

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À MONTRÉAL

LA REMÉDIATION D'UN SÉDIMENT À MULTI-PHASES CONTAMINÉ PAR
LA TECHNIQUE DE SÉPARATION COLLOÏDALE

MÉMOIRE
PRÉSENTÉ
COMME EXIGENCE
DE LA MAÎTRISE EN SCIENCE DE LA TERRE

PAR
SYLVAIN LORTIE

JUILLET 2006

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À MONTRÉAL
Service des bibliothèques

Avertissement

La diffusion de ce mémoire se fait dans le respect des droits de son auteur, qui a signé le formulaire *Autorisation de reproduire et de diffuser un travail de recherche de cycles supérieurs* (SDU-522 – Rév.01-2006). Cette autorisation stipule que «conformément à l'article 11 du Règlement no 8 des études de cycles supérieurs, [l'auteur] concède à l'Université du Québec à Montréal une licence non exclusive d'utilisation et de publication de la totalité ou d'une partie importante de [son] travail de recherche pour des fins pédagogiques et non commerciales. Plus précisément, [l'auteur] autorise l'Université du Québec à Montréal à reproduire, diffuser, prêter, distribuer ou vendre des copies de [son] travail de recherche à des fins non commerciales sur quelque support que ce soit, y compris l'Internet. Cette licence et cette autorisation n'entraînent pas une renonciation de [la] part [de l'auteur] à [ses] droits moraux ni à [ses] droits de propriété intellectuelle. Sauf entente contraire, [l'auteur] conserve la liberté de diffuser et de commercialiser ou non ce travail dont [il] possède un exemplaire.»

REMERCIEMENTS

Ce projet a été rendu possible grâce à un financement du centre de recherche en environnement UFZ Leipzig Halle en Allemagne. Depuis 1994, une étroite collaboration a été établie entre les chercheurs Maurice Morency de l'UQÀM et Holger Weiss de UFZ avec la précieuse collaboration du centre de recherche en environnement UQÀM Sorel-Tracy.

Je tiens également à souligner l'étroite collaboration de quelques personnes au support technique du projet et j'offre un remerciement tout particulier au département des Sciences de la Terre et de l'Atmosphère, spécifiquement à Mme Denise Fontaine, M. Michel Préda et M. Raymond Mineau.

TABLE DES MATIÈRES

LISTE DES FIGURES	vi		
LISTE DES TABLEAUX	ix		
RÉSUMÉ	xi		
Introduction			
2	Mise en situation	3	
3	But	3	
4	Localisation de l'échantillon	3	
5	Caractérisation de l'échantillon brut	5	
	5.1	Pré-traitement par tamisage manuel de l'échantillon brut	5
	5.2	Granulométrie de la fraction < 32 microns par laser (Galai CIS 100)	7
	5.3	Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)	8
	5.4	Mesure de la densité	9
	5.5	Analyse du Zèta au « Electrokinetic Sonic Amplitude » ESA	9
	5.6	Analyse chimique du sédiment	10
6	Fractionnement visuel et sélection préliminaire d'un tensio-actif	12	
	6.1	Préparation des échantillons	13
	6.2	Résultats	14
	6.3	Discussion	15
7	Viscosité et la sélection	15	
8	Essais de fractionnement pour les tensio-actifs sélectionnés	17	
	8.1	Standard comparatif	17
	8.2	Fractionnement avec Saratan (10%) 30 mL	18
	8.3	Fractionnement avec Saratan (10%) 60 mL	23

	8.4	Fractionnement avec un autre tension-actif (MPNa (10%) 30 mL)	28
	8.5	Fractionnement avec un autre tension-actif (MPNa (10%) 60 mL)	36
	8.6	Fractionnement avec un autre tension-actif (Disal 10%)	40
	8.7	Fractionnement avec un autre tension-actif (Tamol 10%)	41
	8.8	Observations visuelles VS les charges en Zèta	42
	8.9	Discussion des résultats	42
9		1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	43
	9.1	Préparation de l'échantillon	44
	9.2	Résultats du fractionnement	44
	9.3	Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)	45
	9.4	Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)	47
	9.5	Analyse du Zèta au « Electrokinetic Sonic Amplitude» ESA	48
	9.6	Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)	48
	9.7	Discussion des résultats	54
10		2 ^e tentative d'optimisation du fractionnement	56
	10.1	Préparation de l'échantillon	56
	10.2	Caractérisation à la diffractométrie de rayons-x	57
	10.3	Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)	58
	10.4	Analyse au « Electrokinetic Sonic Amplitude» ESA	58
	10.5	Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)	58
	10.6	Discussion des résultats	67

11	Essai de lavage	67
	11.1 Préparation de l'échantillon	68
	11.2 Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)	68
	11.3 Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)	69
	11.4 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)	69
	11.5 Discussion des résultats	74
12	Conclusion	75
13	Références	78

APPENDICE 1 Caractérisation de l'échantillon brut

APPENDICE 2 Dosage et viscosité des surfactants et évaluation des fractionnements

APPENDICE 3 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

APPENDICE 4 2^e tentative de fractionnement du sédiment

APPENDICE 5 Essai de lavage

14	Bibliographie	79
----	---------------	----

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Localisation du sédiment Susserssee	4
Figure 2	Choix du tensio-actif par des essais en laboratoire	13
Figure 3	Sédiment + Saratan à différentes concentrations	13
Figure 4	Saratan 10% 30ml + sédiment (fraction volumétrique de 10%)	19
Figure 5	Grains de plomb accolés à une matrice siliceuse	21
Figure 6	Framboïdes	21
Figure 7	Grain de plomb et de pyrite	21
Figure 8	Grain de pyrite accolé à une matrice siliceuse	23
Figure 9	Représentation générale des grains de pyrite et de sphalérite	23
Figure 10	Saratan 10% 60 ml + sédiment (fraction volumétrique 10%)	24
Figure 11	Grains de pyrite libres et de plomb dans une matrice	26
Figure 12	Grains de TiFe et de Zr	26
Figure 13	Grains de pyrite et d'oxyde de fer	27
Figure 14	Petit grain de plomb et quelques grains de pyrite	28
Figure 15	Grain de rutile et de pyrite	28
Figure 16	MPNa 10% 30 ml + sédiment (fraction volumétrique 10%)	29
Figure 17	Photographie d'une analyse générale représentant les grains lourds	31
Figure 18	Grains lourds	32
Figure 19	Détails de la pyrite et de la sphalérite	32

Figure 20	Agglomération de grains de pyrite	32
Figure 21	Analyse générale de l'échantillon lors d'un ajout de 30 mL de MPNa	33
Figure 22	Représentation des grains de pyrite dans une matrice de silice et d'aluminium	35
Figure 23	Plaque d'ilménite et de soufre	35
Figure 24	Grain de pyrite de faible diamètre et plaque de soufre	35
Figure 25	MPNa (10%) + sédiment (fraction volumétrique 2%)	37
Figure 26	Représentation des oxydes de fer et de la sphalérite	39
Figure 27	Forme et dimension des grains de pyrite	39
Figure 28	Grains de plomb mélangés avec de la sphalérite (ZNS)	40
Figure 29	Photographie de la 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	45
Figure 30	Photographie et spectre de grains de plomb dans la première fraction intermédiaire, 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	52
Figure 31	Photographie des grains de bismuth (Bi) dans la deuxième fraction intermédiaire, 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	53
Figure 32	Grains de plomb entourés de plusieurs grains de pyrite	60
Figure 33	Grains de plomb de densité élevée et amas de grains de sphalérite et de pyrite	60
Figure 34	Contaminants de CuCo et de forme sphérique	62
Figure 35	Grains de sphalérite emprisonnés dans la matrice	62
Figure 36	Grain de barrite (densité élevée)	64

Figure 37	Deux grains de plomb	64
Figure 38	Photographie d'un grain de CeLa dans l'essai de lavage	66
Figure 39	Photographie de grains composés de Ti, Fe, Si et Al	66
Figure 40	Amas de grains de pyrite	66
Figure 41	Grains de pyrite et sulfure de zinc (ZnS)	71
Figure 42	Grain de sphalérite (ZnS) emprisonné dans la matrice	71
Figure 43	Plaque composée en Cr, Fe, Ni	72
Figure 44	Deux grains de plomb et un grain de pyrite	72
Figure 45	Photographie de plusieurs grains de pyrite	74
Figure 46	Photographie d'un grain de sphalérite accolé à une matrice siliceuse	74

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Tamissage du sédiment contaminé (Lac Sussensee)	5
Tableau 2	Analyse chimique du sédiment provenant du lac Sussensee	11
Tableau 3	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 30 mL, fraction du bas	20
Tableau 4	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 30 mL, fraction intermédiaire	22
Tableau 5	Analyse au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 60 mL, fraction du bas	25
Tableau 6	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 30 mL, fraction du bas	30
Tableau 7	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 30 mL, fraction intermédiaire	34
Tableau 8	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 60 mL, fraction du bas	38
Tableau 9	Analyse générale de la suspension claire au microscope électronique à balayage (MEB), 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	49
Tableau 10	Analyse générale de la suspension foncée au microscope électronique à balayage (MEB), 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	50

Tableau 11	Analyse générale de la première fraction intermédiaire au microscope électronique à balayage (MEB), 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	51
Tableau 12	Analyse générale de la deuxième fraction intermédiaire au microscope électronique à balayage (MEB), 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	52
Tableau 13	Analyse générale de la fraction du bas au microscope électronique à balayage (MEB), 1 ^{re} tentative de fractionnement du sédiment	54
Tableau 14	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la suspension claire, 2 ^e tentative de fractionnement du sédiment	59
Tableau 15	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la suspension foncée, 2 ^e tentative de fractionnement du sédiment	61
Tableau 16	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la fraction intermédiaire, 2 ^e tentative de fractionnement du sédiment	63
Tableau 17	Analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la fraction du bas, 2 ^e tentative de fractionnement du sédiment	65
Tableau 18	Analyse générale de la fraction du haut au MEB, essai de lavage	70
Tableau 19	Analyse générale de la fraction du bas au MEB, essai de lavage	73

RÉSUMÉ

Le but de ce mémoire est d'optimiser les résultats du mémoire de M. Daniel Robert et d'établir les paramètres selon lesquels une séparation colloïdale aidée d'un surfactant pouvait être réalisée sur un type de sédiments très fins et contaminés. Également, il est important de mesurer les composantes d'un système et d'évaluer la qualité du fractionnement selon les changements apportés aux paramètres du système brut initial. Ce fractionnement est évalué par la diffraction-x et le microscope électronique à balayage (MEB).

En référence avec la valeur du Zèta de l'échantillon brut, il est possible d'orienter notre choix de surfactant. Toutefois, des essais de viscosité permettent de confirmer un choix de surfactant efficace. Ces essais en laboratoire ont permis de sélectionner le Saratan, un surfactant anionique, parmi tous les surfactants évalués. Celui-ci est utilisé à faible concentration et à faible dose pour engendrer une séparation partielle de l'échantillon. Toutefois, afin d'obtenir une séparation colloïdale optimale, il est possible de prouver qu'il est essentiel d'avoir une dispersion efficace des grains.

Mots clés : Séparation colloïdale, métaux lourds, contamination

Introduction

Depuis quelques décennies, les industries sont les moteurs du développement économique mondial. Au cours de ces années, elles ont causé des impacts importants à l'environnement dont l'introduction de métaux lourds dans les écosystèmes. Ces concentrations accrues en métaux lourds contaminent les sols, les sédiments, les eaux de surface et souterraines. Ces métaux ont été mobilisés et concentrés par mise en suspension ou par mise en solution et sont éventuellement associés à la fraction fine d'un système contaminé polyphasé. Si la fraction fine est sous le micron, les techniques classiques de fractionnement ou séparation ne peuvent être utilisées car la gravité n'est pas aussi efficace pour aider au fractionnement, ce sont les charges en surface qui dictent si le solide demeure en suspension ou pas. Il devient donc essentiel de se doter de méthodes de manutention et de décontamination afin de maintenir un niveau acceptable de métaux lourds dans les écosystèmes.

En ce sens, le Centre de recherche en environnement UQÀM Sorel-Tracy travaille à développer et à adapter la technique de séparation colloïdale aux problématiques environnementales où le solide est sous le micron. Ce projet de recherche veut contribuer au développement de la recherche dans cette direction. Le présent mémoire s'adresse à la décontamination d'un sédiment du lac Süssersee en Allemagne, récepteur des eaux de surface du site minier et industriel de Mansfeld pour la production de cuivre. Ce projet sous l'égide de l'UQÀM et du centre de recherche UQÀM Sorel-Tracy a été financé par le centre « UFZ Environmental Research Center » d'Allemagne.

Le présent document est présenté sous trois volets: la caractérisation du sédiment, l'identification d'un tensio-actif adéquat et la séparation des

phases contaminées en considérant les paramètres essentiels applicables à cette méthode.

Initialement, la séparation colloïdale fut développée par l'industrie de la céramique et appliquée uniquement à des systèmes simples comprenant une ou deux phases. Pour être utilisée en environnement, cette méthode doit être applicable à des systèmes à phases multiples à la fois anthropiques et naturels. La séparation colloïdale utilise les tensio-actifs pour modifier les charges de surface des phases constituantes pour induire une floculation ou une mise en suspension de certaines phases. Pour développer cette méthode, il est essentiel d'identifier et de mesurer les paramètres essentiels à son fonctionnement comme la mesure du potentiel Zèta, la distribution granulométrique et l'identification des phases minéralogiques. Jusqu'à maintenant, des règles empiriques régissant ce type de système complexe ont été identifiées mais ces dernières ne sont pas entièrement comprises. Au début de notre étude, une approche d'essais et erreurs a guidé la démarche de nos recherches. Il était crucial d'associer les observations visuelles aux paramètres contrôleurs. Initialement, pour un système multiphasé quelconque, le seul paramètre mesurable est le potentiel Zèta pour l'ensemble du système. Par la suite, en se référant à l'intensité et au signe de la charge, nous devons sélectionner la famille de surfactant (anionique, cationique ou non-ionique) applicable au système.

Au terme de ce mémoire, les résultats obtenus permettront d'évaluer le potentiel de la technique pour un fractionnement des phases minéralogiques et son efficacité pour la réhabilitation d'un sédiment chargé de sulfures ou contaminé en métaux lourds. Par conséquent, si les résultats s'avéraient concluants, cette technique pourrait s'appliquer à d'autres sédiments ou résidus fins miniers et industriels.

2 Mise en situation

Une étude antérieure réalisée pour un mémoire de maîtrise (Robert 2000), avait établi le potentiel d'utiliser cette technique pour fin de remédiation des sédiments de rivière et de lac. Il avait été possible de fractionner les phases contaminantes et de les isoler du reste de l'échantillon.

3 But

Les travaux réalisés dans cette étude tenteront d'optimiser le fractionnement de certaines phases et de déterminer les différents paramètres limitant ce processus de séparation. Nous voulons élucider et relier le potentiel Zèta d'une suspension au choix du tensio-actif et son dosage. Le potentiel Zèta à l'interphase solide-liquide sera mesuré par une technique acoustique (ESA) "Electrokinetic Sonic Amplitude" développée par la compagnie Matec. Également, nous allons essayer des mesures de viscosité pour la sélection et le dosage des tensio-actifs étant donné que les charges en surface vont dicter les mesures de viscosité. Toutefois, afin de réaliser la meilleure optimisation possible, il est important de cibler tous les paramètres qui interagissent dans ce système complexe.

4 Localisation de l'échantillon

Le sédiment à l'étude provient du lac Süssersee en Allemagne de l'Est (Schreck, Schubert, Freyer, Treutler & Weiss, Vol. 5, pp. 51-57). La source de contamination est la région de Mansfeld bien connue pour son exploitation du cuivre de la montagne Harz à environ 13 kilomètres (Wennich, Mattusch, Morgenstern, Freyer, Treutler, Stärk, Brüggemann, Paschke, Daus, Weiss, 2003). Ce lac fut sélectionné pour cette étude puisqu'il représente un

système fermé et est le dernier stade de collecte et déposition des contaminants. La rivière Bose passe tout près du complexe minier de Mansfeld et amène les contaminants jusqu'au lac Süssersee (figure 1). Cette rivière s'écoule d'ouest en est et passe par les villes de Lutherstadt et Eisleben avant de se déverser dans le lac. Cette contamination est principalement composée de métaux lourds et de composés sulfurés.

Pour cette étude, un échantillon représentatif a été prélevé au milieu du lac par des techniciens du centre UFZ. La prise de l'échantillon s'est effectuée à une profondeur de 3,6 mètres d'eau. Le sédiment fut recueilli entre 30 et 40 cm de la surface du sédiment puisque la majorité des métaux lourds se retrouvait à cette profondeur d'après une étude antérieure de M. Daniel Robert. Pour cette étude, l'échantillonnage avait été pris à la jonction de la rivière Bose et du lac Süssersee.

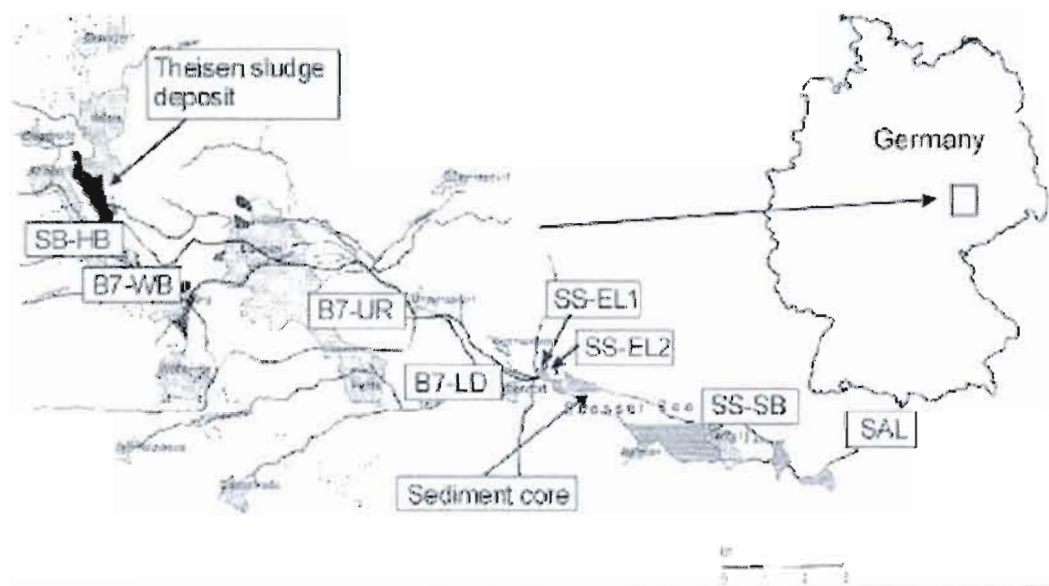


Figure 1 : Localisation du sédiment Süssersee

5 Caractérisation de l'échantillon brut

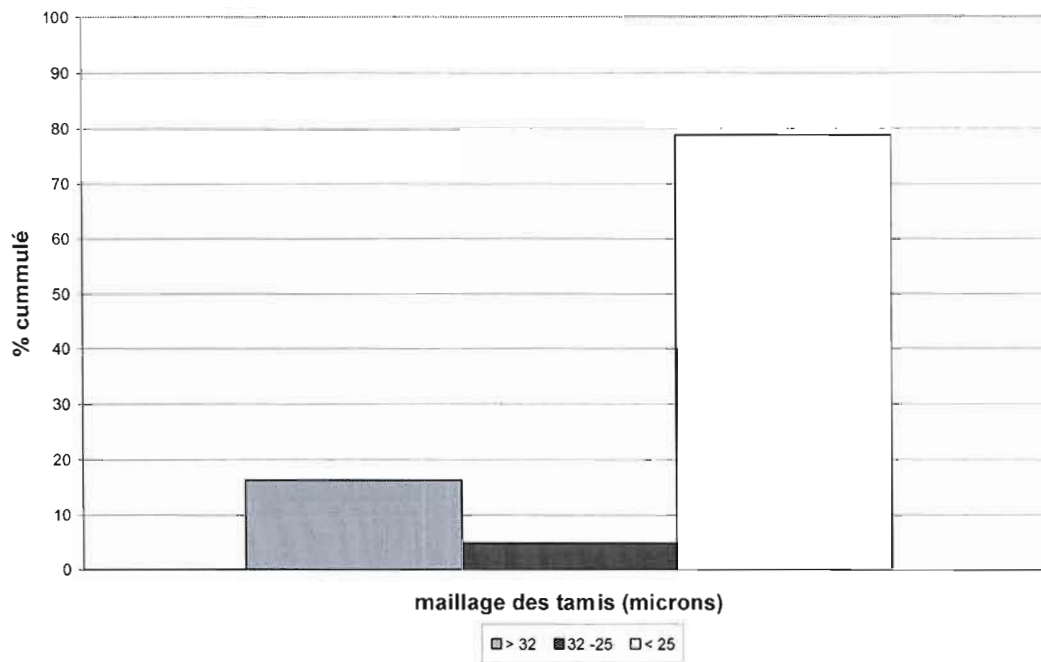
La caractérisation d'un échantillon est essentielle afin de prendre connaissance de la nature du sédiment. Par ces étapes préliminaires, les paramètres physico-chimiques du sédiment seront analysés. Du même coup, la contamination sera associée à certaines phases du sédiment. Cette caractérisation a permise de déterminer les différences et similitudes observées avec l'échantillon brut de l'étude antérieure et les résultats comparatifs sont présentés dans les sections ci-dessous.

5.1 Pré-traitement par tamisage manuel de l'échantillon brut

Un tamisage fut effectué sur l'échantillon brut pour déterminer qualitativement l'importance des modes grossier et fin présents dans le sédiment. La granulométrie de l'échantillon est une étape importante et essentielle dans la caractérisation de ce sédiment. Pour cet essai, les tamis de 32 et 25 microns ont été utilisés et le tableau 1 présente les résultats obtenus.

Tableau 1 : Tamisage du sédiment contaminé (Lac Sussensee)

Tamis (microns)	Poids de la pulpe (g)	% solide	Poids sec (g)	% cum.
> 32	74.4	23.9	17.78	16.33
32 -25	9.2	57.1	5.25	4.82
< 25	300.2	28.6	85.86	78.85
Total			108.89	100

Graphique représentant le tamisage de l'échantillon brut

Ces résultats confirment la présence d'une fraction importante de particules fines dans le sédiment. Environ 80% de notre échantillon comprend une granulométrie inférieure à 25 microns. Pour sa part, la fraction dont la taille est supérieure à 32 microns contient beaucoup plus de matière organique que les autres fractions. Cela fut démontré lors des manipulations en laboratoire. Cela explique son poids non négligeable dans le tableau 1. Dans l'application d'un tensio-actif, la granulométrie aura une influence marquante sur la dispersion des particules. Donc, l'application d'un tensio-actif se fera sur cette fraction fine, soit celle avec une granulométrie inférieure à 32 microns.

5.2 Granulométrie de la fraction < 32 micron par laser (Galai CIS 100)

De manière à fournir une caractérisation plus précise de la granulométrie de l'échantillon, l'utilisation du granulomètre au laser Galai (CIS 100) devenait nécessaire. Celui-ci est équipé d'un laser au gaz d'hélium et de néon. Il permet d'analyser la distribution des plages granulométriques de l'échantillon. Il donne une mesure moyenne du diamètre, de la surface et du volume des particules. Également, un ultrason est incorporé dans la cellule de l'échantillon. Celui-ci sert à garder une dispersion constante des particules lors de la prise de mesure. Les agrégats ou les formes d'agglomération sont tout de suite détectés par une caméra vidéo insérée perpendiculairement au faisceau du laser. Cet appareil peut établir la distribution des particules entre 0,5 micron et 600 microns.

Cet appareil permet d'effectuer une analyse beaucoup plus précise qu'un simple tamisage manuel. Également, une classification détaillée est présentée de la fraction inférieure à 25 microns. D'après le tableau et le graphique présentés à l'appendice 1.1, cette analyse basée sur la distribution par volume révèle que 34,40% de la fraction fine se retrouve entre 10 et 20 microns. Également, la majorité des particules ont une taille inférieure à 10 microns. Ces résultats, nous indiquent que les sédiments sont assez fins pour une application efficace de la méthode par séparation colloïdale étant donné que cette technique influence particulièrement les particules fines dans un échantillon.

La granulométrie de l'échantillon de l'étude antérieure dénotait une granulométrie plus grossière dont 10% en poids était supérieur à 25 microns. L'échantillon avait une distribution tri-modale où la majorité des particules étaient sous le seuil de 38 microns avec une concentration près de 50 microns. Ces différences sont attribuées à la localisation de l'échantillon.

L'échantillon faisant l'étude actuelle fut prélevé au milieu du lac, donc est plus fin tandis que celui de l'étude précédente était prélevé à la jonction de la rivière Bose et le lac Sussensee et est plus grossier.

5.3 Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)

La diffractométrie de rayons-x (XRD) est une technique permettant l'identification d'espèces minérales et de composés organiques présents dans un échantillon solide. Une poudre fine de l'échantillon assure une visibilité et une détection maximum des phases présentes par le faisceau de rayon-x. Une évaluation semi-quantitative de l'abondance des minéraux peut être effectuée considérant l'amplitude des pics ou la surface sous les pics. L'amplitude des pics dicte l'importance du minéral présent dans l'échantillon. L'identification est possible à une concentration supérieure à 0,5%.

Dans ce sédiment, la présence de phyllosilicates est observée, comprenant principalement du type clinochlore et des micas. Plusieurs autres minéraux sont présents, comme le quartz, la calcite, la galène, la bassanite, le microcline, l'albite et la sphalérite. Les résultats démontrés révèlent des présences plus importantes pour le quartz et la calcite. Pour leur part, les pics de bassanite, de pyrite et de sphalérite sont de plus faible intensité. Les résultats de l'appendice 1.2 détaillent l'ensemble de la diffraction.

La composition minéralogique du sédiment pour cette étude démontre une très grande similitude avec l'échantillon brut de l'étude précédente réalisée par M. Daniel Robert. Dans les deux cas, les mêmes minéraux principaux s'y retrouvent, mais en des proportions légèrement différentes. Parmi ceux-ci, nous notons le quartz, l'albite, le microcline, la calcite et la clinochlore.

5.4 Mesure de la densité

L'Ultrapiédomètre 1000, de Quantachrome Co., fut utilisé afin de déterminer le poids spécifique du sédiment. Par la faible granulométrie du sédiment, cette méthode devenait inévitable. L'application des mesures prises par cet appareil est basée sur la loi des gaz (changement du volume et de la pression à une température constante). Une quantité déterminée de gaz est alors injectée dans la cellule contenant l'échantillon. Cette information est utilisée pour calculer le poids de l'échantillon à un certain volume. D'après un poids et un volume connus, le poids spécifique est alors calculé.

Cet appareil utilise un gaz d'hélium (He), un gaz extrêmement léger. La diffusion de ce gaz est alors complète dans l'échantillon, comparativement à l'utilisation de l'eau où il peut y avoir un phénomène de capillarité. Egalement, l'utilisation de gaz élimine la possibilité de perdre une ou plusieurs phases lors de la mise en solution. Cet appareil permet alors d'évaluer le poids spécifique des particules très fines et n'affecte pas la tension de surface de celles-ci dans l'échantillon.

La mesure moyenne de la fraction fine tamisée (<32 microns) ainsi obtenue fut de 2,53 g/cc². Cette mesure sera utilisée tout au long de cette présente étude. Cette mesure est comparable au poids spécifique obtenu dans l'étude précédente qui était de 2,56 g/cc² pour la fraction fine.

5.5 Analyse du Zèta au « Electrokinetic Sonic Amplitude» ESA

Cet appareil de type Matec utilise la théorie de O'Brien pour calculer un potentiel Zèta à partir d'un signal. Celui-ci est produit par des effets électro-acoustiques dans une suspension dont les particules sont sphériques.

La fraction volumique (le rapport entre le volume du solide et le volume total de l'échantillon) de la suspension ne doit pas dépasser 10 %.

Une charge de surface se forme quand un solide et un liquide sont en contact. Cette charge peut être produite par des mécanismes de dissociation de groupes ioniques en surface d'un solide, par l'absorption de groupements et/ou d'ions chargés de la solution. Le potentiel électrique (volt ou microvolt) à cette interface est appelé le potentiel Zèta. Toutefois, la valeur du potentiel Zèta peut seulement être calculée lorsque plusieurs mesures sont effectuées au préalable. Nous devons tenir compte de la fraction volumique, la taille moyenne des particules et le poids spécifique.

L'analyse du sédiment Susserssee dénote une charge de -69,30 mV pour une boue dont la fraction volumique est de 2% en solide. Ce résultat est présenté à l'appendice 1.3. Cette valeur est un point de référence et subira des variations lors de l'ajout d'un tensio-actif. Ce résultat est calculé en utilisant un poids spécifique de $2,53 \text{ g/cc}^2$ et une taille moyenne des particules de 15,63 microns. Pour l'étude antérieure de M. Robert, la valeur indiquait plutôt -35,00 mV. Toutefois, les valeurs de granulométrie et de densité diffèrent de l'échantillon actuel.

5.6 Analyse chimique du sédiment

L'analyse chimique quantitative de cet échantillon a été obtenue par une fusion avec du métaborate de lithium. À l'analyse des résultats, une attention toute particulière est portée à certains de ces éléments. Ce sédiment présente des fortes concentrations en plomb (Pb), en zinc (Zn), en cuivre (Cu) et en cadmium (Cd). Comparativement à l'analyse chimique quantitative de l'étude antérieure, les valeurs de ces éléments sont nettement

supérieures. Cela veut donc dire que notre échantillon est potentiellement dangereux et considéré comme un sédiment contaminé en Allemagne. Dans des conditions réductrices, les contaminants présents dans le sédiment pourraient se mobiliser lorsqu'il y aurait un changement dans les conditions pH ou Eh. Le tableau 2 illustré ci-dessous démontre la concentration des éléments présents dans le sédiment de la présente étude.

Tableau 2 : Analyse chimique du sédiment provenant du lac Süssersee

Sédiment du lac Süssersee en Allemagne de l'Est		
EXRAL analyse no 071079		
Échantillon analysé en novembre 2002		
Éléments	Unités	Concentration
Al	ppm	56 000
As	ppm	581
Ba	ppm	510
C	ppm	50 700
Ca	ppm	47 200
Cd	ppm	42
Cl	ppm	466
Co	ppm	29
Cr	ppm	101
Cu	ppm	1320
F	ppm	628
Fe	ppm	30 000
Fe	ppm	27 700
Hg	ppm	1.08
K	ppm	19 800
Mg	ppm	9 600

Mn	ppm	707
Mo	ppm	81
Na	ppm	5 500
Ni	ppm	47
P	ppm	2 400
Pb	ppm	1730
S	ppm	16 800
Si	ppm	267 800
Ti	ppm	3 700
V	ppm	258
Zn	ppm	11 090

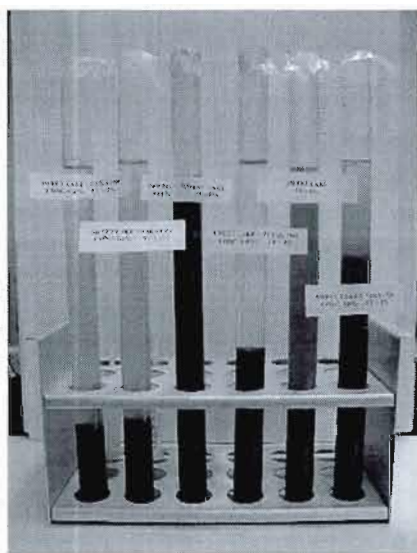
6 Fractionnement visuel et sélection préliminaire d'un tensio-actif

Le choix du surfactant est une étape primordiale pour maximiser le fractionnement des phases du sédiment. Par l'application d'un tensio-actif adéquat, une dispersion ou une agglomération des grains sera favorisée pour ainsi créer une séparation potentielle des phases présentes dans le sédiment. Conséquemment, la stabilité d'une suspension ou la décantation des grains est également fonction des paramètres appliqués au cours des essais. C'est dans cette optique que différents surfactants cationiques (zetags), non-ioniques (métaphosphate de sodium) et anioniques (Saratane et Durasor) seront évalués macroscopiquement à différentes concentrations. Dans le mémoire de M. Daniel Robert, un surfactant cationique était mis de l'avant pour le fractionnement du sédiment. Toutefois, la séparation était partielle et non optimisée. De ce fait, nous tenterons de tester un nouveau

surfactant efficace pour l'optimisation de la séparation du sédiment et l'évaluation des paramètres influençant le fractionnement de celui-ci.

6.1 Préparation des échantillons

Afin d'évaluer visuellement l'effet des surfactants, la capacité de dispersion de plusieurs surfactants a été vérifiée. Les tensio-actifs mis à l'essai sont les suivants : métaphosphate de sodium (MPNa), Durasor, Disal, Tamol, Zetags et Saratan. Pour ces expérimentations en laboratoire, des cylindres de 50 mL ont été utilisés afin d'exagérer l'axe vertical et d'évaluer l'effet de dispersion des particules. Des doses de 0,01 %, 0,1%, 0,2%, 0,5%, 1,0% et 2,0% furent préparées pour chacun des tensio-actifs et ajoutées à un échantillon brut dont la fraction volumique a été ajustée à 2% en solide. Après une agitation manuelle, une décantation minimale de deux semaines pour ces mélanges a été nécessaire. En utilisant un temps de décantation assez long, ceci informe sur la stabilité de la dispersion.



a b c d e f

Figure 2 : choix du tensio-actif par des essais en laboratoire

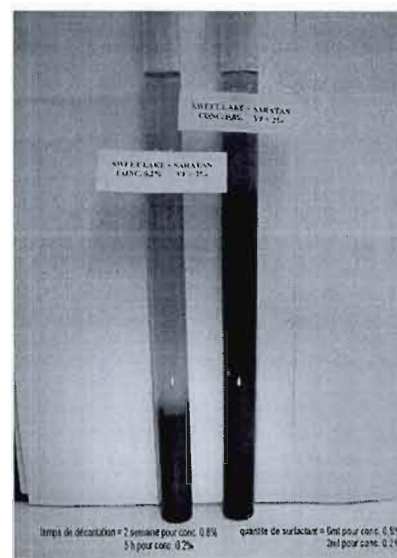


Figure 3 : sédiment + Saratan différentes concentrations

6.2 Résultats

Les surfactants cationiques (Zetags) mis à l'essai ont favorisés une floculation et démontrés que plus la concentration était élevée, plus la floculation ou décantation est rapide. Pour ces échantillons, un surnageant clair se forme au-dessus de la colonne de sédiment. Cela est bien illustré dans les cylindres c et d de la figure 2. Par contre, les mêmes surfactants utilisés à des faibles concentrations engendrent des suspensions. Cela suggère donc qu'ils doivent s'utiliser uniquement à de très faibles concentrations, ce qui rend la dilution difficile à déterminer. Pour ces concentrations, l'application du surfactant cationique n'a pratiquement pas d'effet sur la charge positive du Zèta dans le système, mais la conductivité augmente ce qui paraissait engendrer une dispersion.

D'autre part, les tensio-actifs anioniques (Durasor et Saratan) dispersent beaucoup mieux les particules comme le démontrent les cylindres a et b de la figure 2. Contrairement aux tensio-actifs cationiques, la concentration du surfactant n'est pas aussi sensible par rapport à la concentration. Pour les anioniques, la concentration adéquate devra être déterminée afin d'obtenir la meilleure dispersion possible des particules comme illustré à la figure 3. Certains tensio-actifs anioniques auront des effets très différents, tout en ayant la même concentration. Toutefois, ils auront une mise en suspension plus ou moins forte, ils modifient la valeur du Zèta et la conductivité de la suspension.

Finalement, la plupart des tensio-actifs non-ioniques n'ont pas beaucoup d'influence sur la dispersion des particules. C'est principalement le cas pour le Disal et le Tamol. En suivant les étapes de préparation de l'échantillon et en l'employant à plusieurs concentrations, nous observons le

surfactant surnager au dessus de la colonne du sédiment. Cela suggère que ces deux tensio-actifs n'ont pas affecté l'échantillon ou qu'il se retrouve en trop grande quantité. Toutefois, le métaphosphate de sodium (MPNa) semble vouloir disperser un peu mieux les particules.

6.3 Discussion

De façon générale, les analyses en laboratoire révèlent de grandes similitudes entre les surfactants d'une même classe, mais de grandes différences entre ces classes. Les surfactants d'une même classe réagissent de la même façon avec des rendements différents. Un ajustement de la concentration sera nécessaire. Les surfactants anioniques comportent de bonnes propriétés dispersantes à différentes doses, comparativement aux tensio-actifs cationiques et non-ioniques. Les surfactants cationiques et quelques surfactants non-ioniques doivent absolument être utilisés à de très faibles concentrations afin d'obtenir une dispersion. Également, les suspensions obtenues par ces surfactants sont beaucoup moins stables que celles observées par des surfactants anioniques. Pour ces raisons, nous avons sélectionné les anioniques pour obtenir le fractionnement du sédiment. De plus, avec un Zèta initial négatif à $-69,30$ mV, le sédiment est plus compatible avec un surfactant anionique. Par l'application, le surfactant augmente les charges négatives et permet une meilleure dispersion qui devrait engendrer un meilleur fractionnement de l'échantillon.

