

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE EN GÉNIE DE LA CONSTRUCTION
M. Ing.

PAR
Jonathan RÉMILLARD

INFLUENCE DE L'ALTÉRATION PHYSIQUE SUR LES CARACTÉRISTIQUES
PHYSICO-CHIMIQUES DE MONOLITHES DE SOLS CONTAMINÉS TRAITÉS PAR
STABILISATION/SOLIDIFICATION AU CIMENT

MONTREAL, LE 10 DÉCEMBRE 2012

©Tous droits réservés, Jonathan Rémillard, 2012

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Jean-Sébastien Dubé, ing. Ph.D, directeur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Alan Carter, ing. Ph.D, codirecteur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Frédéric Monette, ing. Ph.D, président du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Yannic A. Ethier, ing. Ph.D, membre du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 8 NOVEMBRE 2012

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je remercie d'abord mon directeur et mon codirecteur de recherche, messieurs Jean-Sébastien Dubé et Alan Carter, pour leur soutien technique et matériel, leurs conseils et leurs suggestions qui m'ont permis de réaliser ce projet. Je les remercie également pour la confiance qu'ils m'ont témoignée en me confiant la clé de la recherche.

Je tiens aussi à remercier tout particulièrement madame Mirela Sona, collègue de la Station expérimentale des procédés pilotes en environnement (STEPPE), pour avoir réalisé toutes les analyses chimiques en laboratoire. Cette étape a nécessité plusieurs semaines de labeur rigoureux et sans cette étroite collaboration, il ne m'aurait pas été possible de mener à terme ce projet.

Je remercie également mon collègue Hugo Degroote de la STEPPE et messieurs Michaël Dubois, Fernando Avendano et Alain Desjardins, tous responsables de l'application technologique et informatique, pour leur soutien lors de la réalisation de mes essais en laboratoire.

Finalement, je ne peux passer sous silence tout le support moral reçu de ma conjointe Marie-Josée, de ma famille, Jocelyn, Céline et Julie, ainsi que celui de Léo et Steve. Merci pour vos encouragements, votre compréhension et votre patience sans limites.

INFLUENCE DE L'ALTÉRATION PHYSIQUE SUR LES CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE MONOLITHES DE SOLS CONTAMINÉS TRAITÉS PAR STABILISATION/SOLIDIFICATION AU CIMENT

Jonathan RÉMILLARD

RÉSUMÉ

La problématique des terrains contaminés touche des millions de propriétaires d'immeubles à travers le monde. Qu'ils posent un risque pour l'environnement, la santé humaine ou qu'ils nuisent à la valeur des immeubles, la réhabilitation de ces terrains contaminés est devenu un enjeu de tous les jours. La stabilisation/solidification (S/S) de sols contaminés au ciment est une technologie de réhabilitation qui a été développée pour confiner certains contaminants qui ne peuvent être dégradés biologiquement, chimiquement ou thermiquement par d'autres technologies. Les sols traités par S/S forment un monolithe qui peut être enfouis *in situ*. Toutefois, cette pratique est peu courante au Québec et cette réticence est en partie attribuable aux risques de dégradation des monolithes et au manque de connaissance par rapport au comportement à long terme des monolithes altérés.

L'objectif général de ce projet était donc d'évaluer l'impact d'une altération physique causée par des cycles de gel/dégel et de séchage/mouillage sur des propriétés physico-chimiques de monolithes de sols contaminés traités par S/S au ciment, tels la résistance à la compression, la conductivité hydraulique, le pH et la lixivibilité de cinq éléments traces métalliques (Cd, Cr, Cu, Pb et Zn) utilisés comme contaminants. Différents procédés de S/S ont été étudiés, soit des teneurs en ciment de 15 et 20 %, puis la présence de 5 % par masse de carbonate de calcium.

Pour chaque procédé de S/S formulé, les cycles de gel/dégel ont été beaucoup plus efficaces pour altérer physiquement les monolithes. Ces altérations se sont surtout reflétées par des résistances à la compression plus faibles, davantage avec des teneurs en ciment plus faibles. Pour leur part, les cycles de séchage/mouillage ont plutôt créé une altération chimique qui a abaissé le pH des monolithes. Ces altérations chimiques ont aussi nui à l'interprétation des résultats des essais de diffusion, surtout pour le cuivre et le zinc, puisqu'il était difficile d'attribuer les effets à l'altération physique ou l'altération chimique.

Les résultats ont démontré que seul le chrome a clairement lixivié davantage suite aux altérations physiques. Tous les autres éléments étudiés ont été très peu affectés, et ce, même si certains échantillons étaient fortement altérés. Ceci démontre que dans certains cas, les dégradations peuvent avoir peu d'impacts sur les performances à long terme des monolithes en ce qui concerne l'immobilisation des contaminants. Toutefois, l'intégration de l'étude du comportement à long terme des monolithes dans un processus de formulation d'un mélange de sols contaminés et traités par S/S au ciment peut s'avérer important, tel que constaté dans le cadre du projet pour le chrome.

Mots clés : stabilisation/solidification, dégradation, altération, lixivibilité, contaminants

INFLUENCE DE L'ALTÉRATION PHYSIQUE SUR LES CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE MONOLITHES DE SOLS CONTAMINÉS TRAITÉS PAR STABILISATION/SOLIDIFICATION AU CIMENT

Jonathan RÉMILLARD

ABSTRACT

The concern of contaminated sites is affecting millions of property owner worldwide. As they pose a risk to the environment, human health or impair the value of buildings, remediation of contaminated sites has become an everyday issue. Stabilization/solidification (S/S) of contaminated soils with cement is a remediation technology that was developed to confine contaminants that cannot be degraded biologically, chemically or thermally by other technologies. Soils treated with S/S form a monolith that can be valorized on site. However, this practice is fairly uncommon in Quebec and this reluctance is partly due to the risks of degradation of the monoliths and the lack of knowledge relative to the long-term behavior of altered monoliths.

The objective of this project was to simulate these degradations on cement-based monoliths of contaminated soils treated with S/S technology by causing physical alterations using different cycles of freeze/thawing and drying/wetting, and then to study the impact of these alterations on the mass losses, compressive strength, hydraulic conductivity, pH and leachability of five trace metals (Cd, Cr, Cu, Pb and Zn) used as contaminants. Various processes of S/S have been studied, either cement contents of 15 and 20 %, then the presence of 5 % by weight of calcium carbonate.

For each S/S process formulated, the freeze/thaw cycles were much more effective in physically altering the monoliths. These alterations were mainly reflected by lower compressive strength, even more with lower cement contents. For their part, the drying/wetting cycles rather created a chemical change that lowered the pH of the monoliths. These chemical changes also affected the interpretation of leaching test results, especially for copper and zinc, since it was difficult to attribute effects to either physical or chemical alterations.

The results showed that only chromium leached more clearly in response to physical alterations. All other elements studied were little affected, even though some samples were highly altered. This demonstrates that in some cases, damages may have little impact on long-term performance of the monoliths in terms of contaminant immobilization. However, integrating the study of long-term behaviors of monoliths in a process of formulation for contaminated soil treatment with S/S can become paramount, as seen for chromium in this present study.

Keywords : stabilization / solidification, deterioration, alteration, leachability, contaminants

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	4
1.1 Principe de la stabilisation/solidification	4
1.2 Les mécanismes d'immobilisation des contaminants	5
1.2.1 Encapsulation	6
1.2.2 Sorption	6
1.2.3 Oxydation/réduction	6
1.2.4 Dissolution/précipitation	7
1.3 Les procédés de stabilisation/solidification	7
1.3.1 Les liants inorganiques	8
1.3.2 Les liants organiques	9
1.4 L'utilisation d'un procédé de stabilisation/solidification au ciment	9
1.4.1 Caractérisation complète des sols contaminés	10
1.4.2 Réglementation	11
1.5 La formulation d'un procédé de stabilisation/solidification au ciment	13
1.5.1 Critères de performance	14
1.5.2 Formulation	15
1.6 L'efficacité d'un procédé de stabilisation/solidification	16
1.6.1 Évaluation de la stabilisation	17
1.6.1.1 Les essais d'extraction	17
1.6.1.2 Les essais de diffusion	18
1.6.2 Évaluation de la solidification	18
1.7 La durabilité des procédés de stabilisation/solidification	20
1.7.1 L'altération chimique	20
1.7.2 L'altération physique	21
1.7.2.1 Dégradation physique due au gel/dégel	22
1.7.2.2 Les essais de résistance aux cycles de gel/dégel	23
1.7.2.3 Dégradation physique due au séchage/mouillage	24
1.7.2.4 Les essais de résistance aux cycles de séchage/mouillage	25
1.8 Synthèse et hypothèses de travail	25
CHAPITRE 2 MATÉRIEL ET MÉTHODE	27
2.1 Plan expérimental	27
2.1.1 Sélection des variables pour les paramètres ciblés	27
2.1.2 Planification des essais en laboratoire	29
2.2 Matériaux utilisés	31
2.2.1 Sol	31
2.2.2 Ciment	33
2.2.3 Contaminants	34
2.2.4 Eau	34

2.3	Méthodes d'expérimentation	34
2.3.1	Confection des monolithes de sols contaminés traités par S/S au ciment	34
2.3.1.1	Sélection de la méthode de confection des échantillons	34
2.3.1.2	Calcul des proportions de gâchage	35
2.3.1.3	Méthode de contamination des sols	37
2.3.1.4	Malaxage des mélanges	37
2.3.1.5	Moulage et mûrissement des échantillons	38
2.3.1.6	Détermination des concentrations réelles des contaminants.....	38
2.3.2	Essais sur les monolithes durcis.....	40
2.3.2.1	Essais de durabilité	40
2.3.2.2	Essai de diffusion.....	43
2.3.2.3	Essai de conductivité hydraulique	48
2.3.2.4	Essai de résistance à la compression.....	51
	CHAPITRE 3 RÉSULTATS	52
3.1	Essais d'altérations.....	52
3.2	Effets physiques des essais d'altération.....	54
3.2.1	Résistance à la compression.....	54
3.2.2	Conductivité hydraulique.....	56
3.3	Effets chimiques des essais d'altération	57
3.3.1	Indices de lixivabilité.....	57
3.3.1.1	Cadmium.....	58
3.3.1.2	Chrome.....	59
3.3.1.3	Cuivre.....	63
3.3.1.4	Plomb	65
3.3.1.5	Zinc	66
3.3.1.6	Calcium.....	68
3.3.2	pH.....	70
	CHAPITRE 4 ANALYSES ET DISCUSSION	75
4.1	Effet de l'altération sur les paramètres physiques	75
4.1.1	Essais de résistance aux cycles d'altération.....	75
4.1.2	Essai de résistance à la compression.....	76
4.1.3	Essai de conductivité hydraulique	76
4.2	Effet de l'altération sur les paramètres chimiques.....	77
4.2.1	Essai de diffusion.....	77
4.2.1.1	Teneur en ciment.....	78
4.2.1.2	Carbonate de calcium.....	78
4.2.1.3	Gel/dégel	79
4.2.1.4	Séchage/mouillage	80
4.2.2	pH des eaux de trempage	81
4.3	Mécanismes d'immobilisation des métaux.....	82
4.3.1	Cadmium et plomb.....	82
4.3.2	Chrome.....	84
4.3.3	Cuivre et zinc	85

4.4	Efficacité des essais de durabilité à simuler l'altération de sols traités par S/S	87
4.5	Efficacité des essais de durabilité à mesurer l'altération de sols traités par S/S	87
CONCLUSION		91
RECOMMANDATIONS		95
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		96

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Critères de rendement pour les scénarios d'utilisation et d'élimination.....	15
Tableau 1.2 Comparatif entre les caractéristiques des normes D4842, C1262 et D560	24
Tableau 2.1 Plan expérimental	29
Tableau 2.2 Densités et absorption du sable	32
Tableau 2.3 Concentrations initiales des composés chimiques ciblés du sable	33
Tableau 2.4 Propriétés du ciment (données du fournisseur)	33
Tableau 2.5 Impact de la méthode de compaction sélectionnée sur la masse volumique.....	35
Tableau 2.6 Calcul des concentrations en contaminants	36
Tableau 2.7 Proportions de gâchage.....	36
Tableau 2.8 Concentrations réelles des métaux dans les mélanges de béton	39
Tableau 2.9 Concentrations réelles du calcium dans les mélanges de béton	39
Tableau 3.1 Conductivités hydrauliques des échantillons testés.....	56

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 2.1	Courbe granulométrique du sable 31
Figure 2.2	Échantillon endommagé 44
Figure 2.3	Emballage des échantillons avec du papier d'aluminium..... 44
Figure 2.4	Schéma du banc d'essai de conductivité hydraulique 49
Figure 2.5	Banc d'essai de conductivité hydraulique 50
Figure 3.1	Moyennes des pertes de masse des séries DG3 52
Figure 3.2	Moyennes des pertes de masse des autres séries 53
Figure 3.3	Moyennes des résistances à la compression (f'_c)..... 55
Figure 3.4	Indices de lixivabilité du cadmium..... 58
Figure 3.5	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du cadmium..... 58
Figure 3.6	Indices de lixivabilité du chrome 60
Figure 3.7	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du chrome..... 62
Figure 3.8	Indices de lixivabilité (L_i) du cuivre..... 63
Figure 3.9	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du cuivre..... 64
Figure 3.10	Indices de lixivabilité du plomb 66
Figure 3.11	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du plomb..... 66
Figure 3.12	Indices de lixivabilité du zinc 67
Figure 3.13	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du zinc 68
Figure 3.14	Indices de lixivabilité du calcium..... 68
Figure 3.15	Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du calcium 69
Figure 3.16	Moyennes du pH des eaux de trempage des mélanges C15 71
Figure 3.17	Moyennes du pH des eaux de trempage des mélanges C20 71
Figure 4.1	Solubilité de métaux cationiques (hydroxydes) en fonction du pH..... 83
Figure 4.2	Comportement général de la lixivabilité de divers composés cationiques et anioniques en fonction du pH 85
Figure 4.3	Solubilité de l'oxyde de zinc en fonction du pH 86

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AASTHO	<i>American Association of State Highway and Transportation Officials</i>
ACC	Association canadienne du ciment
ACI	<i>American Concrete Institute</i>
ANSI/ANS	<i>American National Standards Institute / American Nuclear Society</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BDAT	<i>Best Demonstrated Available Technology</i>
CEAEQ	Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
CERCLA	<i>Comprehensive Environmental Response, Compensation and Liability Act</i>
CSA	<i>Canadian Standards Association</i> - Association canadienne de normalisation
FRTR	<i>Federal Remediation Technologies Roundtable</i>
LET	Lieu d'enfouissement technique
MDDEP	Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs
PCA	<i>Portland Cement Association</i>
RCRA	<i>Resource Conservation and Recovery Act</i>
RPRT	Règlement sur la protection des terrains contaminés
RMD	Règlement sur les matières dangereuses
S/S	Stabilisation/solidification
STEPPE	Station expérimentale des procédés pilotes en environnement
UE	Union européenne
USCS	<i>Unified Soil Classification System</i>
USEPA	<i>United States Environmental Protection Agency</i>

INTRODUCTION

L'industrialisation massive des pays développés a longtemps privilégié le progrès et le profit à la protection de l'environnement. En excluant les désastres accidentels, les mauvaises pratiques environnementales ont souvent engendré des cas de contaminations de sols, d'eaux et d'air assez importants pour menacer sérieusement la santé humaine. Plusieurs cas graves ont été répertoriés, tels ceux du Love Canal aux États-Unis et de Minamata au Japon. Au Québec, on connaît notamment celui des lagunes de Mercier et de la contamination de la nappe phréatique de la municipalité de Shannon.

Les conséquences économiques d'une mauvaise gestion des matières résiduelles peuvent être dramatiques pour une société et se chiffrent souvent en coûts beaucoup plus importants que les économies visées par les pollueurs. Les soins de santé à fournir à une population touchée, la compromission de leur source d'alimentation en eau potable ou leur évacuation d'urgence vers un lieu plus sécuritaire ne sont que quelques exemples. C'est afin de responsabiliser ses membres face à cette situation que l'Organisation de Coopération et de Développement Économiques a adopté le principe du pollueur-payeur en 1972. Progressivement, les gouvernements ont commencé à fonder leurs politiques environnementales sur ce principe, notamment pour forcer les pollueurs à contrôler leurs émissions de contaminants dans l'environnement ou à décontaminer celui-ci à leurs frais s'ils échouent. Au Québec seulement, on recensait au mois de juin 2012 plus de 8 800 dossiers au répertoire des terrains contaminés du ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs (MDDEP), ce qui démontre que les sites contaminés et leur réhabilitation forment une problématique d'actualité.

Les premiers efforts de réhabilitation ont longtemps consisté en l'élimination des sols contaminés sur des sites d'enfouissement. Afin de restreindre l'utilisation de cette méthode à l'encontre du développement durable, les différents gouvernements ont commencé à adopter des lois et des règlements favorisant plutôt leur décontamination, tel le *Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés du Québec* (Gouvernement du Québec, 2001). Ce

mouvement a grandement favorisé le développement de plusieurs technologies de réhabilitation. La biodégradation, l'extraction de vapeur, l'incinération, la désorption thermique et l'oxydation chimique sont quelques-unes des techniques de traitement les plus utilisées au Québec (MDDEP, 2005). De manière générale, elles visent à récupérer ou à détruire des contaminants afin de ramener leurs concentrations dans les sols à un niveau sécuritaire pour l'environnement et la santé humaine. Toutefois, il existe certaines situations où les sols ne peuvent être décontaminés. C'est le cas des contaminants inorganiques puisqu'ils ne sont pas dégradables biologiquement, chimiquement ou thermiquement.

La stabilisation/solidification (S/S) est une technologie qui permet de traiter ces contaminants inorganiques. Elle ne vise pas l'élimination des contaminants, mais plutôt à les confiner chimiquement et physiquement dans les sols. Bien que celle-ci se retrouve au point le plus bas dans la hiérarchie des technologies de réhabilitation (Conner et Hoeffner, 1998b), elle demeure néanmoins une technologie efficace dans plusieurs cas. Aux États-Unis par exemple, le *United States Environmental Protection Agency* (USEPA) a identifié la S/S comme la meilleure technologie disponible (*best demonstrated available technology* ou BDAT) pour traiter plus d'une cinquantaine de matières dangereuses listées au *Resource Conservation and Recovery Act* (RCRA), notamment des sols contaminés par divers métaux tels le baryum, le chrome, le cadmium, le mercure et le sélénium (USEPA, 1993).

Le succès de cette technologie de réhabilitation repose sur des mécanismes d'immobilisation chimiques et physiques, lesquels dépendent de l'ajout d'agents de liaison, tel le ciment Portland, pour prévenir la lixiviation des contaminants hors des sols traités. Toutefois, les mécanismes peuvent perdre de leur efficacité si l'intégrité des sols traités est compromise par une altération physique ou chimique de la matrice de sol stabilisé et solidifié, telle la formation de fissures suite à des contraintes physiques externes (charges trop élevées) ou internes (gonflement de l'eau interstitielle lors d'une période de gel). Certains critères de performance ont donc été établis afin de gérer cet aspect particulier de la S/S, tels des résistances minimales et des niveaux de lixivabilité acceptables. Ces propriétés sont évaluées principalement à l'aide de méthodes et d'essais en laboratoire normalisés.

De manières générales, ces méthodes et essais permettent essentiellement de conclure sur l'efficacité à court terme des procédés de S/S. Malheureusement, il ne semble exister aucun protocole permettant précisément d'évaluer les performances physico-chimiques des procédés à long terme, soit après avoir subi de possibles altérations. Il pourrait s'agir d'une des raisons pour lesquelles la S/S *in situ* est encore peu pratiquée au Québec. En effet, les risques pour l'environnement suite à une dégradation des monolithes par des altérations sont potentiellement plus importants que leur élimination dans un lieu d'enfouissement technique.

Ainsi, l'objectif général de ce projet consiste précisément à évaluer l'impact d'une altération physique sur les propriétés physico-chimiques de monolithes de sols contaminés traités par S/S au ciment, notamment l'évolution de l'intégrité structurale et de la lixivabilité de contaminants traces métalliques.

Pour y arriver, une revue de la littérature a été élaborée afin d'obtenir les informations requises à la conception d'un mélange de S/S selon les règles de l'art, pour cibler le type d'altération physique que peut subir un monolithe de sols traités par S/S au ciment, les paramètres physiques et chimiques à étudier suite à ces altérations et les essais à réaliser en laboratoire pour obtenir ces données.

Ensuite, deux programmes expérimentaux ont été mis sur pied. Le premier établissait les variables permettant la réalisation de l'étude : le type d'altération physique, le nombre de cycles d'altération, la teneur en ciment utilisée pour traiter des sols contaminés par S/S et les contaminants inorganiques présents dans les sols contaminés. Le second programme expérimental visait à obtenir la résistance à la compression, la conductivité hydraulique et l'indice de lixivabilité des contaminants de chacun des monolithes de sols traités par S/S suite à une altération physique. Les résultats obtenus ont ensuite été interprétés, tel l'effet de l'altération physique sur les paramètres physiques et chimiques, l'impact sur les mécanismes d'immobilisation des métaux et l'efficacité des méthodes utilisées en laboratoire pour mesurer et simuler des altérations physiques se produisant normalement à long terme.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Principe de la stabilisation/solidification

La stabilisation/solidification (S/S) est une technique de réhabilitation non destructive qui a pour but de réduire la mobilité de contaminants présents dans un sol contaminé ou toutes autres matières résiduelles dangereuses (boues, sédiments, matières radioactives, etc.) (FRTR, 2007). Contrairement à plusieurs autres techniques, celle-ci ne permet pas d'extraire ou d'éliminer les contaminants, mais plutôt d'empêcher leur migration dans l'environnement. Plus spécifiquement, l'USEPA identifie trois objectifs à accomplir en S/S (USEPA, 1993) :

- réduire la mobilité ou la solubilité des contaminants;
- améliorer la maniabilité et les caractéristiques physiques du sol en produisant un solide sans liquide en phase libre;
- réduire les surfaces exposées par lesquelles les contaminants pourraient lixivier.

Pour ce faire, une matrice de liaison est créée au sein du sol à l'aide d'un liant. Ce dernier interagit avec les contaminants par des mécanismes physiques (solidification) et chimiques (stabilisation) afin de créer un monolithe de sols contaminés qui respectera les objectifs mentionnés ci-dessus. Le terme monolithe est utilisé dans le domaine pour désigner le sol contaminé solidifié (Conner et Hoeffner, 1998a).

L'objectif de la solidification est d'améliorer les propriétés physiques du sol et d'immobiliser ses contaminants par piégeage (Deschamps *et al.*, 2006). Ce piège est créé par un ensemble de mécanismes physiques, c'est-à-dire qu'ils n'impliquent pas de réactions chimiques entre les sols et les agents de liaison. Ils incluent entre autres les mécanismes de sorption physique, mais il s'agit principalement d'encapsulation (Conner et Hoeffner, 1998a). La migration des contaminants est principalement restreinte par une barrière physique créée par la matrice de

liaison. Ainsi, une bonne intégrité physique du monolithe est indispensable à l'efficacité de la solidification. La structure du piège ne doit pas être compromise par des fissures causées par des altérations diverses. Les risques d'infiltration et d'exfiltration seraient alors plus élevés, ce qui pourrait entraîner la lixiviation des contaminants hors des monolithes (USEPA, 1993).

De son côté, la stabilisation inclut tous les mécanismes visant à convertir les contaminants sous des formes moins solubles, mobiles ou toxiques (Deschamps *et al.*, 2006). Cette conversion est essentiellement obtenue à l'aide de réactions chimiques telles la précipitation/dissolution, l'oxydation/réduction ou la sorption chimique. Les possibilités de réactions chimiques sont très nombreuses. Par exemple, une simple neutralisation de l'acidité d'un sol par l'utilisation d'un liant alcalin peut suffire à une stabilisation par précipitation de certains métaux en phase soluble. Il existe aussi plusieurs réactions chimiques complexes causées par le durcissement d'un liant ou par l'ajout d'un additif précis (Conner et Hoeffner, 1998a).

La stabilisation et la solidification sont deux mécanismes d'immobilisation distincts qui interviennent différemment selon les procédés de S/S utilisés (Deschamps *et al.*, 2006). Par exemple, il est possible de stabiliser un sol à l'aide d'additifs sans toutefois utiliser un agent de liaison. Les propriétés physiques du sol contaminé restent alors inchangées. Réciproquement, il est possible de solidifier un sol contaminé sans modifier les propriétés chimiques des contaminants. Il faut alors porter une attention plus accrue à la durabilité ainsi qu'aux résistances mécaniques et chimiques du monolithe.

1.2 Les mécanismes d'immobilisation des contaminants

Les mécanismes d'immobilisation sont nombreux, mais on peut les regrouper sous deux catégories : les mécanismes physiques et les mécanismes chimiques. La prédominance de l'un par rapport à l'autre dépend de plusieurs facteurs, dont la nature des agents de liaison, des additifs ou des contaminants. Parmi les mécanismes les plus importants, on retrouve l'encapsulation, la sorption, l'oxydation/réduction et la précipitation/dissolution.

1.2.1 Encapsulation

L'encapsulation consiste en un confinement des sols et de leurs contaminants dans des capsules formées par des agents de liaison (USEPA, 1993). Il s'agit donc d'un mécanisme d'immobilisation physique. Lors du durcissement des liants, la matrice de liaison agit comme une barrière imperméable et empêche la migration des contaminants hors des sols, que ce soit sous forme solide, liquide ou gazeuse. On utilise le terme de microencapsulation pour des particules fines prisonnières dans les pores de la matrice (souvent invisibles à l'œil nu) et macroencapsulation pour des masses de sols recouvertes de liant (USEPA, 1993). En S/S, la prédominance d'un mécanisme d'encapsulation par rapport à l'autre dépend de la granulométrie du sol, plus particulièrement de la teneur en particules fines.

1.2.2 Sorption

La sorption est un mécanisme d'immobilisation qui peut être chimique ou physique. En S/S, les contaminants sous phase aqueuse peuvent être attirés par les particules d'un sol, d'un agent de liaison ou d'un additif. Cette attraction résulte en une accumulation du contaminant à la surface d'une particule (adsorption) ou à l'intérieur de celle-ci (absorption). Ainsi, les phénomènes de sorption réduisent la concentration en contaminant dans l'eau libre. Lorsque le lien qui unit le contaminant à la particule est causé par les forces de Van der Waals, ce dernier est physique. Par contre, si une réaction chimique a causé le lien entre le contaminant et la particule, le lien est chimique (Knox *et al.*, 1993). En S/S, il existe certains additifs strictement dédiés à la sorption des contaminants, tels le charbon actif, l'alumine active, certaines argiles et des résines synthétiques (FRTR, 2007).

