles sont accompagnées de kaolinite au niveau de l'arène en place (altération développée antérieurement à la pédogenèse).

Les deux horizons sélectionnés pour les expériences de lixiviation le long de ce profil sont : Bh et C.

Les résultats des analyses de ces échantillons pour les éléments dosés dans les solutions avant lixiviation sont les suivants :

	102 Bh (teneur en ppm)	102 C (teneur en ppm)
As	57,7	48,8
Co	8,7	19,7
Cr	45,3	45,4
Cu	681	437
Mn	308	308
Mo	15,2	11,7
Ni	14,7	18,8
Pb	92,1	102
Th	71,2	102
U	19,4	36,2
Zn	59,1	111

Des résultats analytiques complémentaires (éléments majeurs et autres éléments en trace) sont donnés en annexe A2

-III.2.2.2. Essai de lixiviation de l'horizon 102 Bh :

Pour la première, la deuxième et la troisième mise en contact de 100 grammes d'échantillon avec 1 kg d'eau, les pH mesurés sont respectivement de 5,6; 5,0 et 5,2. Les teneurs des différents cations métalliques sont données figure 14 et dans l'annexe A3.

La fraction soluble cumulée la plus importante correspond toujours à celle du Mn (élément généralement très mobile dans ce type de sol). Elle s'élève à 18,3 mg/kg de matière. On observe comme dans les sols précédent l'atteinte d'un maximum de solubilisation lors de la deuxième mise en contact de l'échantillon avec l'eau.

Les solubilités de Cu et de Pb se situent entre 14 et 27 ppb et entre 4 et 16 ppb, avec des fractions solubles cumulées de 0,7 et 0,25 mg/kg de matière respectivement.

La fraction soluble cumulée du Zn atteint 0,05 mg/kg de matière.

Les autres fractions solubles cumulées sont encore plus faibles (< à 0,04 mg/kg de matière).

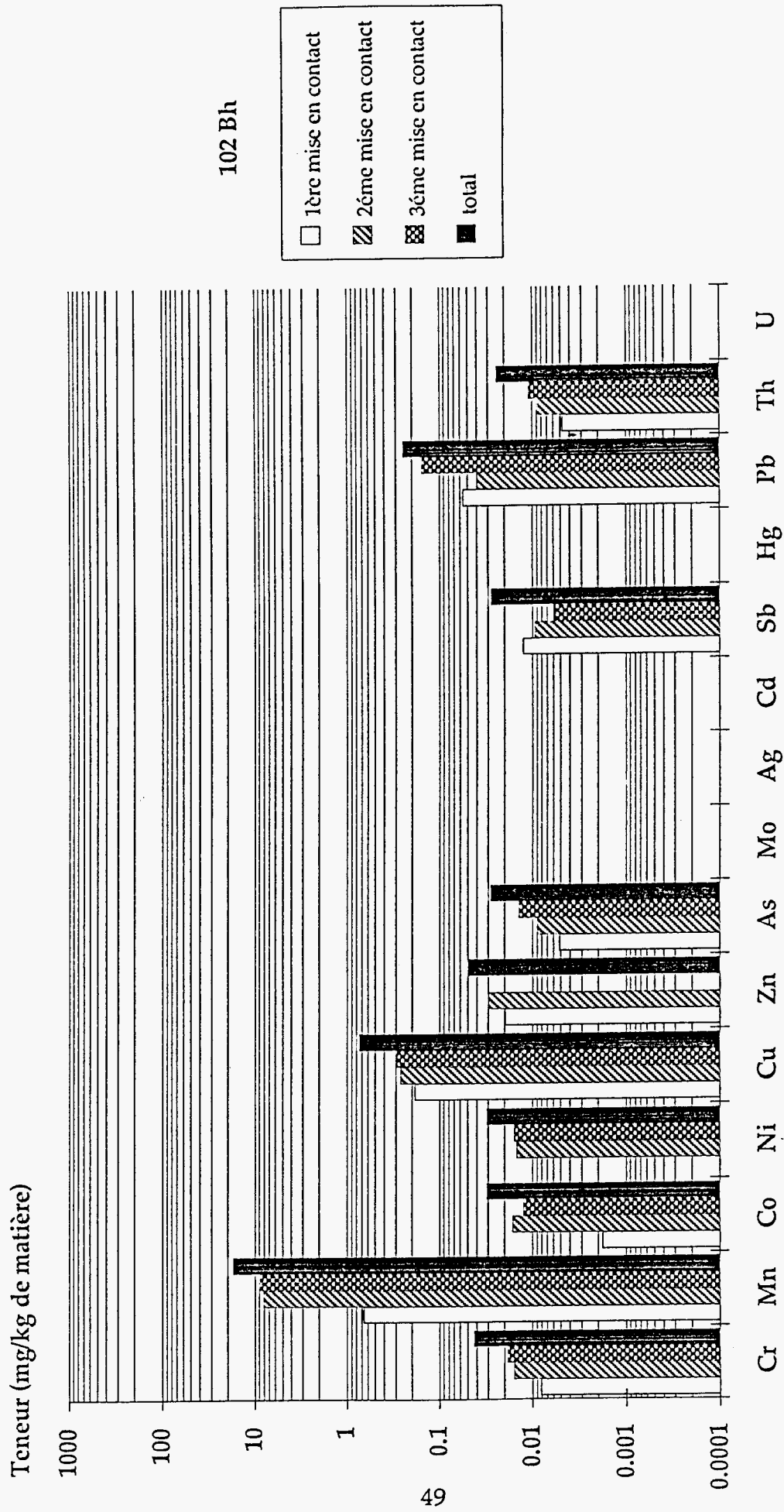


Figure 14 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 102 Bh avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.



Figure 15 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon 102 C avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

-III.2.2.3. Essai de lixiviation de l'horizon 102 C :

Pour la première, la deuxième et la troisième mise en contact de 100 grammes d'échantillon avec 1 kilogramme d'eau, le pH mesuré est respectivement de 5,6 ; 5,3 et 5,5. Les teneurs des différents cations métalliques dans les solutions sont donnés dans l'annexe A3 et la figure 15.

Le Mn montre là encore la plus forte fraction soluble cumulée (8,1 mg/kg de matière), parmi les éléments dosés. Elle est toutefois inférieure à celle mesurée dans l'horizon précédent (Bh) qui a subi une altération plus intense .

Le Pb quant à lui a une fraction soluble cumulée de 0,22 mg/kg de matière et le Th de 0,18 mg/kg de matière.

Les fractions solubles cumulées des autres éléments sont encore très faibles (< à 0,02 mg/kg de matière).

- III.2.2.4. Comparaison du comportement des deux horizons (102 Bh et 102 C) à la lixiviation :

Comme nous avons pu l'observer dans le profil pédologique précédent, les éléments sont libérés en quantités plus importantes dans l'horizon le plus altéré (102 Bh) par rapport à l'horizon le moins altéré (102 C). Seul le Th présente un comportement inverse au niveau de ce dernier profil.

Les fractions solubles cumulées des différents cations métalliques sont données dans la figure 16.

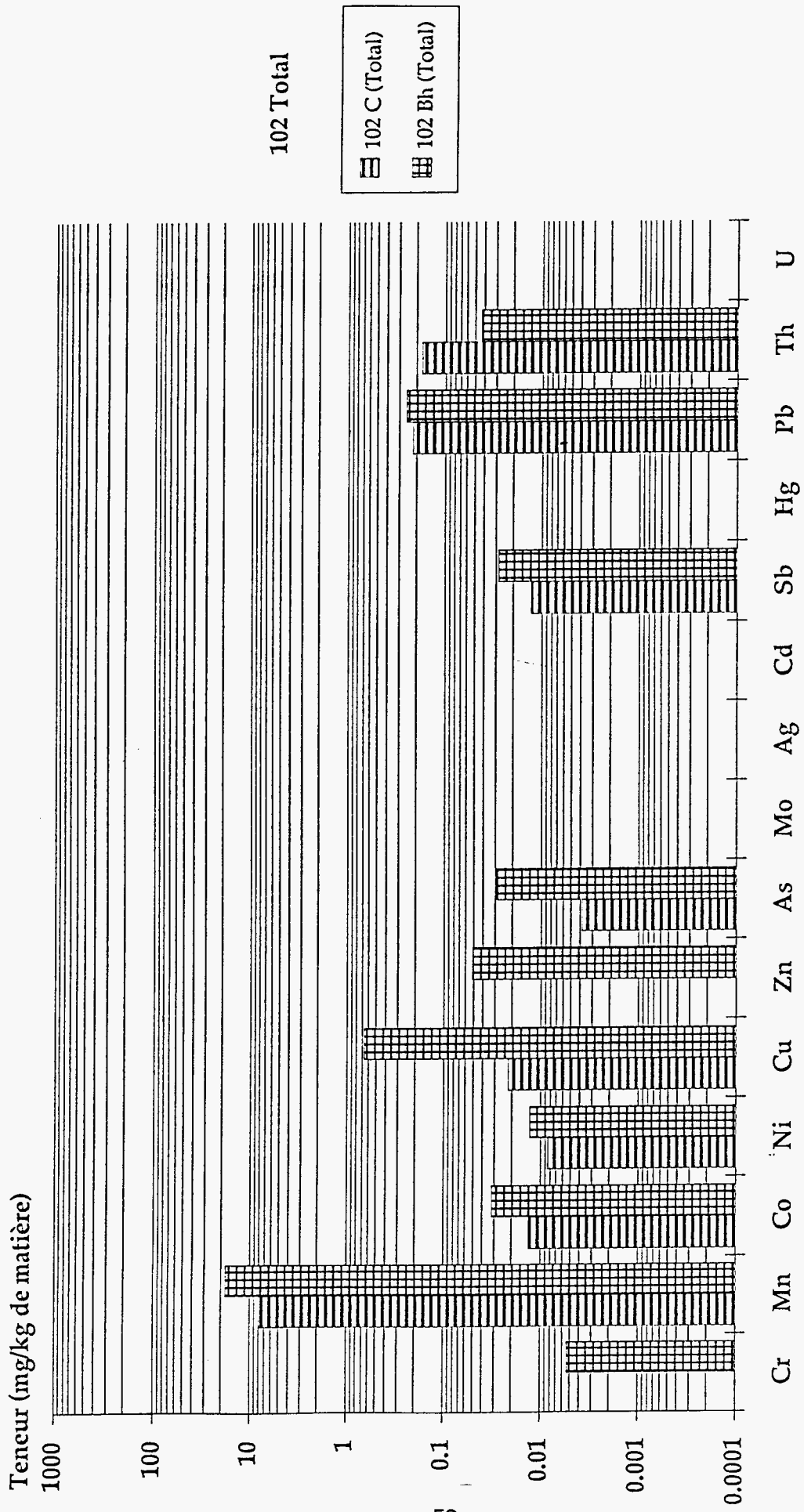


Figure 16 : Fractions solubles cumulées des deux échantillons 102 C et 102 Bh.

III.2.3. Echantillon type 113

Cet échantillon provient d'un profil pédologique prélevé sur des faciès granitiques appartenant au massif des Ballons dans les Vosges méridionales (d'où proviennent également les échantillons sains VB 120 et VB 123). Il s'agit de l'horizon A/B caractérisé par une teneur importante en matières organiques.

- III.2.3.1. Caractéristiques de l'échantillon

Ce profil pédologique a été caractérisé de la manière suivante par GUENIOT (1983) :

Sol colluvial humifère (échantillon n°= 113)

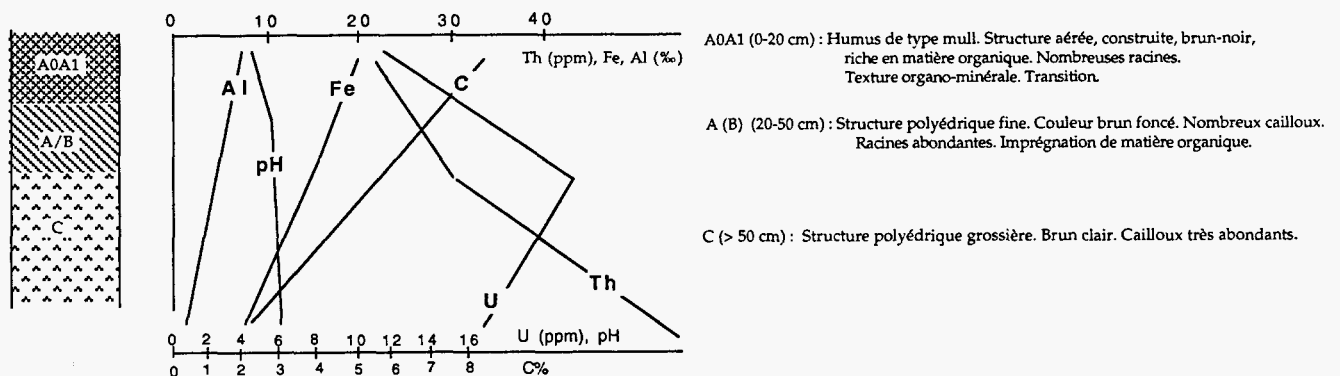
Lieu-dit : Ballon de Servance (Vosges méridionales)

Climat : Montagnard atlantique)

Substrat géologique : Monzonite des Ballons (U moyen 13 ppm)

Topographie : forte pente 1/3 inférieur

Végétation : Hêtraie -Sapinière .



Il s'agit d'un sol peu différencié et peu profond en raison de la forte pente existant à l'endroit du prélèvement qui provoque un rajeunissement continu de ce profil. Quoique relativement riche en matière organique (8 % de Corg. au niveau de l'horizon A0A1), il est peu acide donc relativement riche en bases. Ceci provient du fait que les apports latéraux compensent les départs.

Du fait de la faible épaisseur de ce profil, un seul échantillon a été sélectionné, il s'agit de l'horizon A/B. Les résultats des analyses de cet échantillon pour les éléments dosés dans les solutions avant lixiviation sont les suivants :

	113 A/B (teneur en ppm)
As	13
Co	9,3
Cr	68,3
Cu	4,0
Mn	539
Mo	1,5
Ni	21,3
Pb	78,6
Th	38,7
U	10,2
Zn	84,3

Des résultats analytiques complémentaires (éléments majeurs et autre éléments en trace) sont donnés en annexe A2

-III.2.3.2. Essai de lixiviation de l'horizon 113 A/B :

Les pH des solutions de la première, deuxième et troisième mise en contact de 100 grammes d'échantillon avec 1 kg d'eau, sont respectivement de 5,4, 5,6 et 5,4. Les teneurs des différents cations métalliques sont donnés en annexe A3 et figure 17.

Une très forte fraction soluble cumulée est de nouveau observée pour Mn (21,1 mg/kg de matière) et là encore un fort accroissement de la solubilité de Mn est obtenu lors de la deuxième mise en contact de l'échantillon avec l'eau .

La fraction soluble cumulée de Pb est de 0,28 mg/kg de matière et celle du Zn est de 0,21 mg/kg de matière. Les autres fractions solubles cumulées ne sont pas significatives (< 0,07 mg/kg de matière).

Les valeurs obtenues ici sont très comparables à celles obtenues pour les échantillons 13 B1h et 102 Bh. Mise à part une plus forte teneur en Cr dans l'échantillon 13 B1h (teneur totale 17 ppb) et une plus faible teneur totale en Pb dans les échantillons 13 B1h et 102 Bh (12 ppb et 2,6 ppb respectivement) ainsi qu'une plus faible teneur totale en Zn (5 ppb) dans l'échantillon 102 Bh par rapport aux teneurs de l'échantillon 113 A/B, les fraction solubles cumulées des autre éléments sont quasiment identiques.

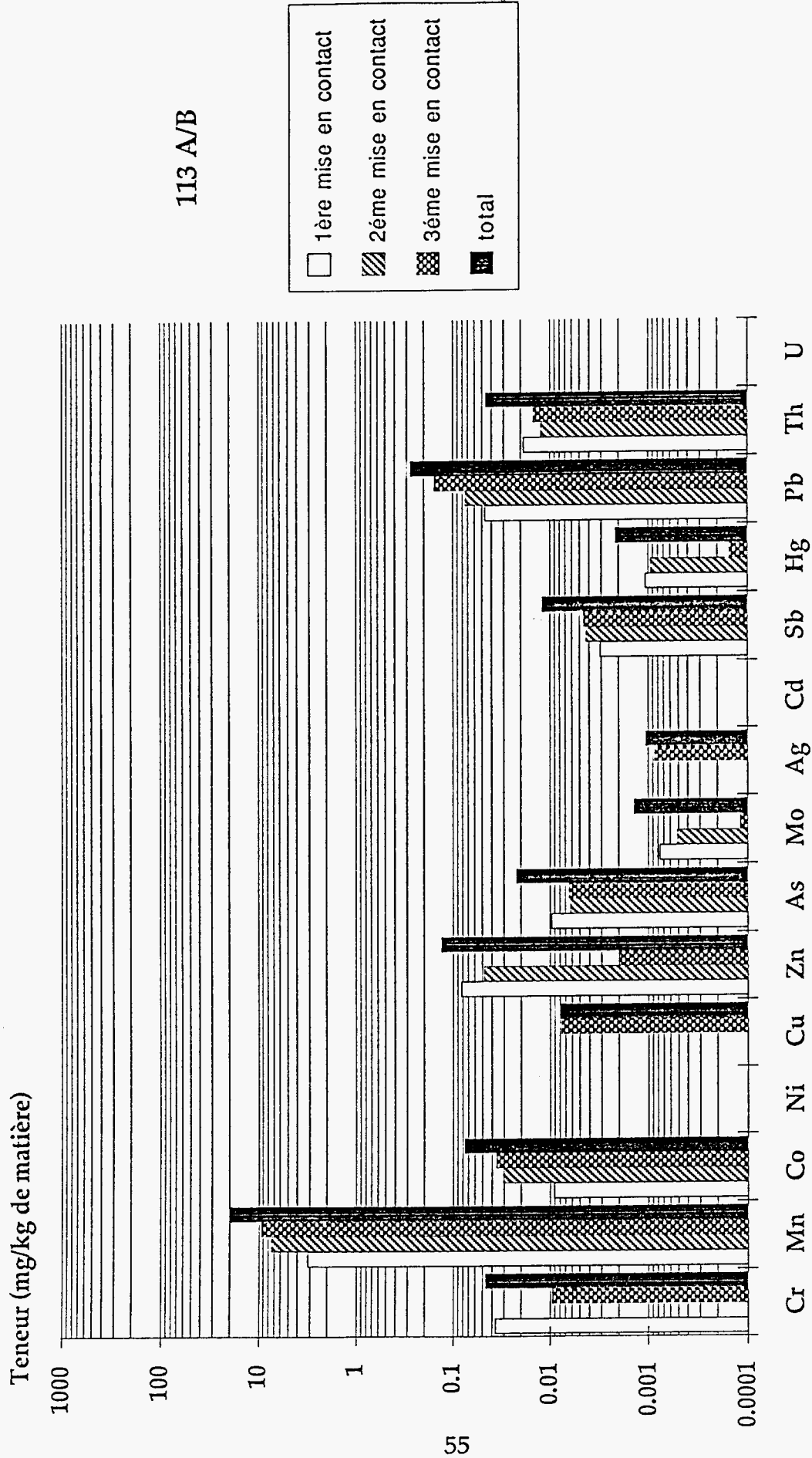


Figure 17 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives grammes de l'échantillon 113 A/B avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

III-3. RÉSULTATS SUR LES MINERAIS

III.3.1. Caractéristiques générales des minerais étudiés

Huit minerais différents ont été étudiés dans le cadre de ce travail. Les grands types de gisement européens présentant la gamme d'éléments métalliques pris en compte dans les normes la plus large possible et des supports minéralogiques différents (oxydes, sulfures, sulfoarséniures) ont été sélectionnés. Les principales caractéristiques de ces minerais sont résumés dans le tableau suivant :

Noms des gisements	Principaux métaux	Minéraux	Pays d'origine
Bourneix	Au, As, Pb, Sb	Au natif et sulfures	France
Salsigne	Au, As, Cu, Bi	Sulfures et sulfoarséniures	France
Malines	Zn, Pb, Cu, Cd	Sulfures	France
Bou Madine	Zn, Pb, Cu, As, Sb, Cd, Bi, Se	Sulfures	Maroc
Moinho (Aljustrel)	Cu, Zn, Pb, As, Sb, Hg, Cd	Sulfures	Portugal
Nevès Corvo	Cu, Zn, Pb, As, Sb, Hg, Cd	Sulfures	Portugal
Bragança	Cr, Ni	Oxydes	Portugal
Almaden	Hg	Sulfure	Espagne

Les principaux métaux pour lesquels l'exploitation minière a été développée sont signalés en caractères gras. La concentration en éléments métalliques exploités est de l'ordre de plusieurs % à quelques dizaines de %. Les autres éléments métalliques mentionnés présentent des concentrations de l'ordre de quelques centaines à quelques milliers de ppm.

III.3.2. La lixiviation du minerai Bourneix :

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviations les pH sont respectivement de 7,2 ; 7,1 et 7,9.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 18.

Pour les trois mises en contact successives des 100 mg de minerai avec 1 kg d'eau, les concentrations des différents éléments sont très voisines ; avec pour la plupart des éléments une **solubilité maximale lors de la première mise en contact (exceptée pour Pb, Ag et Cu où la solubilité est plus faible pour la première mise en contact de l'échantillon avec l'eau)**.

La fraction soluble la plus importante est obtenue pour As (12,17 mg/kg de matière); cette fraction soluble cumulée est largement au-dessus de la norme (< 5 mg/kg de matière), les teneurs en As dans les différentes solutions de lixiviation sont comprises entre 340 et 469 ppb. Cet élément est présent dans le minerai dans des sites comportant une fraction facilement soluble (sulfure).

Ensuite viennent les fractions solubles cumulées du Mn et de Sb qui s'élèvent à 0,23 mg/kg de matière et 0,33 mg/kg de matière respectivement.

Pour les autres éléments, les fractions solubles cumulées sont faibles et s'étendent entre 0,01 et 0,001 mg/kg de matière.

Teneur (mg/kg de matière)



Figure 18 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Bourneix avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

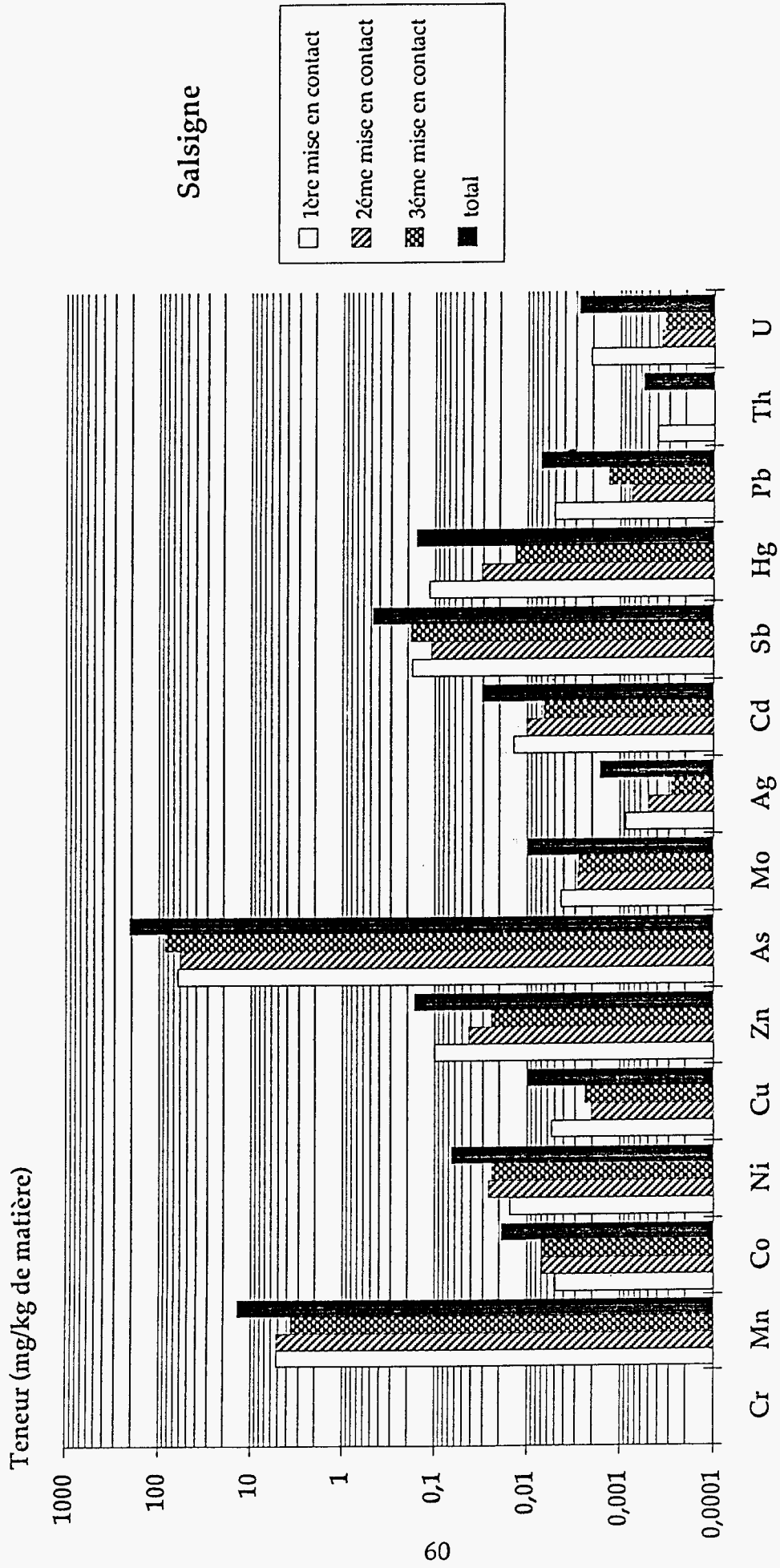


Figure 19 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Salsigne avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Teneur (mg/kg de matière)



Bourneix

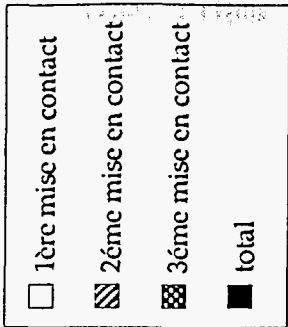


Figure 18 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Bourneix avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.



Figure 19 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Salsigne avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

III.3.3. La lixiviation du minerai Salsigne :

Pour la première, la deuxième et la troisième lixiviations les pH sont respectivement de 4,6 ; 5,0 et 4,5.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 19. Pour les trois mises en contact successives, les concentrations des différents éléments restent très comparables.

La fraction cumulée la plus importante est celle de As (210,37 mg/kg de matière). Cette fraction soluble cumulée correspond à 42 fois la quantité maximale imposée par les normes industrielles. Les quantités d'As dans les différentes solutions (1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact de l'échantillon avec l'eau correspondent respectivement à 6385, 5932 et 8720 ppb). Ces teneurs sont très élevées et montrent que l'arsenic est très facilement soluble et représente source de contamination des eaux phréatiques dans un minerai composé en grande partie de sulfo-arséniures.

La fraction soluble cumulée de Mn (élément très mobile) s'élève à 14,2 mg/kg de matière. Les fractions solubles cumulées de Zn, Sb et Hg sont comprises entre 1 et 0,1 mg/kg de matière (0,17; 0,47 et 0,16 mg/kg de matière respectivement).

Pour les autres éléments, les fractions solubles cumulées sont inférieures à 10⁻² mg/kg de matière. Ceci correspond à des teneurs dans les solutions de quelques ppb seulement.

III.3.4 La lixiviation du minerai Malines :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont respectivement de 7,4 - 7,6 et 7,8.

Les teneurs des éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données en annexe A3. Les fractions solubles des différents éléments sont représentées figure 20.

Pour la plupart des éléments analysés, les teneurs les plus fortes sont enregistrées lors de la première mise en contact du minerai avec l'eau. Elles 2 à 10 fois plus élevées que pour les deux autres mises en contact, sauf pour Cr, Mn, Co et U pour lesquels les concentrations restent quasiment identiques lors des trois mises en contact successives.

