

AMÉLIORATION DU PROCÉDÉ DE TRAITEMENT D'UN SOL CONTAMINÉ PAR EXTRACTION SIMULTANÉE DES HAP ET DU Pb (ORGAMETOX)

Centre d'excellence de Montréal en réhabilitation de sites

Préparé par :

Julia Mouton, Guy Mercier* et Jean-François Blais

Institut national de la recherche scientifique
Centre Eau, Terre et Environnement
490 rue de la Couronne
Québec, (Québec), Canada, G1K 9A9

* Responsable du projet

Tél : (418) 654-2633

Fax : (418) 654-2600

Courriel : guy_mercier@ete.inrs.ca

Rapport de recherche No R-975

15 mars 2008

Document strictement confidentiel

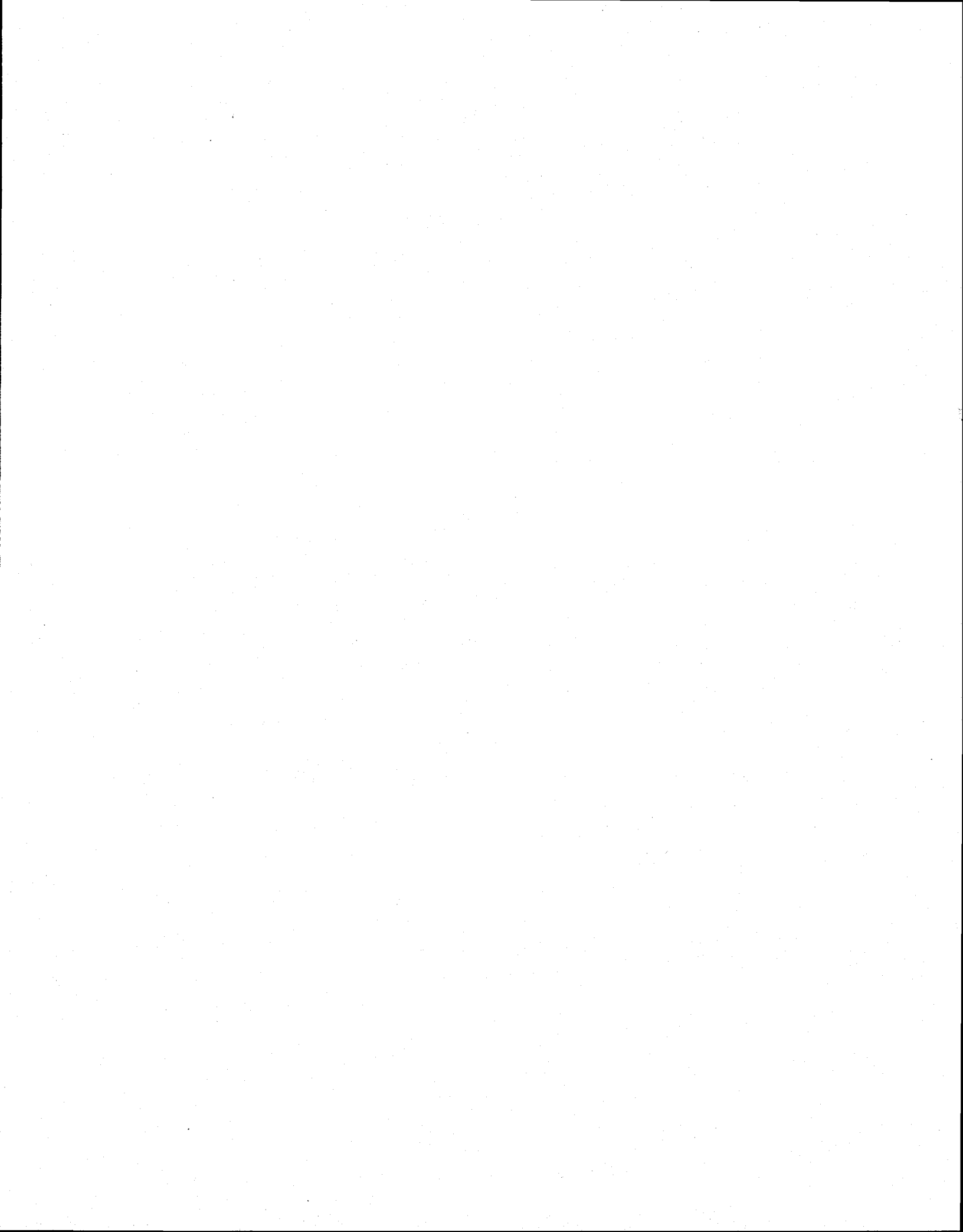


TABLE DES MATIÈRES

Table des matières	iii
Liste des tableaux.....	v
Liste des figures	vii
Liste des abréviations	ix
1 Introduction.....	1
1.1 Nature de l'essai de traitabilité.....	1
1.2 Objectifs à atteindre.....	2
2 Méthodologie.....	3
2.1 Partie expérimentale.....	3
2.1.1 Étape d'attrition	4
2.1.2 Étape de flottation	4
2.2 Méthodes analytiques.....	7
2.2.1 Analyse des HAP	7
2.2.2 Extraction Soxhlet	7
2.2.3 Analyse des métaux	11
2.2.4 Autres analyses.....	11
3 Résultats du procédé FE (flottation et électrodéposition) sur TR23	13
3.1 Fractions solides de procédé.....	13
3.2 Eaux de procédé	21
3.3 Discussion.....	25
4 Résultats du procédé intégral AFE (attrition flottation électrodéposition) sur TR29.....	27
4.1 Étape d'attrition	27
4.2 Étape de flottation et de rinçage	28
4.2.1 Fractions solides	28
4.2.2 Eaux de procédé	33
4.3 Discussion.....	34
5 Résultats du procédé intégral AFE (attrition flottation électrodéposition) sur TR23.....	37
5.1 Fractions solides	37
5.2 Eaux de procédé	42
5.3 Discussion.....	48

6	Résultats du procédé intégral AFP (attrition flottation précipitation) sur TR23.....	53
6.1	Premier essai – Précipitation à pH 7.....	53
6.1.1	Étape d'attrition	53
6.1.2	Étape de flottation et rinçage	59
6.1.3	Discussion.....	62
6.2	Deuxième essai – Précipitation à pH 8,5	65
6.2.1	Fractions solides	65
6.2.2	Eaux de procédé	69
6.2.3	Discussion.....	70
	Conclusions et recommandations	73
	Références	75
	Annexe 1	77

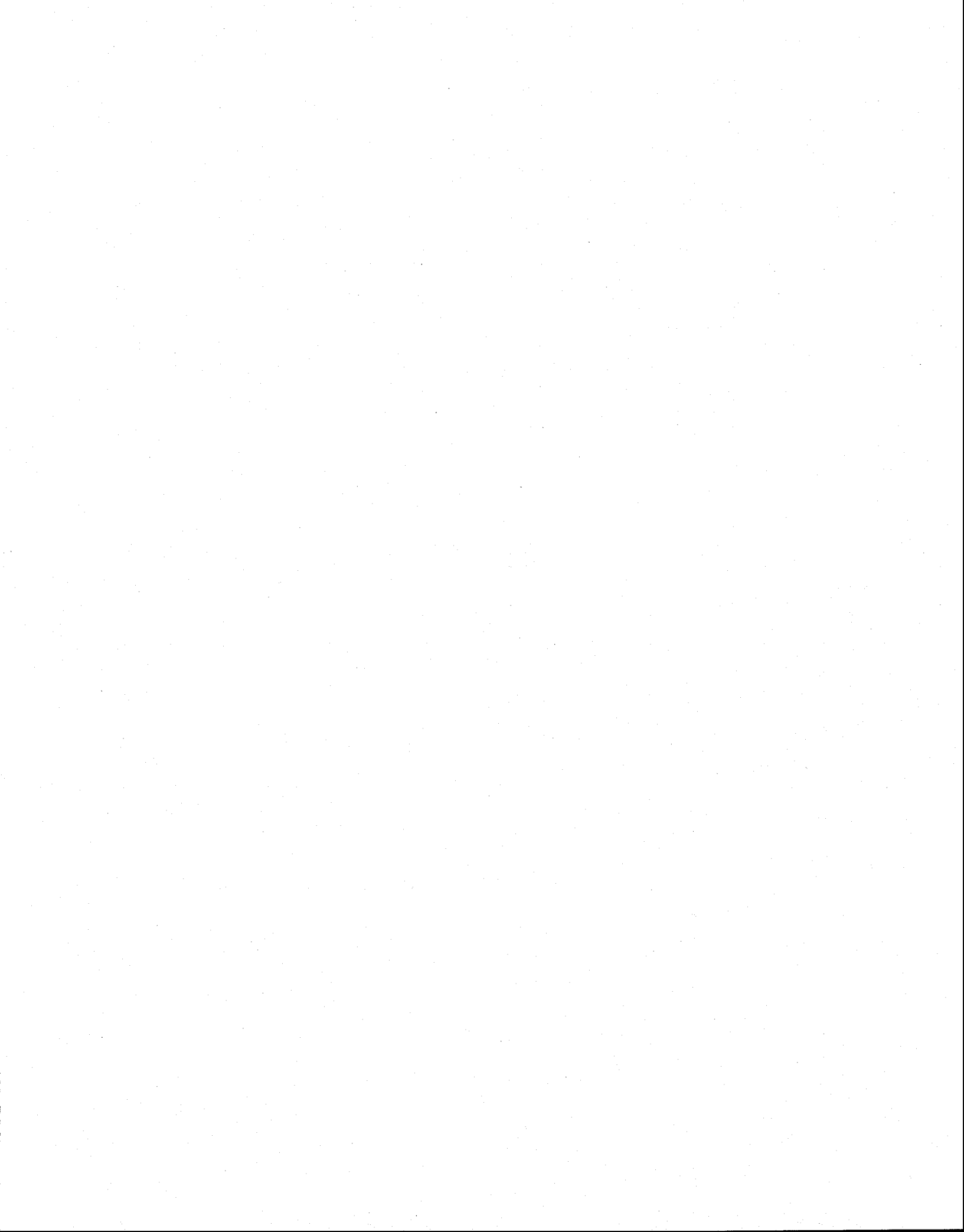
LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Réactions chimiques et électrochimiques impliquées au sein de la cellule	6
Tableau 2	Composés suivis par la méthode développée d'analyse des HAP	9
Tableau 3	Bilan massique du procédé (FE) au fil des boucles sur TR23	16
Tableau 4	Caractéristiques de TR23 avant (FC) et après traitement (FS) par flottation et des mousses générées (mg/kg sec)	17
Tableau 5	Abattements (%) calculés pour chaque boucle sur la qualité du rejet (FS) issus de flottations sur TR23	18
Tableau 6	Évolution de la concentration (mg/L) de Na au sein des effluents de rinçage de sol (R1, R2, R3 et RP) au fil des boucles menées sur TR23	24
Tableau 7	Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFE) sur TR29	30
Tableau 8	Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFE) sur TR29	31
Tableau 9	Abattements (%) des HAP et du Pb pour l'étape de flottation au fil des boucles sur TR29	32
Tableau 10	Bilan matière des différentes fractions de procédé (AFE) pour la boucle 1	32
Tableau 11	Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFE)	33
Tableau 12	Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFE) sur TR23	39
Tableau 13	Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFE) sur TR23	40
Tableau 14	Abattements (%) des HAP et du Pb pour l'étape de flottation au fil des boucles sur TR23	42
Tableau 15	Bilan matière des différentes fractions de procédé (AFE) en boucle 1	44
Tableau 16	Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFE)	45
Tableau 17	Suivi du potentiel d'oxydation (en mV) au fil des boucles au sein des différentes fractions liquides de procédé (AFE)	46
Tableau 18	Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFP) sur TR23	55
Tableau 19	Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFP) sur TR23	56
Tableau 20	Abattements (%) des HAP et du Pb pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles (AFP) sur TR23	58
Tableau 21	Bilan matière des fractions solides de procédé (AFP) en boucle 1	58
Tableau 22	Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFP)	60
Tableau 23	Concentrations en Pb des effluents et enlèvement du Pb (%) après précipitation chimique	61
Tableau 24	Suivi du potentiel d'oxydation (en mV) au fil des boucles au sein des différentes fractions liquides de procédé (AFP)	62
Tableau 25	Bilan de procédé (AFP) – Moyenne des boucles 1 à 4	63

Tableau 26	Produits de solubilité de complexes de Pb (II)	64
Tableau 27	Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFP) sur TR23	67
Tableau 28	Concentrations en Pb des effluents et enlèvement du Pb (%) après précipitation chimique.....	69
Tableau 29	Application et capacité des appareils de séparation magnétique.....	70
Tableau 30	Teneurs (mg/kg) en contaminants dans les sols étudiés	77

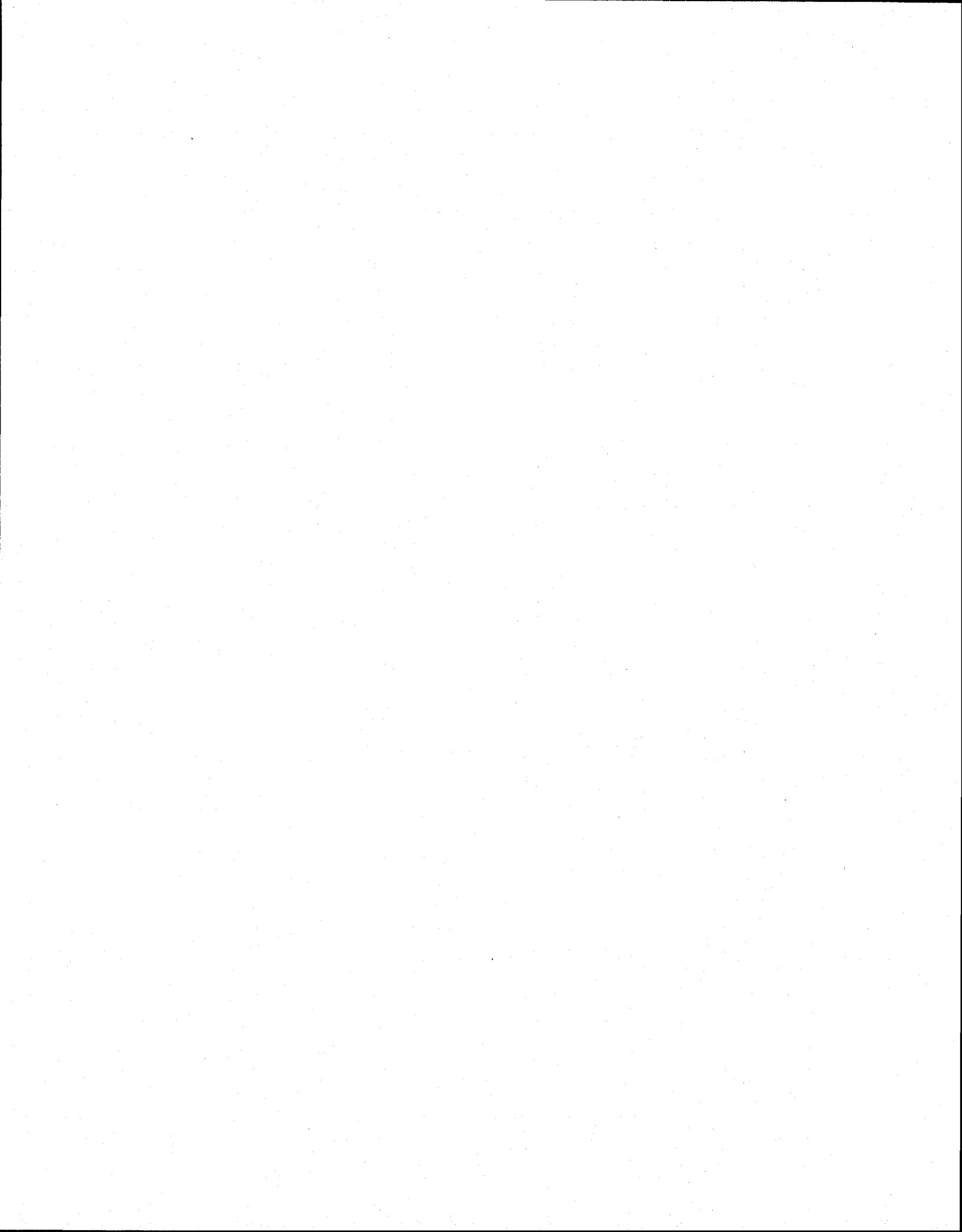
LISTE DES FIGURES

Figure 1	Chromatogramme du standard 5 mg/L – Identification du BJK.....	10
Figure 2	Superposition des chromatogrammes de solutions certifiées et appréciation qualitative de l'intervalle de confiance des analyses.....	10
Figure 3	Schéma de procédé (FE) suivi en boucle sur TR23.....	15
Figure 4	Teneur du sol traité en mg/kg (FS) au fil des boucles.....	19
Figure 5	Suivi de la concentration et de quantité de Σ HAP au sein des mousses au fil des boucles (FM).....	20
Figure 6	Évolution de la concentration de Na (g/L) au sein des effluents de flottation (FLf, FMLR et EDf) et des effluents de rinçage de sol (RP) au fil des boucles menées en flottation sur TR23.....	23
Figure 7	Concentration en Na (M) des eaux FLi et EDi, évaluées d'après les quantités de NaCl introduites et des volumes opérés.....	24
Figure 8	Schéma de procédé (AFE) appliqué à TR29.....	29
Figure 9	Schéma de procédé (AFE) appliqué à TR23.....	38
Figure 10	Teneurs en BJK et BAP en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles.....	43
Figure 11	Formule chimique développée du CAS.....	49
Figure 12	Schéma de procédé (AFP) appliqué à TR23.....	54
Figure 13	Teneurs en BJK et BAP en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé (AFP) pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles.....	57
Figure 14	Teneurs en BAP et BJK en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé (AFP) pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles.....	68



LISTE DES ABRÉVIATIONS

AAS	Spectrométrie d'absorption atomique
AC	Caractérisation ou alimentation en entrée d'attrition
AFE	Attrition/flottation/électrodéposition
AFP	Attrition/flottation/précipitation
AL	Eau de lavage d'attrition
AS	Sol ou rejet d'attrition (> 2 mm)
CAS	Cocamydopropylhydroxysultainé
ED	Eau d'électrodéposition annotée i et f (initial et final)
EDR	Résidu d'électrodéposition
FC	Caractérisation ou alimentation en entrée de flottation (fraction < 2 mm)
FE	Flottation/électrodéposition
FeCl ₃	Chlorure ferrique
FL	Eau de lavage de flottation annotée i et f (initial et final)
FL/R	Eau de lavage de flottation et eau combinée de rinçage
FM	Mousse ou concentré de flottation
FML	Eau interstitielle des mousses de flottation
FMR	Eau de rinçage des mousses de flottation
FMRL	Eau interstitielle des mousses et eau combinée de rinçage
FS	Sol ou rejet de flottation
HAP	Hydrocarbure aromatique polycyclique
HNO ₃	Acide nitrique
H ₂ SO ₄	Acide sulfurique
LD	Limite de détection analytique
LR	Limite réglementaire de qualité des sols au Québec (critère C)
n	Nombre de flottations successives
NaCl	Chlorure de sodium
NaOH	Soude ou hydroxyde de sodium
PE-10	Percol E-10
PEHD	Polyéthylène haute densité
POR	Potentiel d'oxydoréduction
Pp	Résidu de précipitation chimique annotée i et f (initial et final)
R ou RP	Eau de rinçage du sol
R3	Eau de 3 ^{ième} rinçage du sol à l'eau claire
TCLP	Toxicity Characteristics Leaching Procedure
Ti/Pt	Électrodes en titane platiné



1 INTRODUCTION

1.1 Nature de l'essai de traitabilité

Cette étude de traitabilité de sol porte sur un procédé *ex-situ* qui pourrait être opéré commercialement sur le site ou hors du site. L'option sur le site est en général préférable si la quantité à traiter est suffisante. L'excavation et la remise en place du sol traité compose généralement de 5 à 10% du coût unitaire de traitement lorsque fait dans un cadre raisonnable. La contamination mixte, soit la pollution combinée des sols par le plomb (Pb) et les HAP est fréquente et problématique. Dans les procédés éprouvés et appliqués dans des réussites commerciales, ce genre de contamination mixte nécessite le traitement par des procédés qui sont appliqués les uns après les autres dans une chaîne de procédés. Ainsi, les HAP sont enlevés dans un premier procédé, par exemple un système de lavage de sol à l'aide de surfactant, puis les métaux sont solubilisés par un deuxième procédé, tel une étape de lixiviation chimique ou des procédés miniers. Cet agencement de procédés est souvent coûteux par rapport à une contamination avec un seul type de contaminant. Les technologies pour traiter ces deux types de polluants séparément sont relativement nombreuses, quoique la décontamination pour les HAP à 4, 5 ou 6 noyaux aromatiques soit loin d'être aisée. D'autre part, notre équipe possède une vaste expérience en matière d'enlèvement des métaux dans diverses matrices (sol, cendres, boues, déchets dangereux, etc.) à l'aide des procédés miniers et des procédés de lixiviation chimique et biologique. Plus récemment, notre équipe s'est intéressée à la décontamination de deux types de résidus de l'industrie de l'aluminium contaminés par les HAP. Ce faisant, une nouvelle expertise portant sur l'élimination des HAP a donc été progressivement développée au cours des dernières années.