1.2.3 Oxydation/réduction

Une oxydation/réduction est causée lorsqu'il se produit un transfert d'électron entre les atomes. L'atome qui reçoit l'électron additionnel est nommé l'oxydant et celui qui transmet est le réducteur (FRTR, 2007). En contamination des sols, certains métaux sont plus susceptibles aux réactions d'oxydation/réduction tels l'arsenic, le sélénium, le chrome, le

mercure et le plomb (Johnson *et al.*, 1989). L'état d'oxydation est donc une caractéristique à considérer puisque l'intervention pour une décontamination variera selon la forme du métal. Par exemple, le chrome hexavalent (Cr^{6+}) que l'on retrouve dans les chromates est extrêmement toxique pour l'être humain (Rahman et Murthy, 2005). Une formation d'oxydes ou d'hydroxydes de chrome par réduction chimique permet de le transformer en chrome trivalent (Cr^{3+}), forme beaucoup moins toxique et moins mobile puisqu'essentiellement insoluble (Rahman et Murthy, 2005). Une réaction d'oxydation/réduction peut donc être un mécanisme d'immobilisation important à considérer lors d'un traitement par S/S.

1.2.4 Dissolution/précipitation

Dans les sols, on peut retrouver les contaminants sous différentes formes. Une modification de l'environnement par l'ajout de liants ou d'additifs peut changer les limites de saturation en contaminants de l'eau, ce qui se traduit par leur précipitation ou leur dissolution. Les métaux traces sont particulièrement sensibles à cette situation (Knox *et al.*, 1993). En S/S, on s'intéresse surtout au pH du sol comme indicateur des conditions environnementales. D'ailleurs, le ciment Portland tend à augmenter le pH des sols traités. Cette augmentation de pH peut être bénéfique ou nuisible selon le métal rencontré. Par exemple, les espèces cationiques qui ont tendance à se solubiliser dans des milieux très acides ou très alcalins. Lorsque le pH se situe entre 7 et 11, la solubilité est généralement à son minimum (Van Der Sloot et Dijkstra, 2004). Par contre, les métaux amphotères ou oxyanioniques ont également tendance à se solubiliser avec une augmentation du pH (Van Der Sloot et Dijkstra, 2004). Ainsi, l'ajout d'un liant alcalin pourrait causer une dissolution des métaux non solubilisés et augmenter leur risque de lixiviation dans l'environnement.

1.3 Les procédés de stabilisation/solidification

Il existe plusieurs procédés de S/S. Le choix du procédé dépend toujours du type de sol rencontré ou de la nature des contaminants. Chacun des procédés immobilise à sa façon les contaminants à l'intérieur d'une matrice de liaison solide. En se basant sur la nature du liant, les procédés peuvent être regroupés en deux catégories : les inorganiques et les organiques.

1.3.1 Les liants inorganiques

Les liants inorganiques tels le ciment Portland sont les plus utilisés en raison de leur faible coût, leur compatibilité et applicabilité à une vaste gamme de sols contaminés et leur facilité d'utilisation sur le terrain. Aux États-Unis, ils ont été sélectionnés dans 94 % des cas de S/S du programme *Superfund* (USEPA, 2000). En plus des propriétés d'encapsulation que procure la matrice de liaison, le processus de durcissement des matériaux cimentaires permet de reprendre l'eau libre dans les sols pour l'hydratation du ciment. De plus, le caractère alcalin de ces liants permet d'augmenter le pH du sol, ce qui favorise la précipitation de certains métaux traces dissous (Spence et Shi, 2004). Par contre, les réactions chimiques sont nombreuses et complexes. Non seulement elles ont un impact sur les mécanismes d'immobilisation, mais elles peuvent interférer avec l'hydratation du ciment. Les possibilités de voir ces réactions se produire augmentent avec la quantité de composés chimiques, soit un inconvénient majeur de la S/S au ciment (Spence et Shi, 2004).

Certains composés chimiques peuvent contribuer négativement ou positivement à l'hydratation du ciment, qu'ils soient organiques ou non (Conner, 1997). On se méfie principalement des retardateurs de prise. Par exemple, les sels de plomb, de zinc, de cuivre et d'arsenic forment une couche protectrice gélatineuse d'hydroxydes autour des particules de ciment, ce qui peut ralentir l'hydratation sur une très longue période, voir l'empêcher (Ramachandran, 1984). Si on veut contrer les effets négatifs de ces composés, les options sont peu nombreuses : réduire la concentration en composés incompatibles en procédant à un prétraitement comme, par exemple, une biodégradation ou une oxydation chimique (USEPA, 1993), ou contrer les réactions négatives à l'aide d'additifs (Conner, 1997).

Ces mêmes additifs peuvent également contribuer à améliorer les performances d'un monolithe de S/S au ciment, notamment lorsque les propriétés d'immobilisation ne sont pas satisfaisantes. Voici une liste non exhaustive de l'impact de certains additifs sur les mécanismes d'immobilisation qu'ils améliorent :

- **encapsulation** : l'ajout de pouzzolanes ou de cendres volantes au ciment permet grandement de réduire la porosité dans le monolithe pour une conductivité hydraulique plus faible (Ramachandran, 1984) ;
- **sorption** : l'ajout de charbon actif ou d'argile organophile permet l'adsorption de certains contaminants organiques, tels les hydrocarbures aromatiques polycycliques (Mulder *et al.*, 2005) ;
- **oxydation/réduction** : le sulfate ferreux et le méta-bisulfite de sodium permettent la réduction du chrome hexavalent en chrome trivalent (Conner, 1997) ;
- **précipitation** : l'ajout de sulfate ferreux peut également entraîner la coprécipitation de certains métaux tels le plomb ou l'arsenic (Conner, 1997).

1.3.2 Les liants organiques

Il existe deux types de liants organiques : les thermoplastiques (bitume, polyéthylène, etc.) et les thermodurcissables (polyester, époxy, etc.) (USEPA, 1993). Ces liants sont généralement utilisés pour des déchets contaminés très spécifiques tels des déchets organiques difficilement destructibles ou radioactifs (Spence et Shi, 2004). Contrairement aux liants inorganiques, ils sont chimiquement beaucoup plus stables et moins enclins à réagir avec des composés chimiques présents dans les déchets à traiter. Il n'y a donc pas vraiment de stabilisation chimique au sein du mélange, mais plutôt un principe d'encapsulation (USEPA, 1993). Par contre, ces liants organiques sont biodégradables. Leur intégrité à long terme peut donc être compromise (USEPA, 1993). De plus, ils sont hydrophobes. Les matériaux contaminés doivent être secs et solides ou sous forme d'émulsion lors du malaxage. Les procédés utilisant ces liants nécessitent aussi des équipements coûteux et beaucoup d'énergie puisque l'introduction du liant se fait à des températures très élevées (Spence et Shi, 2004).

1.4 L'utilisation d'un procédé de stabilisation/solidification au ciment

Le choix d'une technologie de traitement de sols contaminés dépend toujours des besoins et des circonstances du projet étudié (quantités, concentrations en contaminants, budget,

échancier, réglementations, etc.). On procède d'abord à une étude de faisabilité. L'utilisation d'un procédé de S/S au ciment sera généralement motivée par la présence d'une forte concentration en métaux ou d'autres éléments inorganiques dans les sols. Bien entendu, l'utilisation de ce type de procédé est régie par une réglementation stricte, surtout si une revalorisation des sols traités est envisagée (remblai, matériaux de construction, etc.).

1.4.1 Caractérisation complète des sols contaminés

Dans le cas de sols contaminés, une caractérisation complète est primordiale avant la sélection d'un procédé de traitement. Celle-ci est d'abord chimique, soit la détermination des concentrations en contaminants. Les contaminants inorganiques, plus spécifiquement les métaux, sont les plus susceptibles d'être traités par la S/S au ciment puisque ces contaminants ne peuvent être détruits par des méthodes chimiques ou thermiques (USEPA, 1993). Peu d'options s'offrent alors pour une décontamination. On peut les extraire des sols et les concentrer en une forme plus facilement gérable, mais il en demeure que ceux-ci devront tout de même faire l'objet d'un traitement ou d'une élimination.

Du côté des contaminants organiques, cette technologie n'est pas totalement incompatible lorsque les concentrations sont relativement faibles (Conner et Hoeffner, 1998a). Certains sites américains réhabilités par S/S du programme *Superfund* contenaient des sols contaminés par des composés organiques : trichloroéthène, benzène, méthylène, chlorure, hydrocarbures, pentachlorophénol, pesticides et biphényles polychlorés (USEPA, 2000). Par contre, le traitement des sols contaminés par des composés organiques est réalisé plus efficacement par des technologies destructives chimiques ou thermiques, telles la biodégradation, l'extraction de vapeur, la désorption thermique ou l'incinération (FRTR, 2007). De plus, les composés organiques peuvent interférer avec le ciment et nuire au procédé (Conner, 1997). On retrouve tout de même quelques avancées technologiques intéressantes, principalement avec les hydrocarbures aromatiques polycycliques. Ceux-ci peuvent être immobilisés à l'aide d'agents adsorbants tels le charbon actif ou l'argile organophile (Mulder *et al.*, 2005).

Bref, si les conditions du projet semblent favorables à l'utilisation d'un procédé de S/S au ciment, on procède à une caractérisation physique complète. On retrouve des centaines d'essais normalisés ou méthodes analytiques permettant de caractériser des sols contaminés et publiés par différents organismes comme le Bureau de normalisation du Québec (BNQ), l'Association canadienne de normalisation (CSA), l'*American Society for Testing and Materials* (ASTM), le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) ou l'USEPA. Voici quelques caractéristiques physico-chimiques qui permettent de bien orienter la formulation d'un mélange de S/S au ciment et les méthodes ou essais s'y rattachant :

Propriétés chimiques (méthodes du CEAEQ)

- pH du sol ou de l'eau (MA.100 - pH 1.1 et MA.303- Titr Auto 2.1);
- concentration en métaux (MA.200 Mét. 1.2);
- concentration en hydrocarbures pétroliers (MA.416 C10-C50 1.0);
- concentration en hydrocarbures aromatiques polycycliques (MA.400 HAP 1.1);
- concentration en composés organiques volatils (MA.400 COV 1.1);

Propriétés physiques (normes de l'ASTM)

- granulométrie et sédimentométrie (C136 et D422);
- limites d'Atterberg (D4318);
- teneur en eau (D2216);
- densité, masse volumique et absorption (C127, C128 et D854);
- compaction (D698 et D1157);
- perméabilité à l'eau (D2434).

1.4.2 Réglementation

Au Canada, il n'existe pas de réglementation fédérale traitant spécifiquement de la réhabilitation de sites contaminés ou de l'élimination de déchets dangereux. Cette législation relève des provinces (Paria et Yuet, 2006). Au Québec, les matières dangereuses résiduelles

sont réglementées par le *Règlement sur les matières dangereuses* (Gouvernement du Québec, 1997). Par contre, ce règlement ne dicte aucune norme de traitement pour ces déchets. De son côté, le *Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés* (Gouvernement du Québec, 2001) promulgue des critères de performance quant à l'enfouissement de sols contaminés selon les contaminants et les conditions d'utilisation. Ce règlement peut aussi exiger un traitement au-delà d'un seuil de contamination précis. Tous ces règlements sont régis par la *Loi sur la qualité de l'environnement* (Gouvernement du Québec, 1972). En vertu de cette loi, la S/S fait parti d'une liste de procédés requérant un permis d'application, lequel établit les normes d'opération du procédé et fixe celles d'efficacité du traitement. La gestion du déchet traité se fera selon la qualité du déchet final en fonction des règlements en vigueur (MDDEP, 1999). Parmi les exigences du MDDEP, on retrouve une analyse de risque lorsque l'on vise une revalorisation des sols pour des ouvrages de génie civil. Le MDDEP utilise le terme *utilisation limitée*. Cette analyse de risque doit démontrer l'innocuité des sols traités (MDDEP, 1999). Bien entendu, cette analyse doit tenir compte de plusieurs caractéristiques de l'environnement récepteur des sols traités (USEPA, 1993) :

- profondeur et état de la nappe phréatique;
- conductivité hydraulique des sols;
- drainage;
- météorologie du site (précipitations, action du gel/dégel);
- proximité avec des milieux récepteurs sensibles (population, faune et flore);
- volume de déchet à traiter (augmentation de volume avec l'ajout d'un liant);
- aire de travail si traitement *in situ*, etc.

Aux États-Unis, l'élimination de déchets dangereux est réglementée par deux lois fédérales et leurs amendements. On retrouve tout d'abord le RCRA et les *Hazardous and Solid Waste Amendments* (Gouvernement des États-Unis, 1976). Ces derniers donnent à l'USEPA l'autorité de réglementer l'élimination des déchets dangereux et d'établir les normes à respecter. En S/S, il faudra surtout se conformer aux restrictions concernant l'élimination en sol (*Land Disposal Restrictions*, 40 USC § 268). Ces dernières établissent non seulement les

critères à respecter, mais les traitements que les autorités ont utilisés pour les atteindre. Pour chaque type de déchet listé, une technologie est sélectionnée, soit la *Best Demonstrated Available Technology* (BDAT). Il s'agit de la technologie qui offre les meilleures réductions en toxicité, mobilité ou volume de déchet, qui a été validée par des travaux à pleine échelle et qui est commercialement disponible. Des critères de concentration sont alors promulgués. Il n'est pas obligatoire d'utiliser la technologie sélectionnée par les autorités, mais il faut atteindre les critères qui s'y rattachent. Il est aussi possible qu'une technologie soit promulguée comme traitement, ce qui signifie qu'elle doit absolument être utilisée. Par contre, une pétition pour l'utilisation d'une technologie équivalente peut être approuvée par l'USEPA, mais elle doit prouver que l'alternative permet d'obtenir des mesures de performance équivalente (USEPA, 1993). Toujours selon la liste du RCRA, la S/S s'avère le traitement le plus efficace pour 57 types de déchets sur 500 (USEPA, 1993).

La seconde loi fédérale est le *Comprehensive Environmental Response Compensation and Liability Act* (CERCLA) et ses *Superfund Amendments and Reauthorization Act* (Gouvernement des États-Unis, 1980). Cette loi couvre la réhabilitation des sites contaminés abandonnés et le plan national de contingences en cas déversement de matières dangereuses. Malgré une section de la loi stipulant que les actions sur les sites CERCLA doivent être en conformité avec les autres lois environnementales applicables, ces sites ne sont pas nécessairement réglementés par le RCRA directement (USEPA, 1993).

Bien que les lois américaines n'aient pas juridiction au Québec, elles contribuent aux règles de l'art et représentent une source d'information importante, particulièrement les dossiers de recherche du USEPA sur les BDAT et les dossiers sur les sites réhabilités sous le CERCLA.

1.5 La formulation d'un procédé de stabilisation/solidification au ciment

La formulation d'un mélange de procédé de S/S est une science empirique qui dépend principalement de l'expérience du concepteur (Conner et Hoeffner, 1998a). Comme il a été mentionné précédemment, il n'existe pas de procédé précis pouvant s'appliquer à toutes les

situations. L'objectif reste pourtant toujours le même : respecter les critères de performance établis par les autorités avec la meilleure rentabilité possible.

1.5.1 Critères de performance

Tout d'abord, il est important d'établir les objectifs de base à partir des critères de performance. Ces derniers peuvent varier selon la réglementation en vigueur et l'utilisation prévue pour le sol traité : élimination dans un site d'enfouissement, réutilisation comme matériau de construction, traitement *in situ* ou *ex situ*, etc.

Au Québec, les modes de gestion des sols contaminés sont séparés en trois niveaux de performance : utilisation limitée, l'élimination dans un lieu d'enfouissement technique (LET) et l'enfouissement selon le *Règlement sur les matières dangereuses* (MDDEP, 1999). Ensuite, ils sont regroupés selon trois groupes en fonction de l'état des échantillons, soit non traités (groupe A), traités et broyés (groupe B), puis traités et monolithiques (groupe C). Les essais reliés aux critères de performance pour le groupe A ont été brièvement présentés à la section 1.4.1 tandis que certains des essais reliés aux critères de performance du groupe B et C seront présentés à la section 1.6. Tous les critères de performance sont présentés au tableau 1.1 de la page suivante.

Par ailleurs, il faut aussi évaluer les besoins du projet. Par exemple, la résistance minimale requise devrait être évaluée en anticipant les charges sur le monolithe (USEPA, 1989). Il est aussi possible de compenser une perméabilité élevée d'un monolithe par l'utilisation de membranes, d'un recouvrement imperméable ou d'un drainage approprié (USEPA, 1989). Pour ce qui est des essais d'altération, leur pertinence peut être réévaluée si un monolithe n'est pas exposé à des conditions environnementales extrêmes (p. ex., sous la ligne de gel) (USEPA, 1989).

Tableau 1.1 Critères de rendement pour les scénarios d'utilisation et d'élimination
Tiré du MDDEP (1999, p. 15 à 17)

Groupe	Indicateur de rendement	Expression	Utilisation limitée	Enfouissement dans un LET	Enfouissement selon normes du RMD
A	Teneur en matières organiques	% dans le résidu	< 1 %	-	-
	Concentration des contaminants	mg/kg dans le résidu	(Utiliser ces données pour choisir les contaminants à surveiller dans le lixiviat)		
B	Concentration initiale des lixiviats (extraction rapport liquide-solide faible)	mg/L dans le lixiviat	< critère de potabilité de l'eau	-	-
	Qté. de contaminants susceptible d'être lixiviée en milieu acide acétique	mg/L dans le lixiviat	< 5 x critère de potabilité de l'eau	non lixiviable RMD	lixiviable RMD
	Qté. de contaminants susceptible d'être lixiviée par des pluies acides	mg/L dans le lixiviat	< 10 x critère de potabilité de l'eau	-	-
	Capacité de neutralisation des acides	eq/kg dans le résidu	> 3 (pH = 9)	> 1 (pH = 9)	> 1 (pH = 9)
	Potentiel de génération d'acide	positif/négatif	négatif	-	-
C	Mobilité des contaminants dans la matrice	Indice de lixivabilité	> 9	> 8	> 8
	Conductivité hydraulique	m/s	< 10 ⁻⁹	< 10 ⁻⁸	< 10 ⁻⁸
	Résistance physique (après immersion)	kPa	> 3500	> 350	> 350
	Altération	% perte de poids	Résiste à 12 cycles et perte de poids < 10 %	Résiste à 12 cycles et perte de poids < 10 %	Résiste à 12 cycles et perte de poids < 10 %
	Biodégradabilité	réussite/échec	réussite	réussite	réussite

1.5.2 Formulation

Une fois que les objectifs ont été établis, on peut procéder aux formulations. Il faut déterminer les proportions optimales de chaque constituant pour obtenir un monolithe aux propriétés désirées. La formulation optimale sera celle qui atteindra les objectifs souhaités au coût le plus bas possible (Tremblay, 1983).

Dans la majorité des cas, le ciment Portland est sélectionné comme liant. On peut alors se référer aux méthodes connues pour la formulation d'un mélange de béton, telles celles de l'*American Concrete Institute* (ACI) (Tremblay, 1983). Par contre, à l'exception des cas où l'on désirerait obtenir des mélanges de béton structuraux, ces méthodes sont peu applicables. Une méthode plus intéressante est celle proposée par la *Portland Cement Association* (PCA) pour la formulation d'un sol stabilisé au ciment (PCA, 1992). Cette méthode utilise des tableaux et des abaques adaptés aux besoins typiques d'un sol à stabiliser. Tout d'abord, une teneur en ciment typique est sélectionnée en fonction de la granulométrie du sol. On prépare ensuite trois mélanges à différentes teneurs en ciment (-2 %, teneur en ciment typique, +2 %) et on évalue les performances en termes de résistance à la compression et à des cycles d'altération (gel/dégel et séchage/mouillage). On ajuste ensuite la teneur en ciment finale selon les résultats obtenus. Il est également possible de combiner plusieurs agrégats de différentes tailles afin d'obtenir un spectre granulométrique plus étendu et continu, réduisant ainsi les vides et le besoin en pâte de ciment (Tremblay, 1983).

On s'intéresse aussi à la présence de matières nuisibles dans les déchets, telles des particules de silt ou d'argile. Celles-ci nuisent à l'adhérence de la pâte de ciment lorsqu'elles recouvrent les agrégats plus gros, ce qui réduit les résistances mécaniques du béton. De plus, un mélange de béton avec plusieurs particules fines nécessite plus de pâte de ciment pour l'enrobage des agrégats puisqu'elles ont une plus grande surface spécifique (Tremblay, 1983). Il faut aussi tenir compte de la compatibilité entre les contaminants et les liants, tel que mentionné à la section 1.3.1.

1.6 L'efficacité d'un procédé de stabilisation/solidification

L'évaluation de l'efficacité d'un procédé de S/S est généralement réalisée en comparant indépendamment chaque caractéristique chimique et physique d'un monolithe à des critères de performance établis. Ces caractéristiques sont obtenues à l'aide d'essais réalisés en laboratoire, dont certains sont développés ou adaptés aux particularités des procédés de S/S.

1.6.1 Évaluation de la stabilisation

L'efficacité de la stabilisation est évaluée principalement à l'aide d'essais d'extraction ou de diffusion. Contrairement aux essais physiques, ils ne font pas l'unanimité dans le domaine. En effet, plusieurs experts remettent en cause la validité de ces essais et des critères de performance s'y rattachant. D'ordre général, on reproche à ces tests de ne pas être représentatifs des conditions environnementales auxquelles le monolithe sera exposé (USEPA-SAB, 1999). Plusieurs experts évaluent présentement la possibilité d'unifier les nombreux tests et de normaliser un essai ou un protocole pour la lixivabilité des contaminants en S/S (Kosson *et al.*, 2002; Stegemann et Zhou, 2009).

1.6.1.1 Les essais d'extraction

Les essais d'extraction sont généralement réalisés sur des échantillons pulvérisés. Ces derniers sont agités dans une solution de relargage sur une période de temps donnée. Dans tous les cas, il est supposé que l'équilibre entre les phases solide et aqueuse sera atteint à la fin de l'essai. On considère la concentration en contaminant dans la solution à l'équilibre comme la concentration maximale atteignable selon les conditions de l'essai (USEPA, 1989).

Aux États-Unis, l'essai exigé pour évaluer la stabilisation est le *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (méthode 1131 – SW846), un essai développé par l'USEPA (USEPA, 1989). Celui-ci est utilisé pour promulguer les critères de performance à respecter lors de la détermination du BDAT. L'échantillon broyé est agité dans une solution d'acide acétique pour ensuite évaluer les concentrations des contaminants dans la solution et les comparer à des valeurs-seuils. On considère ces concentrations comme les valeurs maximales pouvant être émises à la source dans les pires cas possible, soit l'infiltration d'un lixiviat acide créé par la décomposition de déchets municipaux enfouis conjointement avec le déchet dangereux testé (USEPA, 1989). Toutefois, tel que discuté précédemment à la section 1.2.4, les métaux oxyanioniques, comme l'arsenic et le chrome, ont également tendance à se solubiliser lorsque la solution est neutre à alcaline (Van Der Sloot et Dijkstra, 2004). La notion de pire cas proposée par l'USEPA n'est donc pas forcément applicable à tous les cas de contamination.

Au Québec, les résultats d'essais d'extraction sont plutôt comparés aux critères de potabilité de l'eau. De plus, lorsqu'une utilisation limitée est envisagée, des essais d'extraction avec d'autres solutions de relargage sont requis, soit une solution d'eau distillée et déminéralisée (lixiviation à court terme) et une solution d'acide nitrique et sulfurique simulant des pluies acides. Des essais de capacité de neutralisation des acides et le potentiel de génération d'acide doivent également être réalisés (MDDEP, 1999). Tous ces essais se retrouvent sous le groupe B du tableau 1.1.

1.6.1.2 Les essais de diffusion

Les essais de diffusion sont réalisés sur des échantillons monolithiques. Les échantillons sont alors immergés dans des volumes d'eau selon des intervalles de temps précis. En fonction des temps de trempage et des concentrations en contaminants dans l'eau, on peut déterminer le coefficient de diffusion effectif de chaque contaminant à partir de la matrice testée (USEPA, 1989). Ce coefficient est donné en m^2/s ou en cm^2/s . La valeur obtenue pouvant être relativement faible, il est plus pratique de la convertir en indice inverse sur une échelle logarithmique. On obtient l'indice de lixivabilité par la valeur négative du logarithme en base 10 du coefficient de diffusion effectif.

Au Québec, l'essai privilégié est le *Dynamic Leach Test* (ANSI/ANS-16.1). On propose un indice de lixivabilité minimal de 9 pour une utilisation limitée (MDDEP, 1999). On considère les indices allant de 5 à 10 comme étant caractéristiques d'une diffusion rapide et les indices de 10 à 15 d'une diffusion lente (USEPA, 1989).

1.6.2 Évaluation de la solidification

Afin d'évaluer l'efficacité de la solidification, on procède à plusieurs essais physiques. Les plus communs sont les essais de résistance mécanique. Ils permettent de déterminer comment le sol solidifié se comportera sous les pressions causées par les équipements lourds, les remblais ou les structures. Si le monolithe n'est pas assez résistant structurellement, il pourra se fissurer, ce qui augmentera sa conductivité hydraulique et les risques de lixiviation des

contaminants. Au Québec (MDDEP, 1999) et aux États-Unis (USEPA, 1989), les autorités exigent un minimum de 350 kPa (50 psi) de résistance à la compression sans confinement en tout temps. Dans le cas d'une utilisation limitée, le MDDEP exige un minimum de 3 500 kPa. Les essais en laboratoire les plus susceptibles d'être utilisés sont ceux des normes américaines ASTM D1633 (sol solidifié au ciment), C39 (cylindres de béton) ou C109 (cubes de mortier).

D'autres essais consistent à évaluer la perméabilité à l'eau du monolithe. Plus la conductivité hydraulique du monolithe sera faible, moins les contaminants seront susceptibles de lixivier par infiltration/exfiltration d'eau. L'USEPA suggère des valeurs de conductivité hydraulique inférieure à 10^{-5} cm/s pour un enfouissement (USEPA, 1989) alors que le MDDEP exige une valeur inférieure à 10^{-6} cm/s pour le même type d'application, puis une valeur inférieure à 10^{-7} cm/s pour une utilisation limitée (MDDEP, 1999). Selon l'USEPA, une forte perméabilité n'est pas nécessairement problématique si les contaminants sont bien stabilisés dans le monolithe. Parmi les essais normalisés pour la mesure de la conductivité hydraulique, on retrouve des normes ASTM D5084 (perméamètre à mur flexible) et D5856 (perméamètre à mur rigide).