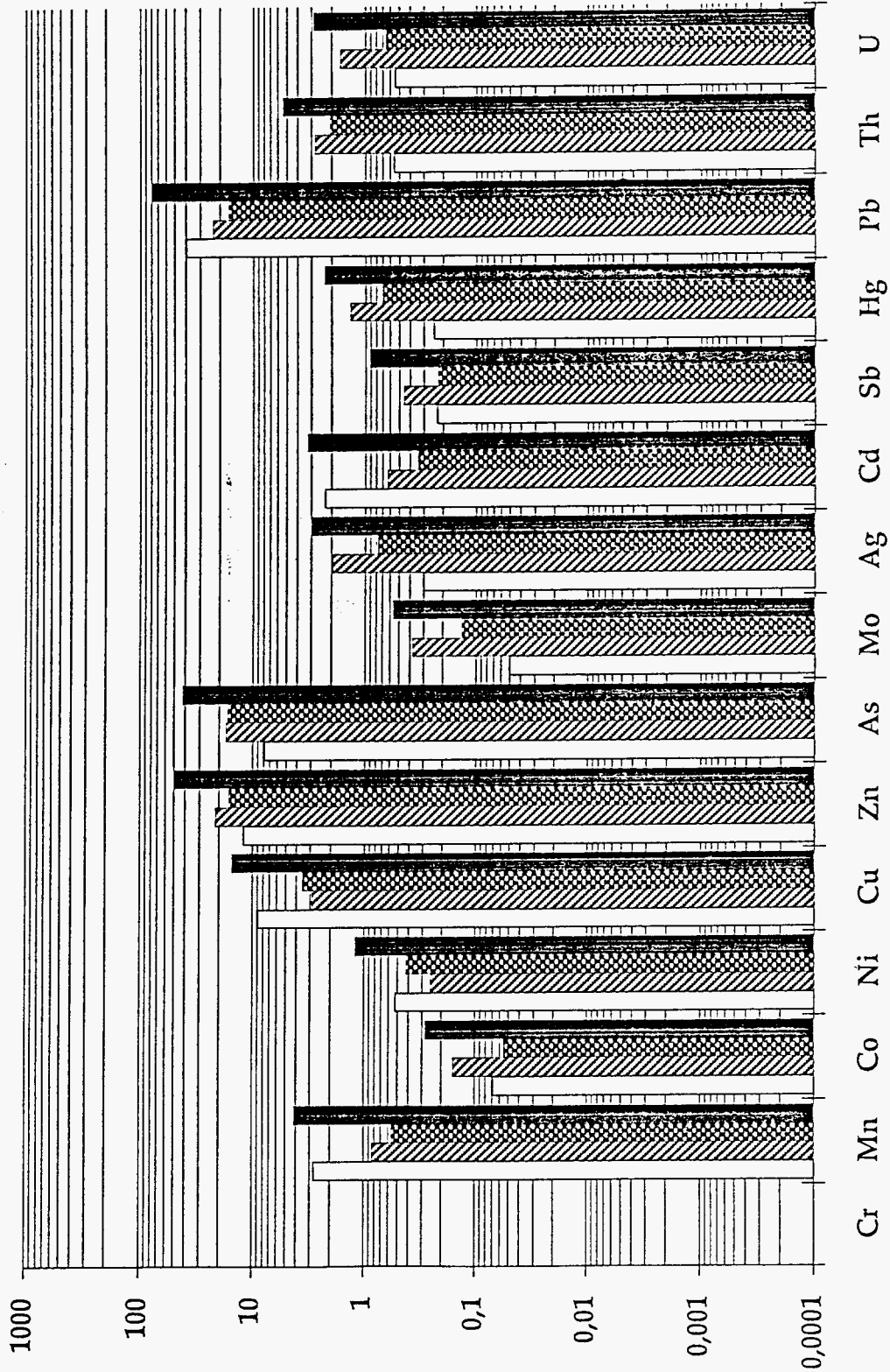
Les fractions solubles cumulées sont très faibles. **La fraction soluble cumulée la plus importante est celle de Mn (2,09 mg/kg de matière) ;** celles de Sb et de Hg sont respectivement de 0,14 et 0,18 mg/kg de matière. Celles des autres éléments sont inférieures à 0,1 mg/kg de matière (concentrations de l'ordre de quelques ppb).

Ce minerai composé essentiellement de sulfures de Zn et Pb (± Cu, Cd) ne présente pas d'élément lixivié en quantités supérieures à celles fixés par la norme.



Figure 20 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Malines avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Teneur (mg/kg de matière)



Bou Madine

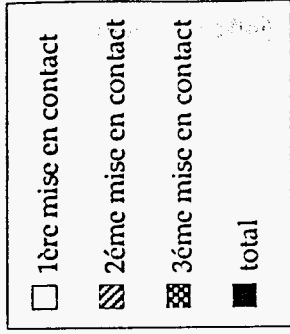


Figure 21 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Bou Madine avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

III.3.5. La lixiviation du minerai Bou Madine :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont respectivement de 4,3 - 4,1 - 4,1.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 21.

L'élément le plus soluble est le Pb (fraction soluble cumulée : 80,35 mg/kg de matière) qui est présent dans ce minerai sous forme de galène. Cette teneur correspond à 1,6 fois la teneur maximale des normes industrielles.

Les solubilités du Zn obtenues pour les trois mises en contact successives du minerai avec l'eau sont respectivement : 1228 ; 2159 et 1650 ppb (fraction soluble cumulée de 50,4 mg/kg de matière). Cette valeur est 4,96 fois inférieure à la teneur maximale imposée par les normes industrielle.

La fraction soluble cumulée du Cu est de 15,53 mg/kg de matière. Ceci correspond à des teneurs de 903 - 295 et 354 ppb dans chacun des 3 lixiviats.

Les teneurs en Cu et Zn dans ces solutions sont donc très faibles bien que le minerai lixivié présente de très fortes teneurs en ces éléments. Zn et Cu présents dans ce minerai entrent respectivement dans la composition de la blende et de la chalcopryrite qui se révèlent particulièrement stables.

L'As à une fraction soluble cumulée importante (42,4 mg/kg de matière) ; cette teneur correspond à 4,8 fois la teneur maximale imposée par les normes industrielles. L'As présent sous forme de sulfuro-arséniures est particulièrement lixiviable.

Les autres éléments ont des fractions solubles cumulées qui se situent entre 0,1 et 10 mg/kg de matière seulement.

III.3.6. La lixiviation du minerai Moinho (Aljustrel) :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont respectivement de 4,0 - 4,9 - 4,5.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 22. Les teneurs obtenues dans les solutions pour les trois mises en contact successives du minerai donnent des résultats similaires.

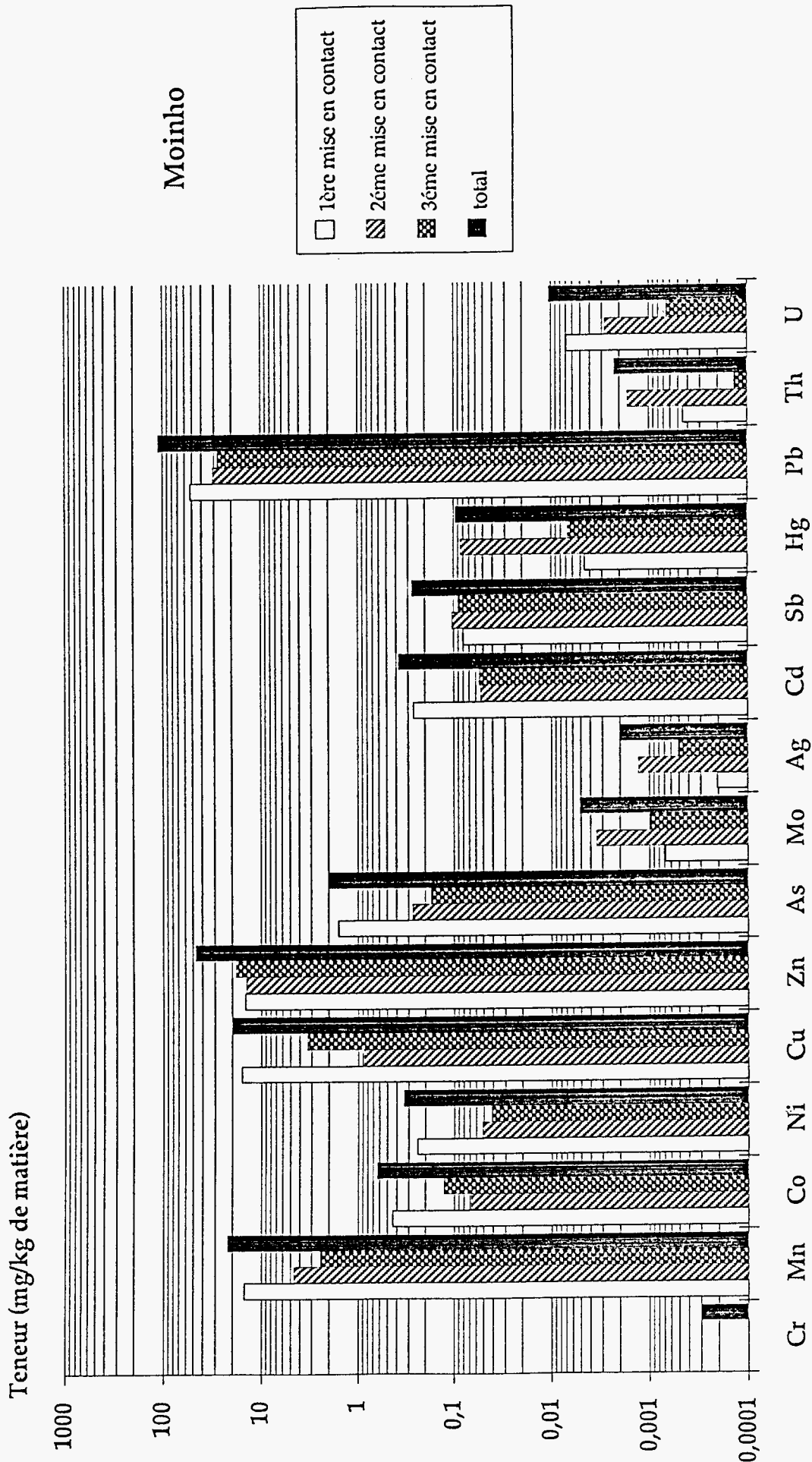


Figure 22 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Moinho avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Le Pb (constituant majeur de ce minerai sous forme de galène) est l'élément le plus lixivié (fraction soluble : 110,9 mg/kg de matière). Les teneurs dans les différentes solutions de lixiviation sont respectivement 5225, 3100 et 2770 ppb pour les trois mises en contact successives du minerai. **La norme industrielle étant < à 50 mg/kg de matière, ces fractions solubles cumulées correspondent à 2,2 fois cette valeur.** Ce résultat est comparable à la teneur en Pb de la solution obtenue pour le minerai de Bou Madine.

Les fractions solubles cumulées de Mn, Cu et Zn correspondent à 22,39 - 20,30 et 47,40 mg/kg de matière respectivement.

La solubilité de As est respectivement de 159,6 - 27,4 et 17,6 ppb dans chacune des solutions de lixiviation. Ces teneurs correspondent à une fraction soluble cumulée de 2,05 mg/kg de matière. Elle reste inférieure à la norme industrielle qui est de 5 mg/kg).

Les fractions solubles cumulées des autres éléments étudiés sont inférieures à 1 mg/kg de matière.

III.3.7. La lixiviation du minerai Nevès Corvo :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont respectivement de 6,1 - 6,4 - 6,4.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 23. Les teneurs de la plupart des éléments dans les solutions décroissent de la première à la troisième mise en contact de l'échantillon avec le minerai.

Parmi les constituants majeurs du minerai (sulfures de Cu, Zn et Pb) seule la **fraction soluble du Zn se révèle très importante (102,9 mg/kg de matière) . Cette valeur reste toutefois 2,4 fois inférieure à la norme maximale industrielle (250 mg/kg de matière).** Dans les solutions des trois lixiviations successives les teneurs s'élèvent à 8982, 1293 et 12,8 ppb respectivement. Les fractions solubles cumulées des éléments tels que Mn, Co, Cu et Pb restent comprises entre 1 et 23 mg/kg de matière (respectivement 16,67; 4,96; 23,3 et 1,6).

Pour les autres éléments, les fractions solubles cumulées sont inférieures à 1 mg/kg de matière.

III.3.8. La lixiviation du minerai Bragança :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont de 6,1 - 6,4 - 6,4 respectivement.



Figure 23 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Nevès Corvo avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.



Figure 24 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Bragança avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.



Figure 25 : Teneurs en éléments dans les solutions provenant des trois mises en contact successives de 100 grammes de l'échantillon Almaden avec 1 kilogramme d'eau et Fractions solubles cumulées.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviation ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 24. Les fractions solubles cumulées sont ici très faibles (< 1 mg/kg de matière).

La fraction soluble cumulée du Ni est la plus importante (0,675 mg/kg de matière) ; elle correspond à 44,4; 13,9 et 9,2 ppb dans chacune des solutions de lixiviation (de la première à la troisième solution correspondant aux différentes mises en contact des solutions avec le minerai).

La fraction soluble cumulée du Cr ne correspond qu'à 0,48 mg/kg de matière ; le minerai étant un oxyde de chrome (la chromite) peu soluble. Les fractions solubles cumulées des autres éléments étudiés sont inférieures à 0,06 mg/kg de matière.

III.3.9. La lixiviation du minerai Almaden :

Pour les 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} lixiviations les pH sont respectivement de 6,9 - 6,8 - 6,9.

Les teneurs des différents éléments contenus dans les solutions après la 1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} mise en contact avec le minerai ainsi que les fractions solubles cumulées sont données dans l'annexe A3. Les fractions solubles pour les différents éléments sont représentées sur la figure 25.

Tout comme pour la lixiviation du minerai Bragança, la quantité de matière passant en solution lors de la lixiviation du minerai d'Almaden (composé essentiellement le cinabre, de formule HgS) est très faible. Les valeurs des fractions solubles cumulées des différents éléments étudiés ne dépassent pas 1,1 mg/kg de matière.

La fraction soluble cumulée de Hg ne correspond qu'à 1,1 mg/kg de matière ; celles de Mn, Zn et As sont respectivement de 0,29 - 0,22 - 0,14 mg/kg de matière. Les autres élément ont des teneurs en solution de l'ordre du ppb (10^{-2} mg/kg de matière).

III.4. REPRODUCTIBILITÉ DES TESTS DE LIXIVIATION

III.4.1. Tests sur le granite VB 120 :

Dans le cas des roches, deux essais comportant chacun trois mises en contact successives ont été réalisés afin de tester la reproductibilité des résultats (annexe A3 Bis). L'échantillon qui a été choisi est le granite VB 120. Trois éléments présentent des fractions solubles cumulées sensiblement différentes : Ni, Pb et U. Les fractions solubles cumulées de ces éléments dans les deux essais sont comparées dans le tableau suivant :

Roche	Elément	fraction soluble cumulée (mg/kg de matière)	
		1 ^{er} Essai	2 ^{ème} Essai
VB 120	Ni	0,011	<0,0003
	Pb	0,0077	0,036
	U	0,0807	0,0228

On peut remarquer que les fluctuations importantes de concentration ne concernent que des éléments présentant des fractions solubles cumulées de très faible importance et de toute manière nettement en dessous des seuils réglementaires. Pour les autres éléments les résultats montrent une très bonne reproductibilité. Ces tests représentent également une preuve supplémentaire du bon choix de la technique employée (ICP-MS) pour l'analyse des lixiviats.

III.4.2. Tests sur les minerais :

Les essais de lixiviation ont été répétés deux fois pour les minerais de Salsigne, Moinho et Nevès Corvo. Ils sont très comparables pour les éléments présents en concentration jusqu'à une dizaine de ppb. Les éléments présents en faible quantité (de l'ordre du ppb) montrent des variations de concentration beaucoup plus importantes de leurs fractions solubles cumulées comme pour les tests conduits sur le granite VB 120.

Les différences les plus importantes sont observées pour :

- Zn pour les deux essais de lixiviation du minerai de Nevès Corvo,
- Hg et Pb pour les essais de lixiviation du minerai de Salsigne,
- Cu pour les essais de lixiviation du minerai de Moinho.

Ces variations sont présentées dans le tableau suivant :

Minerai	Elément	Fraction Soluble Cumulée (mg/kg de matière)	
		1 ^{er} Essai	2 ^{ème} Essai
Nevès Corvo	Zn	102,9	25,7
Salsigne	Hg	0,16	5,58
	Pb	0,007	2,05
Moinho	Cu	20,3	7,76

Ces différences sont attribuées à la très forte 'hétérogénéité des échantillons de minerai. **Le broyage à une granulométrie de 4 mm préconisé par la réglementation n'est pas suffisant pour assurer un quartage représentatif dans le cas des minerais, car les métaux y sont distribués de manière particulièrement hétérogène.**

III.5. ANALYSES DES ANIONS CONTENUS DANS LES LIXIVIATS (Annexe A4)

III.5.1. Anions dans les lixiviats des roches granitiques :

Les teneurs en anions dans les roches granitiques (VB 120, VB 123 et SE 13) sont très faibles (annexe A4). Les concentrations globales obtenues pour les solutions après les trois mises en contact successives avec la roche sont les suivantes :

- hydrogénocarbonates < 30 ppb
- sulfates < 6 ppb
- fluorures < 3 ppb
- chlorures < 3 ppb
- acétate, oxalate, citrate, nitrate, nitrite et HPO_4^{2-} : ils sont présents en quantités infimes (inférieures aux limites de détections, c'est à dire < 0,5 ou 0,1 ppb).

III.5.2. Anions dans les lixiviats des roches sédimentaires : (annexe A4)

Les teneurs des anions enregistrées dans le cas des roches sédimentaires sont également très faibles :

- le calcaire (WR 15) donne des teneurs en acétate, oxalate, citrate, nitrate, nitrite, HPO_4^{2-} et fluorure en quantités inférieures aux limites de détections des méthodes utilisées (< 0,5 ou 0,1 ppb). La teneur en chlorure après les trois lixiviations successives s'élève à 2,6 ppb. La concentration globale en sulfates après trois mises en contact est de 17 ppb. **La concentration globale la plus élevée est celle des hydrogénocarbonates avec 51 ppb dans le lixiviat final.**

- la grauwacke (WR 24) et le schiste (REND) donnent également de très faibles concentrations en anions dans les lixiviats (< 10 ppb à des teneurs inférieures aux limites de détection \cong 0,1 ppb), (annexe A4). Les teneurs en sulfates après la première lixiviation s'élèvent à 5,4 et 2,0 ppb pour les lixiviats correspondant respectivement au calcaire et au schiste. **La concentration la plus élevée est celle des hydrogénocarbonates avec 6,8 et 8,6 ppb dans le premier lixiviat du calcaire et du schiste respectivement.** Les teneurs des autres anions analysés sont inférieures aux limites de détection.

La concentration totale des différents anions analysés est nettement inférieure à celle des cations dissous. Du fait des très faibles concentrations obtenues lors de la première lixiviation, les anions n'ont pas été dosés dans les solutions obtenues après les deuxième et troisième lixiviations.

III.5.3. Anions dans les lixiviats des roches altérées :

Les teneurs en anions obtenues dans les différents types de roches altérées (13 Bd Fe, 13 C, 13 B2h, 13 B1h ; 102 C, 102 Bh et 113 A/B) sont données dans l'annexe A4. Les concentrations maximales suivantes ont été observées :

- hydrogénocarbonates ≤ 80 ppm

- sulfates $\leq 2,9$ ppm

- fluorures $\leq 1,2$ ppm

- chlorures $\leq 1,0$ ppm

- nitrates et nitrites : ils sont toujours présents en teneurs inférieures à 0,05 et 0,2 ppm respectivement. Ces teneurs, bien que faibles, sont d'environ 1000 fois supérieures à celles observées dans le cas des granites (échantillons VB 120, VB 123 et SE 13), du calcaire (échantillon WR 15), de la grauwacke (échantillon WR 24) et du schiste (échantillon REND) non altérés. Cette différence résulte de l'activité bactérienne et végétale importante régnant dans les profils d'altération pédologique.

III.5.3. Anions dans les lixiviats des roches altérées :

L'analyse des anions contenus dans les lixiviats des minerais (Bourneix, Salsigne, Malines, Moinho, Nevès Corvo, Bragança et Almaden) est donné en annexe A4 :

Les teneurs des différents anions sont comparables à celles observées lors de la lixiviation des roches altérées (13, 102 et 113) sauf pour **les sulfates qui sont en concentrations jusqu'à 275 fois supérieures dans les lixiviats correspondant aux minerais** par rapport aux lixiviats correspondant aux roches altérées. Ces valeurs élevées résultent de l'oxydation partielle des sulfures ou sulfo-arséniures (avant ou pendant la lixiviation) présents en très grande abondance dans la plupart de ces minerais.

- **Sulfates** : les plus fortes concentrations sont obtenues lors des essais de lixiviation des minerais Nevès Corvo, Moinho et Malines respectivement 274, 59 et 45 ppm ; 140, 22 et 25 ppm et 128, 100 et 48 ppm. Les teneurs en sulfates observées lors des analyses des solutions provenant de la lixiviation des autres minerais sulfurés (Bourneix, Almaden et Salsigne sont inférieurs à 40 ppm). Les teneurs en sulfates des trois solutions de lixiviation du minerai Bragança qui ne contient pratiquement pas de sulfures (composé essentiellement d'oxyde de chrome) sont inférieures ou égales à 4 ppm.

- **Chlorures** : la concentration la plus importante a été observée pour la première lixiviation du minerai Nevès Corvo (8,7 ppm). Les teneurs en chlorures obtenues pour les autres lixiviats sont comprises entre 3,1 et < 0,1 ppm.

- **Fluorures** : les teneurs des solutions sont très faibles et du même ordre de grandeur que celles obtenues pour les roches altérées (< 0,1 ppm), sauf pour les deux premiers lixiviats du minerai Malines (1,5 et 1,6 ppm F respectivement).

- **Hydrogénocarbonates** : les teneurs des lixiviats des minerais varient de :

- 30 à 51 ppm pour les Malines
- 15, 20 à 1,7 ppm pour Bragança
- 12, 9,2 à 14 ppm pour le Bourneix

Les concentrations en HCO_3^- des solutions de lixiviation des autres minerais sont toujours inférieures à 4 ppm.

Phosphates : les concentrations obtenues pour les lixiviats des 7 minerais sont toutes inférieures à 1 ppm.

Les teneurs en anions mesurées dans les premières expériences ayant été systématiquement très faibles, les anions n'ont pas été analysés dans les lixiviats de deux roches (le basalte et la rhyolite RE 08) et du minerai Bou Madine .

III.6. COMPARAISON DES ANALYSES DE LIXIVIATION ENTRE ROCHES ET ENTRE MINERAIS

III.6.1. Comparaison des analyses de lixiviation entre roches

Les concentrations des éléments dans les solutions au terme des trois mises en contact pour le granite (VB 123), pour le calcaire (WR 15), pour la grauwacke (WR 24) et pour le schiste (REND) sont reportées sur la figure 27. Le granite VB 123 est représentatif du comportement de l'ensemble des granites étudiés sauf pour Mn et As qui sont présents en teneurs beaucoup plus importantes dans les lixiviats du granite SE 13 (figure 26).

La capacité du schiste à libérer certains éléments est globalement plus importante que celle des autres roches. Ce phénomène peut avoir plusieurs origines :

1) Le broyage du schiste entraîne la formation d'une proportion de particules fines beaucoup plus importante que pour les autres roches. La surface d'échange entre l'eau et la roche est plus importante et peut donc favoriser la libération des éléments.

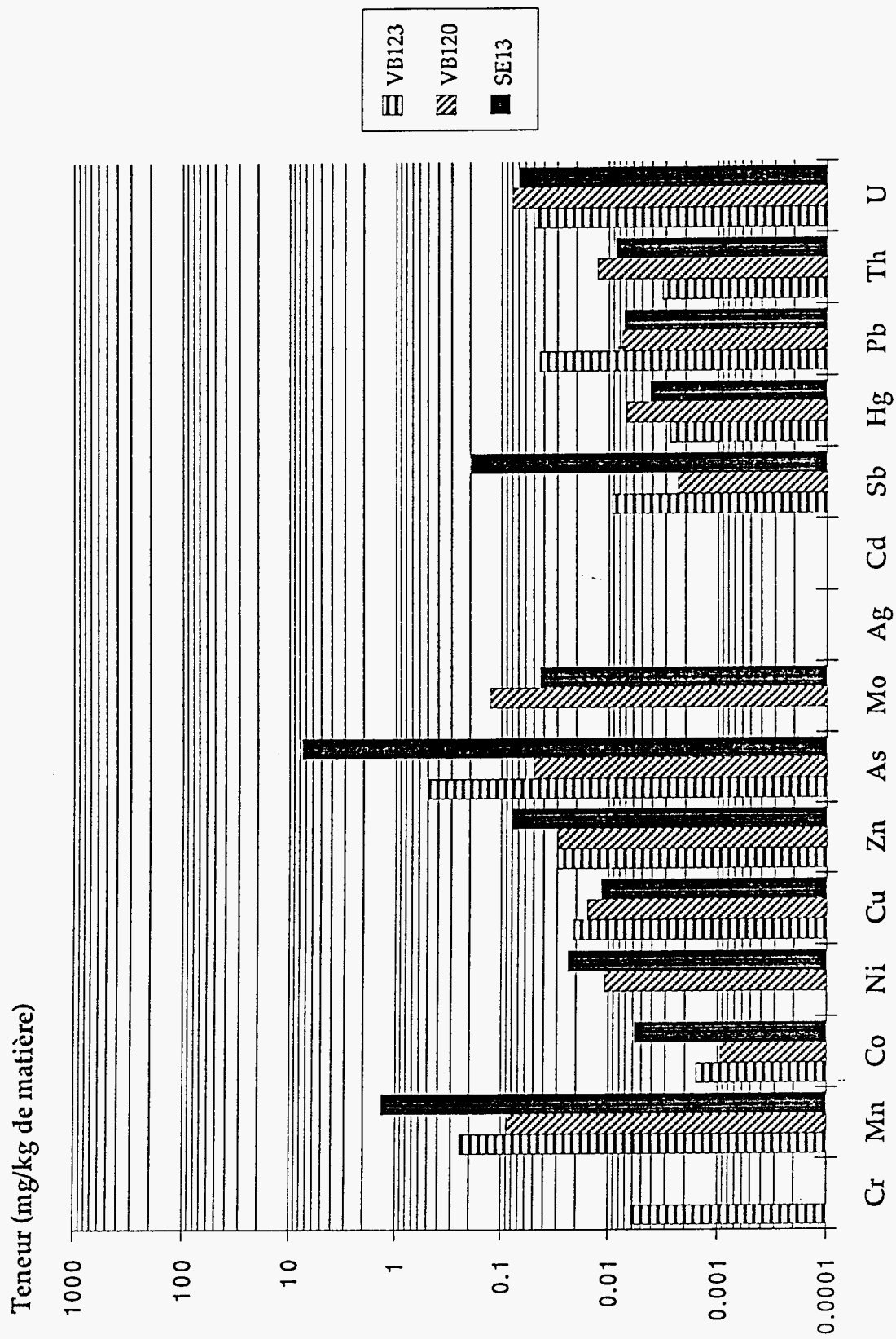


Figure 26 : Fractions solubilisées des granites VB120, VB123 et SE13

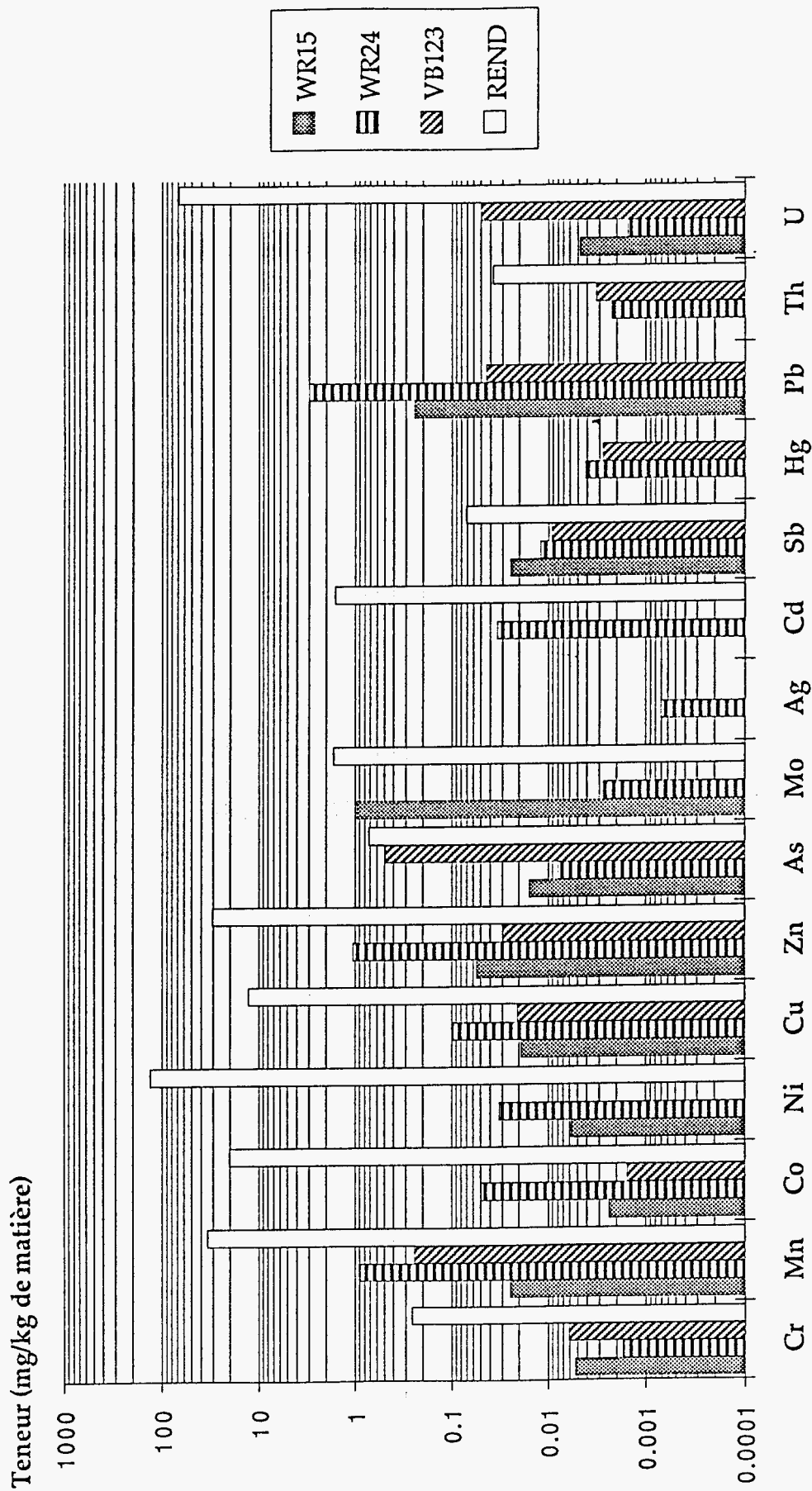


Figure 27 : Fractions solubilisées d'un calcaire (WR 15), d'une grauwacke (WR 24), d'un granite (VB 123) et d'un schiste (REND).