Dans le cadre de ce projet, il est proposé d'étudier la combinaison, dans un même réacteur, de l'extraction des métaux (principalement le Pb) par lixiviation chimique et des HAP par un

nouveau surfactant non-toxique et biodégradable. Les principaux paramètres sont le choix du surfactant, le choix des acides et des complexants, la teneur en solides dans le réacteur, la température, les temps de réaction, le nombre de lavages, les modes de récupération des micelles HAP-surfactant et les divers types de sols en terme de granulométrie et de composition (pH, contenu en matière organique, etc.). Les sols argileux seront sûrement traités d'une façon différente des sols sablonneux. Le développement d'un procédé simultané à faible coût aura l'avantage de pouvoir traiter des contaminations mixtes qui sont beaucoup trop coûteuses à traiter actuellement en plus d'avoir l'avantage de pouvoir s'appliquer à des cas où la contamination est simple (métaux ou HAP). Cette opportunité élargira considérablement le marché potentiel d'une telle technologie. De plus, la recherche va sans aucun doute permettre d'améliorer la connaissance sur les processus impliqués en plus de permettre une augmentation de l'efficacité des procédés de lixiviation des métaux et de lavages des HAP en repoussant les limites de la connaissance actuelle. Plusieurs résultats ont déjà été obtenus sur la technologie en développement. Ce projet fait suite à un projet qui a été réalisé au début 2007 (Mouton *et al.* 2007) et qui avait démontré un bon potentiel de décontamination de sols.

1.2 Objectifs à atteindre

Dans un premier temps, le présent rapport porte sur la démonstration de l'aptitude du procédé à décontaminer pour les HAP la fraction supérieure à 2 mm. Dans un deuxième temps, des améliorations seront apportées au procédé dans son ensemble lors d'essais en boucle de traitement avec la récupération par électrochimie et, dans un autre mode d'opération, par la récupération du Pb par précipitation chimique à pH basique.

2 MÉTHODOLOGIE

2.1 Partie expérimentale

La présente étude est dédiée à l'optimisation du procédé OrgaMetoX, suivi sur des cycles de cinq boucles (c'est à dire avec cinq étapes de recirculation des effluents générés en tête de procédé). Le procédé développé comprend trois étapes distinctes :

- a) **Étape d'attrition** : cette étape vise l'ensemble des fractions granulométriques et vise à éliminer les fines particules adsorbées sur les fractions grossières par attrition, avant de séparer ces fractions par tamisage à 2 mm.
- b) **Étape de flottation** : cette étape ne s'applique qu'au traitement des fractions granulométriques inférieures à 2 mm et vise à concentrer les contaminants organiques de type HAP dans les mousses de flottation (FM), et à solubiliser les contaminants inorganiques au sein des eaux de lavage (FL) sous forme de chlorocomplexes. Une unité de traitement des effluents générés en flottation (ED ou Pp selon le mode de traitement appliqué) et une phase de rinçage des mousses collectées (FMRL) sont également intégrées à cette étape.
- c) **Étape de rinçage** : cette étape s'applique au sol en sortie de flottation afin de limiter les traces de sel au sein de cette fraction (FS).

2.1.1 Étape d'attrition

Le sol (AC ~ 200 g humide) est prélevé et placé en solution (1 L) avec du surfactant CAS à 0,2 g/L (Cocamidopropylhydroxysultaine obtenu chez Chemron). Le contenant en PEHD fermé est alors placé sous agitation dans une roue pour test TCLP. Après 10 min d'agitation, le mélange est tamisé à 2 mm et rincé par 1 L d'eau claire. La fraction grossière supérieure à 2 mm (AS) est alors placée à l'étuve à 60°C durant 24 h, puis analysée pour les HAP. Quelques analyses du Pb sur ces fractions ont été réalisées par Bodycote à Québec. La suspension obtenue (FC) est alors décantée. La boue décantée est placée à l'étuve à 60°C avant d'être introduite en flottation pour poursuivre son traitement. Les eaux de décantation (AL) sont récupérées et recirculées en tête d'attrition pour une nouvelle fraction de sol AC.

Les étapes de décantation sont réalisées dans des cylindres gradués à l'aide de Percol E-10 (obtenu chez CIBA) à 1 g/L pour une concentration finale de 0,1 g/L et de FeCl₃ (obtenu chez Eaglebrook Environnement inc.). L'addition de FeCl₃ facilite la décantation en initiant la formation de floccs métalliques plus facilement décantables. Les temps de décantation varient avec le type de matériel à décanter généralement compris entre 5 et 1 min, les décantations les plus lentes concernant celles des mousses de flottation.

2.1.2 Étape de flottation

2.1.2.1 Flottation

Les essais de flottation sont réalisés sur 100 g de sol sec, dans une cellule de flottation (Denver lab-1) d'un volume de 1 L, sous des séquences d'agitation de 15 min et de flottation de 5 min. La solution de lavage utilisée contient NaCl (EMD™) à 5,5 M et CAS à 0,2 g/L. Le pH est fixé à l'aide d'acide sulfurique 18 M (EMD™) et est maintenu tout au long des lavages où l'ajustement de pH est nécessaire. En fin de traitement, le sol et la solution de lavage sont séparés par filtration sur des membranes Whatman 934-AH de 1,5 µm de porosité. Le nombre de

flottations successives appliqué varie entre 1 et 6 selon le sol utilisé et les essais entrepris.

Il résulte de ce procédé l'obtention de deux phases solides et deux phases liquides :

- FS : Rejet ou sol décontaminé ;
- FM : Mousses ou concentrés de flottation ;
- FL/R : Eaux de lavage et eaux combinées de rinçage du rejet ;
- FMLR : Eaux de lavage et eaux de rinçage des mousses.

Des analyses des métaux et des HAP sont alors poursuivies sur les fractions solides. Les eaux de lavage sont analysées pour les métaux.

2.1.2.2 Traitement des effluents

2.1.2.2.1 *Électrodéposition*

Les effluents de flottation étant chargés en NaCl, métaux, CAS et particules de sol, une multitude de réactions chimiques et électrochimiques, présentées au Tableau 1, peuvent prendre place au sein du système électrochimique. Les métaux sont essentiellement réduits à la cathode, alors que des dégagements gazeux de chlore interviennent à l'anode par oxydation des ions chlorures en solution. Des réactions d'oxydation et de réduction de l'eau et de l'oxygène surviennent également, assurant l'apparition d'ions OH⁻ dans le milieu et donc une augmentation de pH. Bien qu'aucune mesure de matière sèche ou de matière organique dissoute au sein des effluents n'ait été entreprise, il n'est pas démesuré, considérant de surcroît la présence de CAS, de supposer que des traces de ce matériel subsistent en solution. Ainsi, des réactions de d'oxydation et de réduction de matière organique peuvent concourir.

La cellule électrochimique utilisée est constituée en PVA (polyacétate de vinyle) dans des dimensions pouvant recevoir un jeu de dix électrodes chacune espacées de 1 cm, et un volume total de 1,6 L. Chaque électrode présente une surface spécifique de 220 cm². Le système

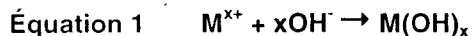
utilise des anodes insolubles type Ti/Pt et des cathodes en fer intercalées dans la cellule, et alimentées par un générateur de courant continu (Xantrex XFR40-70). Une agitation est maintenue au sein du système à l'aide d'un barreau aimanté. Des échantillons de 25 mL sont prélevés dans le temps et filtrés sur membranes Whatman 934AH. Le potentiel d'oxydoréduction (POR) et le pH sont alors mesurés avant que les eaux ne soient conditionnées à 5% HNO₃ pour analyses du Pb et de Na. Des analyses des chlorures ont également été effectuées sur quelques échantillons en entrée et sortie de traitement électrochimique.

Tableau 1 Réactions chimiques et électrochimiques impliquées au sein de la cellule

Réactions	Équations
Réduction des métaux	$M^{x+}_{(aq)} + xe^{-} \rightleftharpoons M_{(s)}$
Réduction H ₂ O	$2H_2O_{(l)} + 2e^{-} \rightleftharpoons H_{2(g)} + 2OH^{-}$
Réduction O ₂	$2H_2O_{(l)} + O_{2(g)} + 4e^{-} \rightleftharpoons 4OH^{-}$
Oxydation H ₂ O	$2H_2O_{(l)} \rightleftharpoons O_{2(g)} + 4H^{+}_{(aq)} + 4e^{-}$
Oxydation Cl ⁻	$2Cl^{-}_{(aq)} \rightleftharpoons Cl_{2(g)} + 2e^{-}$
Réduction matière organique	$HCOOH_{(aq)} + 2H^{+} + 2e^{-} \rightleftharpoons CH_3OH_{(aq)}$ $HCOOH_{(aq)} + 2H^{+} + 2e^{-} \rightleftharpoons HCHO_{(aq)} + H_2O_{(l)}$
Complexation métaux	$MCl_y^{(x-y)^{-}} + yOH^{-} \rightleftharpoons MOH_y^{(x-y)^{-}} + yCl_{(aq)}$

2.1.2.2.2 Précipitation

Des essais ont été entamés à l'aide de NaOH 0,1 M, afin de précipiter les ions métalliques en solution sous forme d'hydroxydes métalliques, selon l'Équation 1. Les effluents en entrée de précipitation, notés Ppi, et Ppf en fin de traitement (respectivement à pH 7,0 et 8,5 pour les essais numéro 1 et 2, sont échantillonnés et un apport de 5% HNO₃ est effectué avant d'être analysés par AAS. Le NaOH est obtenu chez EMD^{T,M}.



2.2 Méthodes analytiques

Les résultats présentés à la section 6.2 sont issus d'analyses effectuées par le laboratoire Bodycote à Québec. Pour les autres sections, les analyses ont été effectuées à l'INRS –ETE à Québec.

2.2.1 Analyse des HAP

L'analyse des HAP est réalisée à l'aide d'un spectromètre de masse couplé à une technique de séparation par chromatographie en phase gazeuse (GC-MS - Perkin Elmer, modèle Clarus 500), après une extraction de type Soxhlet pour les échantillons solides.

2.2.2 Extraction Soxhlet

Selon le mode opératoire développé par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) (Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec 2001a). L'échantillon de sol (~ 5-10 g), séché avec une quantité identique de $MgSO_4$ (EMD™), est placé au sein de la cartouche d'extraction adaptée au système d'extraction en place au laboratoire. Par reflux, maintenu à 60°C durant 24 h, les HAP sont solubilisés au sein d'un volume total d'environ 350 mL de dichlorométhane (EMD™). Les extraits, ainsi recueillis, sont filtrés sur $MgSO_4$ afin d'éliminer toute trace d'humidité, puis concentrés ou non à l'aide d'un évaporateur rotatif, selon les teneurs en HAP des extraits. L'échantillon obtenu est stocké à 4°C à l'abri de la lumière avant d'être analysé par GC-MS.

Pour chaque groupe d'expériences entrepris, un contrôle est effectué en extrayant les HAP d'un

sol de référence (BCR no. 524 obtenu de *Institute for Reference Materials and Measurements*). Un étalon de recouvrement (Anthracène D-10 obtenus chez Supelco) est également introduit afin d'évaluer le rendement de chaque extraction. Ainsi, sur l'ensemble des analyses effectuées dans la totalité du projet, le taux moyen de recouvrement des extractions Soxhlet atteint $89 \pm 5\%$.

2.2.2.1 Analyses GC-MS

L'analyse des HAP est réalisée à l'aide d'un spectromètre de masse, couplé à une technique de séparation par chromatographie en phase gazeuse (GC-MS - Perkin Elmer, modèle Clarus 500), selon le protocole développé par le CEAEQ (Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec 2001b). La température initiale du four maintenue à 80°C , subit un premier palier de chauffe de $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 220°C , avant qu'une diminution de la vitesse de chauffe ne soit opérée à $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ pour atteindre 320°C , pour un durée totale d'analyse de 36 min par échantillon.

La méthode analytique développée dans ce projet permet de suivre quelques 21 composés, dont un étalon de recouvrement permettant d'évaluer l'efficacité de l'extraction préalable. Le Tableau 2 présente l'ensemble des composés suivis et contrôlés au sein de la méthode d'extraction et d'analyse développée, ainsi que les limites de détections associées à chacun. M2NPN, DMBAN et 3MCN ne sont pas suffisamment abondants aux volumes de concentration des extraits pour être détecté à l'analyse, c'est pourquoi aucun résultat concernant ces composés ne sera suivi. Aucune distinction n'est faite concernant les b,j,k benzofluoranthene, et tous les résultats associés sont présentés comme la somme de Benzo[b+j+k]fluoranthene (Figure 1). Les analyses sont contrôlées à l'aide d'une solution certifiée (Mix64 obtenu chez Supelco). La reproductibilité des contrôles au fil des analyses tout au long du projet est estimée à NPN 2%, ACyN 3%, ACN 4%, FLU 3%, PHE 2%, ANT 2%, FLR 9%, PYR 10%, BAN 15%,

CRY 11%, BJK 11%, BAP 22%, BPR 14%, INP 16%, DBA 17% (Figure 2).

Tableau 2 Composés suivis par la méthode développée d'analyse des HAP

HAP	Abréviations	Nature	Sol de référence	Contrôle analyses	LD (mg/L)
Naphtalène	NPN	HAP	-	+	0,02
Méthyl-2-naphtalène	M2NPN	HAP	-	+	0,04
Acénaphtylène	ACyN	HAP	-	+	0,02
Acénaphtène	ACN	HAP	-	+	0,01
Fluorène	FLU	HAP	-	+	0,02
Phénanthrène	PHE	HAP	-	+	0,03
Anthracène D-10	PHE-D10	Étalon	-	-	0,02
Anthracène	ANT	HAP	-	+	0,02
Fluoranthène	FLR	HAP	-	+	0,04
Pyrène	PYR	HAP	+	+	0,03
Benzo[a]Anthracène	BAN	HAP	+	+	0,04
Chrysène	CRY	HAP	-	+	0,03
Benzo[b]Fluoranthène	B	HAP	+	+	0,07
Benzo[j]Fluoranthène	J	HAP	-	-	
Benzo[k]Fluoranthène	K	HAP	+	+	
Benzo[a]pyrène	BAP	HAP	+	+	0,04
Indéno[1,2,3,c-d]pyrène	INP	HAP	+	+	0,04
Dibenzo[a,h]anthracène	DBA	HAP	-	+	0,05
Benzo[ghi]pérolène	BPR	HAP	-	+	0,02

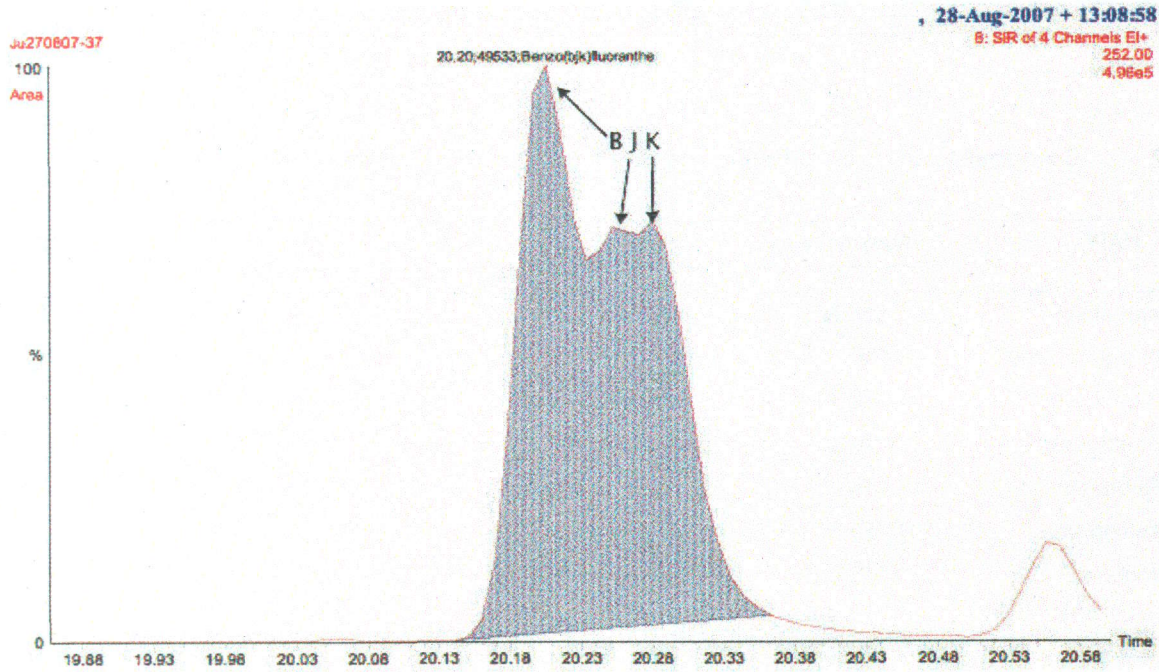


Figure 1 Chromatogramme du standard 5 mg/L – Identification du BJK

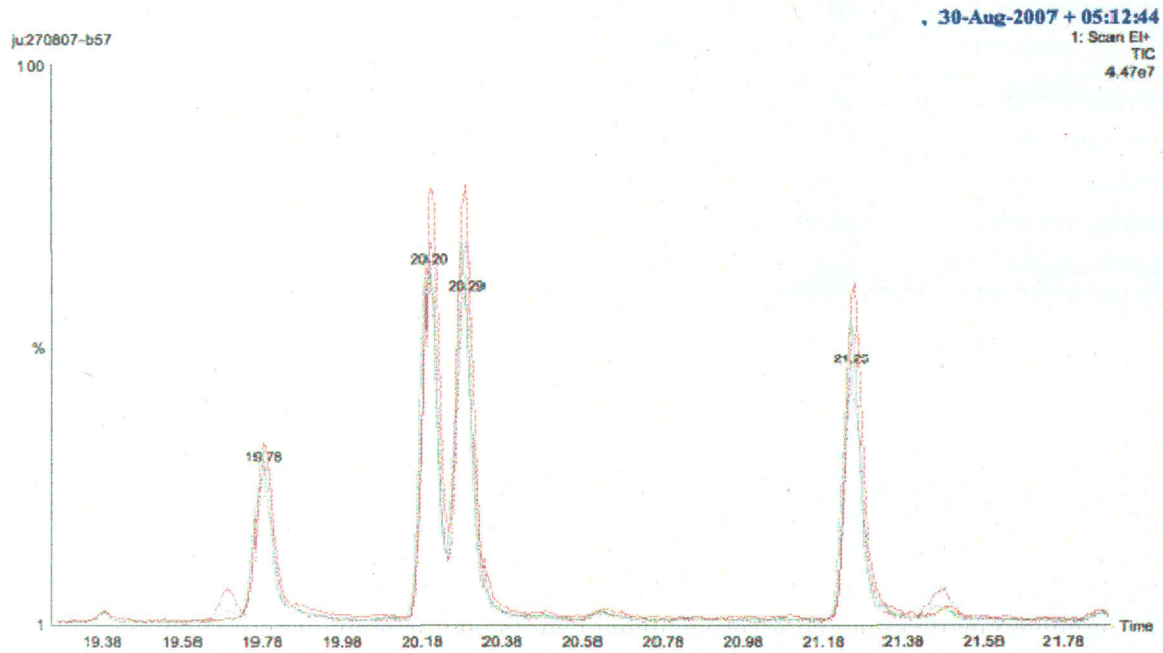


Figure 2 Superposition des chromatogrammes de solutions certifiées et appréciation qualitative de l'intervalle de confiance des analyses

2.2.3 Analyse des métaux

L'analyse des métaux dans les fractions solides nécessite une étape de digestion des échantillons, préalablement broyés à 80 µm (méthode 3030 I) (APHA 1999). Le lixiviat est alors analysé par AAS. Pour chaque série d'essais entrepris, un contrôle de digestion est effectué sur un sédiment marin de référence (PACS2 obtenu du Conseil National de Recherches du Canada).

Les eaux de procédé sont échantillonnées dans 5% d'HNO₃ (EMD™), afin de limiter l'effet de précipitation des métaux dans le temps, et sont analysées par AAS pour le plomb (Pb) et le sodium (Na).

2.2.3.1 Analyses AAS

La spectrométrie d'absorption atomique est utilisée pour doser le Pb et le Na au sein des fractions solides et liquides de procédé, soient FC, FS, FM, FL/R, R3, FMLR, EDi, EDf, Ppi, Ppf. Une matrice NaCl = 0,3 M et HNO₃ = 5% est utilisée pour le dosage de Pb dans les eaux de procédé, et HNO₃ = 5% pour le dosage de Na. L'analyse utilise un Varian SpectrAA modèle 220FS, calibré de 2,5 à 20 mg/L pour le Pb et de 50 à 400 mg/L pour Na, avec des débits d'air maintenus à 13,5 L/min et d'acétylène opérés à 2 L/min.

2.2.4 Autres analyses

2.2.4.1 Mesure électrochimiques

Le pH et POR sont mesurés à l'aide d'un pH mètre de type Fisher Acumet modèle 915, muni d'un système de mesure double et simultané à deux électrodes.