7 Viscosité et la sélection

Afin de sélectionner plus rapidement et précisément le ou les surfactants efficaces pour le système, nous avons étudié la possibilité d'utiliser la variation dans la viscosité de la suspension.

Comme les charges en surface dictent ou influencent la viscosité, le pouvoir agissant et la stabilité de chacun des surfactants mis à l'essai ont été évalués par des mesures de viscosité. La viscosité, tout comme le Zèta, nous informe sur l'intensité des charges à la surface des particules. Cela est similaire à la mesure du Zèta, mais plus simple et plus rapide. Toutefois, afin de mesurer avec une certaine précision les résultats de viscosité, il est essentiel de concentrer davantage les surfactants et d'augmenter la fraction volumique en solide de la solution. Pour tous ces essais, la fraction volumique en solide est de 10% et le surfactant est concentré à 10%. Également, les fractions formées par ces essais peuvent être caractérisées au microscope électronique à balayage (MEB) et à la diffractométrie de rayons-x.

Lors des expériences en laboratoire, un agitateur mécanique est utilisé. Les surfactants mis à l'essai sont le Saratan, le Disal, le métaphosphate de sodium (MPNa) et le Tamol. Avant chaque essai, les surfactants sont dilués avec de l'eau distillée afin d'avoir une fraction volumique de 10%. De plus, avant chaque prise de mesure, une agitation mécanique du mélange a lieu pendant 30 secondes. Ensuite, l'échantillon est passé à l'ultrason de façon à briser les agglomérations s'y retrouvant. Chaque échantillon suivra la même procédure. Par ce fait, il est possible de cibler avec précision les variations au cours de l'essai. D'une façon systématique, une mesure de départ est prise à laquelle une dose de 5 mL de surfactant est ajoutée graduellement, jusqu'à l'atteinte d'un point de stabilité pour la viscosité. Les tableaux présentant ces résultats se retrouvent à l'appendice 2.1. Les tensio-actifs capables de provoquer la plus forte chute en viscosité pour un faible volume ajouté offrent le meilleur potentiel comme ajout tensio-actifs.

Les résultats présentés dans cette section démontrent que le Saratan et le métaphosphate de sodium (MpNa) sont les deux surfactants avec le plus grand pouvoir de dispersion. La stabilité de ceux-ci est également atteinte plus rapidement que les autres surfactants mis à l'essai. Toutefois, afin d'obtenir une meilleure idée du fractionnement, une caractérisation des fractions sera réalisée. Cette caractérisation comprendra une évaluation de la granulométrie, la charge de surface de la solution (Zèta) au ESA, la composition minéralogique et les changements physiques par le microscope électronique à balayage (MEB). Dans chacune des fractions décantées, un comptage de grains lourds sera présenté afin d'évaluer l'efficacité des séparations. Pour certaines fractions du système, les charges de surface ont également été mesurées pour tenter de saisir l'impact d'un fractionnement sur le Zèta initial.

8 Essais de fractionnement pour les tensio-actifs sélectionnés

Ces essais de fractionnement ont été réalisés pour évaluer les tensio-actifs sélectionnés par les mesures de la viscosité. Les couches visuellement distinctes ont été isolées du système pour être caractérisées.

Dans cette partie du présent mémoire, chacune des fractions occasionnées par l'ajout d'un surfactant mis à l'essai sera caractérisée. À la suite de cette partie, nous identifierons les surfactants envisagés pour la poursuite de l'étude.

8.1 Standard comparatif

Le standard utilisé pour ces essais est l'échantillon brut dont la fraction volumique atteint 10% en solide. Cette valeur élevée de la fraction volumique

est nécessaire afin d'avoir des variations dans les valeurs de viscosité. Aussi, la mesure de la granulométrie de l'échantillon brut est essentielle afin de vérifier le comportement ou l'enrobage d'un surfactant sur les grains. Finalement, la mesure obtenue du Zèta de l'échantillon brut permettra de voir l'effet du surfactant utilisé sur le sédiment.

Le standard comparatif affiche une valeur granulométrique de l'échantillon en volume de 15,72 microns, tandis que la valeur du Zèta est de -39,93 mV. Cette charge négative de la pulpe variera probablement avec l'ajout de surfactant anionique employé pour la séparation des phases. Enfin, la composition minéralogique de l'échantillon brut est la même que celle présentée lors de sa caractérisation.

8.2 Fractionnement avec Saratan (10%) 30 mL

Après 30 mL d'ajout, aucun changement n'est remarqué dans la granulométrie, mais plutôt dans la valeur du Zèta. Une valeur de 13,87 microns en granulométrie ainsi qu'une valeur de -101,74 mV pour le Zèta furent enregistrées. L'écart dans le Zèta provoque à la fois un changement de charge des particules et une dispersion plus importante et stable tel qu'illustré à la figure 4. Ces séparations sont très bien illustrées grâce à la photographie ci-dessous.

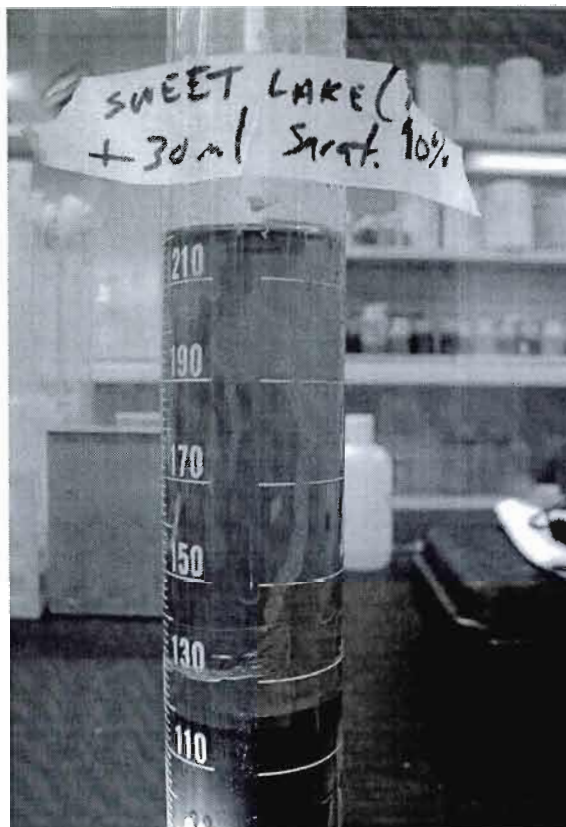


Figure 4 : Saratan 10% 30ml + sédiment (fraction volumique de 10%)

8.2.1 Saratan 30 mL : analyse à la diffractométrie de rayons-x

De façon à vérifier l'efficacité des essais en laboratoire, chacune des couches créées par la séparation est analysée. Les spectres de la couche du bas et de la couche intermédiaire diffèrent très peu. La seule distinction observée est la quantité plus élevée en pyrite dans la fraction du bas. Ceci laisserait sous entendre qu'une partie des métaux lourds serait concentrée dans cette fraction.

8.2.2 Saratan 30 mL : analyse au MEB de la couche du bas

L'analyse générale indique un pourcentage en soufre non négligeable pour la fraction du bas. Le tableau 3 représente l'analyse générale de cette

fraction et supporte l'hypothèse que la majorité des sulfures serait associés avec la fraction du bas comme le souligne les valeurs en S et Zn.

Tableau 3 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 30 mL, fraction du bas

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	73.748	58.784
Mg	Calc	0.937	1.135
K	Calc	1.202	2.342
Al	Calc	4.188	5.629
Si	Calc	12.968	18.148
S	Calc	2.958	4.725
Ca	Calc	2.628	5.247
Fe	Calc	1.001	2.786
Zn	Calc	0.370	1.204

8.2.3 Analyse des grains

Après comptage, 32 grains possédaient un poids spécifique plus élevé (particules lourdes en rétro-diffusion). Ce comptage est présenté à l'appendice 2.2. La majorité de ces grains consiste en de la pyrite. Un seul grain de plomb fut identifié. Il est également possible d'observer que ces grains de pyrite forment des framboïdes. Toutefois, ces grappes de grains de pyrite sont secondaires au gisement et se sont formées sous les conditions du lac. Cela est démontré dans le mémoire de M. Daniel Robert et représenté à la figure 6. Pour sa part, le grain de plomb est assez sphérique et fait environ 0,5 micron de diamètre. Finalement, comme présenté à la figure 5, ces grains semblent accolés à une matrice plutôt siliceuse possiblement d'argile.



Figure 5 : grains de plomb accolés à une matrice siliceuse

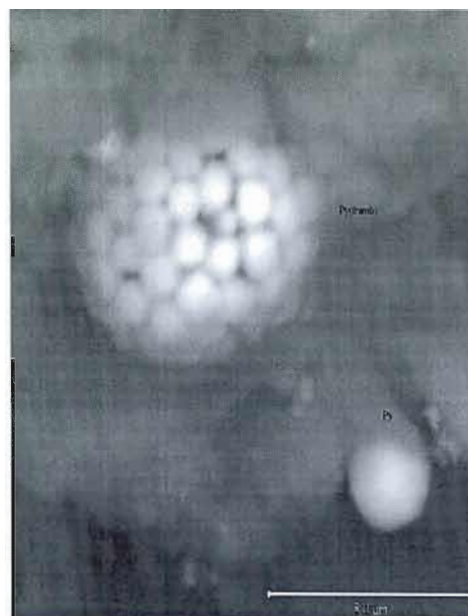


Figure 6 : framboïdes

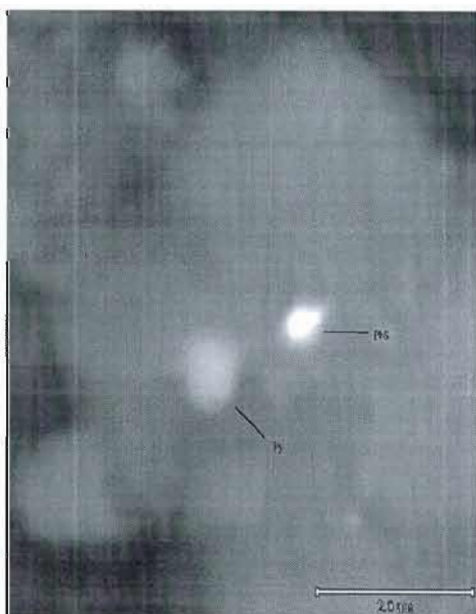


Figure 7 : grain de plomb et de pyrite

8.2.4 Saratan 30 mL : couche intermédiaire

Comme indiqué en 8.2.1, les rayons X n'ont pas indiqué de différences majeures entre la couche intermédiaire et celle du bas. Par contre, au microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse semi quantitative du système de dispersion indique certaines différences chimiques.

Dans cette nouvelle fraction, le pourcentage de soufre s'avère un peu moins élevé pour cette fraction. Ensuite, la concentration du fer (Fe), de l'aluminium (Al) et du potassium (K) chute dans cette couche et le pourcentage de zinc (Zn) est légèrement plus bas. Par contre, la concentration du calcium (Ca) a presque doublé.

Tableau 4 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 30 mL, fraction intermédiaire

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	68.173	51.786
Mg	Calc	0.890	1.027
K	Calc	0.558	1.036
Al	Calc	0.634	0.813
Si	Calc	1.503	2.005
S	Calc	15.426	3.484
Ca	Calc	5.775	10.989
Fe	Calc	0.341	0.905
Zn	Calc	0.319	0.991

8.2.5 Analyse des grains

Tout d'abord, comme présenté à l'appendice 2.2, 91 grains lourds sont comptés dans cette fraction. Parmi ces grains, on retrouve principalement de la pyrite de même qu'un ou deux grains de sphalérite (ZnS). Ces résultats ne

concordent pas avec les analyses du MEB précédentes qui indiquaient une diminution en Fe et S, tandis que le comptage indique plus de grains visibles de pyrite. Les grains de pyrite sont libres et séparés les uns des autres, comparativement à la fraction du bas. Pour ce qui est de la sphalérite, elle est de dimension plus grande que la pyrite, mais ses grains sont emprisonnés dans la matrice de l'échantillon. La figure 8 démontre bien que la dispersion n'est pas totalement efficace.

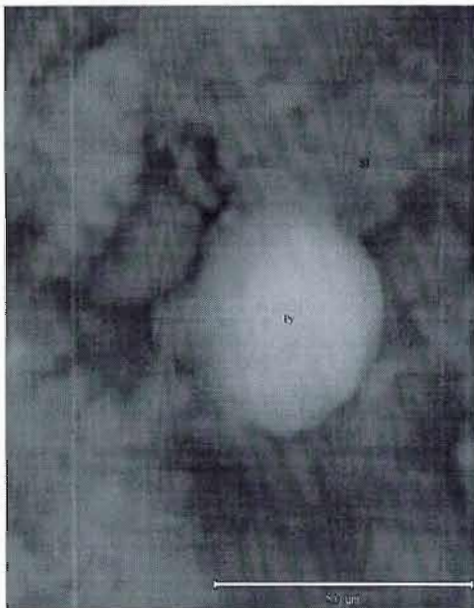


Figure 8 : grain de pyrite accolé à une matrice siliceuse

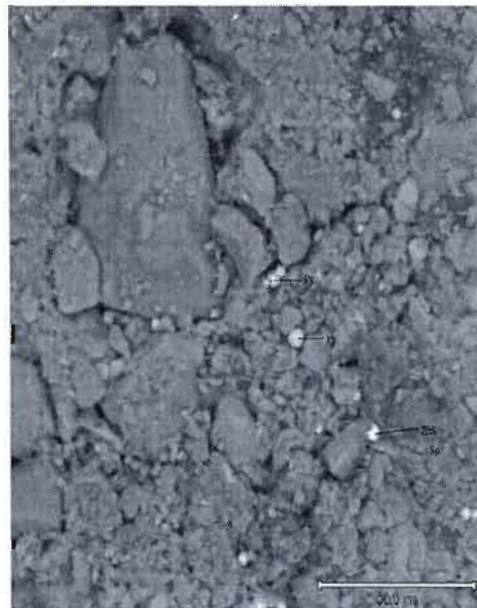


Figure 9 : représentation générale des grains de pyrite et de sphalérite

Nous sommes donc en présence d'un problème de dispersion et le surfactant n'agit pas sur tous les grains de cette fraction.

8.3 Fractionnement avec Saratan (10%) 60 mL

En augmentant la dose à 60 mL de Saratan, des changements significatifs du Zèta sont encore une fois notables. Malgré que la granulométrie demeure sensiblement identique à 14,86 microns, le Zèta est

diminué à -58,47 mV. Par le biais de la caméra intégrée dans le granulomètre au laser, une brisure dans les couches formant l'enrobage des particules est observable. Par ce fait, les particules sont saturées de surfactant et cela limite la formation de couches supplémentaires autour de ces particules. Ainsi, malgré cette saturation possible, nous avons noté un fractionnement. En effet, la fraction du bas contient un sédiment plus foncé, une couche intermédiaire de couleur brune et une suspension brun clair.

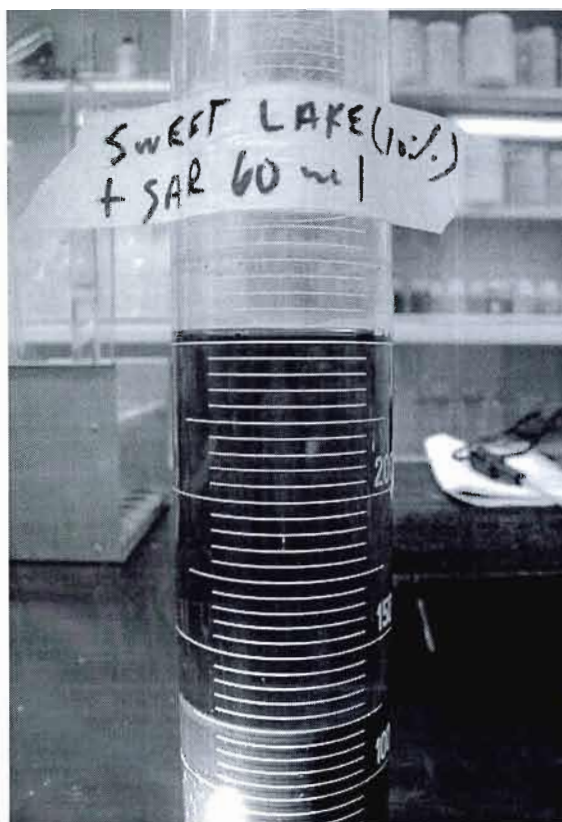


Figure 10 : Saratan 10% 60 ml + sédiment (fraction volumique 10%)

8.3.1 Saratan 60 mL : analyse minéralogique à la diffractométrie de rayons-x

En regardant le spectre de la diffractométrie de rayons-x, une très légère différence est observable entre la fraction intermédiaire et la fraction du bas. Le diffractogramme est présenté à l'appendice 2.3. L'intensité des

pics de diffraction pour la pyrite et du microcline indiquent une grande quantité de pyrite et de microcline dans la fraction du bas.

8.3.2 Saratan 60 mL : analyse au MEB de la fraction du bas

Le tableau 5 permet de constater que le pourcentage de silice et de soufre est plus élevé dans cette fraction de l'échantillon. De ce fait, les grains de pyrite se concentrent majoritairement dans cette fraction. L'analyse des grains confirmera donc cette présence.

Tableau 5 : analyse au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai Saratan 60 mL, fraction du bas

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	74.871	59.855
Na	Calc	1.555	1.787
Mg	Calc	0.796	0.966
K	Calc	1.137	2.221
Al	Calc	3.761	5.070
Si	Calc	11.466	16.093
S	Calc	1.839	2.947
Ca	Calc	2.394	4.795
Fe	Calc	1.368	3.819
Zn	Calc	0.575	1.879

8.3.3 Analyse des grains

Les résultats obtenus en laboratoire et présentés à l'appendice 2.2 comptent 153 grains lourds. Cette quantité est plus importante que celle présente lors des essais réalisés jusqu'à maintenant. Les images présentées ci-dessous démontrent certains grains lourds de plomb dans une matrice mixte, des grains de pyrite primaire de dimension plus élevée, des oxydes de

fer, des grains de zircon et des grains de FeTi. Les grains de plomb mesurent environ 1 micron et sont de densité élevée. Quant à eux, les grains de pyrite mesurant jusqu'à 5 microns, sont formés naturellement et ne proviennent pas de la contamination du lac. Ils demeurent libres alors que les grains de plomb s'accrochent à une matrice.

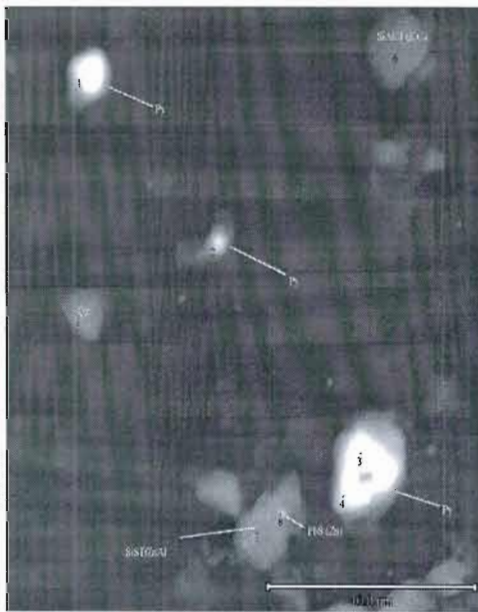


Figure 11: grains de pyrite libres et de plomb dans une matrice

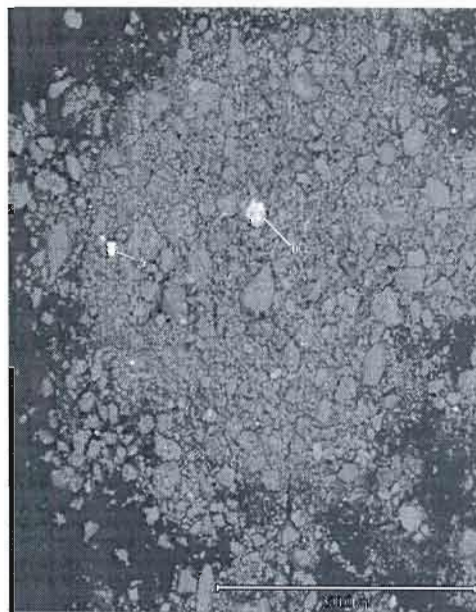


Figure 12: grains de TiFe et de Zr

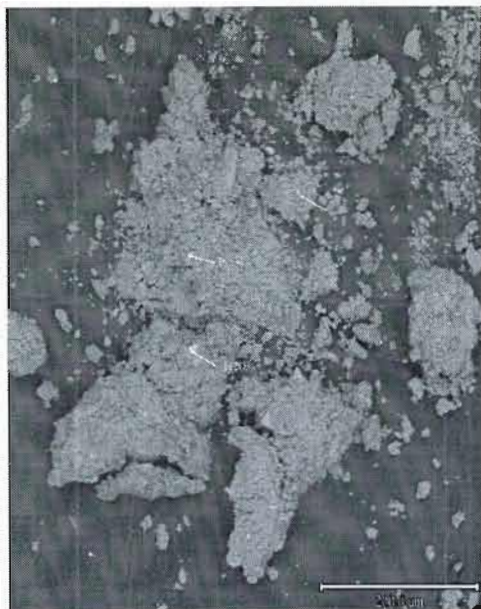


Figure 13: grains de pyrite et d'oxyde de fer

8.3.4 Saratan 60 mL : analyse au MEB de la couche intermédiaire

Cet fraction comporte une quantité considérable de quartz. Les grains lourds dans cet fraction sont difficilement détectables. Ceux-ci sont incorporés dans la matrice.

8.3.5 Analyse des grains

De façon significative, cette analyse confirme une présence moindre de grains lourds dans la fraction du bas. Par l'appendice 2.2, cette couche intermédiaire compte seulement 38 grains lourds. La majorité de ceux-ci constitue des grains de pyrite. Un seul grain de plomb est détectable dans cet échantillon. Comme le démontre la figure 14, celui-ci semble incorporé dans la matrice. Il faudrait dans ce cas-ci obtenir une meilleure dispersion des grains. Cette disposition s'avère particulière puisque généralement, le grain de plomb est libre de la matrice. Les images suivantes témoignent de cette distribution.

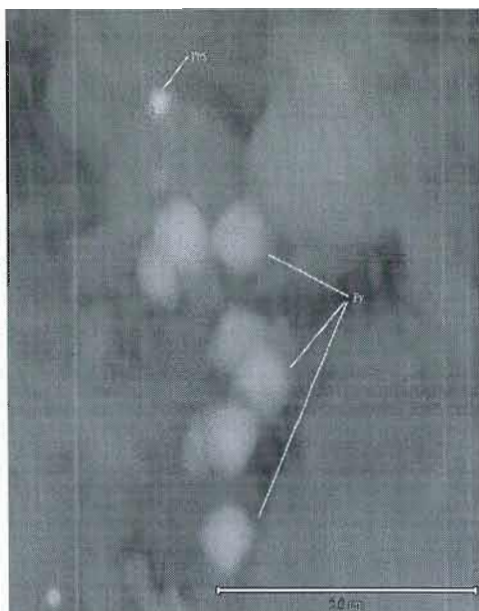


Figure 14: petit grain de plomb et quelques grains de pyrite

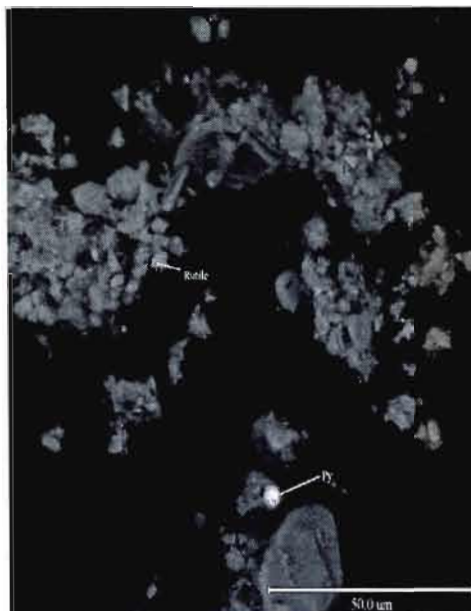


Figure 15: grain de rutile et de pyrite

8.4 Fractionnement avec un autre tensio-actif (MPNa (10%) 30 mL)

L'ajout du MPNa à une concentration de 10% aura un effet significatif sur l'échantillon brut du départ. Ce surfactant ne possède pas le même pouvoir agissant sur les grains, ce qui risque fort d'entraîner une séparation différente des phases. Un ajout de 30 mL de surfactant à l'échantillon brut provoque un changement dans la granulométrie en volume des particules. Par cet ajout, la granulométrie moyenne atteint 18,85 microns, ce qui signifie qu'au cours des manipulations, l'enrobage sur les particules s'avère efficace. En relation avec cette granulométrie, le Zèta s'abaisse à -117,34 mV. Ce surfactant anionique, tout comme le Saratan, réduit la mesure du Zèta après l'ajout d'une telle dose. Étant donné la forte dose de surfactant dans le granulomètre au laser, la prise de mesure de la taille des particules fut très ardue.

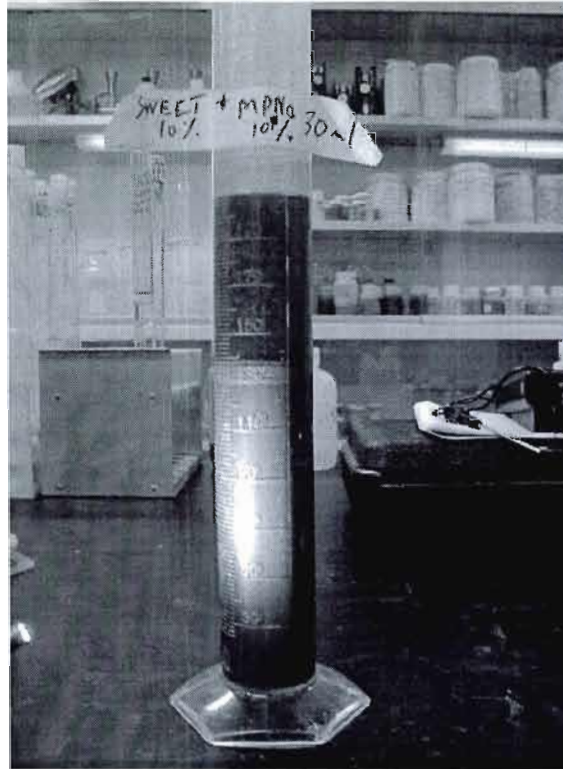


Figure 16 : MPNa 10% 30 ml + sédiment (fraction volumique de 10%)

8.4.1 MPNa 30 mL : analyse à la diffractométrie de rayons-x

L'analyse des spectres démontre une similarité entre la fraction intermédiaire et la couche du bas. Cela est présenté à l'appendice 2.4. Elles contiennent toutes deux des minéraux de microcline, d'albite, de clinochlore et de muscovite. Dans chacun des cas, les minéraux dominants sont le quartz et la pyrite. Une quantité non négligeable de calcite, d'albite et de microcline se retrouve également dans ces fractions. La fraction en suspension renferme davantage de phyllosilicates (clinochlore et muscovite). Ceux-ci ne sont cependant pas concentrés, étant donné la présence d'autres minéraux.

8.4.2 MPNa 30 mL : analyse au MEB de la couche du bas

L'analyse générale au MEB indique un pourcentage considérable de silice et d'aluminium. La valeur du soufre s'élève à 5,4%. Ci-après, l'analyse des grains présentera la répartition de ce pourcentage non négligeable en soufre.

Tableau 6 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 30 mL, fraction du bas

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	73.313	58.780
Na	Calc	2.646	3.048
Mg	Calc	0.837	1.019
K	Calc	1.197	2.345
Al	Calc	4.134	5.590
Si	Calc	10.898	15.341
S	Calc	3.364	5.405
Ca	Calc	2.293	4.606
Fe	Calc	0.944	2.643
Zn	Calc	0.373	1.222



Figure 17: photographie d'une analyse générale représentant les grains lourds

8.4.3 Analyse des grains

Après comptage des grains, 7 grains lourds sont retracés dans l'échantillon, ce qui constitue une quantité inférieure à celle obtenue précédemment. Ce comptage est présenté à l'appendice 2.2. Parmi ces grains se retrouvent la pyrite, la sphalérite, l'ilménite et un grain de zircon. L'image qui suit représente la forme de déposition de ces grains.



Figure 18 : grains lourds

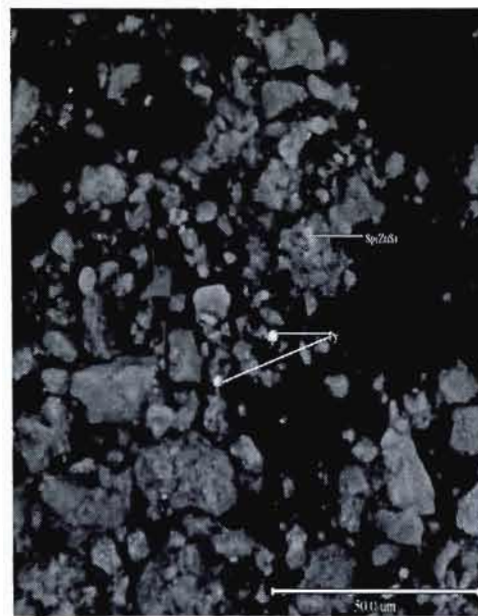


Figure 19 : détails de la pyrite et de la sphalérite

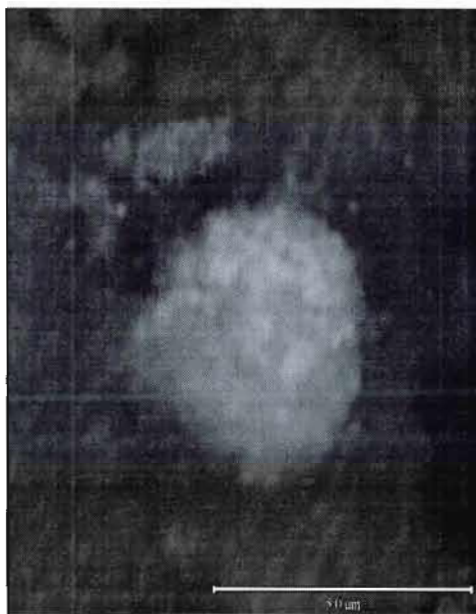


Figure 20 : agglomération de grains de pyrite

Ces grains de pyrite sont toujours sphériques et séparés de la matrice. Toutefois, la figure 20 révèle une agglomération importante de plusieurs

grains de pyrite. Cela vient de son milieu primaire et non de la contamination. Pour sa part, la sphalérite est de dimension plus grande que la pyrite, mais ses grains demeurent emprisonnés dans la matrice de l'échantillon. Afin d'obtenir une représentation efficace des grains, il serait nécessaire d'envisager une meilleure dispersion des grains avant l'application du surfactant.

8.4.4 MPNa 30 mL : analyse au MEB de la fraction intermédiaire

L'utilisation du microscope électronique à balayage (MEB) dévoile les quantités d'éléments représentés par cette fraction. Des concentrations majeures sont notées en silice, phosphore, calcium et potassium. Une présence marquée de zinc, de soufre et de fer est visible dans cette analyse. La probabilité de retrouver des grains lourds de pyrite et de sphalérite dans cet échantillon s'avère élevée.

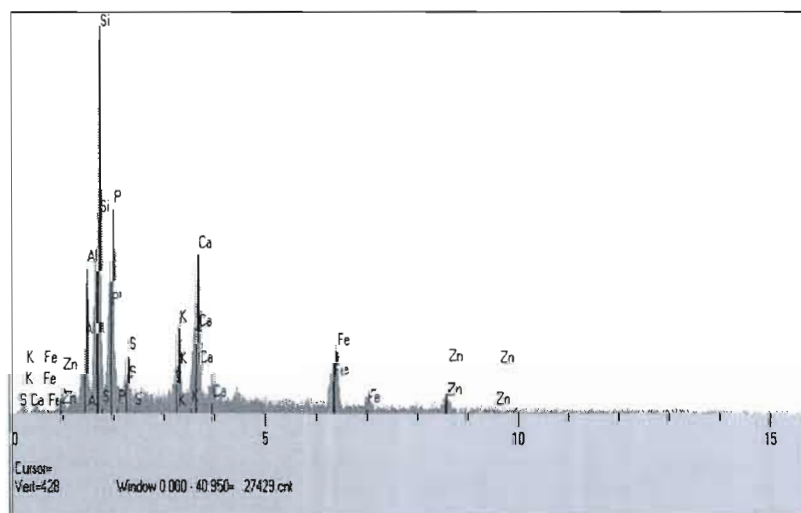


Figure 21 : analyse générale de l'échantillon lors d'un ajout de 30 mL de MPNa

Tableau 7 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 30 mL, fraction intermédiaire

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	71.376	54.732
P	Calc	4.783	7.101
K	Calc	1.465	2.745
Al	Calc	5.268	6.812
Si	Calc	10.024	13.496
S	Calc	1.361	2.091
Ca	Calc	3.444	6.615
Fe	Calc	1.606	4.298
Zn	Calc	0.673	2.109

8.4.5 Analyse des grains

En référence à l'appendice 2.2, cet échantillon comporte 68 grains lourds. Parmi ceux-ci, des grains de plomb s'accrochent à une matrice formée de silice et d'aluminium. Également, des grains de pyrite toujours sphériques et mesurant environ 1 micron de diamètre sont présents. Ces grains semblent décollés de la matrice, comparativement aux grains de plomb. Finalement, des plaques d'ilménite se retrouvent dans cette partie de l'échantillon.

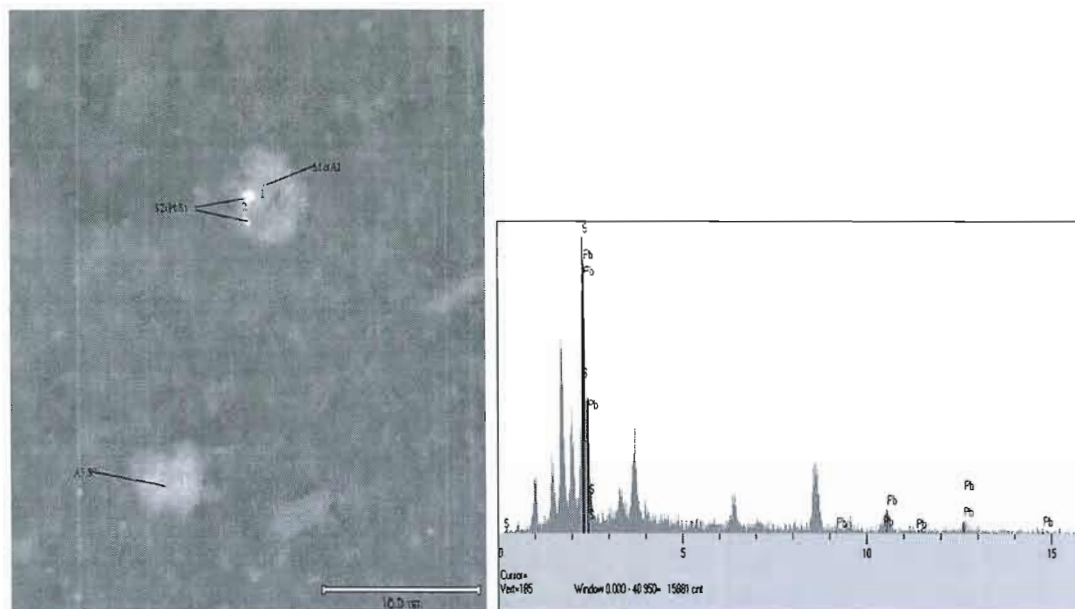


Figure 22 : représentation des grains de pyrite dans une matrice de silice et d'aluminium

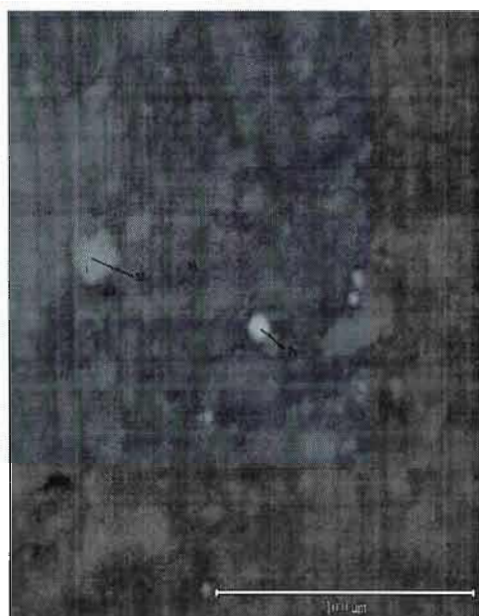


Figure 23 : plaque d'Ilménite et de soufre

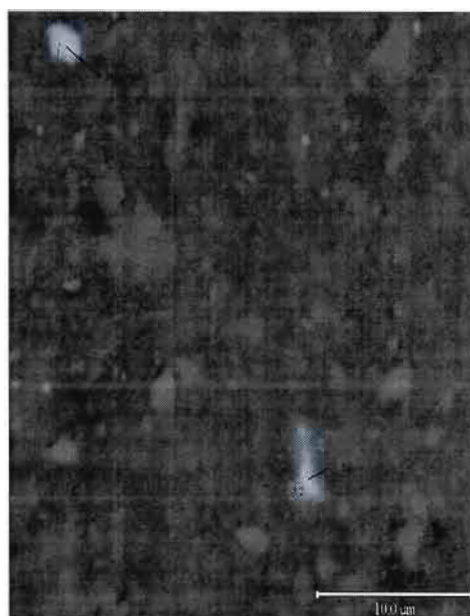


Figure 24 : grain de pyrite de faible diamètre et plaque de soufre

8.5 Fractionnement avec un autre tensio-actif (MPNa (10%) 60 mL)

En doublant l'ajout de MPNa, la hauteur des fractions varie. Comme démontré à la figure 25 de cette section, une fraction intermédiaire de grande dimension est formée et possède une texture particulière, découlant de l'ajout de MPNa en grande quantité. La prise de mesure de la taille des particules fut très difficile puisque la forte concentration de ce surfactant dans la solution complique la lecture de l'appareil. D'une manière approximative, la granulométrie se situe à 16 microns, ce qui est légèrement plus bas que la valeur de l'essai précédent, où 30 mL de ce surfactant étaient utilisés. Cette baisse granulométrique serait attribuée à un enrobage fractionné du surfactant sur les particules. En relation avec ces changements granulométriques, la valeur du Zèta de la solution est augmentée de sorte qu'elle atteigne une valeur de -88,10 mV.