2) De plus, les minéraux du schiste renfermant les éléments métalliques sont de très petite taille et présentent donc une surface accessible à l'altération beaucoup plus importante que dans le cas des roches de granulométrie plus grossière.

3) Beaucoup d'éléments sont localisés dans des sulfures et peuvent être libérés par oxydation du minéral hôte lors des lixiviations. La diminution du pH et la croissance des concentrations des éléments métalliques au cours des lixiviations successives confirment cette hypothèse.

4) Enfin, les concentrations de certains éléments dans le schiste sont plus fortes que dans les autres roches testées. Cependant, les rapports fraction soluble cumulée/teneur initiale en élément dans la roche (annexe A5) montrent que des éléments tels que Mn, Co, Ni, Cu, Zn et U sont plus facilement lixiviables dans le schiste REND que dans les trois granites (VB 120, VB 123 et SE 13), le calcaire (WR 15) ou encore la grauwacke (WR 24) à concentration équivalente.

Toutes les fractions solubilisées déterminées pour le calcaire WR15 et les deux granites VB120 et VB123 sont inférieures à 1 mg/kg de matière. Celles déterminées pour la grauwacke WR24 et le granite SE13 sont inférieures à 10 mg/kg de matière. Seuls quelques éléments présentent des fractions solubilisées élevées pour le calcaire, la grauwacke et les trois granites. Il s'agit des fractions solubilisées de :

- As dans le granite SE13 qui est de 7,7 mg/kg de matière
- Pb dans la grauwacke qui est de 3 mg/kg de matière

ces deux éléments étant toutefois présents en concentrations anormalement importantes dans ces roches par rapport à la valeur moyenne pour ce type de lithologie.

Les éléments les plus facilement lixiviables pour lesquels le rapport fraction soluble cumulée/concentration initiale dans la roche (annexe A6) est le plus grand sont :

- Zn, Co et Ni dans le schiste REND.

Environ 1/10^e de la quantité initialement présente dans la roche passent en solution pour les éléments suivants :

- Mn pour les granites altérés excepté l'échantillon 13 B 2h où les teneurs sont en-dessous de la limite de détection,
- Cu et U pour le schiste REND
- As, Sb et Mo pour le granite SE 13

La majeure partie des autres éléments dans les différentes roches étudiées présentent des rapports (fraction soluble cumulée/concentration initiale dans la roche) de l'ordre de 1/100^e :

- Co pour le calcaire, la rhyolite, le granite sain SE13 et les échantillons 13, 102, et 113 représentant des granites altérés,
- Ni pour la rhyolite,
- Cu pour l'horizon 113 A/B,
- Zn pour le granite sain VB 123, le calcaire et le granite altéré 13 B1h,
- As pour les granites VB 120 et VB 123, le basalte et la rhyolite,
- Mo pour le granite VB 120, le basalte la rhyolite, le schiste REND et l'horizon C du granite altéré 13,
- Sb pour le basalte, les échantillons 13, 102 et 113, et le granite sain SE 13,
- Pb pour la grauwacke WR 24, les différents horizons du granite altéré 13,
- Th pour le basalte et la rhyolite.

Pour les autres éléments dans les différentes roches non-cités ci-dessus, les rapports (fraction soluble cumulée / concentration initiale dans la roche), (annexe A5) sont \leq à 1/1000^e.

III.6.2. Comparaison des analyses de lixiviation entre minerais

Les éléments les plus facilement lixiviables sont : As, Mn, Pb, Zn et Cu (Figures 28, 29 et 30). As est particulièrement soluble avec des teneurs totale de l'ordre de 21040 ppb pour le minerai sulfo-arsénié aurifère de Salsigne 2X, 1220 ppb pour le minerai aurifère du Bourneix ; 205 ppb pour le minerai Cu-Zn-Pb de Moinho et $<$ à 20 ppb pour les autres minerais étudiés (Bragança, Nevès Corvo, Almaden et Malines).

Les teneurs les plus importantes dans les solutions de lixiviation sont obtenues pour les minerais sulfurés de Zn, Cu et Pb (Nevès Corvo et Moinho) ou les minerais sulfo-arséniés (Salsigne 2X). Un minerai tel que le Bourneix (minerai sulfuré avec or natif) solubilise essentiellement l'As.

Les différentes fractions solubles cumulées pour l'ensemble des éléments étudiés sont comparables (\leq à 1 mg/kg de matière) en dehors des éléments As et Mn. Les deux seuls minerais comportants des fractions solubles cumulées atteignant 10 mg/kg de matière (voire 100 mg/kg de matière), sont les minerais Nevès Corvo et Moinho qui solubilisent fortement Cu, Zn et Pb, éléments présents dans ces minerais en concentrations de plusieurs % à plusieurs dizaines de % sous forme de sulfures.

Teneur (mg/kg de matière)

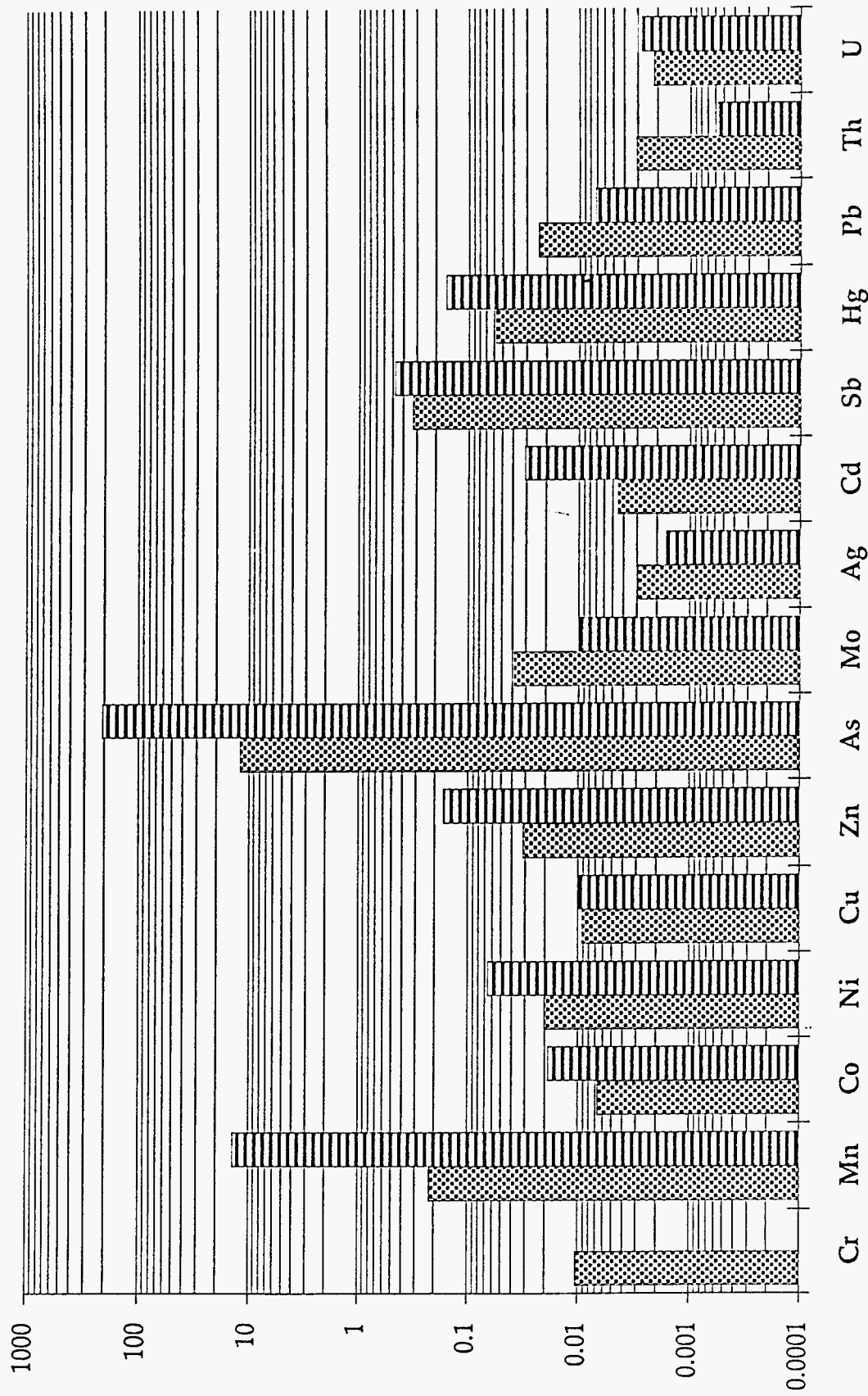


Figure 28 : Fraction soluble cumulée pour deux minerais de Au, As (Bourneix et Salsigne)



Figure 29 : Fraction soluble cumulée pour quatre minerais de Zn, Pb, Cu (Malines, Bou Madine, Moinho, Nevès Corvo)

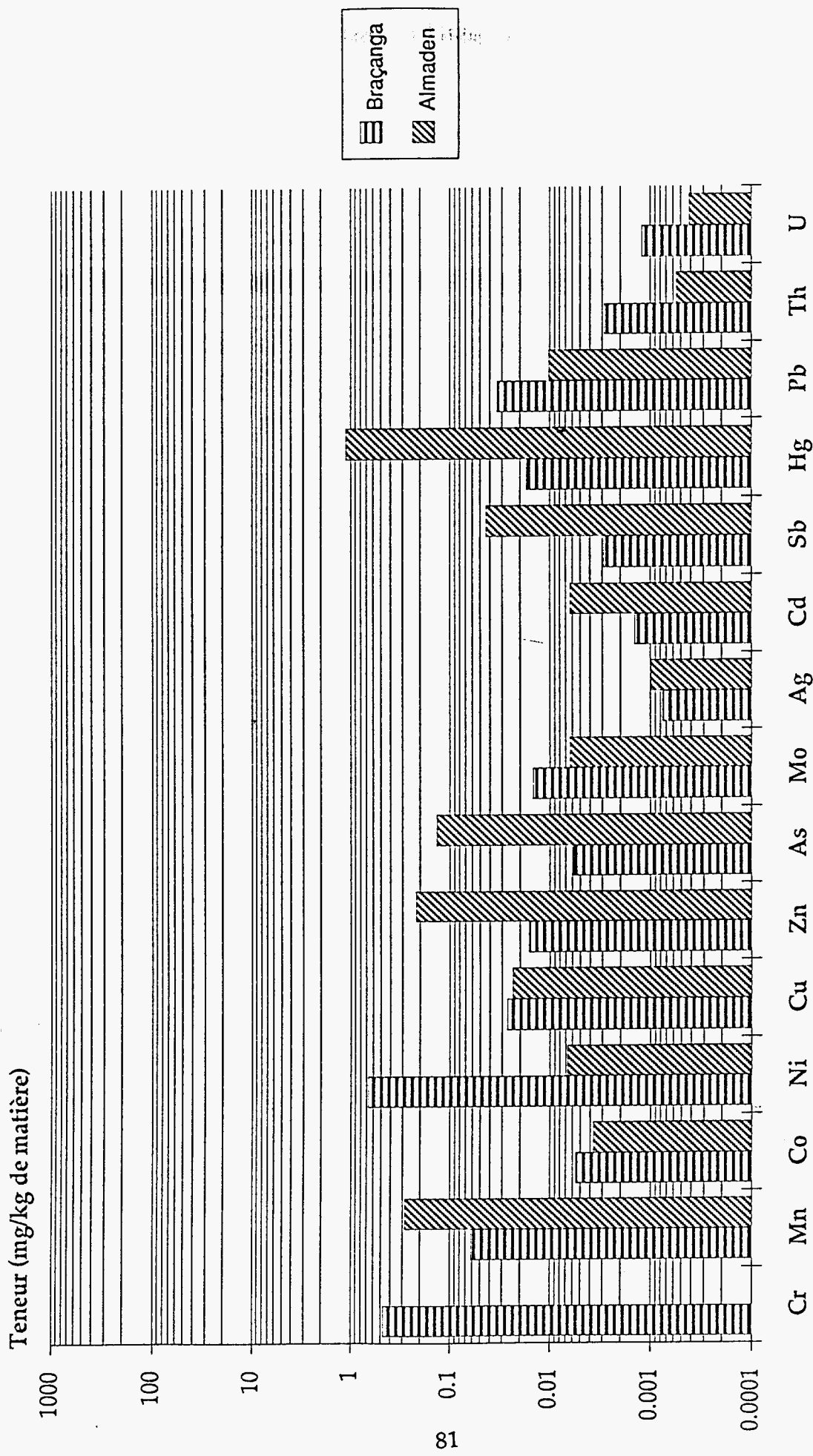


Figure 30 : Fraction soluble cumulée pour le minerai de Cr (Braçanga) et le minerai de Hg (Almaden)

III.6.3. Comparaison des lixiviations entre roches et minerais

En général, les écarts entre les fractions solubles cumulées lors de la lixiviation des minerais et des roches se situent dans un rapport compris entre 10 à 100 (rapports en faveur des minerais). En effet, les éléments étudiés sont en fortes à très fortes concentrations (plusieurs % à plusieurs dizaines de %) dans le cas des minerais, alors que dans une roche ces éléments métalliques sont le plus souvent à l'état de traces. De plus, les éléments métalliques dans ces minerais sont, pour la plupart, localisés dans des sulfures qui libèrent plus facilement les éléments que les oxydes métalliques ou les silicates peu lixiviables hôtes des éléments métalliques en trace dans les roches. Cependant, ces facteurs de 10 à 100 fois restent de 1 à 3 ordres de grandeur inférieurs aux rapports de concentration des éléments entre les roches et les minerais.

III.7. COMPARAISON DES ANALYSES DE LIXIVIATION AVEC LES SEUILS DE CONCENTRATION FIXÉS PAR LES NORMES INDUSTRIELLES

Les seuils de concentration à ne pas dépasser dans les lixiviats sont données par l'arrêté relatif au stockage de certains déchets industriels spéciaux ultimes et stabilisés pour les installations nouvelles (Journal officiel, 30/03/1993). Ces seuils sont les suivants:

- Cr < 5 mg/kg de matière
- Pb < 50 mg/kg de matière
- Zn < 250 mg/kg de matière
- Cd < 25 mg/kg de matière
- Ni < 50 mg/kg de matière
- As < 5 mg/kg de matière
- Hg < 5 mg/kg de matière

Les fractions solubles cumulées des différents éléments ainsi que les rapports (fraction soluble maximale des normes/fraction soluble cumulée après trois mise en contact successives de la roche avec de l'eau) pour les différents éléments sont donnés en annexe A5.

La comparaison de ces seuils réglementaires avec les analyses des solutions de lixiviation permet de constater que **les concentrations obtenues dans les solutions après lixiviation des roches (granites sains ou altérés, basalte, rhyolite, calcaire, grauwacke et schiste sont 7 à 10 000 fois plus faibles que ces seuils.** Parmi toutes les analyses effectuées sur ces roches (échantillons : VB 120, VB 123, SE 13, 13 et 102 : profils pédologiques couvrant les horizons B et C, 113 : horizon A/B ,WR 15, WR 24 et REND)

seule la teneur en Ni dans le schiste REND et la teneur en As dans le granite SE 13 sont supérieures aux seuils réglementaires. En effet, la fraction soluble du Ni (135 mg/kg de matière) dans le schiste REND, est 2,7 fois supérieure à la teneur maximale fixée par la norme (50 mg/kg de matière) et celle de As (7,7 mg/kg de matière) dans le granite SE 13 est 1,5 fois supérieure à la norme (5 mg/kg de matière).

Dans le cas de la lixiviation des minerais, les fractions solubles cumulées sont 10 à 100 fois supérieures à celles obtenues pour les roches. **Cependant malgré les concentrations particulièrement élevées des métaux dans ces échantillons, deux éléments seulement présentent des fractions solubles cumulées supérieures aux teneurs maximales fixées par la norme industrielle AFNOR. Il s'agit du plomb (dans le cas de la lixiviation du minerai Moinho) et surtout de l'arsenic (dans le cas de la lixiviation des minerais : Bou Madine, Salsigne, Bourneix).**

Les fractions solubles cumulées supérieures aux teneurs maximales fixées par la norme AFNOR X31-210 ont été consignées dans le tableau suivant :

minerai	élément	fraction soluble cumulée (mg/kg de matière)	seuils fixés (mg/kg de matière)	Fraction soluble cumulée / Maximum Norme
Moinho	Pb	110,92	50	2,2
Bou Madine	As	42,4	5	8,5
Salsigne	As	210,4	5	42,1
Bourneix	As	12,17	5	2,4

IV - CONCLUSION GENERALE

Les résultats obtenus permettent de conclure sur les points suivants :

(1) L'ICP-MS est une technique analytique adaptée pour déterminer les concentrations en éléments en traces dans les solutions provenant des diverses lixiviations. Elle permet en particulier de doser des lixiviats dans une gamme de concentrations très étendue et à des niveaux de concentration nettement plus bas que ceux fixés par les textes réglementaires.

(2) La chromatographie ionique est une technique analytique adéquate pour la détermination des concentrations en anions (hydrogénocarbonates, sulfates, fluorures, chlorures, hydrogénophosphates) contenus dans les solutions en faibles teneurs.

(3) **Les éléments en teneurs les plus importantes dans une roche ne sont pas toujours les éléments les plus facilement lixiviables.** d'autres facteurs déterminent la capacité d'une roche à libérer un élément. Ce sont :

- la texture de la roche (granulométrie),
- la résistance à la lixiviation de la phase minérale hôte de l'élément selon sa nature minéralogique : silicate, sulfure ou oxyde,
- le degré d'altération de la roche

(4) **Les fractions solubilisées déterminées pour les différents matériaux naturels sélectionnés dans le cadre de cette étude sont généralement quelques centaines de fois à quelques milliers de fois plus faibles que les seuils de concentration fixés par la norme AFNOR X31-210.**

Parmi les différents matériaux naturels testés, deux roches seulement présentent des lixiviats où la fraction soluble cumulée d'un élément unique est supérieure aux seuils réglementaires. Il s'agit de :

- As dans le granite SE13 avec une fraction solubilisée de 7,7 mg/kg de matière qui est 1,5 fois supérieure à la norme industrielle sur les déchets stabilisés ;

- Ni dans le schiste REND avec une fraction solubilisée de 135 mg/kg de matière qui est 2,7 fois supérieure à la norme industrielle sur les déchets stabilisés.

Ces deux éléments étaient toutefois présent en concentration anormalement élevées dans la roche initiale par rapport aux teneurs moyennes mesurées dans ce type de roche.

Les roches ayant subi une altération importante (13 B2h, 13 B1h, 13 Bd Fe ,13 C, 102 Bh, 102 C et 113 A/B) donnent des concentrations en éléments métalliques et anions légèrement supérieures à celles résultant de la lixiviation de roches saines ou peu altérées telles que les granites VB 120, VB 123 et SE 13, le calcaire WR 15, la grauwacke WR 24 ou le schiste REND qui présentent des teneur en cations métalliques comparables. Ces faibles solubilités des éléments métalliques sont dues au fait que les phases minérales dans lesquelles ils sont contenus sont stables et peu solubles dans les conditions des tests de lixiviation. Les phases solubles de la roche ont déjà été lessivées au cours de l'altération.

Seule une forte solubilité du Mn est observée. Sa solubilité est comprise entre 60 et 3200 ppb selon le degré d'altération de l'échantillon étudié. Cette forte solubilité du Mn est d'ailleurs plus importante pour les solutions correspondant à la deuxième mise en contact de l'échantillon avec 1 kilogramme d'eau ce qui peut s'expliquer par une oxydation de l'échantillon lors de la chauffe à 100°C pour le déshydrater (annexe A3).

Dans le cas de la lixiviation des minerais, les fractions solubles cumulées sont supérieures à celles obtenues pour les roches (10 à 100 fois plus) mais restent cependant, de 1 à 3 ordres de grandeur inférieurs aux rapports de concentration des éléments entre les roches et les minerais. Les éléments pour lesquels la fraction soluble cumulée est supérieure à la teneur maximale imposée par la norme industrielle AFNOR sont :

- **Pb**, pour la lixiviation du minerai Moinho avec 110,9 mg/kg de matière pour lequel le plomb est localisé dans la galène ,

- **As**, pour la lixiviation des minerais de Bou Madine (42,4 mg/kg de matière), Salsigne (210,4 mg/kg de matière) et du Bourneix (2,4 mg/kg de matière) pour lesquels l'arsenic est localisé dans des sulfoarséniures.

Les anions sont presque toujours présents en très faibles concentrations dans les lixiviats. Seuls les anions hydrogénocarbonates sont en concentration notable dans les lixiviats du fait de la dissolution du CO₂ atmosphérique dans les solutions lors des expériences (≤ 80 ppm). Ensuite, les chlorures et surtout les sulfates représentent les anions les plus fortement concentrés (teneurs de l'ordre du ppm). Les concentrations les plus importantes en sulfates ont été observées dans les lixiviats correspondant à certains minerais (Nevès Corvo, Moinho et Malines) très riches en sulfures (jusqu'à 274 ppm). Dans les solutions correspondant aux essais de lixiviation des granites altérés (échantillons 13, 102 et 13), les anions sont en concentrations jusqu'à 1000 fois supérieures par rapport à celles mesurées dans les solutions correspondant aux essais de lixiviation des roches saines ou peu altérées (VB 12, VB 12, SE 13, WR 15, WR 24 et REND).

BIBLIOGRAPHIE

LISTE DES REFERENCES

ANDERSSON A., DAHLMAM B., GEE S D.G., SNALL S. (1983) The Scandinavian Alum Shales. Sveriges geologiska undersökning.

CORRENS C.W., SHAW D.M., TUREKIAN K.K et ZEMANN J.(1978) "Handbook of Geochemistry" Vol : II 1-5. éditions K.H. Wedepohl; Springer-verlag Berlin - Heidelberg - New-York

GUENIOT B. (1983) Distribution et modes de fixation de l'uranium dans les grands types de pédogénèses climatiques at stationnelles sur roches cristallines. Mémoire n°=3 (Thèse) 259p.

MARCENAC F. (1988) La chromatographie ionique, Analysis, V.16, n°=1, pLVII-LX.

PAGEL M. (1981) "Facteurs de distribution et de concentration de l'uranium et du thorium dans quelques granites de la chaine hercynienne d'europe". Thèse INPL Nancy ; 555 p.

ROSIN C. (1993) "Applications du couplage Torche à Plasma/Spectrométrie de Masse à la recherche d'éléments traces en eau potable et dans les saumures". Thèse de l'Université de Nancy I; 200 p.

ROYAL S. (1993) "Arrêté du 18/12/92 relatif au stockage de certains déchets industriels spéciaux ultimes et stabilisés pour les installations nouvelles"
Journal officiel de la république française

ANNEXES

ANNEXE A1

TENEURS DES ELEMENTS DANS LA SOLUTION TEMOIN

pour l'analyse des échantillons VB 120, VB 123, et SE 13

<u>ELEMENT</u>	<u>TENEUR(ppb)</u>
Ag	0
As	0,058
Cd	0,006
Co	0,011
Cu	0,138
Mn	0,337
Mo	0
Ni	0,088
Pb	0,016
Sb	0
Th	0,001
U	0,512
Zn	0,229

ANNEXE A1

TENEURS DES ELEMENTS DANS LA SOLUTION TEMOIN

pour l'analyse des échantillons WR 15, WR 24 et REND

ELEMENT	TENEUR(ppb)
Ag	0
As	0,058
Cd	0,006
Co	0,011
Cu	0,138
Mn	0,337
Mo	0
Ni	0,088
Pb	0,016
Sb	0
Th	0,001
U	0,512
Zn	0,229

ANNEXE A1

TENEURS DES ELEMENTS DANS LA SOLUTION TEMOIN

pour l'analyse des échantillons 13, 102 et 113

<u>ELEMENT</u>	<u>TENEUR(ppb)</u>
Ag	0
As	0,056
Cd	0,006
Co	0,011
Cu	0,138
Mn	0,259
Mo	0
Ni	0,075
Pb	0,021
Sb	0
Th	0,001
U	0,418
Zn	0,219

ANNEXE A1

TENEURS DES ELEMENTS DANS LA SOLUTION TEMOIN

pour l'analyse des échantillons Basalte, Rhyolite, Bourneix, Salsigne, Moinho, Malines, Bou Madine, Bragança, Almaden et Nervès Corvo

<u>ELEMENT</u>	<u>TENEUR(ppb)</u>
Ag	0
As	0,056
Cd	0,006
Co	0,011
Cu	0,138
Mn	0,259
Mo	0
Ni	0,075
Pb	0,021
Sb	0
Th	0,001
U	0,418
Zn	0,219

ANNEXE A2

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES ROCHES: VB120, VB123 ET SE13

	VB120	VB123	SE13
Eléments	%	%	%
SiO ₂	65,68	65	71,85
Al ₂ O ₃	14,42	15,38	14,53
Fe ₂ O ₃	3,9	2,56	1,03
MnO	0,06	0,04	0,04
MgO	2,37	2,33	0,30
CaO	2,91	3,06	0,64
Na ₂ O	3,06	3,12	3,47
K ₂ O	4,91	4,91	4,75
TiO ₂	0,44	0,4	0,07
P ₂ O ₅	0,27	0,22	0,20
P.F.	1,19	1,3	1,41
	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>
Ba	1193	1349	251
Be	5,08	5,3	13,9
Co	9	11	1,36
Cr	89	53	7,78
Cu	8	74	7,47
Ga	25	23	27,8
Nb	7	6	19,6
Ni	36	33	16,0
Rb	331	329	539
Sc	10,1	9,6	2,59
Sr	422	446	92,9
Th	49	35	7,54
U	17,04	13	18,5
V	71	45	8,34
Y	14	17	13,2
Zn	28	49	62,2
Zr	174	126	64,8

ANNEXE A2

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES ROCHES: WR 15, WR 24 ET REND

	WR 15	WR 24	REND
Eléments	%	%	%
SiO ₂	4,76	70,62	43,87
Al ₂ O ₃	1,22	13,18	11,74
Fe ₂ O ₃	0,1	5,45	10,75
MnO	0,13	-	0,02
MgO	0,75	1,77	0,75
CaO	51,42	0,28	0,85
Na ₂ O	traces	3,12	0,19
K ₂ O	0,15	1,61	4,62
TiO ₂	0,08	0,56	0,63
P ₂ O ₅	0,04	0,13	0,15
P.F.	40,97	3,05	26,21
	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>
Ba	146	577	603
Be	0,34	1,34	5,5
Co	3,59	8,1	23
Cr	15,8	53,7	75
Cu	7,37	37,1	141
Ga	1,57	17,1	24
Nb	1,39	7,05	<5
Ni	15,7	17,4	159
Rb	6,15	59,4	144
Sc	-	-	10,1
Sr	286	169	94
Th	0,88	7,84	15
U	2,62	2,71	294,8
V	65,3	83	671
Y	8,63	17,5	36
Zn	1683	104	38
Zr	14,7	230	112

ANNEXE A2

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES ROCHES: 13 Bd Fe, 13 C, 13 B2h ET 13 B1h

	13 Bd Fe	13 C	13 B2h	13 B1h
Eléments	%	%	%	%
SiO ₂	70,15	68,36	63,3	59,54
Al ₂ O ₃	12,22	14,35	13,25	12,11
Fe ₂ O ₃	3,82	2,85	2,44	4,09
MnO	0,05	0,02	-	0,04
MgO	0,99	1,7	1,6	1,66
CaO	0,51	1,04	0,83	0,88
Na ₂ O	2,04	2,93	2,28	1,8
K ₂ O	5,97	6,15	5,46	5,05
TiO ₂	0,36	0,47	0,45	0,77
P ₂ O ₅	0,23	0,26	0,28	0,18
P.F.	3,29	1,5	9,73	13,53
	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>
Ba	1232	1261	1093	942
Be	8,2	6,77	8,03	6,77
Co	9,57	6,51	5,56	5,47
Cr	67,4	76,2	114	115
Cu	6,67	4,37	7,16	2,78
Ga	16,6	22,0	17,9	21,4
Nb	16,5	15,2	16,6	23,4
Ni	17,5	24,5	25,3	22,1
Rb	315	357	297	246
Sc	-	-	-	-
Sr	243	260	229	197
Th	26,0	22,9	43,0	24,4
U	10,0	7,17	12,8	8,14
V	29,5	34,0	34,6	48,1
Y	13,6	15,4	16,1	13,0
Zn	33,5	62,5	45,8	43,9
Zr	342	226	339	383

ANNEXE A2 (suite)

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES ROCHES: 102 C, 102 Bh ET 113 A/B