2.2.4.2 Dosage des chlorures

Des dosages de chlorures (Cl⁻) ont été réalisés pour évaluer la perte de Cl⁻ en Cl₂ au cours du traitement électrochimique, selon le mode opératoire QuikChem Method 10-117-07-1-A

(Quick chem FIA+, 8000series). La méthode utilisée est une analyse colorimétrique à l'aide de $\text{Fe}(\text{SCN})_3$, réalisée à l'aide d'une chromatographie ionique. Le complexe de thiocyanate de fer est fortement coloré et absorbe fortement à une longueur d'onde de 480 nm. L'absorption mesurée correspond à une concentration en $\text{Fe}(\text{SCN})_3$, elle même proportionnelle à la concentration en Cl^- . La gamme de calibration s'étend de 6 à 300 mg/L en Cl^- . L'analyse utilise un instrument de type Lachat Instrument 6645.

Les résultats abordés au sein de la section 4 ont déjà été en partie présentés lors de la présentation du rapport de recherche R-915 émis le 16 mars 2007 (Mouton *et al.* 2007).

3 RÉSULTATS DU PROCÉDÉ FE (FLOTTATION ET ÉLECTRODÉPOSITION) SUR TR23

Lors des essais présentés lors du dernier rapport (Mouton *et al.* 2007), il y avait des problèmes de stabilité et d'efficacité du procédé lors de la recirculation de l'eau de traitement lors de boucles successives. Les présents essais ont été effectués afin de régler ces problèmes. Au sein de cette première section, il est proposé de suivre le procédé proposé lors des essais réalisés en 2007 (Mouton *et al.* 2007), en boucles pour seul traitement de la fraction inférieure à 2 mm, à travers l'étape de flottation et le traitement électrochimique des effluents générés. Cette phase d'essais s'applique uniquement au traitement de TR23 et appliquent trois flottations successives. Le procédé suivi est présenté à la Figure 3. L'annexe 1 présente la teneur en HAP et Pb des sols et les limites réglementaires.

3.1 Fractions solides de procédé

Aux vues des quantités reportées dans le Tableau 3, il apparaît que la masse de mousses recueillies après flottation augmente au fil des boucles alors que la masse de sol reste inchangée. Cette augmentation semble due à une accumulation de NaCl au sein de celles-ci. Les mousses sont rincées par les eaux de procédé recirculées. La charge en NaCl de ces eaux semble trop importante pour pouvoir assurer un bon rinçage des mousses. Cette opération sera donc optimisée par la suite.

Conformément aux résultats obtenus précédemment et comme présenté au Tableau 4, la qualité du sol recueilli en fin de procédé de la première boucle satisfait les exigences réglementaires tant pour les HAP que pour le Pb. En revanche, et à l'exception du Pb, il est impossible d'assurer ce même niveau de qualité des sols pour les boucles suivantes. En effet,

si la première boucle permet un abattement de 93% des HAP totaux (Tableau 5), l'enlèvement calculé pour les boucles suivantes se situe entre 50 et 78%. La Figure 4 illustre, en termes de solubilisation des contaminants, la non-reproductibilité d'efficacité du procédé au fil des boucles. Le suivi du Na au fil des boucles confirme une accumulation de sel dans le rejet de fin de procédé (FS) : 1,7, 9,8, 11,7, 25,6 et 27,7 g/kg respectivement pour les boucles 1 à 5, alors que la part de Na initiale est de 0,4 g/kg. Une optimisation de l'étape de rinçage du sol en fin de procédé est donc indispensable.

L'étude de la qualité des mousses générées montre, comme présenté à la Figure 5, que si la concentration en HAP total diminue au fil des boucles, la masse flottée augmente. Le suivi de la quantité de HAP en mg flottés montre que celle-ci ne varie pas ou peu au fil des boucles 1 à 4, assurant une moyenne de 101 ± 15 mg de HAP totaux flottés. En cinquième boucle, cette quantité diminue à 61 mg. Le suivi du Na au sein des mousses montre que la concentration de sel flotté augmente au fil des boucles : 30,0, 39,3, 28,4 et 51,6 g/kg respectivement pour les boucles 2 à 5. Ainsi, du fait de l'excès de sel en présence, il est probable que le surfactant s'engage dans la flottation du sel insoluble plutôt que dans celle des HAP.

Le résidu métallique issu du traitement chimique (EDR) est produit à hauteur de 6 g/kg de sol sec traité, avec un dépôt électrolytique de Pb de 1,4 kg par tonne de résidus et présente une concentration de 91 000 mg Pb par kg de résidu produit. Les teneurs en Na du résidu métallique est de 125 et 202 mg/kg respectivement pour les boucles 1 et 3.

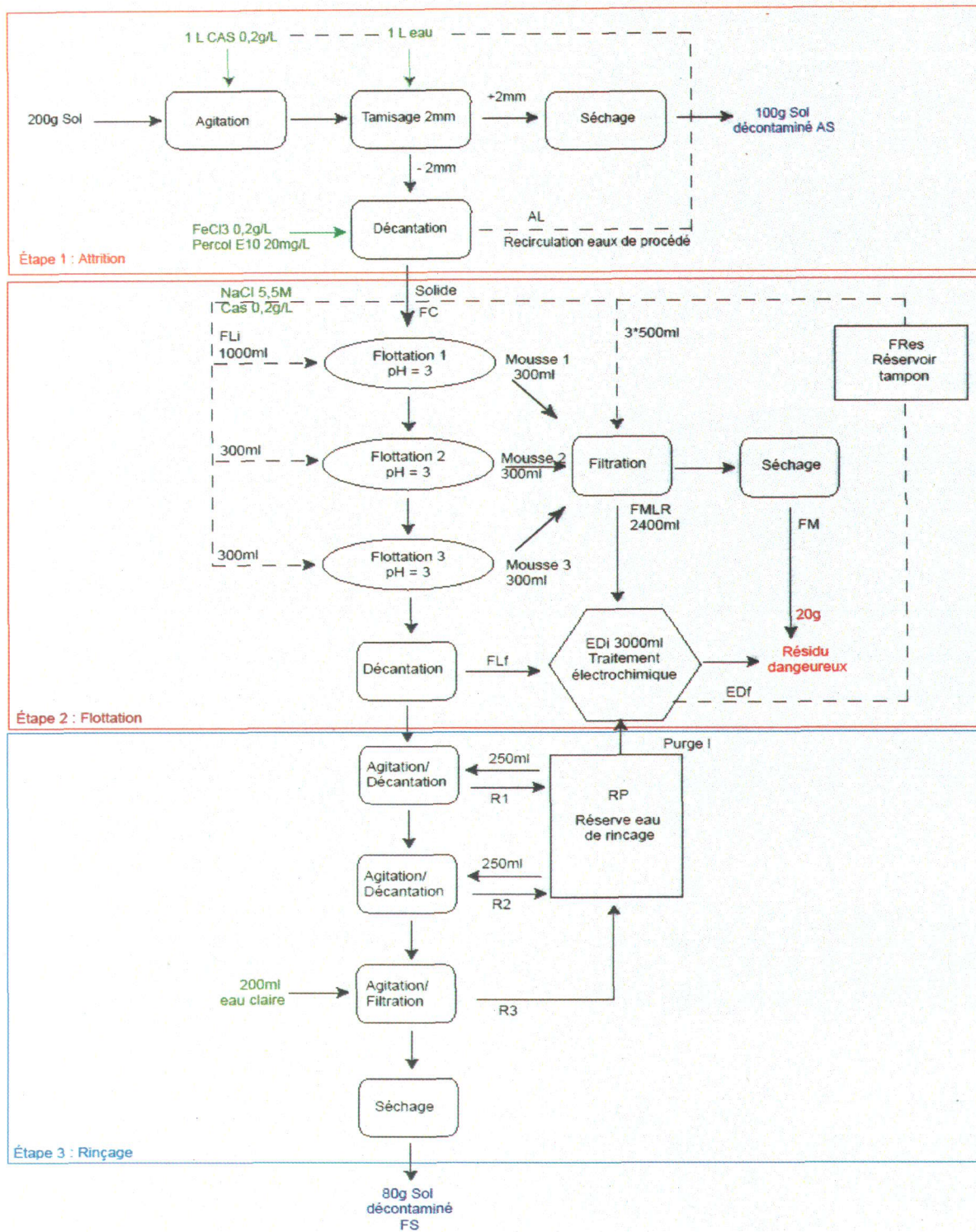


Figure 3 Schéma de procédé (FE) suivi en boucle sur TR23

Tableau 3 Bilan massique du procédé (FE) au fil des boucles sur TR23

Bilan	Paramètres	Boucles					Moyenne
		1	2	3	4	5	
Intrants	NaCl (g)	520	400	350	200	125	319
	Surfactant (g)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
	H ₂ SO ₄ (mL)	9	10	9	9,5	9	9,3
	PE-10 (mL)	5	7,5	5	5	5	5,5
	FC (g)	100	100	100	100	100	100
	Fli1 (mL)	950	950	950	950	950	950
	Fli2 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli3 (mL)	300	300	300	300	300	300
Intermédiaires	FLf (mL)	440	350	360	360	450	392
	FMR (mL)	1 820	2 190	2 210	2 230	2 110	2 110
	Edi (mL)	3 000	2 800	3 000	3 000	3 000	2 960
Extrants	FS (g)	62,6	64	61,9	60,2	70,7	63,9
	FM (g)	25,2	41,8	52,2	57,5	53,2	46
	EDR (g)	0,6	0,8	0	1,3	2,5	1,1
	Edf (mL)	2 900	2 780	2 900	2 930	3 120	2 930
	RP (mL)	750	1 040	960	800	820	870
Intrant solide	FC	100	100	100	100	100	100
Extrant solide	FS+FM+EDR	88,4	106,6	114,1	119	126,4	110,9
Rapport (%)	-	88%	107%	114%	119%	126%	111%

Tableau 4 Caractéristiques de TR23 avant (FC) et après traitement (FS) par flottation et des mousses générées (mg/kg sec)

Types	Boucle	Masse sèche (g)	HAP ^a										Pb ^a	pH ^a
			PHE	FLR	PYR	BAN	CRY	BJK	BAP	IND	DBA	PER		
FC	Moyenne	98,6	188	224	172	97,6	106	168	62,0	63,6	13,8	49,0	1 440	8,18
	Écart-type	0	13	8	3,4	6	11	9,2	3,0	0,5	2,4	55	0,04	
	CV	0%	7%	5%	3%	5%	7%	15%	5%	3%	5%	4%	1%	
	Nb	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
FS	1	62,6	20,0	21,0	16,0	9,1	9,8	16,0	7,7	5,9	1,3	4,7	340	7,3
	2	64,0	160	170	130	70,0	75,0	120	61,0	45,0	9,6	35,0	270	7,1
	3	61,9	94,0	100	74,0	40,0	43,0	68,0	34,0	25,0	5,2	19,0	280	7,4
	4	60,2	75,0	82,0	61,0	32,0	35,0	55,0	27,0	20,0	4,3	15,0	270	7,3
	5	70,7	110	120	87,0	47,0	50,0	80,0	40,0	29,0	6,0	22,0	290	7,3
FM	1	25,2	590	680	520	260	270	400	210	150	36,0	120	680	6,7
	2	41,8	300	370	270	160	170	270	130	99,0	24,0	75,0	370	6,2
	3	52,2	330	420	310	170	180	300	150	110	25,0	82,0	290	6,2
	4	57,5	280	350	260	150	170	270	130	98,0	23,0	75,0	600	6,4
	5	53,2	180	230	170	98,0	11,0	170	84,0	62,0	14,0	48,0	520	6,5

a (Bodycote, Québec, QC)

Tableau 5 Abattements (%) calculés pour chaque boucle sur la qualité du rejet (FS) issus de flottations sur TR23

Boucles	PHE	FLR	PYR	BAN	CRY	BJK	BAP	INP	DBA	BPR	Pb
1	93	94	94	94	94	94	92	94	94	94	85
2	45	51	51	54	54	54	36	54	55	54	88
3	69	72	73	74	75	75	66	75	76	76	88
4	76	78	78	80	80	80	74	81	81	81	89
5	58	62	64	66	66	66	54	67	69	68	86

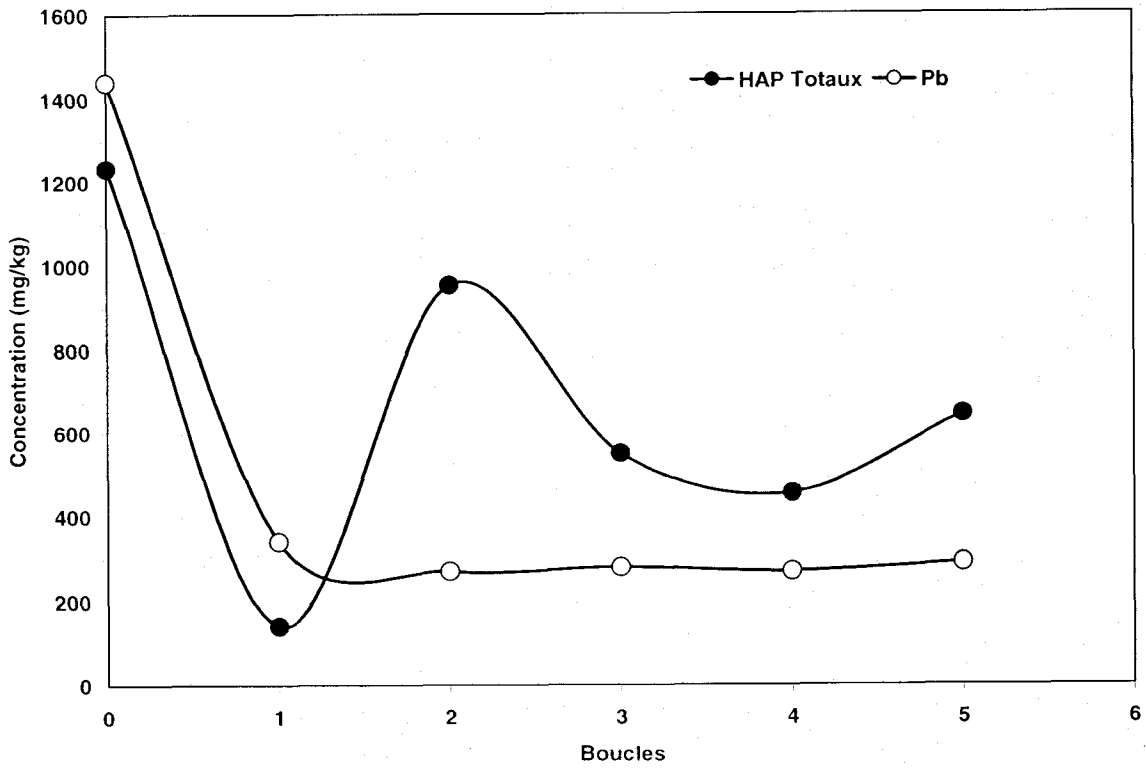


Figure 4 Teneur du sol traité en mg/kg (FS) au fil des boucles

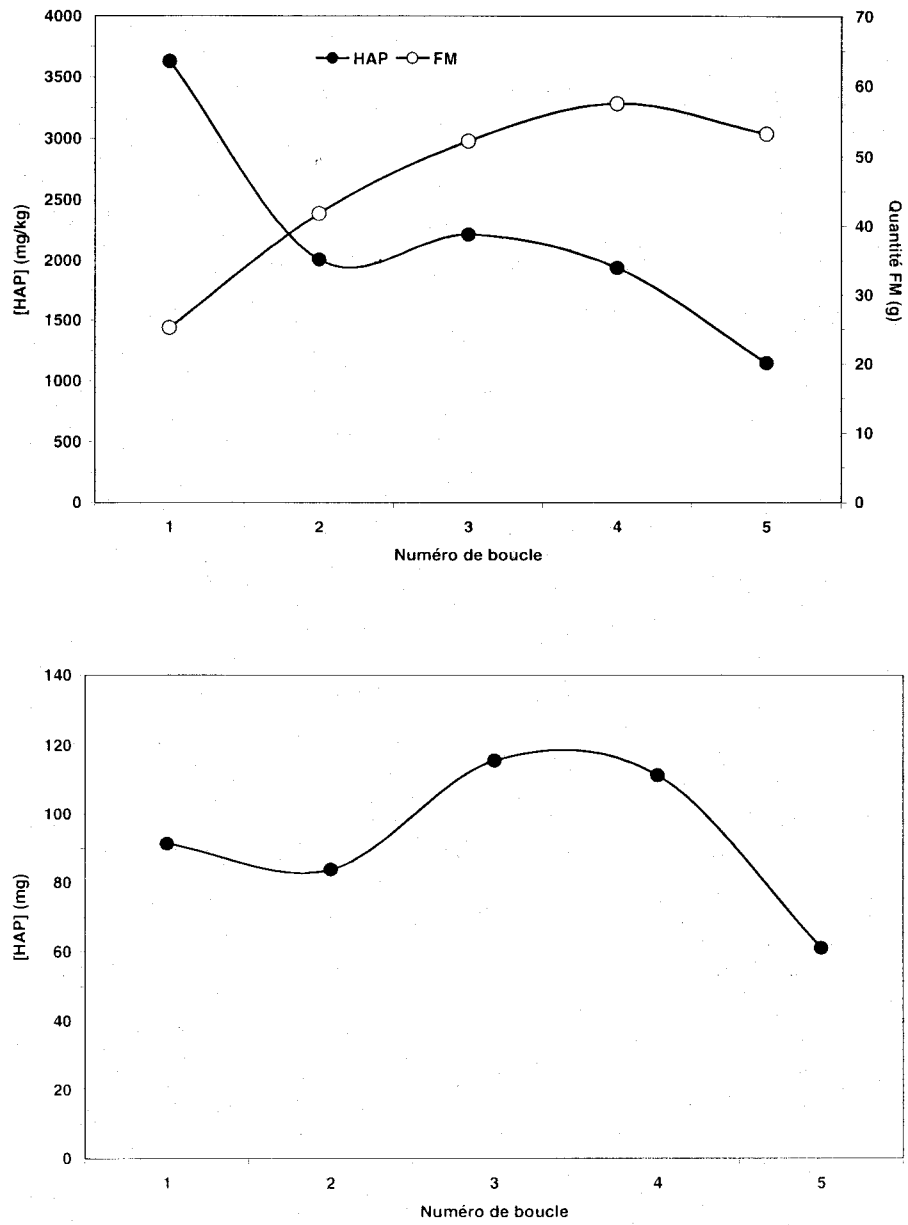


Figure 5 Suivi de la concentration et de quantité de Σ HAP au sein des mousses au fil des boucles (FM)

3.2 Eaux de procédé

Deux échantillons d'eau de procédé en cinquième boucle en entrée et sortie de traitement électrochimique ont été analysés par Bodycote. Ainsi, il est possible d'abaisser la concentration en Pb des eaux collectées en entrée d'électrodéposition de 41 à 4,6 mg/L, soit un enlèvement de 89% au sein du traitement électrochimique.

Le suivi du Na au fil des boucles, pour les eaux issues de l'étape de flottation (FLf, FMLR et EDf), est présenté à la Figure 6. L'accumulation du Na dans les eaux de rinçage des mousses (FMLR) au fil des boucles est visible et se répercute au sein des eaux d'électrodéposition (EDf). À l'inverse, aucune augmentation de concentration de l'élément n'est notée au sein des eaux de lavage en fin de flottation (FLf). L'excès de NaCl évalué dans la section précédente, d'après le Tableau 3, n'apparaît pas dans les analyses de cette fraction. Cette observation s'explique de par les degrés de saturation en NaCl des solutions. En effet, la solubilité du sel dans l'eau pure à 25°C est de 359 g/L (6,1 M), soit une concentration en Na de 141 g/L. La concentration mesurée dans les échantillons FLf est de 120 ± 3 g/L sur l'ensemble des cinq boucles et semble bien correspondre à la limite de solubilité du sel dans le milieu réactionnel considéré (eau/surfactant/pH3/TR23). Ainsi, l'échantillonnage de solutions saturées ne peut refléter l'état réel du milieu, une partie du sel étant sous forme solide particulière mélangée au sol (donc non échantillonnée).

La Figure 7 présente l'évolution des concentrations de NaCl en molarité au fil des boucles, calculées d'après les quantités de NaCl introduites et les volumes recirculés et/ou ajoutés. Il apparaît très clairement, dès la boucle 2, que les quantités de sel introduites sont trop importantes.

Les concentrations en Na relevées pour FMLR et EDf, respectivement en boucles 4 et 5, montrent que ces effluents atteignent un niveau de saturation en NaCl : 280 et 285 g/L.

Les eaux de réserve RP issues du rinçage de sol montrent que la concentration en Na se stabilise à partir de la boucle 3 autour de 95 g/L. Ainsi, si la solution n'est pas saturée en sel du fait du rinçage à l'eau claire opéré en troisième rinçage, elle reste proche des valeurs de FMLR et Edf.

Le suivi de la qualité des eaux de rinçage du rejet au fil des boucles est présenté au Tableau 6. La quantité de sel rincé, lors du rinçage de sol, semble se stabiliser autour de la boucle 3 et confirme ainsi l'idée que l'excès de sel introduit est flotté et donc accumulé au sein des eaux de rinçage des mousses et des mousses elles-mêmes. Les premiers et deuxièmes rinçages sont effectués par recirculation des eaux de rinçage, qui semblent atteindre une saturation en sel autour de la troisième boucle. Le troisième rinçage est effectué à l'eau claire pour chaque boucle et la concentration en Na augmente jusqu'à des valeurs proches de la saturation à partir de la boucle 3. Ces résultats confirment ceux concernant le rejet de flottation (FS), pour lesquelles la concentration en Na augmente de façon considérable aux boucles 4 et 5. Ainsi, il semble, aux quantités de sels opérées dans ces essais, que l'excès de sel présent dans le rejet de flottation en boucle 3, suffise pour saturer les 200 mL d'eau claire introduits. Aussi, les volumes de rinçage du rejet doivent être considérés dans les essais suivants au même titre que les quantités de NaCl.