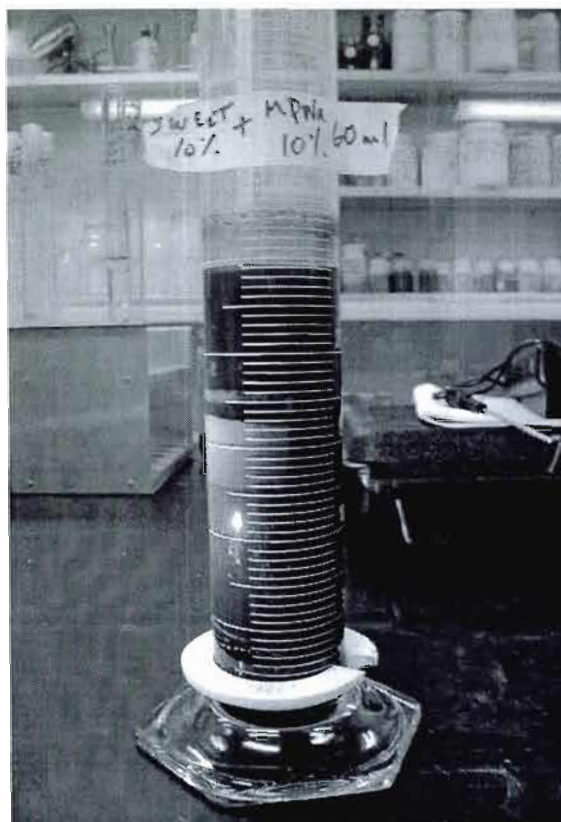


Figure 25 : MPNa (10%) + sédiment (fraction volumique de 2%)

8.5.1 MPNa 60 mL : analyse à la diffractométrie de rayons-x

L'analyse des fractions à la diffractométrie des rayons-x n'a pu être effectuée. La présence d'une trop grande quantité de métaphosphate de sodium (MPNa) empêche une distribution minéralogique représentative, dû à un bruit de fond dans le spectre.

8.5.2 MPNa 60 mL : analyse au MEB de la couche du bas

L'analyse générale de cet échantillon diffère de l'échantillon précédent. Celui-ci possède un pourcentage de silice nettement plus élevé ainsi qu'un pourcentage en soufre plus bas. Toutefois, la quantité d'aluminium demeure sensiblement la même.

Tableau 8 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de l'essai MPNa 60 mL, fraction du bas

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	73.187	58.227
Na	Calc	3.642	4.164
Mg	Calc	0.571	0.691
P	Calc	1.655	2.550
K	Calc	1.098	2.135
Al	Calc	3.490	4.683
Si	Calc	10.439	14.581
S	Calc	1.447	2.307
Ca	Calc	2.444	4.870
Ti	Calc	0.210	0.499
Fe	Calc	1.606	4.298
Zn	Calc	0.673	2.109

8.5.3 Analyse des grains

L'analyse des grains au microscope électronique à balayage (MEB) révèle des différences avec l'échantillon précédent. Bien que la sphalérite et la pyrite demeurent présentes sous la même forme, des oxydes de fer et du plomb s'ajoutent à cette fraction. Les grains de plomb sont sphériques et d'une densité très élevée. Quant aux oxydes de fer, ils sont sphériques et d'une densité comparable à celle de la pyrite. La dimension des grains

d'oxyde et celle de la pyrite se ressemblent beaucoup. Cette dimension varie entre 2 et 3 microns. Toutefois, les grains de plomb sont plus petits, ne dépassant pas 1 micron de diamètre. Voici quelques images représentant ces caractéristiques:

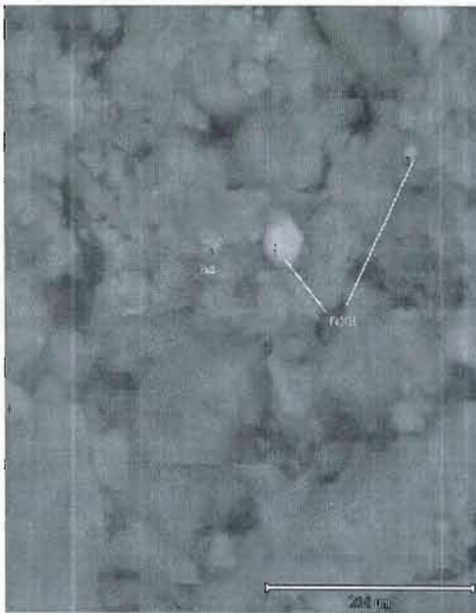


Figure 26 : représentation des oxydes de fer et de la sphalérite

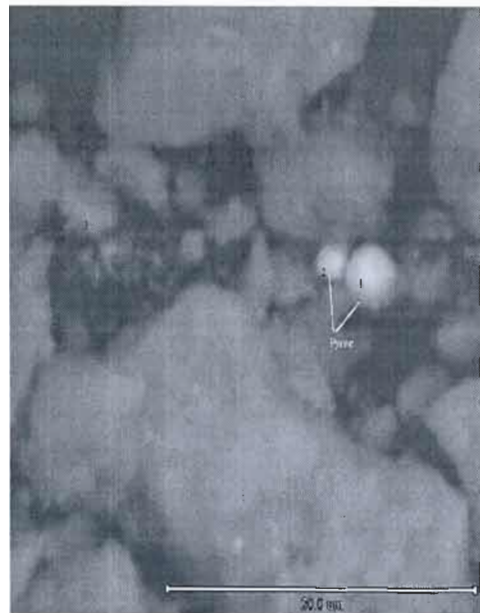


Figure 27 : forme et dimension des grains de pyrite

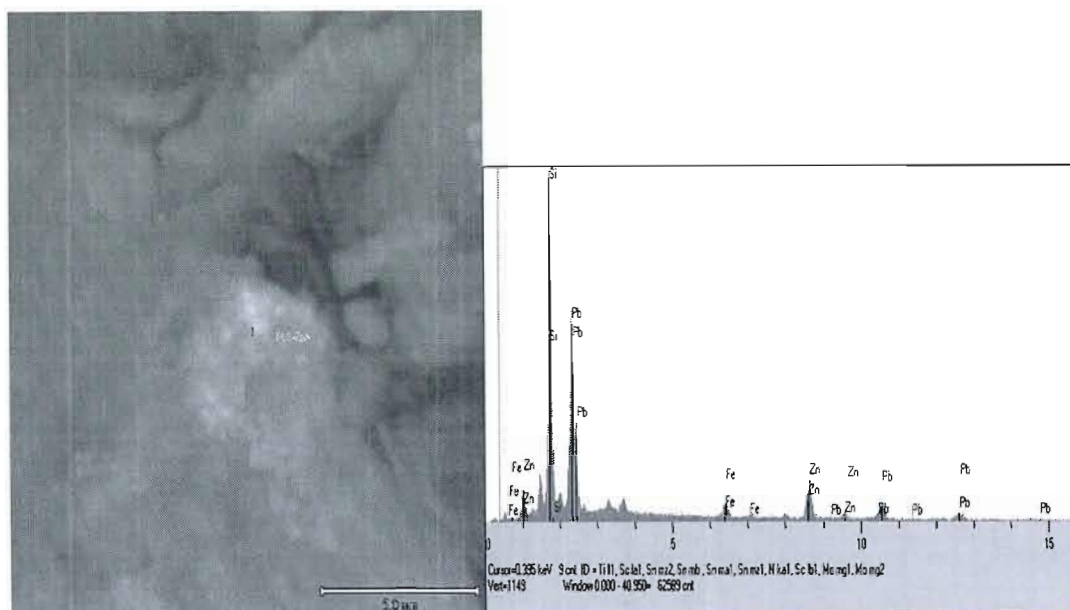


Figure 28: grains de plomb mélangés avec de la sphalérite (ZnS) Spectre de de la figure 28

8.5.4 MPNa 60 mL : analyse au MEB de la fraction intermédiaire

Ces fractions décantées n'ont pu être analysées au microscope électronique à balayage (MEB). L'utilisation d'une quantité trop grande de ce surfactant forme une couche à la surface de l'échantillon et empêche une analyse par cet appareil. Malgré plusieurs tentatives de séparation, ce surfactant reste accolé à la surface des particules.

8.6 **Fractionnement avec un autre tensio-actif (Disal 10%)**

Dans ce cas-ci, le Disal est aussi un surfactant non-ionique avec une intensité plus forte que les surfactants antérieurs. En gardant exactement les mêmes concentrations, soit une pulpe de 10% en fraction volumique et une concentration de 10% du surfactant, de nouveaux résultats sont observables. Étonnamment, un surnageant très foncé forme la couche en suspension. Après un ajout de 30 mL et de 60 mL de Disal, aucune séparation n'est observée. L'observation de la couleur du surnageant mène à penser que la majeure

partie du surfactant se retrouve dans la partie du haut et n'affecte donc pas les particules du bas. Une augmentation de la taille des grains s'effectue après l'ajout de 30 mL de Disal. La granulométrie passe donc de 15,72 microns à l'état brut à 19,75 microns. Du même fait, le Zèta de la solution diminue, passant de -39,93 mV à -120,87 mV. Toutefois, après 60 mL d'ajout, la taille des particules est réduite à 16,16 microns. Après un ajout de 60 mL de Disal, le Zèta diminue à -143,30 mV, contrairement aux résultats obtenus avec les surfactants précédents.

À de telles concentrations, les objectifs fixés au départ sont inatteignables. Afin que ce surfactant soit applicable au sédiment, il faudrait diminuer la concentration du surfactant. Ce faisant, plusieurs essais en laboratoire seraient nécessaires afin de trouver une concentration adéquate pour son application.

8.7 Fractionnement avec un autre tensio-actif (Tamol 10%)

Enfin, un surfactant de composition très différente est mis à l'essai. En conservant les mêmes paramètres, une dose graduelle de Tamol est appliquée sur le sédiment. Après un ajout de 30 mL, les grains augmentent en taille. La granulométrie passe donc de 15,72 microns à 16,60 microns. Cet ajout augmente également la valeur du Zèta de la solution. La valeur ainsi obtenue est de -29,51 mV. Après un ajout de 60 mL, la granulométrie générale demeure sensiblement la même, mais le Zèta se trouve abaissé de nouveau, atteignant une valeur de -13,48 mV. Dans ce cas-ci, la séparation des phases présentes ne s'avère pas tant efficace. En effectuant les manipulations, une mousse se forme tout en haut de la colonne de sédiment. Cette manifestation entretient le doute que la concentration du surfactant soit trop élevée pour le sédiment.

8.8 Observations visuelles VS les charges en Zèta

Parmi les surfactants agissant par un fractionnement sur l'échantillon, il y a le Saratan et le Métaphosphate de sodium (MPNa). Dans les deux cas, lorsque nous passons d'une dose de 30 ml à 60 ml, la valeur du Zèta diminue largement.

Pour le Saratan, ce changement impliquera une suspension beaucoup plus foncée. Cette observation démontre qu'en utilisant 60 ml de Saratan, l'échantillon est saturé du surfactant. Le surfactant forme la majeure partie du surnageant.

De son côté, l'application du Métaphosphate de sodium (MPNa) démontre un fractionnement de l'échantillon, mais même avec seulement un ajout de 30 ml de ce surfactant, l'échantillon est saturé et un surnageant se forme. Le surnageant est également formé principalement de ce surfactant.

8.9 Discussion des résultats

Tout d'abord, les résultats obtenus au cours de la présente étude relatent l'efficacité de chacun de ces surfactants sur l'échantillon du lac Susersee. Le but ultime des essais étant d'obtenir la meilleure séparation de phases possible, le Saratan constituera désormais le tensio-actif le plus efficace et le plus stable lors de ces essais. Il est possible de varier la concentration afin d'obtenir une séparation efficace. La vitesse de variation des valeurs n'est pas la même d'un surfactant anionique à l'autre. Pour ce qui est du Saratan, une variation constante et moins rapide est observée au départ, comparativement au MPNa qui, après seulement 5 mL d'ajout, en voit sa viscosité de départ diminuer de moitié.

Également, ces résultats démontrent qu'il est possible de corréler les observations macroscopiques, la valeur du Zèta et le nombre de grains lourds présents dans chacune des fractions formées par l'ajout de surfactant. En général, pour les surfactants envisageables, lorsque ceux-ci sont employés à plus faible dose, la valeur du Zèta diminue considérablement, ce qui engendre une meilleure séparation des grains lourds de la matrice.

Ensuite, lors de l'ajout de surfactant, même à de fortes concentrations, la granulométrie de l'échantillon n'est presque pas affectée, mais cela change le fractionnement de l'échantillon. Pour le Saratan et le métaphosphate de sodium (MpNa), lorsque nous passons de 30 mL à 60 mL de surfactant, il se forme une suspension plus foncée. Cela suggère que l'échantillon exposé est saturé de surfactant et se concentre plutôt dans le surnageant.

Finalement, dans les prochaines manipulations, il sera intéressant de vérifier l'efficacité et la stabilité du Saratan sur le même échantillon lorsqu'il est employé à une plus faible concentration ou en une moins grande quantité.

9 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Ces prochains essais seront effectués avec le Saratan. Il s'agit du surfactant donnant les meilleurs résultats lors de l'essai précédent. C'est dans cette présente partie du mémoire qu'on tentera d'effectuer un vrai fractionnement. La séparation de l'échantillon alors obtenue permettra de vérifier si tous les paramètres sont bien appliqués.

9.1 Préparation de l'échantillon

Un échantillon brut avec une fraction volumique de 2% en solide, fut mélangé avec 12 mL de Saratan concentré à 1%. Cette faible concentration en solide a été sélectionnée afin d'engendrer une meilleure dispersion et un fractionnement des phases. Après une agitation mécanique vigoureuse, le mélange a décanté pendant deux semaines afin de maximiser le nombre de couches et leurs délimitations. Ce temps de décantation est nécessaire afin de permettre une stabilisation des fractions. L'image à la figure 29 montre la séparation obtenue par les essais en laboratoire.

9.2 Résultats du fractionnement

Le fractionnement obtenu sous les conditions énumérées ci-dessus se solde par un fractionnement en 5 couches. Visuellement, il y a présence de deux couches en suspension, deux couches intermédiaires et d'une couche de fond. En examinant la colonne de haut en bas, nous remarquons une suspension claire, suivi d'une suspension foncée de plus grande dimension. Ensuite, une faible couche intermédiaire de couleur très foncée d'une épaisseur de seulement 4 millimètres est formée et située juste en dessous, nous notons l'autre couche intermédiaire de couleur plus pâle et d'une épaisseur de 10 millimètres. Finalement, la fraction du bas est brun foncé et de grande dimension. Chacune de ces fractions a été caractérisée en détail de façon à vérifier l'efficacité du fractionnement.

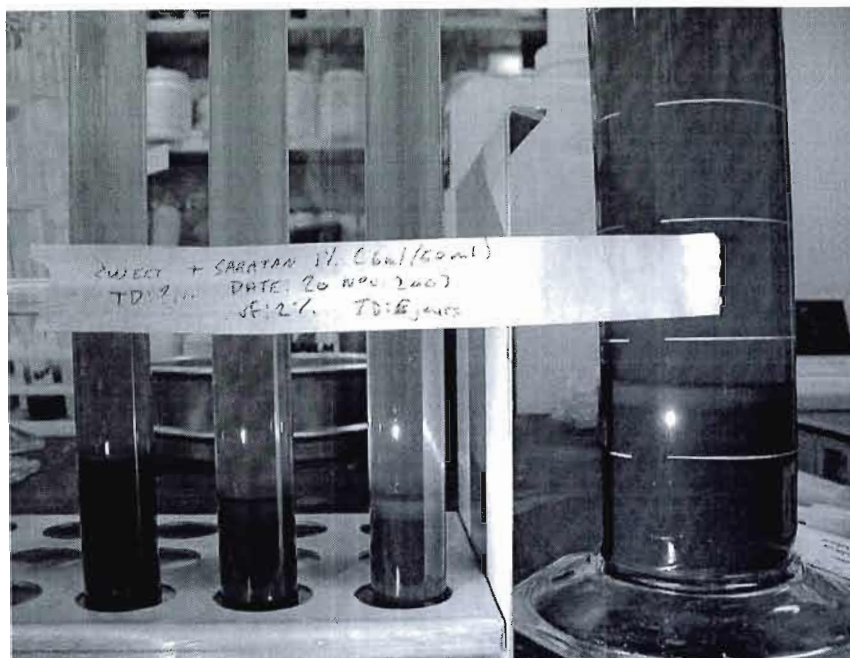


Figure 29 : Photographie de la 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

9.3 Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)

9.3.1 Fractions en suspension

La caractérisation à la diffractométrie de rayons-x révèle une distribution minéralogique semblable entre les deux couches en suspension. Cela est présenté à l'appendice 3.1. Ces couches comportent des phyllosilicates et du quartz dans des proportions identiques. Le pic du quartz est légèrement plus élevé que ceux des phyllosilicates. Les deux phyllosilicates présents sont la clinochlore et la muscovite. Les autres minéraux présents dans l'échantillon brut ne se retrouvent pas dans ces couches en suspension. Bref, les deux couches en suspension présentent les mêmes minéraux dans des proportions variables, mais confirment une séparation efficace des phyllosilicates.

9.3.2 Fractions intermédiaires

D'un point de vue minéralogique, comme démontré à l'appendice 3.2, ces fractions ont une composition différente de celles en suspension. Ces changements seront déterminants dans la séparation des phases présentes dans l'échantillon. Celles-ci comportent toujours des phyllosilicates, mais en moins grande quantité. Également, plusieurs autres minéraux font leur apparition. La présence de bassanite, de calcite, de microcline, d'inoïte et d'albite est remarquée. Pour la première fois, les pics de bassanite ressortent très bien à la diffractométrie de rayons-x. L'intensité des pics de bassanite n'est pas négligeable pour ces fractions. Toutefois, cette intensité des pics de la bassanite diminue dans la quatrième couche, soit la deuxième couche intermédiaire faisant 10 millimètres d'épaisseur. Aussi, dans la troisième couche, l'inoïte fait son apparition pour atteindre son sommet dans la quatrième couche.

9.3.3 Fraction du bas

L'appendice 3.3 démontre que la dernière couche comprend tous les minéraux énumérés précédemment, sauf la bassanite et l'oxyde de calcium. Cela suggère que la séparation est partielle et n'est pas optimisée. En plus, selon les spectres, la présence de pyrite est ajoutée dans cette fraction. Comparativement aux autres fractions, les pics de pyrite sont bien représentés dans cette fraction. Par ces pics, nous pensons retrouver des grains de pyrite lors de l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB).

9.4 Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)

9.4.1 Fractions en suspension

Étant donné la granulométrie très fine des particules dans ces deux couches, il est impossible d'obtenir une valeur exacte par le granulomètre au laser. Par extrapolation, une valeur moyenne en volume de 3,5 microns a été donnée aux particules. Cette estimation fut nécessaire pour mesurer la valeur du potentiel Zèta de la solution.

9.4.2 Fractions intermédiaires

La première fraction intermédiaire, soit celle en dessous des deux fractions en suspension, indique selon l'appendice 3.4, une valeur moyenne en volume de 4,40 microns. Bien que la distribution graphique soit bimodale, la plupart des particules se situent entre 1 et 10 microns. La valeur moyenne de la taille de ces particules demeure toutefois faible, comparativement aux attentes initiales.

La seconde fraction intermédiaire, pour sa part, a une valeur plus élevée en se référant à la valeur donnée à l'appendice 3.5, soit de 12,53 microns en volume. Quant à sa distribution, elle est unimodale et les particules la composant se situent principalement entre 10 et 20 microns. Dû à une granulométrie plus élevée, cette fraction s'est formée en premier.

9.4.3 Fraction du bas

En analysant la fraction du bas, une granulométrie moyenne de 22,96 microns en volume fut présentée à l'appendice 3.6. À l'aide du graphique, la présence de deux groupes de particules est remarquée : un groupe de particules ressemblant aux couches intermédiaires et un autre groupe dont la granulométrie peut aller jusqu'à 80 microns.

9.5 Analyse du Zèta au « Electrokinetic Sonic Amplitude» ESA

La mesure de cette valeur peut varier d'une fraction à une autre. Normalement, l'argile a une valeur négative et le surfactant employé également. Donc, nous envisageons des valeurs plus négatives pour les fractions comportant davantage d'argile. La valeur obtenue par l'analyse est fonction de la granulométrie, du pH, de la conductivité de la solution et de la température.

Tout d'abord, en ce qui concerne la première fraction en suspension, une valeur de 35,96 mV est notée, en utilisant une granulométrie de 3,5 microns en volume. En ce qui a trait à la seconde fraction en suspension, la valeur obtenue est de 10,11 mV, pour une même granulométrie.

Ensuite, de façon à fournir suffisamment d'échantillons à l'appareil pour l'analyse, les deux fractions intermédiaires sont regroupées. En relation avec une granulométrie de 12,53 microns en volume, le Zèta obtenu est de -167,98 mV. À cette étape, par l'ajout du surfactant, un changement de phase dans l'échantillon brut du départ est envisageable.

Enfin, la partie du bas, par sa granulométrie plus élevée de 22,96 microns en volume, démontre une valeur de -78,97 mV.

9.6 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

9.6.1 Fraction en suspension claire

L'analyse de cette fraction au microscope électronique à balayage (MEB) indique de faibles valeurs pour ces éléments comparativement aux autres fractions. L'analyse des grains tentera de déterminer une contamination quelconque.

Tableau 9 : analyse générale de la suspension claire au microscope électronique à balayage (MEB), 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc,
O	Calc	75.395	61.665
Mg	Calc	0.507	0.630
Na	Calc	1.598	1.878
Al	Calc	4.060	5.600
Si	Calc	13.059	18.752
S	Calc	2.232	3.822
Ca	Calc	1.668	3.417
Fe	Calc	0.788	2.249
Zn	Calc	0.595	1.988

9.6.2 Analyse des grains

La suspension claire relate une faible quantité de grains lourds. Seulement quatre ou cinq grains de pyrite (FeS) sont observés dans cette fraction. Pour ce qui est du zinc (Zn), il est associé au soufre. Toutefois, à cause de la faible présence de sphalérite (ZnS), ce minéral n'est pas détecté au microscope électronique à balayage (MEB).

9.6.3 Fraction en suspension foncée

Tout comme la suspension claire, cette fraction ne représente pas des taux élevés de ces éléments. De légères augmentations se présentent pour la quantité de soufre (S), de silice (Si) et de zinc (Zn). Par cette analyse, il est impossible de conclure en la présence d'une contamination majeure.

Tableau 10 : analyse générale de la suspension foncée au microscope électronique à balayage (MEB), 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	71.850	56.228
Na	Calc	0.656	0.737
Mg	Calc	0.798	0.949
Al	Calc	6.115	8.122
Si	Calc	12.130	16.666
S	Calc	3.097	4.857
K	Calc	1.352	2.585
Ca	Calc	1.769	3.467
Fe	Calc	1.347	3.679
Zn	Calc	0.847	2.710

9.6.4 Analyse des grains

Pour sa part, la suspension foncée montre un plus grand nombre de grains de pyrite (FeS) que la suspension claire. Toutefois, ces grains représentent les seuls grains lourds dans cette fraction.

9.6.5 Première fraction intermédiaire

Le taux de ces éléments ne se démarque pas des dernières analyses. Seulement le taux de pyrite augmente dans cette fraction. L'analyse des grains donnera plus de détails sur la contamination présente dans cette fraction.

Tableau 11 : analyse générale de la première fraction intermédiaire au microscope électronique à balayage (MEB), 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	75.312	60.567
Na	Calc	1.845	2.132
Mg	Calc	0.845	1.033
Al	Calc	4.255	5.770
Si	Calc	7.735	10.921
S	Calc	4.777	7.699
K	Calc	0.984	1.934
Ca	Calc	2.713	5.466
Fe	Calc	0.919	2.581
Zn	Calc	0.476	1.565

9.6.6 Analyse des grains

Dans cette fraction, des grains de composition BaSO₄ s'y retrouvent. Associés à ces grains, nous détectons deux ou trois grains de plomb. Cette association était également démontrée dans le mémoire de M. Daniel Robert. Toutefois, quelques grains de plomb sont libres dans cette fraction. Mis à part cette présence, davantage de grains de pyrite se retrouvent dans cette fraction.



Figure 30 : photographie et spectre de grains de plomb dans la première fraction intermédiaire, 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

9.6.7 Deuxième fraction intermédiaire

Dans cette fraction, la concentration des éléments reste faible. La quantité de soufre (S) et de zinc (Zn) diminue dans cette fraction.

Tableau 12 : analyse générale de la deuxième fraction intermédiaire au microscope électronique à balayage (MEB), 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	77.082	63.689
Na	Calc	1.900	2.256
Mg	Calc	0.985	1.237
Al	Calc	4.047	5.638
Si	Calc	9.826	14.254
S	Calc	2.405	3.983
K	Calc	0.991	2.000
Ca	Calc	1.496	3.096
Fe	Calc	0.881	2.540
Zn	Calc	0.387	1.307

9.6.8 Analyse des grains

Quelques grains de chalcoppyrite (CuFeS_2) sont détectés dans la deuxième fraction intermédiaire. Ces grains se retrouvent seulement dans

cette zone. Cela veut donc dire qu'en pratique, il serait possible d'extraire ce sulfure de cuivre selon les conditions de l'essai. Aussi, deux grains de bismuth (Bi) associés à de la sphalérite (ZnS) sont détectés dans cette fraction. Ceux-ci ont une densité très élevée, légèrement supérieure à celle du plomb (Pb).

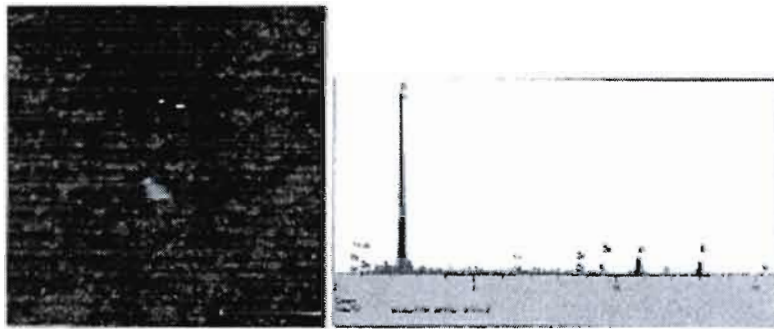


Figure 31 : photographie des grains de bismuth (Bi) dans la deuxième fraction intermédiaire, 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

9.6.9 Fraction du bas

L'analyse de cette fraction indique un taux en fer (Fe) plus élevé que la fraction précédente. Toutefois, la concentration des autres éléments reste relativement basse. L'analyse des grains démontrera sous quelle forme se présentent les grains lourds de sulfure.

Tableau 13 : analyse générale de la fraction du bas au microscope électronique à balayage (MEB), 1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	77.005	62.842
Na	Calc	1.411	1.655
Mg	Calc	0.821	1.018
Al	Calc	4.178	5.749
Si	Calc	9.897	14.180
S	Calc	1.892	3.094
K	Calc	1.091	2.176
Ca	Calc	1.835	3.751
Fe	Calc	1.118	3.384
Zn	Calc	0.541	1.804

9.6.10 Analyse des grains

Malgré un taux de soufre (S) un peu moins élevé, de nombreux grains de pyrite (FeS) se présentent dans cette fraction. D'ailleurs, c'est dans celle-ci que ces grains se retrouvent en plus grande quantité.

9.7 Discussion des résultats

Ces résultats dénotent un fractionnement de certains contaminants présents dans le sédiment. Toutefois, aucune phase n'est isolée complètement dans le sédiment. Le pouvoir agissant du surfactant permet une dispersion propre des particules entre elles. Ce faisant, la formation des fractions se produit en fonction de la granulométrie des particules sous l'influence de la gravité et non pas en fonction des phases minéralogiques. Ce fractionnement est donc partiel et non optimisé. Dans les prochaines parties de ce mémoire, nous tenterons de vérifier les paramètres affectant un fractionnement efficace du sédiment.

D'un point de vue minéralogique, deux minéraux sont isolés dans ces fractions intermédiaires. Il s'avère donc possible de séparer la bassanite et l'inyoite. Aussi, des pics de chalcopyrite de faible intensité sont notables seulement dans la quatrième, soit la deuxième fraction intermédiaire à partir du haut de la colonne de sédiment. Finalement, les couches en suspension isolent une quantité considérable de phyllosilicates. Toutefois, ceux-ci ne sont pas tout à fait isolés des autres minéraux, tel le quartz.

Ensuite, par l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB), les fractions intermédiaires semblent isoler quelques grains de plomb (Pb) et de bismuth (Bi). En majorité, ce plomb est associé à des grains de composition BaSO_4 . Cette observation fut remarquée également dans l'étude précédente de M. Daniel Robert. Pour leur part, les grains de bismuth (Bi) sont associés quelque fois avec la sphalérite (ZnS). Toutefois, ces grains sont emprisonnés dans la matrice. Cela veut donc dire que la dispersion des grains n'est pas complète dans cet essai en laboratoire. Les agglomérations devront être brisées davantage. Dernièrement, en descendant dans la colonne de sédiment, davantage de grains de pyrite (FeS) s'y retrouvent. De ce fait, la fraction du bas concentrera davantage de pyrite (FeS).

Finalement, dans un système simple, l'équation suivante s'appliquerait : $\Sigma \text{ susp } \times \text{ conc } + \text{ int. } \times \text{ conc. } + \text{ bas } \times \text{ conc.}$ Toutefois, le système n'a pas été simplifié comme espéré. Le fractionnement du Zèta n'est pas représentatif.

10 2^e tentative d'optimisation du fractionnement

Ces derniers essais réalisés en laboratoire avaient comme principal objectif de reproduire la formation de 5 couches obtenue précédemment en plus grand volume afin de permettre une caractérisation des paramètres. Le volume de la pulpe atteint 1000 mL. Dans ces essais, il est important d'avoir une agitation mécanique avec une vitesse de rotation bien établie de façon à avoir une similarité dans les manipulations en laboratoire. Également, une grosse sonde à ultrason est utilisée. Celle-ci permet de briser les agglomérations présentes dans l'échantillon. De ce fait, le tensio-actif agira sur les composantes des agglomérats. Dans cette partie, la préparation de l'échantillon et la caractérisation de ces fractions sont présentées.

10.1 Préparation de l'échantillon

La préparation de l'échantillon se fait en quatre étapes. Tout d'abord, le sédiment est amené à une fraction volumique de 2 % en solide par l'ajout d'eau distillée. Par la suite, cette pulpe est homogénéisée à l'aide d'un agitateur mécanique et permet de briser les agglomérats présents dans l'échantillon. La vitesse d'agitation est de 800 rpm et le temps d'agitation est d'une minute. Une fois cette pulpe bien mélangée, l'échantillon est également passé à l'ultrason afin de défaire les agglomérations des plus fines particules. Ensuite, l'échantillon est prêt à recevoir le surfactant (Saratan). L'addition de surfactant s'effectue à l'aide d'une pipette graduée. Dans ce cas, un ajout de 120 mL de Saratan est nécessaire pour un volume de 1000 mL. Finalement, le mélange décante pendant deux semaines avant de former 4 couches au lieu des 5 couches désirées.

10.2 Caractérisation à la diffractométrie de rayons-x

10.2.1 Fractions en suspension

Tout comme dans les essais précédents, deux fractions en suspension sont observées dans la colonne de sédiment. Nous sommes en présence d'une suspension claire et d'une suspension plus foncée. En apparence, la suspension claire, située en haut de la colonne de sédiment, est de couleur brun pâle. L'analyse minéralogique révèle la présence de phyllosilicates (muscovite et clinochlore), mais aussi de la calcite, du quartz, du microcline et un peu de pyrite. Pour sa part, la suspension foncée renferme exactement les mêmes minéraux que la fraction précédente et est de couleur brun foncé. Cela est démontré à l'appendice 4.1.

10.2.2 Fraction intermédiaire

Cette fraction isolée est d'une épaisseur de 2 cm et de couleur brun foncé. D'un point de vue minéralogique, comme présenté à l'appendice 4.2, la présence d'albite différencie cette fraction de celles en suspension. Également, l'intensité des pics de pyrite est plus élevée dans cette fraction. Malgré que tous les autres minéraux augmentent en intensité, l'intensité des phyllosilicates demeure constante.

10.2.3 Fraction du bas

Cette fraction, tout en bas de la colonne, ne se démarque pas des autres fractions. Les mêmes minéraux se présentent au spectre de l'appendice 4.3. Dans les sections suivantes, l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) tentera de cerner certaines distinctions entre les fractions.

10.3 Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)

La granulométrie des particules varie d'une fraction à une autre. La taille moyenne des particules situées dans les fractions en suspension est d'environ 3,5 microns. De son côté, selon l'appendice 4.4, la taille moyenne des particules formant la couche intermédiaire est de 10,4 microns. Finalement, l'appendice 4.5 démontre que la fraction du bas comprend des particules ayant une taille moyenne de 27,11 microns. Bref, un classement granulométrique est remarqué. Effectivement, la granulométrie des fractions joue un rôle essentiel dans l'ordre de déposition.

10.4 Analyse au « Electrokinetic Sonic Amplitude» ESA

Les charges nettes détectées dans les solutions par cet appareil permettent de vérifier tout changement de phases entre les fractions. Dans ce cas-ci, la suspension claire indique une charge de 18,46 mV selon l'appendice 4.6 et la suspension foncée, une valeur de 24,84 mV selon l'appendice 4.7. Pour sa part, la solution de la fraction intermédiaire présente une charge de -139,36 mV. Ce résultat est vérifiable à l'appendice 4.8 du présent travail. Enfin, la fraction du bas offre à l'appendice 4.9 une charge de -109,82 mV.

10.5 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

10.5.1 Suspension claire

La contamination localisée dans cette fraction est de très faible dimension. La plupart de ces particules font tout au plus un micron. Toutefois, certains grains ont une taille un peu plus grande et peuvent atteindre 4 à 5 microns. Cette fraction renferme jusqu'à environ 5 % de zinc (Zn) et 17 % de pyrite, ce qui n'est vraiment pas négligeable. Ce taux en zinc (Zn) est le plus

élevé jusqu'à maintenant. Avec de tels valeurs dans cette fraction, il devient difficile de concentrer aussi adéquatement les phyllosilicates. Du même fait, cela complique le travail lors de la séparation des phases.

Tableau 14 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la suspension claire, 2^e tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
Al	Calc	17.962	14.857
Si	Calc	36.312	31.271
P	Calc	6.747	6.407
S	Calc	17.494	17.197
K	Calc	4.451	5.335
Ca	Calc	9.911	12.178
Ti	Calc	0.529	0.776
Fe	Calc	4.243	7.265
Zn	Calc	2.352	4.713

10.5.2 Analyse des grains

L'analyse de ces grains révèle de nombreux grains lourds. Parmi ceux-ci, il existe une forte présence de pyrite (FeS) et de shalérite (ZnS). Cela confirme l'analyse générale présente auparavant. Ces grains de pyrite sont sphériques et détachés de la matrice. De leur côté, les grains de sphalérite sont emprisonnés dans la matrice, ce qui rend la séparation plus difficile. Ainsi, la forme des grains n'est pas perceptible.