On retrouve finalement les essais de durabilité, tels la mesure de la résistance aux cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage. On évalue la perte de masse et le nombre de cycles auquel le monolithe peut résister avant de perdre son intégrité ou sa stabilité structurale. Plusieurs normes différentes sont utilisées en S/S, notamment les normes ASTM D559 et D560 pour la durabilité de sols solidifiés au ciment est les normes ASTM D4842 et D4843 pour des déchets solidifiés. Toutefois, l'ASTM a retiré sa norme D4842 (gel/dégel) en 2006 puisqu'il n'y avait pas encore eu d'expertise pour déterminer une préparation adéquate des échantillons. Pourtant, il s'agit exactement de la même méthode que celle de la norme D4843 (séchage/mouillage), ce qui permet de soulever un doute sur l'efficacité de cette méthode. Malgré tout, ces normes sont encore utilisées comme référence par plusieurs concepteurs. Par exemple, on exige au Québec une perte de masse maximale de 10 % après 12 cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage (MDDEP, 1999).

1.7 La durabilité des procédés de stabilisation/solidification

Dans le cadre de cette revue de littérature, une attention particulière a été portée sur l'efficacité à long terme des procédés de S/S, une problématique bien connue du domaine (USEPA, 1991). Bien que l'on ait prouvé l'efficacité de la méthode à court terme, très peu de documentation traite de la performance d'un monolithe à long terme, soit sur plusieurs années. La durabilité à long terme des monolithes de S/S peut être affectée tant par des mécanismes d'altération chimiques que physiques.

1.7.1 L'altération chimique

Une altération chimique peut être causée lorsqu'il y a réaction entre la pâte de ciment et les agrégats (les sols contaminés en S/S) ou entre la pâte de ciment et des éléments chimiques agressifs exogènes (p. ex. des sulfates, des acides, etc.) (Abdoveis, 2003).

Les réactions entre la pâte de ciment et les agrégats incluent les réactions alkali-silice et alkali-carbonate. Brièvement, celles-ci causent des expansions volumétriques au sein du béton, ce qui se traduit par de la microfissuration (Abdoveis, 2003). Ces réactions sont généralement liées à la qualité des matériaux, facteur difficilement contrôlable en S/S.

Pour ce qui est du second cas, les dégradations sont causées par des éléments agressifs pour le béton, lesquels sont transportés par l'eau ou l'air. Ces éléments peuvent être regroupés sous trois mécanismes : les attaques aux sulfates, les attaques acides et la carbonatation (Abdoveis, 2003). Ces types de dégradations sont surtout rencontrés lorsque les bétons sont directement exposés aux agents agressifs (béton en bordure d'autoroutes, béton immergé en mer, etc.), ce qui est rarement le cas des monolithes de S/S. Par contre, puisque le phénomène de la carbonatation est causé par le dioxyde de carbone présent dans l'air ou en phase dissoute dans l'eau, ce type de dégradation est beaucoup plus susceptible d'affecter tout monolithe de S/S.

La carbonatation du ciment Portland se produit lorsqu'il y a réaction entre du dioxyde de carbone (CO_2) et de l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), ce qui produit du carbonate de calcium (CaCO_3) et de l'eau. Les composés alkalis du ciment Portland hydratés réagissent alors avec les carbonates, ce qui cause non seulement une augmentation de volume qui peut mener à la microfissuration du monolithe, mais réduit le pH de ce dernier (Sanchez *et al.*, 2002). Ce phénomène peut engendrer un relargage accéléré de certains métaux, notamment le cadmium et l'arsenic (Sanchez *et al.*, 2002). De plus, selon une étude menée sur la lixiviation de contaminants inorganiques hors de monolithes de sols traités par S/S au ciment et soumis à des cycles de séchage/mouillage (Sanchez *et al.*, 2002), supposer un environnement saturé en eau pour évaluer la lixivabilité des contaminants inorganiques, telle l'utilisation exclusive des essais de diffusion, peut mener à de mauvaises prédictions des performances à long terme des monolithes. Un contact avec le dioxyde de carbone de l'air peut également avoir une influence sur les mécanismes d'immobilisation des contaminants.

1.7.2 L'altération physique

L'altération physique est causée lorsque des pressions excessives sont exercées au sein du monolithe ou lorsque des particules se détachent de la surface des monolithes (Abdoveis, 2003). On est alors confronté à des problèmes de macrofissuration ou de microfissuration. D'ordre général, de bonnes résistances mécaniques permettent aux monolithes de bien résister aux pressions excessives en fonction de l'utilisation projetée. Puisque les monolithes sont enfouis, on se réfère généralement aux capacités portantes des sols pour établir des critères de performance (USEPA, 1989).

Pour ce qui est du détachement des particules, on s'intéresse au comportement des monolithes face aux phénomènes climatiques plutôt qu'à l'abrasion ou l'érosion. En effet, les deux derniers phénomènes nécessitent une exposition directe du monolithe. Peu d'études ne semblent s'attarder aux effets des altérations physiques d'un monolithe sur la lixivabilité des contaminants. Il existe pourtant deux phénomènes climatiques bien connus dégradant les bétons ou les monolithes de S/S, soit le gel/dégel et le séchage/mouillage.

1.7.2.1 Dégradation physique due au gel/dégel

Le gel/dégel est un phénomène naturel très présent au Québec. En mécanique des sols, on s'intéresse surtout à la gélivité des sols, soit la propriété qui caractérise l'augmentation du volume des sols sous l'action du gel. Cette augmentation de volume provient de la présence d'eau dans le sol, laquelle augmente d'environ 9 % en gelant. Ainsi, un sol très capillaire et imperméable est très sensible au gel (Robitaille et Tremblay, 1997). Il en est de même si le front de gel atteint la nappe phréatique puisque le sol y est saturé. Cette augmentation de volume peut causer de graves dommages aux structures des routes et des bâtiments, surtout si les gonflements sont différentiels. Plusieurs essais existent afin d'évaluer cette déformation. Ils consistent généralement à soumettre un échantillon restreint latéralement à un gel progressif afin d'en évaluer la déformation verticale, soit son gonflement.

Du côté de la résistance des matériaux, les cycles de gel/dégel ont un impact sur leur durabilité. C'est la présence d'eau dans les pores qui provoque des contraintes importantes lors du gel. La glace pousse sur les parois des pores et lorsque la pression excède la résistance en tension de la pâte de ciment ou des agrégats, une rupture se produit. Ensuite, l'eau s'infiltré progressivement dans les fissures à chaque cycle de dégel, lesquelles s'agrandissent à chaque gel. Comme pour la gélivité des sols, la perméabilité est directement liée à la résistance aux cycles de gel/dégel (Tremblay, 1983). Contrairement aux sols, on vise une perméabilité très basse afin d'éviter l'infiltration d'eau dans le béton. Pour évaluer la résistance des matériaux tels les bétons ou les agrégats, on évalue leur perte en masse après un certain nombre de cycles de gel/dégel dans un milieu saturé.

En S/S, les concepteurs sont confrontés à un dilemme. La perméabilité est une caractéristique primordiale à considérer si on étudie l'action du gel/dégel. Tout d'abord, une forte perméabilité permet un excellent drainage du sol, ce qui réduit la présence d'eau dans le sol et le gonflement au gel. Par contre, l'un des objectifs de la S/S est de réduire les infiltrations et les exfiltrations d'eau dans les sols contaminés afin d'éviter le transport des contaminants hors du monolithe.

Tel que présenté précédemment, le MDDEP préconise une conductivité hydraulique maximale de 10^{-7} cm/s lors d'une utilisation limitée (MDDEP, 1999). Un sol non traité possédant cette conductivité est très gélif et peu recommandé comme matériel de fondation (Robitaille et Tremblay, 1997), ce qui pourrait nuire aux possibilités de réutilisation des sols contaminés. Par contre, un béton de ciment moyen possède une conductivité d'approximativement 10^{-12} cm/s (ACI, 1988) et se déforme très peu sous l'action du gel grâce, entre autres, à ses résistances mécaniques supérieures. La présence d'eau dans le béton aura plutôt tendance à fracturer ce dernier et à augmenter progressivement sa conductivité hydraulique. Ainsi, on s'intéressera principalement à la résistance aux cycles de gel/dégel plutôt qu'à la gélivité d'un monolithe de S/S.

1.7.2.2 Les essais de résistance aux cycles de gel/dégel

Il est possible que la résistance aux cycles de gel/dégel ne soit pas un critère critique. Si le monolithe est situé sous le front du gel, cette propriété devient beaucoup moins importante. C'est pour cette raison qu'aux États-Unis, une résistance au gel/dégel précise n'est pas exigée. Par contre, dans le cas où le monolithe est exposé au gel, on tolère une perte de 15 % par masse après 12 cycles (USEPA, 1989). Au Québec, cette perte est fixée à 10 % (MDDEP, 1999) et est évaluée à l'aide de l'essai ASTM D4842. En résumé, cet essai consiste à immerger un échantillon aux dimensions précises dans un bassin d'eau distillée. Il est ensuite soumis à 12 cycles de gel/dégel et on évalue la perte finale. Par contre, cette norme a été retirée par l'ASTM (voir section 1.6.2). Les concepteurs doivent donc se tourner vers d'autres normes ou utiliser la norme obsolète.

Les alternatives principales sont les normes ASTM C1262 et D560. La première est utilisée pour déterminer la résistance aux cycles de gel/dégel des unités de maçonnerie en béton et la seconde pour les mélanges de sols solidifiés au ciment. En bref, ces deux normes utilisent le même principe que la norme ASTM D4842, mais avec quelques variantes. Le tableau 1.2 présente un comparatif des éléments principaux.

Tableau 1.2 Comparatif entre les caractéristiques des normes D4842, C1262 et D560

Propriétés	D4842	C1262	D560
Dimensions	Cylindre : 44 x 74 mm	Surface immergée : 162 à 225 cm ² Épaisseur : 19 à 32 mm	A - Cylindre : 101,6 x 116,4 mm
			B - Cylindre : 71,1 x 142,2 mm
Plat	Gobelets de 400 mL	Plats en plastique assez grands pour respecter la surface immergée requise	Tissus absorbants
Trempage	Eau distillée	Eau potable ou avec solution salée au chlorure de sodium (3 %)	Chambre humide
T° au gel	-20 °C ± 3 pour 24 h	-18 °C ± 5 entre 4 et 5 h	-23 °C pour 24 h
T° au dégel	20 °C ± 3 pour 23 h	24 °C ± 5 entre 2,5 et 96 h	21 °C pour 23 h
n. de cycle	12	Selon les besoins	12
% de perte	À chaque cycle	Selon les besoins	À la fin uniquement

La norme ASTM D560 inclut également un tableau synthèse de la résistance aux cycles de gel/dégel de certains sols (classification AASHTO) en fonction de leur teneur en ciment, ce qui peut bien orienter une formulation d'un procédé de S/S pour des sols contaminés.

1.7.2.3 Dégradation physique due au séchage/mouillage

Contrairement au gel/dégel, le séchage/mouillage est un phénomène climatique qui agit directement sur les particules de sol ou d'agrégat alors que certaines réagissent directement à la présence d'eau. Par exemple, les argiles peuvent subir des retraites importants lorsque l'eau s'évapore et des gonflements lorsque celle-ci s'y infiltre (González et Scherer, 2006). On est alors confronté à des dommages similaires à ceux causés par le gel/dégel.

On évalue également la résistance aux cycles de séchage/mouillage par une perte en masse après un certain nombre de cycles. Si la teneur en particules fines réactives est trop élevée, il est possible de modifier la granulométrie, tel augmenter la quantité de particules non réactives ou retirer les particules réactives par tamisage ou lavage (USEPA, 1993). Toutefois, cette intervention peut s'avérer coûteuse lorsque de gros volumes de sols doivent être gérés. Il est plutôt préférable de prévenir l'infiltration et l'exfiltration d'eau dans le monolithe par une perméabilité très basse ou en le protégeant des intempéries (USEPA, 1989).

En résistance des matériaux, les cycles de séchage/mouillage peuvent également avoir un impact indirect sur la durabilité des bétons de ciment. Puisqu'on utilise généralement des agrégats de bonne qualité et sans particules fines (Tremblay, 1983), les bétons durcis sont très peu assujettis aux variations de volume. Par contre, les cycles de séchage/mouillage favorisent certaines dégradations chimiques comme les attaques sulfatiques (ACC, 2010). Lors des séchages, les sulfates présents dans l'eau se cristallisent, ce qui peut créer une pression à l'intérieur des pores suffisante pour causer de la microfissuration. L'utilisation d'un ciment résistant aux sulfates permet de bien contrôler ce type de situation (ACC, 2010).

1.7.2.4 Les essais de résistance aux cycles de séchage/mouillage

Telle que pour le gel/dégel, il est possible que la résistance aux cycles de séchage/mouillage ne soit pas critique si le monolithe n'est pas confronté à ce phénomène climatique. Ainsi, on retrouve exactement les mêmes critères de performance (voir section 1.7.2.2). Dans le cas du séchage/mouillage, on peut évaluer la perte de masse à l'aide de l'essai ASTM D4843. Les manipulations sont sensiblement les mêmes que l'essai ASTM D4842 (gel/dégel), sauf que l'échantillon est placé à l'étuve après un cycle d'immersion plutôt que de subir un gel.

Une autre alternative normalisée est la norme ASTM D559 utilisée pour les mélanges de sols solidifiés au ciment. Telle la norme ASTM D560 (voir section 1.7.2.2), la norme ASTM D559 évalue la résistance d'un sol stabilisé au ciment dans un milieu humide et non dans une solution de trempage. Les manipulations sont également sensiblement les mêmes, à l'exception même que l'échantillon est placé à l'étuve plutôt qu'au congélateur.

1.8 Synthèse et hypothèses de travail

En termes de développement durable, le traitement *in situ* par S/S de sols contaminés par des contaminants inorganiques, tels des métaux, est préférable à leur élimination dans un lieu d'enfouissement. Toutefois, des risques pour l'environnement subsistent, comme une dégradation des monolithes de sols traités par des altérations physiques ou chimiques et qui pourrait entraîner un relargage des contaminants.

La documentation scientifique indique qu'il existe un ensemble de méthodes et d'essais permettant d'évaluer la performance du traitement, tant sur le plan chimique que physique. Par contre, ces méthodes et essais sont appliqués sur des échantillons frais de sols traités. L'interprétation des résultats conclura donc essentiellement sur l'efficacité à court terme du procédé de S/S. Des essais permettent pourtant de simuler la résistance d'un sol traité aux effets des cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage, lesquels sont des phénomènes cycliques en fonction du temps. Ils simulent donc un aspect de la performance à long terme du procédé de S/S, notamment sa résistance à la fissuration en fonction du temps, soit une altération physique. La documentation scientifique a aussi démontré que ces essais peuvent causer une certaine altération chimique comme une baisse du pH (voir section 1.7.1).

Actuellement, aucun protocole de méthodes ou d'essais ne permet explicitement d'évaluer la performance des procédés de S/S à long terme, comme l'évolution de l'intégrité structurale des monolithes ou de la lixivabilité des contaminants. Ainsi, dans le but de présenter les prémices d'une méthodologie permettant l'étude de ces comportements en laboratoire, les présents travaux portent sur l'évaluation de l'impact d'une altération physique par gel/dégel ou par séchage/mouillage sur les propriétés physico-chimiques de monolithes de sols contaminés par des éléments traces métalliques et traités par S/S au ciment. Les hypothèses que ces travaux visent spécifiquement à vérifier sont que :

- l'altération physique d'un monolithe de sols contaminés et traités par S/S au ciment engendre une diminution de sa résistance en compression et une augmentation de sa conductivité hydraulique suite à la formation de fissures;
- l'altération physique cause également une augmentation de la lixivabilité des contaminants traces métalliques contenus dans les sols découlant et d'une fissuration de la matrice, donc d'un contact accru entre les contaminants traces métalliques et l'eau;
- l'influence de l'altération physique sur la résistance en compression, la conductivité hydraulique et la lixivabilité est directement proportionnelle au nombre de cycles d'altération et inversement proportionnelle à la proportion de ciment dans le mélange de S/S, de sa capacité tampon et de son pH.

CHAPITRE 2

MATÉRIEL ET MÉTHODE

2.1 Plan expérimental

À la lumière des observations présentées au chapitre précédent, les paramètres suivants ont été ciblés afin de vérifier chaque hypothèse : la teneur en ciment, le choix des contaminants inorganiques, l'altération des monolithes par différents essais de durabilité et le nombre de cycles d'altération. Ces variables ont mené à l'élaboration d'un premier programme expérimental permettant d'établir le nombre de mélanges et d'échantillons à concevoir pour chacun d'entre eux. Ces échantillons ont ensuite été soumis à un deuxième programme, soit une série d'essais en laboratoire permettant de recueillir les données requises pour l'étude.

2.1.1 Sélection des variables pour les paramètres ciblés

La vérification de chacune des hypothèses dépendait avant tout des essais de durabilité visant à altérer physiquement les monolithes de sols traités par S/S au ciment. Pour ce faire, des essais de résistance aux cycles de gel/dégel et de séchage/mouillage ont été sélectionnés, le premier selon la norme ASTM C1268-08 : *Standard test method for evaluating the freeze-thaw durability of dry-cast segmental retaining wall units and related concrete units* et le second selon la norme ASTM D559-03 : *Standard test methods for wetting and drying compacted soil-cement mixtures*. De plus, des échantillons de contrôle (non altérés) étaient nécessaires afin de vérifier si les impacts observés étaient réellement attribuables aux altérations physiques subites.

Puis, deux teneurs en ciment différentes ont été utilisées. La sélection de ces teneurs a été basée sur des gâchées préliminaires. Des mélanges de sables et de ciment à des teneurs de 5, 10, 15, 20 et 25 % ont ainsi été étudiés. Le ratio eau/ciment a été fixé à 0,5 en se basant sur les méthodes de formulation de mélange de béton de l'ACI et du PCA. Les échantillons ont

été préparés et moulés selon la norme ASTM C192-07 : *Standard practice for making and curing concrete test specimens in the laboratory*, puis soumis à des essais de résistances aux cycles de gel/dégel. Puisque les échantillons aux teneurs de 5 et 10 % de ciment avaient subi des pertes de masse trop importantes après seulement 15 cycles d'altération, les teneurs de 15 et 20 % ont été sélectionnées pour le projet. En effet, il était important que les échantillons conservent une certaine intégrité structurale et forme géométrique précise pour leur permettre de résister aux nombreuses manipulations du protocole expérimental. En fonction de ces résultats, deux nombres de cycles d'altération variables devaient aussi être établis. Les échantillons soumis aux essais de durabilité allaient subir 6 ou 12 cycles d'altération seulement afin d'assurer la pérennité des échantillons tout au long du projet. Notons que selon la norme ASTM D559-03, l'essai se termine aussi après 12 cycles d'altération.

Enfin, pour mesurer les effets des altérations sur la lixivabilité de contaminants traces métalliques, de fortes concentrations dans les sols allaient être requises. Il a donc été décidé de contaminer artificiellement un sol aux concentrations désirées, ce qui permettrait également d'éliminer certaines conditions pouvant nuire à l'analyse des résultats (mauvaise homogénéité des sols, présence de composés chimiques nuisibles à un procédé de S/S au ciment, etc.). Six métaux disponibles sur le marché sous forme d'oxyde ont été sélectionnés pour contaminer un sol : l'arsenic, le cadmium, le chrome, le cuivre, le plomb et le zinc. Puis, certains sols ont été amendés avec du carbonate de calcium afin de simuler l'influence de ce composé très présent dans certains sols naturels et ayant un potentiel réactif avec les métaux. Une teneur de 5 % en carbonate de calcium a été fixée pour les sols amendés.

En conclusion, le plan présenté au tableau 2.1 a été préparé afin d'évaluer le nombre d'échantillons requis en fonction de chaque variable présentée ci-haut. Un total de 20 échantillons a été calculé, lesquels ont été répartis en quatre mélanges puisque les teneurs en ciment et la présence ou non de carbonate de calcium étaient des variables influençant directement la composition des sols traités par S/S au ciment. Finalement, afin de tenir compte de l'hétérogénéité des mélanges pouvant causer des variations importantes dans les résultats d'essais en laboratoire, chaque échantillon a été conçu en triplicata.

Tableau 2.1 Plan expérimental

Essais de durabilité	Sols contaminés aux métaux		Nombre de cycles d'altération		Teneur en ciment		Total
	Sans carbonate de calcium	5 % de carbonate de calcium	6 cycles	12 cycles	15 %	20 %	
Gel / Dégel	X		X		X		8
	X		X			X	
	X			X	X		
	X			X		X	
		X	X		X		
		X	X			X	
		X		X	X		
Séchage / Mouillage	X		X		X		8
	X		X			X	
	X			X	X		
	X			X		X	
		X	X		X		
		X	X			X	
		X		X	X		
Contrôle (aucun)	X				X		4
	X					X	
		X			X		
		X				X	
Nombre total d'échantillons							20
Nombre total de cylindres (triplicata)							60

Afin de mieux identifier chaque échantillon, ceux-ci ont été nommés en fonction de leur composition (mélanges C15CC0, C15CC5, C20CC0 ou C20CC5), des altérations subies (C pour contrôle, GD pour gel/dégel et SM pour séchage/mouillage) et du nombre de cycles d'altération, si applicable. Par exemple, C20CC5-SM6 signifie une teneur en ciment de 20 %, une teneur en carbonate de calcium de 5 % et 6 cycles de séchage/mouillage.

2.1.2 Planification des essais en laboratoire

Dans le cadre du projet, cinq essais normalisés ont initialement été sélectionnés pour vérifier chacune des hypothèses. Deux d'entre eux ont été utilisés pour causer des altérations physiques aux monolithes de sols traités par S/S, tandis que les trois derniers correspondent à

des paramètres pouvant être influencé par ces altérations : la lixivabilité des contaminants, la conductivité hydraulique et la résistance à la compression des monolithes. Ces paramètres peuvent être déterminés en laboratoire à l'aide des essais normalisés ANSI/ANS-16.1-2003 : *Measurement of the leachability of solidified low-level radioactive wastes by a short-term test procedure*, ASTM D5084-03 : *Standard test methods for measurement of hydraulic conductivity of saturated porous materials using a flexible wall permeameter* et ASTM C39-05 : *Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens*.

Ces essais devaient être réalisés sur chaque monolithe. Une méthodologie a été établie pour contrôler chaque échantillon selon les exigences des essais sans nuire à la réalisation du suivant. Puisque le durcissement des monolithes est un processus évolutif, l'âge des échantillons devait toujours être le même à chaque essai. En effet, l'hydratation du ciment comble les pores des monolithes, ce qui diminue leur conductivité hydraulique et augmente leur résistance à la compression (Tremblay, 1983). La méthodologie était la suivante :

- après la confection des échantillons, ceux-ci ont été soumis à une cure de 7 jours en chambre humide avant leur démoulage. Il s'agissait de l'âge requis pour soumettre les monolithes durcis à l'essai altérant ASTM D559-03;
- toujours selon cette norme, 24 jours étaient requis pour compléter les 12 cycles d'altération. Ainsi, tous les essais de durabilité ont été adaptés à cette exigence afin d'altérer physiquement les échantillons ciblés;
- l'essai de diffusion était ensuite conduit pour évaluer l'impact des altérations physiques sur la lixivabilité des contaminants hors des échantillons. L'essai de diffusion nécessitait 5 jours et incluait des mesures de pH des eaux de trempage;
- le second paramètre contrôlé était la conductivité hydraulique. Puisque les manipulations de cet essai forcent de l'eau au travers des échantillons, il devait être réalisé après l'essai de diffusion pour éviter d'affecter la mesure de la lixivabilité des métaux. En raison de la faible conductivité hydraulique des échantillons, de la quantité d'échantillons à tester et des limites du seul banc d'essai disponible, seuls 8 échantillons ont été soumis à cette mesure. Cette étape a nécessité une dizaine de jours à réaliser.

- les échantillons ont ensuite tous été placés en étuve pendant 2 jours pour déterminer leur masse sèche et teneur en eau finale. Ces valeurs étaient requises pour calculer les pertes de masse et les coefficients de diffusion. Les échantillons ont ensuite été remis en milieu saturé.
- finalement, les échantillons ont été soumis à l'essai de résistance à la compression, soit l'essai de contrôle le plus destructif du programme expérimental. Tous ont été brisés à leur 56^e jour de mûrissement, soit un jalon utilisé en contrôle des matériaux.

2.2 Matériaux utilisés

2.2.1 Sol

Pour la confection d'un sol contaminé artificiellement, un sable commercialement offert sur le marché a été sélectionné. Il s'agit d'un sable sec de la marque *Bomix* et ensaché par *Daubois inc.* La caractérisation du sable a été effectuée en laboratoire en procédant d'abord à une analyse granulométrique selon la norme ASTM C136 : *Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates* sur un seul échantillon représentatif du sable sec obtenu par quartage. La courbe granulométrique obtenue et présentée à la figure 2.1.

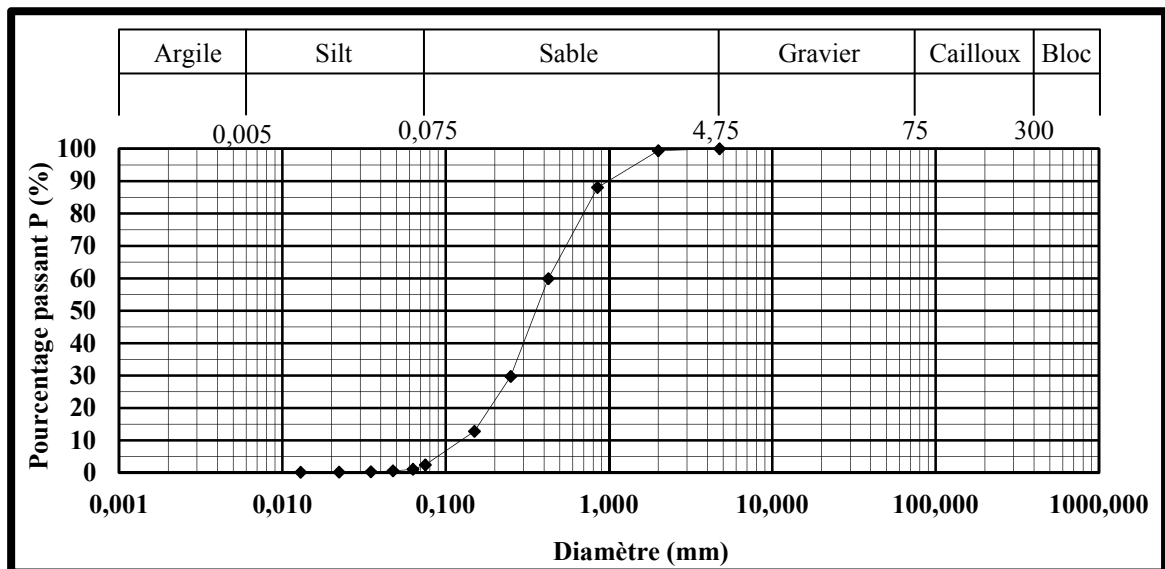


Figure 2.1 Courbe granulométrique du sable

Cette courbe granulométrique permet de classer le sable selon deux méthodes : USCS (ASTM D2487-06) et AASHTO (ASTM D3282-93). Ces classifications sont utilisées non seulement pour prévoir le comportement du sol selon certaines conditions, mais elles peuvent également permettre d'orienter la formulation d'un mélange de sol solidifié au ciment. Le sable utilisé était un sol de type SP (USCS) et A-3 (AASHTO).