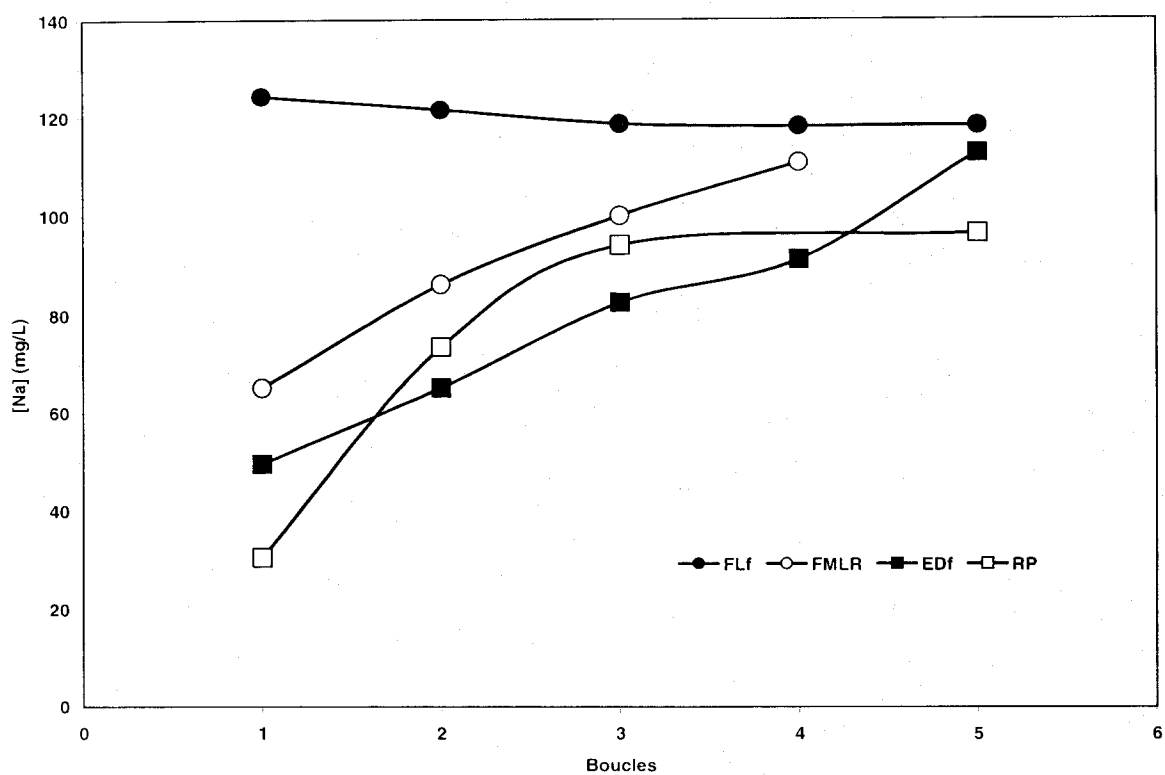


Figure 6 Évolution de la concentration de Na (g/L) au sein des effluents de flottation (FLf, FMLR et EDf) et des effluents de rinçage de sol (RP) au fil des boucles menées en flottation sur TR23

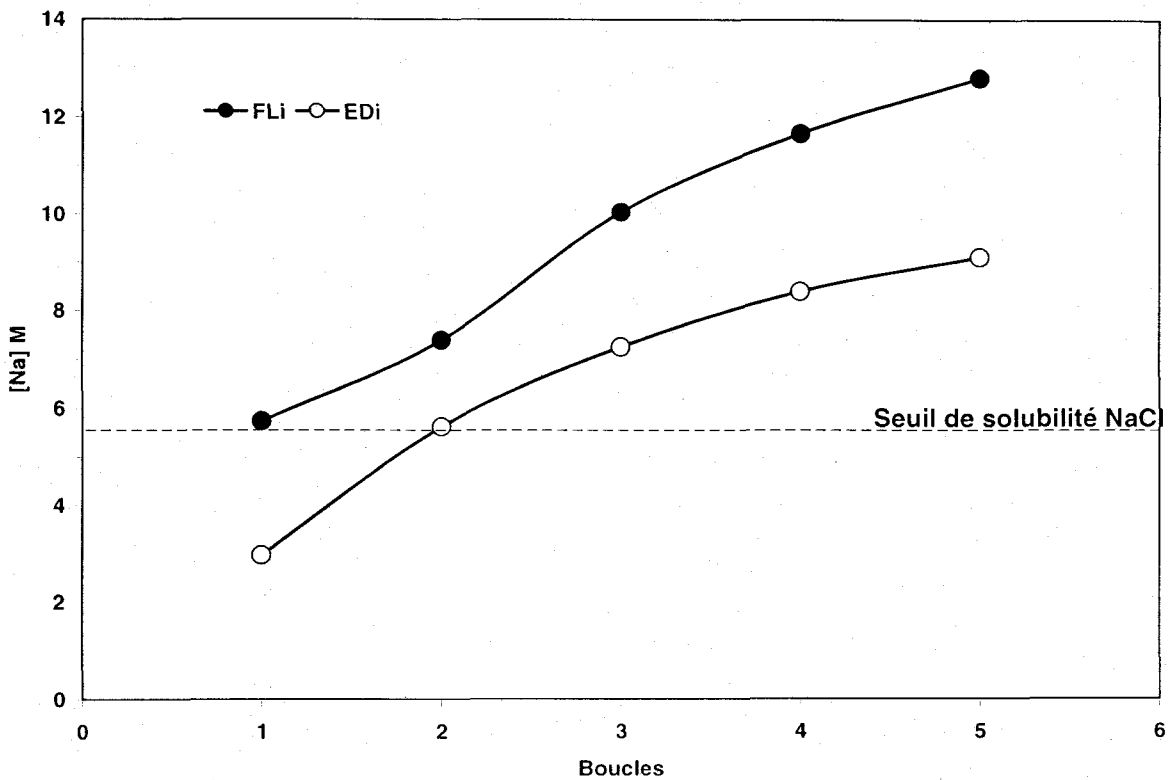


Figure 7 Concentration en Na (M) des eaux FLi et EDi, évaluées d'après les quantités de NaCl introduites et des volumes opérés

Tableau 6 Évolution de la concentration (mg/L) de Na au sein des effluents de rinçage de sol (R1, R2, R3 et RP) au fil des boucles menées sur TR23

Effluents	Boucles				
	1	2	3	4	5
R1	57,4	99,9	115	107	142
R2	22,1	96,7	130	94,3	124
R3	7,58	46,4	98,8	85,5	67,2
RP	30,6	73,5	94,1	-	96,5

3.3 Discussion

La qualité du sol recueilli en fin de procédé de la première boucle satisfait les exigences réglementaires tant pour les HAP que pour le Pb. En revanche, et à l'exception du Pb, il est impossible d'assurer ce même niveau de qualité des sols pour les boucles suivantes. En effet, si la première boucle permet un abattement de 93% des HAP totaux, l'enlèvement calculé pour les boucles suivantes se situe entre 50 et 78%.

Une remarque importante sur les essais réalisés concerne les quantités trop importantes de NaCl introduites en tête de flottation, qui plaçait le système au-delà des 5,5 M prévus aux CStdF et donc au delà du seuil de solubilité de NaCl dans le milieu. L'excès de sel est ainsi, préférentiellement flotté au sein des mousses, augmentant de ce fait les masses flottées et diminuant l'efficacité du procédé. La part de Na mesurée dans le rejet de flottation et dans les mousses augmente au fil des boucles. La charge en sel est telle que les volumes opérés pour le rinçage du rejet et des mousses sont insuffisants pour parfaitement « *rincer* » ces fractions.

Pour optimiser le procédé dans les prochains essais, il est proposé de :

- Ré-évaluer les quantités de NaCl introduites en tête de flottation ;
- Augmenter les volumes de rinçage R1, R2, R3 et FMR ;
- Introduire une étape de rinçage à l'eau claire des mousses.



4 RÉSULTATS DU PROCÉDÉ INTÉGRAL AFE (ATTRITION FLOTTATION ÉLECTRODEPOSITION) SUR TR29

Au sein de cette section, il est proposé de suivre le procédé proposé lors des essais réalisés en 2007 (Mouton *et al.* 2007), en boucles pour traitement de l'ensemble des fractions granulométrique et ce, incluant une étape d'attrition comprenant une séparation par tamisage à 2 mm, une étape de flottation comprenant un rinçage des fractions lavées/flottées et un traitement électrochimique des effluents générés, ainsi qu'une étape de rinçage du sol en fin de procédé. Cette phase d'essais s'applique uniquement au traitement de TR29 et comprend une série de six flottations successives. Le procédé suivi est présenté à la Figure 8 Les eaux de lavage et de rinçage de mousses, ainsi que les eaux de lavage du sol, respectivement FML, FMR et FLf sont échantillonnées de façon distincte, avant d'être mélangées et introduites en traitement électrochimique. Le Tableau 7 présente les quantités introduites à chaque boucle (en g pour les solides et en mL pour les liquides).

4.1 Étape d'attrition

Bien qu'une forte diminution de la concentration en Pb soit observée entre entrée et sortie de l'étape d'attrition, la fraction supérieure à 2 mm (AS) ne répond pas aux exigences réglementaires. En effet, comme présenté au Tableau 8, cette fraction, englobée dans une couche de fines particules, reste très contaminée en HAP.

La phase d'attrition doit donc être optimisée dans de futurs essais. Il est envisagé de multiplier les séquences et le mode d'attrition, de manière à décoller les fines fractions adsorbées aux fractions supérieures à 2 mm.

4.2 Étape de flottation et de rinçage

4.2.1 Fractions solides

Comme présenté au Tableau 8, le rejet (FS) satisfait les exigences réglementaires, en fin de première boucle, pour l'ensemble des HAP suivis, soient des abattements de 90% des HAP totaux et 95% du Pb sur l'étape de flottation. En revanche, il est impossible d'assurer ce même niveau de qualité pour les boucles suivantes. En effet, si la première boucle permet un abattement de 90% des HAP totaux, l'enlèvement calculé pour les boucles suivantes se situe entre 32 et 64% (Tableau 9) et ne permet pas d'atteindre les objectifs réglementaires. L'abattement du Pb diminue de 95 à 85% entre les boucles 1 et 5 pour la seule étape de flottation. La part de Na détectée dans le rejet (FS) reste très faible au fil des boucles : 0,7, 0,7, 0,8, 1,1 et 1,7 g/kg respectivement pour les boucles 1 à 5, laissant supposer un bon rinçage de cette fraction, aux volumes opérés. Ce même élément au sein des mousses (FM) révèle un bien meilleur contrôle des volumes et modes de rinçage des mousses, en comparaison aux essais réalisés précédemment sur TR23, avec des teneurs à hauteur de 5,9, 10,4, 42,3, 14,2 et 17,2 g/kg, respectivement pour les mêmes boucles.

Le procédé, tel qu'opéré, et comme présenté au Tableau 10, ne saurait être validé. Le bilan matière du système rapporte, qu'à ce stade, seul 47% de la masse initiale de sol introduite en tête de procédé, se retrouve décontaminée en fin de traitement. 39% de cette même masse initiale, comprenant les mousses de flottation (FM) et la fraction de sol supérieure à 2 mm (AS), reste trop contaminé en HAP et se verrait destinée à l'enfouissement en centre technique. Pour la boucle 1 seulement, le sol en fin de traitement contient 6% des HAP et 3% du Pb initialement présent, amenant celui à satisfaire les exigences réglementaires. Le recouvrement de matière à 84% reflète de la possible dissolution de matière minérale au cours du traitement, mais est également dû à l'échelle de manipulation du laboratoire (pertes).

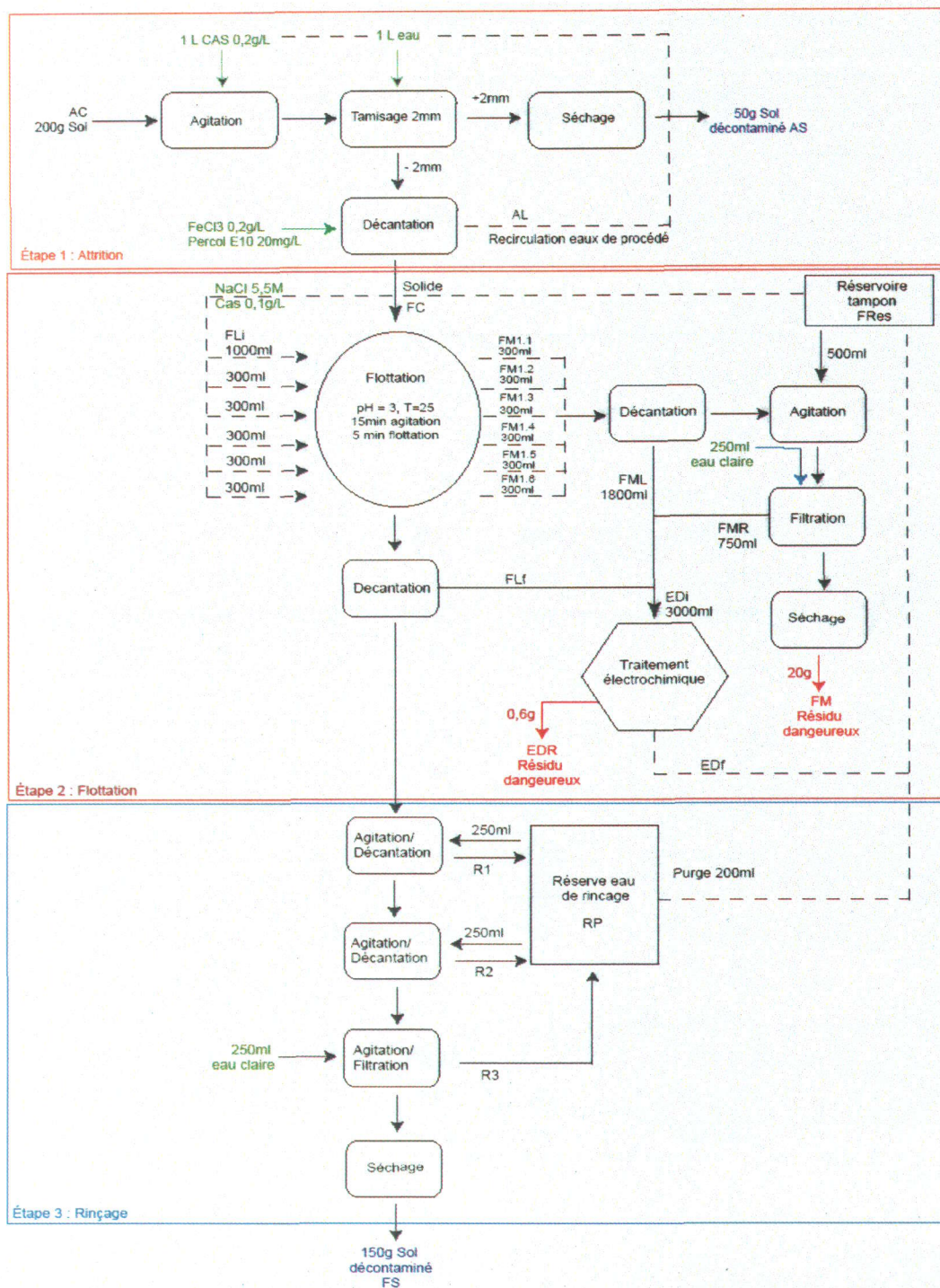


Figure 8 Schéma de procédé (AFE) appliqué à TR29

Tableau 7 Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFE) sur TR29

Bilan	Échantillons	Boucles					Moyenne
		1	2	3	4	5	
Intrants	AC (g)	190	190	190	190	190	200
	NaCl (g)	820	300	200	125	125	314
	Cas (g)	0,52	0,5	0,36	0,28	0,26	0,38
	ALi (mL)	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000
	H ₂ SO ₄ (mL)	2,5	3,5	3	3	2	2,8
	PE-10 (mL)	50	86	60	50	53	60
	FeCl ₃ (mL)	-	-	0,8	0,6	0,6	0,7
Intermédiaires	FC (g)	100	100	100	100	100	100
	Fli1 (mL)	950	950	950	950	950	950
	Fli2 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli3 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli4 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli5 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli6 (mL)	300	300	300	300	300	300
	FLf (mL)	650	810	650	640	530	656
	FML	1 660	1 500	1 500	1 600	1 600	1 570
	FMR (mL)	900	920	1 100	960	1 000	976
Edi (mL)	3 130	3 160	3 060	3 120	3 020	3 100	
Extrants	AS (g)	50,9	50,9	50,9	50,9	50,9	50,9
	FS (g)	59	60,8	61,9	59,6	63	60,9
	FM (g)	18,3	15,4	19	17,5	16,8	17,4
	EDR (g)	1,3	1,5	2,1	2,3	2,5	1,9
	Edf (mL)	3 040	3 120	3 000	3 040	2 980	3 040
	RP (mL)	780	1 100	1 380	1 600	1 870	1 350
	Alf (mL)	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000
Intrant solide	AC _{calculé} (g) *	132	132	132	132	132	132
Extrant solide	FS+FM+EDR (g)	130	129	134	130	133	131
Rapport (%)	-	98%	97%	101%	99%	101%	99%

*AC_{calculé} représente la part de sol introduite en tête de procédé pour répondre aux conditions de flottation appliquées (d=10%). Une quantité AC>AC_{calculé} est en fait introduite afin d'assurer l'échantillonnage de la matrice en entrée de flottation

Tableau 8 Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFE) sur TR29

Étapes de procédé	Types	Boucles	Masse (g)	HAP ^a (mg/kg sec)	Pb ^a (mg/kg sec)	Na (g/kg sec)	pH ^a
Attrition	AC	Moyenne	193	2 860	498	-	8,4
		Écart-type	0	469	40	-	0,0
		CV	0%	16%	8%	-	0%
		Nb	5	5	5	-	5
	AS	1	50,9	3 190	47	-	8,8
		2	50,9	5 480	150	-	8,8
		3	50,9	2 200	170	-	8,6
		4	50,9	2 980	120	-	8,5
		5	50,9	4 110	170	-	8,6
Flottation	FC	Moyenne	97	2 900	452	0,4	8,4
		Écart-type	0	190	42,7	0,1	0,0
		CV	0%	7%	9%	12%	0%
		Nb	5	5	5	5	5
	FS	1	59,0	402	33	0,7	8,9
		2	60,8	1 820	54	0,7	8,6
		3	61,9	2 060	80	0,8	7,2
		4	59,6	2 840	96	1,1	8,5
		5	63,0	1 420	89	1,7	8,0
FM	1	18,3	10 400	530	5,9	8,4	
	2	15,4	7 300	640	10,4	6,5	
	3	19,0	3 820	530	42,3	5,4	
	4	17,5	6 750	590	14,2	6,0	
	5	16,8	6 820	610	17,2	5,4	

a (Bodycote, Québec, QC)

Tableau 9 Abattements (%) des HAP et du Pb pour l'étape de flottation au fil des boucles sur TR29

Boucles	Flottation	
	Σ HAP	Pb
1	90	95
2	56	92
3	49	87
4	32	85
5	64	86

Tableau 10 Bilan matière des différentes fractions de procédé (AFE) pour la boucle 1

	Masse (g)	HAP (mg/kg)	Pb (mg/kg)
Sol en entrée de procédé (AC)	193	2 860	498
Sol > 2 mm (AS)	51	3 590	152
Sol < 2 mm (FS)	86	402	33
Concentré de flottation (FM)	25	10 420	530
% de récupération	84%	86%	25%
% décontaminé	45%	6%	3%
% pour enfouissement*	39%	80%	22%

* Cette valeur comprend les fractions AS et FM qui dans les conditions opérées restent contaminées en HAP

4.2.2 Eaux de procédé

Les teneurs en Na mesurées dans les eaux de lavage en début et fin de flottation (FLi et FLf), ainsi que dans les eaux des mousses (FML), montrent un bon maintien de la concentration en sel au fil des boucles au sein de la cellule de flottation (Tableau 11). Cette même concentration au sein des eaux de rinçage des mousses (FMR) augmente entre les boucles 1 et 2 et se stabilise ensuite en deçà du seuil de saturation, confirmant l'idée du bon contrôle des teneurs en sel.

Cette hypothèse est validée par l'observation des teneurs en Na (et donc en sel) au sein des eaux de rinçage de sol après flottation. Cette étape est effectuée par deux rinçages par 250 mL d'eaux recirculée (RP) et un troisième rinçage de 250 mL à l'eau claire (R3). Le suivi de R3 montre que la part de sel solubilisée lors du dernier rinçage à l'eau claire reste très faible au fil des boucles. Il n'existe donc aucune accumulation de sel dans le rejet de flottation (FS). Il en va de même pour l'évolution de cette même concentration au sein des eaux RP.