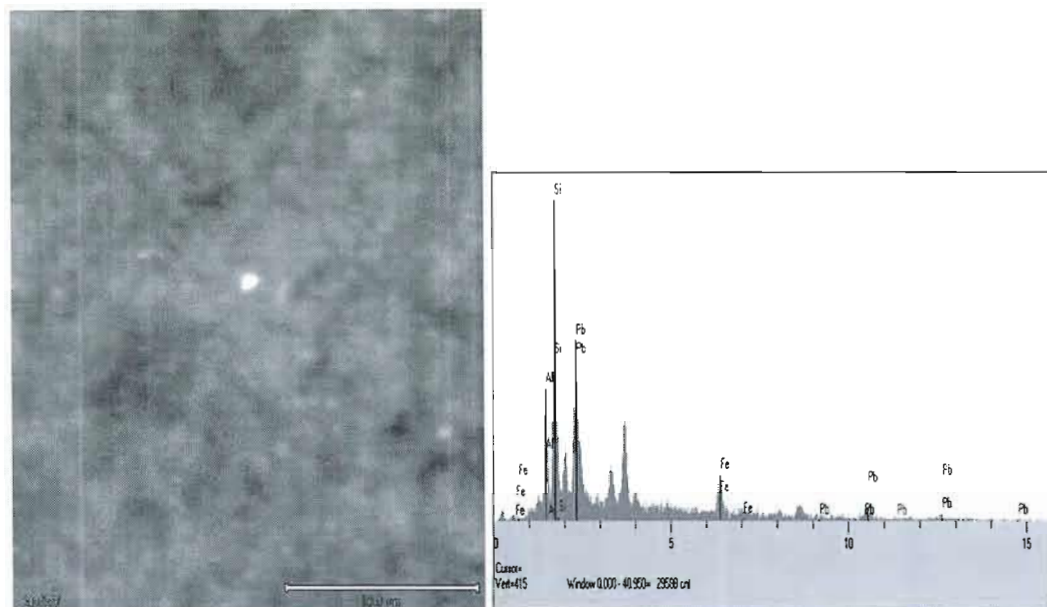


Figure 32 : grain de plomb entouré de plusieurs grains de pyrite

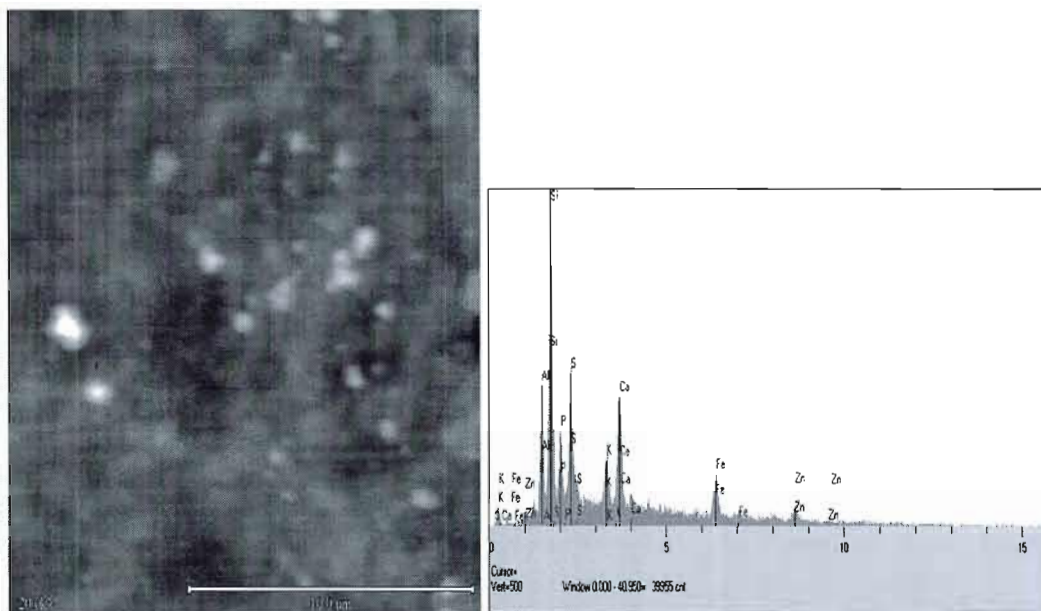


Figure 33: grains de plomb de densité élevée et amas de sphalérite et de pyrite

10.5.3 Suspension foncée

Par l'analyse générale ci-dessous, un taux de zinc (Zn) encore assez élevé est représenté. Cette valeur est légèrement plus basse que la suspension claire, mais demeure élevée. Cette fraction renferme aussi un taux de soufre (S) beaucoup moins élevé que la fraction précédente.

Tableau 15 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la suspension foncée, 2^e tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
Al	Calc	8.411	9.889
Si	Calc	16.684	20.422
P	Calc	1.549	2.091
S	Calc	4.881	6.820
K	Calc	2.252	3.838
Ca	Calc	3.326	5.809
Ti	Calc	0.316	0.660
Fe	Calc	2.185	5.317
Zn	Calc	1.418	4.038

10.5.4 Analyse des grains

Cette suspension diffère de la précédente. La taille des contaminants est légèrement supérieure à la fraction claire. Pour une fraction en suspension, la contamination est assez forte. Les grains de la contamination possèdent une taille moyenne de 2 à 3 microns. Premièrement, un des contaminants est un composé de CuCo et est de forme sphérique. Ces grains semblent détachés de la matrice. Par cette disposition, il serait plus facile de les retirer par un traitement secondaire. Deuxièmement, des concentrés en Zn, Fe, Ca, Al et Mn sont accolés à la matrice.

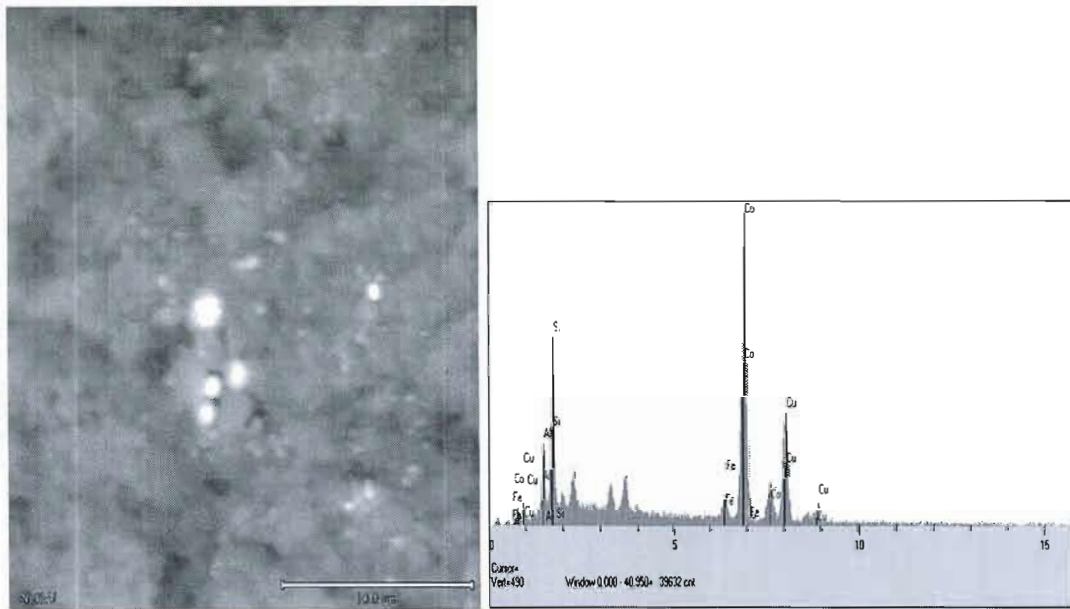


Figure 34: contaminants de CuCo et de forme sphérique

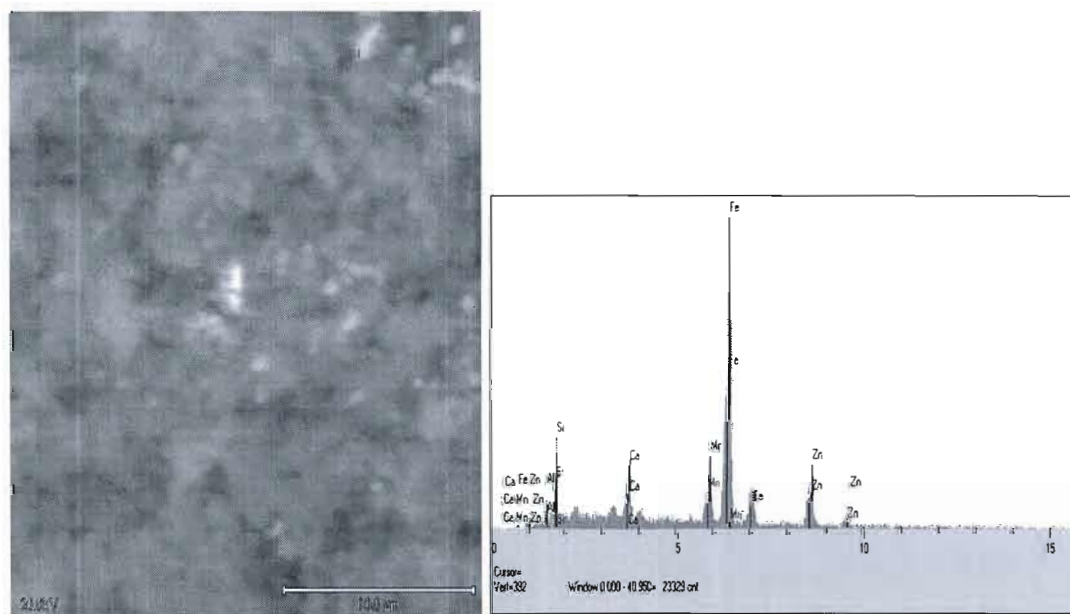


Figure 35: grains de sphalérite emprisonnés dans la matrice

10.5.5 Fraction intermédiaire

Cette zone isolée, d'une mince épaisseur, contient des éléments à fort pourcentage. En général, le taux de ces éléments est plus élevé que les fractions en suspension. Toutefois, cette analyse indique un taux en zinc (Zn) plus faible que les fractions précédentes.

Tableau 16 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la fraction intermédiaire, 2^e tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
Al	Calc	6.898	8.375
Si	Calc	15.386	19.450
S	Calc	7.711	11.128
K	Calc	2.011	3.540
Ca	Calc	3.828	6.905
O	Calc	61.872	44.551
Fe	Calc	1.628	4.092
Zn	Calc	0.666	1.959

10.5.6 Analyse des grains

La taille des grains se situe entre 1 et 5 microns. Dans cette fraction, une grande contamination en pyrite (FeS) est observable ainsi qu'une présence plus modérée de contaminants de galène (PbS). Dans cette fraction, se présente une concentration plus marquée de grains de galène (PbS). Enfin, deux grains de barytine (BaSO⁴) sont identifiés. C'est grains de barytine sont quelquefois associés à des grains de plomb.

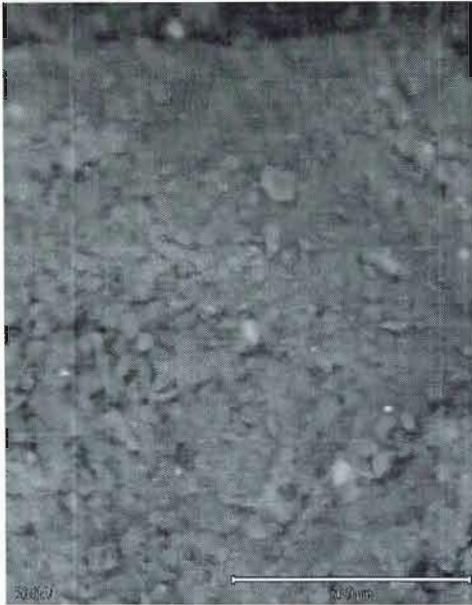


Figure 36: grain de barrite (densité élevée)



Figure 37 : deux grains de plomb

10.5.7 Fraction du bas

L'analyse générale de cette fraction indique toujours une valeur en zinc (Zn) assez basse. Également, le taux de silice est un peu plus élevé que les autres fractions. L'analyse des grains démontrera si d'autres différences se perçoivent.

Tableau 17 : analyse générale au microscope électronique à balayage (MEB) de la fraction du bas, 2^e tentative de fractionnement du sédiment

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	65.481	47.836
Al	Calc	5.998	7.389
Si	Calc	18.439	23.651
K	Calc	2.148	3.835
Ca	Calc	4.459	8.161
Ti	Calc	0.311	0.681
Fe	Calc	2.288	5.834
Zn	Calc	0.875	2.612

10.5.8 Analyse des grains

Cette fraction du bas concentre une importante portion de contaminants. La pyrite constitue le principal minéral présent dans cette fraction. Ces grains, qui font environ 1 micron, sont souvent groupés entre eux et semblent détachés de la matrice. Également, 2 ou 3 grains de CeLa se retrouvent dans cet échantillon. La taille de ces grains est d'environ 2 microns. Ensuite, deux ou trois composés de Ti, Fe, Si, et Al se présentent dans cette fraction, de même que deux grains de Bi, d'une grande densité. Ces derniers se caractérisent par des densités plus élevées.

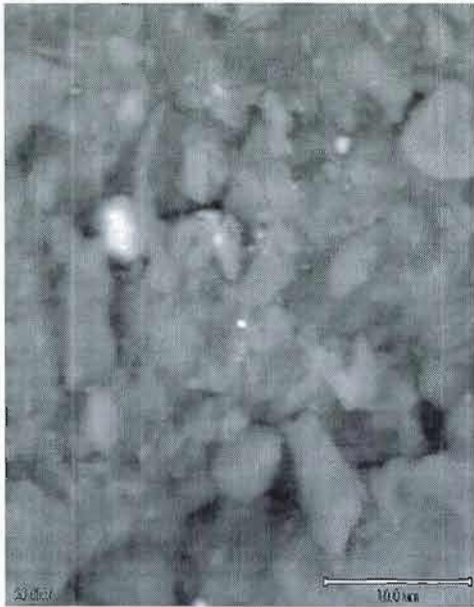


Figure 38 : photographie d'un grain de CeLa dans l'essai de lavage



Figure 39 : photographie de grains composés de Ti, Fe, Si et Al



Figure 40: amas de grains de pyrite

10.6 Discussion des résultats

En résumé, d'un point de vue de la minéralogie, plusieurs aspects diffèrent dans cet essai comparativement à l'essai précédent. Les phyllosilicates sont plus étalés dans ces fractions. Aussi, le fractionnement ne réussit pas à isoler la bassanite ou autres minéraux. La reproduction de l'essai n'est donc pas concluante.

Aussi, le présent essai note des similitudes dans la distribution granulométrique et le Zèta des fractions. Toutefois, le fractionnement est plus primaire que la 1^{re} tentative de fractionnement. En changeant les paramètres géométriques, une fraction de moins s'est formée. Également, en faisant une caractérisation plus détaillée des fraction au microscope électronique à balayage(MEB), il est facile de noter les différences dans la quantité de grains lourds présents dans chacune des fractions.

Dans la prochaine partie du mémoire, il sera intéressant de vérifier l'efficacité de la dispersion sur le fractionnement et la stabilité de celui-ci.

11 Essai de lavage

Suite à l'impossibilité de reproduire l'essai précédant et étant donné que ce fractionnement était partiel, il devenait essentiel de déterminer l'influence de la dispersion des grains sur la constance du fractionnement de l'échantillon. La fraction du bas de la 2^e tentative de fractionnement fut utilisée pour ce test de lavage. Cette fraction contient la majorité des phases et des contaminants. Cette caractérisation plus détaillée est réalisée afin de fournir des précisions sur l'état des contaminants et déterminer l'influence de la granulométrie lors de la décantation du sédiment. Ce lavage permet de diminuer la quantité de surfactant présent dans l'échantillon. Nous tenterons

d'évaluer des changements dans la dispersion des grains. Ce lavage a engendré un fractionnement granulométrique de la fraction du bas.

11.1 Préparation de l'échantillon

Lors des manipulations en laboratoire, l'échantillon est passé sur un filtre de 0,45 micron. Par la suite, 500 mL d'eau distillée sont injectés dans l'échantillon pour le lavage de celui-ci. Ainsi fait, le sédiment décante tranquillement sur le filtre. Après seulement 10 minutes, trois fractions distinctes se forment dans cette partie de l'échantillon. Celles-ci possèdent une granulométrie différente ainsi qu'une couleur distincte. Il y a donc un granoclassement de l'échantillon. Il sera donc très intéressant de voir les différences d'une fraction à l'autre. Ce fractionnement permettra d'évaluer l'importance de chacun des paramètres.

11.2 Composition minéralogique à la diffractométrie de rayons-x (XRD)

Tout d'abord, selon l'appendice 5.1, les fractions décantées contiennent sensiblement les mêmes minéraux. Toutefois, il y a une variation dans la concentration de ceux-ci. Lors de l'analyse à la diffractométrie de rayons-x (XRD), les minéraux de muscovite et de microcline sont beaucoup plus présents dans la fraction du haut. Aussi, plusieurs minéraux perdent de leur concentration en montant dans la colonne de sédiment. C'est d'ailleurs le cas pour la calcite et la clinocllore. Par contre, certains minéraux sont davantage présents dans la partie du haut comparativement à la partie du bas. Des pics de gypse et de chalcopirite sont identifiés. Finalement, l'isolation des phases présentes s'avère difficile.

11.3 Granulométrie par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)

Définitivement, chacune de ces fractions démontre de grandes différences. Tout d'abord, la fraction du haut possède une granulométrie de 40,35 microns et est de couleur brun pâle. Ensuite, la fraction intermédiaire note une taille des particules d'environ 100 microns et présente une couleur brun foncé. Enfin, la fraction tout au bas possède une granulométrie de 500 microns et sa couleur, bien que principalement brun pâle, contient aussi des grains blancs. Cette couleur particulière n'a jamais été observée auparavant dans les différents essais en laboratoire. Bref, la granulométrie moyenne de ces fractions est assez élevée, comparativement à la taille moyenne des particules démontrée à la formation de cinq couches. Dans cet essai, le granoclassement est mieux représenté.

11.4 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

L'analyse générale du microscope électronique à balayage (MEB) note de nombreuses différences entre les fractions. Ces précisions démontrées au microscope électronique à balayage (MEB) permettent de localiser avec beaucoup plus de précision la contamination.

11.4.1 Fraction du haut

L'analyse de cette fraction révèle des concentrations importantes de certains éléments. En regardant l'analyse générale du tableau 18, des concentrations majeures en soufre (S) et en zinc (Zn) sont représentées. Ces éléments sont nettement plus élevés que la fraction du bas.

Tableau 18 : analyse générale de la fraction du haut au microscope électronique à balayage (MEB), essai de lavage

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	79.648	65.693
Mg	Calc	0.784	0.983
Al	Calc	4.260	5.925
Si	Calc	7.942	11.501
S	Calc	2.865	4.736
K	Calc	1.203	2.424
Ca	Calc	1.369	2.829
Fe	Calc	1.168	3.364
Zn	Calc	0.752	2.535

11.4.2 Analyse des grains

Certains grains sont détectables par l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB). Parmi ceux-ci, beaucoup de grains de pyrite sont détectables. Ils sont de très faible dimension (environ 1 micron), de densité élevée et sont détachés de la matrice. De plus, l'analyse révèle la présence de quelques grains de sphalérite (ZnS) et de barytine (BaSO₄). Les grains de sphalérite ont une densité semblable à celle de la pyrite et sont emprisonnés dans la matrice. Leur dimension varie, mais généralement ils ne font pas plus de 10 microns. Quelquefois, des petits grains de plomb sont accolés aux amas contenant de la sphalérite. Pour leur part, les grains de barytine ont une densité très élevée et sont de faible dimension, se comparant aux grains de plomb. Dans les deux cas, ces grains font au maximum 1 micron.

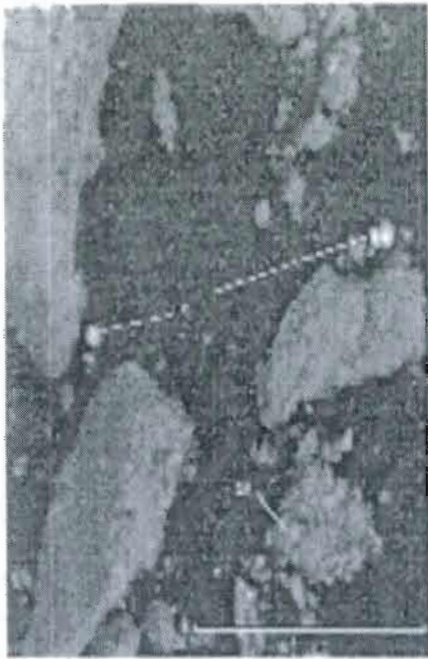


Figure 41 : grains de pyrite et sulfure de zinc (ZnS)



Figure 42 : grain de sphalérite (ZnS) emprisonné dans la matrice

11.4.3 Fraction intermédiaire

L'analyse générale de cette fraction ne fut pas démontrée puisqu'elle est semblable à la couche précédente. Aucun élément ne se démarque dans cette couche.

11.4.4 Analyse des grains

La fraction intermédiaire diffère des autres fractions. Elle comprend moins de pyrite et quelques grains de composition CrFe. Certains grains de plomb furent également analysés dans cette fraction.



Figure 43 : plaque composée en Cr, Fe, Ni

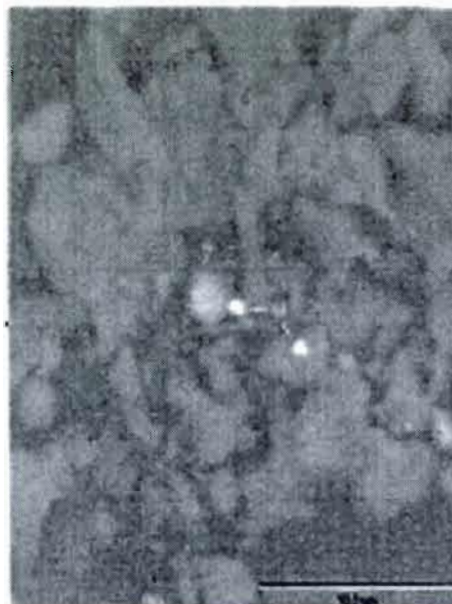


Figure 44 : deux grains de plomb et un grain de pyrite

11.4.5 Fraction du bas

Cette fraction comporte une quantité considérable de silice et de calcium. Cette augmentation en silice peut être associée à l'augmentation du minéral de quartz à la diffraction de rayon-x. Ces éléments sont deux fois plus présents que dans la fraction du haut. Toutefois, les taux en fer (Fe) et en zinc (Zn) demeurent bas dans cette fraction.

Tableau 19 : analyse générale de la fraction du bas au MEB, essai de lavage

Éléments	Type	Mole	Conc (%)
O	Calc	74.873	60.107
Al	Calc	3.797	5.141
Si	Calc	14.469	20.393
S	Calc	1.620	2.606
K	Calc	1.207	2.368
Ca	Calc	2.624	5.277
Fe	Calc	1.079	3.023
Zn	Calc	0.331	1.085

11.4.6 Analyse des grains

Les photographies par le microscope électronique à balayage (MEB) indiquent la présence de certains grains de sphalérite dans la fraction du bas. Ces grains sont incorporés dans une matrice siliceuse. Associés à ceux-ci, plusieurs grains de pyrite sont détectés. Cette fraction du bas renferme une certaine concentration de pyrite. C'est dans cette fraction que se retrouve la majorité de la pyrite (FeS).

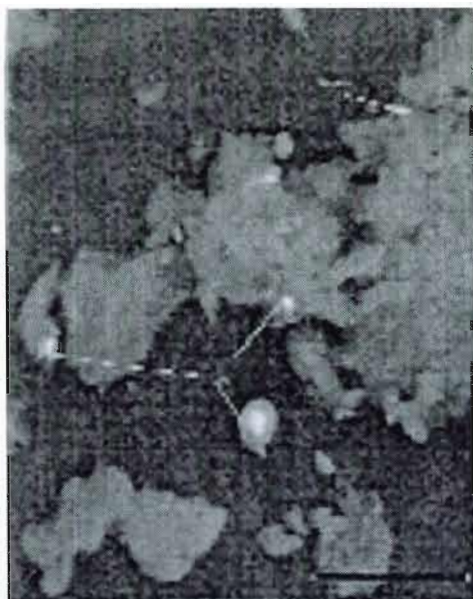


Figure 45 : photographie de plusieurs grains de pyrite



Figure 46 : photographie d'un grain de sphalérite accolé à une matrice siliceuse

11.5 Discussion des résultats

En conclusion, ce fractionnement supplémentaire confirme l'importance d'une bonne dispersion de l'échantillon. L'analyse granulométrique ainsi que l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) démontrent une dispersion non suffisante de l'échantillon. Cela entraîne une granulométrie trop élevée des fractions lors de cet essai et la présence de grains toujours emprisonnés dans la matrice par l'analyse du MEB. C'est surtout le cas pour la sphalérite (ZnS) où pratiquement tous les grains se retrouvent dans la matrice. Ensuite, autre preuve que la dispersion n'est pas efficace, sous l'effet de la gravité, les grains lourds libres subissent un granoclassement. En suivant cette logique, les grains de sphalérite auraient dû se retrouver principalement dans la fraction du bas comme la pyrite. Toutefois, ces grains sont principalement localisés dans la fraction du haut. Pour ces raisons, cet essai démontre bien l'importance de bien

dispenser notre échantillon avant d'appliquer tous les autres paramètres afin de provoquer le fractionnement voulu.

12 Conclusion

À la lumière des essais réalisés dans ce mémoire, les résultats obtenus fournissent des conclusions intéressantes. Il est maintenant évident qu'il faut accorder une grande importance aux paramètres applicables à un tel système multiphasé. La séparation colloïdale pourrait être applicable, mais le dosage et les paramètres devront être très bien établis au départ afin d'obtenir la stabilité d'un système très vulnérable à tout changement. De ce fait, il serait envisageable d'utiliser cette méthode pour la décontamination du sédiment du lac Süssersee.

Les premières étapes de ce mémoire furent réalisées avec succès. Par une mesure du Zèta initial du sédiment brut ou sans surfactant, il est possible d'avoir une indication sur le surfactant à utiliser. Toutefois, les étapes suivantes, soit le choix du surfactant et les essais de viscosité, permettent de confirmer le surfactant le plus efficace pour le fractionnement du sédiment contaminé. Ces essais donnent également une direction réelle à la poursuite du mémoire.

Désormais, le Saratan figure en tête de liste parmi tous les surfactants testés lors de cette étude. En effet, l'utilisation de celui-ci permet un fractionnement du sédiment en cinq couches, soit deux couches en suspension, deux couches intermédiaires et une couche de fond. Par l'application de ce tensio-actif, un isolement partiel des phyllosilicates en suspension est obtenu. Il est également possible d'isoler la bassanite,

associée très souvent au plomb, dans une des fractions intermédiaires. Aussi, la chalcopryrite est isolée en grande partie dans l'autre fraction intermédiaire. Il est donc possible d'envisager une possible extraction de celles-ci du sédiment. Finalement, on dénote que les grains lourds libres se retrouvent tout en bas de la colonne de sédiment par l'effet de la gravité. C'est pour cette raison qu'une grande quantité de grains de pyrite se localisent dans la fraction du bas. Toutefois, des grains de sphalérite, emprisonnés dans la matrice, ne se retrouvent pas dans la fraction du bas. Cela veut dire que la dispersion de l'échantillon n'est pas suffisante dans cet essai. Même si cette séparation démontre des signes encourageants, celle-ci n'est pas optimisée.

Dans un troisième temps, l'essai tentant de reproduire la séparation à plus grande échelle a échoué. En effet, en augmentant les paramètres géométriques, les résultats ont démontré qu'il fallait obligatoirement obtenir une dispersion complète des grains afin de reproduire l'essai précédent. En utilisant les mêmes paramètres, le sédiment fut fractionné en 4 couches au lieu de 5 couches. Même si ces fractions démontrent des ressemblances dans les valeurs de Zèta et de granulométrie, il n'y aucune isolation de phases ou de contaminant. Cela laisse croire que la dispersion n'est pas efficace.

Finalement, en effectuant un essai de lavage sur la fraction du bas de la formation de 4 couches, il est possible d'identifier comme réel problème la dispersion des grains. Cet essai créa trois fractions distinctes. Ce problème fut présenté clairement par des granulométries trop élevées des fractions et une mauvaise dispersion des grains lourds au microscope électronique à balayage (MEB). Malgré le lavage, des grains lourds de sphalérites localisés dans la fraction du haut se retrouvent toujours emprisonnés dans la matrice,

tandis que les grains de pyrite libres se retrouvent de nouveau dans la fraction du bas. Cet essai fut concluant.

En ce sens, un éventuel prolongement à cette étude nécessiterait une dispersion plus efficace des grains avant l'application du Saratan. Par exemple, un autre type d'agitation, comme un broyage humide par attrition, pourrait être appliqué sur le sédiment tamisé. De cette façon, le surfactant agirait sur tous les grains et donnerait donc une séparation plus efficace. Afin de vérifier ce paramètre, une caractérisation plus détaillée de l'enrobage du tensio-actif sur les grains pourrait également être effectuée. Ce faisant, le potentiel agissant du surfactant serait exploité de façon plus efficace lors de la séparation des phases dans le sédiment.

RÉFÉRENCES

D. Robert, Caractérisation de sédiments contaminés provenant de sites industriels de l'ancienne Allemagne de l'Est et leur potentiel de réhabilitation en utilisant la séparation colloïdale, novembre 1999

P. Schreck, M. Schubert, K. Freyer, H-C. Treutler & H. Weixx, Multi-metal contaminated stream sediment in the Mansfeld mining district: metal provenance and the source detection; Geochemistry exploration, environment, analysis, vol. 5, pp. 51-57

R. Wennich, J. Mattusch, P. Morgenstern, K. Freyer, H-C. Treutler, H-J. Stärk, L. Brüggeermann, A. Paschke, B. Daus, H. Weiss, Characterization of sediments in an abandoned mining area; a case study of Mansfeld region; Germany, 11 novembre 2003

BIBLIOGRAPHIE

Kaoru, Umeya. Rhéologique, Approaches to Monolithic Refractories. Taikabutsu Overseas vol. 2, No. 2, pp. 49-54

Adamson Arthur W. 1967. Physical Chemistry of surface, Interscience Publishers, pp. 505-533

Shinoda Kozo, Tamamushi Bun-Ichi, Nakagawa Toshio et Isemura Toshiozo. 1963. Some physicochemical properties, Colloidal Surfactants, pp. 178-247

Prud'homme François, Morency Maurice, Freyer Klaus, Weiss Holger, Bourne James, Daus Brigit, Fontaine Denise, Mattusch Jurgen, Mineau Raymond, Préda Michel, Treutler Hanns-Christian et Wennrich Reiner. 1999. Surfactant separation as a technique for physical and chemical characterization of ore processing residues, ELSEVIER. The Science of the Total Environment 243/244, pp. 9-20

Mittal K.L et Lindman B. 1984. Surfactants in solution, vol. 1, pp. 673-691

Hunter Robert J. et James Michael. 1992. Charge reversal of kaolinite by hydrolysable metal ions: an Electro acoustic study, Clays and clay Minerals. Vol. 40, No 6, pp. 644-649

Belzile Nelson, Lecomte Pierre et Tessier André. 1989. Testing readsorption of Trace Element during Partial Chemical Extractions of Bottom Sediments, Enviro. Sci. Technol. 23, pp. 1015-1020

Vass A. 1993. Increasing the stability of dispersions using charge-developing low-molecular codispersants, Journal of magnetism and magnetic materiel 120, pp. 83-86

Brügmann Lutz. 1995. Metals in sediments and suspended matter of the river Elbe, The Science of the Total environment 159, pp. 53-65

Lee Dal-Heui, Cody Robert D., Kim Dong-Ju et Choi Sangil. 2002. Effect of soil texture on surfactant-based remediation of hydrophobic organic-contaminated soil, ELSEVIER, Environment International 27, pp. 681-688

Weiss H., Morency M, Freyer K., Bourne J, Fontaine D, Ghaleb B, Mineau R, Möder M, Morgenstern P, Popp P, Préda M, Treutler H.-C et Wennrich R. 1997. Physical and chemical characterization of a complexly contaminated scrubber dust – a by-product of copper smelting in Sachsen-Anhalt, Germany, ELSEVIER, *The Science of the Total Environment* 203, pp. 65-78

Morency M, Weiss H, Freyer K, Bourne J, Fontaine D, Ghaleb B, Mineau R, Möder M, Morgenstern P, Popp P, Préda M, Treutler H.-C et Wennrich R. 1998. Oxidation treatment of a sulfide-bearing scrubber dust from the Mansfeld Region, Germany: Organic and inorganic phase changes and multi-element partition coefficients between liquid and solid phases, ELSEVIER, *The Science of the Total Environment* 223, pp. 87-97

Miller Nils P et Berg John C. 1991. A comparaison of electroacoustic and microelectrophoretic zeta potential data for titania in the absence and presence of a poly (vinyl alcohol) adlayer, ELSEVIER, *Colloids and surfaces*, 59, pp. 119-128

Brij M. Moudgil, T.S. Prakash. 1997. Competitive adsorption of polymer and surfactants on solid substrates, *Colloids and surfaces*, 133, pp. 93-97

Martin In, Olivier Aguerre-Chariol and Raoul Zana, 1999, Closed-Looped Micelles in Surfactant Tetramer Solutions, *J. Phys. Chem. B*, 103, pp. 7747-7750

T. Yalcın , A. Alemdar , O.I. Ece, N. Gungor, 2002, The viscosity and zeta potential of bentonite dispersions in presence of anionic surfactants, *Materials Letters* 57, 420–424

G. Lagaly, S. Ziesmer, 2002, Colloid chemistry of clay minerals: the coagulation of montmorillonite dispersions, *Advances in Colloid and Interface Science*

M. Schubert, P. Morgenstern, R. Wennrich, K. Freyer, H. Weiss, *The Weathering Behavior of heavy Metals in Ore Processing Residus (Mansfeld, Germany)*

APPENDICE 1

Caractérisation de l'échantillon brut

- 1.1 Granulométrie de l'échantillon brut
- 1.2 Composition minéralogique du sédiment à la diffractométrie de rayons-x (XRD)
- 1.3 Analyse du Zèta au " Electrokinetic Sonic Amplitude" ESA

G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE NAME : SWEET BRUT
FILE NAME : SWEET_BR

DATE : 05/02/2003	ACQ. RANGE : 0.5-150	COUNTS : 108000
TIME : 11:00	ACQ. MODE : SAMPLE	S.N.F. : 0.43
CONFIG. : 1 (0.5 A)	ACQ. TIME : 70 SEC	S.D.U. : 1870
CELL TYPE : LQFLOW	SAMPLE SIZE : 4	CONCENTR.: 3.0E+06 #/ml
SAMPLE TYPE : SPECIAL	REQ. CONE : None	SOLIDS : 1.5E-02 %

SPECIFIC AREA : 7.4E-01 cm²/ml

MEAN Diameter S.D.