Puis, la norme ASTM C128-07 : *Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of fine aggregate* a été utilisée pour déterminer les densités brutes, la densité apparente et l'absorption du sable en eau. Les résultats sont présentés au tableau 2.2.

Tableau 2.2 Densités et absorption du sable

Caractéristique	Moyenne	Écart-type
Densité brute état sec - d_b	2,664	0,004
Densité brute état sss - d_{sss}	2,679	0,004
Densité apparente - d_{app}	2,705	0,005
Absorption - A (%)	0,56	0,020

Finalement, les concentrations initiales de six métaux ciblés et du calcium ont été évaluées selon la méthode MA.200 – Mét.1.2 : *Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon* du CEAEQ à l'aide du spectromètre du laboratoire de la Station expérimentale des procédés pilotes en environnement (STEPPE) de l'École de technologie supérieure (modèle Vista-MPX d'Agilent Technologies). Les résultats sont présentés au tableau 2.3. À titre indicatif, les concentrations sont comparées aux valeurs limites des annexes I et II du *Règlement sur la protection des terrains contaminés* (RPRT) (Gouvernement du Québec, 2003), soit respectivement les critères B et C de la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés du MDDEP. Les limites de quantification pour certains métaux sont également présentées.

Tableau 2.3 Concentrations initiales des composés chimiques ciblés du sable

Éléments	Limites de quantification (mg/kg de sol)	Concentrations initiales (mg/kg de sol)	Valeurs limites à l'annexe I du RPRT (mg/kg de sol)	Valeurs limites à l'annexe II du RPRT (mg/kg de sol)
Arsenic (As)	N.D.	9,8	30	50
Cadmium (Cd)	7,7	19	5	20
Chrome (Cr)	4,9	6,1	250	800
Cuivre (Cu)	3,1	9,3	100	500
Plomb (Pb)	30	< 30	500	1 000
Zinc (Zn)	33	< 33	500	1 500
Calcium (Ca)	N.D.	47	Aucune	Aucune

2.2.2 Ciment

Le ciment le plus économique sur le marché a été sélectionné pour le projet, soit du ciment Portland GU (*General Use*). Le ciment a été produit par la cimenterie *Holcim*, à Joliette, et respecte la norme CSA/A3000-08. Les propriétés du ciment sont présentées au tableau 2.4.

Tableau 2.4 Propriétés du ciment (données du fournisseur)

Analyses chimiques		Propriétés physiques	
Alcalis (Na ₂ O équ.)	0,76 %	Finesse : blaine	446 m ² /kg
Perte au feu (≤ 10,0 %)	6,5 %	Finesse : retenu 45 μ (≤ 28 %)	9 %
Composition chimique		Expansion à l'autoclave (≤ 1,0 %)	0,03 %
SiO ₂	18,6 %	Expansion dans l'eau (≤ 0,020 %)	0,010 %
Al ₂ O ₃	4,0 %	Temps de prise : initial (≥ 45 min.)	130 min.
Fe ₂ O ₃	2,4 %	Temps de prise : final (≤ 375 min.)	235 min.
CaO	62,1 %	Résistance à la compression	
MgO	1,8 %	À 3 jours (≥ 14,5 MPa)	29,8 MPa
SO ₃	3,1 %	À 7 jours (≥ 20,0 MPa)	32,3 MPa
-	-	À 28 jours (≥ 26,5 MPa)	41,5 MPa

2.2.3 Contaminants

Les éléments métalliques utilisés pour contaminer les sols ont tous été obtenus chez *Anachemia* sous forme d'oxyde en poudre, soit du trioxyde d'arsenic (As_2O_3), de l'oxyde de cadmium (CdO), du trioxyde de chrome (CrO_3), de l'oxyde de cuivre (CuO), du dioxyde de plomb (PbO_2) et de l'oxyde de zinc (ZnO). Tous étaient de qualité ACS / Réactif, certifié ISO 9001. Le carbonate de calcium utilisé pour amender une partie des sols a aussi été acquis sous forme de poudre chez *Anachemia*, également de qualité ACS / Réactif.

2.2.4 Eau

Toute l'eau utilisée au cours des travaux, soit pour les gâchées de béton, les essais de résistance aux cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage, les essais de lixiviation, le lavage des équipements, etc., a été distillée dans le laboratoire de la STEPPE.

2.3 Méthodes d'expérimentation

2.3.1 Confection des monolithes de sols contaminés traités par S/S au ciment

2.3.1.1 Sélection de la méthode de confection des échantillons

Lors des gâchées préliminaires, la formulation du mélange a été inspirée par la méthode proposée par la PCA pour les mélanges de béton sol-ciment. Cette méthode utilise la compaction Proctor normalisé (ASTM D698-07) pour concevoir des cylindres de béton sol/ciment. De manière générale, ce mode de compaction utilise un marteau d'une masse précise et tombant d'une hauteur déterminée sur trois couches subséquentes de sols dans un moule aux dimensions données, le tout à un rythme de 25 coups de marteau par couche. Toutefois, cette méthode nécessite beaucoup de manipulations, de temps et de quantité de mélange pour la confection d'un seul échantillon. Puisque le temps de prise initial du ciment était de 130 minutes (voir tableau 2.4), la procédure de malaxage prévue n'aurait laissé qu'environ 90 minutes pour la confection d'un minimum de 15 échantillons par mélange.

La confection des échantillons a plutôt été basée sur la norme ASTM C192-07 utilisée pour le malaxage et la préparation de cylindres de béton de ciment. La méthode consiste en un compactage de couches successives de béton frais avec un bourroir. Les moules cylindriques de 50 mm de diamètre par 100 mm de longueur ont été sélectionnés puisqu'ils permettaient la préparation d'un maximum d'échantillon pour une quantité minimale de mélange.

Afin de développer une méthode de compaction similaire à la compaction Proctor préconisée par la PCA, plusieurs combinaisons différentes ont été testées en variant le nombre de couches (3 ou 5), le nombre de coups par couche (25, 30 ou 35) ou l'équipement de compaction (bourroir ou pilon et/ou table vibrante). Les masses volumiques humides des mélanges compactés ont été comparées à celle obtenue par une compaction au Proctor normalisé. La méthode la plus représentative du Proctor normalisé utilisait le pilon de la norme ASTM C128-07 pour compacter 3 couches égales de mélange en 25 coups. Les résultats sont présentés au tableau 2.5.

Tableau 2.5 Impact de la méthode de compaction sélectionnée sur la masse volumique

Méthode de compaction	Propriétés	Teneur en ciment	
		15 %	20 %
Proctor normalisé (méthode du PCA)	Volume (cm ³)	944	944
	Masse (g)	1987	2122
	Masse volumique (g/cm ³)	2,105	2,249
25 coups de pilon / 3 couches	Volume (cm ³)	218	218
	Masse (g)	455	489
	Masse volumique (g/cm ³)	2,086	2,242

2.3.1.2 Calcul des proportions de gâchage

Selon la méthode de préparation des échantillons sélectionnée, une masse totale de 11 kg par mélange était nécessaire pour permettre la confection d'au moins 15 cylindres et la mise de côté de 2 kg de mélange pour un contrôle de la qualité, pour un total de 44 kg. À partir de cette masse totale, les concentrations en contaminants ont été sélectionnées en fonction des quantités disponibles et du potentiel de réactivité de chaque contaminant. Puisque seulement 125 g de trioxyde d'arsenic étaient disponibles pour ce projet, celui-ci a orienté le choix de la

concentration des contaminants. Une concentration maximale de 2 000 mg d'arsenic par kg de sol sec a été sélectionnée, ce qui représentait approximativement 107 g de trioxyde d'arsenic pour contaminer les 44 kg de mélange. À partir de cette concentration, de la masse molaire du trioxyde et de l'état de valence, une concentration équivalente a été établie afin d'égaliser le potentiel de réactivité de tous les autres contaminants. Les concentrations sont présentées au tableau 2.6. À partir de ces données, il était finalement possible de calculer les proportions de gâchage des mélanges finaux, lesquelles sont présentées au tableau 2.7.

Tableau 2.6 Calcul des concentrations en contaminants

Oxydes	Valence	Masse molaire des oxydes	Concentration équivalente	Concentration des métaux	Concentration des oxydes
		g/mol	eq/kg de sol	mg/kg de sol	mg/kg de sol
Trioxyde d'arsenic	3	74,92	0,0801	2000	3281
Oxyde de cadmium	2	112,41	0,0801	4501	5142
Trioxyde de chrome	6	52,00	0,0801	694	1335
Oxyde de cuivre	2	63,55	0,0801	2545	3185
Dioxyde de plomb	4	207,20	0,0801	4148	4789
Oxyde de zinc	2	65,38	0,0801	2618	3259

Tableau 2.7 Proportions de gâchage

Propriétés des mélanges	Mélanges			
	C15CC0	C15CC5	C20CC0	C20CC5
Teneur en ciment (%)	15,0	15,0	20,0	20,0
Teneur en carbonate des sols (%)	0	5,0	0	5,0
Ratio E/C	0,50	0,50	0,50	0,50
Masse totale (g)	11000	11000	11000	11000
Proportions des mélanges	C15CC0	C15CC5	C20CC0	C20CC5
Masse ciment (g)	1650	1650	2200	2200
Masse d'eau (g)	825	825	1100	1100
Masse de sols contaminés (g)	8525	8525	7700	7700
Proportions des sols contaminés	C15CC0	C15CC5	C20CC0	C20CC5
Masse d'eau pour absorption (g)	42,413	42,413	38,308	38,308
Masse de sable sec (g)	8304,531	7880,402	7661,692	7661,692
Masse d'oxyde d'arsenic (g)	27,834	27,834	25,141	25,141
Masse d'oxyde de cadmium (g)	43,613	43,613	39,392	39,392
Masse d'oxyde de cuivre (g)	27,020	27,020	24,406	24,406
Masse d'oxyde de chrome (g)	11,322	11,322	10,226	10,226
Masse d'oxyde de plomb (g)	40,624	40,624	36,693	36,693
Masse d'oxyde de zinc (g)	27,642	27,642	24,967	24,967
Masse de carbonate de calcium (g)	0	424,129	0	383,085

2.3.1.3 Méthode de contamination des sols

Avant le gâchage des mélanges, les proportions de sable ont été préalablement contaminées. La totalité du sable a été incorporée dans la cuve d'un malaxeur de 20 L. Après la mise en marche du malaxeur, une proportion d'eau équivalente à la moitié de l'eau de la recette a été ajoutée. Après une homogénéisation de 3 minutes à 140 tours/minute (vitesse minimale du malaxeur), les contaminants ont été déposés dans un cratère formé au centre du sable avec une cuillère. Puis, le malaxeur a été remis en marche pour une période d'homogénéisation de 30 minutes, toujours à 140 tours/minute. Cette vitesse a été utilisée pour minimiser la diffusion dans l'air des contaminants secs sous forme de poussières. Les sols ont ensuite été déposés dans une chaudière en plastique pour une période de 24 heures. Cette période de repos avait pour but de favoriser la solubilisation de certains oxydes de métaux et des réactions chimiques entre le carbonate de calcium et les oxydes de métaux.

2.3.1.4 Malaxage des mélanges

La procédure de malaxage des gâchées a été inspirée par la norme ASTM C192-07 avec certaines modifications apportées aux temps de malaxage. Par exemple, afin d'assurer une meilleure homogénéité du mélange, le temps de malaxage final a été augmenté à 30 minutes. Voici la procédure qui a été respectée pour tous les mélanges :

- 1) transvider les sols contaminés humides de la chaudière à la cuve de malaxage;
- 2) homogénéiser les sols dans le malaxeur pendant 3 minutes à 280 tours/minute (vitesse intermédiaire);
- 3) arrêter le malaxeur et incorporer le ciment;
- 4) redémarrer le malaxeur à la vitesse minimale (140 tours/minute) afin de réduire le relargage de poussières de ciment. Incorporer progressivement l'autre moitié de l'eau pendant que le malaxeur est en marche;
- 5) augmenter la vitesse de malaxage à 280 tours/minute pour une période de 3 minutes;
- 6) à l'aide d'une cuillère, racler les parois et le fond de la cuve de malaxage;
- 7) redémarrer le malaxeur à la vitesse 280 tours/minute pour une période de 30 minutes.

Afin de minimiser l'évaporation, les matériaux humides ont été couverts de linges légèrement humides. Puis, afin de minimiser les contaminations croisées, les instruments utilisés étaient libres de résidus et nettoyés après chaque opération. Ce nettoyage a été réalisé à l'aide d'une brosse et d'une eau savonneuse de laboratoire. Puis, les outils ont été rincés à l'eau distillée, trempés dans une solution d'acide nitrique diluée à 10 % (volumique) et rincés une dernière fois à l'eau distillée.

2.3.1.5 Moulage et mûrissement des échantillons

La préparation des échantillons s'est effectuée selon la méthode déterminée à la section 2.3.1.1. Puis, 3 échantillons additionnels ont été préparés pour chaque mélange en cas de contingence (bris au démoulage, etc.). Le total d'échantillons pour chaque mélange était de 18. Les restants des mélanges ont été mis de côté et ensachés hermétiquement sans moulage.

Pour leur mûrissement, les échantillons ont été placés en chambre humide pour une période de 6 jours avant le démoulage. Puis, ils ont été immergés individuellement dans 1 L d'eau distillée pour une période additionnelle de 24h pour compléter les 7 jours de cure établis dans le plan expérimental. Les contenants d'immersion étaient en plastique, stériles, possédaient un volume d'approximativement 2 L et étaient scellés par des couvercles. Il était primordial que les échantillons soient toujours immergés dans les mêmes contenants d'immersion tout au long du programme expérimental. Ceci a permis de calculer avec précision la masse de contaminants qui a lixivié hors des monolithes avant le début des essais de diffusion.

2.3.1.6 Détermination des concentrations réelles des contaminants

Il était important de déterminer la concentration réelle initiale de chaque métal et du calcium pour évaluer l'homogénéité de chaque mélange. Si les contaminants ne sont pas distribués de manière homogène dans chaque monolithe, les concentrations enregistrées lors de l'essai de diffusion ne seraient pas représentatives de leur potentiel de lixivabilité réel. Les échantillons de béton qui avaient été ensachés ont donc été soumis à des analyses chimiques selon la méthode MA.200 – Mét. 1.2 du CEAEQ.

Les concentrations initiales obtenues ont ensuite été comparées aux concentrations initiales prévues telles que présentées aux tableaux 2.8 et 2.9. Pour le calcium, les concentrations tiennent compte également de celui présent dans le ciment (voir tableau 2.4).

Tableau 2.8 Concentrations réelles des métaux dans les mélanges de béton

Teneurs	Mélanges	Concentrations en métaux (mg/kg de masse sèche)					
		Arsenic	Cadmium	Chrome	Cuivre	Plomb	Zinc
Prévues	Tous	2000	4501	694	2545	4148	2618
Réelles	C15CC0	2666	4740	703	2477	4574	2756
	C15CC5	2707	4616	695	2514	4468	2719
	C20CC0	2572	4621	701	2327	4499	2793
	C20CC5	2896	5123	701	2658	4631	3018
Erreur	C15CC0	33 %	5 %	1 %	-3 %	10 %	5 %
	C15CC5	35 %	3 %	0 %	-1 %	8 %	4 %
	C20CC0	29 %	3 %	1 %	-9 %	8 %	7 %
	C20CC5	45 %	14 %	1 %	4 %	12 %	15 %

Tableau 2.9 Concentrations réelles du calcium dans les mélanges de béton

Teneurs	Concentrations en calcium (mg/kg de masse sèche)			
	C15CC0	C15CC5	C20CC0	C20CC5
Prévues	71971	88662	98626	114121
Réelles	69227	94578	102500	157736
Erreur	-4 %	7 %	4 %	38 %

À l'exception de l'arsenic, les concentrations initiales en métaux sont très similaires à celles prévues au plan expérimental, soit des erreurs expérimentales inférieures à 15 %. Il est très difficile d'homogénéiser totalement les mélanges sans les malaxer pendant de très longues périodes de temps. On peut toutefois noter que le mélange C20CC5 a présenté les erreurs les plus élevées pour le cadmium, le plomb et le zinc. Bien que tous les mélanges aient été préparés selon les mêmes protocoles, celui-ci aurait peut-être nécessité plus de malaxage.

Pour ce qui est de l'arsenic, les concentrations étaient de 29 à 45 % supérieures au plan expérimental. Puisque ce phénomène s'est manifesté uniquement pour l'arsenic, une hypothèse serait qu'elle soit attribuable à la méthode analytique. Comme pour les autres éléments, l'arsenic a été mesuré par spectrométrie d'émission atomique à plasma inductif. Or,

bien qu'il soit possible d'analyser l'arsenic avec cette méthode, des interférences causées par d'autres éléments chimiques, notamment des chlorures, peuvent particulièrement nuire à la détermination des concentrations précises en arsenic (Brown *et al.*, 2004). En raison des marges d'erreur importantes et des limites apparentes de la méthode analytique utilisée, les résultats des analyses chimiques suite à l'essai de diffusion seront difficilement interprétables pour l'arsenic. Ainsi, ils n'ont plus été tenus en compte dans le cadre du projet.

Enfin, une erreur importante a été constatée au niveau du mélange C20CC5 pour la teneur en calcium. En effet, la concentration est 38 % plus élevée que le plan expérimental. La première hypothèse est que lors du broyage de l'échantillon de béton, une agglomération de ciment s'y soit retrouvée puisque l'apport principal en calcium des mélanges provient de l'oxyde de calcium (CaO) du ciment. La boule de pâte de ciment pourrait également expliquer les erreurs plus importantes pour le cadmium, le plomb et le zinc puisqu'elle offre une surface spécifique adsorbante supérieure à un grain de sable de la même taille. La concentration plus élevée en calcium pourrait également provenir d'une agglomération de carbonate de calcium (CaCO₃), lequel avait aussi tendance à s'agglomérer lors du malaxage.

2.3.2 Essais sur les monolithes durcis

2.3.2.1 Essais de durabilité

Deux essais de durabilité différents ont été sélectionnés afin d'altérer les monolithes, soit les essais de résistance aux cycles de séchage/mouillage et de gel/dégel. À la base, ces essais permettent d'évaluer la performance d'échantillons face à ces cycles climatiques destructifs. Le paramètre obtenu est une résistance à un nombre de cycles altérants, laquelle est caractérisée par une perte de masse (p. ex., perte de 2 % après 12 cycles de gel/dégel). Tel qu'élaboré dans le plan expérimental, la moitié des échantillons devait subir le double de cycles altérants afin d'évaluer s'il y avait une progression notable des impacts.

Résistance aux cycles de séchage/mouillage

Les essais de résistances aux cycles de séchage/mouillage ont été inspirés par la norme ASTM D559-03 utilisée pour les bétons sol/ciment. Toutefois, quelques paramètres ont été modifiés, notamment la taille des échantillons puisque ceux-ci possédaient un diamètre approximatif de 50 mm x 100 mm de longueur plutôt que les dimensions d'un échantillon formé dans un moule Proctor.

Puis, les périodes d'immersion et de séchage ont été modifiées pour tenir compte de la teneur en ciment plus élevée des monolithes. En raison de leur conductivité hydraulique possiblement plus faible que celle des bétons sol/ciment typiques, il a été jugé qu'au lieu de 5 h, 24 h seraient préférables pour bien saturer les échantillons. La période de 43 h de séchage prescrite par la norme a donc été réduite à 24 h, tout en conservant la période de temps requise pour un cycle de séchage/mouillage complet de 48 h.

L'essai a débuté par une première période de séchage de 24 h après les 7 jours de cure. Le séchage s'est déroulé dans une étuve à 110 °C et chaque échantillon a suivi ses périodes d'immersion dans son contenant attitré. Si les échantillons ne devaient subir que 6 cycles de séchage/mouillage, ils étaient replacés dans leurs contenants d'immersion jusqu'à la fin de l'essai, soit 12 cycles. Au final, tous les échantillons étaient replacés en immersion et préparés pour les essais de diffusion.

Pour ne pas faire subir les altérations additionnelles induites par la période de séchage finale, ce n'est qu'après les essais de diffusion et de conductivité hydraulique que les échantillons ont été placés à l'étuve pour déterminer leur masse sèche finale. Les contenants d'immersion ont aussi été placés à l'étuve à 110 °C pour évaluer les pertes sèches finales. En comparant ces pertes à la masse initiale sèche (somme des masses finales), on obtient le pourcentage de pertes.

Résistance aux cycles de gel/dégel – Premier essai

Les essais de résistances aux cycles de gel/dégel ont été inspirés par la norme ASTM C1262-08 utilisée pour les unités de béton moulé sec. Comme pour l'essai de résistance aux cycles de séchage/mouillage, la taille des échantillons moulés a été conservée telle quelle plutôt qu'ajustée aux exigences de l'essai, soit une épaisseur maximale de 32 mm.

Puisque cette épaisseur maximale permet de s'assurer que l'échantillon gèlera et dégèlera en seulement 8 heures, les périodes de gel et de dégel ont été augmentées à 24 h. Ainsi, la durée d'un cycle d'altération complet était 48 h, la même que pour un cycle de séchage/mouillage. Ceci permettait alors de faciliter les manipulations et d'uniformiser les périodes d'altération. L'essai a débuté par une période de gel après les 7 jours de cure. Le gel s'est déroulé dans un congélateur à -13 °C et le dégel à l'extérieur du congélateur à température ambiante (21 °C). Tout au long de l'essai, les échantillons sont restés immergés dans leur pot d'immersion.

Par contre, dû à une perte de masse trop importante, tous les essais ont été arrêtés après 3 cycles d'altération. Tous les échantillons soumis à cet essai sont restés immergés jusqu'aux essais de lixiviation. Comme leur état ne permettait plus la réalisation des autres essais de contrôle, les échantillons et les pertes ont été placés à l'étuve à 110 °C après les essais de lixiviation pour déterminer leurs masses sèches finales et leurs pourcentages de pertes.

Puisque le plan expérimental initial prévoyait de soumettre des échantillons à 6 et 12 cycles de gel/dégel pour chaque mélange et que l'essai a été arrêté à 3 cycles, il a été décidé de soumettre tous les échantillons de contingences à un autre essai de résistance aux cycles de gel/dégel tel que décrit à la section suivante.

Résistance aux cycles de gel/dégel – Deuxième essai

Pour la deuxième tentative d'altération des échantillons par des cycles de gel/dégel, le protocole a été inspiré de la norme ASTM D560-03 : *Standard test methods for freezing and thawing compacted soil-cement mixtures*. Il s'agit du pendant gel/dégel de la norme ASTM

D559-03 présentée en début de section. Contrairement à la norme ASTM C1262-08, les échantillons ne sont pas immergés, mais reposent debout sur des tampons humides, dans une chambre humide. L'eau s'infiltré uniquement par capillarité, ce qui est moins agressif. Puisque les dégels se sont déroulés dans des contenants en plastique scellés identiques aux contenants d'immersion, les tampons n'ont pas été utilisés. Un mince film d'eau distillé au fond des contenants à plutôt été privilégié.

En absence d'eau d'immersion, les gels/dégels se produisaient beaucoup plus rapidement. Ainsi, les périodes de temps pour le gel et le dégel ont été réduites à 12 h pour un cycle complet de 24 h, ce qui a permis de terminer tous les essais d'altération en même temps en débutant cet essai après 19 jours de cure pour les échantillons de contingence. Les températures des gels et dégels sont restées les mêmes, soit -13 et 21 °C. Tous les échantillons ont résisté suffisamment aux 12 cycles pour poursuivre le programme expérimental et la procédure pour l'obtention des masses finales sèches est restée la même.

Par contre, la cure immergée prolongée de 12 jours des échantillons de contingence aura certainement favorisé l'hydratation du ciment et augmenté les résistances mécaniques des monolithes. Cette situation sera discutée lors de l'analyse des résultats.

2.3.2.2 Essai de diffusion

Les essais de diffusion ont été réalisés selon la norme ANSI/ANS-16.1-2003. Deux versions de cet essai sont possibles : une version longue de 90 jours et une version courte de 5 jours. C'est cette dernière qui a été sélectionnée pour le projet.

Mesure des dimensions des échantillons

Pour les calculs de coefficient de diffusion effectif, les échantillons devaient être pesés et mesurés puisque pour l'essai, ils devaient trempés dans des volumes d'eau distillée égaux au décuple de leur surface. La majorité des échantillons étant cylindriques, leurs dimensions pouvaient être facilement relevées à l'aide d'un vernier. Toutefois, une autre méthode devait

être utilisée pour les échantillons gravement endommagés par les cycles de gel/dégel en condition immergée. Leur forme non géométrique ne permettait pas une bonne prise de mesure à l'aide d'appareils de mesure traditionnels (figure 2.2).

Une méthode non destructive utilisée en hydrobiologie a été sélectionnée. En effet, les chercheurs sont confrontés aux mêmes problèmes lorsqu'ils doivent déterminer la surface spécifique des pierres propices aux développements des espèces aquatiques. Certains utilisent alors du papier d'aluminium (Cooper et Testa III, 2001). On détermine une masse par unité de surface pour le papier d'aluminium (p. ex. g/cm^2), puis on emballe un échantillon soigneusement dans le papier en évitant les replis et les chevauchements de papier (voir figures 2.3). La différence entre la masse d'un échantillon à nu et sa masse emballée permet de déterminer la quantité de papier d'aluminium utilisée. À partir de la masse par unité de surface, on peut ainsi déterminer la surface de l'échantillon.