Tableau 11 Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFE)

Fractions	Boucles				
	1	2	3	4	5
Fli	130	123	126	120	125
FLf	126	122	112	124	120
FML	124	113	128	112	131
FMR	23	78	88	86	85
FRes	98	99	113	103	113
R3	-	20	9	9	15
RP	-	45	54	57	-

4.3 Discussion

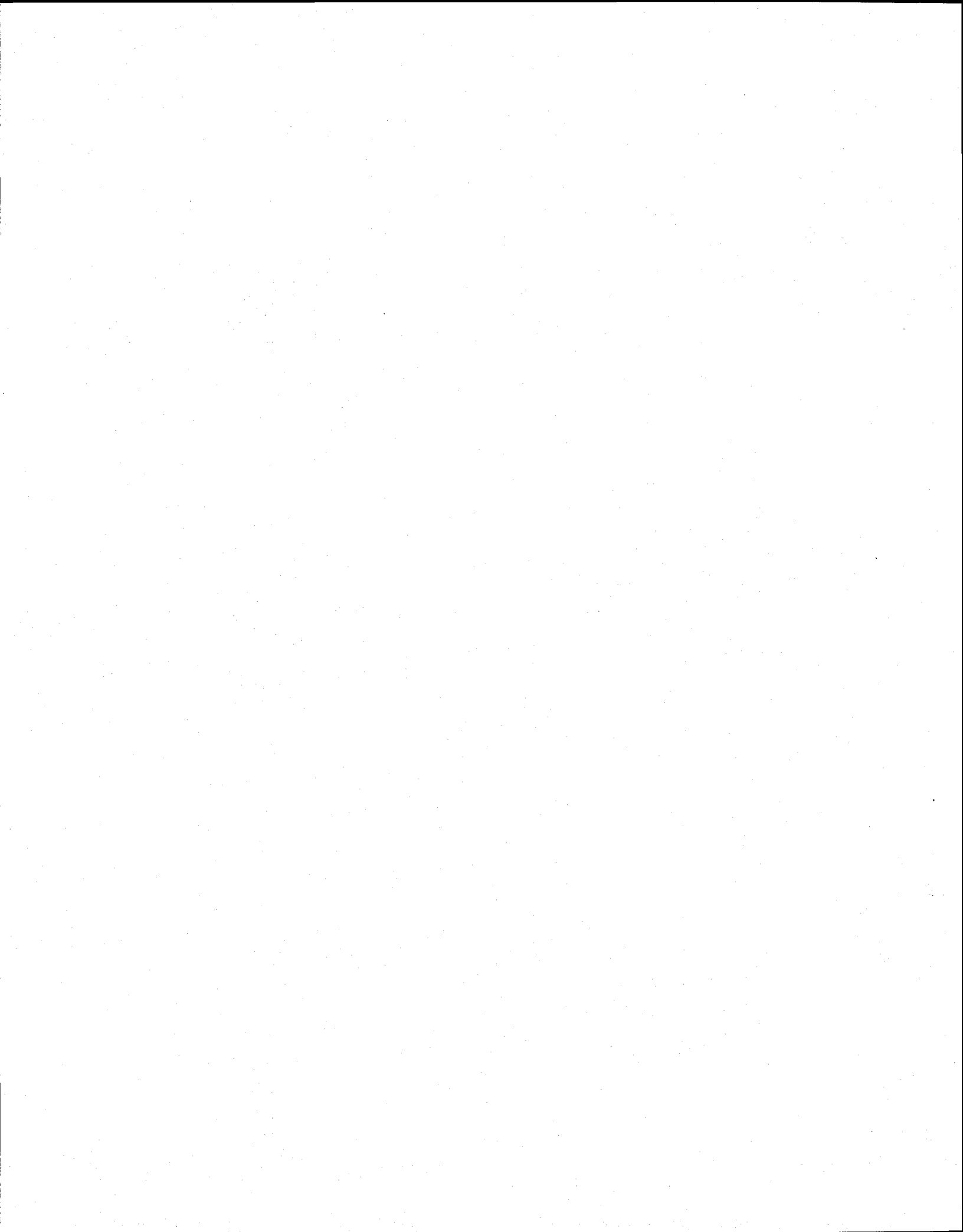
Les résultats présentés pour l'étape d'attrition montrent que celle-ci ne décontamine en rien le sol introduit puisque les teneurs en HAP restent très proches en entrée et en sortie de traitement. À ce stade, cette étape s'apparente plus à une étape de séparation à 2 mm, qu'à une étape de traitement véritable. TR29, très riche en matière organique, se présente sous forme d'agglomérats de fines particules, très contaminées en HAP, sur des fractions plus grossières. Aux volumes et concentrations de CAS opérés, il ne semble pas improbable que la phase aqueuse soit riche en matières en suspension. Ainsi, il est proposé d'optimiser cette étape en multipliant les étapes d'attrition, tout en recirculant les eaux de lavage.

Le bilan des quantités de sel au sein du procédé laisse transparaître une assez bonne gestion des volumes de rinçage opérés sur les fractions de sol en fin de procédé (FS) et les mousses de flottation (FM). Bien que des traces surviennent dans le sol en fin de procédé, ces quantités restent tout de même minimales. Les quantités de sel (de Na) relevées au sein des FM est elle plus conséquente (jusqu'à 17,2 g/kg en boucle 5). Cette étape pourrait être optimisée, du fait des coûts associés. En effet, il est important de limiter la masse de cette fraction, destinée à l'enfouissement en centre technique ou à l'incinération. Les accumulations de sel dans cette fraction ont des répercussions économiques sur le coût du procédé.

Une hypothèse est émise quant à l'explication de l'abaissement d'efficacité du procédé au fil des boucles : la possible présence de molécules de CAS dans la solubilisation de masse particulaire sous forme de matière dissoute, limiterait la part de macromolécules disponibles en solution pour la solubilisation et la flottation des HAP, et de ce fait, diminuerait l'efficacité de l'étape de flottation. Pour cette raison, il est proposé d'appliquer un nombre de flottations successives supérieur de deux flottations, au nombre optimal évalué lors des essais préliminaires. Par exemple, pour TR23 pour lequel $n_{opt} = 3$ (n_{opt} est le nombre de flottations

successives à appliquer pour obtenir un abaissement des contaminants jusqu'à respect des seuils réglementaires), il serait proposé d'appliquer un nombre $n_{\text{eff}}=5$ ($n_{\text{eff}} = n_{\text{opt}} + 2$) de flottations successives sur le même échantillon de sol pour les boucles successives à la première. Pour TR29, $n_{\text{opt}} = 6$, il faudrait aller jusqu'à huit flottations successives pour supposer décontaminer le matériel. Si l'hypothèse est vérifiée, une optimisation du procédé au fil des boucles par augmentation du nombre d'étapes de flottations, ne pourrait être considérée comme valable, du fait des répercussions économiques associées sur le coût du procédé. Toutefois, il reste important, dans le cadre de cette étude, de cerner les causes de la non reproductibilité d'efficacité du procédé au fil des boucles.

Ainsi, il est proposé de poursuivre un essai en boucle supplémentaires sur TR23, en optimisant la phase d'attrition par répétition de cette étape, et la phase de flottation en appliquant des nombres de flottations successives $n=3$ en boucle 1, et $n=5$ pour les boucles suivantes.



5 RÉSULTATS DU PROCÉDÉ INTÉGRAL AFE (ATTRITION FLOTTATION ÉLECTRODÉPOSITION) SUR TR23

Cette phase d'essais s'applique au traitement de TR23. Le procédé suivi est présenté à la Figure 9. Le Tableau 12 présente les quantités introduites à chaque boucle (en g pour les solides et en mL pour les liquides). Si la première boucle applique une succession de trois flottations, les boucles suivantes appliquent cinq flottations successives.

5.1 Fractions solides

Aux vues des résultats (AS) présentés aux Tableau 13 et Figure 9, une nette optimisation de la phase d'attrition apparaît, puisque si cette fraction, supérieure à 2 mm, n'est pas toujours amenée en deçà des LR, les teneurs en HAP restent très proches de ces limites et ce, au fil des boucles. Comparativement, l'efficacité de l'étape de flottation ne se répète pas au fil des boucles 3, 4 et 5, au regard des teneurs en HAP au sein de FS, bien supérieur aux LR sur ces boucles. Pour le Pb, les deux fractions de sol AS et FS sont décontaminées en fin de procédé, respectivement à 520 et 409 mg/kg. Des traces de sel semblent survenir au sein de la fraction inférieure à 2 mm en fin de procédé qui présente des concentrations en Na environ deux fois supérieures à celles d'entrée. Le Tableau 14 présente les abattements des HAP totaux et du Pb, calculés sur la fraction de sol FS pour la seule étape de flottation. Ainsi, si l'enlèvement du Pb reste constant 79% et 84% respectivement aux boucles 1 et 5, l'abattement des teneurs en HAP diminue de 91% à 54% pour ces mêmes boucles. L'efficacité de procédé quant à l'enlèvement des HAP assure un enlèvement de 90% en 2^{ème} boucle.

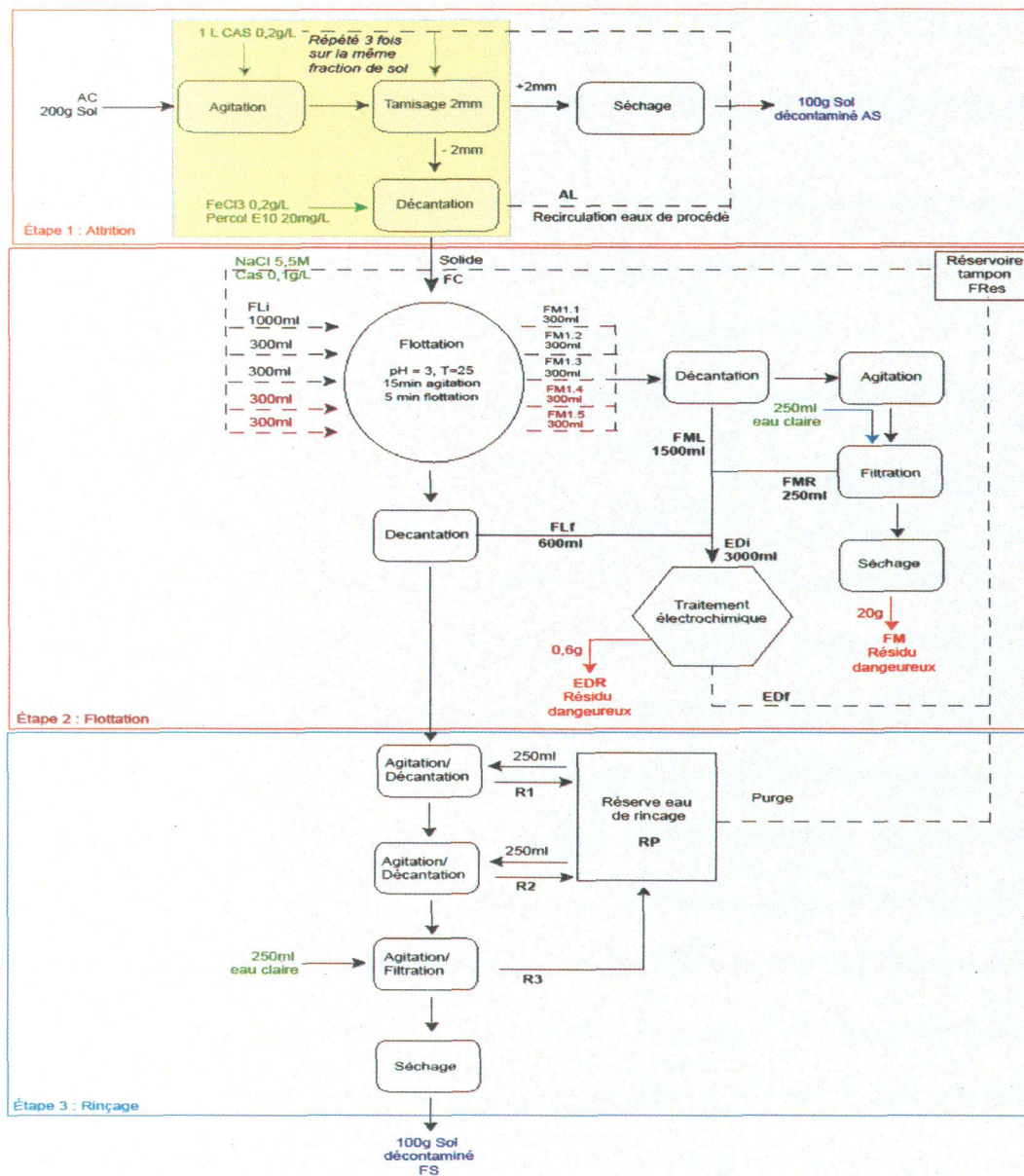


Figure 9 Schéma de procédé (AFE) appliqué à TR23

Tableau 12 Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFE) sur TR23

Bilan	Identifiant	Boucles					Moyenne
		1	2	3	4	5	
Intrants	AC (g)	186	186	186	186	186	186
	NaCl (g)	520	180	120	80	50	190
	Cas (g)	0,30	0,20	0,06	0,10	0,10	0,15
	H ₂ SO ₄ (mL)	10,0	9,5	9,0	9,0	9,0	9,3
	PE-10 (1 g/L) (mL)	28	53	37	35	32	37
Intermediaires	FC (g)	100	100	100	100	100	100
	Fli1 (mL)	950	950	950	950	950	950
	Fli2 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli3 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli4 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli5 (mL)	300	300	300	300	300	300
	FLf (mL)	580	600	540	630	540	578
	FML	780	1 000	1 500	1 200	1 000	1 096
	FMR (mL)	525	830	250	620	900	625
EDi (mL)	1 620 (+180)	1 600 (+790)	1 600 (+650)	1 600 (+850)	1 600 (+840)	-	
Extrants	AS (g)	75,4	75,4	75,4	75,4	75,4	75,4
	FS (g)	60,6	58,3	59,3	57,5	59,6	59,1
	FM (g)	25,3	37,8	44,8	38,4	45,3	38,3
	EDR (g)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
	EDf (mL)	1 620	1 600	1 580	1 600	1 580	1 600
	FRes	1 740	2 300	2 300	2 300	2 300	2 190
	RP (mL)	1 120	9 50	1 020	1 220	1 620	1 186
Intrant solide	ACcalculé	175	175	175	175	175	175
Extrant solide	FS+FM+EDR	162	172	180	172	181	173
Rapport (%)	-	93%	98%	102%	97%	101%	98%

Tableau 13 Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFE) sur TR23

Étapes de procédé	Types	Boucles	Masse (g)	HAP (mg/kg sec)	Pb (mg/kg sec)	Na (g/kg sec)
Attrition	Moyenne		200	906	1 260	598
	Écart-type		0	188	84	26
	CV		0%	21%	7%	4%
	Nb		5	4	3	3
	1		86,6	4	520	-
	2		106	528	-	-
	3		91,5	290	-	-
	4		94,6	324	-	-
	5		99,4	323	-	-
	Moyenne		100	1 709	1 410	0,8
Flottation	FC		0	110	63	0,1
	Écart-type		0%	6%	4%	11%
	CV		5	4	4	4
	Nb		5	4	4	4
	1		60,6	268	486	1,7
	2		58,3	293	381	1,9
	3		59,3	1 470	362	1,2
	4		57,5	1 064	423	1,2
	5		59,6	1 310	391	1,1
	Moyenne		25,3	4 880	928	4,6
FM	2		37,8	3 360	555	6,6
	3		44,8	1 760	437	13,4
	4		38,4	2 220	722	17,9
	5		45,3	1 880	610	17,2
	1		25,3	4 880	928	4,6
	2		37,8	3 360	555	6,6
	3		44,8	1 760	437	13,4
	4		38,4	2 220	722	17,9
	5		45,3	1 880	610	17,2

Si la concentration en Pb au sein des mousses de flottation (FM) reste quasi-constante au fil des boucles, la teneur en HAP diminue considérablement pour ces mêmes boucles, reflétant la non efficacité de l'étape de flottation quant à l'enlèvement de ces derniers. Les concentrations en Na, indiquent, également, une accumulation non négligeable de sel dans cette fraction, la teneur en Na passant de 4,6 à 17,2 g/kg respectivement des boucles 1 à 5, pour une concentration initiale de 0,8 mg/kg en entrée de flottation.

Le Tableau 15 présente les résultats obtenus pour les HAP et le Pb en boucle 1 : le taux de récupération de matière est estimé à 90%, avec 78% de matériel décontaminé, 13% de déchet ultime, destiné à l'enfouissement ou l'incinération, et 0,3% sous forme de dépôt métallique revalorisable par l'industrie. La part de contaminant présent dans le sol décontaminé en fin de procédé (AS+FS) contient respectivement 9% et 31% des HAP et du Pb initialement présent dans le sol en tête de procédé (AC). Le procédé engendre la production d'un déchet ultime, à hauteur de 13% massique, issu des mousses de flottation (FM), dans lequel respectivement 67% et 9% des HAP et du Pb introduit sont concentrés. La revalorisation des concentrés de Pb peut-être considérée économiquement intéressante à partir d'une teneur d'environ 5% mais des discussions devront être entreprises avec une fonderie de Pb.

5.2 Eaux de procédé

Selon les quantités de sel et les volumes d'eau opérés présentés au Tableau 12, les concentrations de sel en entrée de flottation sont maintenues entre 5 et 6 M durant les cinq boucles. La constance de la concentration en sel apparaît très clairement de la mesure de la concentration de Na au sein des eaux de procédé avant les étapes de rinçage (Tableau 16). Les échantillons FLi, FLf, FML, EDi, EDf, et FRes présentent des concentrations voisines au fil des boucles ne laissant pas présager d'accumulation de sel au sein des eaux de procédé.

Tableau 14 Abattements (%) des HAP et du Pb pour l'étape de flottation au fil des boucles sur TR23

Boucles	Flottation	
	Σ HAP	Pb
1	91%	79%
2	90%	84%
3	49%	85%
4	64%	83%
5	54%	84%

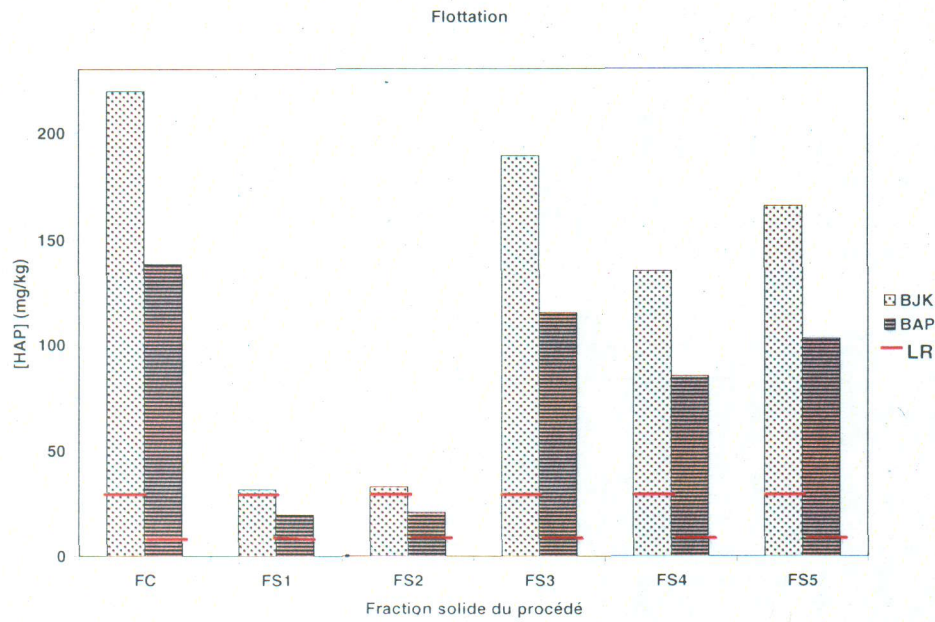
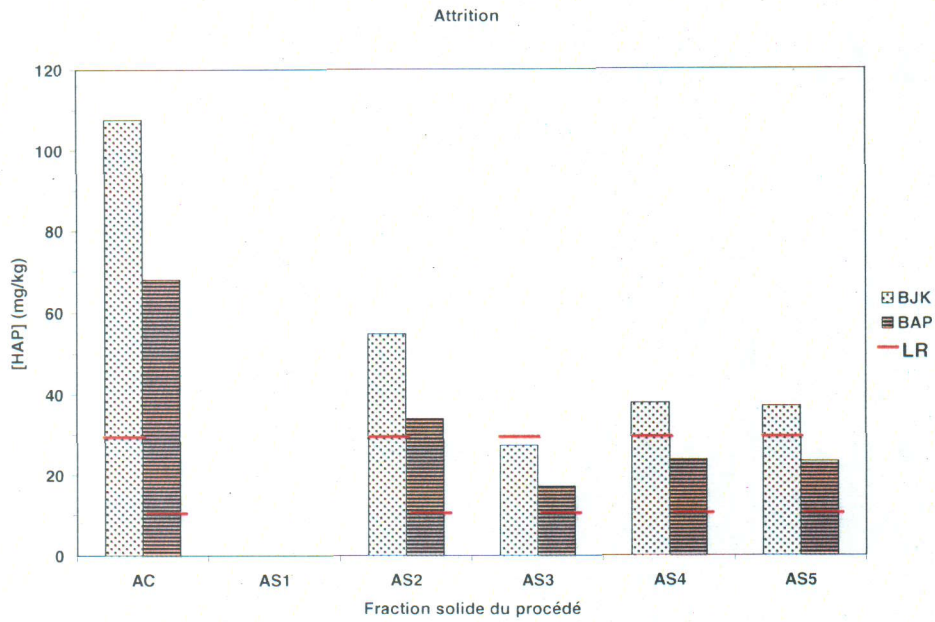


Figure 10 Teneurs en BJK et BAP en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles

Tableau 15 Bilan matière des différentes fractions de procédé (AFE) en boucle 1

	Masse (g)	HAP (mg/kg)	FLR (mg/kg)	BJK (mg/kg)	BAP (mg/kg)	Pb (mg/kg)
Sol en entrée de procédé (AC)	200	906	143	108	68	1 263
Sol > 2 mm (AS)	96	4	1	0	0	520
Sol < 2 mm (FS)	59	268	50	32	20	486
Concentré de flottation (FM)	25	4879	794	683	382	928
Concentré métallique (EDR)	0,6	-	-	-	-	91 000
Taux de récupération	90%	76%	80%	88%	79%	62%
Proportion dans sol décontaminé	78%	9%	11%	9%	9%	31%
Proportion dans mousse pour enfouissement*	13%	67%	69%	79%	70%	9%
Taux revalorisation métallique	0,3%	-	-	-	-	22%

* Cette valeur ne comprend que la fraction FM, qui, dans les conditions opérées, reste contaminée en HAP

La part de sel mesurée dans les eaux du troisième rinçage du sol, réalisé à l'eau claire reste très faible ($[Na] = 10 \text{ g/L}$ en boucle 5), confirmant le bon rinçage de cette fraction. L'élimination des traces de sel résiduelles dans le sol en fin de procédé nécessiterait un temps de rinçage et une agitation plus importants. Cette même concentration de Na n'atteint que 25 g/L au sein du réservoir des eaux de rinçage du sol (RP) en boucle 5. Les eaux de rinçage des mousses, réalisé à l'eau claire, présentent des concentrations plus élevées entre 25 et 82 g/L . Ainsi, aux vues de ces teneurs, il semble que si les volumes opérés semblent suffisants pour limiter les accumulations de sel au sein de cette fraction, une bonne agitation lors de l'étape de rinçage permettrait d'améliorer ces résultats.