Number, Length :	2.48 μm	2.33 μm
Number, Area :	3.40 μm	2.50 μm
Number, Volume :	4.62 μm	3.16 μm
Length, Area :	4.66 μm	4.25 μm
Length, Volume :	6.31 μm	4.56 μm
Area, Volume :	8.54 μm	7.86 μm
Volume, Moment :	15.77 μm	14.08 μm

MEDIAN Diameter MODE CONFIDENCE

Number :	1.70 μm	1.25 μm	100.00%
Area :	6.54 μm	10.00 μm	99.41%
Volume :	11.05 μm	10.00 μm	98.47%

VOLUME DISTRIBUTION TABLE (RANGES)

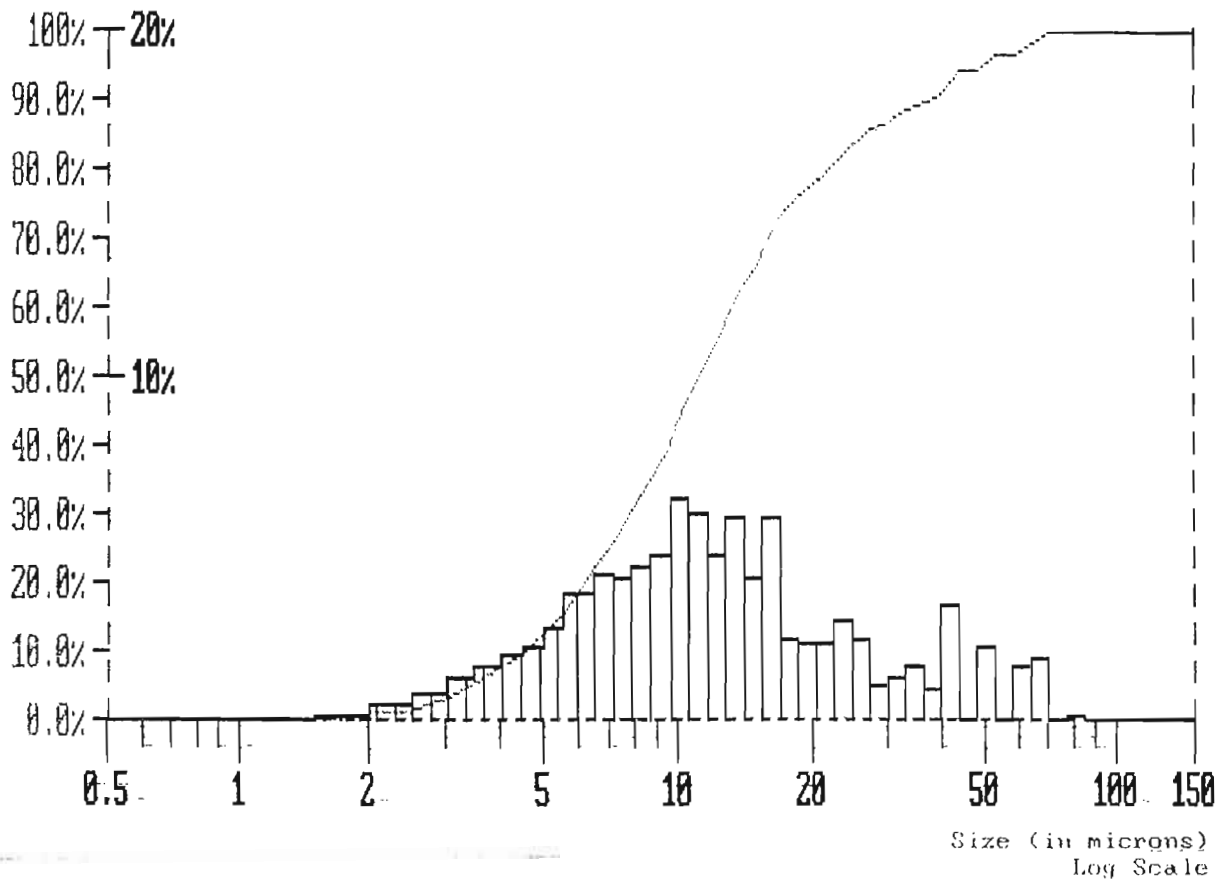
RANGE (microns)	LOCAL (%)	UNDER (%)	-CUMULATIVE-	OVER (%)
0.0 - 1.0	0.11	0.11		99.89
1.0 - 2.0	1.05	1.16		98.84
2.0 - 3.0	2.63	3.79		96.21
3.0 - 4.0	4.39	8.17		91.83
4.0 - 5.0	4.81	12.99		87.01
5.0 - 6.0	5.68	18.67		81.33
6.0 - 7.0	6.95	25.62		74.38
7.0 - 8.0	5.92	31.54		68.46
8.0 - 9.0	5.73	37.27		62.73
9.0 - 10.0	6.19	43.46		56.54
10.0 - 20.0	34.40	77.85		22.15
20.0 - 30.0	9.21	87.06		12.94
30.0 - 40.0	3.78	90.84		9.16
40.0 - 50.0	3.36	94.20		5.80
50.0 - 60.0	2.21	96.41		3.59
60.0 - 70.0	3.43	99.84		0.16
70.0 - 80.0	0.16	100.00		0.00
80.0 - 90.0	0.00	100.00		0.00
90.0 - 100.0	0.00	100.00		0.00
100.0 - 150.0	0.00	100.00		0.00

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: SWEET BRUT
1.5E-04 cc/ml (100.0%)
Mode at 10.00 μ m
<< SCALE RANGE (μ m): 0.5 - 150.0 >>

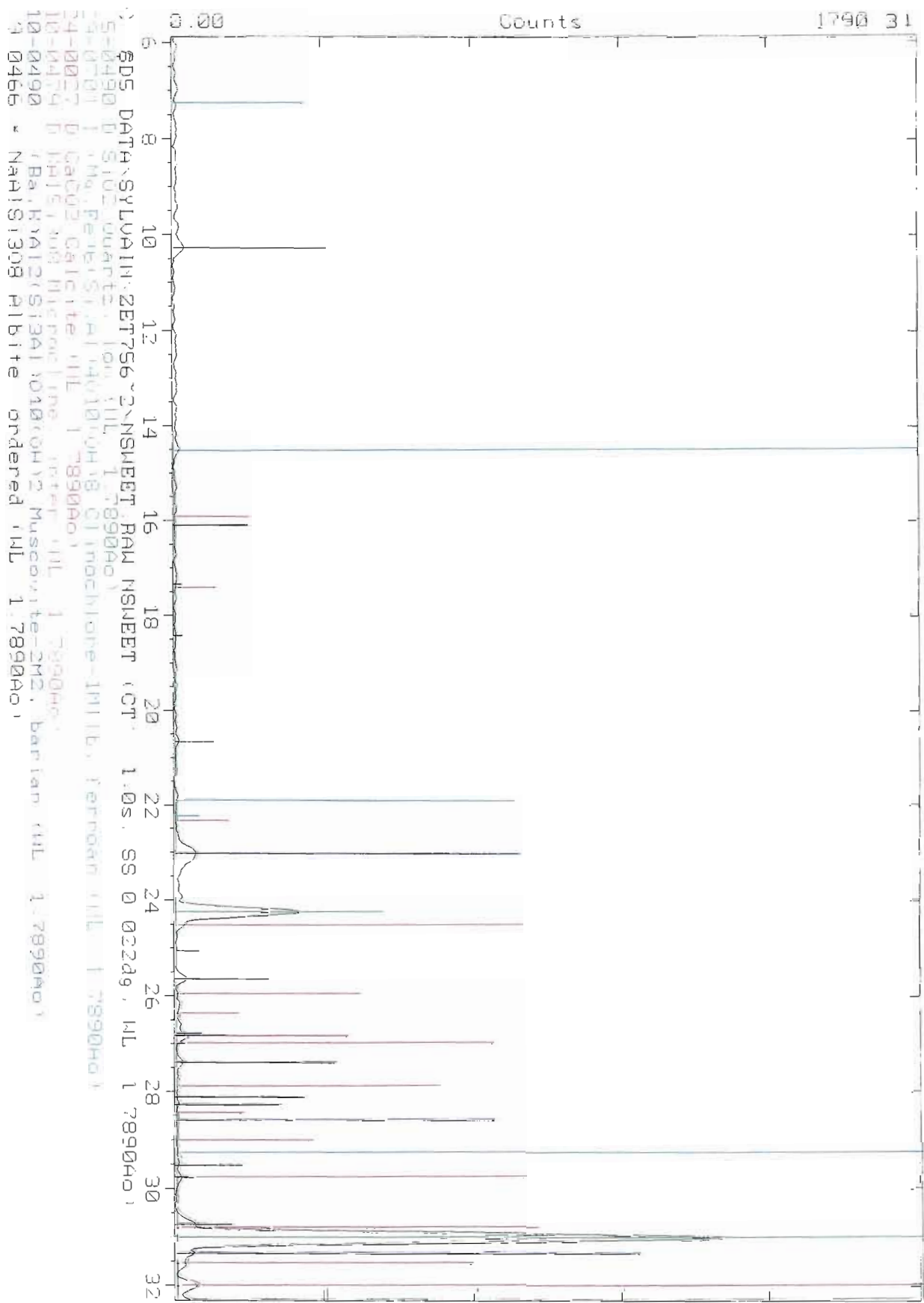
Mean(nv): 4.62 μ m
S.D.(nv): 3.16 μ m

Median : 11.05 μ m
Mean(vn): 15.77 μ m
S.D.(vn): 14.08 μ m
Conf(vn): 98.47 %



Theta - Scale

10 Feb-2003 14:22



Counts

1790.31



C:\SDS\DATA\SYLVAIN\ZETT756~2\NSWEET.RAW NSWEET (CT. 1.0s, SS:0.022d9, WL: 1.7890Ao)

5-04900 D SiO2 Quartz 100 1 1.7890Ao

5-07001 D Fe2SiO4 Magnetite 10 1 1.7890Ao

24-0027 D CaCO3 Calcite 100 1 1.7890Ao

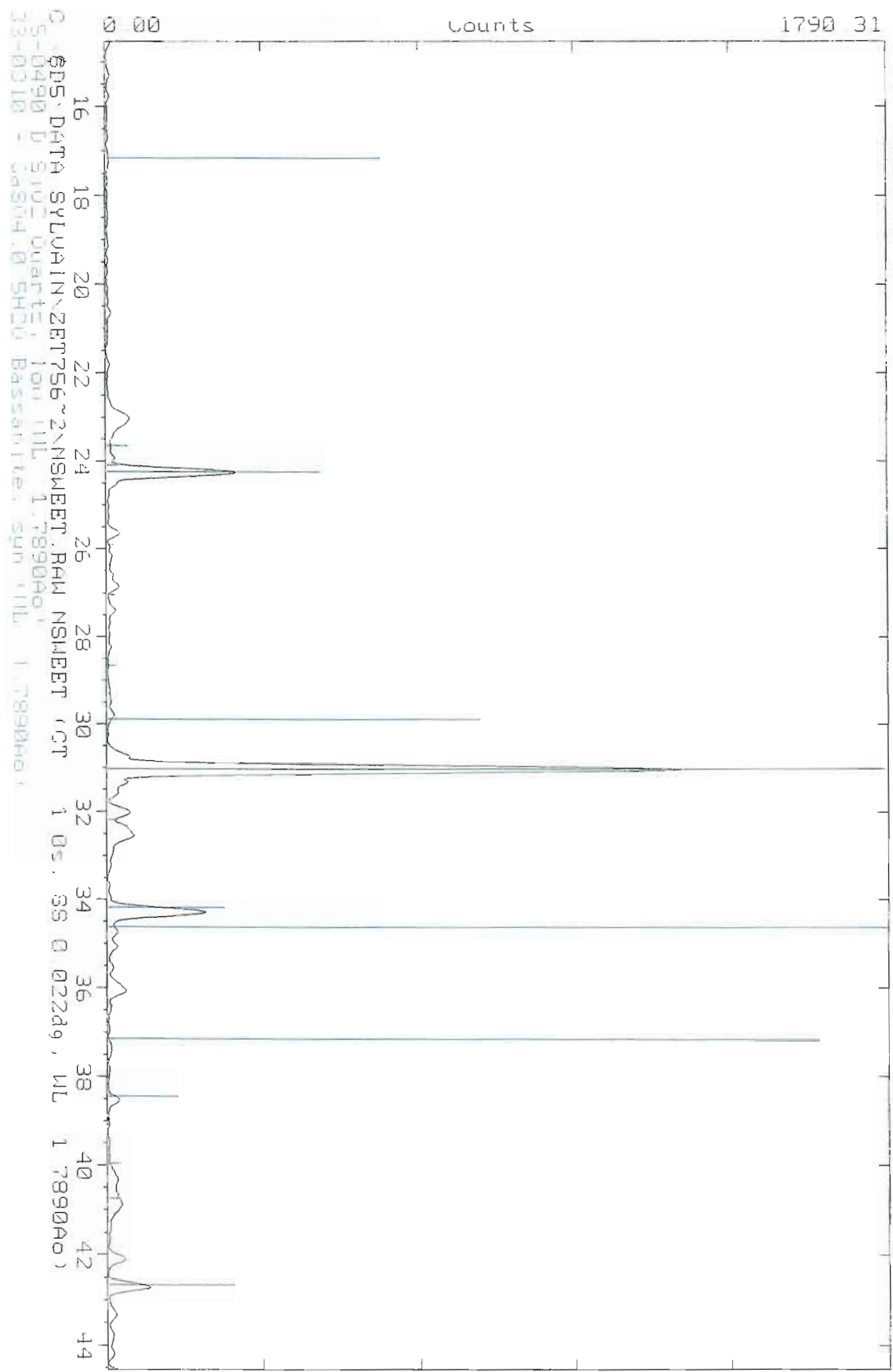
10-04179 D NaAlSi3O8 Microcline 100 1 1.7890Ao

9-04666 D NaAlSi3O8 Albite 100 1 1.7890Ao

41-13940 D FeSi2 Pyrite 100 1 1.7890Ao

2-Theta - Scale

10-Feb-2003 11:32



Notes: Sweet brut nouvel appareil Test Date: 07/08/2003

Summary Data

	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
Mean:	-69.38	-0.237	-5.19E-9	15.33	7.79	24.75	225.58
StdDev:	0.31	0.001	1.77E-11	0.83	0.02	0.09	2.63

MethodSignal

Frequency 1.050 MHz

ParticlesDensity 2.530 gm/cc
Diameter 11.050 microns
Volume Percent 2.0%
Weight Percent 4.9%SolventIdentifier Water
Density 0.997 gm/cc
Viscosity 0.890 cp
Visc. Temp. Coeff. -2.000 %/C
Dielectric Constant 78.360
Speed of Sound 1490.000 m/sSingle Point Parameters

Samples/Reading 5

Comments/Description

Default Setup for 10 Vol% Ludox TM colloidal Sillica

APPENDICE 2

Viscosité et la sélection

- 2.1 Tableau récapitulatif des titrations effectuées en laboratoire
- 2.2 Comptage des grains au microscope électronique à balayage (MEB)
- 2.3 Analyse à la diffractométrie de rayon-x (XRD) de l'essai Saratan 60 ml
- 2.4 Analyse à la diffractométrie de rayons-x (XRD) de l'essai MPNa 30 ml

Essais de viscosité sur Sweet Lake conc. 10%

Essais de viscosité	
Surfactant: Saratan conc. 10%	
Quantité (ml)	Viscosité (CPs)
Échant.Brut (conc. 10%)	160
5	140
10	120
15	108
20	92
25	88
30	75
35	62
40	62
45	62
50	59
55	56,5
60	56

Essais de viscosité	
Surfactant: Disal conc. 10%	
Quantité (ml)	Viscosité (CPs)
Échant.Brut (conc. 10%)	152
5	110
10	96
15	86
20	77
25	72
30	69
35	69
40	68
45	61
50	60
55	56
60	56

Essais de viscosité	
Surfactant: MPNa conc. 10%	
Quantité (ml)	Viscosité (CPs)
Échant.Brut (conc. 10%)	152
5	75
10	58
15	50
20	48
25	45
30	41
35	40
40	40
45	38
50	36
55	36
60	36

Essais de viscosité	
Surfactant: Tamol conc. 10%	
Quantité (ml)	Viscosité (CPs)
Échant.Brut (conc. 10%)	197
5	153
10	133
15	118
20	106
25	94
30	83
35	80
40	73
45	70
50	67
55	59
60	49
65	45
70	45
75	35
80	35

Tests de viscosité Comptage des grains lourds

MpNa 30ml

Partie du bas :

Point	Area	Perimeter	Diameter
1	2.82	6.55	1.96
2	4.04	9.42	2.76
3	1.08	5.23	1.54
4	0.21	1.81	0.54
5	0.12	1.36	0.40
6	2.31	6.26	1.85
7	0.30	2.20	0.66

Partie intermédiaire:

Point	Area	Perimeter	Diameter	Point	Area	Perimeter	Diameter
1	0.59	3.07	0.92	19	0.09	1.29	0.38
2	0.09	1.23	0.36	20	0.03	0.68	0.18
3	0.36	2.58	0.75	21	0.01	0.45	0.11
4	0.04	0.84	0.24	22	0.15	1.68	0.49
5	0.10	1.29	0.38	23	0.03	0.68	0.18
6	0.08	1.13	0.33	24	0.33	2.30	0.69
7	0.13	1.45	0.43	25	0.26	2.16	0.62
8	0.01	0.45	0.11	26	0.19	1.81	0.54
9	0.14	2.07	0.58	27	10.75	29.86	4.53
10	0.44	2.64	0.80	28	0.03	0.68	0.18
11	0.10	1.39	0.40	29	0.03	0.68	0.18
12	0.13	1.61	0.47	30	0.15	1.61	0.47
13	0.62	3.32	0.95	31	0.12	1.39	0.41
14	0.10	1.39	0.40	32	0.23	2.10	0.61
15	0.06	1.23	0.35	33	0.04	0.84	0.24
16	0.06	1.39	0.39	34	0.12	1.61	0.47
17	0.28	2.13	0.64	35	0.08	1.39	0.39
18	0.33	2.42	0.72	36	0.24	2.26	0.63

37	10.27	14.82	4.06	53	0.06	1.23	0.35
38	0.04	0.91	0.26	54	0.19	1.91	0.56
39	0.03	0.68	0.18	55	0.10	1.39	0.40
40	0.12	1.52	0.45	56	0.21	1.84	0.54
41	0.18	2.26	0.60	57	0.06	1.07	0.31
42	0.01	0.45	0.11	58	0.03	0.68	0.18
43	0.32	2.39	0.70	59	0.18	1.68	0.50
44	0.66	3.26	0.98	60	0.04	0.91	0.26
45	0.21	2.00	0.58	61	0.36	2.62	0.75
46	0.10	1.36	0.40	62	0.03	0.68	0.18
47	0.04	0.91	0.26	63	0.82	4.32	1.14
48	0.09	1.39	0.40	64	0.04	0.91	0.26
49	0.04	0.91	0.26	65	0.24	2.00	0.59
50	0.03	0.68	0.18	66	0.06	1.07	0.31
51	1.09	4.10	1.23	67	0.08	1.23	0.36
52	0.36	2.36	0.71	68	0.19	1.84	0.54

Saratan 30 ml

Partie du bas:

<u>Point</u>	<u>Area</u>	<u>Perimeter</u>	<u>Diameter</u>				
1	0.21	1.81	0.53	17	0.69	3.27	0.98
2	1.58	5.09	1.52	18	3.09	8.60	2.52
3	0.14	1.51	0.44	19	1.99	7.88	2.32
4	2.51	6.16	1.86	20	1.01	3.88	1.18
5	0.96	3.97	1.19	21	1.10	4.09	1.23
6	3.75	8.47	2.54	22	1.67	5.04	1.53
7	1.12	4.18	1.25	23	0.34	2.33	0.69
8	0.37	2.42	0.72	24	0.21	1.81	0.53
9	0.53	2.93	0.88	25	0.21	1.81	0.53
10	0.27	2.12	0.63	26	0.78	3.79	1.13
11	1.07	5.43	1.53	27	5.10	12.55	3.59
12	0.21	1.81	0.53	28	0.64	3.66	1.06
13	0.62	3.15	0.95	29	0.46	2.76	0.82
14	0.43	2.63	0.79	30	0.34	2.33	0.69
15	0.27	2.12	0.63	31	1.10	4.18	1.26
16	0.34	2.42	0.72	32	5.10	10.29	2.95

Partie intermédiaire:

Point Area Perimeter Diameter

1	0.16	1.73	0.50
2	4.23	8.65	2.53
3	0.30	2.33	0.69
4	5.46	9.29	2.78
5	0.11	1.42	0.41
6	0.43	2.67	0.79
7	0.25	2.24	0.66
8	0.11	1.64	0.46
9	0.11	1.81	0.53
10	0.32	2.37	0.69
11	0.18	1.73	0.50
12	0.09	1.21	0.34
13	0.09	1.21	0.34

Saratan 60 ml

Partie du bas:

Point Area Perimeter Diameter

1	0.82	4.54	1.31	19	1.85	6.72	1.97
2	1.23	4.91	1.40	20	5.35	9.18	2.75
3	2.26	6.08	1.80	21	1.23	5.18	1.49
4	0.41	2.72	0.74	22	1.44	4.91	1.43
5	0.62	3.63	1.02	23	9.26	12.39	3.68
6	0.21	1.81	0.45	24	1.65	5.18	1.51
7	0.21	1.81	0.45	25	9.26	12.39	3.63
8	4.52	8.91	2.63	26	10.90	14.58	4.20
9	0.21	1.81	0.45	27	8.64	13.56	4.07
10	0.41	2.72	0.74	28	1.03	5.82	1.68
11	1.44	4.91	1.43	29	3.70	8.01	2.36
12	0.21	1.81	0.45	30	0.62	3.36	0.94
13	0.82	4.00	1.14	31	16.25	20.62	5.21
14	0.21	1.81	0.45	32	2.88	7.37	2.17
15	2.88	7.74	2.17	33	1.23	4.54	1.31
16	0.21	1.81	0.45	34	10.90	23.18	6.02
17	1.03	4.27	1.23	35	1.03	4.27	1.23
18	3.29	8.27	2.44	36	24.61	22.12	7.80

37	0.41	2.72	0.74	80	0.62	3.36	0.94
38	0.41	2.72	0.74	81	0.41	2.72	0.74
39	1.23	5.82	1.68	82	0.62	3.63	1.02
40	0.21	1.81	0.45	83	3.50	11.64	2.75
41	1.23	4.91	1.43	84	6.99	10.73	3.21
42	0.21	1.81	0.45	85	2.47	8.91	2.62
43	1.03	4.27	1.23	86	0.21	1.81	0.45
44	10.28	13.03	3.84	87	0.82	4.27	1.23
45	0.82	4.00	1.14	93	2.26	6.08	1.80
46	1.65	5.18	1.51	94	5.14	9.29	2.74
47	1.03	4.27	1.23	95	5.55	9.67	2.88
48	1.03	4.27	1.23	96	9.26	13.03	3.78
49	0.82	4.54	1.31	97	5.76	9.82	2.92
50	0.41	2.72	0.74	98	0.21	1.81	0.45
51	0.62	3.36	0.94	99	1.03	4.91	1.40
52	23.24	21.94	6.49	100	2.26	6.46	1.89
53	0.62	3.63	1.02	101	0.21	1.81	0.45
54	2.88	8.27	2.42	102	1.85	5.44	1.59
55	2.88	7.37	2.18	103	29.00	21.04	6.32
56	18.72	23.54	6.99	104	0.41	2.72	0.74
57	2.26	6.08	1.80	105	9.67	12.65	3.79
58	0.82	4.00	1.14	106	0.41	2.72	0.74
59	0.41	2.72	0.74	107	1.65	5.44	1.59
60	2.06	6.19	1.81	108	1.23	4.54	1.31
61	0.21	1.81	0.45	109	0.62	3.63	1.02
62	0.21	1.81	0.45	110	1.23	4.91	1.43
63	5.96	9.82	2.93	111	3.70	8.65	2.50
64	0.41	2.72	0.74	112	1.23	4.54	1.31
65	3.91	8.01	2.38	113	0.21	1.81	0.45
66	3.29	7.63	2.28	114	0.62	3.36	0.94
67	0.82	4.00	1.14	115	0.41	2.72	0.74
68	2.67	7.74	2.20	116	1.03	5.44	1.59
69	4.73	8.91	2.65	117	4.94	8.65	2.60
70	0.62	3.63	1.02	118	0.41	2.72	0.74
71	2.47	6.72	1.95	119	0.41	2.72	0.74
72	0.82	4.00	1.14	120	3.50	8.01	2.36
73	6.58	10.84	3.19	121	3.09	7.37	2.15
74	0.21	1.81	0.45	122	2.26	6.08	1.80
75	0.21	1.81	0.45	123	3.91	8.01	2.40
76	3.29	8.27	2.33	124	1.23	4.54	1.31
77	0.41	2.72	0.74	125	0.82	4.00	1.14
78	1.23	4.54	1.31	126	0.21	1.81	0.45
79	4.52	8.65	2.56	127	21.39	26.17	6.32

128	1.44	5.18	1.51	141	0.62	3.63	1.02
129	1.44	5.55	1.61	142	9.87	12.39	3.71
130	0.21	1.81	0.45	143	2.06	6.19	1.81
131	1.85	6.19	1.76	144	0.41	2.72	0.74
132	15.43	15.22	4.60	145	0.21	1.81	0.45
133	4.32	8.65	2.56	146	0.41	2.72	0.74
134	0.82	4.27	1.20	147	1.23	4.91	1.40
135	12.96	14.47	4.35	148	0.62	3.36	0.94
136	0.21	1.81	0.45	149	0.41	2.72	0.74
137	3.91	8.01	2.36	150	4.32	8.65	2.56
138	0.41	2.72	0.74	151	0.21	1.81	0.45
139	4.73	8.80	2.65	152	1.03	4.27	1.23
140	9.67	12.28	3.72	153	2.47	6.46	1.91

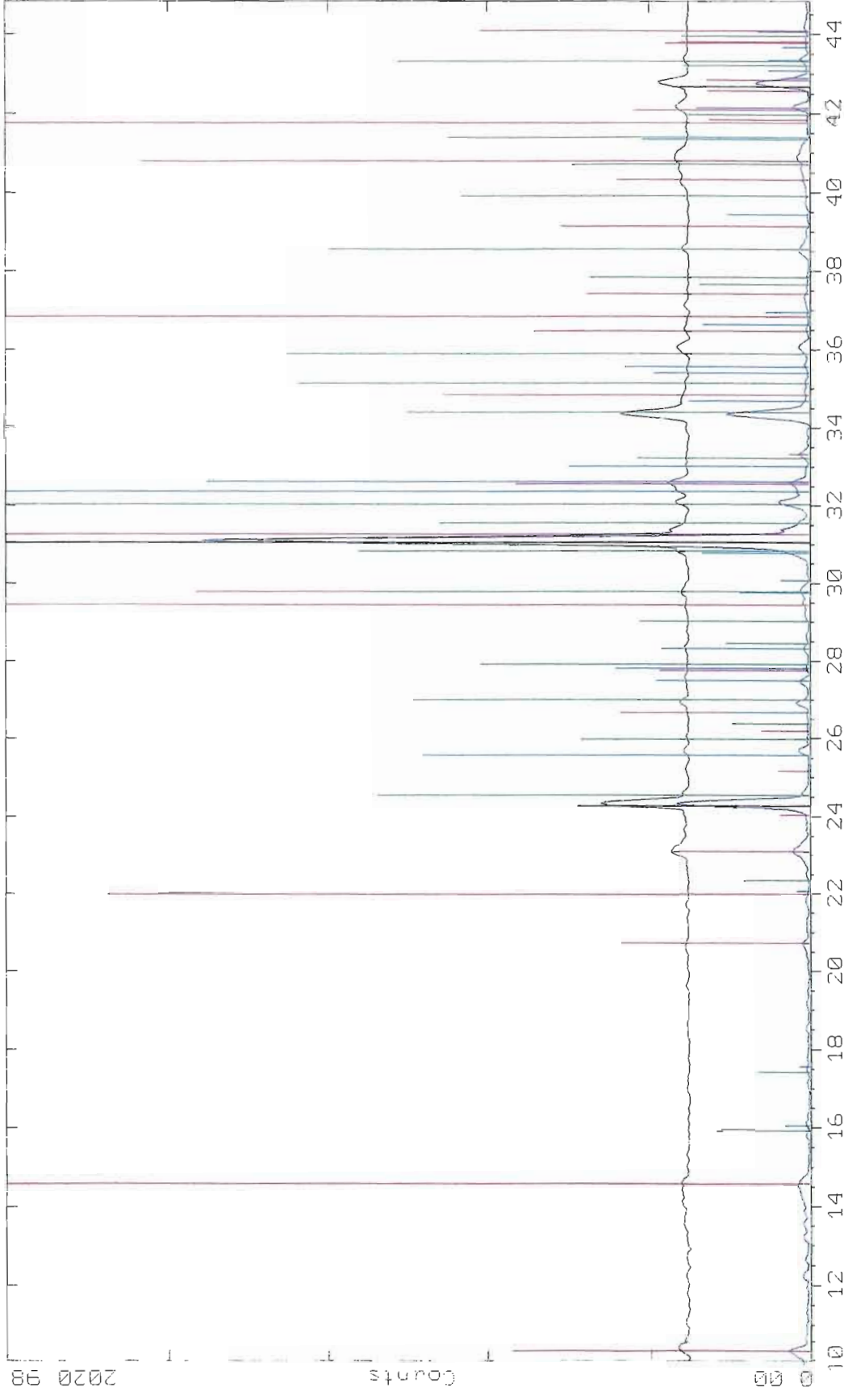
Partie intermédiaire:

<u>Point</u>	<u>Area</u>	<u>Perimeter</u>	<u>Diameter</u>
1	1.76	6.41	1.73
2	0.32	2.32	0.70
3	0.30	2.23	0.65
4	0.23	2.07	0.62
5	0.32	2.32	0.68
6	0.90	4.74	1.36
7	0.05	1.07	0.30
8	0.04	0.91	0.26
9	0.03	0.68	0.18
10	0.01	0.45	0.11
11	0.85	6.95	2.10
12	0.41	2.55	0.77
13	0.05	0.91	0.26
14	0.05	1.13	0.33
15	0.14	1.61	0.48
16	0.06	1.36	0.40
17	0.08	1.23	0.35
18	5.87	10.53	2.98
19	0.01	0.45	0.11
20	0.04	0.91	0.26
21	0.41	2.62	0.78
22	0.03	0.68	0.18
23	0.04	0.84	0.24
24	0.05	0.91	0.26

25	5.68	9.38	2.79
26	0.01	0.45	0.11
27	1.50	6.13	1.78
28	0.41	2.55	0.76
29	0.01	0.45	0.11
30	0.91	3.87	1.15
31	0.01	0.45	0.11
32	0.09	1.29	0.38
33	0.09	1.23	0.36
34	0.08	1.23	0.36
35	0.13	1.68	0.50
36	0.33	2.39	0.71
37	0.17	1.71	0.51
38	0.03	0.68	0.18

21-Apr-2004 16.13

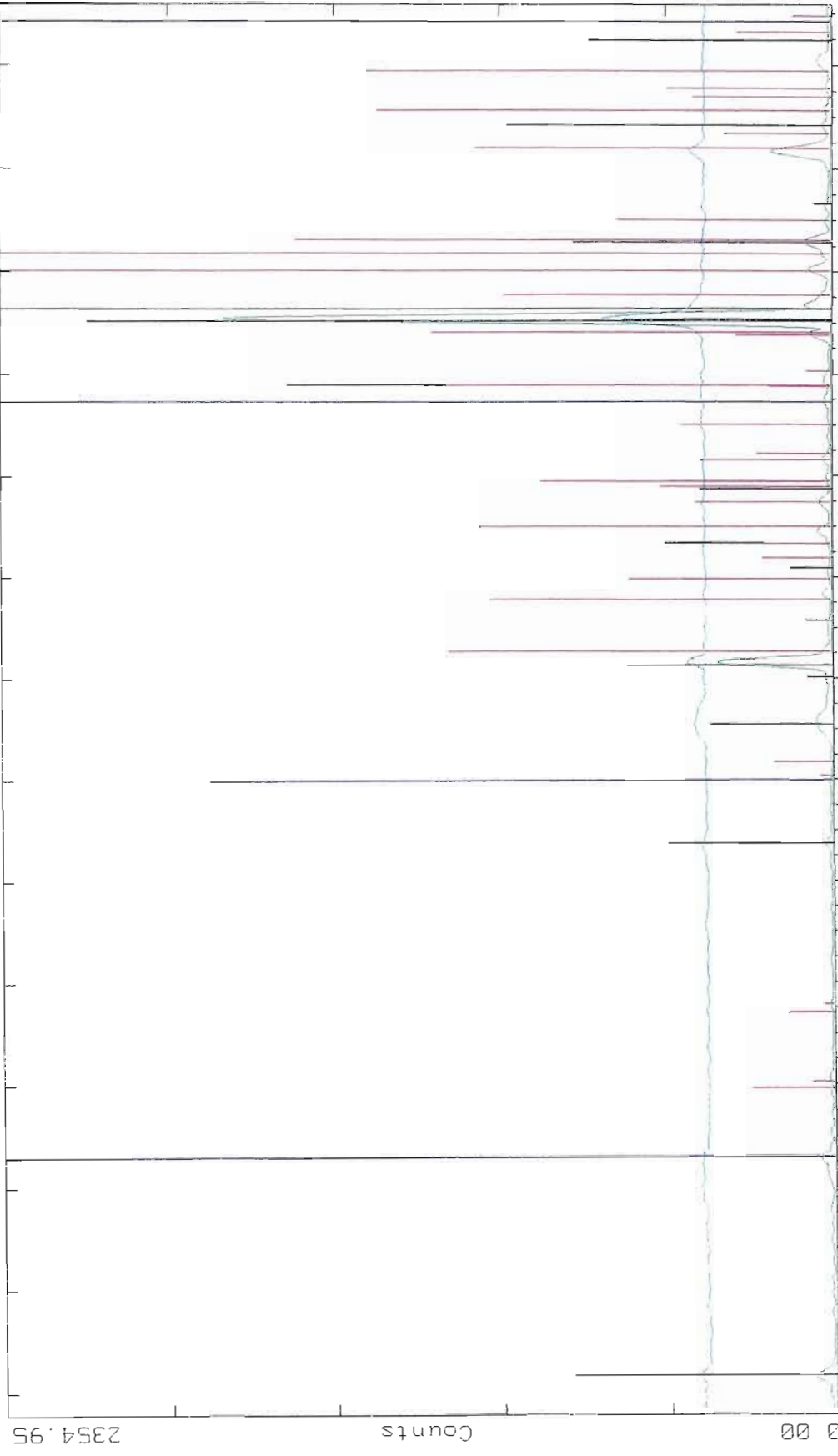
2-Theta - Scale



5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
 10-0479 D RAI51308 Microcline, inter (WL: 1.7890Ao)
 20-0548 D Na-Ca (Si, Al)4O8 Albite, calcian, disordered (WL: 1.7890Ao)
 10-0243 D Mg-Fe-Al-Si-O-OH Clinocllore (WL: 1.7890Ao)
 6-0263 I KAl2(Si3Al)7O10(OH)F2 Muscovite-2M1 (WL: 1.7890Ao)
 C:\\$DS\DATA\SYLUAIN\RX_DER~1\SAR60BAS.RAW SAR60BAS (CT: 1.0s, SS:0.025dg, WL: 1.7890Ao)
 C:\\$DS\DATA\SYLUAIN\RX_DER~1\SAR60INT.RAW SAR60INT (CT: 1.0s, SS:0.025dg, WL: 1.7890Ao)
 h-0710 D FeS2 Pyrite, syn (WL: 1.7890Ao)

21-Apr-2004 15.46

2-Theta - Scale

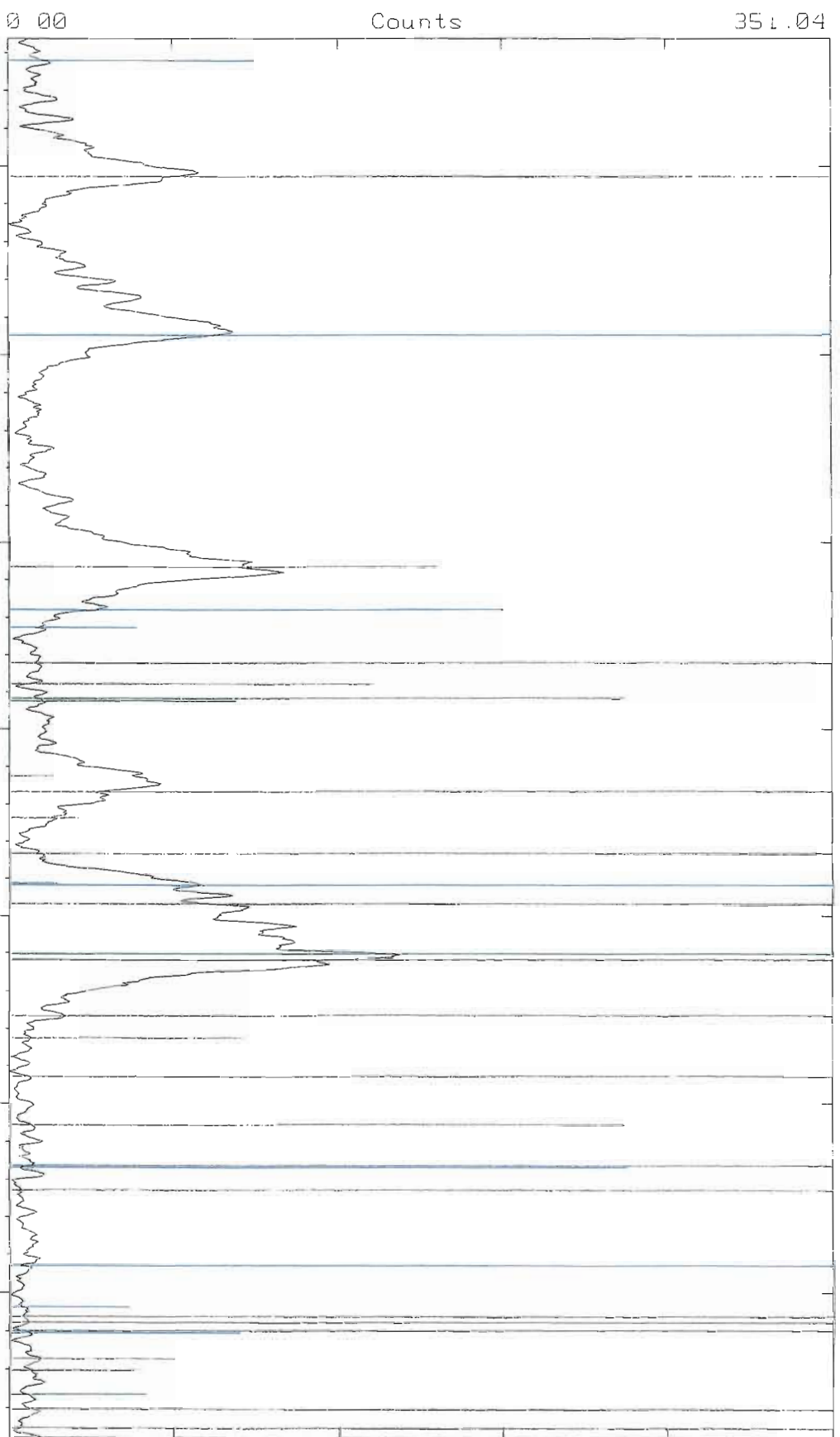


5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL 1.7890Ao)
C:\SD5\DATA\SYLVAIN\RX_DER\1\MPN30BAS.RAI MPN30BAS (CT: 1.0s; SS: 0.0253g; WL 1.7890Ao)
C:\SD5\DATA\SYLVAIN\RX_DER\1\MPN30INT.RAI MPN30INT (CT: 1.0s; SS: 0.0253g; WL 1.7890Ao)
10-0479 D KA1S1308 Microcline, inter (WL 1.7890Ao)
20-0548 D (Na,Ca)Si3Al14O8 Albite, calc (WL 1.7890Ao)
12-0243 D Mg-Fe-Al-Si-O-OH Clinochlore (WL 1.7890Ao)
6-0263 I KA12(Si3Al)O10(OH,F)2 Muscovite-2M1 (WL 1.7890Ao)