Eléments	102 C	102 Bh	113 A/B
	%	%	%
SiO ₂	59,05	55,26	63,92
Al ₂ O ₃	18,95	14,97	14,68
Fe ₂ O ₃	5,76	4,53	3,97
MnO	0,04	0,04	0,07
MgO	1,53	1,13	2,05
CaO	0,09	0,14	1,86
Na ₂ O	1,56	1,19	2,7
K ₂ O	4,83	4,62	5,52
TiO ₂	0,59	0,52	0,44
P ₂ O ₅	0,16	0,22	0,25
P.F.	7,01	16,99	4,12
	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>
Ba	1219	1212	1683
Be	5,93	4,25	5,43
Co	19,7	8,73	9,28
Cr	45,7	45,3	68,3
Cu	437	681	4,03
Ga	21,1	17,8	18,2
Nb	22,0	20,1	12,7
Ni	18,8	14,7	21,3
Rb	310	343	374
Sc	-	-	-
Sr	141	132	339
Th	102	71,2	38,7
U	36,2	19,4	10,2
V	76,2	68,8	72,2
Y	24,9	12,2	11,4
Zn	111	59,1	84,3
Zr	370	304	151

ANNEXE A2

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES ROCHES: RHYOLITE RE 08 ET
BASALTE

	Rhyolite RE 08	Basalte
Eléments	%	%
SiO ₂	75,32	43,74
Al ₂ O ₃	12,51	13,04
Fe ₂ O ₃	1,7	11,82
MnO	-	0,18
MgO	-	12,32
CaO	-	10,21
Na ₂ O	0,49	3,54
K ₂ O	7,92	1,6
TiO ₂	0,12	2,13
P ₂ O ₅	-	0,75
P.F.	1,74	0,29
	<i>ppm</i>	<i>ppm</i>
Ba	40,4	586
Be	2,36	4,4
Co	0,31	46,9
Cr	4,07	493
Cu	7,69	63,8
Ga	25	19,3
Nb	24,1	42,91
Ni	1,18	289
Rb	326	47,4
Sc	-	-
Sr	6,39	778
Th	10,9	9,69
U	4,76	2,61
V	6,93	201
Y	44,5	25,6
Zn	22,4	108
Zr	490	232

ANNEXE A3

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES GRANITES : VB120, VB123 ET SE13

			VB120		
	1ère lixiviation (ppb)	2ème lixiviation (ppb)	3ème lixiviation (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	0,0708	0,2328	0,3398	0,6434	0,0064
Mn	2,6916	3,4714	2,8411	9,0041	0,0891
Co	0,0602	0,0242	0,013	0,0974	0,0010
Ni	0,9964	0,1275	0,0001	1,124	0,0110
Cu	0,5534	0,648	0,4084	1,6098	0,0159
Zn	0,8397	1,2495	0,9231	3,0123	0,0298
As	2,265	1,6898	1,1708	5,1256	0,0506
Mb	3,7599	6,2377	3,1297	13,1273	0,1299
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,1162	0,0851	0,0589	0,2402	0,0024
Hg	0,3689	0,2867	0,0489	0,7045	0,0069
Pb	0,1807	0,2671	0,3276	0,7754	0,0077
Th	0,2894	0,3514	0,6538	1,2946	0,0128
U	5,717	1,6787	0,8098	8,2053	0,0807
			VB123		
	1ère lixiviation (ppb)	2ème lixiviation (ppb)	3ème lixiviation (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	0,237	0,202	0,220	0,659	0,0062
Mn	6,597	12,261	7,522	26,380	0,2491
Co	0,048	0,083	0,036	0,167	0,0016
Ni	/	< DL	< DL	/	/
Cu	0,654	0,931	0,659	2,244	0,0212
Zn	0,964	1,303	0,881	3,148	0,0297
As	16,233	17,587	18,330	52,150	0,4925
Mb	/	< DL	< DL	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,293	0,427	0,279	0,999	0,0094
Hg	0,177	0,093	0,029	0,299	0,0028
Pb	0,835	1,967	1,904	4,706	0,0446
Th	0,174	0,081	0,093	0,347	0,0033
U	2,536	1,669	1,216	5,421	0,0510
			SE13		
	1ère lixiviation (ppb)	2ème lixiviation (ppb)	3ème lixiviation (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	/	/	/	/	/
Mn	30,2026	57,266	49,6728	137,1414	1,3596
Co	0,1004	0,2345	0,2551	0,59	0,0059
Ni	0,7726	0,9396	0,7213	2,4335	0,0241
Cu	0,4917	0,3387	0,3599	1,1903	0,0118
Zn	1,8717	2,9641	3,2499	8,0857	0,0802
As	69,6571	416,9693	288,9357	775,5621	7,6908
Mb	1,3931	2,2294	0,8088	4,4313	0,0438
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	9,4739	6,6765	3,8832	20,0336	0,1982
Hg	0,2577	0,0853	0,0841	0,4271	0,0042
Pb	0,2341	0,2951	0,2156	0,7448	0,0074
Th	0,2253	0,2061	0,4528	0,8842	0,0088
U	5,7741	0,5829	0,703	7,06	0,0698

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : VB120

	VB 120			2èmeEssai	
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	0,086	0,212	0,307	0,6050	0,0060
Mn	1,0933	4,234	4,145	9,4723	0,0933
Co	0,0059	0,0187	0,0269	0,0545	0,0005
Ni	/	/	/	/	/
Cu	0,6658	0,555	0,379	1,5998	0,0158
Zn	11,101	0,9906	1,0105	13,1021	0,1291
As	1,455	1,9585	1,198	4,6115	0,0454
Mb	3,529	5,455	4,0438	13,0278	0,1283
Ag	0,02	/	/	0,02	0,0002
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,080	0,09654	0,0508	0,2273	0,0022
Hg	0,33	0,176	0,139	0,645	0,0063
Pb	0,320	1,822	1,5301	3,6721	0,0362
Th	1,118	0,454	0,504	2,076	0,0204
U	0,725	0,577	1,0105	2,3125	0,0228

ANNEXE A3

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : WR15, WR24 ET REND

WR15	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)	2ème Essai
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,124	0,182	0,226	0,532	0,0053	0,0873
Mn	0,906	0,651	0,744	2,500	0,0249	1,8144
Co	0,066	0,078	0,099	0,242	0,0024	0,0752
Ni	0,201	0,173	0,214	0,588	0,0059	0,553
Cu	0,544	0,713	0,683	1,940	0,0193	1,689
Zn	1,615	1,790	2,247	5,651	0,0563	1,790
As	0,623	0,568	0,417	1,607	0,0160	0,7645
Mb	41,709	25,977	30,752	98,439	0,9791	45,19
Ag	/	< DL	/	/	/	< DL
Cd	/	/	/	/	/	/
Sb	1,521	0,534	0,475	2,529	0,0251	2,116
Hg	0,412	0,040	0,012	0,464	0,0046	0,206
Pb	7,310	8,562	9,087	24,959	0,2486	8,147
Th	/	/	/	/	/	/
U	0,250	0,141	0,095	0,486	0,0048	0,262

WR24	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	0,186	/	/	0,186	/
Mn	42,374	28,101	22,800	93,275	0,8991
Co	1,535	2,143	1,505	5,183	0,0503
Ni	0,880	1,440	1,016	3,336	0,0324
Cu	0,925	4,793	4,485	10,202	0,1001
Zn	18,371	48,59	42,56	109,52	1,0707
As	0,179	0,215	0,433	0,827	0,0081
Mb	0,056	0,127	0,118	0,282	0,0028
Ag	0,050	0,025	/	0,075	/
Cd	0,468	1,539	1,485	3,491	0,0342
Sb	0,559	0,286	0,422	1,267	0,0122
Hg	0,199	0,163	0,076	0,438	0,0042
Pb	47,566	142,85	118,28	308,69	3,0195
Th	0,082	0,103	0,049	0,234	0,0023
U	0,165	0,001	0,001	0,167	0,0015

REND	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	/	11,7	12,8	24,5	0,2605
Mn	1083,3	1362,5	910,8	3356,6	34,8105
Co	158,2	1045,1	758,1	1961,2	20,7053
Ni	1086,0	6385,7	5344,9	12816,6	135,3187
Cu	3,7	458,0	761,8	1223,6	13,0259
Zn	132,3	985,9	1776,4	2894,5	30,7250
As	3,1	34,7	31,0	68,8	0,7283
Mb	10,9	56,4	91,3	158,6	1,6801
Ag	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0000
Cd	8,6	78,0	66,1	152,8	1,6164
Sb	0,7	3,4	2,7	6,8	0,0720
Hg	/	/	/	/	/
Pb	/	/	/	/	/
Th	1,1	0,8	1,7	3,6	0,0380
U	195,2	3042,5	3237,3	6475,1	68,6910

ANNEXE A 3 BIS

TENEURS DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DE LA ROCHE REND
(ESSAI DE DETERMINATION DE LA NATURE DES COLLOIDES)

REND		
Elément	Filtration à 0,45 micromètre (ppb)	Filtration à 0,005 micromètre (ppb)
Cr	0,9759	0,9833
Mn	1007,824	1007,824
Co	262,246	269,429
Ni	1831,162	1866,784
Cu	2,573	< DL
Zn	345,28	370,813
As	2,084	0,461
Mo	69,064	45,727
Ag	< DL	< DL
Cd	12,558	13,435
Sb	0,303	0,128
Hg	0,279	0,1623
Pb	0	21,034
Th	0,418	< DL
U	156,896	72,1874

ANNEXE A3

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES ROCHES : Rhyolite et Basalte

Rhyolite			1 ^{er} Essai		Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)				
Cr	/	/	/	/	/	/
Mn	1,82	2,14	1,06	5,02	0,0502	
Co	0,15	0,04	0,04	0,22	0,0022	
Ni	0,46	0,20	0,26	0,92	0,0092	
Cu	0,23	0,15	0,83	1,21	0,0121	
Zn	1,46	1,00	1,37	3,83	0,0383	
As	1,60	0,10	0,99	2,69	0,0269	
Mo	0,36	0,12	0,08	0,55	0,0055	
Ag	1,93	0,64	0,45	3,02	0,0302	
Cd	0,22	0,12	0,41	0,75	0,0075	
Sb	0,36	0,12	0,13	0,61	0,0061	
Hg	3,07	0,85	0,51	4,43	0,0443	
Pb	0,25	0,11	0,61	0,98	0,0098	
Th	4,23	1,70	1,31	7,24	0,0724	
U	1,18	0,55	0,58	2,31	0,0231	

Basalte			1 ^{er} Essai		Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)				
Cr	/	/	/	/	/	/
Mn	11,91	3,26	1,82	17,00	0,1700	
Co	1,32	0,23	0,15	1,70	0,0170	
Ni	7,40	1,62	0,46	9,48	0,0948	
Cu	1,66	1,51	0,23	3,39	0,0339	
Zn	2,60	2,53	1,46	6,59	0,0659	
As	5,33	3,98	1,60	10,91	0,1091	
Mo	1,22	0,51	0,36	2,09	0,0209	
Ag	0,01	0,02	1,93	1,96	0,0196	
Cd	0,16	0,26	0,22	0,64	0,0064	
Sb	0,66	0,17	0,36	1,20	0,0120	
Hg	2,12	0,47	3,07	5,66	0,0566	
Pb	0,22	0,28	0,25	0,75	0,0075	
Th	1,22	0,42	4,23	5,86	0,0586	
U	34,17	3,69	1,18	39,04	0,3904	

ANNEXE A3

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 13 C, 13 Bd Fe et 13 B2h

13 Bd Fe			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,08014	1,5151	0,08214	1,31	0,0131
Mn	493,0301	1170,22	1209,08	2872,33	28,72
Co	1,4435	11,122	8,6035	21,1687	0,2117
Ni	/	0,78	/	0,78	0,0078
Cu	/	/	/	/	/
Zn	/	/	/	/	/
As	/	0,4917	0,0465	0,5482	0,0054
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	/	0,1814	0,1527	0,3441	0,0034
Hg	0,2381	0,1794	/	0,4275	0,0043
Pb	10,2392	3,8724	/	14,1214	0,1412
Th	0,317	0,3232	0,1794	0,8196	0,0081
U	/	/	/	/	/
13 C			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,01302	0,15377	0,2044	0,37	0,0037
Mn	18,2142	20,1594	21,4942	59,8678	0,5986
Co	0,03	0,01	0,01	0,05	0,0005
Ni	1,3	0,01	0,01	1,32	0,0132
Cu	/	/	/	/	/
Zn	/	/	/	/	/
As	0,4689	0,8859	0,6011	1,9559	0,0195
Mb	0,0694	0,0241	/	0,1035	0,0010
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,19661	0,15311	0,2541	0,6038	0,00603
Hg	0,0431	/	/	0,0431	0,0004
Pb	1,9281	0,463	2,4635	4,8546	0,0485
Th	0,8534	0,4331	0,4133	1,6998	0,0169
U	/	/	/	/	/
13 B2h			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,9501	4,5351	2,1775	7,6627	0,0766
Mn	28,3198	133,4635	131,409	293,1924	2,9319
Co	0,1639	1,5147	0,7549	2,4335	0,0243
Ni	1,0	2,1	1,0	4,1	0,041
Cu	/	0,5	/	0,5	0,005
Zn	5,4	5,4	/	10,8	0,108
As	0,1137	0,4639	0,5515	1,1291	0,0112
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,2935	0,2437	0,2123	0,7495	0,0074
Hg	0,0865	0,4479	0,01	0,5444	0,0054
Pb	1,5163	10,3919	2,1467	14,0549	0,1405
Th	0,7461	0,6148	0,4635	1,8244	0,0182
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 13 B1h

13 B1h	1 ^{er} Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	5,5402	7,0625	8,6373	21,2400	0,2124
Mn	163,6221	1075,9746	1055,8353	2295,432	22,9543
Co	1,2402	8,2149	7,9911	17,4462	0,1744
Ni	/	3,08	6,0	9,09	0,0909
Cu	/	/	/	/	/
Zn	9,8	15	11	35,8	0,358
As	0,6313	0,5494	0,9551	2,13	0,0213
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,4202	0,3166	0,3562	1,093	0,0109
Hg	0,14	0,501	0,2133	0,852	0,0085
Pb	2,6812	4,6572	2,00	9,33	0,0933
Th	0,6366	0,8904	1,1025	2,6295	0,0262
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 113 A/B, 102 C ET 102 Bh

113 A/B		1er Essai			
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	3,7366	/	0,9678	4,714	0,04714
Mn	317,361	747,1245	946,7625	2011,248	20,112
Co	0,9285	3,0618	3,653	7,6433	0,0764
Ni	/	/	/	/	/
Cu	/	/	0,8	0,8	0,008
Zn	8,28	4,82	0,2	13,3	0,133
As	0,978	0,6291	0,6515	2,258	0,02258
Mb	0,0774	0,0517	0,012	0,1411	0,0014
Ag	/	/	0,0882	0,1082	0,0010
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,3106	0,4358	0,4671	1,2135	0,0121
Hg	0,1081	0,0958	0,0155	0,2194	0,0021
Pb	4,7292	7,5375	15,7384	28,0051	0,2800
Th	1,5772	1,2622	1,5088	4,6482	0,0464
U	/	/	/	/	/
102 C		1er Essai			
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	/	/	/	/	/
Mn	117,6958	305,6144	346,1905	769,5007	7,6950
Co	0,2216	0,7169	0,4173	1,3558	0,0135
Ni	/	0,8	/	0,8	0,008
Cu	2,54	/	/	2,54	0,0254
Zn	/	/	/	/	/
As	0,0447	0,0968	0,0335	0,175	0,00175
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,5389	0,4782	0,3433	1,3604	0,0136
Hg	/	/	/	/	/
Pb	6,5847	3,0414	11,1771	20,8032	0,2080
Th	0,4528	8,18	0,5450	9,18	0,0918
U	/	/	/	/	/
102 Bh		1er Essai			
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	0,8184	1,592	1,8865	4,2969	0,0429
Mn	67,4734	810,2802	887,173	1764,9	17,65
Co	0,1816	1,6654	1,2743	3,1213	0,0312
Ni	/	1,5	1,6	3,1	0,03
Cu	18,8304	27,0172	29,6639	75,5115	0,7551
Zn	2,0	3,0	/	5,0	0,05
As	0,5234	0,9089	1,4285	2,8608	0,0286
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	1,272	0,9593	0,5986	2,8299	0,0282
Hg	/	/	/	/	/
Pb	5,6505	3,9714	15,6267	25,2486	0,2524
Th	0,4854	0,8701	1,1082	2,4637	0,0246
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3 Bis

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 13 C, 13 Bd Fe et 13 B2h

13 Bd Fe			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	0,9804	/	0,9824	0,00982
Mn	527,8659	1297,0135	1385,2439	3210,1233	32,1012
Co	1,4957	10,8665	8,8253	21,1875	0,2119
Ni	/	0,8449	/	0,8469	0,00847
Cu	/	/	/	/	/
Zn	/	/	/	/	/
As	/	0,6068	0,0336	0,6414	0,00641
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,2371	0,1812	0,151	0,5693	0,00570
Hg	0,1229	/	/	0,1249	0,00125
Pb	11,0208	4,4699	/	15,4917	0,1549
Th	0,3849	0,6312	0,4032	1,4193	0,01420
U	/	/	/	/	/
13 C			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	0,0489	0,2035	0,2534	0,00253
Mn	17,6331	19,4297	21,3973	58,4601	0,5846
Co	0,0493	/	/	0,0513	0,000513
Ni	1,4852	/	/	1,4872	0,01487
Cu	/	/	/	/	/
Zn	/	/	/	/	/
As	0,5866	0,826	0,5635	1,9761	0,01976
Mb	0,0934	0,0495	/	0,1439	0,00144
Ag	0,0158	/	/	0,0178	0,000178
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,1745	0,1542	0,2484	0,5771	0,005771
Hg	0,0573	/	/	0,0593	0,000593
Pb	1,8939	/	3,0373	4,9322	0,0493
Th	1,0144	0,9858	0,8637	2,8639	0,0286
U	/	/	/	/	/
13 B2h			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,7118	3,7486	1,5735	6,0339	0,06034
Mn	30,6138	145,4308	144,7409	320,7855	3,2074
Co	0,1884	1,5982	0,7985	2,5851	0,0258
Ni	1,2459	2,1945	1,1069	4,5473	0,04545
Cu	/	0,5856	/	0,5876	0,00588
Zn	5,6428	5,5	/	11,1438	0,1114
As	0,3493	0,4575	0,7238	1,5306	0,0153
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,3133	0,2462	0,2373	0,7968	0,00797
Hg	0,06	0,1647	/	0,2257	0,00226
Pb	2,31	10,5389	2,8003	15,6492	0,1565
Th	0,9058	1,0148	0,7743	2,6929	0,02693
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 13 B1h

13 B1h	1 ^{er} Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	4,04995	5,4757	6,7521	16,27775	0,16278
Mn	182,7776	1160,7242	1111,4377	2454,9395	24,5494
Co	1,2638	8,4825	8,0277	17,774	0,1777
Ni	/	3,1627	2,4598	5,6235	0,0562
Cu	/	/	/	/	/
Zn	8,7931	14,6591	15,71	39,1622	0,3916
As	0,5506	0,664	0,6113	1,8259	0,01826
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,45	0,2687	0,3154	1,0341	0,01034
Hg	0,15	0,4131	0,0436	0,6067	0,00607
Pb	4,2511	5,9573	2,2572	12,4656	0,1247
Th	0,8598	1,143	1,853	3,8558	0,0386
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
ROCHES : 113 A/B, 102 C ET 102 Bh

113 A/B	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	0,4158	/	1,4212	1,838	0,0184
Mn	329,8	785,588	990,98	2106,3741	21,0637
Co	0,859	2,8222	3,231	6,9122	0,0691
Ni	/	/	/	/	/
Cu	/	/	7,5035	7,5055	0,07506
Zn	8,2855	4,8262	7,9979	21,1096	0,2111
As	0,9885	0,626	0,7593	2,3738	0,023738
Mb	0,0347	/	0,0067	0,000424	0,00042
Ag	/	/	0,0532	0,0552	0,00055
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,329	0,3734	0,3953	1,0977	0,01098
Hg	/	/	/	/	/
Pb	5,1514	6,8632	16,1482	28,163	0,2816
Th	1,5672	1,7017	2,2335	5,502	0,0550
U	/	/	/	/	/
102 C	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	/	/	/	/	/
Mn	122,2168	320,3737	373,6766	816,2671	8,1627
Co	0,2106	0,71	0,4191	1,3397	0,01340
Ni	/	0,8534	/	0,8554	0,00855
Cu	0,9587	1,2411	/	2,1808	0,0218
Zn	/	/	/	/	/
As	0,0956	0,18329	0,1089	0,38779	0,00388
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	0,5276	0,4642	0,31	1,3018	0,0131
Hg	/	/	/	/	/
Pb	6,9241	3,3304	11,7823	22,0368	0,2204
Th	0,9586	15,485	1,1781	17,6017	0,1760
U	/	/	/	/	/
102 Bh	1er Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)		
Cr	/	0,1051	0,4389	0,545	0,00545
Mn	67,0905	921,3484	837,5368	1825,9757	18,2598
Co	0,1741	1,7684	1,2818	3,2243	0,03224
Ni	/	/	1,3027	1,3047	0,013047
Cu	14,097	25,4955	27,2369	66,8294	0,66823
Zn	2,1218	3,0177	/	5,1405	0,05141
As	0,5609	0,9444	1,4721	2,9774	0,0298
Mb	/	/	/	/	/
Ag	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/
Sb	1,2844	1,0013	0,5851	2,8708	0,0287
Hg	/	/	/	/	/
Pb	5,3093	4,017	16,1814	25,5077	0,2551
Th	0,597	1,8343	1,9397	4,371	0,0437
U	/	/	/	/	/

ANNEXE A3

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES MINERAIS. (Gisements : Bragança, Nevès Corvo, Bourneix)

Bragança		1 ^{er} Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	28,91	11,32	7,526	47,7477	0,4775	
Mn	2,6528	1,6488	1,8972	6,1988	0,0619	
Co	0,4116	0,0801	0,0694	0,5611	0,0056	
Ni	44,43	13,8634	9,2113	67,50	0,675	
Cu	1,1129	1,0757	0,4887	2,6773	0,02678	
Zn	0,925	0,195	0,5089	1,6289	0,016289	
As	0,3183	0,1939	0,081	0,5932	0,00593	
Mo	0,4323	0,1397	0,918	1,49	0,0149	
Ag	0,0674	0,0067	0,00225	0,0764	0,00076	
Cd	0,081	0,0405	0,023	0,1446	0,001446	
Sb	0,1516	0,082	0,062	0,296	0,00296	
Hg	1,107	0,405	0,231	1,7431	0,01743	
Pb	1,3025	0,923	1,183	3,4088	0,034088	
Th	0,2022	0,0639	0,026	0,29	0,0029	
U	0,0437	0,075	0,0039	0,123	0,00123	

Nevès Corvo		1 ^{er} Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,455	0,021	0,3491	0,825	0,0082	
Mn	1146,7	515,25	4,301	1666,25	16,67	
Co	399,5	95,3	0,962	495,72	4,957	
Ni	59,60	13,14	0,445	73,18	0,732	
Cu	2204,5	111,07	14,89	2330,46	23,30	
Zn	8982,06	1293,4	12,8	10288,2	102,9	
As	15,30	5,95	0,252	21,509	0,215	
Mo	0,103	0,405	0,369	0,87	0,0087	
Ag	0,0337	0,1562	0,4572	0,6471	0,0065	
Cd	35,03	6,631	0,237	41,90	0,419	
Sb	14,63	8,68	0,226	23,53	0,235	
Hg	0,667	3,17	0,521	4,367	0,0437	
Pb	95,67	56,13	9,652	161,45	1,615	
Th	0,00983	0,0419	1,122	1,174	0,0117	
U	0,0136	0,0096	1,13	1,15	0,0115	

Bourneix		1 ^{er} Essai			Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	0,4013	0,2523	0,405	1,0586	0,0106	
Mn	13,01	4,65	4,89	22,56	0,226	
Co	0,2981	0,129	0,2521	0,678	0,00678	
Ni	1,219	0,405	0,415	2,039	0,0204	
Cu	0,315	0,184	0,422	0,922	0,0093	
Zn	1,57	0,306	1,288	3,17	0,0317	
As	468,97	407,2	340,9	1217,0	12,17	
Mo	2,10	0,78	0,97	3,86	0,039	
Ag	0,0107	0,0079	0,283	0,302	0,00302	
Cd	0,275	0,0606	0,114	0,450	0,00450	
Sb	12,94	10,68	9,491	33,1	0,331	
Hg	0,391	0,347	5,061	5,801	0,058	
Pb	0,068	0,923	1,399	2,39	0,0239	
Th	0,122	0,0558	0,134	0,312	0,0031	
U	0,0735	0,0672	0,0783	0,219	0,00219	

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES MINERAIS. (Gisements : Almaden, Salsigne, Moinho)

Almaden			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	/	/	/	/
Mn	0,29	16,39	12,2	28,9	0,289
Co	0,23	0,086	0,055	0,372	0,00372
Ni	0,421	0,1715	0,0864	0,679	0,00679
Cu	1,155	0,86	0,36	2,38	0,0238
Zn	14,8	5,0	2,57	22,3	0,22
As	6,725	3,96	3,07	13,76	0,138
Mo	0,24	0,19	0,21	0,64	0,0064
Ag	0,051	0,024	0,026	0,10	0,001
Cd	0,148	0,162	0,333	0,643	0,00643
Sb	2,90	0,85	0,65	4,4	0,044
Hg	25,68	18,44	69,56	113,68	1,137
Pb	0,403	0,432	0,198	1,03	0,010
Th	0,025	0,019	0,012	0,056	0,00056
U	0,0267	0,0089	0,0062	0,0418	0,00042

Salsigne			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	/	/	/	/
Mn	530,78	524,36	365,98	1421,1	14,2
Co	0,50	0,694	0,695	1,89	0,0189
Ni	1,54	2,63	2,42	6,59	0,0659
Cu	0,54	0,20	0,234	0,99	0,0099
Zn	10,11	4,30	2,465	16,88	0,169
As	6385	5932	8720	21037,5	210,37
Mo	0,43	0,287	0,282	0,99	0,0099
Ag	0,087	0,051	0,028	0,167	0,00167
Cd	1,412	1,02	0,677	3,1	0,031
Sb	17,96	11,15	18,6	47,71	0,47
Hg	11,6	3,13	1,382	16,125	0,161
Pb	0,5168	0,077	0,134	0,727	0,00727
Th	0,04	0,0097	0,0079	0,058	0,00058
U	0,211	0,0365	0,034	0,281	0,00281

Moinho			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	/	/	/	/
Mn	1531,4	461,9	246,1	2239,4	22,39
Co	44,28	6,79	12,98	64,05	0,645
Ni	24,51	5,20	4,19	33,9	0,339
Cu	1605,7	87,69	336,3	2029,7	20,30
Zn	1478	1433	1830	4744	47,4
As	159,6	27,4	17,6	204,6	2,05
Mo	0,069	0,35	0,099	0,519	0,0052
Ag	0,021	0,131	0,0520	0,204	0,00204
Cd	26,8	5,39	5,60	37,79	0,378
Sb	8,136	10,48	9,099	27,72	0,277
Hg	0,459	8,60	0,68	9,746	0,0975
Pb	5225	3100	2770	11091,8	110,92
Th	0,0454	0,167	0,0138	0,226	0,00226
U	0,707	0,284	0,061	1,06	0,0106

ANNEXE A3 (suite)

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES
MINERAIS. (Gisements : Malines et Bou Madine)

Malines			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	1,34	1,75	1,57	4,7	0,047
Mn	51,0	112,35	45,70	209,09	2,09
Co	0,469	1,60	0,89	2,97	0,0297
Ni	3,297	2,093	0,36	5,75	0,0575
Cu	0,514	0,159	0,021	0,69	0,0069
Zn	3,43	1,64	0,34	5,41	0,054
As	3,80	1,366	0,909	6,079	0,0609
Mo	0,676	0,161	0,162	0,999	0,0099
Ag	1,25	0,255	0,031	1,539	0,0154
Cd	0,173	0,056	0,025	0,25	0,0025
Sb	11,48	1,28	1,33	14,1	0,141
Hg	16,35	1,54	0,43	18,32	0,1832
Pb	0,806	/	/	0,83	0,0083
Th	0,140	0,032	0,00922	0,181	0,0018
U	0,0188	0,0316	0,0316	0,082	0,00082
Bou Madine			1 ^{er} Essai	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)			
Cr	/	/	/	/	/
Mn	279,41	84,08	56,60	420,09	4,2009
Co	6,95	15,82	5,60	28,37	0,2837
Ni	52,57	25,40	42,34	120,31	1,2031
Cu	903,14	295,61	353,92	1552,67	15,5267
Zn	1228,00	2159,23	1649,74	5036,97	50,3697
As	786,54	1762,41	1688,79	4237,74	42,3774
Mo	5,06	37,73	13,60	56,39	0,5639
Ag	30,32	197,30	77,65	305,26	3,0526
Cd	230,02	63,47	34,06	327,54	3,2754
Sb	22,89	46,03	22,50	91,42	0,9142
Hg	24,53	136,59	70,86	231,98	2,3198
Pb	4019,67	2324,55	1691,52	8035,75	80,3575
Th	55,88	283,31	209,60	548,79	5,4879
U	54,76	169,11	65,88	289,75	2,8975

ANNEXE A3 Bis

TENEUR DES ELEMENTS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES MINERAIS. (Gisements : Salsigne, Moinho et Nevès Corvo)