Figure 2.2 Échantillon endommagé



Figure 2.3 Emballage des échantillons avec du papier d'aluminium

Dans le cadre du projet, un morceau carré de 10 cm de côté a été découpé et pesé. La masse était de 0,410 gramme. Afin d'évaluer la précision de la méthode, la surface d'un échantillon cylindrique a aussi été évaluée. Une erreur maximale de 1,35 % a été calculée entre les mesures au vernier et les mesures avec du papier d'aluminium. Cette erreur a été jugée acceptable puisque de son côté, l'essai de lixiviation prescrit une erreur maximale de 2 % pour les volumes de trempage par rapport à la surface.

Essai de lixiviation

Les masses d'eau distillée ont été préparées en fonction de la surface de chaque échantillon et versées dans des chaudières en plastique stériles (environnement non réactif). Les étapes du rinçage initial et du premier trempage ont été réalisées selon la norme. Toutefois, afin de réduire le volume d'eau distillé nécessaire pour l'essai, tous les rinçages successifs ont été réalisés en tenant les échantillons hors de l'eau, au-dessus de leur chaudière respective et en les rinçant à l'aide d'une pipette. Un volume de 50 mL a été utilisé pour chaque rinçage. Puis, les échantillons étaient replacés dans de nouveaux volumes d'eau de trempage.

Avant le prélèvement d'échantillons dans l'eau de trempage dans les chaudières, celle-ci était homogénéisée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 30 secondes. De plus, le pH de tous les prélèvements d'eau a été mesuré. Cette manipulation n'est pas prescrite par la norme, mais dans le cadre du projet, elle permet d'évaluer si les essais d'altération ont eu un impact sur le pH des monolithes, d'où une meilleure compréhension des mécanismes d'immobilisation qui pourraient entrer en jeu. Un pH-mètre de table de la marque *Oakton*, série 510, a été utilisé et calibré avant chaque série de mesure.

Des échantillons des lixiviats ont ensuite été prélevés dans chaque eau de trempage à l'aide de tubes de digestion d'un volume de 50 mL. Pour assurer une bonne conservation des échantillons avant leur analyse chimique, quelques gouttes d'acide nitrique ont été ajoutées à la solution pour l'acidifier et prévenir la précipitation des métaux dissous.

Les échantillons ont tous été analysés pour leur concentration en métaux dissous et calcium selon la méthode MA. 200 – Mét. 1.2 du CEAEQ.

Interprétation des résultats

L'essai de diffusion permet d'obtenir un coefficient de diffusion effectif pour chaque élément chimique analysé. Celle-ci est donnée en m^2/s ou en cm^2/s , tel que démontrée par l'équation 3.1 :

$$D = \pi \left[\frac{a_n/A_o}{(\Delta t)_n} \right]^2 \left[\frac{V}{S} \right]^2 T \quad (3.1)$$

Où :

D :	coefficient de diffusion effectif	(cm^2/s)
a_n :	masse de contaminant ayant lixivié pendant l'intervalle n	(mg)
A_o :	masse initiale de contaminant avant le premier intervalle	(mg)
$(\Delta t)_n$:	durée de l'intervalle n	(s)
V :	volume de l'échantillon	(cm^3)
S :	surface géométrique de l'échantillon	(cm^2)
T :	temps de lixiviation total représentant le temps moyen de l'intervalle n tel qu'obtenu par l'équation 3.2 :	(s)

$$T = \left[\frac{1}{2} (t_n^{1/2} + t_{n-1}^{1/2}) \right]^2 \quad (3.2)$$

Où :

t_n :	temps à la fin de l'intervalle n	(s)
---------	------------------------------------	-----

Il est important de noter que les valeurs A_o sont obtenues en soustrayant les masses de contaminants qui ont lixiviées hors des monolithes au cours des manipulations du protocole expérimental (cycles de séchage/mouillage, gel/dégel et premier rinçage) des masses initiales présentes dans les échantillons (voir tableau 2.8).

Puis, à partir du coefficient de diffusion effectif, il est possible de calculer un indice de lixivabilité, un intervalle de confiance et un coefficient de corrélation.

Tout d'abord, en raison des ordres de grandeur que peuvent présenter les valeurs de coefficient de diffusion effectif, celles-ci sont converties en indice logarithmique inversé. Par exemple, un coefficient de $1 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$ devient un indice de lixivabilité de 9. Ainsi, plus l'indice est élevé, plus la lixiviation de l'élément est faible. Cette conversion est réalisée pour chaque valeur obtenue au cours des sept différents trempages (L_n). La moyenne de ces sept valeurs correspond à l'indice de lixivabilité de l'élément chimique (L_i), ce qui représente dans le cas du projet le potentiel de lixiviation des contaminants hors des monolithes.

L'indice de lixivabilité devrait être indépendant du temps de trempage. Toutefois, plusieurs mécanismes hors de contrôle peuvent influencer les résultats : manipulations en laboratoire, hétérogénéité des échantillons, méthodes analytiques, mécanismes de diffusion des contaminants, etc. La norme ANSI/ANS-16.1-2003 permet d'analyser ces variations à l'aide de deux outils statistiques supplémentaires : l'intervalle de confiance et un coefficient de corrélation.

La norme prescrit l'utilisation de l'équation 3.3 pour établir l'intervalle de confiance d'une plage de donnée couvrant statistiquement 99,9 % des indices de lixivabilité en fonction des moyennes et des écarts-types. Une valeur hors de l'intervalle de confiance signifie une probabilité d'occurrence de 0,1 %, ce qui permet de cibler des valeurs possiblement attribuables à une erreur humaine. Dans le cadre du projet, toutes les valeurs obtenues étaient situées à l'intérieur de l'intervalle de confiance.

$$C = L_i \pm 2,25 \sigma_L \quad (3.3)$$

Où :

C :	intervalle de confiance (99,9 %) de l'indice L_i	(sans unité)
L_i :	indice de lixivabilité moyen des valeurs L_n	(sans unité)
σ_L :	écart-type des valeurs de L_n	(sans unité)

En ce qui concerne le coefficient de corrélation, celui-ci permet principalement de se prononcer sur les mécanismes probables de lixiviation des contaminants qui pourraient entrer en jeu (lessivage, diffusion ou dissolution). Ce facteur est calculé à partir de l'équation 3.4. Le coefficient de corrélation est caractérisé par une valeur située entre 1,0 et -1,0. Un facteur positif (+) signifie que l'indice de lixivabilité tend à augmenter avec le temps alors qu'un facteur négatif (-) indique le contraire. Si l'indice de lixivabilité augmente avec le temps, ceci signifie que la lixiviation des contaminants hors des monolithes diminue.

$$r = \frac{\sigma_{Lt}}{\sigma_L \sigma_t} \quad (3.4)$$

Où :

r :	coefficient de corrélation	(sans unité)
σ_L :	écart-type des valeurs de L_n	(s)
σ_t :	écart-type des valeurs de t_n	(s)
σ_{Lt} :	covariance des valeurs de L_n et t_n tel qu'obtenu par l'équation 3.5	(s)

$$\sigma_{Lt} = \frac{1}{6} \sum_1^7 (L_n - L_i)(t_n - t_m) \quad (3.5)$$

Où :

t_m :	temps moyen des valeurs t_n	(s)
---------	-------------------------------	-----

2.3.2.3 Essai de conductivité hydraulique

Les essais de conductivité hydraulique ont été réalisés selon la norme ASTM D5084-03. Cet essai utilise une cellule de chargement triaxial pour déterminer la conductivité hydraulique d'un échantillon cylindrique. L'essai s'est déroulé à charge constante et le montage a été adapté à l'équipement disponible en laboratoire.

Tout d'abord, la pression cellulaire d'eau a été remplacée par une pression d'air. En effet, un seul ballon pressurisé était disponible et devait être utilisé pour la tête d'eau. En gonflant ce ballon dans une cellule hermétique remplie d'eau, il permet de convertir une pression d'air en pression d'eau et un tube achemine cette eau pressurisée sur le dessus de l'échantillon. Puisque la pression d'air cellulaire est supérieure à la pression d'eau, elle empêche la membrane de décoller. L'eau doit donc s'infiltrer au travers l'échantillon. En fonction du temps, du volume d'eau sortant, de l'aire de l'échantillon et du gradient hydraulique, on peut calculer la conductivité hydraulique. Un schéma du banc d'essai et une photo sont présentés aux figures 2.4 et 2.5.

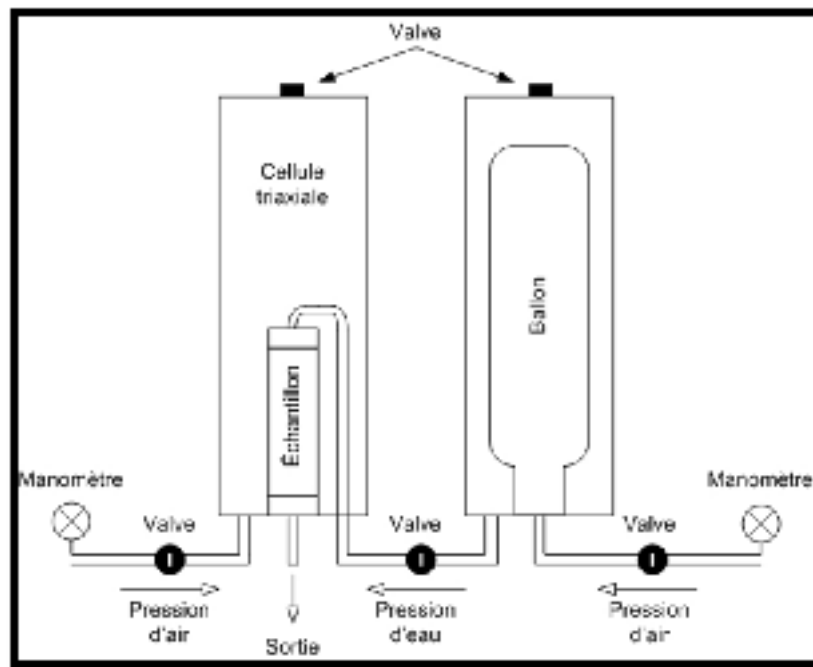


Figure 2.4 Schéma du banc d'essai de conductivité hydraulique



Figure 2.5 Banc d'essai de conductivité hydraulique

Suite à quelques essais préliminaires et aux recommandations de la norme, un gradient hydraulique de 5 a été choisi pour les mélanges avec 15 % de ciment, puis un gradient de 50 pour les mélanges avec 20 % de ciment. La pression cellulaire devait toujours être supérieure d'au moins une unité de gradient.

Les périodes de temps ont aussi été adaptées aux conductivités hydrauliques. Elle a été évaluée sur 10 minutes pour les mélanges avec 15 % de ciment, puis sur 24 heures pour les mélanges avec 20 % de ciment. En raison de leur conductivité hydraulique très faible, il était difficile de récupérer une quantité d'eau mesurable à la sortie des échantillons des mélanges avec 20 % de ciment. Les gouttelettes d'eau avaient plutôt tendance à s'évaporer. Ainsi, une balance a été placée sous le ballon pour évaluer la perte d'eau durant l'essai.

En raison de la faible conductivité hydraulique des échantillons, de la quantité d'échantillons à tester et des limites du seul banc d'essai disponible, seulement 8 échantillons ont été soumis à l'essai de conductivité hydraulique sur une possibilité de 48. Ainsi, seul un échantillon de contrôle (C) et 3 échantillons altérés (GD12, SM6 et SM12) ont été sélectionnés pour les mélanges C15CC0 et C20CC0.

2.3.2.4 Essai de résistance à la compression

Les essais en compression ont été réalisés selon la norme ASTM C39-05. En tout temps, les monolithes ont été conservées à l'état humide, peu importe les manipulations en cours. Pour la coiffe des cylindres, le soufre a été privilégié puisque la taille mécanique des cylindres aurait pu les endommager davantage. Pour le chargement, le taux de chargement prescrit de 0,25 MPa/s a été respecté, ce qui équivaut à un chargement d'environ 500 N/s pour des cylindres de 50 mm de diamètre.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS

3.1 Essais d'altérations

Le plan expérimental initial prévoyait de soumettre 3 échantillons par mélange à 6 cycles de gel/dégel en milieu immergé et 3 échantillons à 12 cycles, soit un total de 24 échantillons. Toutefois, ces 24 échantillons ont été particulièrement endommagés. Après seulement 3 cycles, tous les échantillons avaient perdu en moyenne entre 17 et 32 % de leur masse sèche totale initiale, ce qui a mené aux modifications du plan expérimental initial et l'utilisation d'une autre méthode d'altération. Tel que le démontrent les résultats présentés à la figure 3.1, on ne peut pas distinguer de tendances en raison des écarts-types très élevés, ce qui est normal étant donné l'importante altération subie.

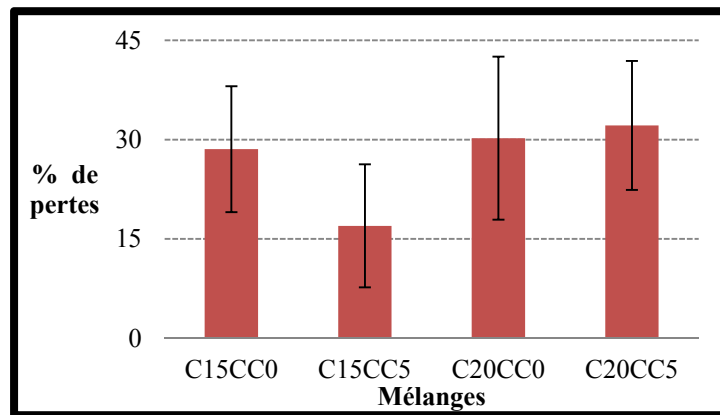


Figure 3.1 Moyennes des pertes de masse des séries DG3 (\pm écart-type)

Suite aux altérations, les échantillons étaient trop endommagés pour subir des essais de conductivité hydraulique ou de résistance à la compression. Ceux-ci avaient perdu leur forme cylindrique nécessaire à la réalisation de ces essais (revoir figure 2.2). Toutefois, pour chaque mélange, les 3 échantillons dans le meilleur état ont été sélectionnés pour être soumis à l'essai de diffusion. Puisque 3 échantillons non altérés étaient encore disponibles pour

chaque mélange, ceux-ci ont été soumis à un essai de résistance aux cycles de gel/dégel alternatif pour 12 cycles tel que stipulé à la section 2.3.2.1. Les résultats obtenus suite à ce nouvel essai et aux essais de résistance aux cycles de séchage/mouillage sont présentés à la figure 3.2. De manière générale, les pertes engendrées par les cycles d'altération par ces deux méthodes étaient très faibles, soit toutes inférieures à 0,25 % de la masse totale sèche initiale.

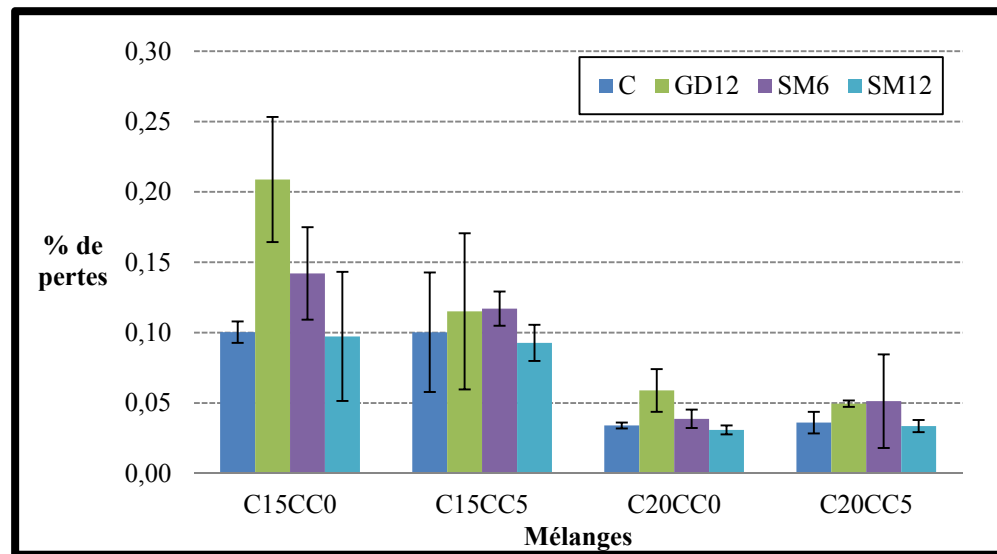


Figure 3.2 Moyennes des pertes de masse des autres séries (\pm écart-type)

Tout d'abord, il est important de noter que les échantillons de contrôle, bien que non soumis aux essais d'altérations, ont subi des pertes de masse sèche suite aux manipulations du protocole (immersion, déplacement des contenants d'immersion et séchage final à l'étuve). Cette perte est évaluée en moyenne à 0,10 % pour les échantillons des mélanges C15 et environ 0,05 % pour ceux des mélanges C20. Malgré certains écarts-types élevés, cette différence entre les mélanges C15 et C20 est notable pour presque tous les échantillons, ce qui est attribuable aux résistances mécaniques supérieures des échantillons C20, tel que présenté à la section 3.2.1.

En ce qui concerne les essais de résistance aux cycles gel/dégel, on constate que les échantillons des mélanges C15CC0, C20CC0 et C20CC5 ont présenté des pertes légèrement supérieures aux échantillons de contrôle, soit respectivement de 0,11, 0,02 et 0,01 %.

Toutefois, en raison des écarts-types, il n'est pas possible de distinguer un impact notable pour les échantillons de la série C15CC5-GD12. Le constat est similaire pour les échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage puisque les pertes de masse sont concordantes à celles des échantillons de contrôle, et ce, peu importe le nombre de cycles. À première vue, ce mode d'altération n'a pas été assez agressif pour permettre la mesure d'une dégradation. Il n'a pas non plus été possible de constater un effet notable du carbonate de calcium sur les pertes de masses des monolithes.

3.2 Effets des essais d'altération sur les paramètres physiques

3.2.1 Résistance à la compression

À l'exception des échantillons ayant été trop endommagés par l'essai de résistance aux cycles de gel/dégel en milieu immergé, tous les échantillons ont été soumis à un essai de résistance à la compression après 56 jours de mûrissement, soit la période qui était requise pour réaliser la cure du béton, les essais d'altération, l'essai de diffusion et l'essai de conductivité hydraulique. Les résultats sont présentés à la figure 3.3. De manière évidente, les mélanges C20CC0 et C20CC5 ont présenté les meilleures résistances à la compression, ce qui est directement attribuable à la quantité de ciment dans les mélanges.

On note d'abord une augmentation des résistances progressive des échantillons de contrôle, soit respectivement 9,0, 12,3, 35,6 et 40,8 MPa pour les mélanges C15CC0, C15CC5, C20CC0 et C20CC5. Donc, une teneur en ciment supérieure et la présence de carbonate de calcium ont toutes deux eu un effet positif sur l'intégrité structurale des monolithes. Ces résultats sont cohérents puisque le carbonate de calcium est l'une des matières premières entrant dans la fabrication du ciment (Tremblay, 1983) et il peut ainsi contribuer positivement aux réactions chimiques d'hydratation du ciment en causant un durcissement plus rapide du béton frais et de meilleures résistances mécaniques (Ramachandran, 1984).

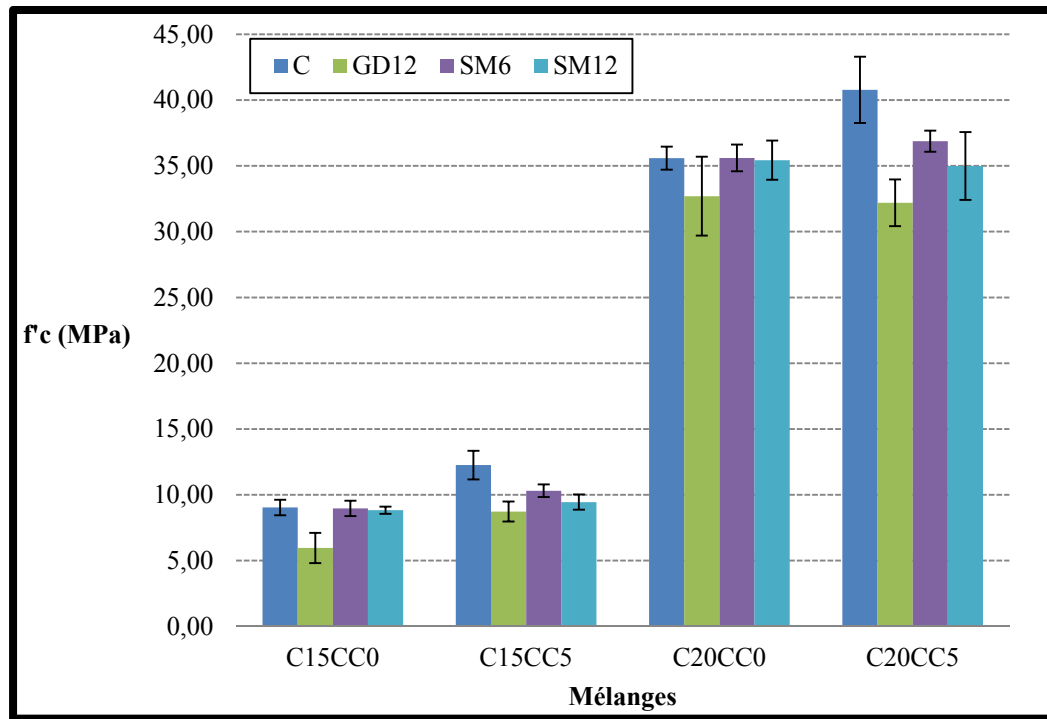


Figure 3.3 Moyennes des résistances à la compression (f'_c) (\pm écart-type)

Par rapport aux échantillons de contrôle, les échantillons des mélanges C15 soumis à 12 cycles de gel/dégel ont présenté des résistances à la compression inférieures de 3,1 MPa pour les échantillons CC0 et de 3,5 MPa pour les échantillons CC5. Du côté des échantillons des mélanges C20, cet écart augmente à 8,6 MPa pour les échantillons CC5. Toutefois, bien que les échantillons du mélange C20CC0 aient une résistance à la compression inférieure de 2,9 MPa en moyenne, l'écart-type ne permet pas de conclure à une baisse des résistances à la compression suite aux altérations physiques par rapport à la série de contrôle. Il est intéressant de noter que ces baisses ont été constatées malgré l'impact de la cure prolongée des échantillons de la série GD12, laquelle a possiblement permis d'obtenir des résistances mécaniques plus élevées que les échantillons des autres séries avant les cycles d'altération.

Pour les échantillons altérés par les cycles de séchage/mouillage, l'impact sur la résistance en compression est moins visible. Par rapport aux échantillons de contrôle, les échantillons des mélanges C15CC0 ne montrent aucune différence, peu importe le nombre de cycles. Toutefois, les échantillons avec carbonate de calcium (CC5) ont présenté des résistances

légèrement inférieures aux échantillons de contrôle, soit 1,9 et 2,8 MPa de moins pour les séries SM6 et SM12. Toutefois, la différence de 0,9 MPa entre ces deux séries ne permet pas de statuer sur l'effet du nombre de cycles d'altération en raison des écarts-types. Le constat est le même pour les mélanges C20CC0 et C20CC5. Alors qu'on ne note aucune différence entre les séries C20CC0-C, SM6 et SM12, les séries C20CC5-SM6 et SM12 ont présenté des résistances à la compression inférieures de 3,9 et 5,9 MPa aux échantillons de contrôle.

Ainsi, en absence de carbonate de calcium, l'impact des cycles de séchage/mouillage a été presque nul sur la structure physique des monolithes, peu importe la teneur en ciment. Toutefois, cet essai de durabilité semble avoir eu un effet moindre sur le gain en résistance à la compression observé sur les échantillons de contrôle lors de la présence de carbonate de calcium. Une hypothèse est que la réaction chimique causée par le carbonate de calcium et favorisant le durcissement du ciment (Ramachandran, 1984) ait été ralentie ou inhibée par une autre réaction chimique. En effet, les cycles de séchage/mouillage peuvent également causer des modifications à structure chimique des monolithes, laquelle se traduit par une baisse du pH (Sanchez *et al.*, 2002).

3.2.2 Conductivité hydraulique

Les résultats des 8 échantillons sélectionnés soumis à l'essai de conductivité hydraulique sont présentés au tableau 3.1, soit un échantillon de contrôle (C) et 3 échantillons altérés (GD12, SM6 et SM12) pour les mélanges C15CC0 et C20CC0.

Tableau 3.1 Conductivités hydrauliques des échantillons testés

Séries	C15CC0	C20CC0
C	$1,82 \times 10^{-4}$ cm/s	$3,90 \times 10^{-8}$ cm/s
GD12	$7,40 \times 10^{-4}$ cm/s	$3,02 \times 10^{-7}$ cm/s
SM6	$2,80 \times 10^{-4}$ cm/s	$5,19 \times 10^{-8}$ cm/s
SM12	$3,20 \times 10^{-4}$ cm/s	$4,72 \times 10^{-8}$ cm/s

Les échantillons du mélange C15CC0 ont présenté des conductivités hydrauliques plus élevées que les échantillons du mélange C20CC0. Cette situation est directement attribuable à la teneur en ciment, car plus celle-ci est grande, plus la porosité de la matrice cimentaire diminue (Roy *et al.*, 1993). Une conductivité hydraulique de l'ordre de 10^{-4} cm/s est classiquement associée à un sable silteux tandis qu'une conductivité de l'ordre de 10^{-8} cm/s correspond plutôt à une argile (Robitaille et Tremblay, 1997). Un béton typique présente plutôt une conductivité hydraulique de l'ordre de 10^{-12} cm/s (ACI, 1988).

Ensuite, les 2 échantillons soumis aux cycles de gel/dégel ont présenté des conductivités hydrauliques plus élevées que leur échantillon de contrôle respectif. Dans le cas de l'échantillon C20CC0-GD12, la conductivité hydraulique était presque 10 fois plus élevée, ce qui laisse sous-entendre la présence de fissures favorisant le passage de l'eau au travers des monolithes suite aux altérations. Dans les cas des échantillons SM6 et SM12, ceux-ci ont également présenté des conductivités hydrauliques plus grandes que celles des échantillons de contrôle, mais demeurant en deçà de celle des échantillons GD12.