APPENDICE 3

1^{re} tentative de fractionnement du sédiment

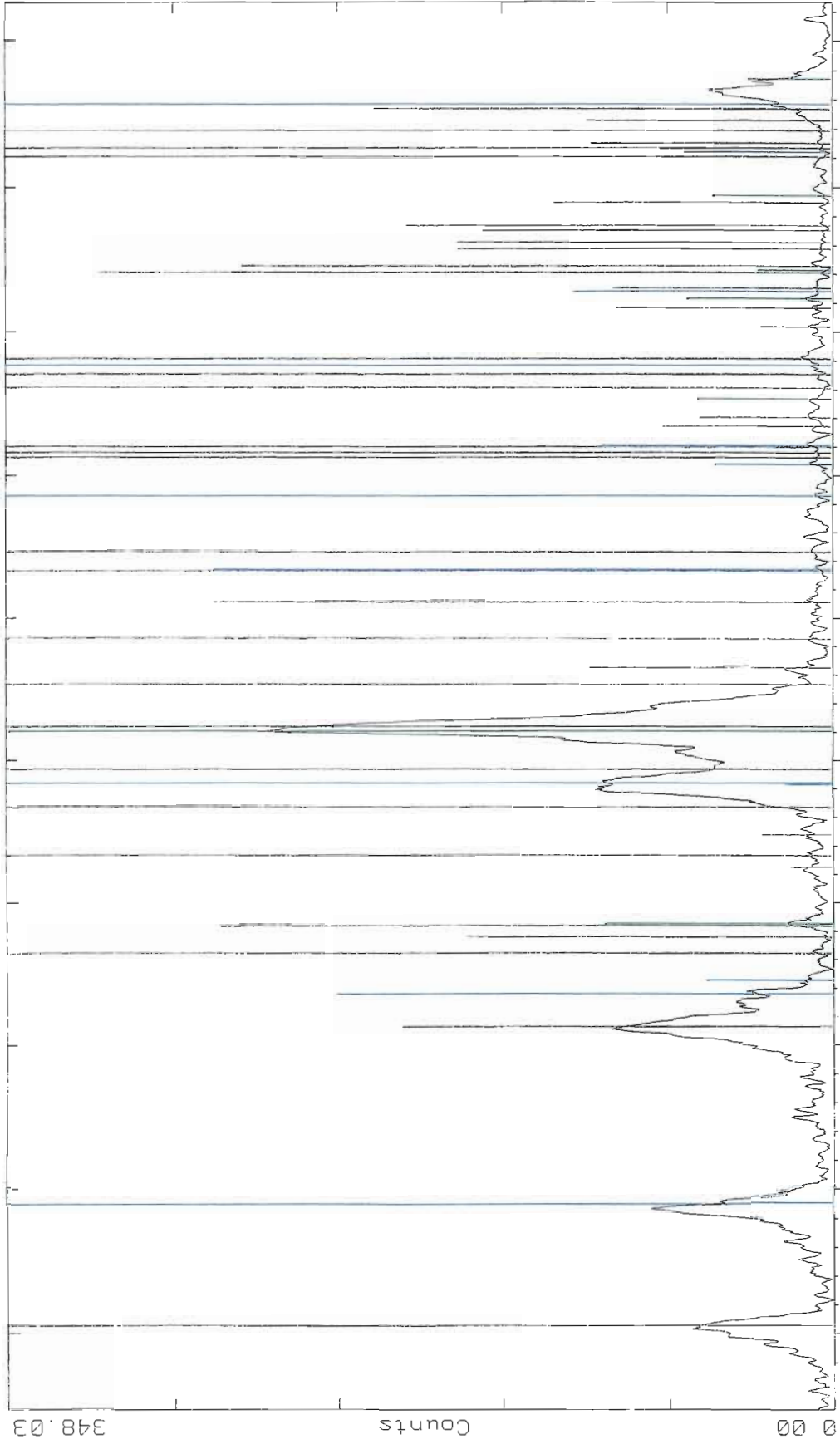
- 3.1 Fractions en suspension à la diffractométrie de rayons-x
- 3.2 Fractions intermédiaires à la diffractométrie de rayon-x
- 3.3 Fraction du bas à la diffractométrie de rayon-x
- 3.4 Granulométrie de la fraction intermédiaire
- 3.5 Granulométrie de la seconde fraction intermédiaire
- 3.6 Granulométrie de la fraction du bas



C:\SDS\DATA\SURFAC~1\SUSCLAIR.RAW SUSCLAIR (CT 1.0s, SS 0 022dg, WL 1.7890Aa)
5-0490 D SiO2 Quartz, low (IL 1.7890Aa)
16-0362 Mg, Fe, Al, B, Si, Al, Ti, O, H, S, Cl, Inochlore-1M1a, Ferroan (IL 1.7890Aa)

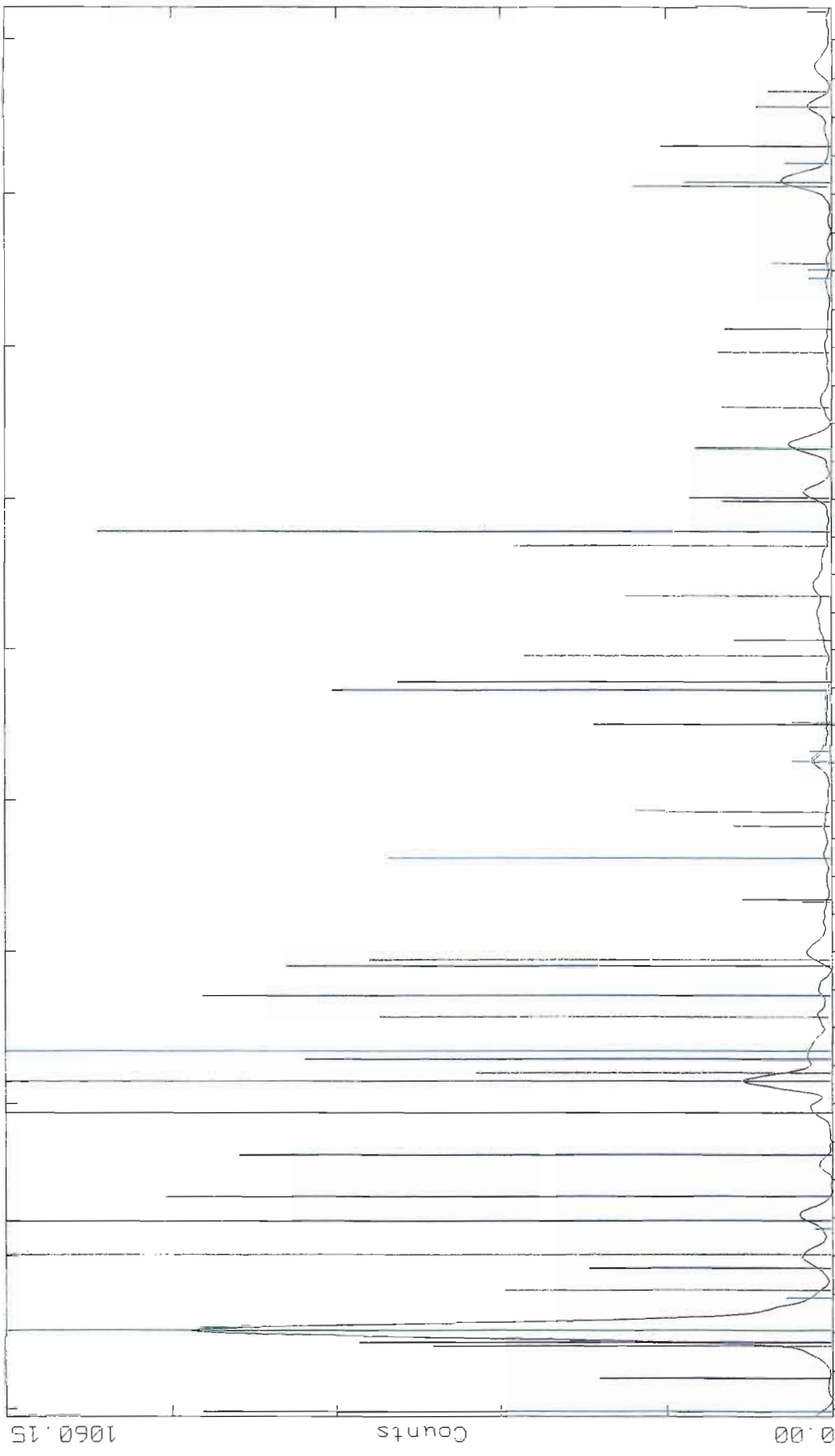
23-Jun-2003 12 51

2-Theta - Scale



C:\\$D5\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1\SUSPENCE_RAW SUSPENCE (CT 1.0s, SS 0.022dg, WL 1.7890Ao)
 5-0490 D SiO2 Quartz, low (JIL 1.7890Ao)
 16-0362 (Mg,Fe)Al₂(Si_{1.5}Al_{0.5})₄O₁₀(OH)₂ Clinoclinoe-1M (JIL 1.7890Ao)
 31-0175 (Mg,Fe)Al₂(Si_{1.5}Al_{0.5})₄O₁₀(OH)₂ Clinoclinoe-1M (JIL 1.7890Ao)

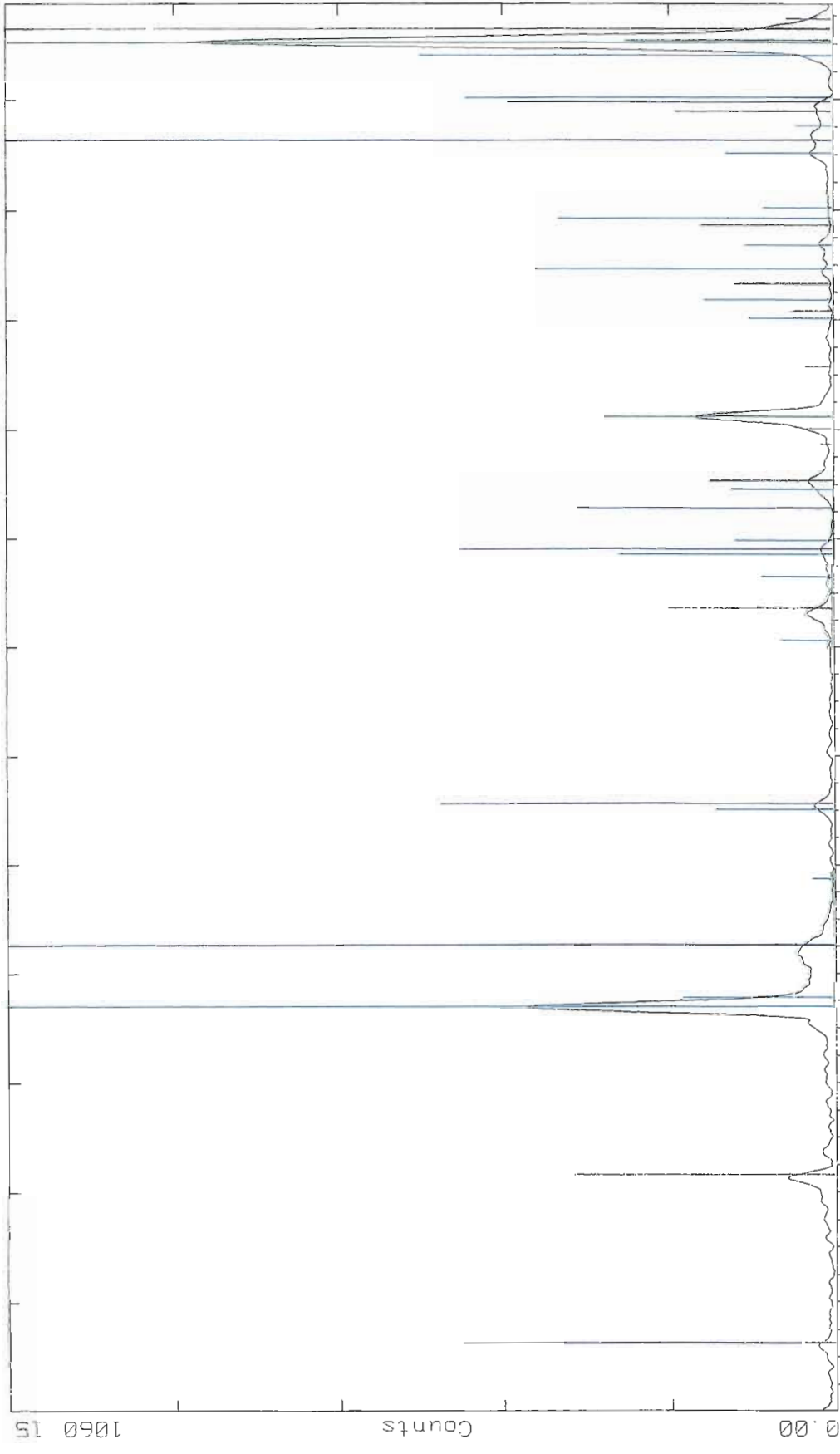
Z-Theta - Scale



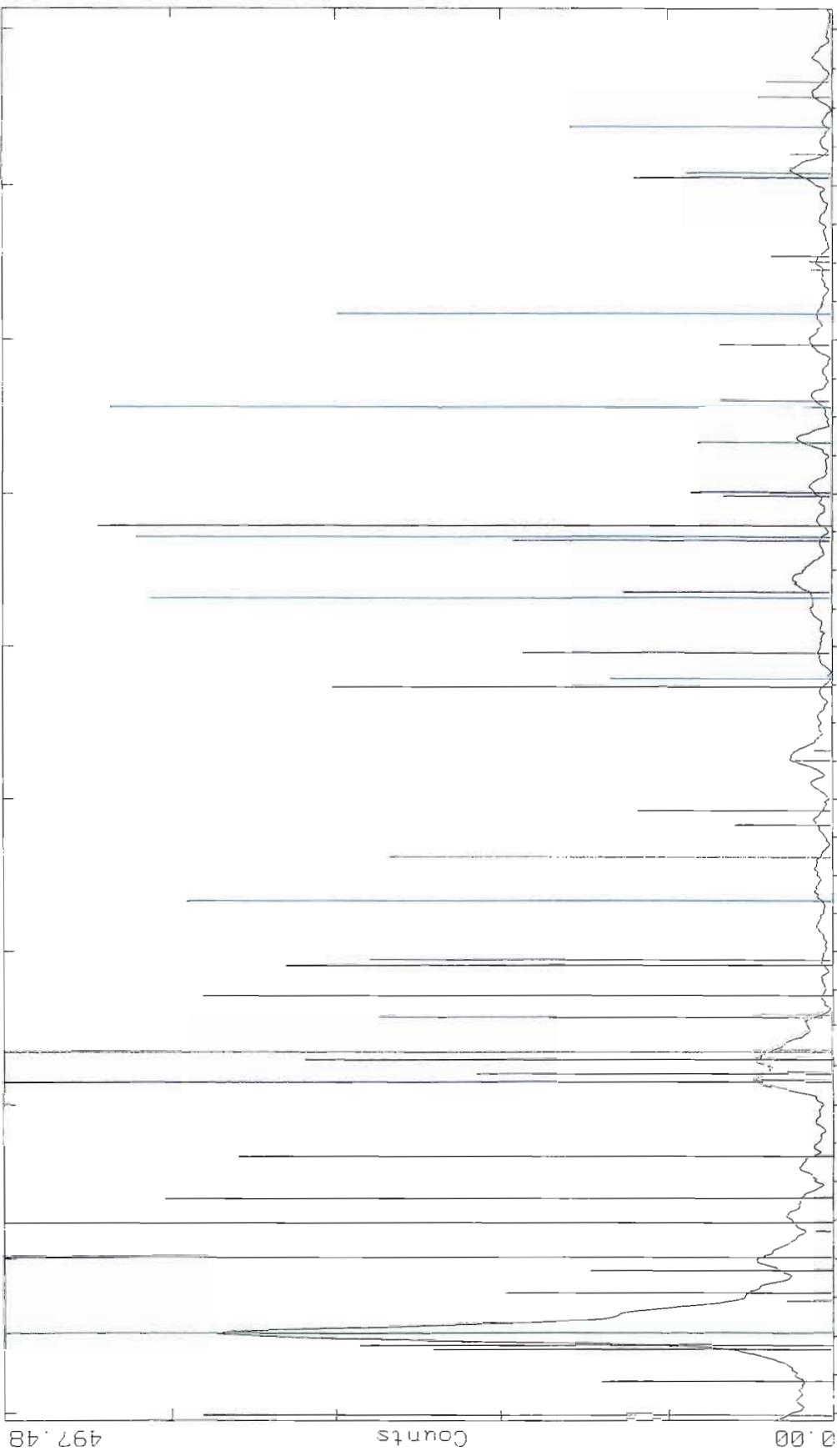
0.00
1060.15
Counts
30 32 34 36 38 40 42 44 46 48
C:\6DS\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1\B1NT12T2.RAW B1NT12T2 (CT 1 0s. SS.0 022dg, WL 1.7890Ao)
5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL 1.7890Ao)
14-0453 D CaSO4 1.5H2O Bassanite, syn (WL 1.7890Ao)
10-0474 b BaSO4 Micro, low (WL 1.7890Ao)
5-0586 i BaSO4 Calcite, syn (WL 1.7890Ao)
9-0456 D (Na,Ca)(Si,Al)4O8 Albite, calcian, disordered, syn (WL 1.7890Ao)
11-0570 D CuFeS2-x Chalcopyrite (WL 1.7890Ao)

02-Jul-2003 14:38

2-Theta - Scale



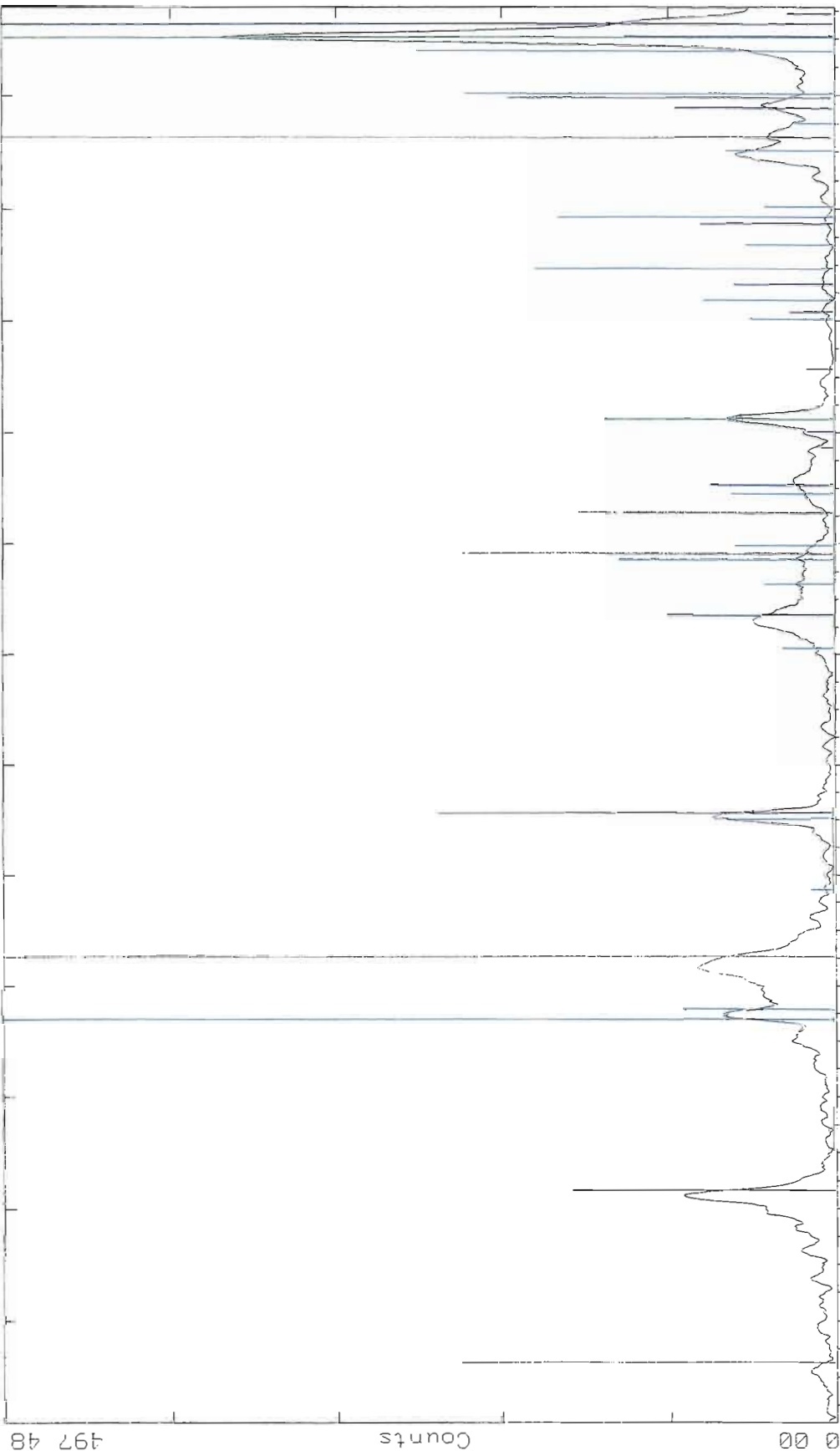
C:\\$D5\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1\B1NT12T2.RAW B1NT12T2 (CT 1.0s, SS 0.0222dg, WL: 1.7890Ao)
5-0490 0 SiO2 Quartz, low (HL: 1.7890Ao)
37-1459 1 CaB3O3(OH)5.4H2O Inyoite (HL: 1.7890Ao)
4-0763 1 CaH1.5(OH)10(OH)2.5H2O Baseite (HL: 1.7890Ao)
14-0462 6 CaSO4.1.5H2O Baseite sum (HL: 1.7890Ao)
7-0078 (Mg,Fe,Al)6(Si,Al)14O10(OH)8 Clinocllore-1M1b, ferrian (HL: 1.7890Ao)



C:\6DS\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1 BAB12TD2.RAW BAB12TD2 (CT 1 0s, SS 0.022dg, WL 1.7890Ao)

02-Jul-2003 14:55

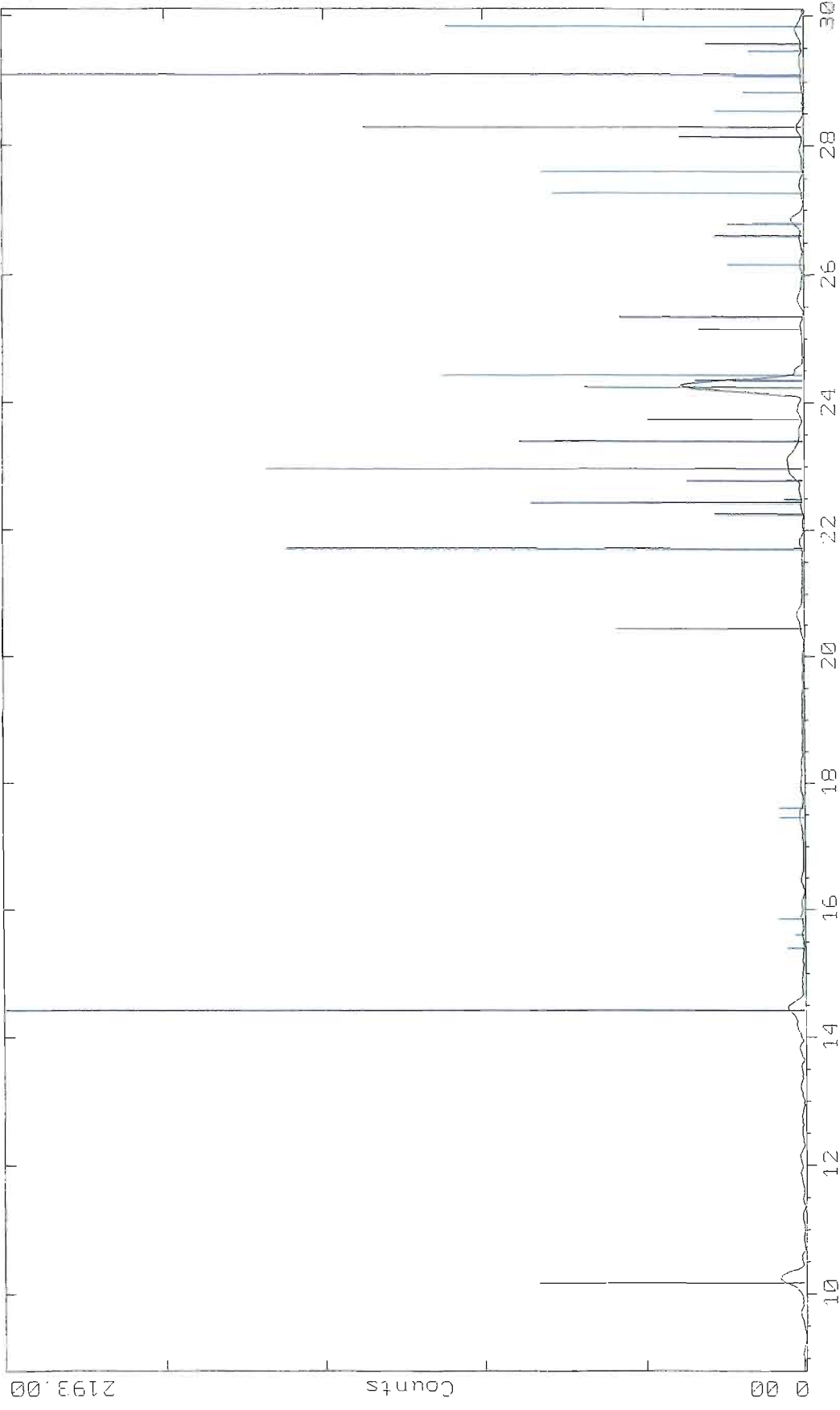
2-Theta - Scale



C:\\$DS\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1\BAB12TD2.RAW BAB12TD2 (CT 1 0s. SS 0.022dg. WL 1.7890Ao)
5-0490 0 SiO2 Quartz, low (JL 1.7890Ao)
37-1459 1 CaB3O7 OH 5.4H2O Inyoite (JL 1.7890Ao)
3-0216 1 Mg Fe Al 6.5Si Al 4MnO 4H 2O (JL 1.7890Ao)
14-0453 1 CaSO4 1.5H2O Bassanite, sun. (JL 1.7890Ao)
6-0265 1 KAl2(Si3Al)O10(OH,F)2 muscovite-2M1 (JL 1.7890Ao)

2-Theta - Scale

26-Jun-2003 12:42



C:\6DS\DATA\SYLVIA\IN\SURFAC~1\BAB12T2S.RAW BAB12T2S (CT 1.0s, SS 0.022dg, WL 1.7890Ao)
5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
22-0675 C KAlSi3O8 Microcline, intermediate (WL: 1.7890Ao)
9-0504 I CaAl2Si2O7 Pyro. WL 1.7890Ao
7-0025 I KAl2Si2O7 OH H2O Muscovite, 110, 500 (WL: 1.7890Ao)
24-0506 C (Mg5Al)(Si1Al)4O10(OH)8 Clinocllore-1M11b, ferroan (WL: 1.7890Ao)

G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE NAME : BAS PALE 3/5TD2SEMAINES
FILE NAME : BASPALE

DATE : 05/02/2003	ACQ. RANGE : 0.5-150	COUNTS : 64479
TIME : 19:02	ACQ. MODE : SAMPLE	S.N.F. : 0.39
CONFIG. : 1 (0.5 A)	ACQ. TIME : 150 SEC	S.D.U. : 1066
CELL TYPE : LQFLOW	SAMPLE SIZE : 4 (ABORTED)	CONCENTR. : 6.4E+05 #/ml
SAMPLE TYPE : SPECIAL	REQ. CONF. : None	SOLIDS : 4.4E-04 %

SPECIFIC AREA : 8.1E-01 cm²/ml

	MEAN Diameter	S.D.
Number, Length :	1.62 μm	1.01 μm
Number, Area :	1.91 μm	1.05 μm
Number, Volume :	2.36 μm	1.25 μm
Length, Area :	2.25 μm	1.74 μm
Length, Volume :	2.84 μm	1.84 μm
Area, Volume :	3.59 μm	3.35 μm
Volume, Moment :	6.71 μm	5.73 μm

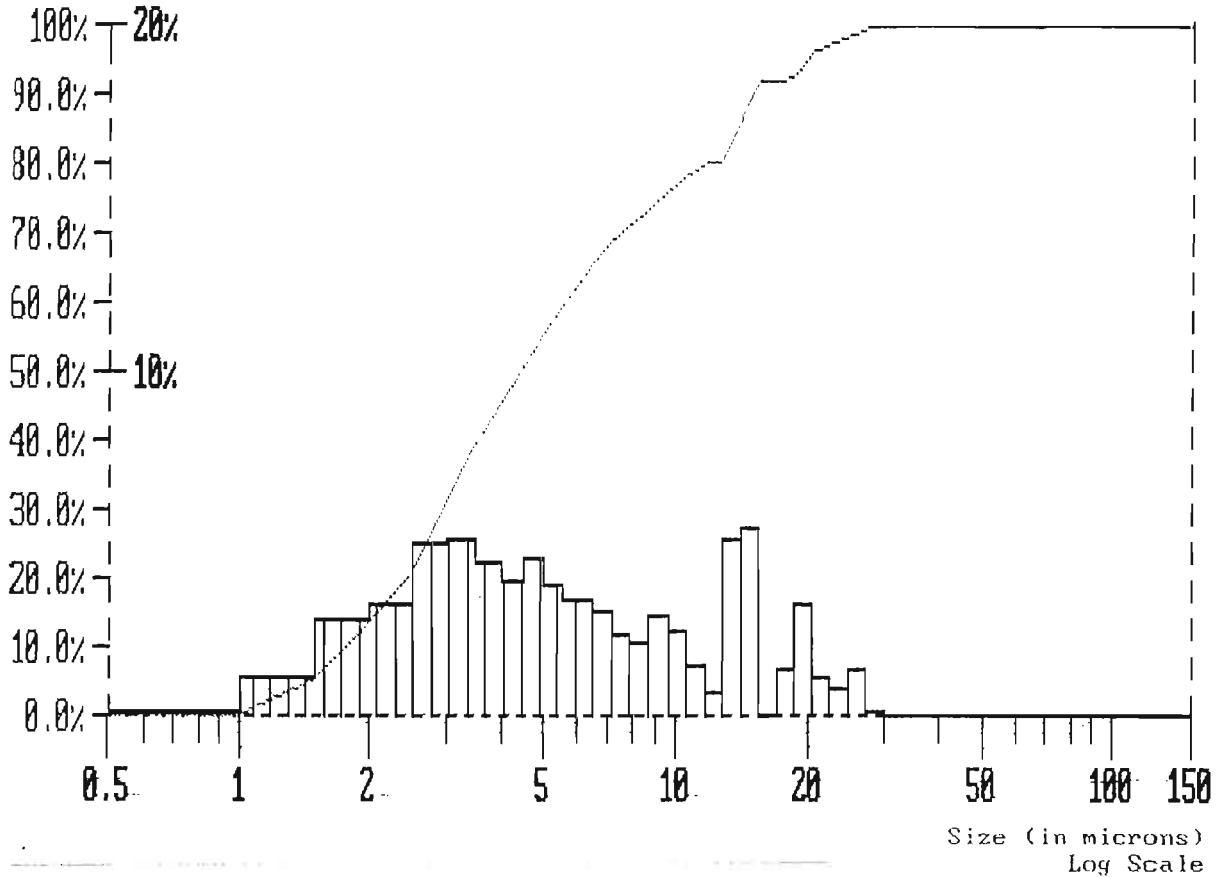
	MEDIAN Diameter	MODE	CONFIDENCE
Number :	1.39 μm	1.25 μm	100.00%
Area :	2.61 μm	2.75 μm	100.00%
Volume :	4.40 μm	14.62 μm	99.65%

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: BAS PALE 3/5TD2SEMAINES
 4.4E-06 cc/ml(100.0%)
 Mode at 14.62 μ m
 << SCALE RANGE (μ m): 0.5 - 150.0 >>

Mean(nu): 2.36 μ m
 S.D.(nu): 1.25 μ m

Median : 4.40 μ m
 Mean(vu): 6.71 μ m
 S.D.(vu): 5.73 μ m
 Conf(vu): 99.65 %



VOLUME DISTRIBUTION TABLE (RANGES)

RANGE (microns)	LOCAL (%)	UNDER (%) - CUMULATIVE - OVER (%)
0.0 - 1.0	0.82	0.82 99.18
1.0 - 2.0	13.19	14.01 85.99
2.0 - 3.0	17.38	31.39 68.61
3.0 - 4.0	14.69	46.07 53.93
4.0 - 5.0	9.94	56.01 43.99
5.0 - 6.0	7.01	63.02 36.98
6.0 - 7.0	5.41	68.43 31.57
7.0 - 8.0	3.25	71.69 28.31
8.0 - 9.0	2.50	74.19 25.81
9.0 - 10.0	3.51	77.70 22.30
10.0 - 20.0	18.74	96.44 3.56
20.0 - 30.0	3.56	100.00 0.00
30.0 - 40.0	0.00	100.00 0.00
40.0 - 50.0	0.00	100.00 0.00
50.0 - 60.0	0.00	100.00 0.00
60.0 - 70.0	0.00	100.00 0.00
70.0 - 80.0	0.00	100.00 0.00
80.0 - 90.0	0.00	100.00 0.00
90.0 - 100.0	0.00	100.00 0.00
100.0 - 150.0	0.00	100.00 0.00

G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE NAME : BAS INTERMEDIAIRE 2/5
FILE NAME : Data Not Saved.