Salsigne			2 ^{ème} Essai		
	1 ^{ère} mise en contact (ppb)	2 ^{ème} mise en contact (ppb)	3 ^{ème} mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	/	/	/	/	/
Mn	451,04	338,80	317,09	1106,93	11,0693
Co	15,76	1,85	2,28	19,88	0,1988
Ni	0,01	0,01	0,01	0,01	0,0001
Cu	153,00	0,01	0,01	153,02	1,5302
Zn	107,87	27,72	44,61	180,21	1,8021
As	5760,77	5450,57	8657,80	19869,14	198,6914
Mb	37,73	15,24	13,42	66,38	0,6638
Ag	56,12	2,04	0,01	58,17	0,5817
Cd	17,61	1,11	4,68	23,41	0,2341
Sb	33,68	8,92	17,36	59,97	0,5997
Hg	249,14	165,50	143,86	558,49	5,5849
Pb	205,17	0,01	0,50	205,67	2,0567
Th	1,76	0,27	0,01	2,04	0,0204
U	38,35	0,59	8,27	47,21	0,4721
Moinho			2 ^{ème} Essai		
	1 ^{ère} mise en contact (ppb)	2 ^{ème} mise en contact (ppb)	3 ^{ème} mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	/	/	/	/	/
Mn	1294,17	288,91	151,89	1734,97	17,3497
Co	36,53	3,85	10,15	50,52	0,5052
Ni	0,01	0,01	0,01	0,01	0,0001
Cu	598,16	70,25	107,90	776,32	7,7632
Zn	1413,00	1379,16	2138,41	4930,57	49,3057
As	35,56	18,87	10,16	64,58	0,6458
Mb	8,22	5,32	2,92	16,46	0,1646
Ag	/	/	/	/	/
Cd	113,46	62,72	25,21	201,39	2,0139
Sb	14,11	3,87	5,92	23,89	0,2389
Hg	70,93	40,53	46,27	157,73	1,5773
Pb	3057,17	3633,16	5693,47	12383,80	123,8380
Th	/	/	/	/	/
U	/	/	/	/	/
Nevès Corvo			2 ^{ème} Essai		
	1 ^{ère} mise en contact (ppb)	2 ^{ème} mise en contact (ppb)	3 ^{ème} mise en contact (ppb)	Total (ppb)	Fraction solubilisée (mg/kg de matière)
Cr	0,01	0,01	0,35	0,37	0,0037
Mn	1148,57	481,12	4,30	1633,99	16,3399
Co	382,83	84,88	0,96	468,68	4,6868
Ni	43,26	0,01	0,45	43,71	0,4371
Cu	1709,80	216,94	14,89	1941,63	19,4163
Zn	1058,00	1501,41	12,76	2572,17	25,7217
As	31,53	15,52	0,25	47,30	0,4730
Mb	1,06	0,79	0,37	2,22	0,0222
Ag	0,01	0,01	0,46	0,48	0,0048
Cd	71,93	40,91	0,24	113,08	1,1308
Sb	13,42	7,93	0,23	21,58	0,2158
Hg	7,14	4,66	0,52	12,32	0,1232
Pb	41,54	20,49	9,65	71,68	0,7168
Th	0,12	0,05	1,12	1,30	0,0130
U	0,01	0,01	1,13	1,15	0,0115

ANNEXE A4

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES ROCHES : VB120, SE13,
VB120 ET WR 15

VB 123	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)
Cl	1,2	<0,1	0,66
F	<0,1	<0,1	<0,1
HCO ₃ -	6,2	6,5	6,8
HPO ₄ 2-	<0,5	<0,5	<0,5
SO ₄ 2-	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₃ -	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ -	<0,1	0,5	<0,1
Oxalate	<0,5	<0,5	<0,5
Acetate	<0,5	<0,5	<0,5
Citrate	<5	<5	<5

SE13	1 er Essai			2 ème Essai		
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)
Cl	0,9	0,6	0,7	0,9	0,57	0,6
F	0,31	1,2	1,1	<0,1	0,3	0,9
HCO ₃ -	<0,1	6,4	6,6	8,3	7,9	6,5
HPO ₄ 2-	1,2	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
SO ₄ 2-	2,3	2,7	1,2	2,1	2,2	1,5
NO ₃ -	<0,2	<0,2	<0,2	<0,3	<0,2	0,7
NO ₂ -	<0,1	0,5	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Oxalate	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Acetate	25	<0,5	<0,5	25	<0,5	<0,5
Citrate	<5	<5	<5	<5	<5	<5

VB 120	1 er Essai			2 ème Essai		
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)
Cl	1,7	0,85	0,6	0,95	0,8	<0,1
F	<0,1	<0,1	<0,1	0,1	<0,1	<0,1
HCO ₃ -	8,0	8,4	6,4	8,6	<7,9	6,0
HPO ₄ 2-	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
SO ₄ 2-	0,4	<0,2	<0,2	1,6	<0,2	<0,2
NO ₃ -	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ -	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	1
Oxalate	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Acetate	25	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Citrate	<5	<5	<5	<5	<5	<5

WR15	1 er Essai			2 ème Essai	3 ème Essai
	1ère mise en contact (ppb)	2ème mise en contact (ppb)	3ème mise en contact (ppb)	1ère mise en contact (ppb)	1ère mise en contact (ppb)
Cl	1,4	0,75	0,47	1,8	1,6
F	<0,1	<0,1	<0,1	0,1	<0,1
HCO ₃ -	16,7	15,2	20,5	13,6	6,6
HPO ₄ 2-	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
SO ₄ 2-	7,58	6	3,6	5,4	5,2
NO ₃ -	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ -	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Oxalate	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Acetate	25	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Citrate	<5	<5	<5	<5	<5

ANNEXE A4 (suite)

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES ROCHES : WR 24 ET
REND

WR24	1er Essai
	1ère mise en contact (ppb)
Cl	0,7
F	<0,1
HCO ₃ -	6,8
HPO ₄ ²⁻	<0,5
SO ₄ ²⁻	5,38
NO ₃ -	<0,2
NO ₂ -	<0,1
Oxalate	<0,5
Acetate	<0,5
Citrate	<5

REND	1er Essai
	1ère mise en contact (ppb)
Cl	0,9
F	0,3
HCO ₃ -	8,6
HPO ₄ ²⁻	<0,5
SO ₄ ²⁻	2
NO ₃ -	<0,2
NO ₂ -	<0,1
Oxalate	<0,5
Acetate	<0,5
Citrate	<5

ANNEXE A4

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES ROCHES :

13 Bd Fe, 13 C, 13 B2h ET 13 B1h

13 Bd Fe	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,28	0,39	0,24
F ⁻	<0,05	0,12	<0,1
HCO ₃ ⁻	2,83	16,84	51,29
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	1,67	1,05	1,56
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	0,5	<0,1

13 C	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	1,0	0,6	0,7
F ⁻	0,09	1,2	1,1
HCO ₃ ⁻	4,3	6,4	6,6
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,5	<0,5
SO ₄ ²⁻	<0,3	2,7	1,2
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	0,5	<0,1

13 B2h	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,6	0,44	0,22
F ⁻	<0,05	<0,05	0,09
HCO ₃ ⁻	21,75	67,35	13,1
HPO ₄ ²⁻	<0,5	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	1,37	2,09	0,92
NO ₃ ⁻	0,26	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	<0,1	<0,1

13 B1 h	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,82	0,45	0,36
F ⁻	<0,05	<0,05	<0,05
HCO ₃ ⁻	80,43	21,1	29,77
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	1,4	2,85	2,12
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	<0,1	<0,1

ANNEXE A4 (suite)

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES ROCHES : 113 A/B, 102 C
ET 102 Bh

113 A/B	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,87	0,21	0,2
F ⁻	<0,05	<0,05	0,11
HCO ₃ ⁻	32,16	6,74	3,03
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	0,76	<0,23	1,66
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	<0,1	<0,1

102 C	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,47	0,45	0,25
F ⁻	<0,05	<0,05	<0,05
HCO ₃ ⁻	12,64	70,68	6,19
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	0,94	<0,3	0,93
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	<0,1	<0,1

102 Bh	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,84	0,59	0,43
F ⁻	<0,05	<0,05	<0,05
HCO ₃ ⁻	57,63	33,15	40,28
HPO ₄ ²⁻	<0,8	<0,8	<0,8
SO ₄ ²⁻	<0,3	2,85	1,18
NO ₃ ⁻	<0,2	<0,2	<0,2
NO ₂ ⁻	<0,1	<0,1	<0,1

ANNEXE A4

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES MINERAIS:
BOURNEIX, SALSIGNE 2X, MALINES ET BOU MADINE

Bourneix	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,9	0,2	0,2
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	12	9,2	14
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	40	4,1	2,5

Salsigne 2X	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,2	0,2	< 0,1
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	16	14	15

Malines	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	2,7	2,1	0,2
F ⁻	1,5	1,6	< 0,1
HCO ₃ ⁻	30	44	51
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	128	100	48

ANNEXE A4 (suite)

TENEUR DES ANIONS DANS LES SOLUTIONS DE LIXIVIATION DES MINERAIS:
MOINHO, NEVES CORVO, BRAGANCA ET ALMADEN

Moinho	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	2,1	0,5	0,2
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	4,3	< 0,1	< 0,1
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	140	22	25

Neves Corvo	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	8,7	0,8	0,5
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	8,3	0,5	2,2
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	274	59	45

Bragança	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	3,1	0,8	0,4
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	15	20	1,7
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	4	1,9	1,1

Almaden	1 er Essai		
	1ère mise en contact (ppm)	2ème mise en contact (ppm)	3ème mise en contact (ppm)
Cl ⁻	0,6	0,4	0,2
F ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HCO ₃ ⁻	< 0,1	< 0,1	< 0,1
HPO ₄ ²⁻	< 1	< 1	< 1
SO ₄ ²⁻	2,1	0,1	< 0,1

ANNEXE A5

FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT
DANS LA ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : VB120 et VB 123).

VB 120		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,064	89	7,18E-05	<5	781
	Mn	0,0891	465	1,92E-04		
	Co	0,001	9	1,11E-04		
	Ni	0,011	36	3,06E-04	<50	4545
	Cu	0,0159	8	1,98E-03		
	Zn	0,0298	28	1,06E-03	<250	8389
	As	0,0506	4,5	1,24E-02	<5	99
	Mo	0,1299	12	1,08E-02		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	/	/		
	Sb	0,0024	/	/		
	Hg	0,0069	/	/	<5	725
	Pb	0,0077	41	1,82E-04	<50	6494
	Th	0,0128	49	2,61E-04		
	U	0,0807	17	4,74E-03		

VB 123		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,0062	53	1,17E-04	<5	806
	Mn	0,249	310	8,03E-04		
	Co	0,0016	11	1,45E-04		
	Ni	/	33	/	<50	/
	Cu	0,0212	74	2,86E-04		
	Zn	0,0297	49	6,06E-04	<250	8418
	As	0,4925	59,7	8,25E-03	<5	10
	Mo	/	<2	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	/	/		
	Sb	0,0094	/	/		
	Hg	0,0028	/	/	<5	1786
	Pb	0,0446	130	3,43E-04	<50	1121
	Th	0,0033	35	9,43E-05		
	U	0,051	13	3,92E-03		

ANNEXE A5 (SUITE)

FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT
DANS LA ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : SE 13 et WR 15).

SE 13		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	/	7,78	/	<5	/
	Mn	1,3596	310	4,39E-03		
	Co	0,0056	1,36	4,34E-03		
	Ni	0,0241	16	1,51E-03	<50	2083
	Cu	0,0118	7,47	1,58E-03		
	Zn	0,0802	62,2	1,28E-03	<250	3125
	As	7,6908	117	6,57E-02	<5	0,65
	Mo	0,0438	0,23	1,90E-01		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,45	/		
	Sb	0,198	2,47	8,02E-02		
	Hg	0,0042	/	/	<5	1190
	Pb	0,0074	54,1	1,37E-04	<50	6757
	Th	0,0088	7,54	1,17E-03		
	U	0,0698	18,5	3,77E-03		

WR 15		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,0053	15,8	3,40E-04	<5	943
	Mn	0,0249	1007	2,47E-05		
	Co	0,0024	3,59	6,68E-04		
	Ni	0,0059	15,7	3,75E-04	<50	8474
	Cu	0,0193	7,37	2,62E-03		
	Zn	0,0563	1683	3,34E-05	<250	4441
	As	0,016	/	/	<5	313
	Mo	0,9791	/	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	/	/		
	Sb	0,0251	/	/		
	Hg	0,0046	/	/	<5	1087
	Pb	0,2486	1000	2,49E-04	<50	4023
	Th	/	0,88	/		
	U	0,0048	2,62	1,83E-03		

ANNEXE A5 (SUITE)

FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT
DANS LA ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : WR 24 et REND).

WR 24		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	/	53,7	/	<5	/
	Mn	0,899	310	2,90E-03		
	Co	0,0503	8,1	6,20E-03		
	Ni	0,0324	17,4	1,86E-03	<50	1543
	Cu	0,1001	37,1	2,70E-03		
	Zn	1,02E-02	104	1,03E-02	<250	234
	As	0,0081	/	/	<5	617
	Mo	0,0028	/	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	0,0342	/	/		
	Sb	0,0122	/	/		
	Hg	0,0042	/	/	<5	1191
	Pb	3,0195	370	8,16E-03	<50	17
	Th	0,0023	7,84	2,93E-03		
	U	0,0015	2,71	5,54E-04		
REND						
		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	0,2605	75	3,47E-03	<5	19
	Mn	34,81	155	2,25E-01		
	Co	20,7	23	9,00E-01		
	Ni	135,318	159	8,51E-01	<50	0,37
	Cu	13,02	141	9,24E-02		
	Zn	30,72	38	8,08E-01	<250	8
	As	0,728	110	6,62E-03	<5	7
	Mo	1,6801	340	4,94E-03		
	Ag	/	/	/		
	Cd	1,616	/	/		
	Sb	0,072	/	/		
	Hg	/	/	/	<5	
	Pb	/	14	/	<50	
	Th	0,038	15	2,53E-03		
	U	68,69	294,8	2,33E-01		

ANNEXE A5
FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT DANS LA
ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : 13 Bd Fe et 13 C).

13 Bd Fe		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,00982	67,4	0,0001	<5	509
	Mn	32,1012	387	0,0829		
	Co	0,2119	9,57	0,0221		
	Ni	0,00847	17,5	0,0005	<50	5903
	Cu	/	6,67	/		
	Zn	/	33,5	/	<250	
	As	0,00641	33,9	0,0002	<5	780
	Mo	/	0,16	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,14	/		
	Sb	0,0057	0,88	0,0065		
	Hg	0,00125	/	/	<5	4000
	Pb	0,1549	33,1	0,0047	<50	323
	Th	0,0142	26	0,0005		
	U	/	10	/		

13 C		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,00253	76,2	0,00003	<5	1976
	Mn	0,5846	154	0,0038		
	Co	0,000513	6,51	0,0001		
	Ni	0,01487	24,5	0,0006	<50	3362
	Cu	/	4,37	/		
	Zn	/	62,5	/	<250	
	As	0,01976	8,65	0,0023	<5	253
	Mo	0,00144	0,08	0,0180		
	Ag	0,000178	/	/		
	Cd	/	0,06	/		
	Sb	0,005771	0,43	0,0134		
	Hg	0,000593	/	/	<5	8432
	Pb	0,0493	34,1	0,0014	<50	1014
	Th	0,0286	22,9	0,0012		
	U	/	7,17	/		

ANNEXE A5 (suite)
FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT DANS LA
ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : 13 B2h et 13 B1h).

13 B2h		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	0,06034	114	0,0005	<5	83
	Mn	3,2074	/	/		
	Co	0,0258	5,56	0,0046		
	Ni	0,04545	25,3	0,0018	<50	1100
	Cu	0,00588	7,16	0,0008		
	Zn	0,114	45,8	0,0025	<250	
	As	0,0153	25,3	0,0006	<5	327
	Mo	/	0,24	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,14	/		
	Sb	0,00797	0,55	0,0145		
	Hg	0,00226	/	/	<5	2212
	Pb	0,1565	32,4	0,0048	<50	319
	Th	0,0293	43	0,0007		
	U	/	12,8	/		

13 B1h		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	0,16278	115	0,0014	<5	31
	Mn	24,5494	308	0,0797		
	Co	0,1777	5,47	0,0325		
	Ni	0,0562	22,1	0,0025	<50	890
	Cu	/	2,78	/		
	Zn	0,3916	43,9	0,0089	<250	
	As	0,01826	12,4	0,0015	<5	274
	Mo	/	0,3	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,12	/		
	Sb	0,01034	0,59	0,0175		
	Hg	0,00607	/	/	<5	824
	Pb	0,1247	38,8	0,0032	<50	401
	Th	0,0386	24,4	0,0016		
	U	/	8,14	/		

ANNEXE A5 (suite)

FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT DANS LA
ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : 113 A/B et 102 C).

113 A/B		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	0,0184	68,3	0,0003	<5	272
	Mn	21,0637	539	0,0391		
	Co	0,0691	9,28	0,0074		
	Ni	/	21,3	/	<50	/
	Cu	0,07506	4,03	0,0186		
	Zn	0,2111	84,3	0,0025	<250	
	As	0,023738	13	0,0018	<5	211
	Mo	0,00042	1,45	0,0003		
	Ag	0,00055	/	/		
	Cd	/	0,08	/		
	Sb	0,01098	1,03	0,0107		
	Hg	/	/	/	<5	/
	Pb	0,2816	78,6	0,0036	<50	178
	Th	0,055	38,7	0,0014		
	U	/	10,2	/		

102 C		Fraction soluble	Conc. dans	Fraction soluble	Norme	Norme
		cumulée	la roche initiale	cumulée		
		(mg/kg de mat.)	(ppm)	/	(mg/kg	/
				Conc. dans la	de mat.)	Fraction soluble
				roche initiale		cumulée
Elément	Cr	/	45,4	/	<5	/
	Mn	8,1627	308	0,0265		
	Co	0,0134	19,7	0,0007		
	Ni	0,00855	18,8	0,0005	<50	5848
	Cu	0,0218	437	0,0000		
	Zn	/	111	/	<250	
	As	0,00388	48,8	0,0001	<5	1289
	Mo	/	11,7	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,37	/		
	Sb	0,0131	3,26	0,0040		
	Hg	/	/	/	<5	/
	Pb	0,2204	102	0,0022	<50	227
	Th	0,176	102	0,0017		
	U	/	36,2	/		

ANNEXE A5 (suite)
FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT
DANS LA ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLON : 102 Bh).

102 Bh		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	/	45,3	/	<5	/
	Mn	18,2598	308	0,0593		
	Co	0,03224	8,73	0,0037		
	Ni	0,013047	14,7	0,0009	<50	3833
	Cu	0,66823	681	0,0010		
	Zn	0,05141	59,1	0,0009	<250	
	As	0,0298	57,7	0,0005	<5	168
	Mo	/	15,2	/		
	Ag	/	/	/		
	Cd	/	0,12	/		
	Sb	0,0287	5,25	0,0055		
	Hg	/	/	/	<5	/
	Pb	0,2551	92,1	0,0028	<50	196
	Th	0,0437	71,2	0,0006		
	U	/	19,4	/		

ANNEXE A5
FRACTIONS SOLUBLES CUMULEES EN FONCTION DE LA TENEUR EN ELEMENT DANS LA
ROCHE INITIALE ET NORMES (ECHANTILLONS : Rhyolite RE 08 et Basalte).

Rhyolite						
		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	/	4,07	-	<5	/
	Mn	0,0502	-	-		
	Co	0,0022	0,31	7,10E-03		
	Ni	0,0092	1,18	7,80E-03	<50	5434,78
	Cu	0,0121	7,69	1,57E-03		
	Zn	0,0383	22,4	1,71E-03	<250	6527,42
	As	0,0269	8,28	3,25E-03	<5	185,87
	Mo	0,0055	0,35	1,57E-02		
	Ag	0,0302	-	-		
	Cd	0,0075	0,2	3,75E-02		
	Sb	0,0061	4,08	1,50E-03		
	Hg	0,0443	-	-	<5	112,87
	Pb	0,0098	11,0	8,91E-04	<50	5102,04
	Th	0,0724	10,9	6,64E-03		
	U	0,0231	4,76	4,85E-03		
Basalte						
		Fraction soluble cumulée (mg/kg de mat.)	Conc. dans la roche initiale (ppm)	Fraction soluble cumulée / Conc. dans la roche initiale	Norme (mg/kg de mat.)	Norme / Fraction soluble cumulée
Elément	Cr	-	493	-	<5	/
	Mn	0,1700	139	1,22E-03		
	Co	0,0170	46,9	3,62E-04		
	Ni	0,0948	289	3,28E-04	<50	527,43
	Cu	0,0339	63,8	5,31E-04		
	Zn	0,0659	108	6,10E-04	<250	3793,63
	As	0,1091	22,6	4,83E-03	<5	45,83
	Mo	0,0209	3,88	5,39E-03		
	Ag	0,0196	-	-		
	Cd	0,0064	1,35	4,74E-03		
	Sb	0,0120	0,85	1,41E-02		
	Hg	0,0566	-	-	<5	88,34
	Pb	0,0075	13,7	5,47E-04	<50	6666,67
	Th	0,0586	9,69	6,05E-03		
	U	0,3904	2,61	1,50E-01		

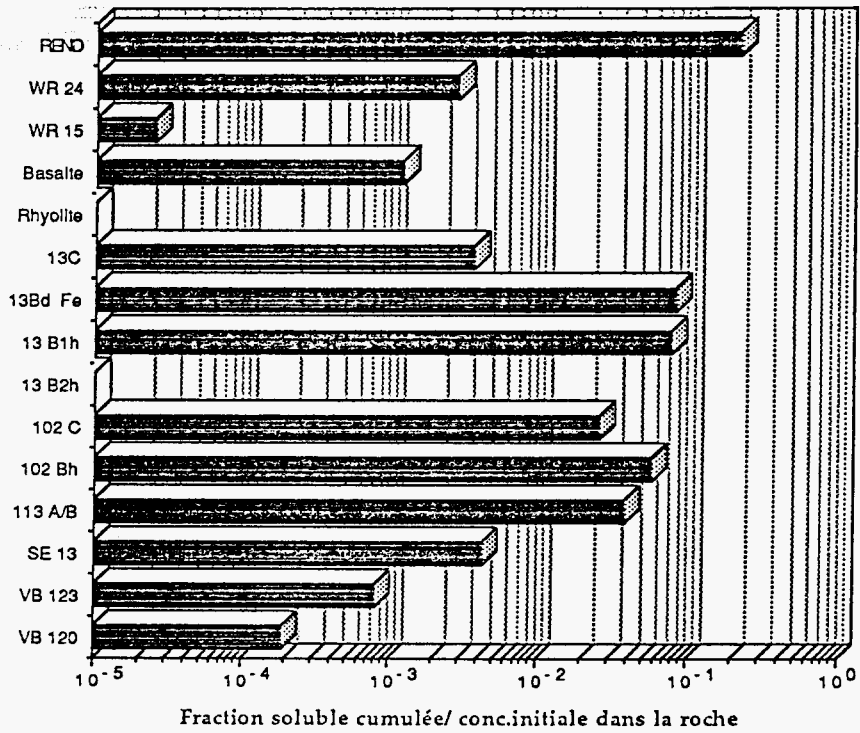
ANNEXE A6

Les figures ci-après représentent le rapport pour chaque élément :
fraction soluble cumulée (mg/kg de matière) / teneur initiale dans la roche (ppm).
Ce rapport est représentatif du taux de dissolution d'un élément présent dans un type de roche donné. Sa valeur maximale de 1 serait atteinte pour une dissolution complète de l'élément dans la phase aqueuse.