3.3 Effets des essais d'altération sur les paramètres chimiques

3.3.1 Indices de lixivibilité

Les indices de lixivibilité obtenus lors de l'essai de diffusion sont présentés séparément pour chaque élément trace métallique. Tout comme les essais précédents, les figures montrent les moyennes arithmétiques des indices de lixivibilité. Toutefois, puisque les indices sont logarithmiques, les résultats correspondent en fait aux moyennes géométriques des coefficients de diffusivité, ce qui atténue l'effet des valeurs extrêmes. Celles-ci ont surtout été rencontrées lorsque les concentrations enregistrées étaient inférieures aux limites de détection de l'appareil analytique, soit nulles.

Malgré tout, ce type de résultats avait tendance à faire grandement varier les indices de lixivibilité des échantillons d'une même série, ce qui avait pour effet d'engendrer des écarts-types importants.

3.3.1.1 Cadmium

Les résultats présentés à la figure 3.4 montrent des indices de lixivabilité moyens très grands pour les échantillons de contrôle des mélanges C15CC0, C15CC5, C20CC0 et C20CC5, soit 16,0, 16,1, 16,1 et 15,7. Par contre, en raison des écarts-types élevés, on ne peut constater de tendance claire, peu importe la teneur en ciment ou la présence de carbonate de calcium.

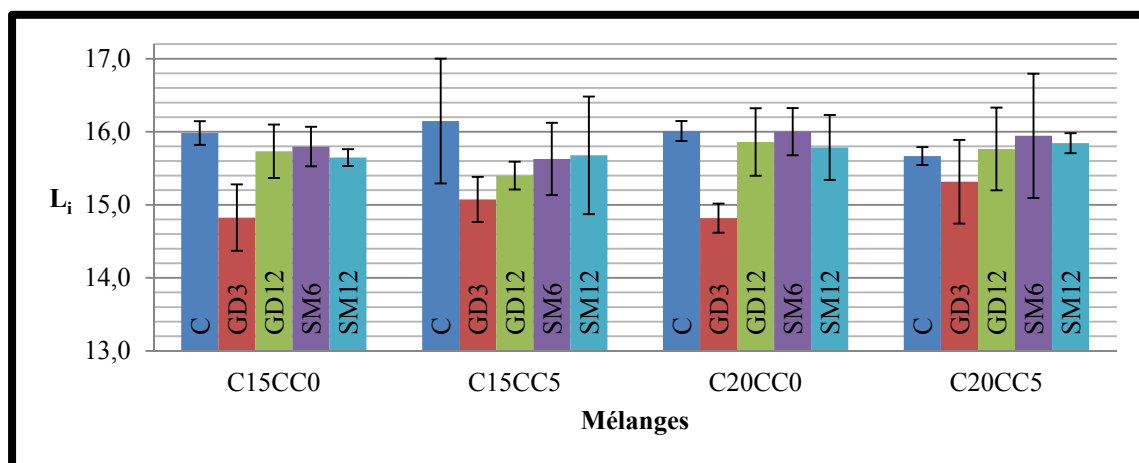


Figure 3.4 Indices de lixivabilité du cadmium (\pm écart-type)

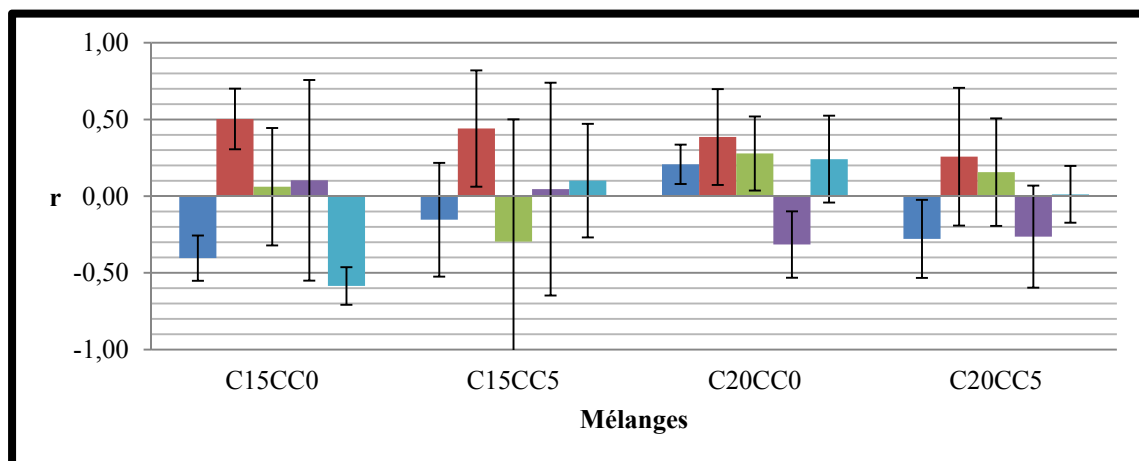


Figure 3.5 Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du cadmium (\pm écart-type)

En ce qui concerne les séries d'échantillons altérés, on ne note aucune différence par rapport aux échantillons de contrôle, à l'exception des séries C15CC0-GD3 et C20CC0-GD3. Celles-ci ont démontré des indices de lixivabilité plus petits que ceux des échantillons de contrôle correspondants, et ce, par plus d'une unité. Ces résultats sont fort probablement attribuables à la structure physique très altérée des échantillons soumis aux cycles de gel/dégel en milieu immergé. Ceux-ci ont en moyenne toujours présenté les indices de lixivabilité les plus faibles, bien que dans le cas des séries C15CC5-GD3 et C20CC5-GD3, les écarts-types étaient trop importants pour les distinguer clairement des séries de contrôle.

En résumé, les résultats de l'essai de diffusion tel que présenté aux figures 3.4 et 3.5 n'ont pas démontré de tendances claires pour le cadmium, tant au niveau des indices de lixivabilité que des coefficients de corrélation. Les concentrations enregistrées dans les eaux de trempage étaient très faibles, même nulles dans certains cas, ce qui a eu pour effet d'induire de grands écarts types, tel qu'expliqué à la section 3.3.1, et des coefficients de corrélation très divergents et difficilement interprétables, parfois positifs et parfois négatifs. On peut tout de même affirmer qu'en raison des moyennes très élevées des indices de lixivabilité et des concentrations très près des limites de détection de l'appareil analytique, le cadmium n'a pas lixivié hors des monolithes.

3.3.1.2 Chrome

Le chrome a montré une nette différence de lixivabilité entre les mélanges possédant 15 % et 20 % de ciment (figure 3.6). Chaque série des mélanges C15CC0 et C15CC5 a présenté un indice de lixivabilité plus petit de 0,8 à 2,3 unités que celui de leur série correspondante des mélanges C20CC0 et C20CC5. Une teneur en ciment plus élevée contribue donc à mieux immobiliser le chrome au sein des monolithes. En comparant ensuite les séries de contrôle entre-elles, on remarque un indice supérieur du mélange C15CC5 par rapport au mélange C15CC0, soit 11,5 et 11,1. Toutefois, l'inverse est constaté pour les séries des mélanges C20CC5 et C20CC0, soit des indices moyens de 12,6 et 13,1. Il est donc difficile de conclure sur l'impact du carbonate de calcium dans l'immobilisation du chrome au sein des mélanges.

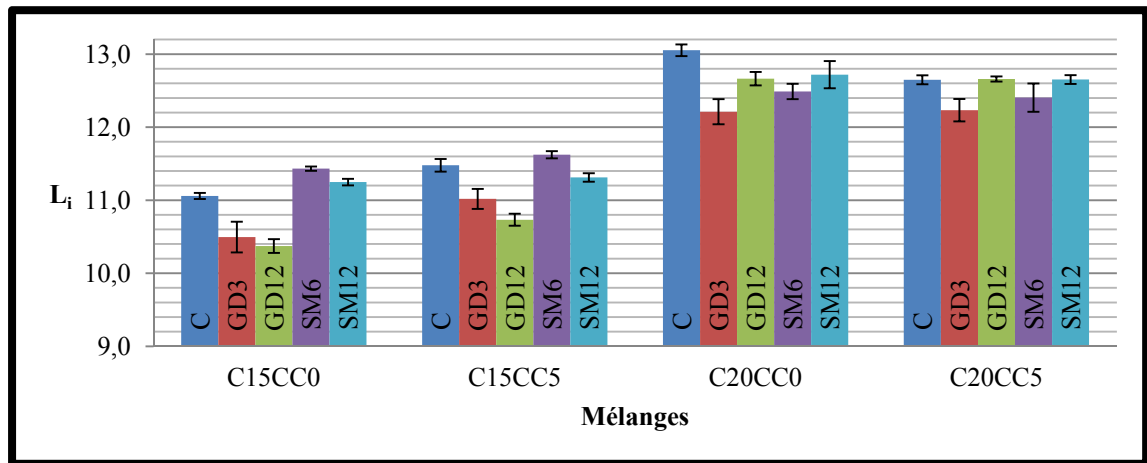


Figure 3.6 Indices de lixivabilité du chrome (\pm écart-type)

En ce qui concerne les échantillons soumis aux cycles de gel/dégel, les altérations physiques ont clairement engendré des indices de lixivabilité plus faibles que les échantillons de contrôle, à l'exception de la série C20CC5-GD12. Celle-ci a plutôt présenté un indice de lixivabilité moyen du même ordre de grandeur que la série de contrôle. Dans les autres cas, les indices des échantillons altérés étaient toujours inférieurs de 0,4 à 0,8 unité, ce qui signifie que les altérations physiques, soit les fissures causées par les cycles de gel/dégel, ont contribué à la lixiviation du chrome hors des monolithes. Toutefois, il est plus difficile de se prononcer sur l'impact du nombre de cycles de gel/dégel puisque les résultats sont divergents. D'ailleurs, les séries GD3 et GD12 n'ont pas été soumis au même type d'essai de résistance aux cycles de gel/dégel, ce qui pourrait expliquer ces discordances. Alors que les séries C15CC0-GD3 et GD12 présentent des indices de lixivabilité moyens du même ordre de grandeur, celui de la série C15CC5-GD12 est inférieur de 0,3 unité par rapport à la série GD3 et ceux des séries C20CC0-GD12 et C20CC5-GD12 sont respectivement supérieurs de 0,5 et 0,4 unité par rapport aux séries GD3.

En ce qui concerne les échantillons aux sols amendés au carbonate de calcium et altérés par les cycles de gel/dégel, les séries GD3 et GD12 du mélange C15CC5 ont respectivement présenté des indices de lixivabilité moyens supérieurs de 0,5 et 0,4 unité par rapport aux

séries du mélange C15CC0. Tout comme pour les séries de contrôle des mélanges C15, le carbonate de calcium a permis de mieux immobiliser le chrome au sein des mélanges. Au niveau des mélanges C20, on ne note toutefois aucune différence.

Pour ce qui est des altérations physiques créées par les cycles de séchage/mouillage, l'impact est différent et plus difficile à interpréter. Par exemple, les séries C15CC0-SM6 et SM12 ont présenté des indices de lixivabilité moyens supérieurs aux échantillons de contrôle, ce qui signifie moins de lixiviation après les altérations causées par les cycles de séchage/mouillage. Ensuite, les séries C15CC5-SM6, C20CC5-SM6 et SM12 ont démontré des indices de lixivabilité concordants aux échantillons de contrôle, tandis que ceux des séries C15CC5-SM12, C20CC0-SM6 et SM6 étaient inférieurs. Ainsi, on ne peut pas affirmer que l'altération physique causée par cet essai induit une lixiviation plus importante telle que pour les échantillons soumis aux cycles de gel/dégel.

La figure 3.6 démontre par contre une tendance en ce qui concerne le nombre de cycles. Pour les mélanges C15, les séries SM12 ont présenté des indices de lixivabilité inférieurs aux séries SM6, soit des différences de 0,2 et 0,3 unité pour les mélanges C15CC0 et C15CC5. Il est donc possible que pour les monolithes possédant une teneur en ciment de 15 %, une certaine altération physique ait été causée par les cycles de séchage/mouillage puisque les échantillons soumis à 12 cycles ont lixivié davantage que les échantillons soumis à 6 cycles.

Finalement, les séries SM6 et SM12 amendées par du carbonate de calcium ont présenté des indices concordants aux séries sans carbonate de calcium, à l'exception de la série C15CC5-SM6. Celle-ci a démontré un indice de lixivabilité moyen supérieur de 0,2 unité par rapport à la série C15CC0-SM6. De manière générale, on peut en conclure que contrairement aux échantillons de contrôle, le carbonate de calcium n'a pas eu comme effet de mieux immobiliser le chrome au sein des mélanges.

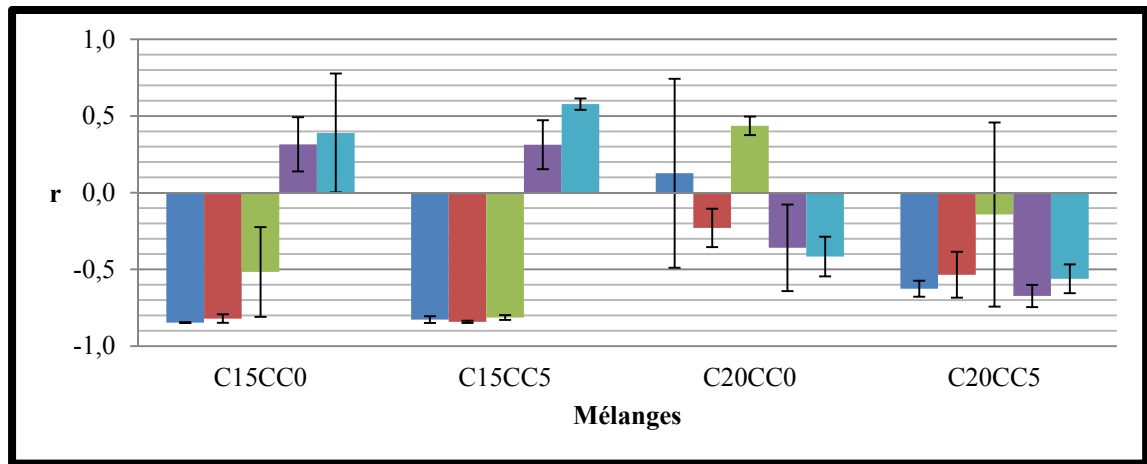


Figure 3.7 Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du chrome (\pm écart-type)

En ce qui concerne les coefficients de corrélation (figure 3.7), on constate également des différences importantes entre les mélanges à 15 % et 20 % de teneur en ciment. Tout d'abord, les séries SM6 et SM12 des mélanges C15CC0 et C15CC5 démontrent des coefficients de corrélation positifs, ce qui signifie que les indices de lixiviation tendent à augmenter, alors que l'inverse se produit pour les mélanges C20CC0 et C20CC5.

Ainsi, dans le cas des mélanges C15, les essais de résistance aux cycles de séchage/mouillage contribuent à réduire la lixiviation du chrome hors des monolithes. L'effet est plutôt inverse pour les échantillons soumis aux cycles de gel/dégel et pour les échantillons de contrôle. À l'exception de la série C15CC0-GD12 présentant un facteur de -0,52, les cinq autres séries ont présenté des valeurs variant entre -0,81 et -0,85, soit très près de la limite extrême de -1,00, ce qui signifie une forte corrélation décroissante. À première vue, le chrome lixivierait davantage avec le temps lorsque les échantillons possédant une teneur en ciment de 15 % ne sont pas soumis à des cycles de séchage/mouillage.

Finalement, pour les mélanges C20, les séries C20CC0-C et C20CC5-GD12 ont montré des irrégularités par rapport aux autres séries par des écarts-types importants causés par des échantillons aux comportements divergents. Puis, seule la série C20CC0-GD12 a présenté un coefficient de corrélation positif de 0,44. Il s'agit également de la seule série du mélange

C20CC0 à se distinguer des autres. Puisqu'il s'agit d'un résultat unique, il est difficile d'en expliquer la cause et d'ailleurs, les écarts-types se chevauchent tous pour toutes les autres séries de ce mélange ou du mélange C20CC5.

3.3.1.3 Cuivre

Les résultats présentés à la figure 3.8 montrent que le cuivre a présenté des indices de lixivabilité plutôt constants. Tous les indices moyens oscillent entre 11,4 et 11,9 et les écarts-types sont également plus petits que ceux observés pour le cadmium ou le chrome.

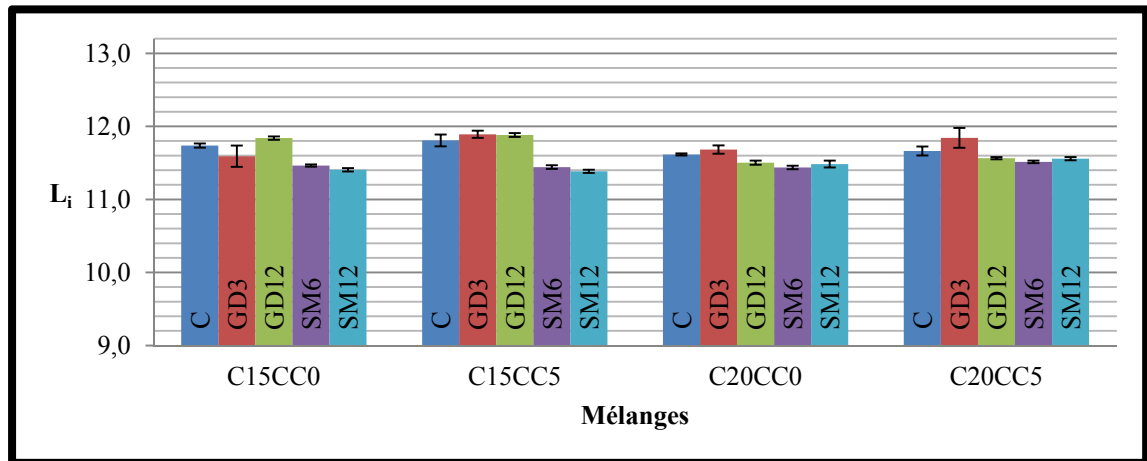


Figure 3.8 Indices de lixivabilité (L_i) du cuivre (\pm écart-type)

Ces résultats laissent place à peu d'interprétation. Par exemple, au niveau des échantillons de contrôle, la série C15CC0 a présenté un indice supérieur à la série C20CC0 de seulement 0,1 unité et la série C20CC0 a présenté un indice inférieur à la série C15CC5 de 0,2 unité. Il s'agit des deux seules distinctions possibles pour les échantillons de contrôle et il est difficile de les attribuer clairement aux teneurs en ciment différences ou à la présence ou non de carbonate de calcium.

Le constat est le même pour les échantillons altérés par les cycles de gel/dégel. La composition des mélanges n'a pas beaucoup influencé les résultats. La série C15CC0-GD12 a présenté un indice moyen supérieur de 0,1 unité par rapport à la série de contrôle tandis que

celui de la série C20CC0-GD12 est inférieur de 0,1 unité par rapport à la série de contrôle. De plus, les indices des séries GD3 sont tous équivalents aux séries de contrôle correspondantes. Au niveau du nombre de cycles d'altération, les résultats sont aussi contradictoires. Pour les mélanges C20, les séries GD12 ont plus lixivié que les séries GD3 alors que c'est l'inverse au niveau du mélange C15CC0 et aucune différence notable pour le mélange C15CC5.

Une tendance claire ressort toutefois pour les échantillons altérés par les cycles de séchage/mouillage. À l'exception de la série C20CC5-SM12, toutes les autres ont démontré des indices de lixivibilité moyens inférieurs aux séries de contrôle correspondantes. Au niveau des mélanges C15, les différences varient de 0,2 à 0,4 unité, soient les plus importantes notées pour le cuivre. Puis, la composition des mélanges et le nombre de cycles ne semblent pas avoir d'impact distinctif sur la lixivibilité du cuivre hors de monolithes.

Les coefficients de corrélation sont pour leur part également très rapprochés les uns des autres, tels que présentés à la figure 3.9. Tout comme les indices de lixivibilité, on constate une tendance claire pour les coefficients des échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage des mélanges C15. Bien que tous les coefficients de corrélation soient positifs, ces derniers sont inférieurs aux échantillons de contrôle de 0,21 et 0,28 unité. Toutefois, ces observations ne se reflètent pas pour les mélanges C20CC0 et C20CC5.

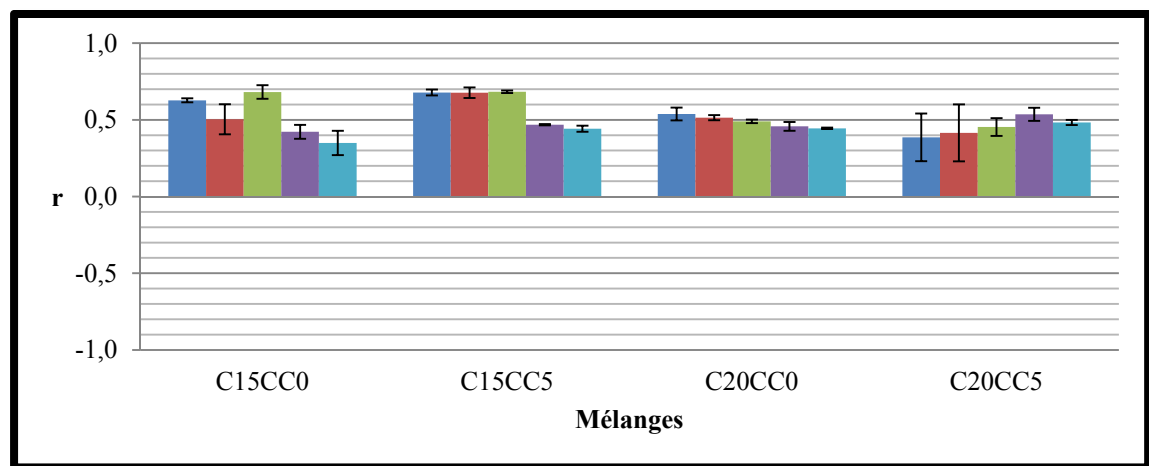


Figure 3.9 Coefficients de corrélation des indices de lixivibilité du cuivre (\pm écart-type)

Une autre tendance identifiable est celle des séries C et GD12 des mélanges C15, où les coefficients de corrélation sont supérieurs à ceux des mélanges C20, ce qui pourrait signifier moins de lixiviation avec le temps. En croisant ces résultats avec ceux des indices de lixivabilité (figure 3.9), on constate également que les séries C et GD12 des mélanges C15 sont supérieurs à ceux des mélanges C20. Ainsi, il est possible de croire qu'une teneur en ciment plus élevée n'a pas nécessairement permis de mieux stabiliser le cuivre au sein des monolithes. Dans le cas des autres séries (GD3, SM6 et SM12), les coefficients de corrélation sont plutôt concordants entre les différents mélanges et ne permettent pas cette même interprétation.

3.3.1.4 Plomb

Tel que présenté par la figure 3.10, les indices de lixivabilité du plomb sont très élevés et oscillent tous entre 13,3 et 13,9, ce qui en fait le second métal ayant le moins lixivié après le cadmium. Les échantillons de contrôle ont tous présenté des indices de lixivabilité concordants, nonobstant leur composition et la quasi-totalité des échantillons altérés ont présenté des résultats concordants aux échantillons de contrôle, la seule exception étant la série C15CC0-GD3. La teneur en ciment, la présence de carbonate de calcium et le nombre de cycles d'altération n'ont pas non plus permis d'observer de tendance claire. Tout comme le cadmium, quelques échantillons d'eaux de trempage ont aussi présenté des concentrations inférieures aux limites de détection, ce qui a pour effet d'augmenter l'indice de lixivabilité d'un échantillon et de causer des écarts-types plus élevés lors des calculs des moyennes. Bref, en raison des moyennes élevées des indices de lixivabilité et des résultats plutôt concordants entre chacune des séries, le plomb n'aurait pas lixivié hors des monolithes.

Ensuite, tel que démontré à la figure 3.11, on peut tirer peu de conclusions des coefficients de corrélation. Les concentrations enregistrées dans l'eau de trempage étaient si près des limites de détection de l'appareil analytique qu'elles ont induit des coefficients de corrélation très divergents, ce qui tend à confirmer l'hypothèse que le plomb n'a pas lixivié hors des monolithes, peu importe la composition des mélanges ou les altérations physiques subies.

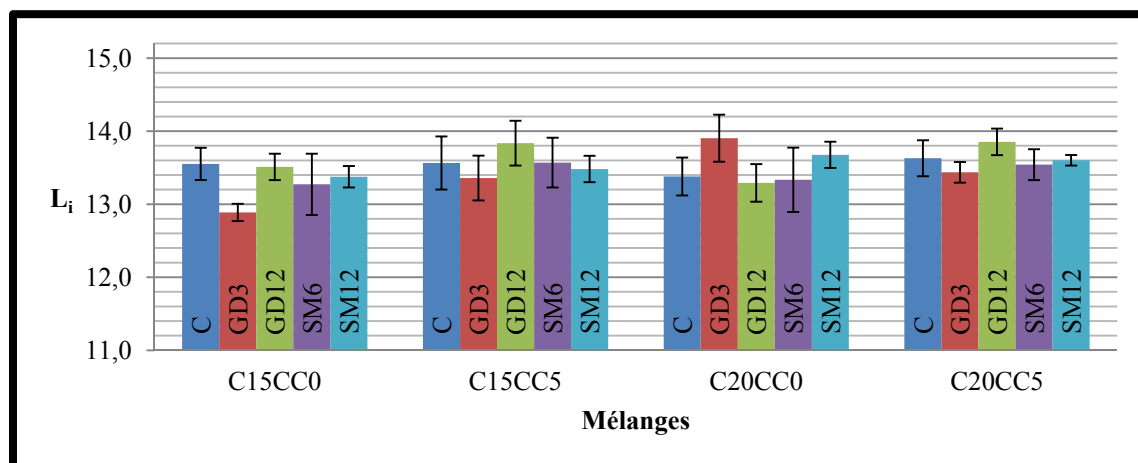


Figure 3.10 Indices de lixivabilité du plomb (± écart-type)

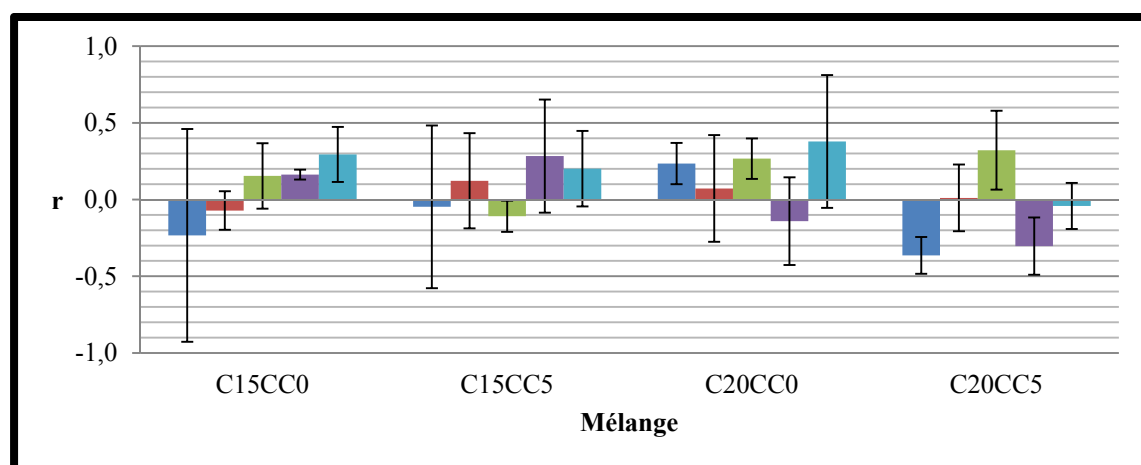


Figure 3.11 Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du plomb (± écart-type)

3.3.1.5 Zinc

Tout comme le cuivre, les indices de lixivabilité du zinc sont très constants et les écarts-types faibles, tel que le montre la figure 3.12. Les indices des échantillons de contrôle sont concordants et ne semblent pas influencés par la teneur en ciment ou la présence de carbonate de calcium. Par contre, tous métaux confondus, le zinc est celui qui a présenté les indices de lixivabilité généralement les plus faibles, donc celui qui a le plus lixivié.