DATE	: 05/02/2003	ACQ. RANGE	: 0.5-150	COUNTS	: 85714
TIME	: 22:15	ACQ. MODE	: SAMPLE	S.N.F.	: 0.39
CONFIG.	: 1 (0.5 A)	ACQ. TIME	: 251 SEC	S.D.U.	: 478.
CELL TYPE	: LQFLOW	SAMPLE SIZE	: 4	CONCENTR.	: 7.3E+05 #/ml
SAMPLE TYPE	: SPECIAL	REQ. CONF.	: None	SOLIDS	: 1.7E-03 %

SPECIFIC AREA : 6.7E-01 cm²/ml

	MEAN Diameter	S.D.
Number, Length	: 1.65 μm	1.70 μm
Number, Area	: 2.37 μm	1.85 μm
Number, Volume	: 3.56 μm	2.56 μm
Length, Area	: 3.40 μm	3.97 μm
Length, Volume	: 5.23 μm	4.37 μm
Area, Volume	: 8.04 μm	7.23 μm
Volume, Moment	: 14.54 μm	9.51 μm

	MEDIAN Diameter	MODE	CONFIDENCE
Number	: 1.19 μm	1.25 μm	100.00%
Area	: 5.97 μm	10.00 μm	99.73%
Volume	: 12.53 μm	13.30 μm	99.91%

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: BAS INTERMEDIAIRE 2/5

1.7E-05 cc/ml(100.0%)

Mode at 13.30 μ m

<< SCALE RANGE (μ m): 0.5 - 150.0 >>

Mean(nv): 3.56 μ m

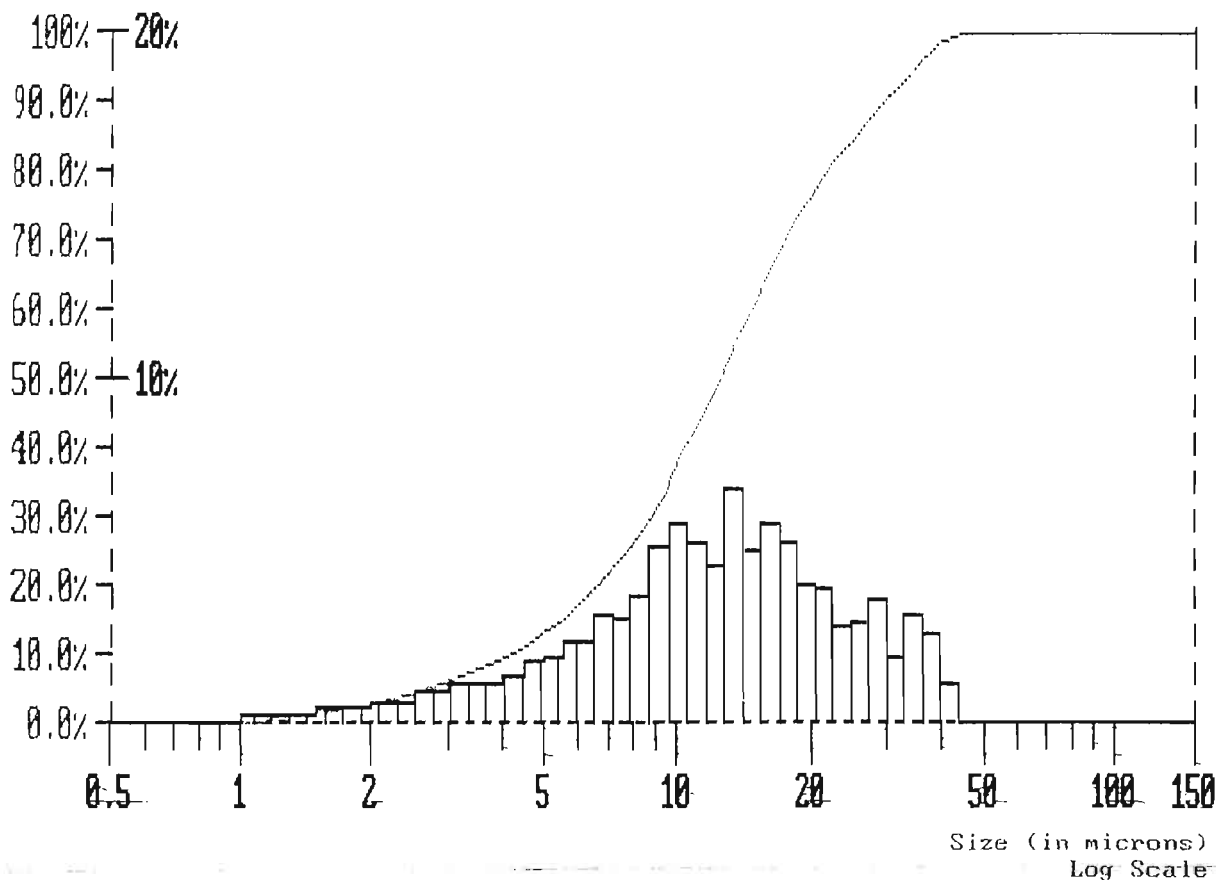
S.D.(nv): 2.56 μ m

Median : 12.53 μ m

Mean(vn): 14.54 μ m

S.D.(vn): 9.51 μ m

Conf(vn): 99.91 %



VOLUME DISTRIBUTION TABLE (RANGES)

RANGE (microns)	LOCAL (%)	UNDER (%)	CUMULATIVE (%)	OVER (%)
0.0 - 1.0	0.36	0.36	99.64	
1.0 - 2.0	2.75	3.11	96.89	
2.0 - 3.0	3.23	6.34	93.66	
3.0 - 4.0	3.50	9.85	90.15	
4.0 - 5.0	3.78	13.63	86.37	
5.0 - 6.0	4.12	17.75	82.25	
6.0 - 7.0	4.47	22.22	77.78	
7.0 - 8.0	4.33	26.55	73.45	
8.0 - 9.0	5.14	31.69	68.31	
9.0 - 10.0	6.70	38.39	61.61	
10.0 - 20.0	38.45	76.84	23.16	
20.0 - 30.0	14.15	90.99	9.01	
30.0 - 40.0	7.77	98.76	1.24	
40.0 - 50.0	1.24	100.00	0.00	
50.0 - 60.0	0.00	100.00	0.00	
60.0 - 70.0	0.00	100.00	0.00	
70.0 - 80.0	0.00	100.00	0.00	
80.0 - 90.0	0.00	100.00	0.00	
90.0 - 100.0	0.00	100.00	0.00	
100.0 - 150.0	0.00	100.00	0.00	

G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE-NAME : BAS 1/5
FILE NAME : BAS1_5

DATE : 05/02/2003	ACQ. RANGE : 0.5-150	COUNTS : 279385
TIME : 22:37	ACQ. MODE : SAMPLE	S.N.F. : 0.39
CONFIG. : 1 (0.5 A)	ACQ. TIME : 403 SEC	S.D.U. : 1113
CELL TYPE : LQFLOW	SAMPLE SIZE : 4 (ABORTED)	CONCENTR. : 2.4E+05 #/ml
SAMPLE TYPE : SPECIAL	REQ. CONF. : None	SOLIDS : 6.2E-03 %

SPECIFIC AREA : 7.1E-01 cm²/ml

MEAN Diameter S.D.

Number, Length :	3.85 μm	4.05 μm
Number, Area :	5.59 μm	4.41 μm
Number, Volume :	7.93 μm	5.75 μm
Length, Area :	8.11 μm	7.96 μm
Length, Volume :	11.37 μm	8.60 μm
Area, Volume :	15.93 μm	13.84 μm
Volume, Moment :	27.95 μm	18.46 μm

MEDIAN Diameter MODE CONFIDENCE

Number :	2.68 μm	2.75 μm	100.00%
Area :	11.38 μm	11.00 μm	98.15%
Volume :	22.96 μm	45.76 μm	99.80%

STATISTICS

SPECIFIC AREA : 7.1E-01 cm²/ml

MEAN Diameter S.D.

Number, Length :	3.85 μm	4.05 μm
Number, Area :	5.59 μm	4.41 μm
Number, Volume :	7.93 μm	5.75 μm
Length, Area :	8.11 μm	7.96 μm
Length, Volume :	11.37 μm	8.60 μm
Area, Volume :	15.93 μm	13.84 μm
Volume, Moment :	27.95 μm	18.46 μm

MEDIAN Diameter MODE CONFIDENCE

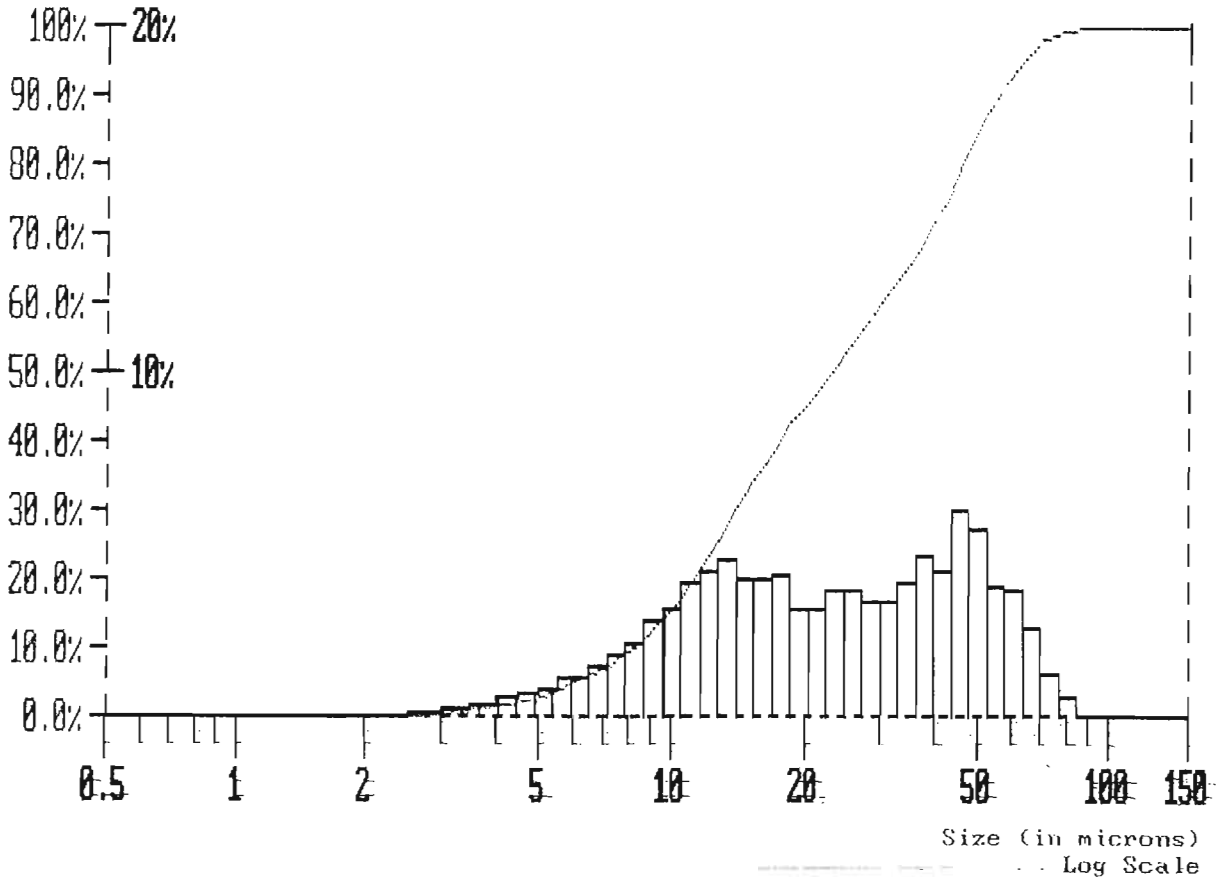
Number :	2.68 μm	2.75 μm	100.00%
Area :	11.38 μm	11.00 μm	98.15%
Volume :	22.96 μm	45.76 μm	99.80%

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: BAS 1/5
 6.2E-05 cc/ml(100.0%)
 Mode at 45.76 μm
 << SCALE RANGE (μm): 0.5 - 150.0 >>

Mean(nu): 7.93μm
 S.D.(nu): 5.75μm

Median : 22.96μm
 Mean(um): 27.95μm
 S.D.(um): 18.46μm
 Conf(vm): 99.80 %



VOLUME DISTRIBUTION TABLE (RANGES)

RANGE (microns)	LOCAL (%)	UNDER (%)	CUMULATIVE (%)	OVER (%)
0.0 - 1.0	0.01	0.01	99.99	
1.0 - 2.0	0.15	0.17	99.83	
2.0 - 3.0	0.52	0.68	99.32	
3.0 - 4.0	1.08	1.76	98.24	
4.0 - 5.0	1.50	3.26	96.74	
5.0 - 6.0	1.80	5.06	94.94	
6.0 - 7.0	2.18	7.24	92.76	
7.0 - 8.0	2.53	9.77	90.23	
8.0 - 9.0	2.90	12.67	87.33	
9.0 - 10.0	3.46	16.12	83.88	
10.0 - 20.0	29.38	45.51	54.49	
20.0 - 30.0	14.87	60.38	39.62	
30.0 - 40.0	12.38	72.76	27.24	
40.0 - 50.0	11.78	84.54	15.46	
50.0 - 60.0	8.17	92.71	7.29	
60.0 - 70.0	5.37	98.08	1.92	
70.0 - 80.0	1.92	100.00	0.00	
80.0 - 90.0	0.00	100.00	0.00	
90.0 - 100.0	0.00	100.00	0.00	
100.0 - 150.0	0.00	100.00	0.00	

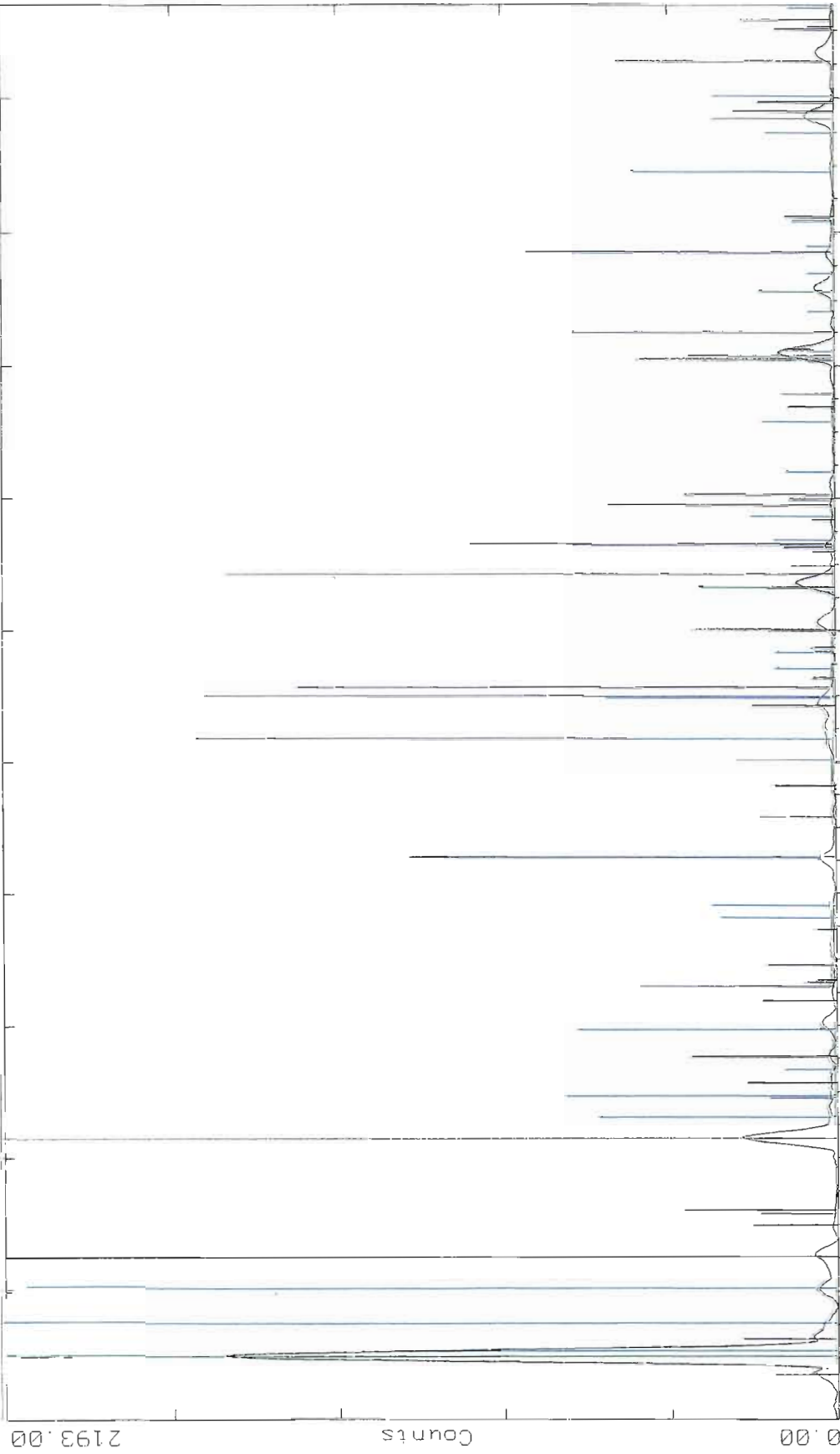
APPENDICE 4

2^e tentative de fractionnement du sédiment

- 4.1 Composition minéralogique de la suspension claire et de la suspension foncée à la diffractométrie de rayon-x (XRD)
- 4.2 Composition minéralogique de la fraction intermédiaire à la diffractométrie de rayon-x (XRD)
- 4.3 Composition minéralogique de la fraction du bas à la diffractométrie de rayon-x (XRD)
- 4.4 Granulométrie des particules de la fraction intermédiaire par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)
- 4.5 Granulométrie des particules de la fraction du bas par le granulomètre au laser Galai (CIS 100)
- 4.6 Valeur du Zèta de la suspension claire par l'analyse au "Electrokinetic Sonic Amplitude" ESA
- 4.7 Valeur du Zèta de la suspension foncée par l'analyse au "Electrokinetic Sonic Amplitude" ESA
- 4.8 Valeur du Zèta de la fraction intermédiaire par l'analyse au "Electrokinetic Sonic Amplitude" ESA
- 4.9 Valeur du Zèta de la fraction du bas par l'analyse au "Electrokinetic Sonic Amplitude" ESA

26-Jun-2003 12.44

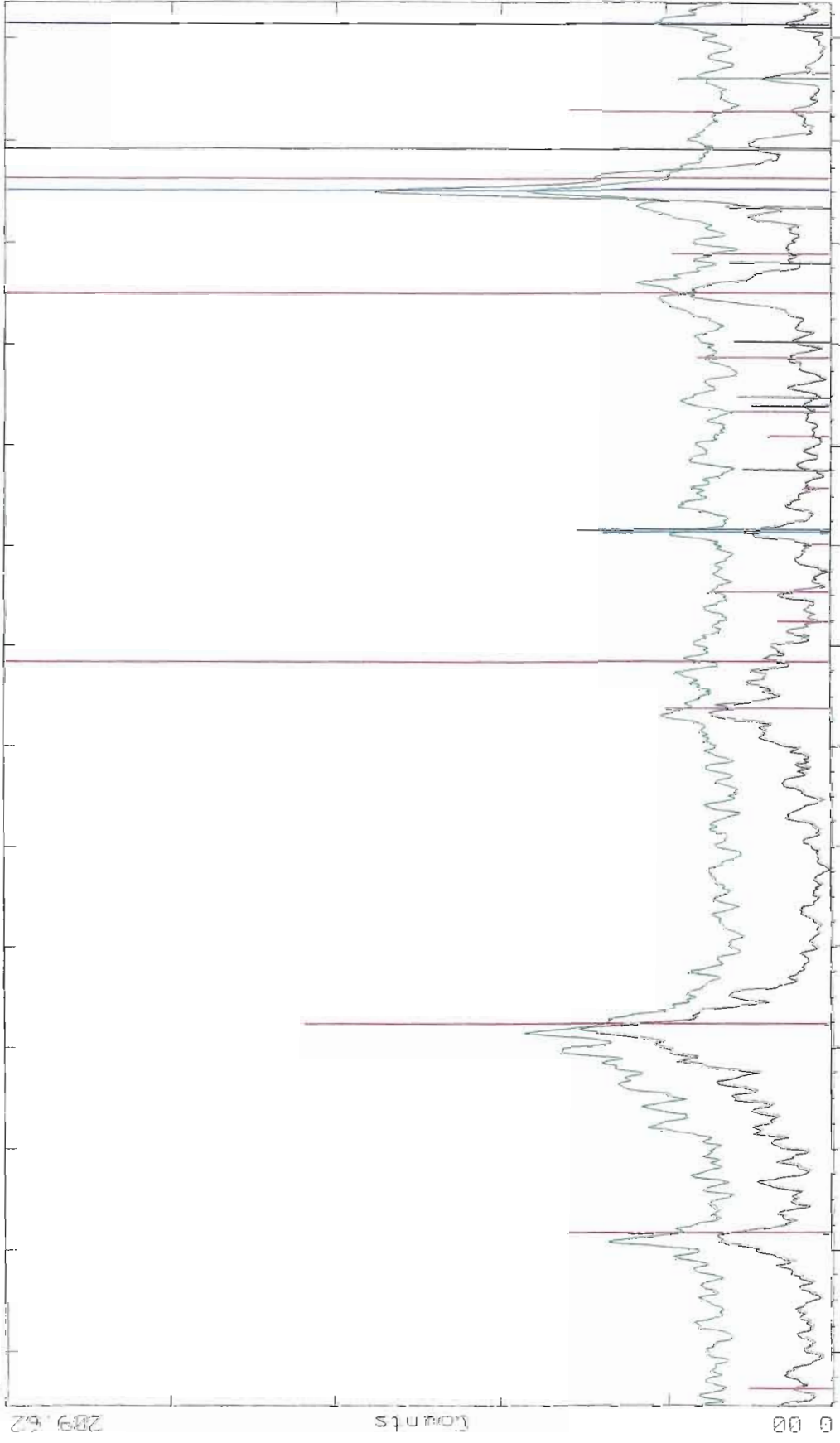
2-Theta - Scale



C:\605\DATA\SYLVAIN\SURFAC~1\BAB12T2S.RAW BAB12T2S (CT. 1.0s, SS 0.0222dg, WL 1.7890Ao)
5-0490 D: SiO2 Quartz, low (HL 1.7890Ao)
02-0575 C: RALS1308 Microcline, intermediate (HL 1.7890Ao)
04-0586 I: NaAlSi3O8 Albite, syn (HL 1.7890Ao)
04-0506 C: Mg5O7 (1) Al3O4(OH)2 (1) Hydroxide (HL 1.7890Ao)
9-0710 C: Fe62 Pyrite, syn (HL 1.7890Ao)
9-0466 * NaAlSi3O8 Albite, ordered (WL 1.7890Ao)

Z-Theta - Scale

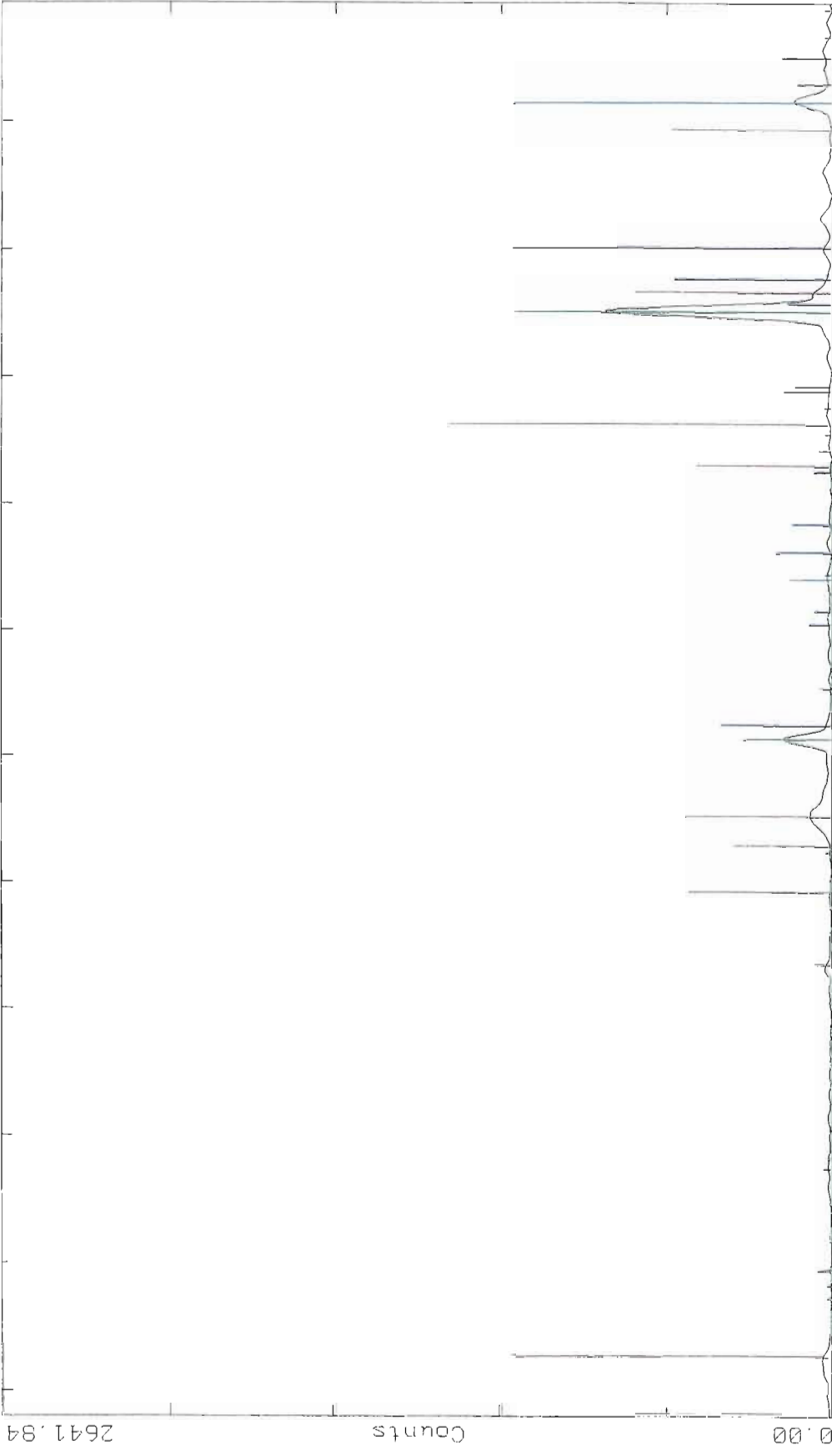
23-Mar-2004 17:22



C \$D5\ DATA\ SYLVAIN\ SURFA ~1 4COUCH~1\SUSPOTD2 RAW SUSPONCE (CT: 1.0s; SS:0.0222dg; WL 1.7
 C \$D5\ DATA\ SYLVAIN\ SURFA ~1 4COUCH~1\SUSCLTD2 RAW SUSCLH1A (CT: 1.0s; SS:0.0222dg; WL 1.7
 5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
 12-0185 D (Mg, Fe, Al)6(Si, Cr)4O10(OH)8 Clinocllore (WL: 1.7890Ao)
 5-0253 D Ba12Fe8S12O40 F12 Muscovite-201 (WL: 1.7890Ao)
 5-0586 I CaCO3 Calcite, syn (WL: 1.7890Ao)
 12-0703 D Ba1S1308 Microcline (WL: 1.7890Ao)
 6-0710 D FeS2 Pyrite, syn (WL: 1.7890Ao)

2-Theta - Scale

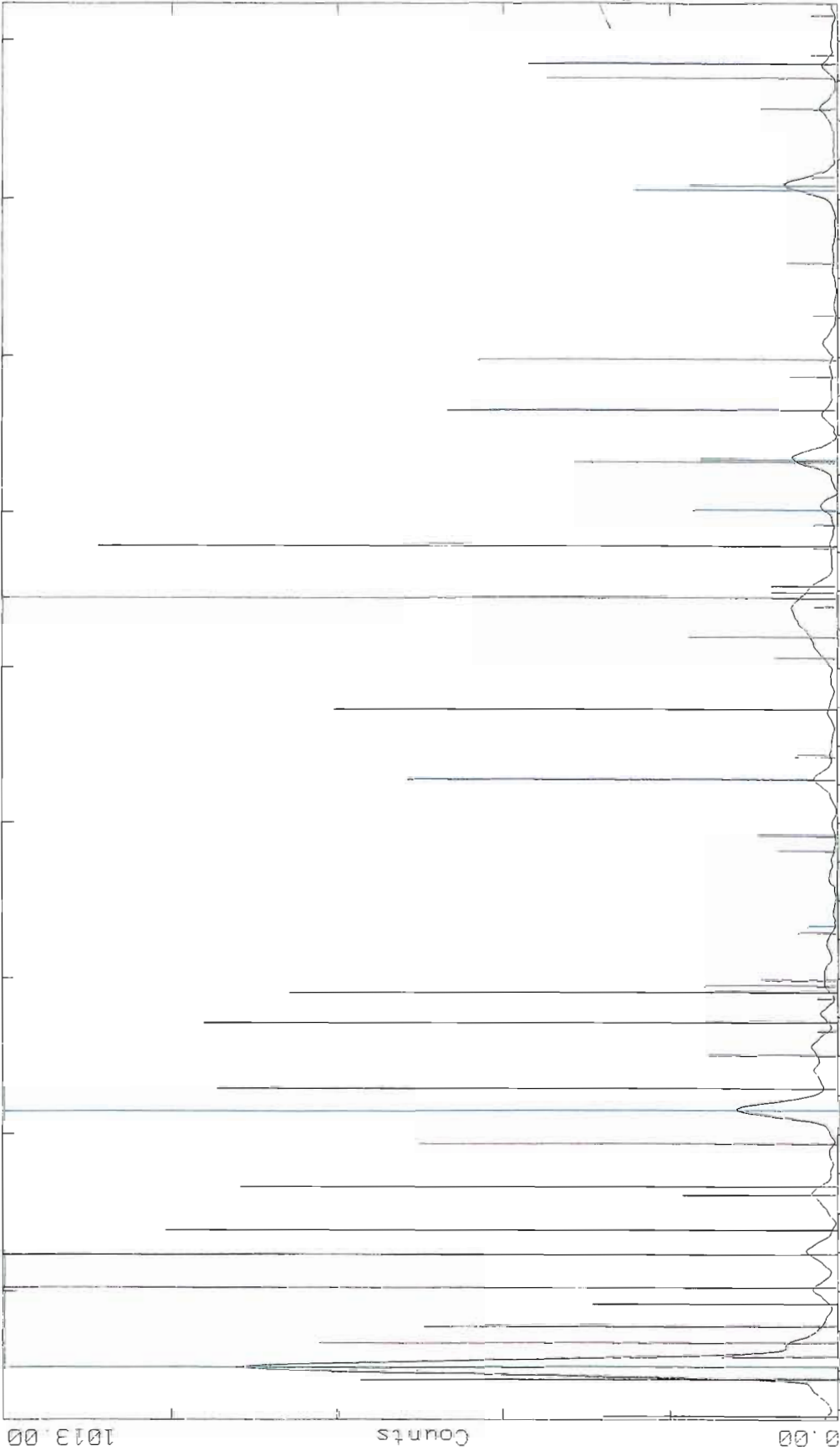
10-Sep-2003 13.46



C:\EDS\DATA\SYLVAIN\SURFA_~1\4COUCH~1\PARTINT.RAW PARTINT (CT 1.0s, SS 0.0222dg, WL 1.789
5-0490 Q SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Å)
5-0586 I CaCO3 Calcite, sun (WL: 1.7890Å)
10-0199 S Ra-Emit Scat w/ Hbematite, Hbematite (WL: 1.7890Å)
14-0932 I KAlSi3O8 Microcline, Intermediate (WL: 1.7890Å)

10-Sep-2003 13:48

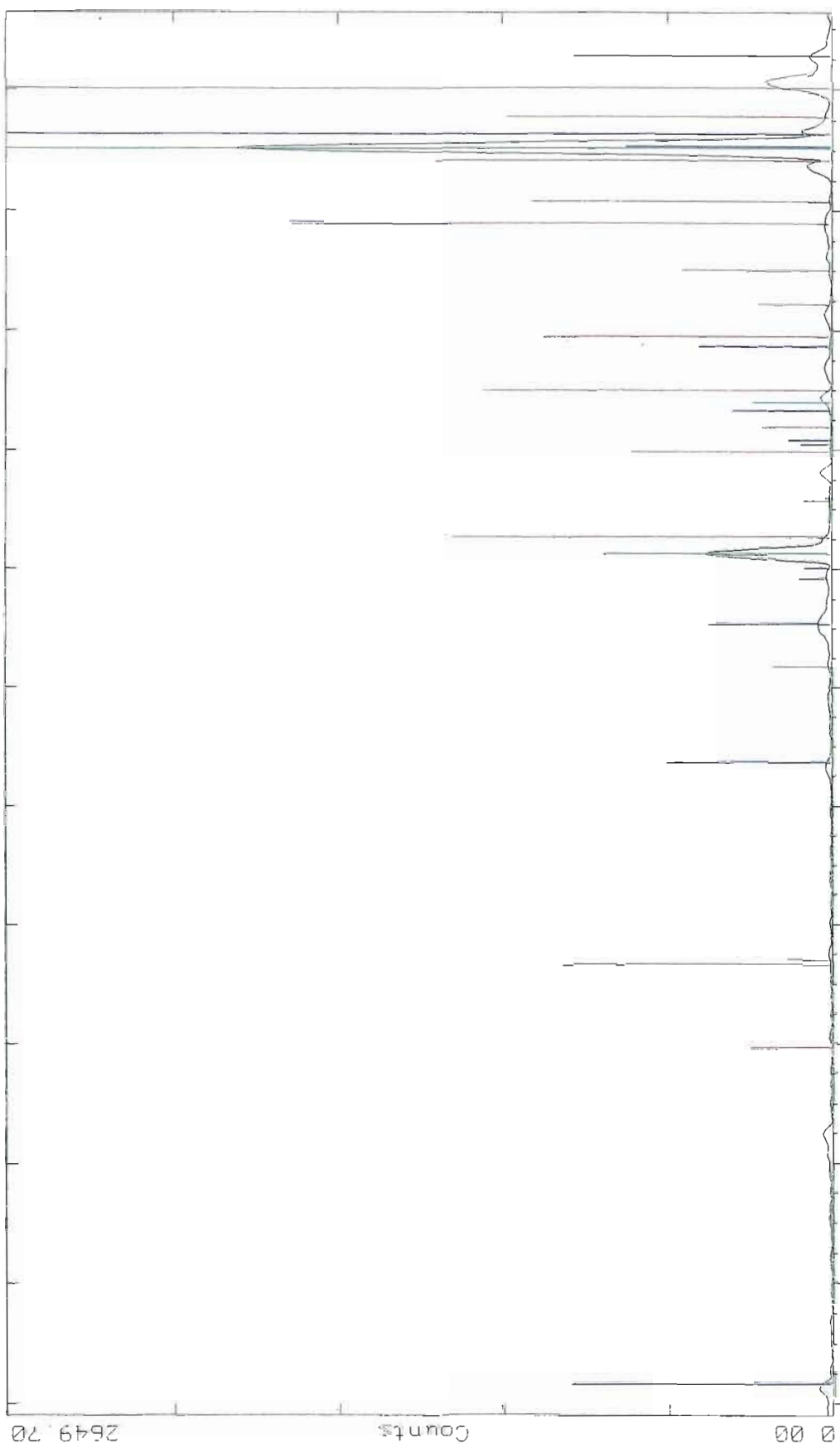
2-Theta - Scale



C:\6D5\DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\PARTINT RAW PARTINT (CT) 1.0s, SS.0.0222dg, WL. 1.789
5-0490 0 SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
5-0586 1 CaCO3 Calcite, syn (WL: 1.7890Ao)
10-0391 1 BaFe2(Si2O7)2H2O Buserite (WL: 1.7890Ao)
13-0044 1 Mg3Si2O5(OH)4 Hydrated talc (WL: 1.7890Ao)
6-0710 0 FeS2 Pyrite, syn (WL: 1.7890Ao)
9-0456 0 (Na,Ca)(Si,Al)4O8 Albite, calcian, disordered, syn (WL: 1.7890Ao)