Tableau 16 Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFE)

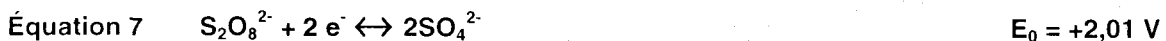
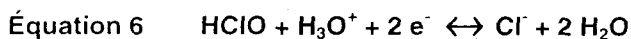
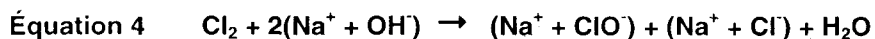
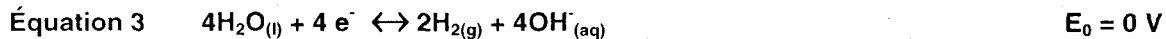
Fractions	Boucles				
	1	2	3	4	5
Fli	132	128	111	115	102
FLf	120	98	115	106	115
FML	-	113	116	120	-
FMR	55	82	25	69	79
Edi	98	97	105	114	96
Edf	98	97	104	110	106
FRes	-	97	101	99	97
R3	2	5	11	10	10
RP	13	16	17	20	25

Des mesures du POR, présentées au Tableau 17, renseignent sur l'état oxydant du milieu. Ainsi, une nette augmentation du POR apparaît durant le traitement électrochimique, passant de 268 à 844 mV en boucle 1, et saturant autour de cette même valeur pour les différentes fractions liquides des boucles suivantes.

Tableau 17 Suivi du potentiel d'oxydation (en mV) au fil des boucles au sein des différentes fractions liquides de procédé (AFE)

	Pox				
	1	2	3	4	5
FLi	500	783	855	865	882
FLf	278	387	710	681	953
FML	280	375	713	686	964
FMR	276	383	665	611	965
EDi	268	442	696	679	960
EDf	844	825	850	883	869
FRes	886	839	888	873	870

Des dégagements de chlore se font sentir aux anodes de la cellule de traitement électrochimique, résultant des émissions générées par oxydation des ions chlorures en chlore gazeux selon l'Équation 2. L'augmentation du potentiel de d'oxydoréduction survient de la réaction des émissions de chlore (Équation 2), avec les ions hydroxydes issus de la réduction de l'eau (Équation 3), qui génère la production d'ions hypochlorite (ClO^-) selon l'Équation 4. À pH7, ces ions hypochlorites sont majoritairement présents sous forme d'acide hypochloreux (HClO). À pH plus acide, l'acide hypochloreux se dissocie en chlore gazeux selon l'Équation 5. Des réactions de réduction de cet acide peuvent également survenir selon l'Équation 6. Les sulfates présents peuvent également se voir oxydés en acide peroxodisulfurique selon l'Équation 7. HClO et $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ sont de puissants oxydants capables de dégrader la structure chimique de composés organiques (Canizares *et al.* 2005, 2002).



Ce pouvoir oxydant, associé à l'apparition d'acide hypochloreux, pourrait être à l'origine de la non efficacité du procédé lors de la recirculation des eaux. En effet, bien que les mousses ne changent pas d'aspect durant la flottation après recirculation des eaux, il ne semble pas démesuré de penser que l'acide hypochloreux puisse être à l'origine d'une oxydation du surfactant CAS ou d'une simple inhibition de sa capacité à solubiliser le matériel organique. Il est à noter, comme présenté au Tableau 17 et selon les résultats du Tableau 13, que les bons résultats d'enlèvement des HAP se sont poursuivis en boucle 2 alors que le POR au sein de ces eaux de lavage FLf et FML en même boucles s'est abaissé à des valeurs voisines de celles

en boucle 1. Cette diminution de POR résulte de l'introduction d'eau, issue de RP (donc non soumise au traitement électrochimique), conditionnée à 5,5 M en NaCl et 0,2% p/p en CAS, du fait de l'application de quatrième et cinquième séquence de flottation à partir de la boucle 2. Ces deux dernières séquences étant réalisées en milieu non-oxydé, l'efficacité a pu être maintenue sur cette boucle.

5.3 Discussion

Cet essai de suivi du procédé intégral en cinq cycles pour le traitement de TR23, bien que ne pouvant être validé à ce stade, présente des résultats intéressants. L'étape d'attrition a été optimisée jusqu'à mener la totalité de la fraction supérieure à 2 mm au niveau des limites réglementaires en vigueur. En boucle 1, le taux de récupération de matière est estimé à 90%, avec 77,5% de matériel décontaminé, 12,5% de déchet ultime destiné à l'enfouissement ou l'incinération, et 0,3% sous forme de dépôt métallique potentiellement revalorisable par l'industrie.

Aux volumes de rinçage opérés, des traces de sel semblent subsister au sein de la fraction inférieure à 2 mm en fin de procédé qui présente des concentrations en Na environ deux fois supérieures à celles d'entrée. Ces teneurs restent, cependant, assez faibles comparativement aux teneurs en Na des autres sols étudiés. Une augmentation des temps de contact lors des rinçages devrait répondre à cette faiblesse.

La non reproductibilité des bons résultats d'enlèvement des HAP au fil des boucles, durant l'étape de flottation, semble survenir de l'état des eaux de procédé en sortie de traitement électrochimique. En effet, la mesure du POR des eaux de procédé a révélé une forte hausse du pouvoir oxydant de la solution de lavage en sortie d'électrodéposition, et donc en tête de procédé en boucles 2, 3, 4 et 5. Considérant les éléments présents dans le milieu, et les observations faites en laboratoire, en termes d'odeurs et de réactivité du milieu lors des

manipulations, une oxydation des ions chlorures en acide hypochloreux intervient, responsable de l'augmentation du POR.

Aux concentrations salines opérées, soit 5,5 M, il est probable que l'activité du milieu inhibe la capacité du surfactant à solubiliser le matériel organique. Si aucune réduction du pouvoir moussant n'est notée lors des flottations réalisées à fort POR, la diminution de la capacité de solubilisation des HAP est évidente. Au regard de la Figure 11, présentant la formule développée du CAS, il est fort probable que le groupement polaire SO_3^- de la tête du surfactant soit oxydé en SO_2 gazeux, ou solubilisée dans le milieu sous forme de SO_3^{2-} ou SO_4^{2-} . La dégradation peut également survenir plus haut sur la molécule au niveau du groupement amine. Que cette dégradation du CAS survienne ou non, il est évident que l'activité du milieu génère un comportement différent dans sa balance hydrophile-lipophile, à l'origine de ses propriétés de mobilisation des HAP.

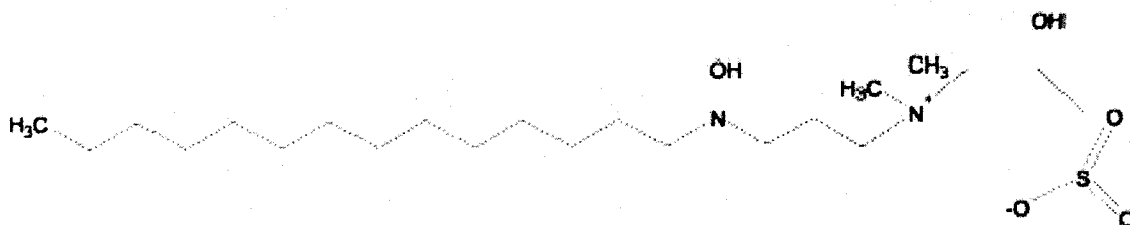
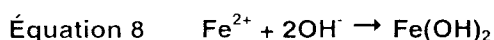


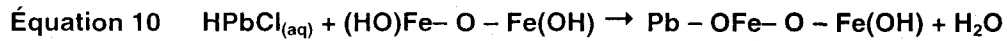
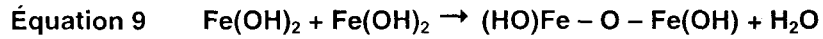
Figure 11 Formule chimique développée du CAS

L'apparition d'acide hypochloreux est sans contexte à l'origine de l'inactivité du CAS sur les boucles recirculant les eaux d'électrochimie. Un matériel de moins en moins contaminé en HAP est flotté au fil des boucles, faisant apparaître que le surfactant n'est probablement pas dégradé en sa partie hydrophobe. Sans caractérisation du surfactant en milieu hypochloreux-oxydant, il est impossible de savoir avec certitude si le surfactant est dégradé ou inhibé dans son action.

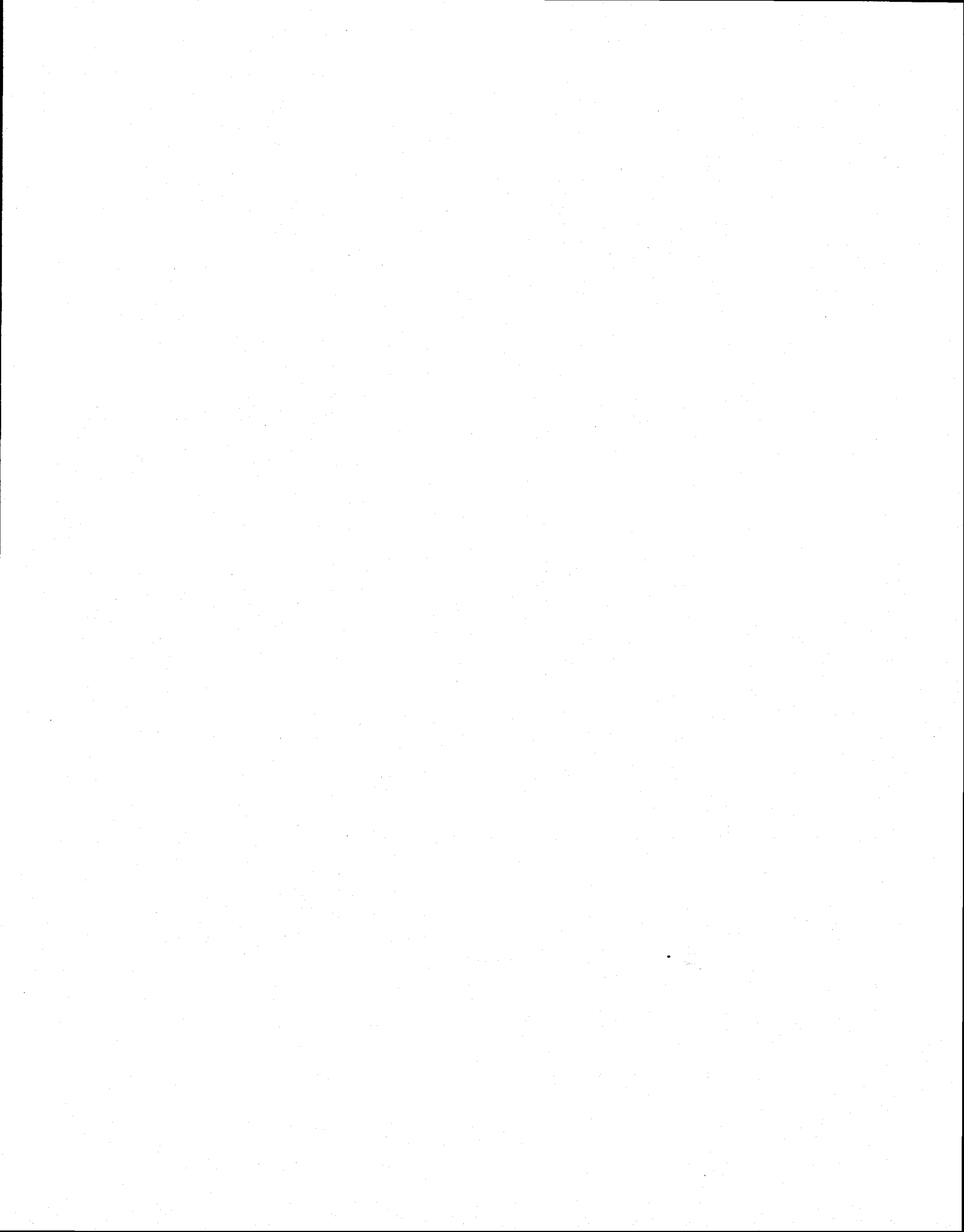
La seule alternative permettant de conserver le procédé tel que présenté, résiderait dans le fait de diminuer les temps d'électrodéposition. En effet, l'acide hypochloreux se forme du fait de la production d'ions hydroxydes OH^- aux cathodes lors de la réduction de l'eau. Il a été vu, dans la deuxième partie des résultats, dédiée à l'étude du procédé, que la cinétique d'électrodéposition du Pb est rapide, et selon l'intensité et le temps de traitement appliqué, il est possible de récupérer des effluents partiellement décontaminés à bas pH, supposément à faible concentration en HClO . Il semble également possible de régénérer l'état du milieu en réduisant l'acide hypochloreux par utilisation de sels réducteurs de type sulfite/bisulfite. Toutefois si le surfactant a été dégradé par HClO , il est fort peu probable que la réduction du milieu, permettent une régénération de celui-ci, ce qui ne solutionnerait en rien le problème lié à l'efficacité du procédé vis à vis de la recirculation des eaux.

Un autre aspect freine l'utilisation de l'électrodéposition pour le traitement des effluents générés. Une coagulation d'hydroxydes métalliques apparaît et augmente de fait les masses destinées à l'enfouissement. Les étapes de décantation utilisent occasionnellement du chlorure ferrique pour faciliter et/ou accélérer la séparation. Les cations métalliques, Fe^{2+} essentiellement, se complexent, selon l'Équation 8, avec les ions hydroxydes en solution résultant des réactions de réduction de l'eau. Ces complexes s'agglomèrent (Équation 9) et précipitent par effet de densité, co-précipitant aussi les polluants métalliques en solutions (Équation 10) (Drogui *et al.* 2007). Le dernier essai en boucle suivi sur TR23 génère une production de boue métallique à hauteur de 11 g/kg de sol traité (AC) qui augmenterait le taux destiné à l'enfouissement présenté au Tableau 15 de 12,5% à 13,6%.





Un dernier aspect mène à émettre des réserves quant à l'utilisation de l'électrochimie pour la régénération des effluents aux conditions salines opérées. Les dégagements gazeux associés (Cl_2 et SO_2) sont nocifs et dangereux, et exigent la mise en place d'équipements de traitement de ces gaz. Une telle entreprise est une source de risque, avant d'être une source d'augmentation des coûts de procédé. Il est possible qu'un temps d'électrodéposition beaucoup plus court permette d'éviter ces désagréments. Des essais seraient à poursuivre en ce sens. Il serait également encouragé d'étudier la précipitation chimique.



6 RÉSULTATS DU PROCÉDÉ INTÉGRAL AFP (ATTRITION FLOTTATION PRÉCIPITATION) SUR TR23

6.1 Premier essai – Précipitation à pH 7

Au sein de cette section, il est proposé de suivre le procédé sur TR23 en appliquant un traitement des effluents par précipitation chimique, plutôt qu'un traitement électrochimique. Le procédé suivi est présenté à la Figure 12. Le Tableau 18 présente les quantités introduites à chaque boucle (en g pour les solides et en mL pour les liquides). Trois flottations successives sont appliquées pour les cinq boucles entreprises. Les eaux issues des mousses (FML) et les eaux de rinçage des mousses (FMR) sont combinées pour ne former qu'un seul effluent dénommé FMLR. Le pH de précipitation du Pb est fixé à 7.

6.1.1 Étape d'attrition

Aux vues des résultats (AS) présenté aux Tableau 19 et Figure 13, une totale optimisation de la phase d'attrition apparaît, puisque les teneurs en HAP de cette fraction supérieure à 2 mm, sont abaissées en deçà des LR en vigueur au Québec, et ce au fil des boucles. Ainsi, les taux d'enlèvement des HAP (calculé sur l'abaissement de concentration entre fraction de sol en entrée d'attrition (AC) et fraction de sol supérieure à 2 mm en sortie d'attrition (AS)), présentés au Tableau 20, atteignent respectivement 93%, 80%, 63%, 85% et 99% pour les boucles 1, 2, 3, 4 et 5. Un enlèvement de 59% du Pb est calculé, pour une concentration initiale (AC) de 1 263 mg/kg et une concentration finale de 598 mg/kg au sein de la fraction supérieure à 2 mm (AS), menant ainsi cette fraction grossière à satisfaire les exigences réglementaires. L'étape d'attrition telle qu'opérée assure la décontamination de la fraction grossière supérieure à 2 mm, soit 33% de la masse initiale de sol introduite en tête d'attrition (Tableau 21).