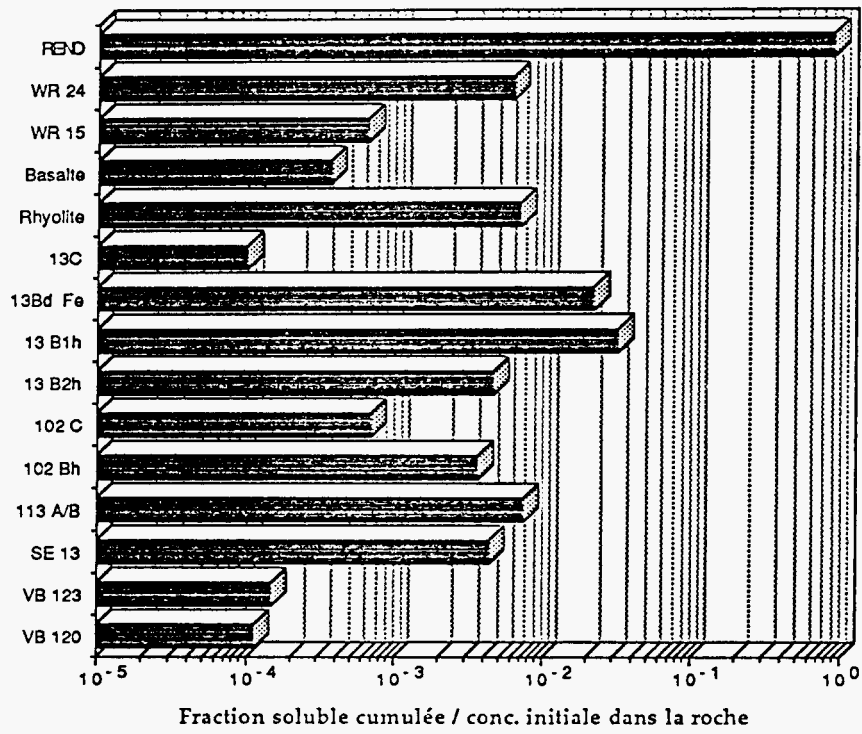
CHROME



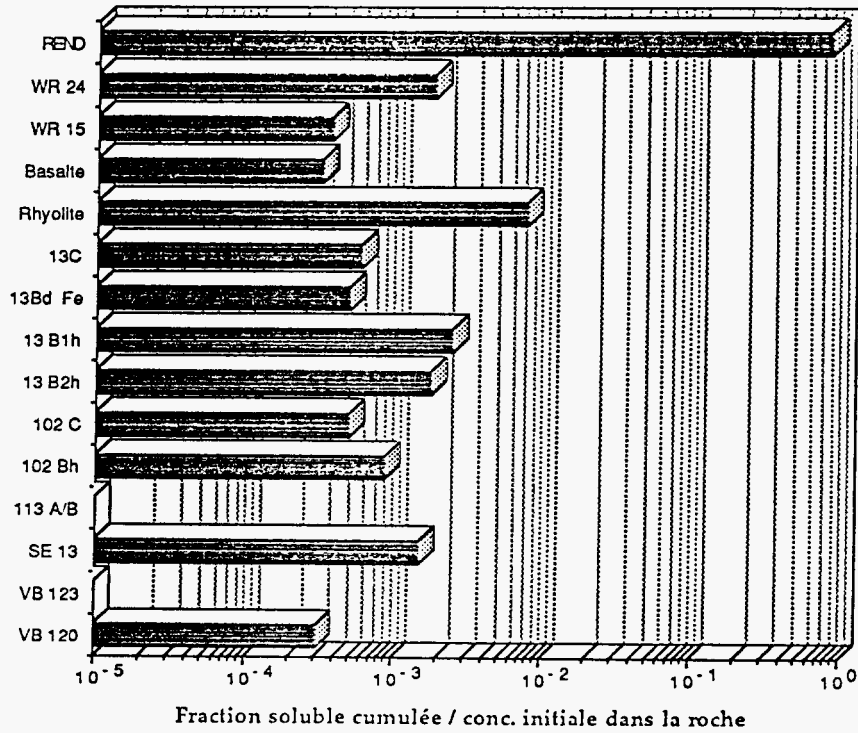
MANGANESE



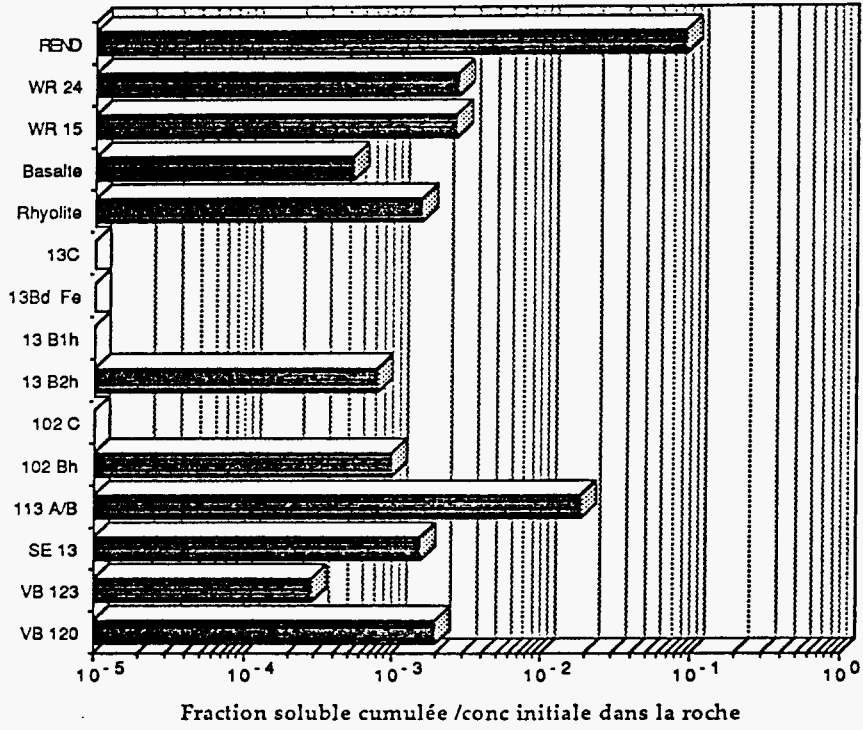
COBALT



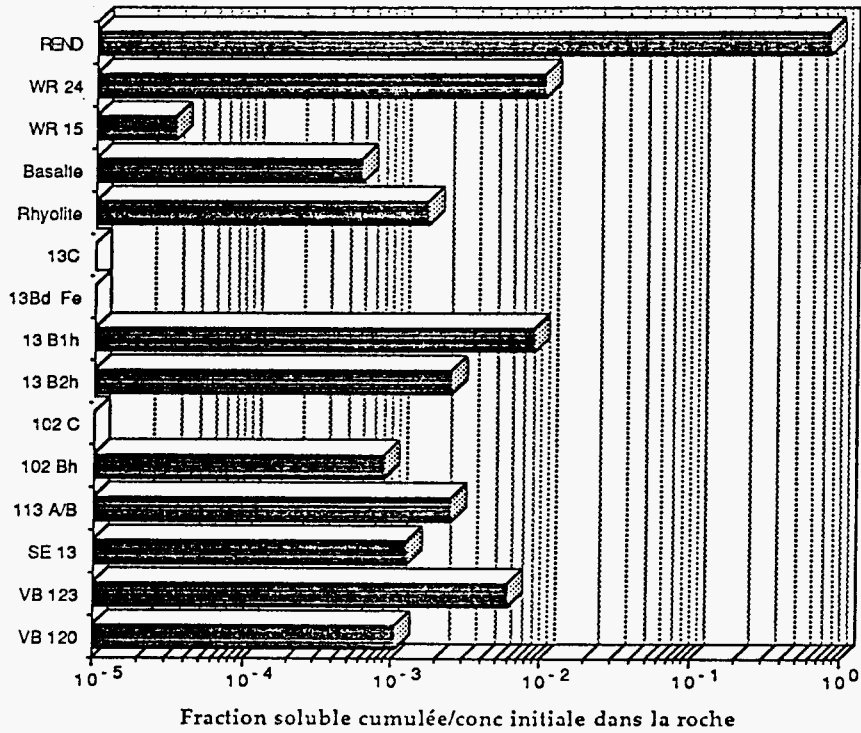
NICKEL



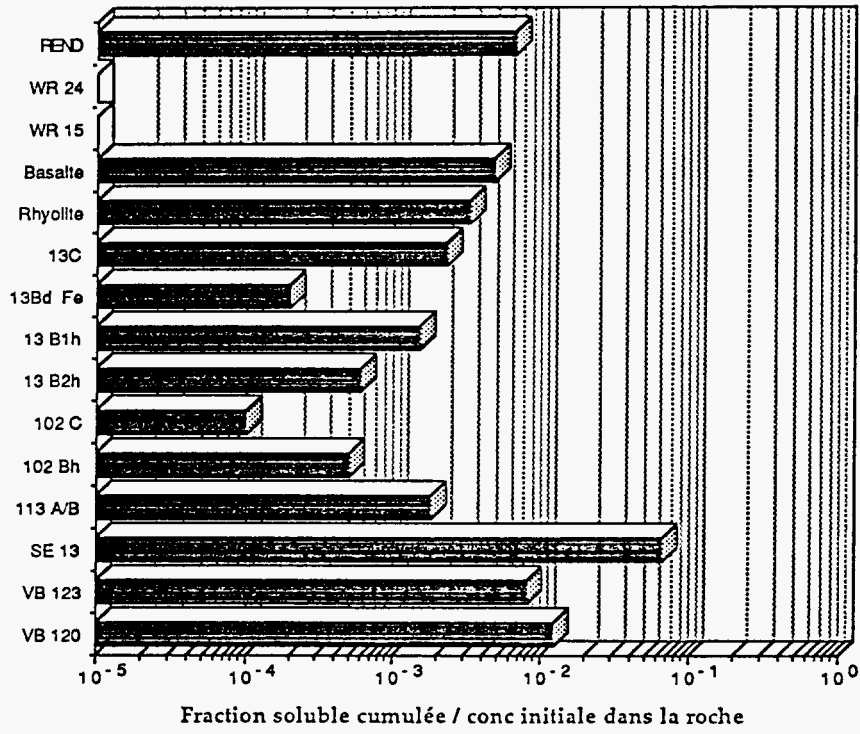
CUIVRE



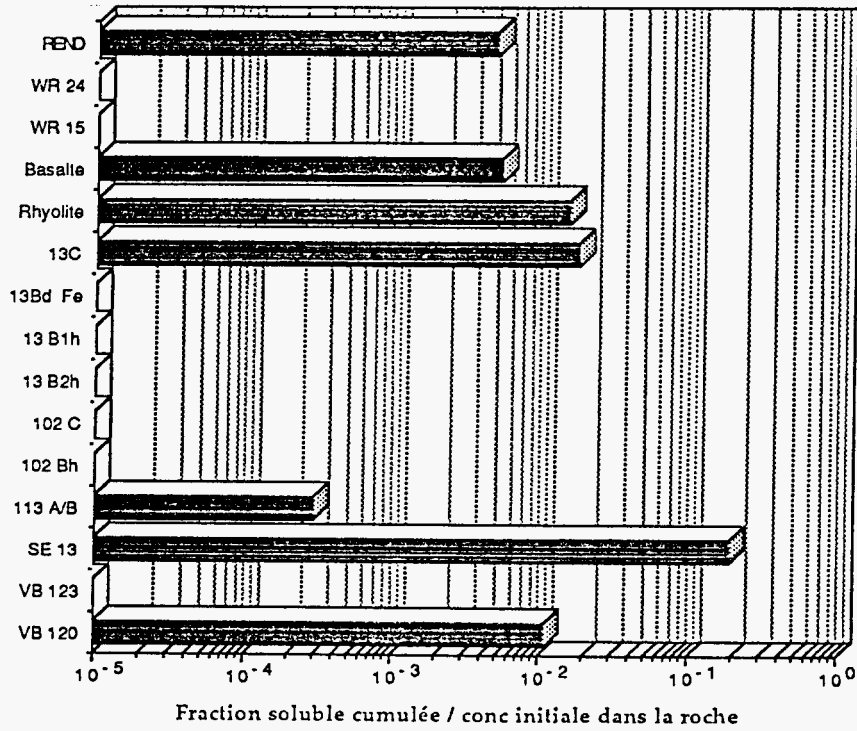
ZINC



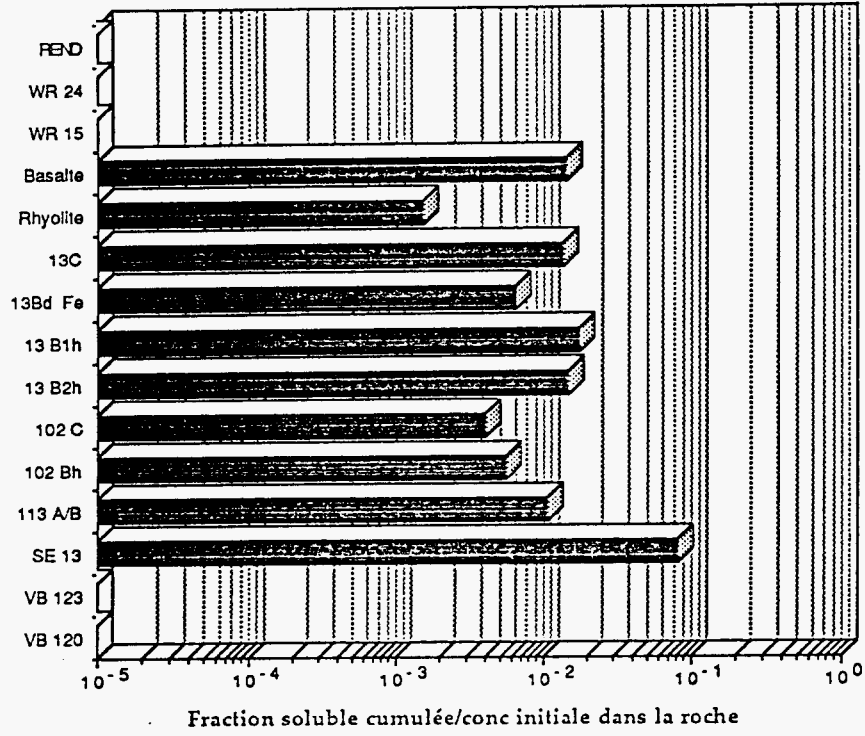
ARSENIC



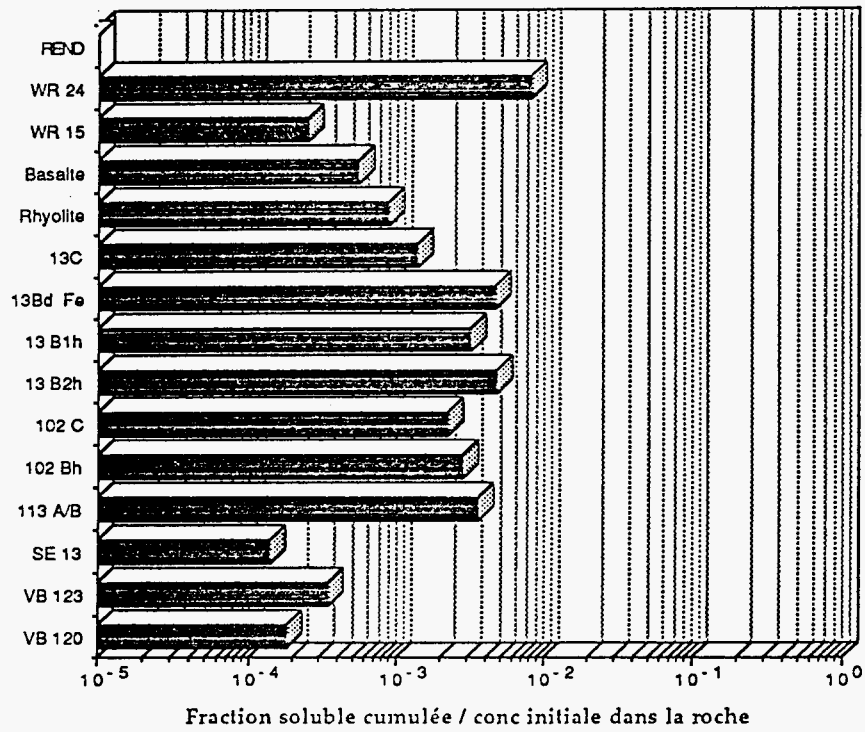
MOLYBDENE



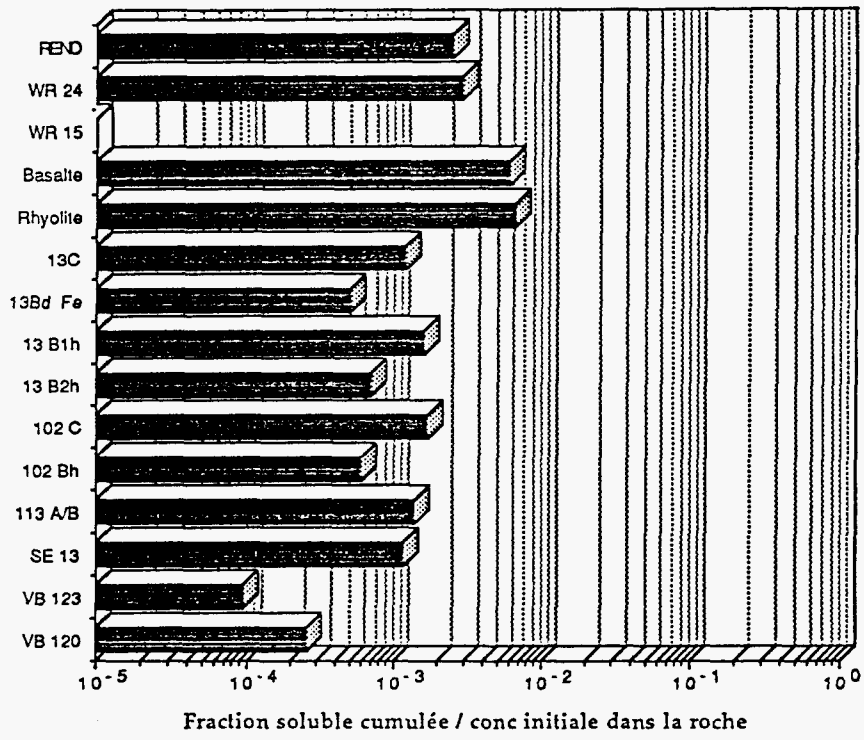
ANTIMOINE



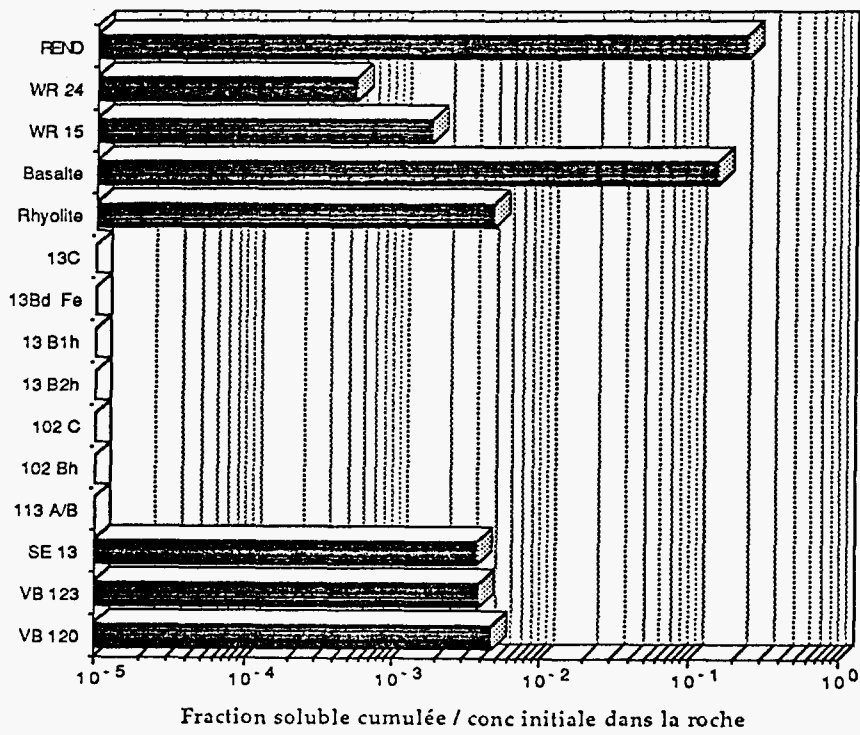
PLOMB



THORIUM



URANIUM



ANNEXE A7

"Cinétique de réaction" de l'échantillon schiste REND

Durées de mise en contact de 100 g de l'échantillon avec 1 kg d'eau déminéralisée : 1, 2, 3, 4, 16 et 160 heures.

Cinétique de réaction

Teneurs en ppb dans la solution résultant de la mise de 100 g de schiste REND avec 1 kg d'eau pour différents temps de contact

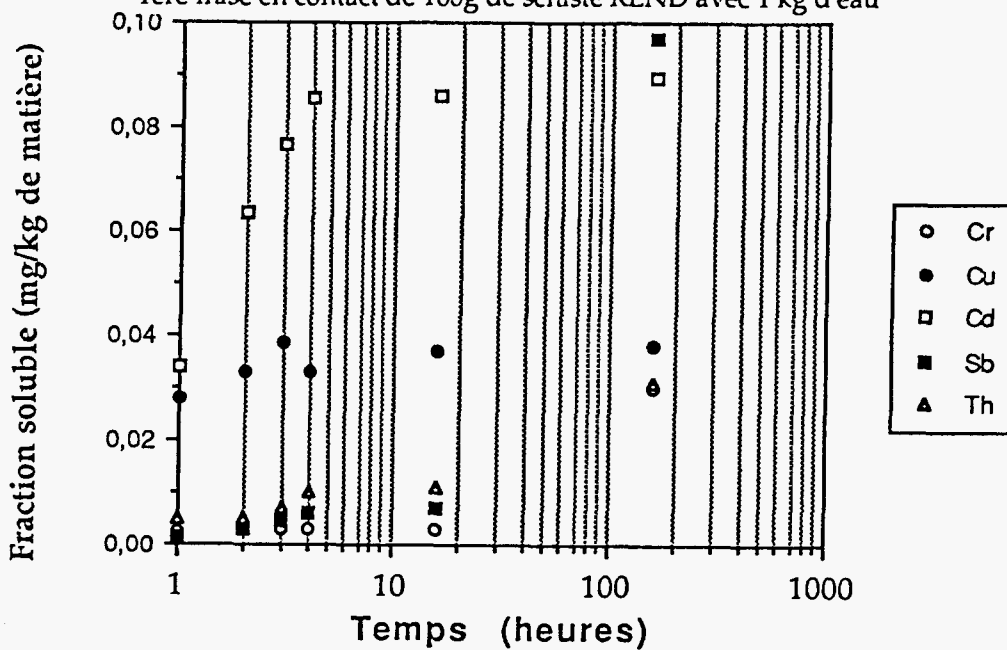
Elément	1 heure	2 heures	3 heures	4 heures	16 heures	160 heures
Cr	0.27	0.29	0.29	0.29	0.30	3.00
Mn	647.0	865.0	915.1	994.3	1083.0	1223.5
Co	103.9	140.2	164.0	152.8	158.2	1183.3
Ni	509.8	848.2	943.5	1004.0	1085.0	6191.9
Cu	2.8	3.3	3.8	3.3	3.7	3.8
Zn	53.1	79.7	103.0	156.4	132.3	1106.1
As	2.2	2.4	2.5	2.8	3.1	34.3
Mo	1.2	2.2	3.6	6.6	10.9	82.0
Ag	0.15	0.15	0.15	0.15	0.10	0.39
Cd	3.4	6.3	7.7	8.6	8.6	8.9
Sb	0.17	0.29	0.47	0.61	0.70	9.7
Hg	0.016	0.04	0.05	0.045	0.06	0.19
Pb	0.060	0.059	0.060	0.059	0.050	0.051
Th	0.5	0.5	0.7	1.0	1.1	3.1
U	128.9	156.5	160.2	187.6	195.2	3822.9



Fractions solubles des différents éléments obtenues pour la 1ère mise en contact de 100 grammes de schiste REND avec 1 kilogramme d'eau.

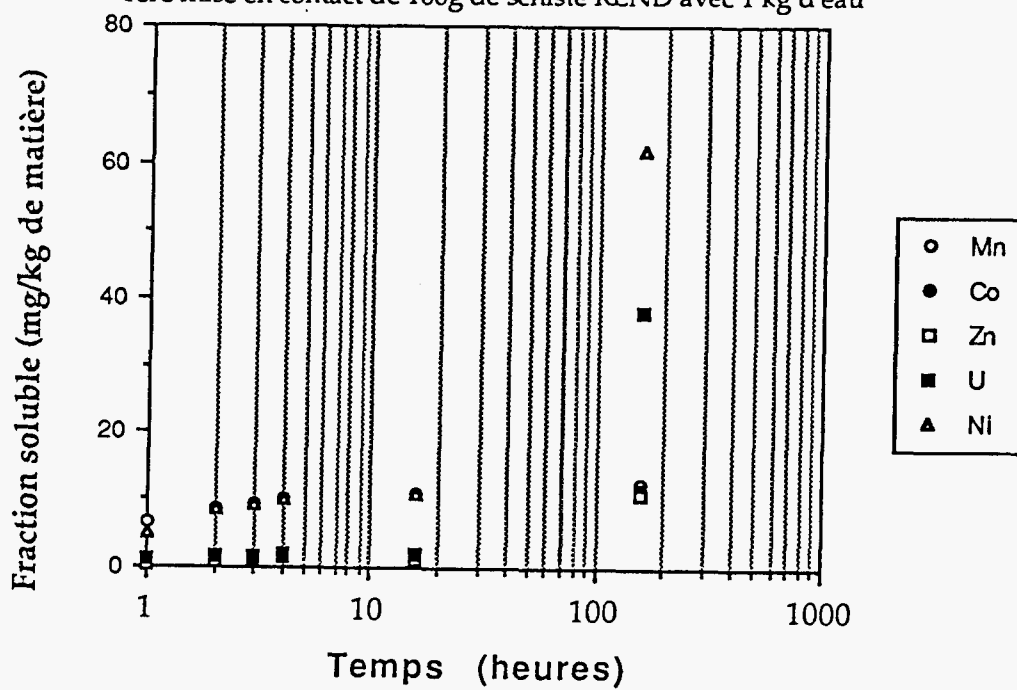
Cinétique de réaction

1ère mise en contact de 100g de schiste REND avec 1 kg d'eau



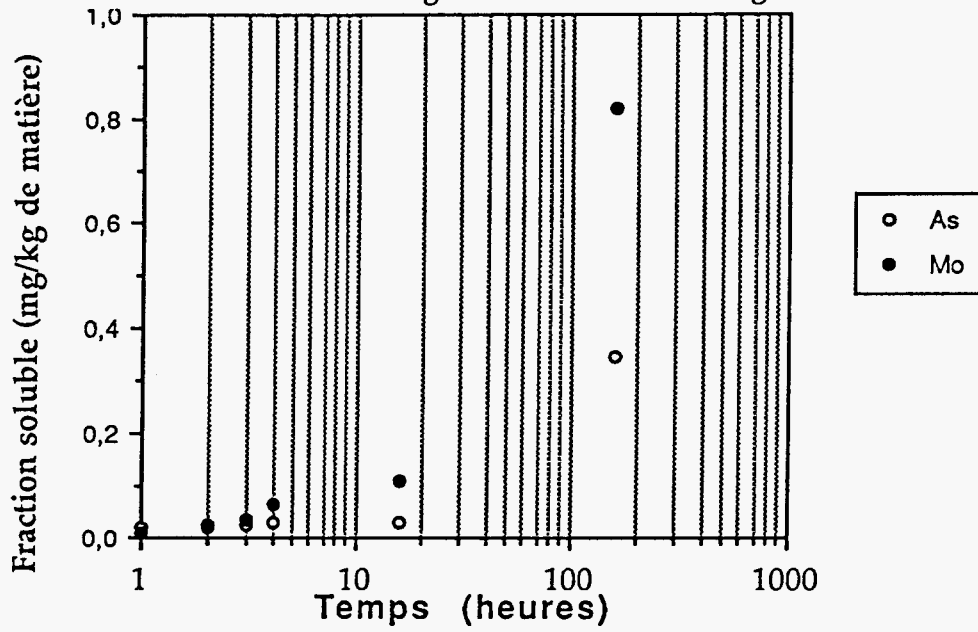
Cinétique de réaction

1ère mise en contact de 100g de schiste REND avec 1 kg d'eau



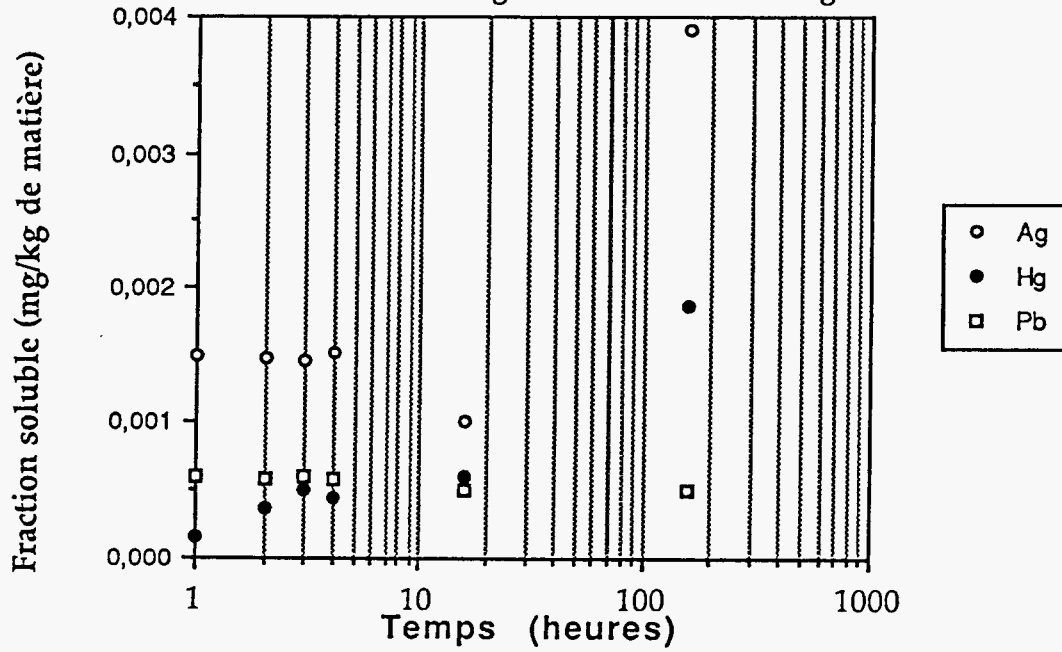
Cinétique de réaction

1ère mise en contact de 100g de schiste REND avec 1 kg d'eau



Cinétique de réaction

1ère mise en contact de 100g de schiste REND avec 1 kg d'eau



**ÉCOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES TECHNIQUES ET DES MINES D'ALÈS**

LABORATOIRE DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL

**APPLICATION DU TEST DE LIXIVIATION
X 31-210
A DES PRODUITS NATURELLEMENT EXPOSÉS
A L'ACTION DE L'EAU**

RECORD

15 Février 1994

OLLIVIER J.

LECLOIREC P.

Remerciement à R. SPINELLI et J. INSALACO pour la préparation des échantillons et les lixiviations et à l'ensemble des techniciens du laboratoire pour les analyses.

SOMMAIRE

I : OBJECTIFS.....	1
II : LES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS.....	2
II-1] Bois naturels :.....	2
II-2] Produits manufacturés :.....	2
II-3] Terres :.....	3
III : MÉTHODES ET RÉGLEMENTATION :.....	4
III-1] Test lixiviation X 31-210 :.....	4
III-2] Analyses :.....	5
III-3] Expression des résultats :.....	6
III-4] Réglementation :.....	6
IV : RÉSULTATS ET COMMENTAIRES.....	8
IV-1] Résultats par matériaux :.....	8
Châtaignier :.....	9
Chêne :.....	10
Pin :.....	11
Aggloméré :.....	12
Pneumatique d'automobile :.....	13
Revêtement routier bitumineux :.....	14
Béton :.....	15
Terreau :.....	16
Terre urbaine :.....	17
Terre de terrassement :.....	18
IV-2] Résultats par paramètres :.....	19
pH :.....	19
DCO :.....	19
COT :.....	20

Fraction soluble :	20
Phénols :	21
Hydrocarbures totaux :	21
Sulfates :	22
Azote ammoniacale :	22
Azote Kjeldahl :	23
Nitrates :	23
Chlorures :	24
Phosphore total :	24
Arsenic - Cadmium :	24
Cuivre :	25
Chrome hexavalent - Chrome total :	25
Mercure :	25
Nickel :	26
Plomb :	26
Zinc :	27
IV-3] COMMENTAIRES :	28
Observations sur les lixiviations successives :	28
pH :	28
DCO et COT :	28
Fraction soluble :	29
Phénols :	29
Hydrocarbures :	30
Sulfates :	30
Azote ammoniacale, Azote Kjeldahl, Nitrates :	30
Chlorures :	30
Métaux (sauf Zinc) :	30
Zinc :	31
CONCLUSION	32

I : OBJECTIFS

Lorsque la mise en décharge est envisagée comme filière d'élimination d'un déchet, celui-ci doit faire l'objet d'une caractérisation chimique basée sur l'analyse de plusieurs paramètres tels que des composés minéraux, métaux lourds, composés organiques et indices globaux.

Cette caractérisation peut s'effectuer sur la totalité du déchet mais aussi sur la fraction solubilisée après application du test normalisé de lixiviation X 31-210. Ce type de mise en solution partielle permet d'évaluer le comportement du déchet et son potentiel toxique en interaction avec l'eau, principal vecteur de contamination de l'environnement.

En fonction des résultats analytiques obtenus sur un certain nombre de paramètres, le déchet est orienté vers telle ou telle filière par comparaison avec des seuils réglementaires fixés ou en projet.

Le principal problème dans cette démarche réside dans la définition qualitative et quantitative de ces seuils. Plusieurs points de vue sont à prendre en compte : Toxicité potentielle qui demeure difficile à évaluer, limites des techniques analytiques, données économiques. Si des seuils trop élevés engendrent des risques importants pour l'environnement, la démarche inverse est tout aussi aberrante car la réglementation devient inapplicable et peut freiner le développement d'actions concrètes.

L'objectif de cette étude est donc d'établir des données de références en appliquant la procédure de caractérisation chimique des déchets, sur la base du test X 31-210, à des matériaux usuels de notre cadre de vie et considérés comme non polluants. Les résultats obtenus seront ensuite confrontés à la réglementation en vigueur ou en projet.

II : LES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS

Cette étude porte sur dix matériaux susceptibles d'être exposés à l'eau. Ils peuvent se classer en trois familles :

- Bois naturels (Châtaignier, Chêne, Pin)
- Produits manufacturés (Aggloméré, Pneumatique d'automobile, Revêtement bitumineux)
- Terres (Terreau, Terre urbaine, Terre de terrassement)

II-1] BOIS NATURELS :

Trois échantillons de bois d'essences différentes ont été étudiés :

- **Châtaignier.**
- **Chêne.**
- **Pin.**

Ces matériaux ont été obtenus dans une menuiserie. Ils n'avaient subi aucun traitement mis à part un séchage.

Afin d'appliquer le protocole de lixiviation, ces échantillons ont été préalablement sciés en cubes de 4 mm de côté avec une scie ruban.