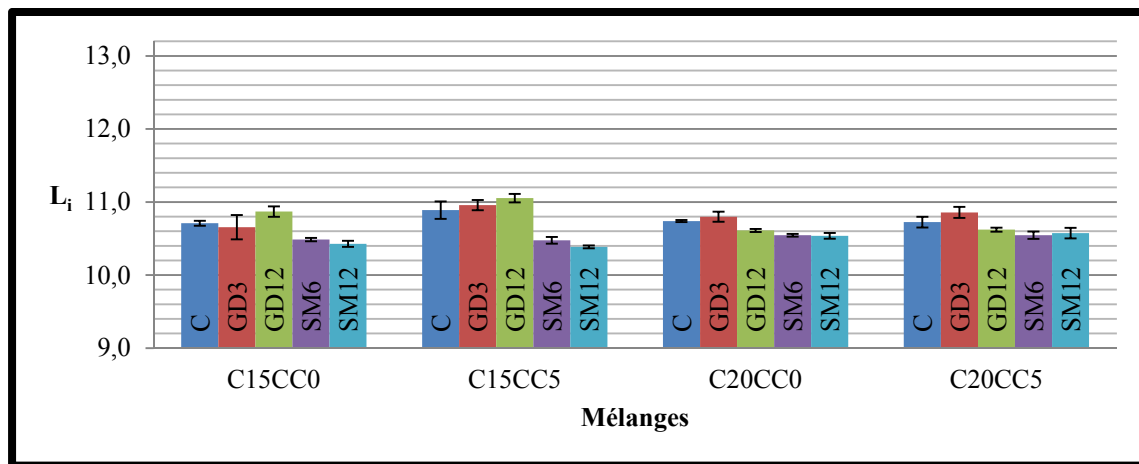


Figure 3.12 Indices de lixivabilité du zinc (\pm écart-type)

L'impact des cycles de gel/dégel est aussi mitigé. D'abord, les séries GD3, C15CC5-GD12 et C20CC5-GD12 présentent des indices concordants aux séries de contrôle. Puis, la série C15CC0-GD12 présente un indice moyen supérieur de 0,2 par rapport à la série de contrôle alors que celui de la série C20CC0-GD12 est inférieur de 0,1. Ces résultats laissent donc peu de place à interprétation. Par contre, pour ce qui est des échantillons des séries SM6 et SM12, on peut constater une tendance pour les mélanges C15CC0, C15CC5 et C20CC0, où les indices de lixivabilité moyens sont inférieurs aux séries de contrôle. Les différences varient entre 0,2 et 0,5 unité. Les cycles de séchage/mouillage ont donc engendré une lixiviation plus importante du zinc, mais le nombre de cycles semble n'avoir eu que très peu d'impact.

Tous comme les indices de lixivabilité, les coefficients de corrélation sont aussi plutôt constants. Les valeurs moyennes varient toutes entre 0,38 et 0,66, tel que présenté à la figure 3.13. Ainsi, puisque tous les coefficients de corrélation sont positifs, les indices tendent à augmenter avec le temps, ce qui signifie moins de lixiviation et un possible phénomène de lessivage. Seuls les coefficients de corrélation des échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage des mélanges C15 sont clairement inférieurs à ceux des échantillons de contrôles. Ces écarts varient de 0,11 à 0,21. Cette observation concorde avec les indices de lixivabilité inférieurs de ces mêmes séries par rapport aux échantillons de contrôle, ce qui indique davantage de lixiviation en zinc de ces échantillons.

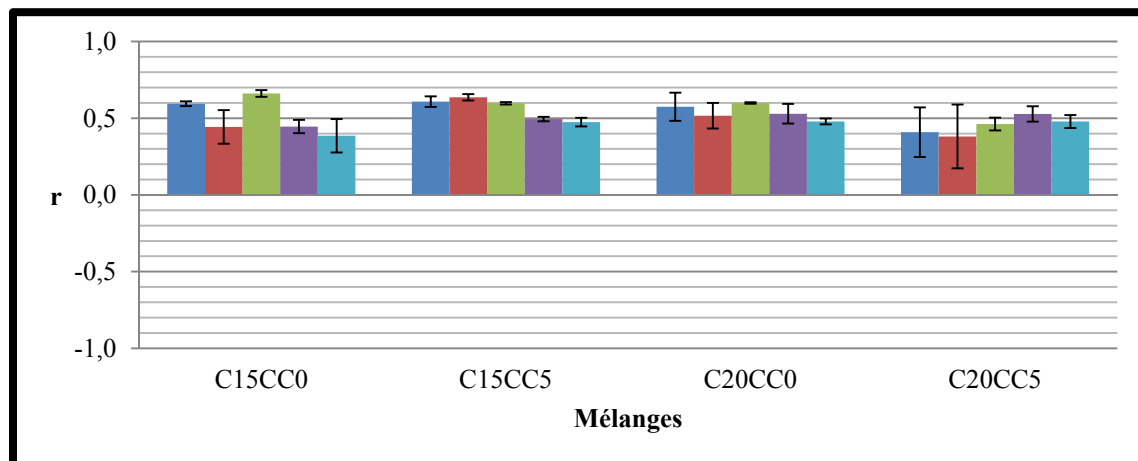


Figure 3.13 Coefficients de corrélation des indices de lixivibilité du zinc (\pm écart-type)

3.3.1.6 Calcium

Puisque les concentrations en calcium sont variables entre chaque mélange, il est plus difficile d'analyser les indices de lixivibilité. En effet, les indices de lixivibilité sont de plus en plus élevés, tel que le montre la figure 3.14. Ce phénomène s'explique du fait que l'augmentation de la concentration en calcium ne se reflète pas nécessairement par une augmentation directement proportionnelle de la diffusion du calcium hors du monolithe.

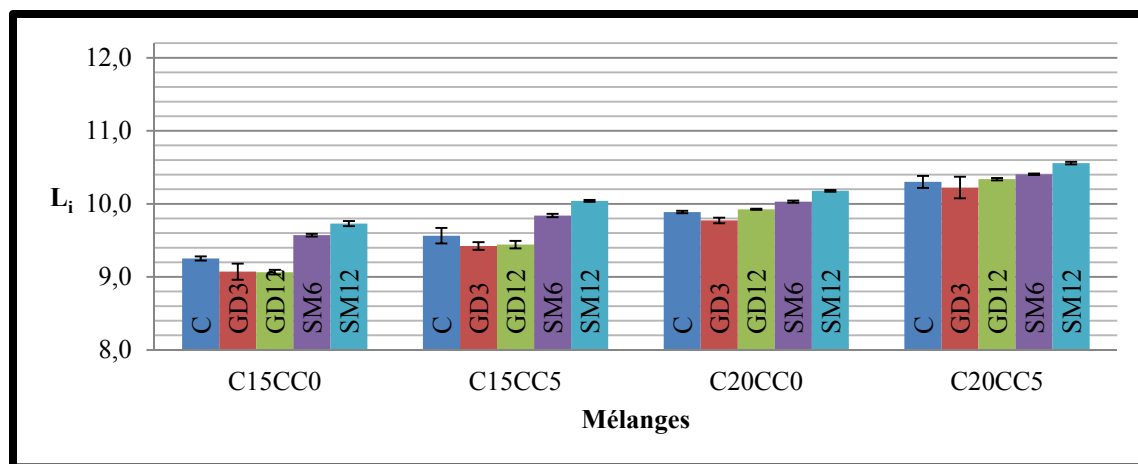


Figure 3.14 Indices de lixivibilité du calcium (\pm écart-type)

Malgré tout, il est possible de distinguer quelques tendances au sein des mélanges. Tout d'abord, les séries C15CC0-GD3, GD12 et C20CC0-GD3 ont présenté des indices de lixivabilité moyens légèrement inférieurs aux échantillons de contrôle, alors que toutes les autres séries altérées par les cycles de gel/dégel sont concordantes aux séries de contrôle correspondantes. Ainsi, pour trois séries sur huit, les cycles de gel/dégel ont engendré davantage de lixiviation du calcium.

Pour leur part, tous les échantillons soumis aux cycles de séchages/mouillage ont présenté des indices supérieurs aux échantillons de contrôle, à l'exception de la série C20CC5-SM6 qui était concordante. Les cycles de séchage/mouillage ont donc contribué à mieux stabiliser le calcium au sein des monolithes, phénomène possiblement attribuable aux altérations chimiques causées par ce type d'essai puisque l'effet augmente avec le nombre de cycles. Une altération physique devrait plutôt favoriser la lixiviation par la formation de fissures.

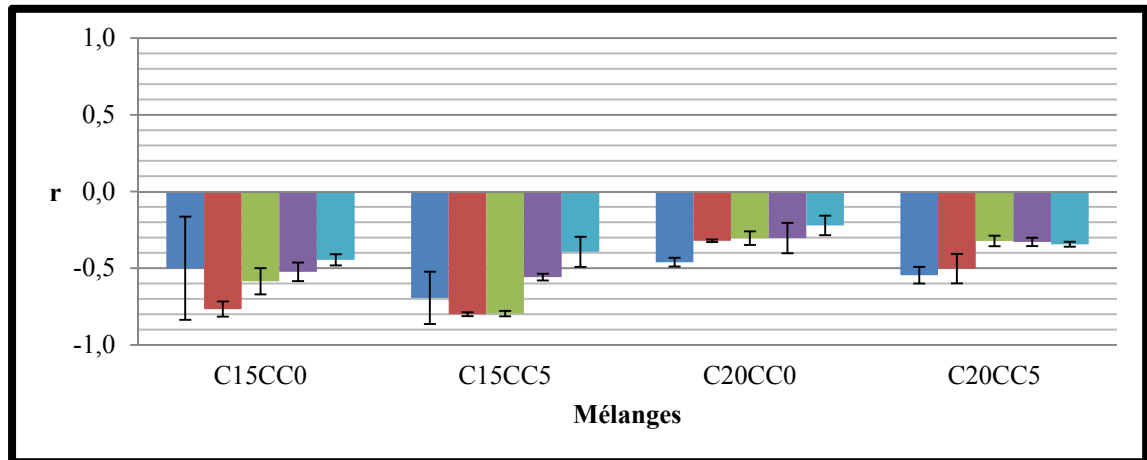


Figure 3.15 Coefficients de corrélation des indices de lixivabilité du calcium (\pm écart-type)

En analysant les coefficients de corrélation à la figure 3.15, on peut également constater que dans tous les cas, les indices de lixivabilité tendent à diminuer avec le temps puisque les coefficients sont négatifs. Cette tendance à lixivier davantage est encore plus accrue pour les mélanges C15. Au niveau des mélanges C20, les séries GD12, SM6 et SM12 ont aussi présenté des coefficients supérieurs aux séries de contrôle, ce qui signifie une diminution des

indices moins accrue. En croisant ces données avec les résultats de relevés des pH présentés à la section suivante, le pH plus alcalin des échantillons de contrôle pourrait être en cause. Un pH plus alcalin favoriserait, à première vue, la lixiviation du calcium hors des monolithes.

Finally, l'erreur expérimentale plus importante obtenue lors de la détermination de la concentration en calcium du mélange C20CC5 ne semble pas avoir eu un impact sur les résultats. Une surévaluation des concentrations initiales aurait pu se traduire par un indice de lixivabilité plus faible, ce qui ne se reflète pas clairement aux figures 3.14 et 3.15.

3.3.2 pH

Le pH des eaux de trempage a été relevé pour chaque échantillon pour chaque trempage lors de l'essai de diffusion et les valeurs sont présentées aux figures 3.16 et 3.17. Afin de faciliter l'analyse des résultats, le pH de l'eau de lixiviation des échantillons GD3 n'a pas été intégré aux figures. En effet, bien que ceux-ci étaient majoritairement les plus alcalins, les écarts-types étaient très importants et empiétaient sur les courbes C et GD12. Ces écarts ont été causés par l'agressivité de l'essai de résistance aux cycles de gel/dégel en milieu immergé qui a causé un nombre de fissures et de microfissures variant grandement entre chaque échantillon. La quantité de fissures a un impact important sur le pH des eaux de trempage puisque plus l'eau s'infiltrait facilement dans les monolithes, plus celle-ci devient alcaline.

Afin d'étudier l'impact des altérations sur le pH des eaux de trempage, l'interprétation des figures s'est basée essentiellement sur les mesures prises après chaque 24 h de trempage, soit à partir de 48 h après le début de l'essai. Ces mesures constantes permettent de mieux étudier les écarts entre les courbes de pH puisque l'ordre de grandeur des écarts est plutôt similaire. Toutefois, on peut tout de même constater une brisure après le premier trempage (2 h), laquelle s'explique par un possible lessivage des eaux interstitielles très alcalines des pores périphériques des monolithes. En effet, les eaux fortement saturées en ions OH^- lors des cycles d'altération se sont mélangées rapidement aux eaux neutres dès le premier trempage, ce qui a eu pour effet d'augmenter plus subitement le pH que lors des trempages suivants.

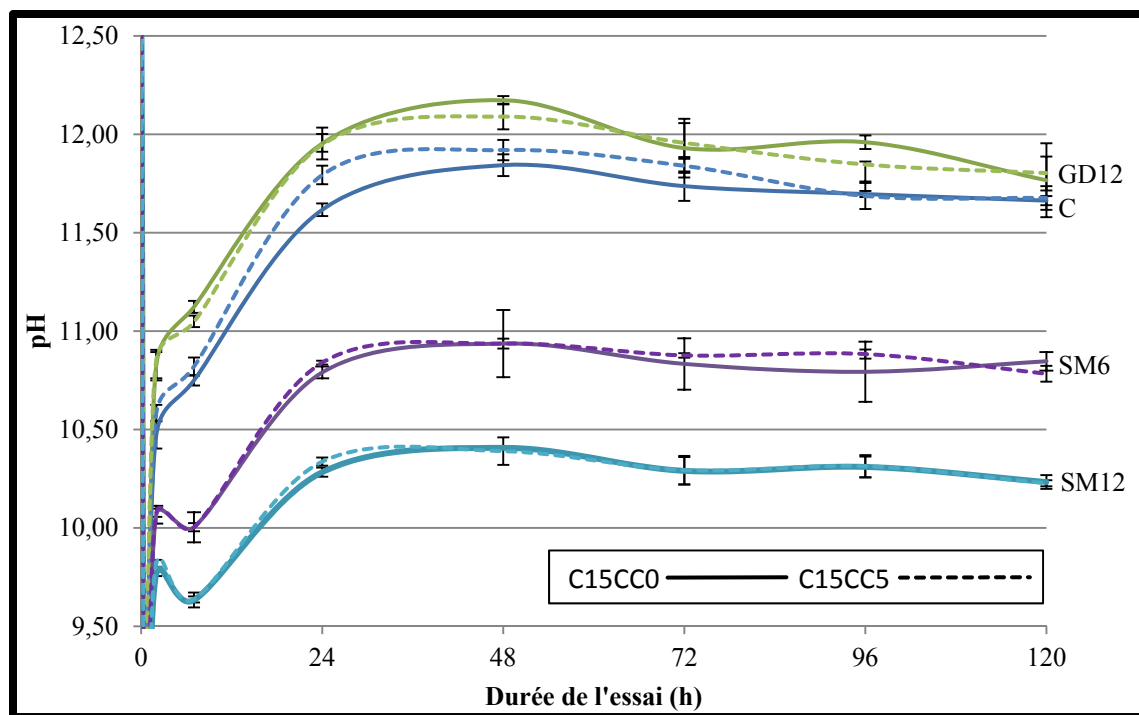


Figure 3.16 Moyennes du pH des eaux de trempage des mélanges C15 (\pm écart-type)

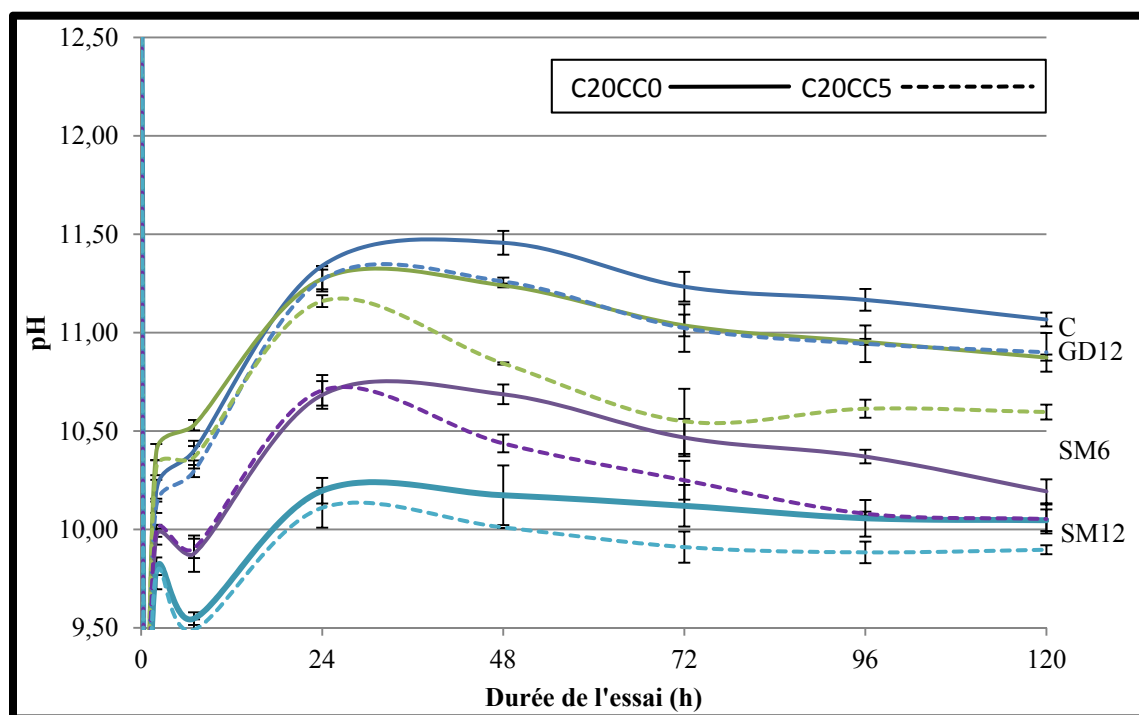


Figure 3.17 Moyennes du pH des eaux de trempage des mélanges C20 (\pm écart-type)

À première vue, bien que les mélanges C15CC0 et C15CC5 contenaient moins de ciment, leurs échantillons ont eu le plus d'impact sur les eaux de trempage. En observant les mesures prises après 48 h, les échantillons de contrôle de ces mélanges ont présenté des mesures de pH variant entre 11,6 et 11,9, tandis que les mélanges C20CC0 et C20CC5 ont présenté des pH variant entre 10,9 et 11,5.

Normalement, le pH des monolithes devrait être proportionnel à la quantité de ciment puisque la dissolution des hydroxydes lors du mélange du ciment Portland et de l'eau de gâchage produit une solution hautement alcaline, soit un pH d'environ 13 (Ramachandran, 1984). Toutefois, les pH des eaux de trempage ont démontré le contraire. Les mélanges C15CC0 et C15CC5 ont eu davantage d'impacts sur les eaux de trempage et ont engendré des eaux plus alcalines que les mélanges C20CC0 et C20CC5. La conductivité hydraulique des monolithes pourrait expliquer ce phénomène. Tel que présenté au tableau 3.1, les échantillons du mélange C15CC0 ont présenté une conductivité hydraulique d'un ordre de grandeur de 10^{-4} cm/s par rapport à 10^{-8} cm/s pour les échantillons du mélange C20CC0. Ainsi, pour les mélanges possédant 15 % de ciment, il était plus facile pour les eaux de trempage de s'infiltrer dans les monolithes et d'être affectées par le pH du ciment ou pour l'eau interstitielle fortement alcaline présente dans les pores de lixivier hors des monolithes.

Pour les échantillons altérés par les cycles de gel/dégel, on peut constater une inversion des courbes de résultats par rapport aux échantillons de contrôle. En effet, les échantillons GD12 causent les pH les plus alcalins pour les mélanges C15 de 0,10 à 0,33 unité, ce qui reflète l'hypothèse présentée ci-haut. Les altérations physiques ayant causé des fissurations, les échantillons GD12 sont plus perméables et facilitent la circulation des eaux au travers des monolithes. Le comportement des échantillons GD12 des mélanges C20 va plutôt à l'encontre de cette hypothèse puisque ce sont les échantillons de contrôle qui ont présenté les pH les plus alcalins de 0,19 à 0,47 unité. Pourtant, les résultats des essais de résistance à la compression et de conductivité hydraulique ont démontré que les échantillons GD12 avaient été altérés physiquement, ce qui devrait permettre aux eaux de trempage d'être plus facilement alcalinisées par les monolithes.

Cette situation est difficile à expliquer. Une hypothèse serait que les périodes de gel (eau solide plutôt que liquide), la faible conductivité hydraulique des monolithes et leurs résistances mécaniques supérieures aux altérations ont pu ralentir les réactions d'échanges ioniques causant l'augmentation du pH de l'eau interstitielle des monolithes et l'apport en eau exogène. D'ailleurs, tout au long des essais d'altération, les échantillons de contrôle sont demeurés totalement immergés et suffisamment longtemps pour bien saturer les pores des monolithes. Cela n'était pas le cas pour les échantillons GD12, lesquels reposaient sur des tampons humides et ne bénéficiaient pas du même apport d'eau exogène des échantillons de contrôle. Toutefois, des travaux supplémentaires seraient nécessaires afin d'expliquer ce phénomène particulier, tel soumettre des mélanges aux teneurs en ciment variant entre 15 % et 20 % au même protocole expérimental.

En ce qui concerne les altérations causées par les cycles de séchage/mouillage (SM6 et SM12), le nombre de cycles a eu un impact direct sur le pH de l'eau de trempage pour tous les mélanges. Plus les échantillons ont subi de cycles, plus leur pH est faible par rapport aux échantillons de contrôle (C). Pour le mélange C15CC0, les pH mesurés pour la série SM6 sont de 0,82 et 0,91 unité inférieure à celui des échantillons de contrôle après 48 h, tandis qu'ils sont de 1,39 à 1,45 unité inférieure dans le cas de la série SM12. Pour le mélange C20CC0, ces écarts varient respectivement de 0,77 à 0,87 et de 1,02 à 1,28 unité.

Bref, bien que peu de différences aient été notées au niveau de la résistance à la compression ou de la conductivité hydraulique, la mesure du pH des eaux de trempage ont démontré que les cycles de séchage/mouillage ont bel et bien altéré les échantillons, mais de manière plus chimique que physique.

Pour ce qui est de la présence de carbonate de calcium, on ne distingue pas vraiment de différence entre les séries C, GD12, SM6 et SM12 pour les mélanges C15. Pour les mélanges C20, on peut clairement identifier un pH moins alcalin après les premières 24 h de l'essai. En présence de carbonate de calcium, les échantillons de contrôle ont présenté des pH inférieurs de 0,17 à 0,22 unité. Pour les séries GD12, SM6 et SM12, les écarts varient respectivement

de 0,28 à 0,49, de 0,14 à 0,29 et de 0,15 à 0,21 unité. Puisque cette baisse de pH ne s'est pas reflétée dans les mélanges C15CC5, il est difficile d'en expliquer la cause. Puisque les mélanges C20 ont présenté des pH moins alcalins que les mélanges C15, il est possible que l'ajout de carbonate de calcium ait été suffisant pour abaisser le pH des monolithes C20 alors qu'un effet tampon aurait prévenu cette baisse au niveau des mélanges C15. Pour expliquer avec plus d'efficacité ce phénomène, le pH des monolithes aurait dû être évalué directement, ainsi que celui de chaque élément entrant dans la composition des monolithes.

CHAPITRE 4

ANALYSES ET DISCUSSION

4.1 Effet de l'altération sur les paramètres physiques

4.1.1 Essais de résistance aux cycles d'altération

Bien que les essais de durabilité aient été utilisés pour créer les altérations physiques, ils permettent également de les mesurer indirectement en évaluant les masses perdues à la fin des essais. Toutefois, ces données se sont avérées bien peu représentatives des altérations réellement subies par les monolithes.

Par exemple, des pertes de masse moyennes de 0,10 et 0,21 % ont été mesurées respectivement pour les séries C15CC0-C et C15CC0-GD12. Il serait alors possible d'affirmer que ces pertes sont négligeables et que la série GD12 a été très peu altérée si on considère les pertes dues aux manipulations (comme celles des séries de contrôle) et les exigences du MDDEP (perte maximale de 10% après 12 cycles d'altération). Par contre, si on compare les résultats des essais de résistance à la compression, soit 9,0 et 6,0 MPa pour les séries C et GD12, on constate une baisse importante de 33% qui tend à indiquer la présence de fissures réduisant les résistances mécaniques des monolithes après altération. Cette situation s'explique du fait que l'apparition de fissures au cœur des monolithes ne se répercutera pas nécessairement sur les pertes de masses, lesquelles sont causées en superficie.