10-Sep-2003 13.50

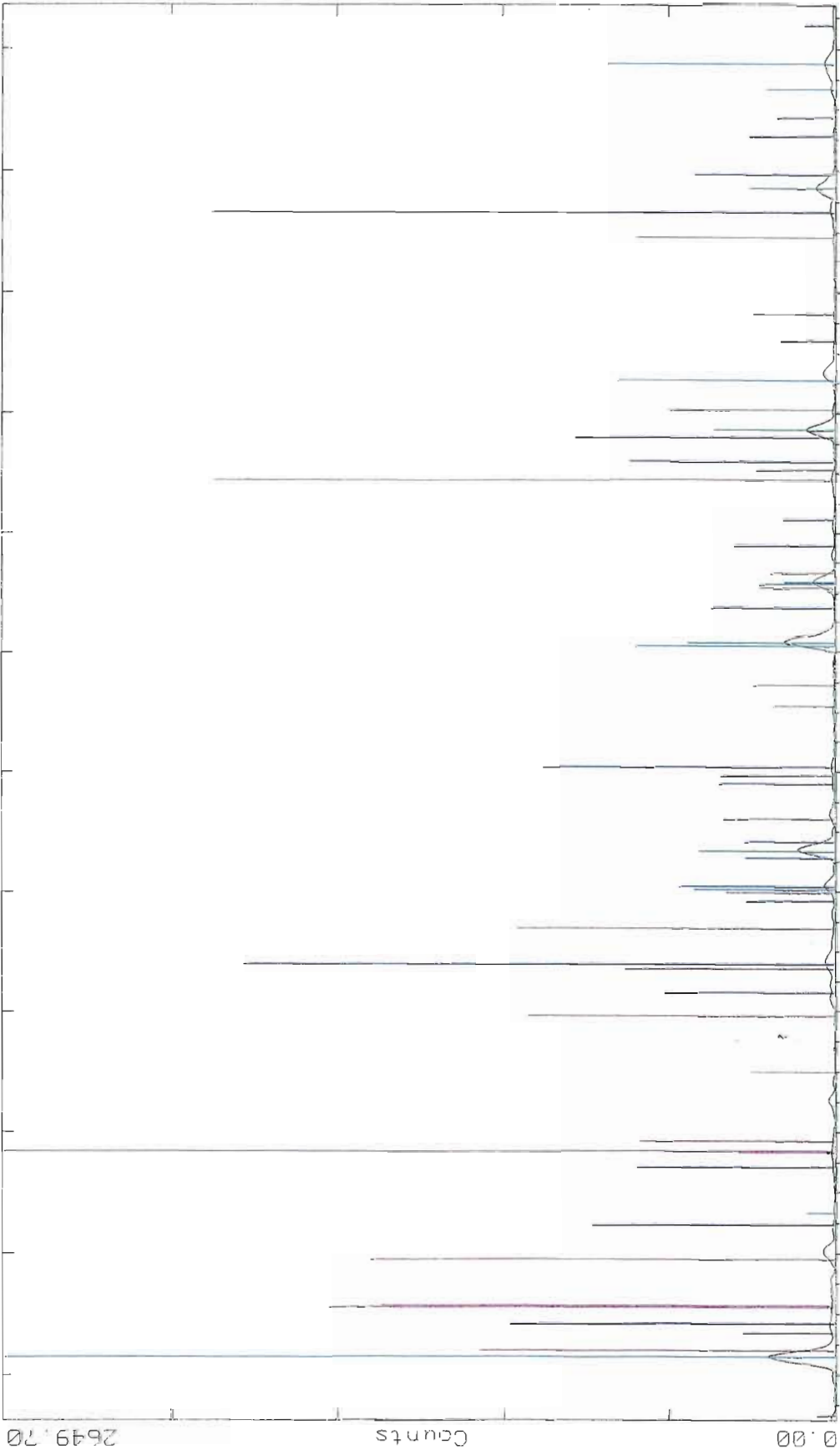
2-Theta - Scale



C:\605 DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\PARTBAS.RAW PARTBAS (CT 1.0s. SS 0 022dg, WL 1.789
 5-0499 P SiO2 Quartz, low (WL: 1.789000)
 5-0586 I CaCO3 Calcite, syn (WL: 1.789000)
 01-0476 P KAlSi3O8 Quartz, low (WL: 1.789000)
 1-1067 I CaCO3 Calcite, low (WL: 1.789000)
 6-0263 I KAl2(Si3Al)O10(OH,F)2 Huscovite-2H1 (WL 1.789000)

10-Sep-2003 13 52

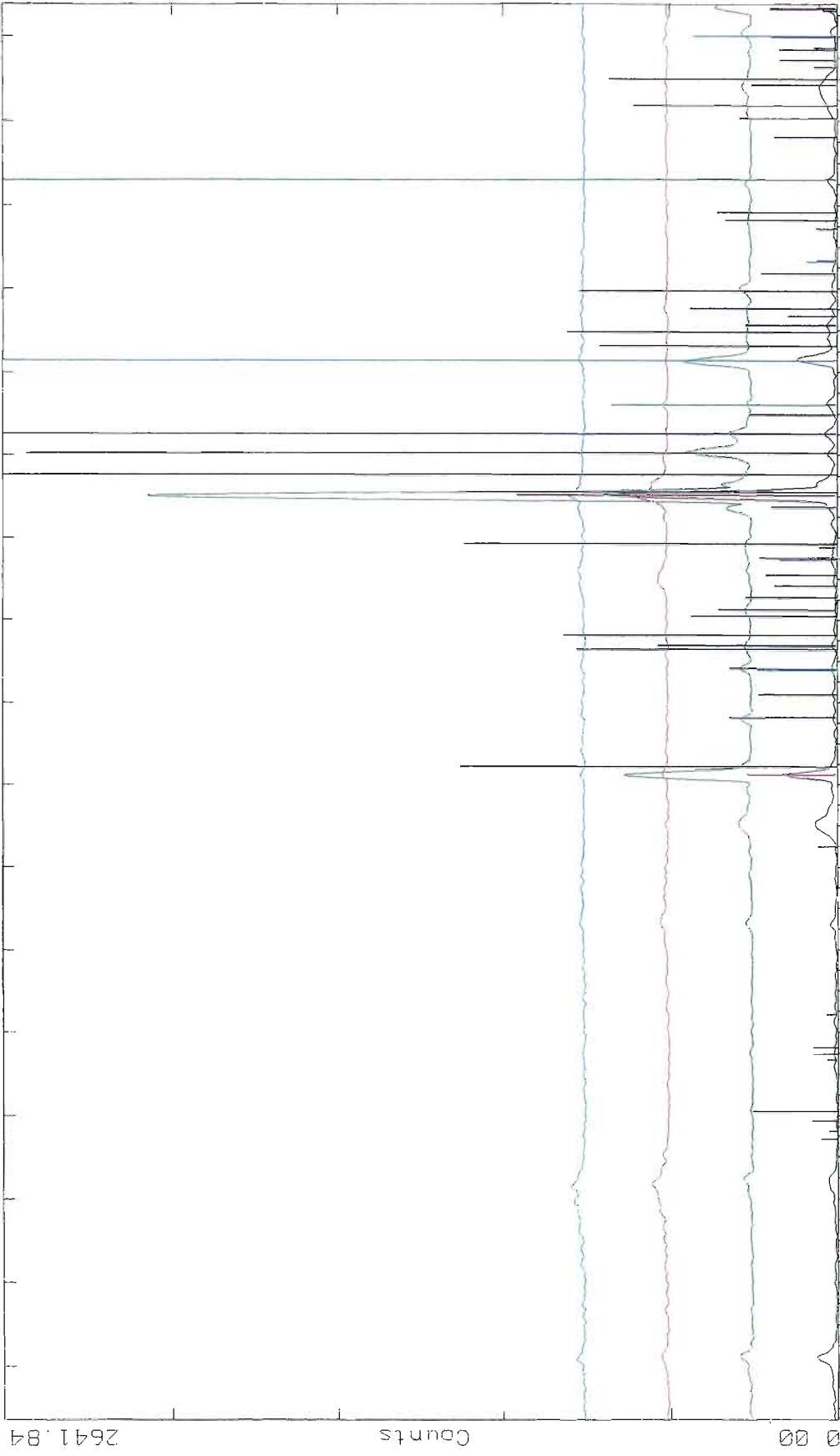
2-Theta - Scale



C:\SDS\DATA\SYLVAIN\SURFA_~1\400JCH~1 PARTBAS.RAW PARTBAS (CT 1.0s, 33.0.0222dg, NL 1 789
 5-0490 0 SiO2 Quartz, low (WL 1.7890Ang)
 5-0586 1 CaCO3 Calcite, syn (WL 1.7890Ang)
 10 0477 0 Malachite, low (WL 1.7890Ang)
 1 1167 0 Calcite, low (WL 1.7890Ang)
 6-0263 1 KH2(Si3H)O10(OH,F)2 Muscovite-2H1 (WL 1 7890Ang)

15-Dec-2003 11 11

2-Theta - Scale



C:\6D5\DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\PARTINT.RAW PARTINT (CT) 1.0s, SS:0.022dg, WL: 1.789
 C:\6D5\DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\PARTBAS.RAW PARTBAS (CT) 1.0s, SS:0.022dg, WL: 1.789
 C:\6D5\DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\SUSCLTDZ.RAW SUSCLAIR (CT) 1.0s, SS:0.022dg, WL: 1.789
 C:\6D5\DATA\SYLVAIN\SURFA~1\4COUCH~1\SUSPOTDZ.RAW SUSPONCE (CT) 1.0s, SS:0.022dg, WL: 1.789
 5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
 9-0466 x NaAlSi3O8 Albite, ordered (WL: 1.7890Ao)
 22-0675 C KAlSi3O8 Microcline, intermediate (WL: 1.7890Ao)
 42-1340 x FeS2 Pyrite (WL: 1.7890Ao)
 5-0586 J CaCO3 Calcite, syn (WL: 1.7890Ao)

G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE NAME : SWEET + SARATAN 1% PARTIE INTERM SUS,2/4
FILE NAME : Data Not Saved.

DATE	: 08/02/2003	ACQ. RANGE	: 0.5-150	COUNTS	: 276544
TIME	: 20:30	ACQ. MODE	: SAMPLE	S.N.F.	: 0.39
CONFIG.	: 1 (0.5 A)	ACQ. TIME	: 192 SEC	S.D.U.	: 2948
CELL TYPE	: LQFLOW	SAMPLE SIZE	: 4	CONCENTR.	: 1.1E+06 #/m
SAMPLE TYPE	: SPECIAL	REQ. CONF.	: None	SOLIDS	: 4.1E-03 %

SPECIFIC AREA : 7.5E-01 cm²/ml

	MEAN Diameter	S.D.
Number, Length :	2.46 μm	1.94 μm
Number, Area :	3.13 μm	2.06 μm
Number, Volume :	4.19 μm	2.60 μm
Length, Area :	4.00 μm	3.74 μm
Length, Volume :	5.47 μm	4.02 μm
Area, Volume :	7.49 μm	7.65 μm
Volume, Moment :	15.31 μm	13.33 μm

	MEDIAN Diameter	MODE	CONFIDENCE
Number :	1.93 μm	1.25 μm	100.00%
Area :	5.00 μm	3.25 μm	99.53%
Volume :	10.40 μm	13.30 μm	98.71%

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: SWEET + SARATAN 1% PARTIE INTERM SUS.2/4

4.1E-05 cc/ml(100.0%)

Mode at 13.30 μ m

<< SCALE RANGE (μ m): 0.5 - 150.0 >>

Mean(nu): 4.19 μ m

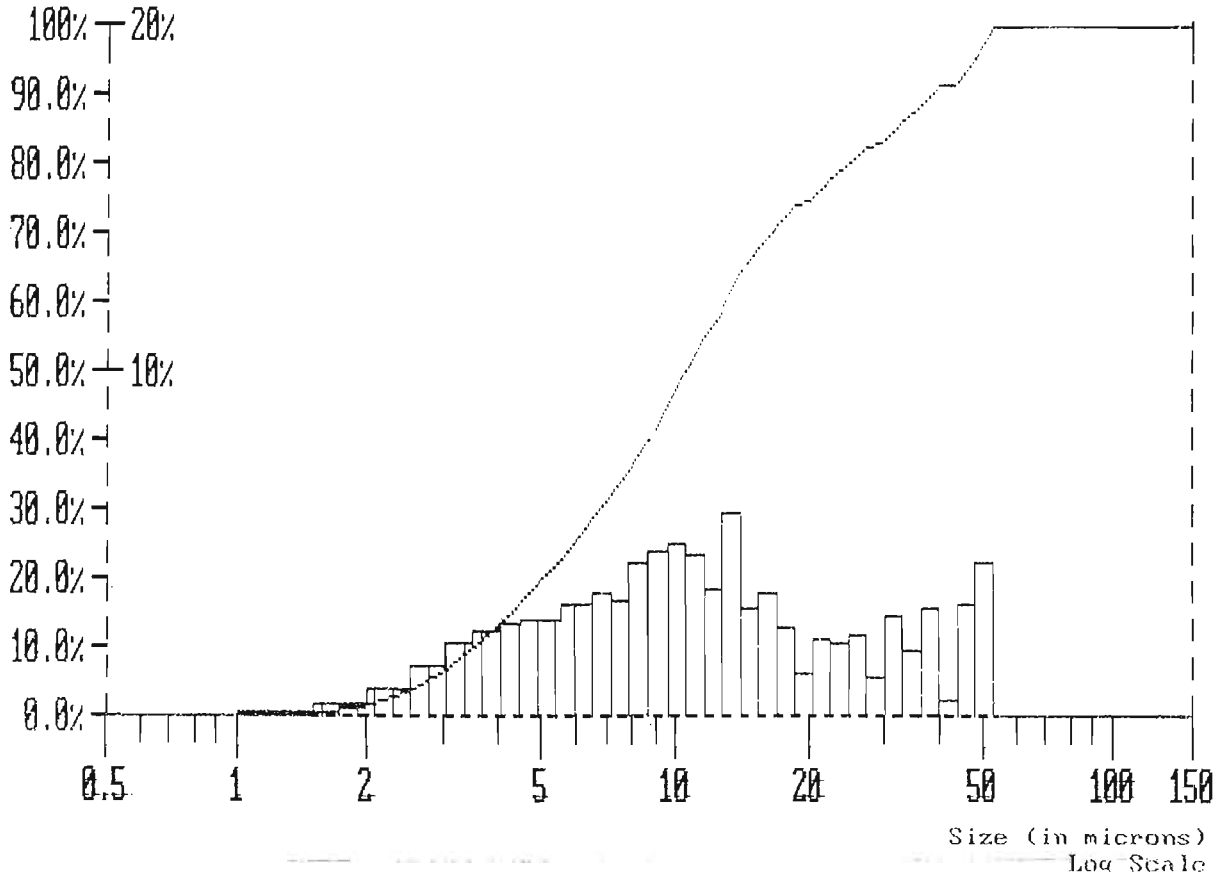
S.D.(nu): 2.60 μ m

Median : 10.40 μ m

Mean(vu): 15.31 μ m

S.D.(vu): 13.33 μ m

Conf(vu): 98.71 %



G A L A I - C I S - 1 0 0
Computerized Inspection System

STATISTICS

SAMPLE NAME : SWEET + SARATAN 1% PARTIE BAB.1/4
FILE NAME : SARBAS

DATE	: 08/02/2003	ACQ. RANGE	: 0.5-150	COUNTS	= 223144
TIME	: 22:46	ACQ. MODE	: SAMPLE	S.N.F.	: 0.39
CONFIG.	: 1 (0.5 A)	ACQ. TIME	: 159 SEC	S.D.U.	: 2724
CELL TYPE	: LQFLOW	SAMPLE SIZE	: 4	CONCENTR.	: 8.9E+05 #/t
SAMPLE TYPE	: SPECIAL	REQ. CONF.	: None	SOLIDS	: 2.6E-02 %

SPECIFIC AREA : 7.0E-01 cm²/ml

	MEAN Diameter	MODE
Number, Length	4.14 μm	3.97 μm
Number, Area	5.73 μm	4.28 μm
Number, Volume	8.23 μm	5.70 μm
Length, Area	7.95 μm	8.45 μm
Length, Volume	11.60 μm	9.21 μm
Area, Volume	16.93 μm	17.81 μm
Volume, Moment	35.66 μm	27.17 μm

	MEDIAN Diameter	MODE	CONFIDENCE
Number	3.06 μm	3.75 μm	100.00%
Area	10.68 μm	11.00 μm	96.05%
Volume	27.11 μm	60.87 μm	99.55%

PROBABILITY VOLUME DISTRIBUTION

Name: SWEET + SARATAN 1x PARTIE BAB.1/4

2.6E-04 cc/ml(100.0%)

Mode at 60.87 μ m

<< SCALE RANGE. (μ m): 0.5 - 150.0 >>

Mean(nv): 8.23 μ m

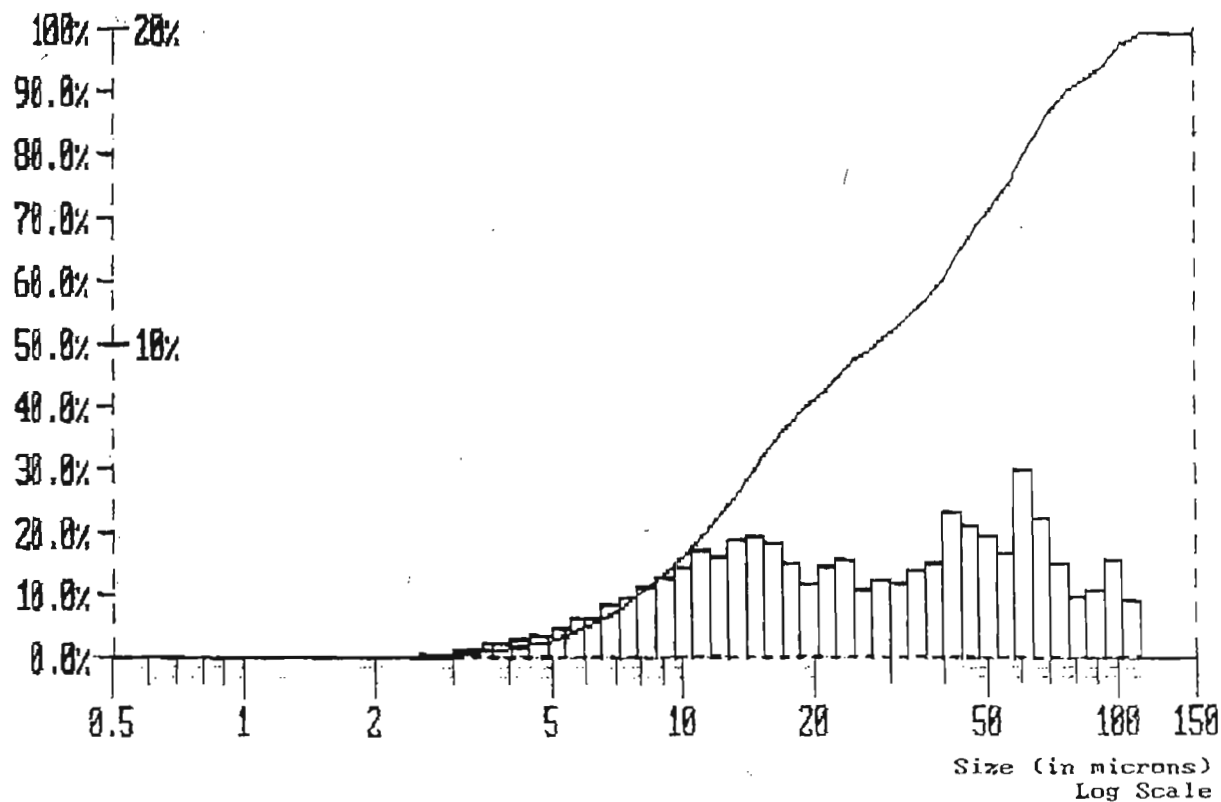
S.D.(nv): 5.70 μ m

Median : 27.11 μ m

Mean(vv): 35.66 μ m

S.D.(vv): 27.17 μ m

Conf(vv): 99.55 %



Notes: partie claire de la suspension = Saratan 1% + Sweet brut Test Date: 08/28/2003

Summary Data

	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
Mean:	18.46	0.011	3.74E-9	115.60	7.38	19.45	272.07
StdDev:	0.38	0.000	7.58E-11	0.00	0.00	0.04	0.52

Tabular Data

TimeStamp	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
13:15:52	18.05	0.011	3.66E-9	115.76	7.39	19.44	271.79
13:15:55	18.41	0.011	3.73E-9	115.18	7.38	19.43	271.75
13:15:58	18.29	0.011	3.71E-9	114.69	7.38	19.52	271.69
13:16:03	18.46	0.011	3.74E-9	115.41	7.38	19.44	272.17
13:16:07	19.07	0.011	3.86E-9	116.99	7.38	19.44	272.94

MethodSignal

Frequency 1.042 MHz

Particles

Density 2.530 gm/cc
 Diameter 3.500 microns
 Volume Percent 0.1%
 Weight Percent 0.3%

Solvent

Identifier water
 Density 0.997 gm/cc
 Viscosity 0.890 cp
 Visc. Temp. Coeff. -2.000 %/C
 Dielectric Constant 78.360
 Speed of Sound 1490.000 m/s

Single Point Parameters

Samples/Reading 5

Comments/Description

Avant test viscosite

Notes: partie foncee de la suspension = Saratan 1% + Sweet brut Test Date: 08/28/2003

Summary Data

	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
Mean:	24.84	0.015	4.99E-9	96.32	7.44	20.18	415.96
StdDev:	0.36	0.000	7.37E-11	0.00	0.02	0.03	1.08

Tabular Data

TimeStamp	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
13:27:01	24.88	0.015	5.00E-9	97.03	7.44	20.16	415.78
13:27:04	25.16	0.015	5.05E-9	95.21	7.47	20.17	414.21
13:27:06	24.56	0.015	4.93E-9	97.39	7.44	20.16	416.44
13:27:09	24.38	0.015	4.90E-9	96.51	7.42	20.17	417.05
13:27:12	25.20	0.015	5.07E-9	95.45	7.42	20.23	416.33

MethodSignal

Frequency 1.033 MHz

Solvent

Identifier water

Particles

Density 2.530 gm/cc
 Diameter 3.600 microns
 Volume Percent 0.1%
 Weight Percent 0.3%

Density 0.997 gm/cc
 Viscosity 0.890 cp
 Visc. Temp. Coeff. -2.000 %/C
 Dielectric Constant 78.360
 Speed of Sound 1490.000 m/s

Single Point Parameters

Samples/Reading 5

Comments/Description

Avant test viscosite

Notes: partie intermediaire = Saratan 1% + Sweet brut Test Date: 08/28/2003

Summary Data

	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
Mean:	-139.36	-0.036	-1.01E-8	14.88	8.03	19.83	118.72
StdDev:	0.56	0.000	3.55E-11	1.20	0.01	0.08	0.42

MethodSignal

Frequency 1.041 MHz

ParticlesDensity 2.530 gm/cc
Diameter 10.400 microns
Volume Percent 0.2%
Weight Percent 0.4%SolventIdentifier water
Density 0.997 gm/cc
Viscosity 0.890 cp
Visc. Temp. Coeff. -2.000 %/C
Dielectric Constant 78.360
Speed of Sound 1490.000 m/sSingle Point Parameters

Samples/Reading 5

Comments/Description

Avant test viscosite

Notes: partie bas = Saratan 1% + Sweet brut apres lavage Test Date: 12/17/2003

Summary Data

	Zeta (mV)	ESA (mPa*M/V)	Mobility (m ² /V*s)	Phase (degree)	pH	Temperature (degree C)	Conductivity (uS/cm)
Mean:	-192.35	-0.252	-5.52E-9	7.44	7.58	21.10	466.79
StdDev:	1.57	0.002	4.21E-11	0.44	0.01	0.05	0.28

Method

Signal

Frequency 1.056 MHz

Particles

Density 2.530 gm/cc
Diameter 27.110 microns
Volume Percent 2.0%
Weight Percent 4.9%

Solvent

Identifier water
Density 0.997 gm/cc
Viscosity 0.890 cp
Visc. Temp. Coeff. -2.000 %/C
Dielectric Constant 78.360
Speed of Sound 1490.000 m/s

Single Point Parameters

Samples/Reading 5

Comments/Description

TEST SWEET + SARATAN 1%

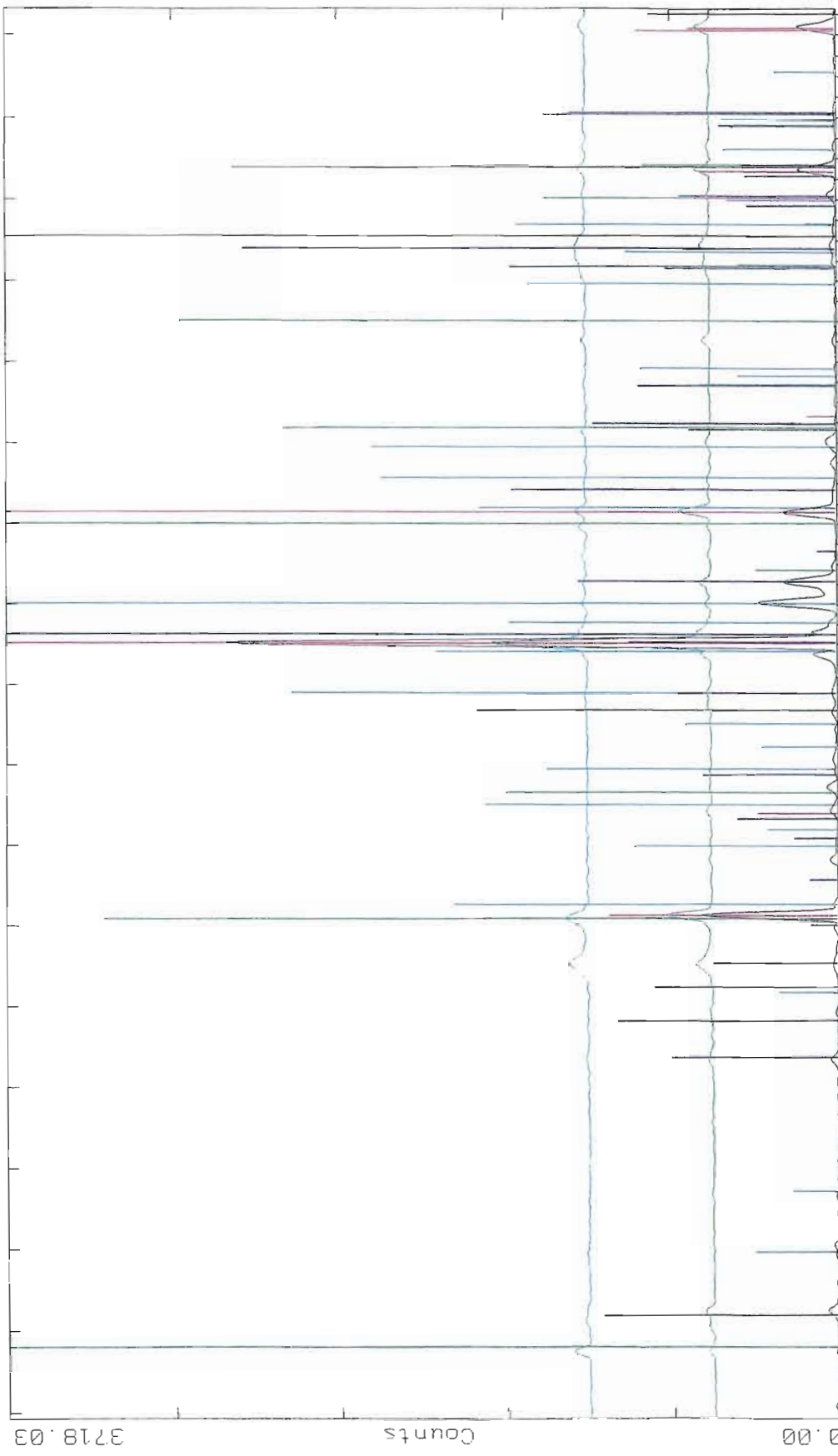
APPENDICE 5

Essai de lavage

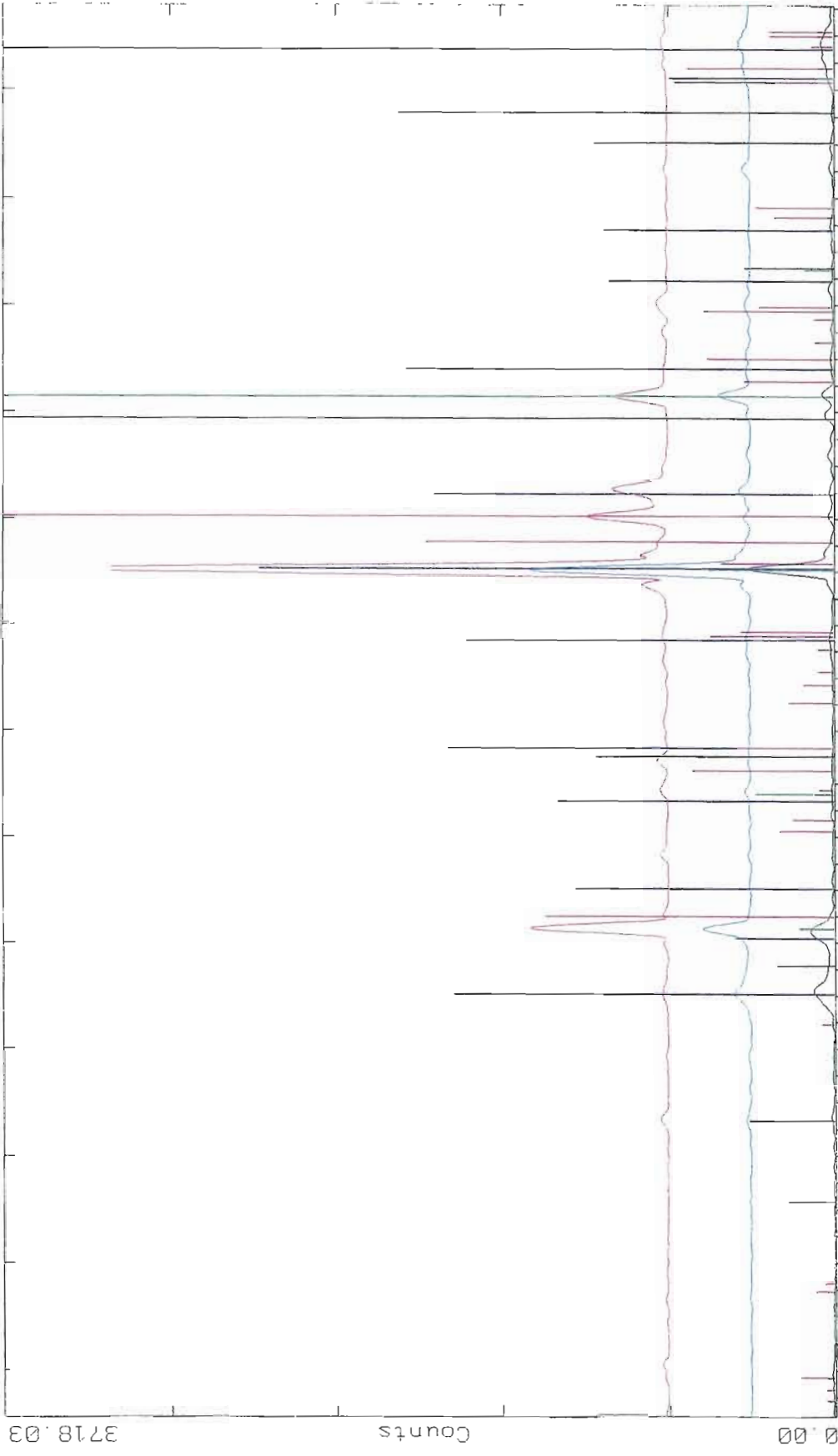
- 5.1 Composition minéralogique des différentes fractions à la diffractométrie de rayon-x (XRD)

11-Mar-2004 09:49

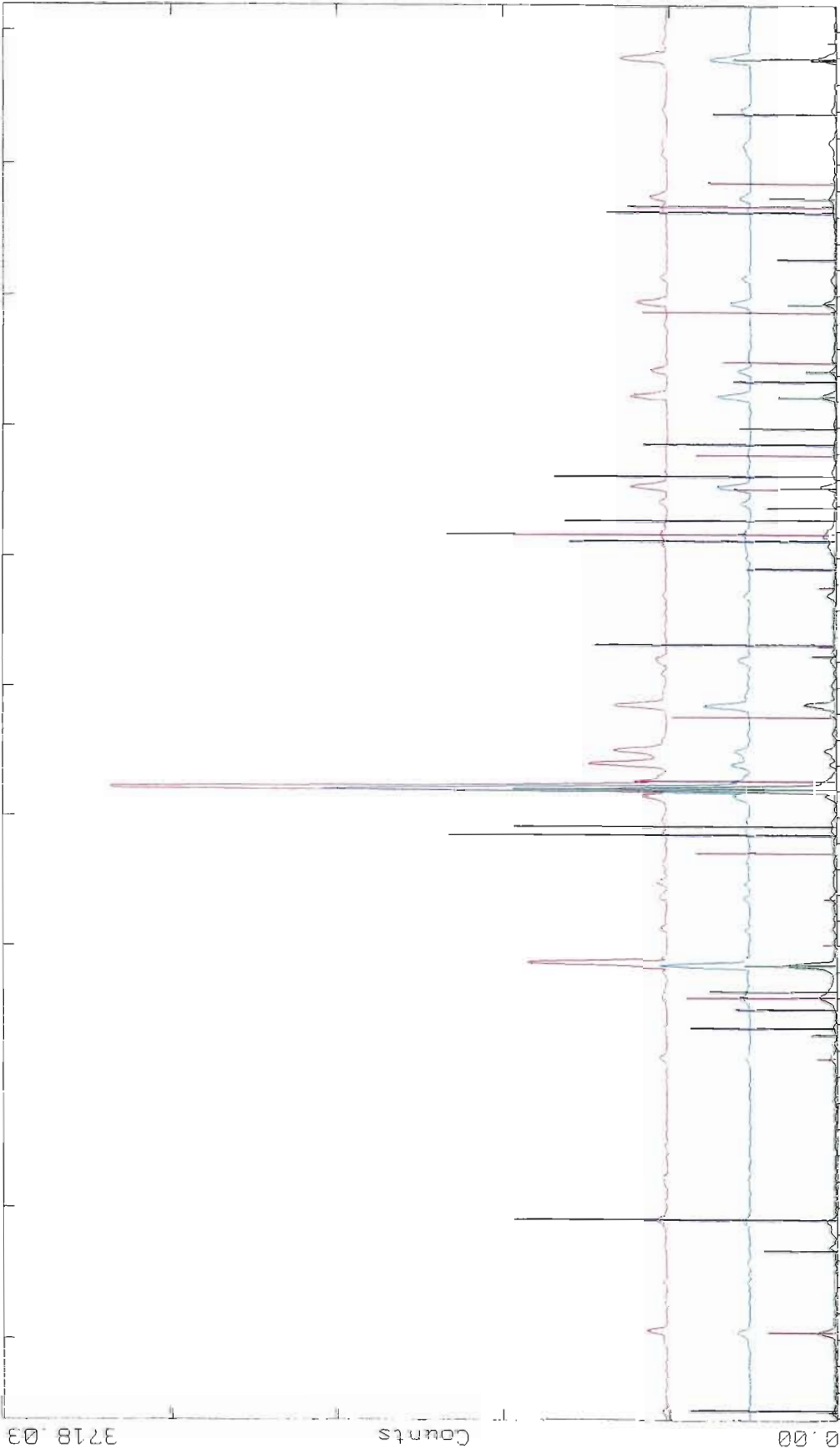
2-Theta - Scale



5-0490 D SiO2 Quartz, low (WL: 1.7890Ao)
5-0586 I CaCO3 Calcite, sum (WL: 1.7890Ao)
6-0263 I KA12(Si3Al)O10(OH,F)2 Muscovite-2M1 (WL: 1.7890Ao)
6-0160 (Mg,Cr)6(Si,Al)4O10(OH)8 Clinocllore-1M1b, chromian (WL: 1.7890Ao)
6-0046 D CaSO4.2H2O Gypsum (WL: 1.7890Ao)
10-0479 D KA1Si3O8 Microcline, inter (WL: 1.7890Ao)



C:\6D5\DATA\SYLVAIN\ESSA12~1\HTBASSAR.RAW HTBASSAR (CT 1.0s, SS 0.025dg, WL 1.7890Ao)
 5-0490 D SiO2 Quartz, 10n (WL 1.7890Ao)
 C:\6D5\DATA\SYLVAIN\ESSA12~1\INTBASSA.RAW INTBASSA (CT 1.0s, SS 0.025dg, WL 1.7890Ao)
 C:\6D5\DATA\SYLVAIN\ESSA12~1\BASBASSA.RAW BASBASSA (CT 1.0s, SS 0.025dg, WL 1.7890Ao)
 19-0932 J KAIS1308 Microcline, intermediate (WL 1.7890Ao)
 19-0814 J K(Al,U)2(Si,Al)4O10(OH)2 Muscovite-2M1, vanadian (WL 1.7890Ao)
 11-0570 D CuFeS2-x Chalcopyrite (WL 1.7890Ao)
 5-0586 J CaCO3 Calcite, syn (WL 1.7890Ao)



C:\6DS\DATA\SYLVANIA\ESSA12~1\INTBASSA.RAW INTBASSA (CT 1.0s, SS 0.025dg, WL 1.7890Ao)
5-0490 Quartz (M.L. 1.7890Ao)
C:\6DS\DATA\SYLVANIA\ESSA12~1\SHEETBR.RAW SHEETBR (CT 1.0s, SS:0.025dg, WL: 1.7890Ao)
C:\6DS\DATA\SYLVANIA\ESSA12~1\BASSBASSA.RAW BASSBASSA (CT 1.0s, SS:0.025dg, WL 1.7890Ao)
10-0490 (Ba,K)Al2(Si13Al)10(OH)2 Muscovite-2M2, barren (WL: 1.7890Ao)
7-0078 (Mg,Fe,Al)6(Si,Al)4O10(OH)8 Clinocllore-1M1b, ferrian (WL: 1.7890Ao)
39-0381 Na0.5Al6(Si,Al)8O20(OH)10.H2O Chlorite-vermiculite-montmorillonite (WL 1.7890Ao)