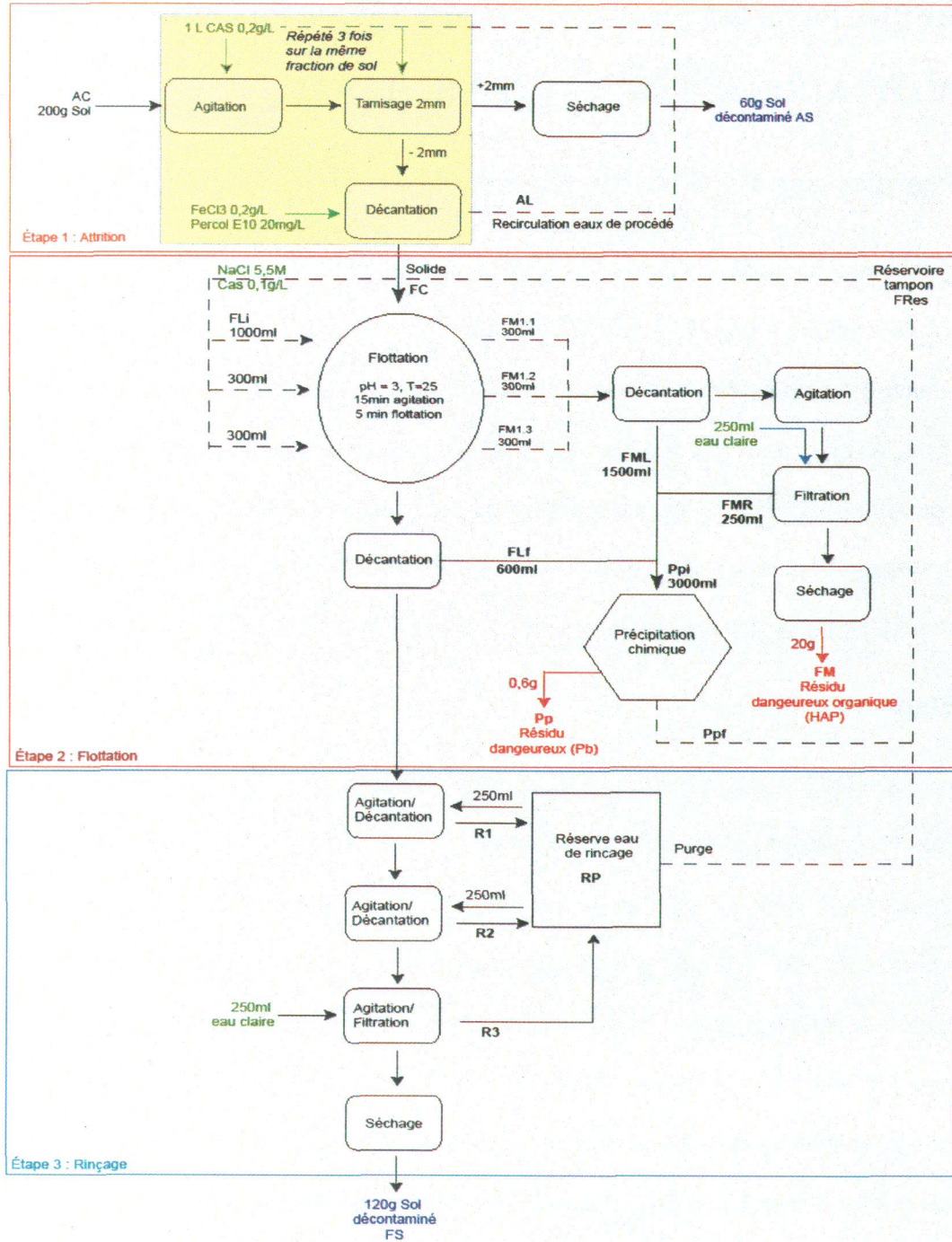


Figure 12 Schéma de procédé (AFP) appliqué à TR23

Tableau 18 Bilan massique du procédé au fil des traitements (AFP) sur TR23

Bilan	Identifiant	Boucles					Moyenne
		1	2	3	4	5	
Intrants	AC (g)	186	186	186	186	186	186
	NaCl (g)	520	100	60	50	40	190
	Cas (g)	0,7	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
	H ₂ SO ₄ (mL)	7,5	10	10	7,5	10	9
	NaOH (mL)	17,3	18,2	17	18,5	16,3	17,5
	PE-10 (1g/L) (mL)	30	14	8	8	7	13,4
Intermediaires	FC (g)	100	100	100	100	100	100
	Fli1 (mL)	950	950	950	950	950	950
	Fli2 (mL)	300	300	300	300	300	300
	Fli3 (mL)	300	300	300	300	300	300
	FLf (mL)	600	460	420	480	600	512
	FMLR	1 140	1 160	1 220	1 200	1 220	1 188
	Ppi (mL)	1 660	1 640	1 640	1 690	1 800	1 686
Extrants	AS (g)	61	61	61	61	61	61
	FS (g)	62,3	73,3	77,2	73,0	75,9	72,3
	FM (g)	28,5	28,7	27,7	29,4	30,5	29,3
	Pp (g)			0,31			0,31
	Ppf (mL)	1 640	1 640	1 660	1 680	1 800	1 680
	FRes	1 640	1 640	1 660	1 680	1 800	1 680
	R (mL)	1 060	1 640	2 220	2 600	3 100	2 120
Intrant solide	Accalulé (g)	175	176	177	178	179	177
Extrant solide	FS+FM+EDR (g)	152	163	166	163	167	162
Rapport (%)	-	87%	93%	94%	92%	94%	92%

Tableau 19 Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFP) sur TR23

Étapes de procédé	Types	Boucles	Masse (g)	HAP (mg/kg sec)	Pb (mg/kg sec)	Na (g/kg sec)
Attrition	AC	Moyenne	186	937	1 260	0,6
		Écart-type	2	331	84	26
		CV	1%	35%	7%	4%
		Nb	5	5	3	3
	AS	1	61	62	520	-
		2	61	183	-	-
		3	61	347	-	-
		4	61	142	-	-
		5	61	9	-	-
Flottation	FC	Moyenne	100	935	1 410	0,7
		Écart-type	0	105	63	0,1
		CV	0%	11%	4%	11%
		Nb	5	3	4	4
	FS	1	62,3	221	493	1,0
		2	73,3	453	610	1,7
		3	77,2	238	456	1,1
		4	73,0	408	637	1,7
		5	75,9	844	787	1,4
	FM	1	28,5	3 570	825	32,1
		2	28,7	2 970	903	10,2
		3	27,7	-	735	28,6
		4	29,4	2 440	1 170	19,7
		5	30,5	2 330	1 220	12,4

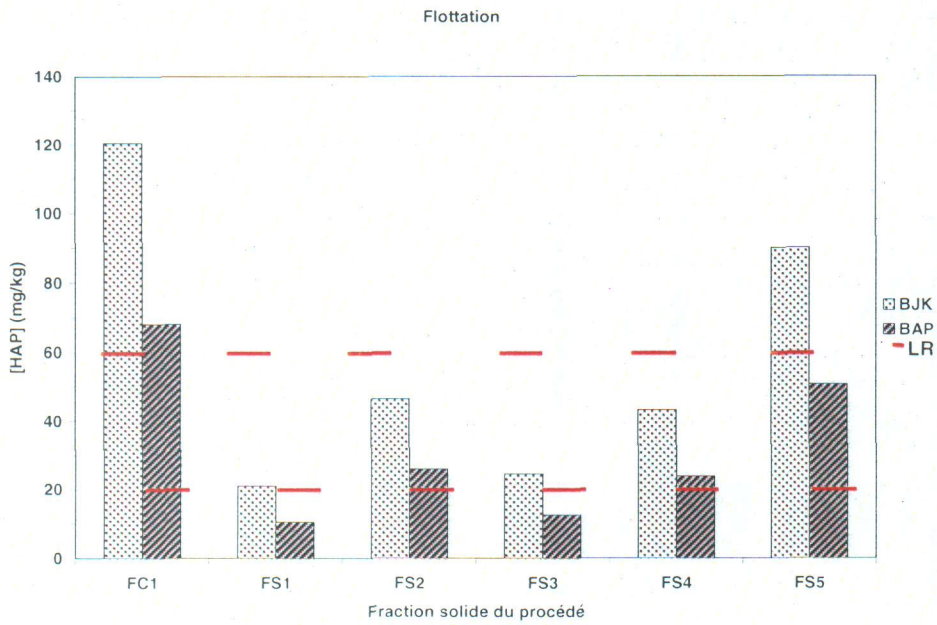
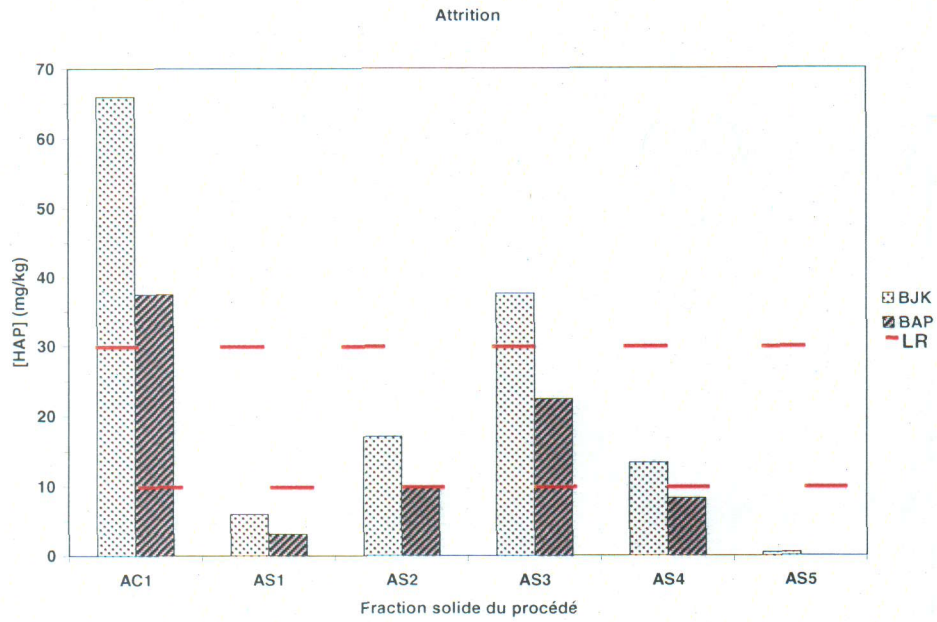


Figure 13 Teneurs en BJK et BAP en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé (AFP) pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles

Tableau 20 Abattements (%) des HAP et du Pb pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles (AFP) sur TR23

Boucles	Attrition		Flottation	
	Σ HAP	Pb	Σ HAP	Pb
1	93%	59%	85%	80%
2	80%	-	65%	70%
3	63%	-	80%	77%
4	85%	-	68%	69%
5	99%	-	31%	60%

Tableau 21 Bilan matière des fractions solides de procédé (AFP) en boucle 1

	Masse (g)	HAP (mg/kg)	FLR (mg/kg)	BJK (mg/kg)	BAP (mg/kg)	Pb (mg/kg)
Sol en entrée de procédé (AC)	186	937	173	130	48	1 263
Sol > 2 mm (AS)	61	62	14	6	3	520
Sol < 2 mm (FS)	78	221	50	21	10	493
Concentré de flottation (FM)	36	3 568	685	467	245	825
Concentré métallique (EDR)	0,1	-	-	-	-	59 361
Taux de récupération	94%	86%	91%	78%	110%	44%
Proportion dans sol décontaminé	75%	12%	15%	8%	11%	30%
Proportion dans mousse pour enfouissement*	19%	74%	77%	70%	99%	13%
Taux revalorisation métallique	0,03%	-	-	-	-	22%

* Cette valeur ne comprend que la fraction FM, qui, dans les conditions opérées, reste contaminée en HAP

6.1.2 Étape de flottation et rinçage

6.1.2.1 Fraction solides

Les résultats présentés au Tableau 19 et à la Figure 13 indiquent un bon maintien de l'efficacité de procédé de flottation sur les boucles 1, 2, 3 et 4, avec des abattements respectifs sur cette seule étape de 85%, 65%, 80%, 68% pour les HAP totaux, et 80%, 70%, 77%, 69% pour le Pb. Ainsi, pour ces quatre boucles consécutives, les fractions inférieures à 2 mm (FS) satisfont les exigences réglementaires. Des traces de Na subsistent dans cette fraction avec des teneurs maximales mesurées de 1,7 g/kg, pour des teneurs en entrée de flottation à 0,7 g/kg.

L'étude de la qualité des mousses d'après le Tableau 19 montre que l'entraînement particulière n'augmente pas au fil des boucles, confirmant d'après les teneurs en sel relevées, la non ou faible accumulation de sel au sein de cette fraction (FM). Si les teneurs en HAP au sein de FM diminuent légèrement au fil des boucles, les teneurs en Pb au sein de cette même fraction augmentent de façon plus importante.

Le Tableau 21 présente les résultats obtenus pour les HAP et le Pb en boucle 1 : le taux de récupération de matière est estimé à 94%, avec 75% de matériel décontaminé, 19% de déchet ultime, destiné à l'enfouissement ou l'incinération, et 0,03% sous forme de dépôt métallique. La part de contaminant présent dans le sol décontaminé en fin de procédé (AS+FS) contient respectivement 12% et 30% des HAP et du Pb initialement présent dans le sol en tête de procédé (AC). Le procédé engendre la production d'un déchet ultime, à hauteur de 19% massique, issu des mousses de flottation (FM), dans lequel respectivement 74% et 13% des HAP et du Pb introduit sont concentrés.

6.1.2.2 Eaux de procédé

Selon les quantités de sel et les volumes d'eau opérés présentés au Tableau 18, les concentrations de sel en entrée de flottation sont maintenues entre 5 et 6 M durant les cinq boucles. La constance de la concentration en sel apparaît très clairement de la mesure de la concentration de Na au sein des eaux de procédé avant les étapes de rinçage (Tableau 22). Les échantillons FLi, FLf, FMLR, Ppi et Ppf présentent des concentrations voisines au fil des boucles ne laissant pas présager d'accumulation de sel au sein des eaux de procédé. La part de sel mesurée dans les eaux du troisième rinçage du sol, réalisé à l'eau claire reste très faible ($[Na] = 23$ g/L en boucle 5), confirmant le bon rinçage de cette fraction. Cette même concentration de Na n'atteint que 29 g/L au sein du réservoir des eaux de rinçage du sol (RP) en boucle 5.

Tableau 22 Concentration (g/L) en Na des fractions liquides du procédé (AFP)

Fractions	Boucles				
	1	2	3	4	5
Fli	109	98	91	90	79
FLf	106	107	98	87	67
FMRL	84	82	75	66	65
Ppi	93	-	87	74	64
Ppf	92	88	81	69	62
R3	5	-	12	14	23
RP	22	-	31	31	29

Les mesures du Pb au sein des eaux en entrée et sortie de précipitation chimique révèlent un très faible taux de précipitation du Pb au cours de cette étape. Le Tableau 23 présente les concentrations en Pb de ces effluents et les taux d'enlèvement calculés, qui ne dépassent pas 19% (meilleur résultat observé en boucle 3). Cette non efficacité de la précipitation chimique opérée se traduit par une accumulation de Pb au sein des eaux de procédé.

Tableau 23 Concentrations en Pb des effluents et enlèvement du Pb (%) après précipitation chimique

Boucles	Volume NaOH (mL)	Ppi (mg/L)	Ppi (mol/L)*	Ppf (mg/L)	Ppf (mol/L)*	Volume (mL)	Abatements
1	16,9	51,2	1,8E-04	48,9	1,8E-04	1 640	4%
2	15,8	-	-	86,9	3,1E-04	1 640	-
3	17,0	129,6	4,7E-04	104	3,8E-04	1 660	19%
4	18,5	129,9	4,7E-04	123	4,4E-04	1 680	5%
5	16,3	146,7	5,3E-04	139	5,0E-04	1 800	6%

* Les concentrations molaires calculées considèrent le Pb majoritairement présent sous forme $PbCl_2$ hydrosoluble (P.M. = 278 g/mol)

Les mesures du POR, présentées au Tableau 24, montrent que l'état oxydant du milieu est conservé au fil des boucles, puisque pour l'ensemble des effluents, cette valeur ne fluctue que faiblement autour de 250 mV.

Tableau 24 Suivi du potentiel d'oxydation (en mV) au fil des boucles au sein des différentes fractions liquides de procédé (AFP)

	Boucles				
	1	2	3	4	5
Fli	282	179	237	163	169
FLf	280	288	329	283	248
FMLR	249	258	295	278	258
Ppi	242	272	294	285	261
Ppf	216	260	260	185	192
RP	250	173	235	202	201

6.1.3 Discussion

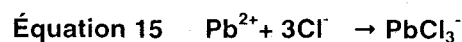
Le procédé intégral suivi sur cet essai assure l'obtention de matériel décontaminé aux seuils réglementaires et une bonne reproductibilité d'efficacité de procédé pour les boucles 1 à 4. Seule la boucle 5 présente une fraction de sol inférieure à 2 mm encore contaminée au delà des seuils réglementaires. Le Tableau 25 fait état des taux de récupération moyens, des taux de décontamination moyens et des taux d'enfouissement moyens obtenus pour les boucles 1 à 4. Ainsi sur l'ensemble des quatre boucles, $99 \pm 4\%$ de la masse de sol est recouverte au sein des diverses fractions du procédé ; $85 \pm 7\%$ des HAP sont recouverts sur ces mêmes boucles alors que seulement 52 ± 7 du Pb ne l'est. Cette quantité de Pb non recouverte est en fait solubilisée dans les eaux de procédé et n'a pu être précipitée au cours de l'étape de précipitation. Si les étapes de flottation et de rinçage semblent parfaitement optimisées aux vues des résultats obtenus sur le traitement de TR23, le traitement des effluents par précipitation chimique reste une étape à améliorer.

Tableau 25 Bilan de procédé (AFP) – Moyenne des boucles 1 à 4

	Masse (g)	HAP (mg/kg)	FLR (mg/kg)	BJK (mg/kg)	BAP (mg/kg)	Pb (mg/kg)
Taux de récupération	99±4%	85±7%	93±6%	74±8%	109±8%	52±7%
Proportion dans sol décontaminé	81±4%	23±8%	28±9%	17±6%	26±10%	34±4%
Proportion pour enfouissement*	20±0%	62±11%	66±10%	57±12%	84±14%	15±3%
Taux revalorisation métallique	0%	-	-	-	-	22%

L'étude des produits de solubilité (Kps) renseigne sur l'état du milieu réactionnel. Le milieu engendré durant l'étape de flottation assure la présence d'ions Cl^- et SO_4^{2-} susceptibles d'être respectivement invoqués dans la complexation d'ions Pb^{2+} sous forme de chlorocomplexes (PbCl^+ , PbCl_2^0 , PbCl_3^-) et sulfatocomplexes PbSO_4^0 . Les Kps présentés au Tableau 26, font apparaître le caractère insoluble des hydroxydes de Pb II, comparativement aux sulfate et chlorure de Pb. De plus les chloro-complexes et les sulfato-complexes solubles ont fortement tendance à se former dans un milieu acide et salin. Voici leurs constantes de formation (Mercier *et al.* 1996 ; Smith et Martell 1976):





$K_{co}=10^{1,7}$

Tableau 26 Produits de solubilité de complexes de Pb (II)

PbL _x	Kps
PbCl ₂	$1,6 \cdot 10^{-5}$
PbSO ₄	$1,8 \cdot 10^{-8}$
PbCO ₃	$7,9 \cdot 10^{-14}$
Pb(OH) ₂	$1,2 \cdot 10^{-15}$
PbPO ₄	$2,0 \cdot 10^{-20}$
PbS	$3,2 \cdot 10^{-28}$

Référence – (Blais *et al.* 1999)

En entrée de précipitation en première boucle, le milieu est constitué de PbCl₂. La forte concentration de chlorure favorise fortement la formation de chlorocomplexes même à pH 7, il est normal que les OH⁻ ajoutées ne précipitent que la faible part de Pb²⁺ en équilibre avec les chlorocomplexes. Au fil des boucles, les quantités de sulfates en solution augmentent et la précipitation de Pb²⁺ sous PbSO₄ est très envisageable. Cette hypothèse est soulevée de part les teneurs en Pb relevées au sein des mousses au fil des boucles. En effet, ces teneurs passent de 825 à 1 216 mg/kg au sein de cette fraction FM entre les boucles 1 et 5. Cette augmentation pourrait résulter : 1) d'une possible flottation de PbSO₄, formé au fil des boucles du fait de l'excès de SO₄²⁻ en présence ; 2) de l'accumulation du Pb dans les eaux issues des mousses (FMLR). Il est suggéré de poursuivre des essais en élevant le pH de précipitation de 7 à 8. Il est fort probable de part les conditions salines du milieu et les divers ions en présence, que le pH de précipitation de Pb(OH)₂ ait augmenté. Na₂S peu également être suggéré pour la précipitation du Pb sous forme de PbS. Des essais seraient à poursuivre en ce sens.

6.2 Deuxième essai – Précipitation à pH 8,5

Au sein de cette section, il est proposé de suivre, comme précédemment, le procédé avec un pH de précipitation rehaussé à 8,5. Le procédé suivi est le même que celui présenté à la Figure 12. Les quantités de matière et produits introduites à chaque boucle sont identiques à celles présentés au Tableau 18 (en g pour les solides et en mL pour les liquides). Seules les quantités de NaOH (0,1 M) ajoutées lors de la précipitation à pH 8,5 diffèrent, soient respectivement 8,8 - 36,1 - 49,0 - 25,0 - 38,3 mL pour les boucles 1-2-3-4-5. Trois flottations successives sont appliquées pour les cinq boucles entreprises. Les eaux issues des mousses (FML) et les eaux de rinçage des mousses (FMR) sont combinées pour ne former qu'un seul effluent dénommé FMLR.

6.2.1 Fractions solides

Le Tableau 27 et la Figure 14 illustrent le respect des seuils réglementaires en vigueur au Québec pour les fractions de sol supérieures et inférieures à 2 mm (respectivement AS et FS) en sortie de procédé, et ce pour les cinq boucles entreprises. Seule la fraction AS3 présente une concentration en Pb supérieure à la limite réglementaire ($1\ 300 > 1\ 000$ mg/kg). Cette forte valeur mesurée, comparativement aux valeurs obtenues pour les autres boucles semblerait résulter d'un agrégat métallique fortement chargé en Pb dissimulé dans cette fraction. Une autre possibilité qui ne peut être écartée, serait qu'il y ait un mélange dans les échantillons car cette valeur correspond étrangement à la valeur du sol non traité. Admettant que ce dépassement soit la conséquence d'une pépité métallique et afin de répondre à ce problème indépendant du mode de traitement appliqué, il est suggéré de placer une unité physique de séparation (de type séparateur magnétique) en amont du traitement chimique, afin d'extraire tout résidu métallique présent dans la matrice.

Un résidu métallique est produit au cours du traitement électrochimique à hauteur de 4,27 g pour les cinq boucles cumulées (soit 0,85 g par boucle pour 186 g de sol - toutes fractions granulométriques confondues), soit une production de l'ordre de 4,6 kg de résidu métallique produit par tonne sèche de sol traité. Cette fraction reste chargée en Na à hauteur de 130 g/kg (supposément du NaCl), c'est pourquoi une étape de rinçage de cette fraction pourrait s'implanter, et ainsi induire une diminution du taux de production de résidu métallique en sortie de traitement des effluents par précipitation chimique (0,46%). La teneur en Pb de ce résidu de précipitation chimique avoisine 52 000 mg/kg (soit 5,2% massique). À cette teneur, une revalorisation économique du précipité peut être envisagée.