II-2] PRODUITS MANUFACTURÉS :

- **Aggloméré** : Un panneau de bois Aggloméré a été acheté dans un magasin de bricolage.
Afin d'appliquer le protocole de lixiviation, ces échantillons ont été préalablement sciés en cubes de 4 mm de côté avec une scie ruban.

- **Pneumatique d'automobile** : Bande latérale d'un pneu usagé qui a été essuyée afin d'enlever les poussières. Cet échantillon a été morcelé en fragments de 4 mm par cryogénéisation et découpe aux ciseaux.
- **Revêtement routier bitumineux** : Cet échantillon provient de la région parisienne. Il a été brossé afin d'enlever les poussières puis concassé en fragments de 4 mm.
- **Béton** : Vieux béton de démolition concassé en fragments de 4 mm.

II-3] TERRES :

- **Terreau** : Produit distribué par Système U, composé de fibres de bois de sapin (CULTI-FIBRE), de tourbe brune et d'écorces.
- **Terre urbaine** : Échantillon prélevé en zone urbaine à proximité d'un feu tricolore.
- **Terre de terrassement** : Échantillon prélevé en région parisienne.

III : MÉTHODES ET RÉGLEMENTATION :

Cette étude porte sur la caractérisation de matériaux après lixiviation suivant la norme française X 31-210 (Décembre 1992) avec génération de trois lixiviats et analyses de différents paramètres sur les lixiviats générés.

III-1] TEST LIXIVIATION X 31-210 :

L'essai de lixiviation consiste en une extraction liquide-solide. L'échantillon est mis en contact sous agitation permanente, pendant 16 heures, avec un litre d'eau déminéralisée. Au terme de l'opération le matériau résiduel et la solution, dite lixiviats, sont séparés. Le matériau résiduel est ensuite soumis à deux autres opérations de lixiviation successives aboutissant à la production de lixiviats. Les trois lixiviats ainsi générés sont ensuite étudiés séparément.

Les essais ont été conduits dans les conditions suivantes :

- Échantillon : 100,0 g de matériau brut fragmenté à 4 mm.
- Solution de lixiviation: 1000 g d'eau déminéralisée (Milli Q), conductivité inférieure à 2 μ S/cm.
- Flacon : Flacon cylindrique en verre Pyrex de 2 litres.
- Agitation : 16 heures à 20 °C sur table va-et-vient IKA HS 501 (60 cycles/min ; amplitude 3 cm).
- Séparation : Filtration sous vide sur unité Spectrum avec membrane cellulosique MSI 0,45 micron, diamètre 90 mm.

Nota: le test de lixiviation est appliqué à 100 g de déchet brut. Une détermination du taux d'humidité est effectuée parallèlement pour pouvoir exprimer les résultats par rapport au déchet sec.

III-2] ANALYSES :

Le tableau ci-après expose l'ensemble des paramètres analysés sur chaque lixiviat des dix matériaux étudiés.

Paramètres	Méthode analytiques	Limites de détection sur lixiviat
pH	NF T 90-008	0,1
Conductivité	NF T 90-031	1µS/cm
DCO	NF T 90-101	10 mg/l
COT	NF T 90-102	1 mg/l
Fraction soluble	Résidu sec à 103 °C	5 mg/l
Phénols	Spectrométrie d'absorption moléculaire à l' amino-4 antipyrine.	40 µg/l
Hydrocarbures totaux	NF T 90-114	2 mg/l
Sulfates	Electrophorèse capillaire	0,1 mg/l
Azote ammoniacale	NF T 90-015 par spectrométrie d'absorption moléculaire.	0,1 mg/l
Azote Kjeldahl	NF T 90-110	1 mg/l
Nitrates	Electrophorèse capillaire	0,1 mg/l
Chlorures	Electrophorèse capillaire	0,1 mg/l
Phosphore total	Spectrométrie au plasma d'argon	0,01 mg/l
Arsenic	NF T 90-119	1 µg/l
Cadmium	Spectrométrie au plasma d'argon	5 µg/l
Cuivre	Spectrométrie au plasma d'argon	0,01mg/l
Chrome hexavalent	NF T 90-043	1 µg/l
Chrome total	Spectrométrie au plasma d'argon	0,01 mg/l
Mercure	NF T 90-113	1 µg/l
Nickel	Spectrométrie au plasma d'argon	0,01 mg/l
Plomb	Spectrométrie au plasma d'argon	0,01 mg/l
Zinc	Spectrométrie au plasma d'argon	0,005 mg/l

III-3] EXPRESSION DES RÉSULTATS :

Les résultats sont exprimés, pour chaque lixiviat, en concentration mesurée et en fraction soluble rapportée à une masse de matériau brut (calcul selon la norme). La fraction soluble cumulée, représentant la somme des trois fractions solubles successives, est rapportée au matériaux brut (F brut) et au matériau sec (F sec).

Quand les concentrations mesurées sont inférieures à la limite de détection, on indique "0" pour le paramètre concerné. Dans ce cas, la fraction soluble est considérée comme nulle.

III-4] RÉGLEMENTATION :

Les résultats obtenus peuvent être appréciés en fonction de différents textes de réglementation française et européenne. toutefois, les seuils indiqués dans ces textes ne peuvent être pris en compte qu'à titre indicatif car ils se réfèrent à des conditions analytiques différentes du test de lixiviation X 31-210.

- (a) : Arrêté du 18 février 1994, modifiant l'arrêté du 18 décembre 1992, Art. 20 relatif aux rejets de lixiviats de CET dans le milieu naturel.

Les valeurs énoncées dans ce texte font référence à des concentrations en solution.

- (b) : Arrêté du 18 février 1994, modifiant l'arrêté du 18 décembre 1992, Annexe I relative aux critères d'admission des déchets stabilisés.

*Les valeurs guides données dans ce texte sont relatives à des résultats obtenus selon le protocole provisoire d'évaluation des déchets massifs et solidifiés (X30L). Dans ce test, l'échantillon sous forme d'éprouvette 4*4*8, présente une surface d'échange solide/liquide beaucoup plus faible qu'un échantillon broyé à 4 mm.*

- (c) : Proposition du 22 mai 1991 de la Commission des Communautés Européennes définissant les valeurs maximales pour les déchets "inertes".

Les valeurs guides données dans ce texte sont relatives à des résultats obtenus après une seule lixiviation de 24 heures. Ces conditions de mise en solution génèrent généralement des fractions solubles beaucoup plus faibles que celles obtenues avec trois lixiviations successives de 16 heures.

SEUILS RÉGLEMENTAIRES

Paramètres	(a) rejets	(b) déchets stabilisé	(c) déchets inertes
pH	5,5 < pH < 8,5	4 < pH < 13	4 < pH < 13
Conductivité			
DCO	125 mg/l 3750 mg/kg **	2 000 mg/kg	
COT			2 000 mg/kg
Fraction soluble		10 %	
Phénols	0,1 mg/l 3 mg/kg **	100 mg/kg	100 mg/kg
Hydrocarbures totaux	10 mg/l 300 mg/kg **		
Sulfates			10 000 mg/kg
Azote ammoniacale			500 mg/kg
Azote Kjeldahl			
Nitrates			
Chlorures			5 000 mg/kg
Phosphore total			
Arsenic	0,1 mg/l 3 mg/kg **	10 mg/kg	1 mg/kg
Cadmium	0,2 mg/l 6 mg/kg **	25 mg/kg	1 mg/kg *
Cuivre			20 mg/kg *
Chrome hexavalent	0,1 mg/l 3 mg/kg **	5 mg/kg	1 mg/kg *
Chrome total		50 mg/kg	
Mercure	0,05 mg/l 1,5 mg/kg **	5 mg/kg	200 µg/kg *
Nickel		50 mg/kg	4 mg/kg *
Plomb	0,5 mg/l 15 mg/kg **	50 mg/kg	4 mg/kg *
Zinc		250 mg/kg	20 mg/kg *

(*): Le total des métaux (Pb, Cd, Cu, Zn, Ni, Cr(VI), Hg) doit être inférieur à 50 mg/kg

(**): Fraction soluble équivalente en considérant un échantillon de 100 g et 3 litres de solution de lixiviation.

IV : RÉSULTATS ET COMMENTAIRES

Les résultats sont présentés sous forme de fiches par matériau puis, analysés paramètre par paramètre.

Les valeurs obtenues peuvent être comparées aux valeurs maximales admises dans deux textes de réglementation.

IV-1] RÉSULTATS PAR MATÉRIAUX :

Voir fiches suivantes :

- Châtaignier.
- Chêne.
- Pin.
- Aggloméré.
- Pneumatique d'automobile.
- Revêtement routier bitumineux.
- Béton.
- Terreau.
- Terre urbaine.
- Terre de terrassement.

CHATAIGNIER

Humidité : 11,10%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	887	999	1000		
pH		3,5	3,6	3,6		
Conductivité	(µS/cm)	180	91	65		
D.C.O.	(mgO2/l)	6875	2950	1680		
	mg/kg	69 513	24 629	15 211	109 353	123 007
C.O.T.	(mg/l)	2960	1220	610		
	mg/kg	29 929	10 041	5 337	45 306	50 963
Fraction soluble	(mg/l)	6020	2640	1460		
	mg/kg	60 868	22 205	13 124	96 197	108 209
Phénol	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	5		
	mg/kg	0	0	56	56	63
Sulfates	(mg/l)	1,4	5	0		
	mg/kg	14	54	0	69	77
Ammonium	(mg/l)	1,3	1,3	0,6		
	mg/kg	13	13	5	31	35
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	17	5	4		
	mg/kg	172	35	39	246	276
Nitrates	(mg/l)	26	30	4,2		
	mg/kg	263	305	10	578	650
Chlorures	(mg/l)	1,9	1,9	4,2		
	mg/kg	19	19	45	83	93
Phosphore total	(mg/l)	0,88	0,17	0,02		
	mg/kg	9	1	0	10	11
Arsenic	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0,024	0,015	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,02	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0,04	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Zinc	(mg/l)	0,06	0,03	0,02		
	mg/kg	1	0	0	1	1

CHENE

Humidité : 9,55%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	917	984	1000		
pH		3,6	3,9	3,8		
Conductivité	(μ S/cm)	167	59	40		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	2125	800	475		
	mg/kg	21 453	6 774	4 397	32 624	36 068
C.O.T.	(mg/l)	860	310	170		
	mg/kg	8 682	2 591	1 548	12 821	14 175
Fraction soluble	(mg/l)	1560	610	345		
	mg/kg	15 749	5 221	3 162	24 132	26 680
Phénol	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	4	0	0		
	mg/kg	40	0	0	40	45
Sulfates	(mg/l)	10	2,7	4,3		
	mg/kg	101	20	45	166	183
Ammonium	(mg/l)	0,2	0,3	0,2		
	mg/kg	2	3	2	7	8
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	10	3	4		
	mg/kg	101	24	41	166	183
Nitrates	(mg/l)	0	1,8	3,2		
	mg/kg	0	20	34	53	59
Chlorures	(mg/l)	7	2,5	0,5		
	mg/kg	71	21	3	94	104
Phosphore total	(mg/l)	2,27	0,39	0,1		
	mg/kg	23	2	1	26	28
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0,02	0,016	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,01	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0,06	0	0		
	mg/kg	1	0	0	1	1
Zinc	(mg/l)	0,04	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0

PIN

Humidité : 11,10%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	886	995	1000		
pH		5,5	5,8	5,6		
Conductivité	(μ S/cm)	56	15	11		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	245	100	60	3 844	4 324
	mg/kg	2 477	819	548		
C.O.T.	(mg/l)	16	29	14	589	662
	mg/kg	162	306	120		
Fraction soluble	(mg/l)	130	40	65	2 284	2 570
	mg/kg	1 314	287	683		
Phénol	(μ g/l)	45	0	0	455	512
	μ g/kg	455	0	0		
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	12	4	2	169	190
	mg/kg	121	30	17		
Sulfates	(mg/l)	0,4	0,8	0,3	15	17
	mg/kg	4	9	2		
Ammonium	(mg/l)	0,5	0,4	0,1	10	11
	mg/kg	5	4	1		
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	8	2	10	204	229
	mg/kg	81	12	110		
Nitrates	(mg/l)	4,2	12,6	0,2	165	185
	mg/kg	42	137	-14		
Chlorures	(mg/l)	2,2	2	1,2	53	60
	mg/kg	22	20	11		
Phosphore total	(mg/l)	0,39	0,16	0	5	6
	mg/kg	4	1	0		
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0	0	0
	μ g/kg	0	0	0		
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0	0	0
	μ g/kg	0	0	0		
Cuivre	(mg/l)	0	0	0	0	0
	mg/kg	0	0	0		
Chrome hexavalent	(μ g/l)	0	0	0	0	0
	μ g/kg	0	0	0		
Chrome total	(mg/l)	0	0	0	0	0
	mg/kg	0	0	0		
Mercure	(μ g/l)	0	0	0	0	0
	μ g/kg	0	0	0		
Nickel	(mg/l)	0	0	0	0	0
	mg/kg	0	0	0		
Plomb	(mg/l)	0,08	0	0	1	1
	mg/kg	1	0	0		
Zinc	(mg/l)	0	0	0	0	0
	mg/kg	0	0	0		

AGGLOMERE

Humidité : 7,62%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	898	970	1000		
pH		4,7	5,0	5,0		
Conductivité	(µS/cm)	363	75	32		
D.C.O.	(mgO2/l)	1110	465	160		
	mg/kg	11 185	3 943	1 174	16 302	17 646
C.O.T.	(mg/l)	423	164	89		
	mg/kg	4 262	1 356	785	6 404	6 932
Fraction soluble	(mg/l)	1145	405	230		
	mg/kg	11 537	3 239	2 056	16 832	18 220
Phénol	(µg/l)	110	85	85		
	µg/kg	1 108	823	850	2 781	3 010
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	7	3	4		
	mg/kg	71	26	41	138	149
Sulfates	(mg/l)	1,7	0,1	0		
	mg/kg	17	0	0	17	18
Ammonium	(mg/l)	16,1	3	0,2		
	mg/kg	162	16	0	178	193
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	199	89	51		
	mg/kg	2 005	769	457	3 232	3 498
Nitrates	(mg/l)	1	3,4	1,8		
	mg/kg	10	37	16	62	68
Chlorures	(mg/l)	41,7	5,6	2,1		
	mg/kg	420	16	16	453	490
Phosphore total	(mg/l)	3,61	0,6	0		
	mg/kg	36	3	0	39	42
Arsenic	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0,016	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(µg/l)	0	0	0		
	µg/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,01	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0,11	0	0		
	mg/kg	1	0	0	1	1
Zinc	(mg/l)	0,16	0,04	0,02		
	mg/kg	2	0	0	2	2

PNEUMATIQUE

Humidité : 1,31%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	971	996	1000		
pH		6,5	6,1	6,1		
Conductivité	(μ S/cm)	92	41	25		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	100	35	25		
	mg/kg	1 001	330	247	1 578	1 599
C.O.T.	(mg/l)	26	7	3		
	mg/kg	260	64	29	353	358
Fraction soluble	(mg/l)	70	15	0		
	mg/kg	701	133	0	834	845
Phénol	(μ g/l)	170	45	0		
	μ g/kg	1 702	412	0	2 114	2 142
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Sulfates	(mg/l)	7,8	1,4	0,7		
	mg/kg	78	12	7	97	98
Ammonium	(mg/l)	0,4	0,1	0		
	mg/kg	4	1	0	5	5
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	16	9	11		
	mg/kg	160	88	111	359	364
Nitrates	(mg/l)	2,6	3,5	0,2		
	mg/kg	26	35	1	62	63
Chlorures	(mg/l)	1,4	0,4	0,8		
	mg/kg	14	4	8	26	26
Phosphore total	(mg/l)	0,07	0,06	0		
	mg/kg	1	1	0	1	1
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0,015	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,09	0,03	0		
	mg/kg	1	0	0	1	1
Plomb	(mg/l)	0,12	0,03	0		
	mg/kg	1	0	0	1	1
Zinc	(mg/l)	1,81	1,08	0,45		
	mg/kg	18	11	4	33	33

REVETEMENT ROUTIER BITUMINEUX

Humidité :	0,20%	Masse :	100,0 g
------------	-------	---------	---------

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	975	994	1000		
pH		9,1	9,2	9,1		
Conductivité	(μ S/cm)	126	50	48		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	10	0	0		
	mg/kg	100	0	0	100	100
C.O.T.	(mg/l)	1	0	0		
	mg/kg	10	0	0	10	10
Fraction soluble	(mg/l)	70	30	50		
	mg/kg	700	290	506	1 496	1 499
Phénol	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Sulfates	(mg/l)	38	9	4		
	mg/kg	380	83	38	501	502
Ammonium	(mg/l)	0,5	0,5	0		
	mg/kg	5	5	0	10	10
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	20	13	10		
	mg/kg	200	128	99	427	428
Nitrates	(mg/l)	3	3,2	0,5		
	mg/kg	30	32	4	66	66
Chlorures	(mg/l)	1,4	0,4	0,8		
	mg/kg	14	4	8	26	26
Phosphore total	(mg/l)	0,07	0,08	0		
	mg/kg	1	1	0	1	1
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0,01	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Zinc	(mg/l)	0,01	0,025	0,02		
	mg/kg	0	0	0	1	1

BETON

Humidité : 3,60%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	852	995	1000		
pH		11,6	11,2	11,2		
Conductivité	(μ S/cm)	2900	2400	3200		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
C.O.T.	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Fraction soluble	(mg/l)	2460	2340	2140		
	mg/kg	24 689	23 218	21 087	68 993	71 570
Phénol	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Sulfates	(mg/l)	1150	1230	1140		
	mg/kg	11 541	12 421	11 259	35 222	36 537
Ammonium	(mg/l)	1,2	0,2	0		
	mg/kg	12	0	0	12	13
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	11	7	2		
	mg/kg	110	64	12	187	193
Nitrates	(mg/l)	4,5	2,2	0		
	mg/kg	45	19	-3	60	62
Chlorures	(mg/l)	0,2	0	0		
	mg/kg	2	0	0	2	2
Phosphore total	(mg/l)	0,05	0,03	0		
	mg/kg	1	0	0	1	1
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Culvre	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μ g/l)	20	0	0		
	μ g/kg	201	0	0	201	208
Chrome total	(mg/l)	0,02	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Zinc	(mg/l)	0,01	0,015	0,01		
	mg/kg	0	0	0	0	0

TERREAU

Humidité : 64,20% **Masse :** 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	880	957	1000		
pH		7,0	7,3	7,5		
Conductivité	(μS/cm)	124	430	180		
D.C.O.	(mgO2/l)	50	100	80		
	mg/kg	532	1 092	755	2 379	6 645
C.O.T.	(mg/l)		12	19		
	mg/kg	0	142	206	348	972
Fraction soluble	(mg/l)	1095	320	90		
	mg/kg	11 653	1 772	377	13 803	38 556
Phénol	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Sulfates	(mg/l)	624	168	26,3		
	mg/kg	6 641	840	0	7 481	20 896
Ammonium	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	15	13	11		
	mg/kg	160	126	105	391	1 093
Nitrates	(mg/l)	0	2,1	2,9		
	mg/kg	0	25	31	56	156
Chlorures	(mg/l)	46,8	5,8	2,8		
	mg/kg	498	0	21	519	1 450
Phosphore total	(mg/l)	0,18	0,35	0,48		
	mg/kg	2	4	5	11	30
Arsenic	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,01	0	0,02		
	mg/kg	0	0	0	0	1
Plomb	(mg/l)	0,03	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	1
Zinc	(mg/l)	0,69	0,01	0,19		
	mg/kg	7	0	2	10	27

TERRE URBAINE

Humidité : 13,60%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	878	990	1000		
pH		7,8	7,7	7,1		
Conductivité	(μS/cm)	140	110	115		
D.C.O.	(mgO₂/l)	35	40	20		
	mg/kg	355	407	171	932	1 079
C.O.T.	(mg/l)	4	0	0		
	mg/kg	41	0	0	41	47
Fraction soluble	(mg/l)	65	45	40		
	mg/kg	659	423	393	1 474	1 707
Phénol	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	4	8	0		
	mg/kg	41	85	0	126	146
Sulfates	(mg/l)	4,6	1,5	0,7		
	mg/kg	47	11	6	63	73
Ammonium	(mg/l)	0,2	2,2	0		
	mg/kg	2	25	0	27	31
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	13	5	3		
	mg/kg	132	39	27	198	229
Nitrates	(mg/l)	0,4	2,1	0		
	mg/kg	4	23	0	27	32
Chlorures	(mg/l)	1	0,5	0,4		
	mg/kg	10	4	4	18	21
Phosphore total	(mg/l)	0,27	0,32	0,36		
	mg/kg	3	3	4	10	11
Arsenic	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μg/l)	0	0	0		
	μg/kg	0	0	0	0	0
Nickel	(mg/l)	0,01	0	0,01		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0,03	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Zinc	(mg/l)	0,02	0	0,07		
	mg/kg	0	0	1	1	1

TERRE TERRASSEMENT

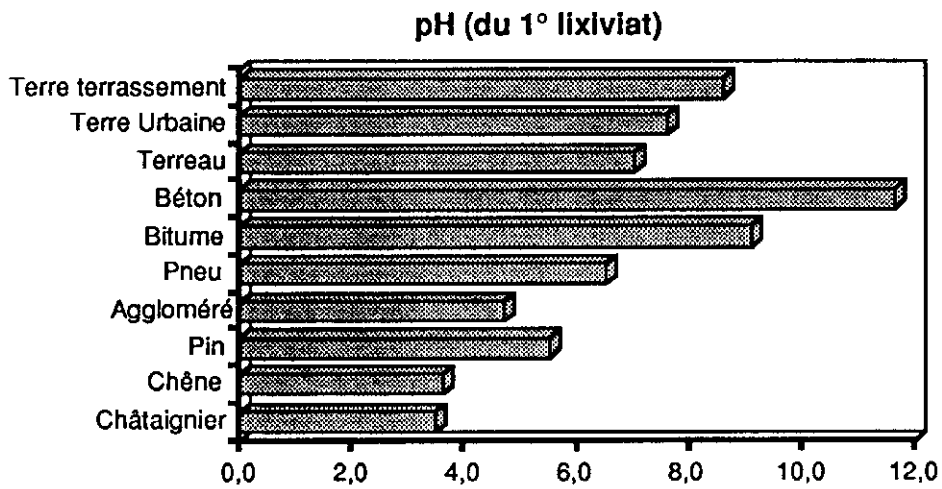
Humidité : 8,90%

Masse : 100,0 g

		lixiviat 1	lixiviat 2	lixiviat 3	F brut	F sec
Vol.lixiviats	(ml)	860	987	1000		
pH		8,6	8,2	8,7		
Conductivité	(μ S/cm)	78	95	5		
D.C.O.	(mgO ₂ /l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
C.O.T.	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Fraction soluble	(mg/l)	80	90	120		
	mg/kg	807	915	1 249	2 971	3 261
Phénol	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Hydrocarbures totaux	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Sulfates	(mg/l)	12	12	3		
	mg/kg	121	120	15	256	282
Ammonium	(mg/l)	0,3	0,1	0		
	mg/kg	3	1	0	4	4
Azote total Kjeldahl	(mg N/l)	15	7	3		
	mg/kg	151	58	24	233	256
Nitrates	(mg/l)	0,2	0,8	0		
	mg/kg	2	9	0	11	12
Chlorures	(mg/l)	27	4	6		
	mg/kg	272	6	63	341	375
Phosphore total	(mg/l)	0,25	0,32	0,17		
	mg/kg	3	3	1	7	8
Arsenic	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cadmium	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Cuivre	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Chrome hexavalent	(μ g/l)	0	0	0		
	μ g/kg	0	0	0	0	0
Chrome total	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Mercure	(μ g/l)	1	1,2	4,3		
	μ g/kg	10	12	48	70	77
Nickel	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Plomb	(mg/l)	0	0	0		
	mg/kg	0	0	0	0	0
Zinc	(mg/l)	0,01	0,03	0,04		
	mg/kg	0	0	0	1	1

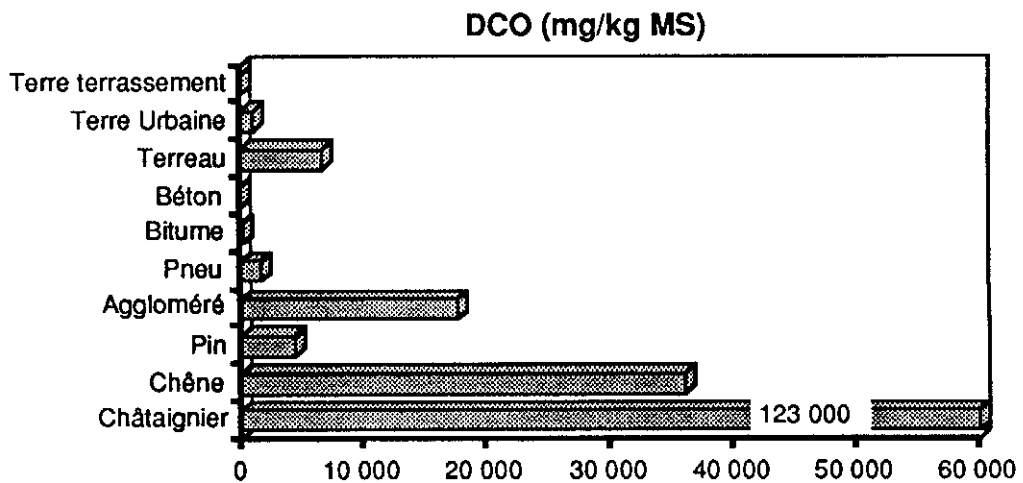
IV-2] RÉSULTATS PAR PARAMÈTRES :

pH :



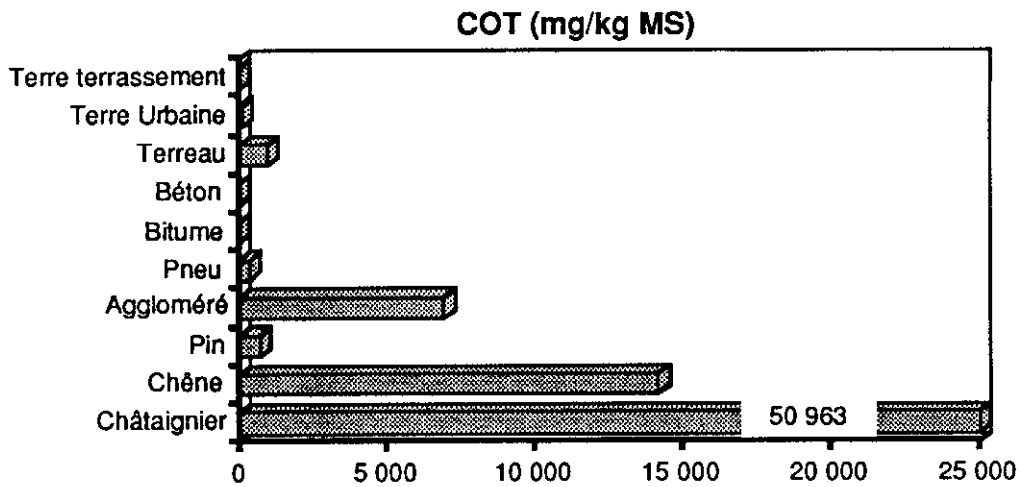
DCO :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Béton et Terre de terrassement.

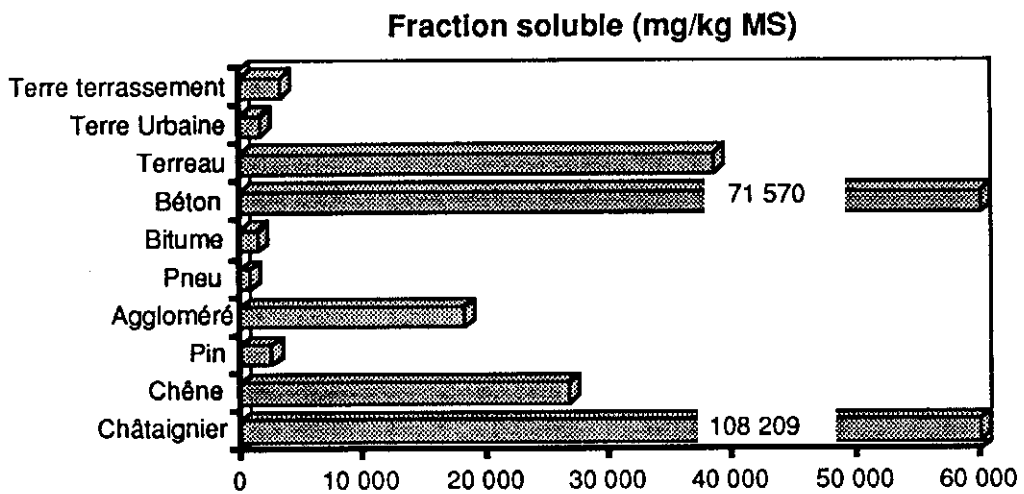


COT :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Béton et Terre de terrassement.