Tableau 27 Caractéristiques des fractions solides après traitement (AFP) sur TR23

Fractions de procédé	Échantillons	Boucles	Masse (g)	Σ HAP (mg/kg sec)*	Pb (mg/kg sec)*	Na (g/kg sec)*
Alimentation	AC	Moyenne	186	1257	1280	0,6
		Écart-type	2	158	72	26
		CV	1%	13%	6%	4%
		Nb	5	4	4	3
				97,1	-	18
Rejet Attrition	AS	1	98,7	187	30	-
		2	83,1	303	1300	-
		3	97,1	26,1	210	-
		4	78,8	-	200	-
		5	62,3	181	480	8
Rejet Flottation	FS	1	75,6	403	430	1,8
		2	73,6	302	450	1
		3	77,1	451	420	1,5
		4	75,6	209	440	1,1
		5	4,27	-	52 000	130
Rejet Précipitation	Pp					

* (Bodycote, Québec, QC)

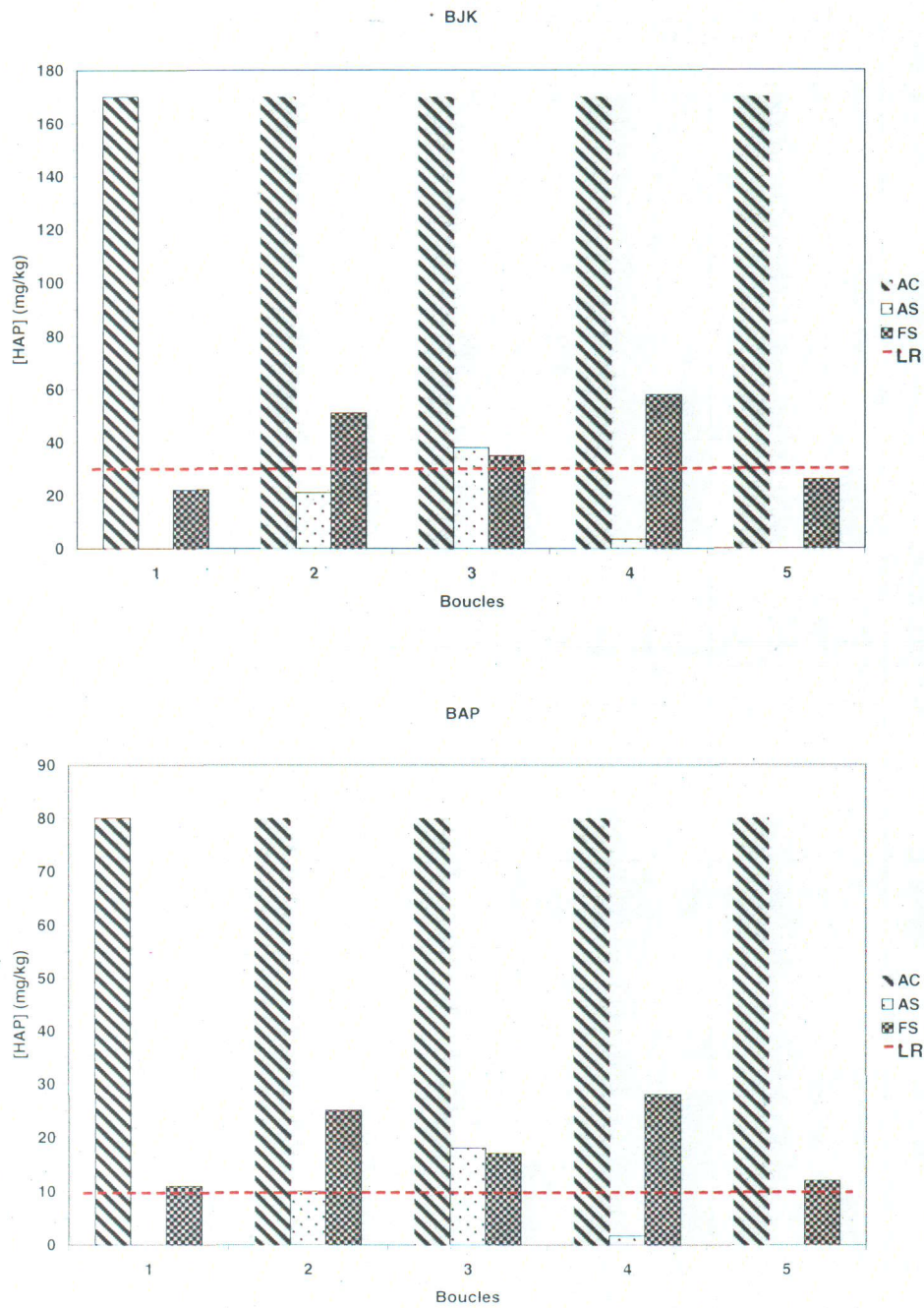


Figure 14 Teneurs en BAP et BJK en mg/kg des fractions de sol en entrée et sortie de procédé (AFP) pour les étapes d'attrition et de flottation au fil des boucles

6.2.2 Eaux de procédé

Les volumes de rinçage de sol et de mousses étant restés inchangés et suite aux faibles teneurs en Na mesurées dans les eaux de rinçage présentées au Tableau 22, l'analyse de ces effluents n'a été entreprise sur cet essai mené en boucle. Les faibles teneurs en Na relevées dans la fraction de sol inférieure à 2 mm en fin de procédé confirment la parfaite optimisation de cette étape de rinçage des fractions solides en sortie de procédé.

Seuls les effluents en entrée et en sortie de traitement par précipitation chimique ont été analysés pour le Pb (Tableau 28). Les résultats obtenus montrent des valeurs d'enlèvement du Pb entre 13% et 70%. Les meilleurs résultats obtenus en boucle 3 résultent de l'ajout de 200 µL de FeCl₃ opéré sur cette boucle, comme illustrés par les équations 7, 8 et 9 présentées précédemment.

Tableau 28 Concentrations en Pb des effluents et enlèvement du Pb (%) après précipitation chimique

Boucles	Volume NaOH (mL)	Ppi (mg/L)	Ppf (mg/L)	Volume (mL)	Abatements
1	8,8	54,9	44,2	1 500	19%
2	36,1	88	76,6	1 750	13%
3	49,0	109	33,2	1 900	70%
4	25,0	73,3	32,9	1 950	55%
5	38,3	73,9	52,0	2 000	30%

6.2.3 Discussion

Le procédé intégral suivi sur cet essai assure l'obtention de matériel décontaminé aux seuils réglementaires (critère C du guide qualité des sols du Québec) pour les fractions fines comme pour les fractions grossières, et ce pour le Pb et l'ensemble des HAP analysés. L'efficacité de procédé est reproductible pour l'ensemble des boucles entreprises. Afin de répondre à la possible présence de résidus métalliques au sein de la fraction supérieure à 2 mm, il est suggéré de placer une unité physique de séparation en amont de l'étape d'attrition. Un séparateur magnétique semblerait approprié. En effet, des résidus métallique rougeâtres (ferriques) demeurent au sein de la fraction supérieure à 2 mm et semblent à l'origine de la forte concentration en Pb obtenue pour la fraction AS3. L'utilisation de ces propriétés ferromagnétiques est à l'origine de la suggestion concernant l'implantation d'un séparateur magnétique. Aux vues des granulométries ciblées (supérieures à 2 mm), convoyeur à tête magnétique par aimant permanent ou électro-aimant et séparateur humide concourant, sont des technologies possibles (Tableau 29). Pour le cas où les concentrés grossiers de Pb ne seraient pas concentrés dans des résidus aux propriétés ferromagnétiques, des techniques de séparation gravimétriques pourraient être envisagées.

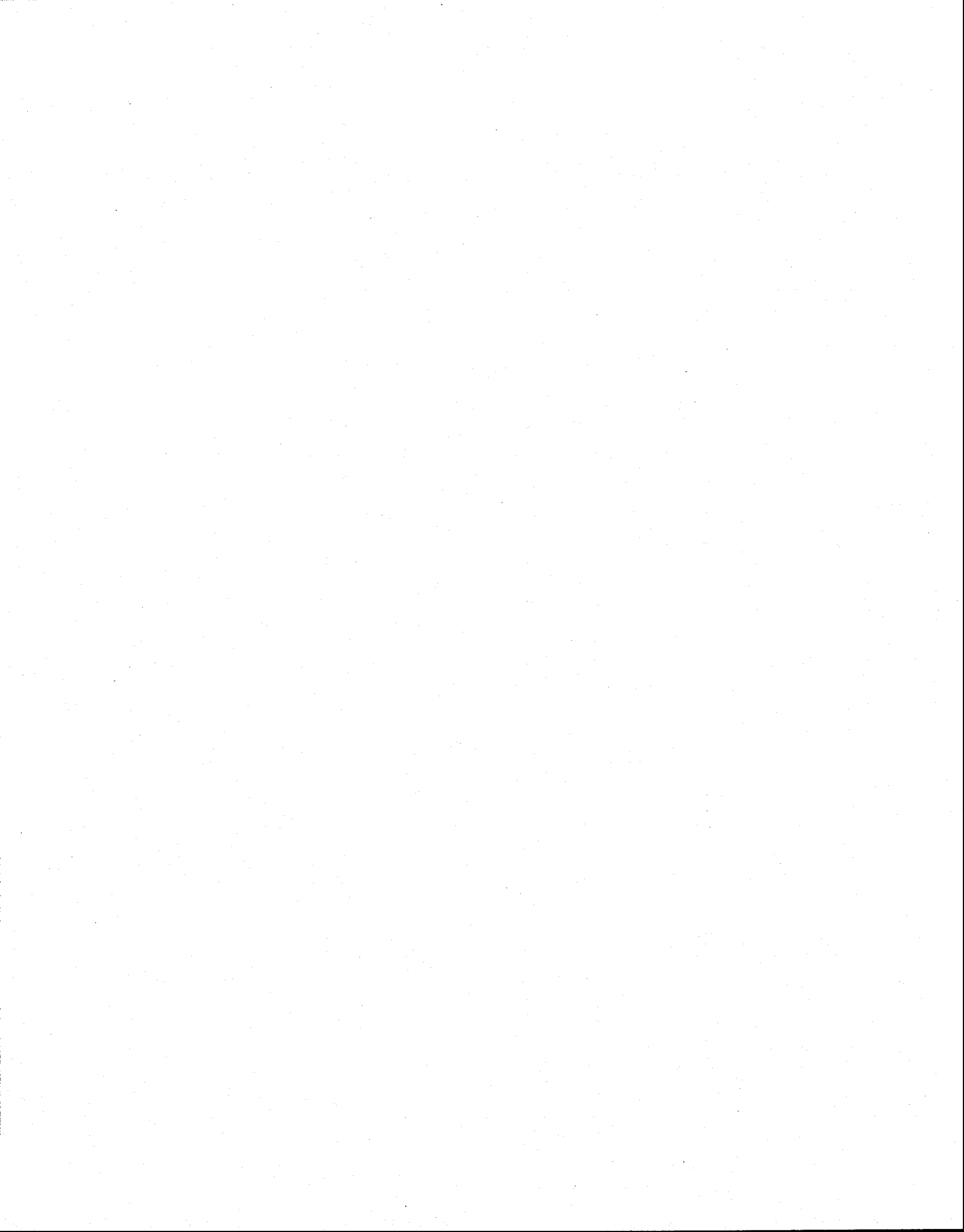
Tableau 29 Application et capacité des appareils de séparation magnétique

Appareil	Limite granulométrique	Capacité maximale
Convoyeur à tête magnétique (aimant permanent)	> 0,5 cm	130,5 m/min
Convoyeur à tête magnétique (electro-aimant)	> 0,5 cm	150 m/min
Séparateur humide à tambour (concourant)	< 6,36 mm	1875 l/min.m
Séparateur humide à tambour (contre-rotation)	< 1,70 mm	1500 l/min.m
Séparateur humide à tambour (contre-courant)	< 0,21 mm	900 l/min.m

Référence (Gosselin *et al.* 1999)

De plus, à la vue de la concentration en Na au sein du résidu de précipitation chimique, il est proposé d'introduire une étape de rinçage de cette fraction afin de limiter la proportion de résidu produit par tonne de sol traité et d'augmenter sa teneur en Pb pour une plus viable revalorisation économique de ce dernier.

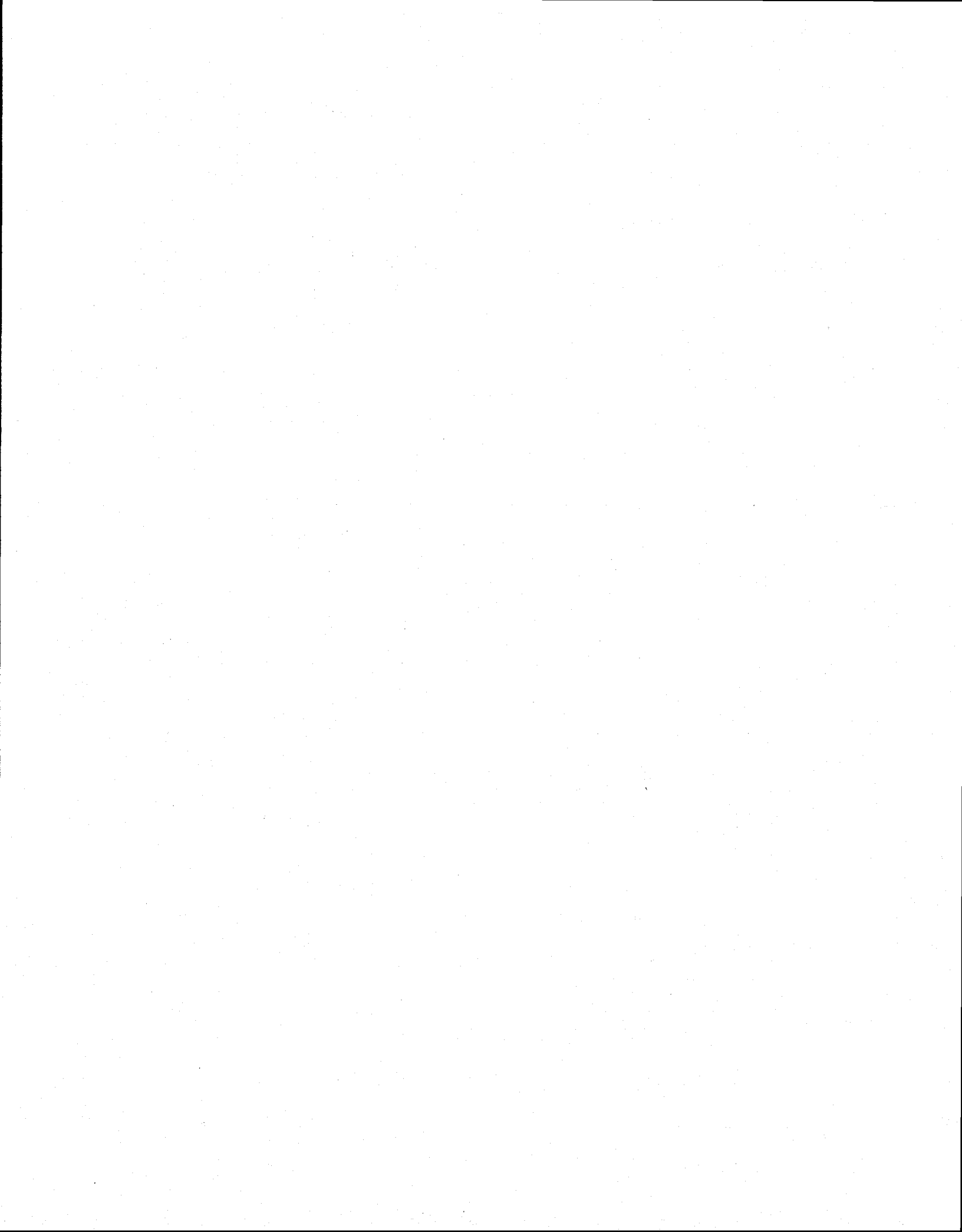
Enfin, si la précipitation chimique semble être la voie de traitement idéale des effluents générés en flottation, et assure une bonne reproductibilité d'efficacité du procédé global lors de la recirculation des effluents en tête de procédé, cette étape ne permet pas une récupération totale du Pb solubilisé, et demanderait donc d'être optimisée. L'augmentation du pH de précipitation et l'ajout de chlorure ferrique semblent être des paramètres favorables à l'amélioration de cette étape. Une étude de la cinétique de précipitation pourrait également permettre d'évaluer l'impact de ces paramètres dans le temps.



CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Le développement du procédé OrgaMetoX est le fruit de plus de quatre ans de recherche au niveau principalement du doctorat de Mme Julia Mouton. Une thèse de doctorat et un rapport technique ont déjà été écrits. Le présent rapport étant un travail supplémentaire de mise au point qui a été entrepris lors des derniers mois. Suite à tous ces essais, il a été possible de cerner les paramètres clés de la technologie, lesquels sont : la teneur en solides dans le réacteur, le dosage des réactifs et, surtout, celui du CAS et du NaCl. Ce dernier peut, en effet, sursaturer dans le milieu réactionnel et de ce fait mener à un fonctionnement non optimal. L'électrodéposition a aussi des effets négatifs via la formation de composés très oxydants à base de chlore lorsque celle-ci est opérée sur de trop longues périodes. La précipitation du Pb sous forme d'hydroxyde requiert un pH d'au moins 8,5 afin d'être efficace et la recirculation de l'effluent permet de maintenir une teneur assez constante de Pb après lixiviation. Le procédé dans ce contexte s'est donc révélé efficace. Le procédé est donc apte à décontaminer dans un même réacteur et, en même temps, un sol contaminé par des HAP et du Pb.

Les résultats étant concluants et le coût du procédé étant intéressant selon le rapport précédent (Mouton *et al.* 2007), il est donc suggéré de procéder à des essais à l'échelle pilote sur des quantités plus substantielles de sols contaminés. Parallèlement, le procédé devra être raffiné et la modélisation de ses performances et de son contrôle pourra être développée au niveau du laboratoire.



RÉFÉRENCES

- APHA (1999) Standards methods for examination of water and wastewaters. 20th Edition. American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) et Water Pollution Control Federation (WPCF), Washington, D.C.
- Blais, J.F., Dufresne, S. & Mercier, G. (1999) État du développement technologique en matière d'enlèvement des métaux des effluents industriels. *Rev. Sci. Eau*, 12, 689-713.
- Canizares, P., Lobato, J., Paz, R., Rodrigo, M.A., Saez, C.J. & Rodrigo, M.A. (2005) Electrochemical oxidation of phenolic wastes with boron-doped diamond anodes. *Water Res.*, 39, 2687-2703.
- Canizares, P., Martinez, C., Diaz, M., Garcia-Gomez, J. & Rodrigo, M.A. (2002) Electrochemical oxidation of aqueous phenol wastes using active and nonactive electrodes. *J. Electrochem. Soc.*, 149, 118-124.
- Drogué, P., Blais, J.F. & Mercier, G. (2007) Review of electrochemical technologies for environmental applications. *Recent Patents Eng.*, 1, 257-272.
- Gosselin, A., Blackburn, D. & Bergeron, M. (1999) Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques. Ministère des travaux publics et Services gouvernementaux du Canada 1997, Rapport No. En 40-542/5-1997F, Ottawa, Canada, 134p.
- Mercier, G., Chartier, M. & Couillard, D. (1996) Strategies to maximise microbial leaching of lead from sediment bound metal. *Water Res.*, 30(10), 2452-2464.
- Ministère du développement durable de l'environnement et des parcs du Québec (2001a) Méthode d'analyse : Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques, extraction au dichlorométhane : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. Centre d'expertise en analyse environnementale, Rapport No. MA. 403 - HAP 4.1, Québec, Canada, 23 p.

Ministère du développement durable de l'environnement et des parcs du Québec (2001b) Méthode d'analyse : Détermination des HAPs - dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. Centre d'expertise en analyse environnementale, Rapport No. MA. 400-HAP 1.1, Québec, Canada, 44 p.

Mouton, J., Mercier, G. & Blais, J.F. (2007) Procédé OrgaMetoX : Essai de traitabilité d'un sol contaminé par extraction simultanée des HAP et du Pb. INRS-ETE, Rapport R-915, Québec, Canada, 69 p.

Smith, R., & Martell, A.G. (1976) Critical stability constants; Inorganics complexes, Vol. 4. Plenum Press, New York, N.Y., États-Unis.

ANNEXE 1

Teneurs en contaminants dans les sols étudiés

Tableau 30 Teneurs (mg/kg) en contaminants dans les sols étudiés

Contaminants	TR23	TR29	Limite Réglementaire
NPN	9,00 ± 1,99	33,5 ± 8,4	50
ACN	18,0 ± 3,1	43,3 ± 5,4	100
FLU	19,0 ± 4,1	80,2 ± 10,4	100
PHE	195 ± 13	647 ± 136	50
ANT	37,0 ± 8,3	148 ± 22	100
FLR	244 ± 22	662 ± 137	100
PYR	185 ± 15	497 ± 103	100
BAN	96,0 ± 5,8	277 ± 39	10
CRY	107 ± 8	280 ± 49	10
BJK	168 ± 11	392 ± 64	30 (B+J+K)
BAP	73,0 ± 16,9	216 ± 43	10
INP	68,0 ± 6,9	158 ± 39	10
DBA	14,0 ± 1,1	39,0 ± 8,4	10
BPR	47,0 ± 9,0	126 ± 27	10
Σ HAP	1 240 ± 88	3 470 ± 580	-
Pb	1 520 ± 99	521 ± 110	1 000
Zn	154 ± 10	94 ± 5	1 500
Cr	30 ± 2	14 ± 1	800