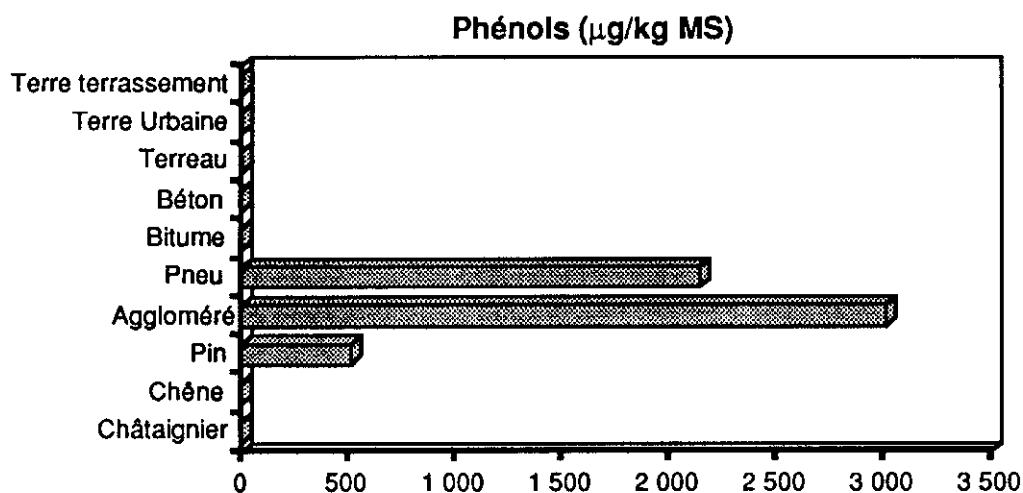


Fraction soluble :



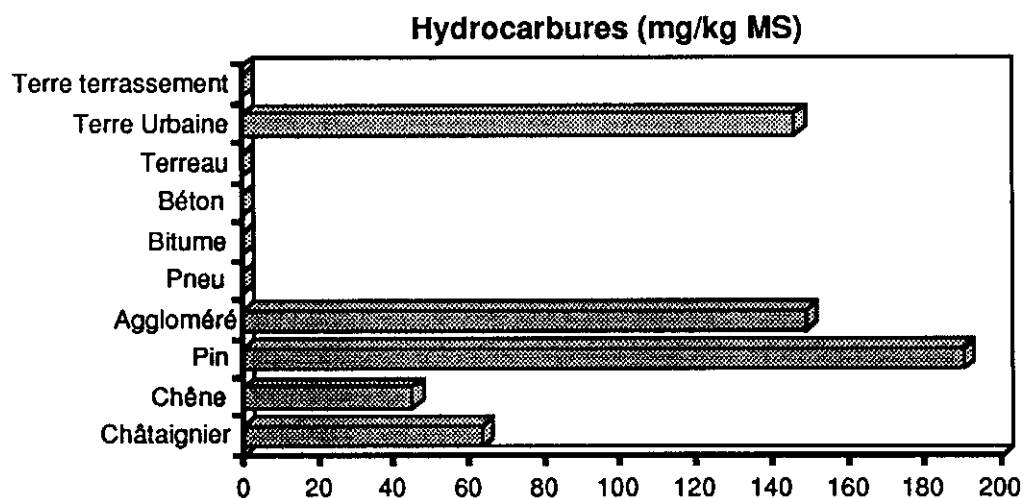
Phénols :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Châtaignier, chêne, Bitume, Béton, Terreau, Terre urbaine, Terre de terrassement.

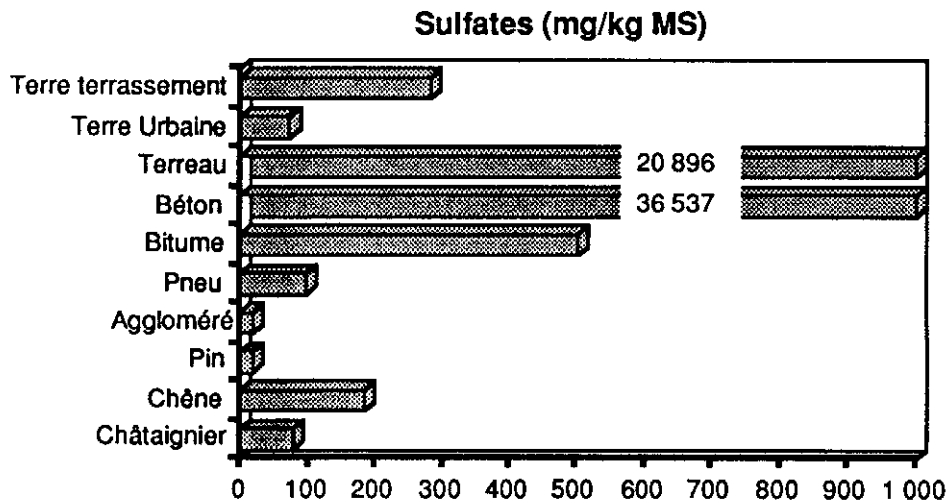


Hydrocarbures totaux :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Pneumatique d'automobile, Bitume, Béton, Terreau.

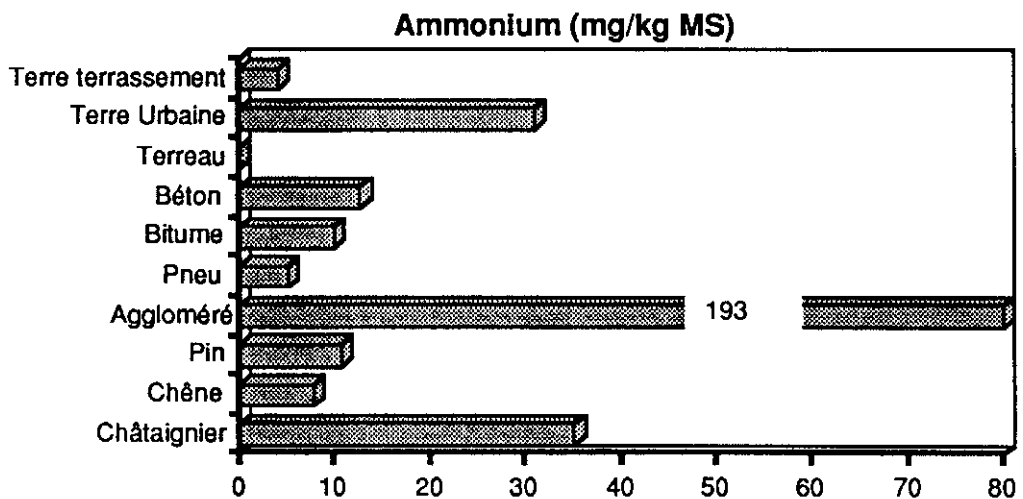


Sulfates :

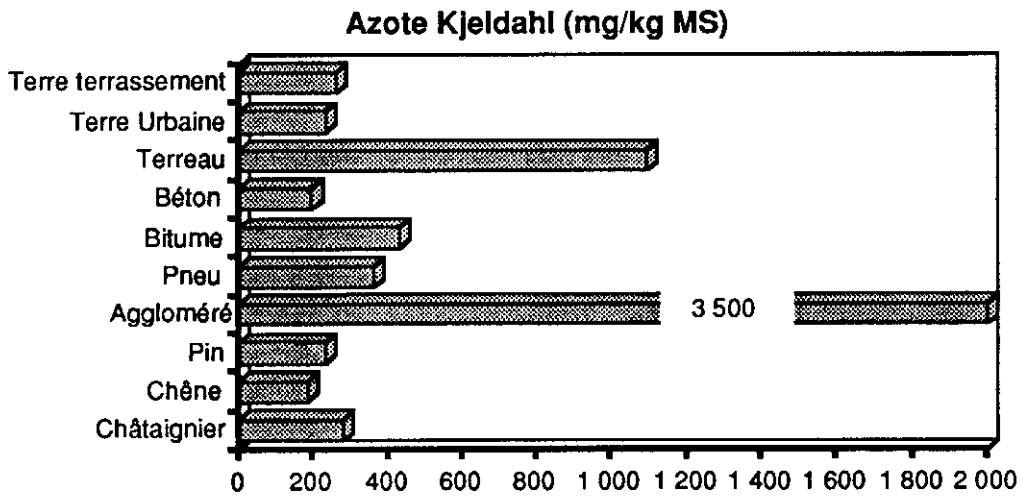


Azote ammoniacale :

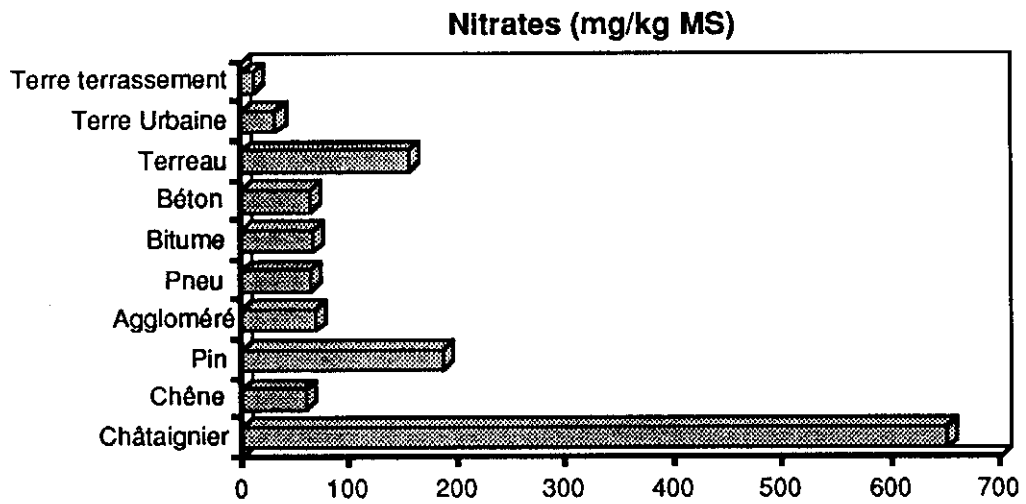
Ce paramètre n'a pas été détecté pour le Terreau.



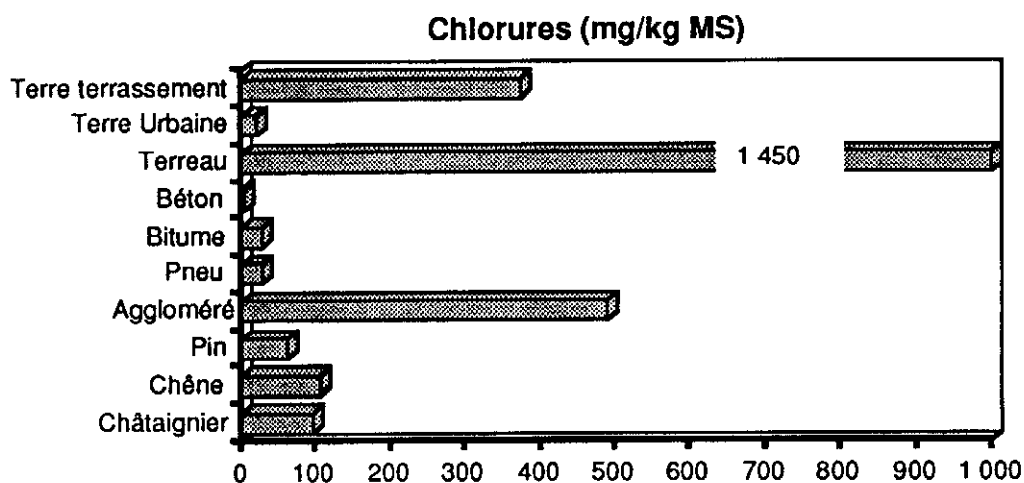
Azote Kjeldahl :



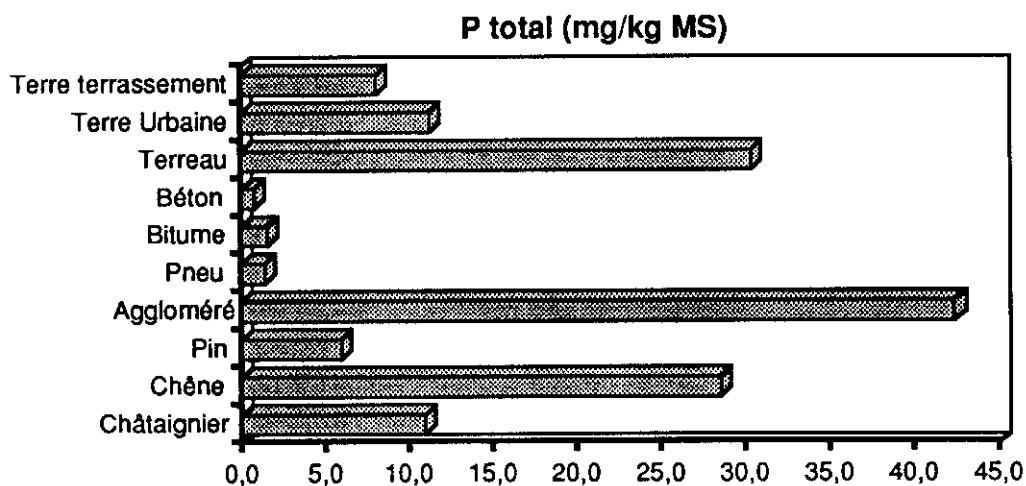
Nitrates :



Chlorures :



Phosphore total :

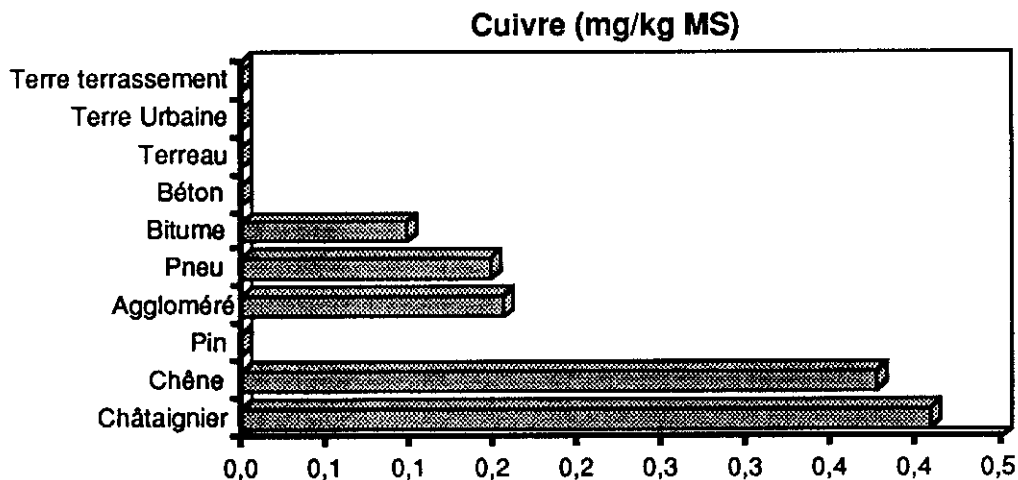


Arsenic - Cadmium :

Ces deux paramètres n'ont été détectés sur aucun des matériaux étudiés.

Cuivre :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Béton, Terreau, Terre urbaine, Terre de terrassement.



Chrome hexavalent - Chrome total :

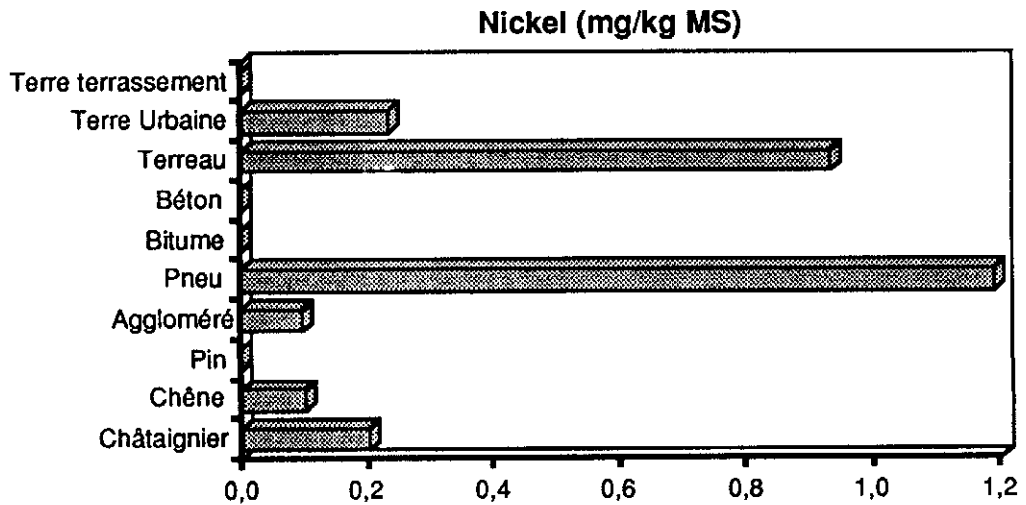
Ce paramètre n'a été détecté que sur le béton à une teneur de 0,2 mg/kg MS.

Mercure :

Ce paramètre n'a été détecté que sur la terre de terrassement à une teneur de 77 µg/kg MS.

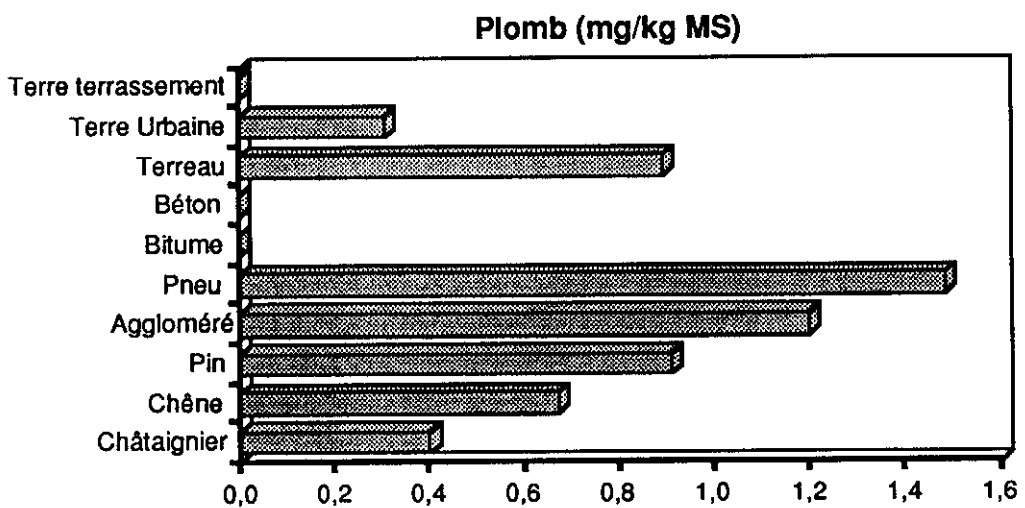
Nickel :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Pin, Bitume, Béton, Terre de terrassement.



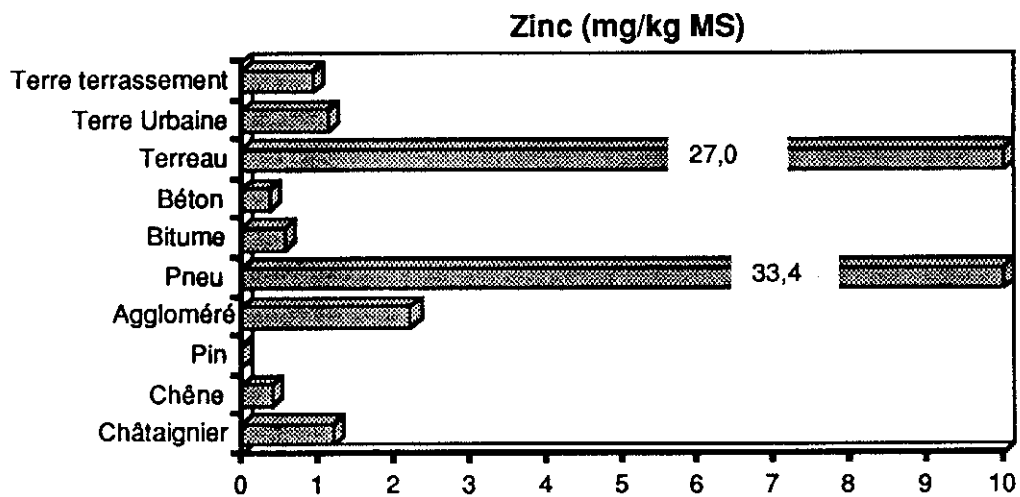
Plomb :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour les échantillons suivants : Bitume, Béton, Terre de terrassement.



Zinc :

Ce paramètre n'a pas été détecté pour le Pin.



IV-3] COMMENTAIRES :

Observations sur les lixiviations successives :

Les matériaux étudiés présentent globalement des fractions solubles décroissantes au cours des lixiviations successives. Toutefois, la seconde et la troisième lixiviation génèrent souvent une part importante de la fraction soluble cumulée.

Cette observation est en contradiction avec l'orientation européenne vers une caractérisation des déchets basée sur une lixiviation unique.

pH :

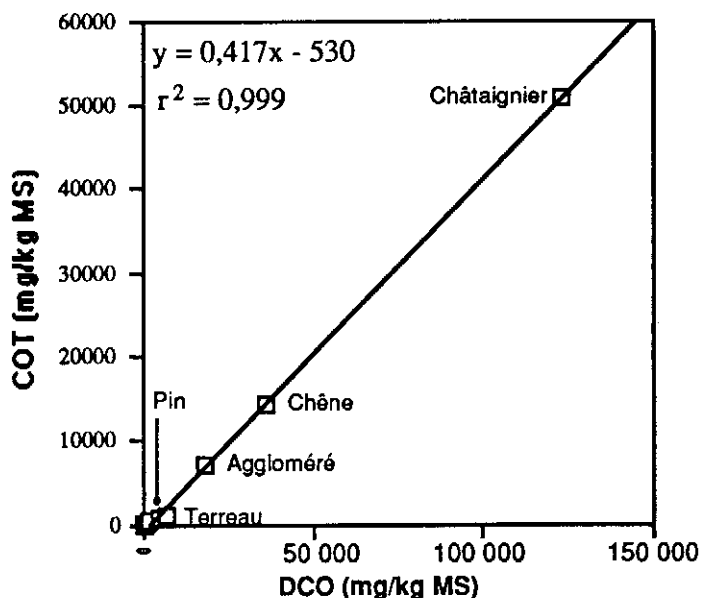
L'ensemble des matériaux présente des pH de lixiviats compatibles avec les seuils pour déchets stabilisés et déchets inertes. Par contre, si l'on se réfère à la tolérance admise pour les rejets de lixiviats dans le milieu naturel, les matériaux à base de bois présentent des pH trop acides et le béton, des pH trop basiques.

DCO et COT :

Les matériaux à base de bois (Châtaignier, Chêne, Pin, Aggloméré, Terreau) présentent une DCO et un COT très supérieurs aux seuils réglementaires. Ainsi, la DCO sur le Châtaignier est 60 fois plus forte que le seuil autorisé pour les déchets stabilisés.

Les observations pour le COT sont similaires, on observe d'ailleurs une bonne corrélation entre le COT et la DCO sur les matériaux à forte charge organique (voir graphique ci-contre).

COT en fonction de la DCO



Fraction soluble :

Exception faite du Châtaignier qui présente un fraction soluble de 10,8 %, les fractions solubles observées sont inférieures au seuil de 10% prévu pour les déchets stabilisés.

On n'observe pas de corrélation entre la fraction soluble et la conductivité. En effet, les matériaux à base de bois (Châtaignier, Chêne, Pin, Aggloméré, Terreau) présentent des conductivités relativement faibles par rapport aux fractions solubles, ces fractions solubles étant essentiellement à caractère organique.

Phénols :

Seuls trois matériaux (Pin, Aggloméré, Pneumatique) présentent une réponse significative qui reste toutefois très inférieure au seuil pour les déchets stabilisés ou inertes. La réponse de l'Aggloméré est très proche du seuil de rejet des lixiviats de CET. Cette importance relative des phénols sur ce matériau doit être due aux colles utilisées lors de la fabrication.

Hydrocarbures :

Seuls les matériaux à base de bois (Châtaignier, Chêne, Pin, Aggloméré) et la terre urbaine présentent des réponses significatives qui restent toutefois inférieures aux seuils.

La présence d'hydrocarbures dans la terre urbaine s'explique par une contamination due aux gaz d'échappement des véhicules motorisés.

Sulfates :

Les sulfates sont présents dans tous les matériaux étudiés mais à des valeurs relativement faibles, sauf pour le béton et le terreau qui présentent des teneurs supérieures au seuil des déchets inertes.

Azote ammoniacal, Azote Kjeldahl, Nitrates :

On observe pour l'Aggloméré, des teneurs en ammonium et NTK relativement importantes par rapport aux valeurs obtenues pour les autres matériaux à base de bois. Cette différence provient des réactifs utilisés lors de l'élaboration des panneaux de bois Agglomérés.

Chlorures :

Les chlorures sont présents dans tous les échantillons mais à des concentrations très inférieures au seuil des déchets inertes.

Métaux (sauf Zinc) :

Les métaux analysés (As, Cd, Cu, Cr VI, Cr, Hg, Ni, Pb) n'ont pas été détectés ou ne sont présents qu'à l'état de traces dans les lixiviats de l'ensemble des matériaux étudiés.

Zinc :

Exception faite du Pin, le zinc est présent sur l'ensemble des matériaux étudiés. Le bitume et le terreau présentent même des valeurs supérieures au seuil des déchets inertes.

CONCLUSION

L'objectif de cette étude était de caractériser chimiquement des matériaux usuels après lixiviation suivant la norme X 31-210 et de comparer les résultats obtenus (voir tableau de synthèse page suivante) aux seuils réglementaires.

Si sur l'ensemble des matériaux étudiés, on observe globalement des réponses, en métaux lourds et composés minéraux, en deçà des seuils réglementaires, il n'en va pas de même du point de vue des paramètres organiques, DCO et COT, pour lesquels les matériaux à base de bois présentent des valeurs très supérieures aux seuils concernant l'acceptation des déchets stabilisés en centre de stockage ou définissant les déchets inertes.

Le **châtaignier** et le **chêne**, en raison de pH de lixiviats inférieurs à 4 et de valeurs en DCO et COT très élevées, ne peuvent pas être considérés comme inertes et se verraient refuser l'accès à un centre de stockage pour déchets industriels spéciaux.

Le **pin** et l'**aggloméré** présentent les mêmes problèmes excepté les pH de lixiviats compatibles avec les prescriptions des déchets inertes et stabilisés.

Le **béton** présente une fraction soluble en sulfates trop importante pour être considéré comme matériau inerte.

Le **terreau**, en raison d'une DCO et de fraction solubles en sulfates et zinc trop importantes, ne peut pas être considéré comme déchet inerte et serait difficilement acceptable en centre de stockage pour déchets industriels spéciaux.

Finalement, sur l'ensemble des matériaux étudiés, seuls le pneumatique d'automobile, le revêtement routier bitumineux, la terre urbaine et la terre de terrassement, ne posent pas de problème vis-à-vis de la réglementation.

Paradoxalement, les matériaux apparemment les plus naturels et inoffensifs que sont les essences de bois et le terreau ne peuvent pas être considérés comme déchets inertes et poseraient de gros problèmes pour leur mise en décharge.

L'établissement de seuils réglementaires pertinents est une opération délicate qui, de plus, ne peut à elle seule résoudre le problème de caractérisation et classification des déchets. Encore faut-il déterminer les bons paramètres à analyser et savoir interpréter les résultats dans l'optique d'une évaluation de la toxicité potentielle.

Il apparaît en fait qu'une caractérisation basée uniquement sur des analyses chimiques, aussi fines soient-elles, ne permettra pas d'évaluer correctement l'impact d'un déchet sur son environnement. La mise au point de nouvelles méthodes, permettant d'étudier les effets d'un déchet plutôt que sa composition intrinsèque, semble de plus en plus incontournable.

J. OLLIVIER

P. LECLOIREC

FRACTIONS SOLUBLES CUMULÉES (F sec)

Paramètres	Châtaignier	chêne	Pin	aggloméré	Pneu	Bitume	béton	terreau	Terre urbaine	Terre terras.
pH	3,5	3,6	5,5	4,7	6,5	9,1	11,6	7,0	7,6	8,6
Conductivité $\mu\text{S/cm}$	180	167	56	363	92	126	2900	124	140	78
DCO mg/kg	123 007	36 068	4 324	17 646	1 599	100	0	6 645	1 079	0
COT mg/kg	50 963	14 175	662	6 932	358	10	0	972	47	0
Fraction soluble mg/kg	108 209	26 680	2 570	18 220	845	1 499	71 570	38 556	1 707	3 261
Phénol $\mu\text{g/kg}$	0	0	512	3 010	2 142	0	0	0	0	0
Hydrocarbures mg/kg	63	45	190	149	0	0	0	0	146	0
Sulfates mg/kg	77	183	17	18	98	502	36 537	20 896	73	282
Ammonium mg/kg	35	8	11	193	5	10	13	0	31	4
Azote kjeldahl mg/kg	276	183	229	3 498	364	428	193	1 093	229	256
Nitrates mg/kg	650	59	185	68	63	66	62	156	32	12
Chlorures mg/kg	93	104	60	490	26	26	2	1 450	21	375
P total mg/kg	10,9	28,5	5,9	42,3	1,3	1,5	0,8	30,2	11,2	8,0
As $\mu\text{g/kg}$	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cd $\mu\text{g/kg}$	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cu mg/kg	0,4	0,4	0,0	0,2	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Cr (VI) $\mu\text{g/kg}$	0	0	0	0	0	0	208	0	0	0
Cr total mg/kg	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0
Hg $\mu\text{g/kg}$	0	0	0	0	0	0	0	0	0	77
Ni mg/kg	0,2	0,1	0,0	0,1	1,2	0,0	0,0	0,9	0,2	0,0
Pb mg/kg	0,4	0,7	0,9	1,2	1,5	0,0	0,0	0,9	0,3	0,0
Zn mg/kg	1,2	0,4	0,0	2,2	33,4	0,6	0,4	27,0	1,1	0,9