Il faut tout de même mentionner que la mesure indirecte de l'altération physique s'est avérée très efficace pour les séries d'échantillons soumises aux essais de gel/dégel réalisés en milieu immergé, soit des pertes de masses initiales variant toutes entre 17 et 32 % de leur masse initiale. Par contre, cet essai destructif n'a pas permis aux échantillons d'être soumis aux essais de résistance à la compression ou de conductivité hydraulique puisque leur intégrité structurale était trop atteinte et leur forme géométrique trop irrégulière.

Dans le cadre du présent projet, l'un des objectifs des essais de durabilité était de créer suffisamment d'altérations mesurables, mais de manière raisonnable afin de permettre à tous les échantillons de résister à chacun des essais de contrôle. Peut-être que si les échantillons avaient été de plus grandes tailles, il aurait été possible de les tailler à des dimensions géométriques précise, mais il s'agit encore là de manipulations physiques qui pourraient altérer davantage les monolithes.

4.1.2 Essai de résistance à la compression

L'essai de résistance à la compression est celui qui s'est le plus démarqué pour déterminer si les échantillons avaient subi ou non des altérations physiques. Parmi les résultats obtenus, plusieurs tendances ont été observées. Par exemple, les échantillons soumis à des cycles de gel/dégel ont présenté des résistances mécaniques plus faibles que les échantillons de contrôle. Tel que constaté lors des essais de durabilité, les cycles de gel/dégel peuvent être très agressifs puisque la présence d'eau dans les pores provoque des contraintes importantes lors du gel et cause de la fissuration. Contrairement au gel/dégel, l'essai de résistance à la compression a démontré que le séchage/mouillage a eu peu d'impact sur l'intégrité structurale des monolithes et ceux-ci n'auraient subi que peu d'altérations physiques.

Il a également été possible de constater un effet positif suite à l'ajout du carbonate de calcium, mais uniquement pour les échantillons de contrôle. Il s'avère que le carbonate de calcium constitue une des matières premières entrant dans la fabrication du ciment (Tremblay, 1983) et peut causer un durcissement plus rapide du béton frais et de meilleures résistances mécaniques (Ramachandran, 1984).

4.1.3 Essai de conductivité hydraulique

En ce qui concerne les résultats obtenus lors des essais de conductivité hydraulique, peu de conclusions peuvent être tirées en raison du nombre limité de données obtenues. Seuls 8 échantillons ont pu être soumis à l'essai en raison de la très faible conductivité hydraulique des monolithes à 20 % de teneur en ciment et des limites du seul banc d'essai disponible.

Il a quand même été possible d'observer que les 2 échantillons soumis aux cycles de gel/dégel ont présenté des conductivités hydrauliques plus élevées que leurs échantillons de contrôle respectifs. Dans le cas d'un échantillon de la série C20CC0-GD12, celle-ci était presque 10 fois plus grande. Ce résultat sous-entend donc la présence de fissures causées par les altérations physiques.

Ainsi, les résultats portent à conclure que l'altération physique causée par les cycles de gel/dégel réduit la résistance à la compression et augmente la conductivité hydraulique des monolithes, tel que le supposait une hypothèse initiale. Toutefois, l'effet est plus mitigé pour l'altération physique causée par les cycles de séchage/mouillage. L'essai n'a donc pas été assez agressif pour le type de monolithes soumis au protocole expérimental et le nombre de cycles sélectionné était peut-être insuffisant.

Finalement, bien qu'il serait intéressant de procéder à des travaux complémentaires traitant des effets des altérations sur la conductivité hydraulique des monolithes, cet essai de contrôle ne semble pas aussi déterminant que l'essai de résistance à la compression pour mesurer indirectement la présence de fissures dans les monolithes. De plus, seuls 3 échantillons du mélange C20CC0 ont présenté des conductivités hydrauliques inférieures à 10^{-7} cm/s, soit l'exigence du MDDEP pour une utilisation limitée *in situ*. Il semble donc que même dans un contexte de conception d'un mélange de S/S en laboratoire, soumettre plusieurs échantillons à ce type d'essai simultanément est dès lors difficilement praticable en raison des très faibles conductivités hydrauliques exigées. On ne peut pas non plus soumettre des échantillons à l'essai à des âges différents puisque l'hydratation du ciment a un effet sur la conductivité hydraulique des monolithes et peut nuire à l'interprétation des résultats.

4.2 Effet de l'altération sur les paramètres chimiques

4.2.1 Essai de diffusion

L'essai de diffusion constituait un essai fondamental du projet puisqu'il permettait de déterminer la lixivabilité des éléments traces métalliques hors des monolithes. Il s'agit d'un

des paramètres à la base des principes de la S/S qui vise à réduire la mobilité de contaminants présents dans un sol contaminé. En raison de leurs propriétés physico-chimiques uniques, les éléments traces métalliques se sont comportés de manières différentes face aux altérations, voire même en leur absence. Ces comportements ont pu être étudiés notamment à l'aide des différentes variables sélectionnées dans le protocole expérimental.

4.2.1.1 Teneur en ciment

Le chrome est le seul métal à avoir montré une nette différence de lixivabilité entre les mélanges possédant 15 et 20 % de ciment. Dans le cas des séries C15CC0-C et C20CC0-C, l'écart atteint 2,3 unités, ce qui est particulièrement majeur en considérant que cette valeur est sur une base logarithmique. De plus, dans le cadre de ce projet, l'ajout de 5 % de ciment a permis d'obtenir les écarts et les gains les plus importants en termes d'immobilisation d'un élément trace métallique. Aucune altération n'a engendré de tels écarts, qu'ils soient négatifs ou positifs, et ce, pour tous les métaux. Ces résultats confirment qu'une teneur en ciment plus élevée peut contribuer à mieux immobiliser certains contaminants au sein des monolithes en formant un meilleur piège hydraulique, soit par le principe de la solidification des sols contaminés (Deschamps *et al.*, 2006).

Toutefois, aucun gain distinctif n'a été noté pour le cadmium, le cuivre, le plomb et le zinc. Ainsi, face à une baisse de l'indice de lixivabilité causée par une altération physique ou chimique (telle que notée en partie pour le cuivre et le zinc suite aux cycles de séchage/mouillage), l'ajout d'une proportion importante de ciment ne permet pas nécessairement de contrebalancer à cette baisse.

4.2.1.2 Carbonate de calcium

Le carbonate de calcium n'a pas eu un impact notable sur la lixivabilité des éléments traces métalliques. De manière générale, les séries aux sols amendés présentaient des résultats concordants aux sols non amendés ou peu concluants. Pour le chrome par exemple, la série C15CC0-C a démontré un indice de lixivabilité supérieur à la série C15CC5-C, tandis que

l'inverse a été constaté pour les séries C20CC0-C et C20CC5-C. En résumé, cette variable a apporté peu d'informations permettant de se prononcer sur l'évolution physico-chimique des échantillons suite aux altérations.

4.2.1.3 Gel/dégel

Les altérations physiques causées par les cycles de gel/dégel ont surtout eu un impact sur la lixivabilité du chrome, tout comme la teneur en ciment. À l'exception d'un seul résultat neutre, les altérations physiques des sept autres séries des quatre mélanges ont causé une plus grande lixiviation, soit une baisse de l'indice de lixivabilité variant entre 0,4 et 0,8.

Des tendances ont aussi été constatées pour le cadmium et le calcium, mais avec moins d'amplitude. Dans le cas du cadmium, seules les séries GD3 des mélanges C15CC0 et C20CC0 ont démontré, en moyenne, davantage de lixiviation que les échantillons de contrôle. Du côté du calcium, ce sont les séries C15CC0-GD3, GD12 et C20CC0-GD3 qui se sont démarquées des séries de contrôle, donc sans distinction entre les deux types d'altération subis, soit en milieu immergé ou non.

Finalement, le plomb, le cuivre et le zinc n'ont semblé aucunement affectés par les altérations physiques causées par les cycles de gel/dégel. Ce qui est particulièrement intéressant, c'est que même face à un cas d'altération physique extrême, ils n'ont pas lixivié davantage qu'un échantillon sain. En effet, les échantillons des séries GD3 étaient particulièrement affectés. Ils présentaient visuellement des fissures importantes, étaient très friables et auraient difficilement pu être détruits davantage sans être réduits en granules, ce qui aurait dû grandement favoriser la lixiviation des métaux hors des monolithes. Ainsi, même face à ces altérations physiques, le plomb, le cuivre et le zinc étaient très bien stabilisés au sein des monolithes par d'autres mécanismes d'immobilisation que l'encapsulation.

En conclusion, l'altération physique causée par le gel/dégel n'a pas automatiquement engendré une augmentation de la lixivibilité des contaminants traces métalliques, tel que le supposait une hypothèse initiale. Seule la lixiviation accélérée du chrome a découlé de la fissuration de la matrice des échantillons soumis aux cycles de gel/dégel.

4.2.1.4 Séchage/mouillage

Les résultats s'avèrent plus compliqués à interpréter pour les échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage, bien que d'avantages d'impacts aient été notés suite aux altérations subies. Il est surtout difficile de distinguer si les impacts sont dus à l'altération physique ou l'altération chimique. Au niveau du chrome et du calcium par exemple, l'altération physique ou la présence de fissures causées par des cycles de séchage/mouillage aurait dû favoriser leur lixiviation hors des monolithes, tout comme c'était le cas pour les cycles de gel/dégel. Toutefois, une possible carbonatation causée par les cycles de séchage aurait permis de mieux les stabiliser, situation caractérisée par des indices de lixivibilité supérieurs aux échantillons de contrôle et par une lixiviation qui tend à ralentir avec le temps.

Tel que l'ont démontré les mesures du pH des eaux de trempage et les résultats d'une étude de l'impact de la carbonatation sur la lixivibilité de monolithes de S/S traités au ciment (voir section 1.7.1 et (Sanchez et al., 2002), la carbonatation réduit le pH des monolithes et peut engendrer une spéciation d'un élément trace métallique, tel une espèce moins soluble.

Pour le chrome, l'acidification du monolithe a possiblement permis d'abaisser la solubilité du trioxyde au sein du mélange C15CC0 et par le fait même, sa lixivibilité. Toutefois, cette baisse de lixivibilité ne s'accroît pas en fonction du nombre de cycles de séchage/mouillage. Pour les mélanges C15, les séries SM6 lixiviaient moins de chrome que les séries SM12, ce qui signifierait que l'impact de l'altération physique (diffusion par les fissures) est peut-être plus important que l'impact chimique (diffusion par solubilisation). Dans le cas du calcium par contre, l'effet s'accroît en fonction du nombre de cycles, ce qui signifie que l'altération chimique a eu plus d'impact que l'altération physique.

Pour le cuivre et le zinc, les échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage ont présenté des indices plus faibles que les autres échantillons, bien que ces deux composés métalliques aient présenté des indices de lixivabilité plutôt constants et difficiles à interpréter en raison des écarts-types très serrés. Cette baisse de l'indice de lixivabilité varie entre 0,2 et 0,5 par rapport aux échantillons de contrôle et sans distinction par rapport au nombre de cycles. Elle peut donc provenir tant d'une altération physique que d'une altération chimique. Finalement, les cycles de séchage/mouillage n'ont eu aucun impact sur la lixivabilité du cadmium et du plomb.

Tout comme le gel/dégel, l'altération physique n'a pas automatiquement engendré une augmentation de la lixivabilité des contaminants traces métalliques. Dans le cas du mélange C15CC0 par exemple, l'effet inverse a été constaté pour le chrome, ce qui signifie qu'une altération chimique a permis de mieux immobiliser le trioxyde de chrome au sein des monolithes. Dans le cas du cuivre et du zinc, il est difficile de juger si la lixivation plus accrue provient de la fissuration de la matrice des échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage ou à une altération chimique telle la carbonatation.

4.2.2 pH des eaux de trempage

La détermination du pH des eaux de trempage lors des essais de lixivation a d'abord été utilisée afin d'évaluer l'impact chimique des altérations causées par les cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage, tout comme les essais de résistance à la compression et de conductivité hydraulique.

Les résultats ont démontré que le pH dépendait d'abord des teneurs en ciment et de leur conductivité hydraulique. Plus les eaux de trempage avaient de la facilité à s'infiltrer dans les monolithes, plus les eaux étaient susceptibles d'être affectées par le pH des monolithes, tel que le supposait une hypothèse initiale. Toutefois, cette notion a démontré qu'elle possède ses limites. Puisque l'eau est utilisée comme intermédiaire, les temps de trempage pendant les périodes d'altération et pendant l'essai de diffusion ont eu des impacts causant certains

résultats allant à l'encontre de l'hypothèse présentée ci-haut, telles des inversions de courbes (C et GD12 en fonction des mélanges C15 et C20). La détermination du pH des monolithes à la fin du protocole expérimental aurait possiblement fourni des données permettant de mieux expliquer ces phénomènes et de mieux comprendre l'impact chimique de l'altération physique sur le pH suite aux cycles de gel/dégel.

En revanche, des différences de pH évidentes ont tout de même été observées entre les échantillons soumis aux cycles de séchage/mouillage et les échantillons de contrôle, soit des chutes du pH variant entre 0,77 et 1,45 unité et proportionnelles au nombre de cycles. Cette altération chimique est attribuable au contact des échantillons à un flux d'air lors des périodes de séchage des échantillons. Plus précisément, cette baisse se produit lorsque le dioxyde de carbone (CO_2) présent dans cet air se dissout dans l'eau interstitielle des monolithes et y forment un acide carbonique (H_2CO_3), lequel abaisse le pH des monolithes et cause le phénomène de carbonatation lorsqu'il entre en contact l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) du ciment Portland (Ramachandran, 1984). Bref, la mesure du pH des eaux de trempage a démontré que les cycles de séchage/mouillage ont bel et bien altéré les échantillons, mais de manière davantage chimique que physique.

Il est également important de noter que dans le cadre de l'essai de diffusion, les variations du pH permettent également d'apporter des données supplémentaires dans l'étude du comportement des éléments traces métalliques et l'interprétation de leur indice de lixivabilité. Ces interprétations sont présentées à la section suivante.

4.3 Mécanismes d'immobilisation des métaux

4.3.1 Cadmium et plomb

L'oxyde de cadmium et le dioxyde de plomb étaient les deux oxydes présents dans les monolithes dans les concentrations les plus importantes. Pourtant, ces deux métaux ont présenté les indices de lixivabilité les plus élevés et n'ont presque pas lixivié hors des échantillons, peu importe les altérations physiques ou chimiques subies. À première vue, ces

oxydes étaient donc insolubles dans les eaux alcalines de l'essai de diffusion, entre 9,9 et 11,6, ce qui a été en partie confirmé par la littérature scientifique, soit insolubles dans l'eau ou dans une solution alcaline (Patnaik, 2003), mais sans valeurs de pH précises. Ainsi, il est possible que peu importe les altérations subies, les sols contaminés par ces oxydes et traités par S/S au ciment n'aurait jamais lixivié sans l'utilisation d'une solution suffisamment acide pour neutraliser la capacité tampon des monolithes et d'abaisser davantage leur pH.

De manière générale, il est reconnu que ces deux métaux se prêtent bien au traitement par S/S au ciment. Aux États-Unis, les sols fortement contaminés par du cadmium ou du plomb font d'ailleurs partie des matières résiduelles où la S/S a été identifiée comme meilleure technologie de traitement (BDAT) (USEPA, 1993). Comme on peut le constater à la figure 4.1 montrant la solubilité de certains hydroxydes métalliques de nature cationique, la solubilité est principalement à son minimum entre des pH de 10 et 12, soit la plage rencontrée dans le cadre du projet. Cette caractéristique pourrait expliquer le peu de lixiviation du cadmium et du plomb, peu importe l'altération subie.

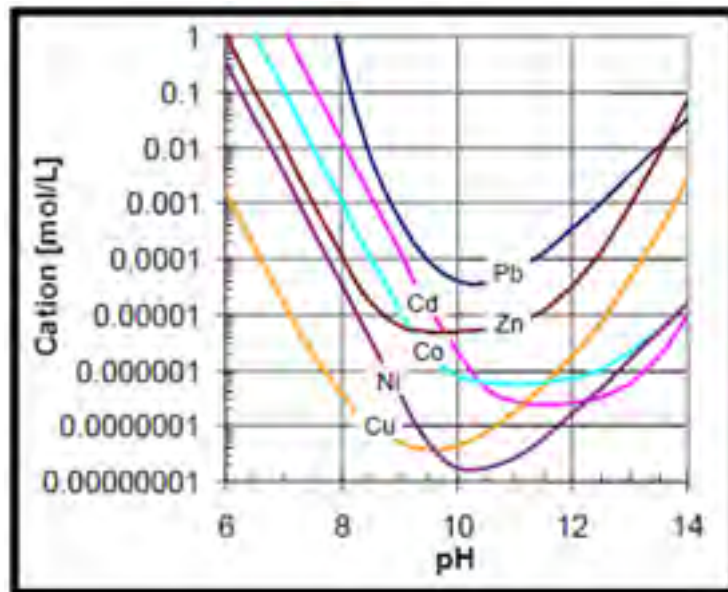


Figure 4.1 Solubilité de métaux cationiques (hydroxydes) en fonction du pH
Tirée de ITRA, (2011, p. 15)

Sanchez *et al.* (2002) ont également démontré qu'un phénomène de carbonatation dû à des cycles de séchage/mouillage avait pour effet de causer une plus grande lixiviation du cadmium et une meilleure stabilisation du plomb, ce qui ne s'est pas reflété dans le projet. Toutefois, ces résultats ont été observés sur le cumulatif des masses de contaminants qui ont lixivié après 94 jours d'essais de diffusion et 30 périodes de trempage différentes. Il est donc fort possible que les 7 périodes de trempage subies pendant les 5 jours d'essai de diffusion utilisés dans le cadre du projet aient été insuffisantes pour permettre ces mêmes observations.

4.3.2 Chrome

Le mécanisme principal d'immobilisation du chrome semble avoir été l'encapsulation. Tout d'abord, il s'agit du seul élément trace métallique ayant été clairement influencé par la teneur en ciment. En présence de 20 % de ciment, le chrome lixivait de 10 à 100 fois moins qu'avec une teneur en ciment de 15 %. La grande teneur en ciment fournissait de meilleures résistances mécaniques, une plus faible conductivité hydraulique et des meilleures résistances face aux altérations, ce qui produisait un meilleur piège hydraulique. Par contre, ce comportement indique aussi que le chrome était beaucoup plus mobile que les autres éléments métalliques du projet.

D'ailleurs, dès la contamination des sols, il a été noté que le trioxyde de chrome s'était entièrement dissous dans l'eau et avant le traitement par S/S au ciment, notamment en lui donnant une teinte jaunâtre. En effet, la grande mobilité du chrome hexavalent (Cr^{6+}), tel que retrouvé dans le trioxyde de chrome, en fait un composé difficile à traiter par une simple S/S au ciment (USEPA, 1993). Tel que le démontre la courbe générale de masse lixiviée d'un oxyanion fonction du pH à la figure 4.2, la solubilité est généralement à son maximum en milieu très alcalin, comme dans un monolithe de sols traités par S/S au ciment. Il s'agit de la raison principale pour laquelle il est plutôt recommandé de réduire préalablement le chrome hexavalent en chrome trivalent (Conner, 1997), un cation dont la mobilité est plus facilement gérable en milieu alcalin.

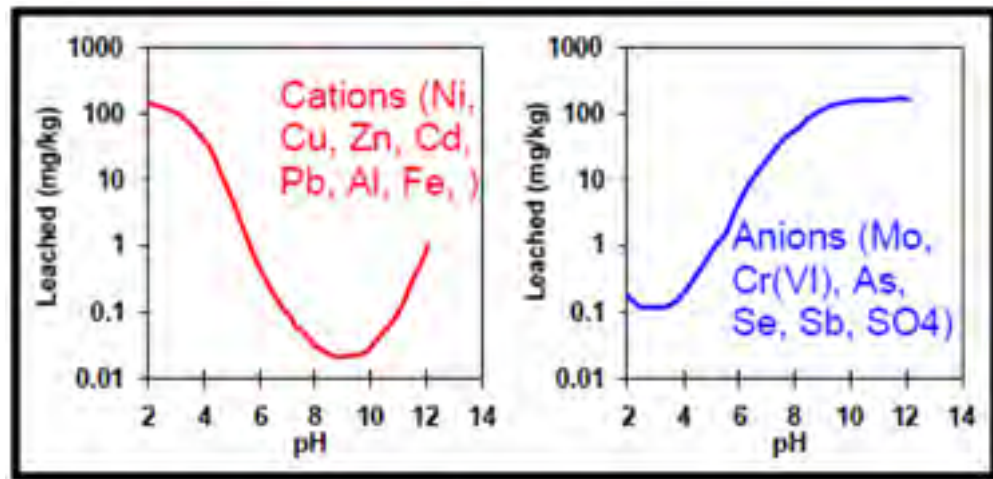


Figure 4.2 Comportement général de la lixivibilité de divers composés cationiques et anioniques en fonction du pH
Tirée de Van Der Sloot et Dijkstra (2004, p. 10)

Toujours en observation la courbe générale d'un élément anionique, on constate une baisse de lixiviation avec l'acidification du monolithe, ce qui explique le phénomène de précipitation qui a permis de mieux immobiliser le chrome au sein du mélange C15CC0 suite au phénomène de carbonatation causé par les cycles de séchage/mouillage. Cette carbonatation a abaissé le pH des monolithes entre 10,2 et 10,9, ce qui a eu pour effet de précipiter du chrome puisque celui-ci y a moins lixivié que dans les échantillons de contrôle non altérés (pH entre 11,6 et 11,9). Par contre, bien que des pH similaires aient été obtenus pour les mélanges C20, aucune distinction n'a été notée par rapport aux échantillons de contrôle, fort probablement en raison de la conductivité hydraulique plus faible et des meilleures résistances mécaniques des échantillons en général (meilleur piège hydraulique).

4.3.3 Cuivre et zinc

Pour le cuivre et le zinc, la teneur en ciment et les altérations physiques n'ont eu très peu d'impacts sur la lixivibilité des métaux. Seuls les échantillons altérés par des cycles de séchage/mouillage ont présenté des indices de lixivibilité plus faibles par rapport aux échantillons de contrôle, bien que cette différence ne varie que de 0,2 à 0,4 unité. À première vue, il s'agirait donc d'une réaction face aux altérations chimiques puisque les échantillons

très altérés physiquement par les cycles de gel/dégel non pas présenté de telles baisses. L'hypothèse principale est une dissolution plus accrue des oxydes de cuivre et de zinc dans des solutions un peu moins alcalines, soit entre 9,9 et 10,9 de pH. Les séries de contrôle ont plutôt présenté des pH variant entre 10,9 et 11,9.

Toutefois, dans une étude réalisée par Olmo *et al.* (2003), une courbe expérimentale de solubilité de l'oxyde de zinc en fonction du pH a été obtenue, telle que présentée à la figure 4.3. Selon l'interprétation de cette courbe en fonction des résultats obtenus dans le cadre du projet, les échantillons altérés par les cycles de séchage/mouillage (pH entre 10 et 11) auraient dû moins lixivier que les échantillons de contrôle (pH entre 11 et 12), alors que l'inverse s'est produit.

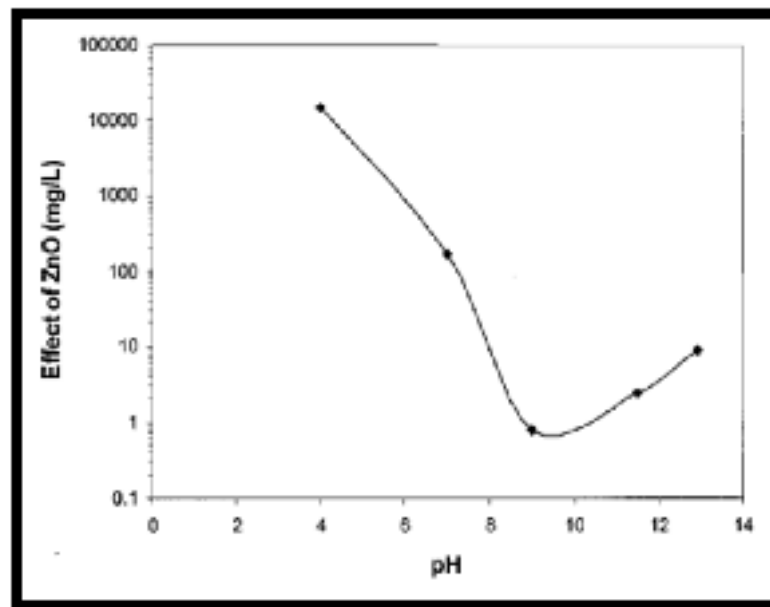


Figure 4.3 Solubilité de l'oxyde de zinc en fonction du pH
Tirée de Olmo *et al.* (2003, p. 536)

On ne peut donc pas conclure avec certitude sur la base de cette courbe que la dissolution est un mécanisme de relargage. Une hypothèse serait que la courbe actuelle de solubilité de l'oxyde de zinc serait légèrement déphasée vers la droite, plus ou moins au niveau des valeurs de pH des échantillons de contrôle. Ainsi, les pH des échantillons altérés par les

cycles de séchage/mouillage seraient localisés dans la partie gauche de la courbe où l'on note une augmentation de la solubilité avec une baisse du pH. D'ailleurs, Olmo *et al.* (2003) indiquent que la solubilité de l'oxyde du zinc semble dépendre de la composition des monolithes et des interactions avec d'autres composés présents dans leurs mélanges. En ce qui concerne le cuivre, les figures 4.2 et 4.3 portent également à soupçonner un déphasage de la courbe de solubilité, tout comme le zinc.

Somme toute et malgré les altérations subies, les faibles variations des indices de lixivibilité du cuivre et du zinc indiquent que ces métaux sont tout de même bien immobilisés au sein des monolithes, et ce, même si le zinc est l'élément trace qui a présenté les indices les plus faibles, soit entre 10,4 et 10,9. Ces valeurs respectent le seuil minimal de 9 exigé par le MDDEP pour un traitement *in situ*.

4.4 Efficacité des essais à simuler l'altération de sols traités par S/S

La mesure des altérations par les différents essais de contrôle démontre que les essais de durabilité peuvent être efficaces pour générer des altérations et qu'il est possible de les contrôler dans une certaine mesure. Toutefois, les essais de résistances aux cycles de gel/dégel et séchage/mouillage ont d'abord été utilisés pour altérer physiquement les monolithes. À ce niveau, seuls les essais de résistances aux cycles de gel/dégel ont engendré des baisses notables de résistance à la compression et de conductivité hydraulique par rapport aux échantillons de contrôle. Ces baisses sont attribuables aux fissures causées par l'expansion de l'eau lorsqu'elle gèle dans les pores des monolithes.

En ce qui concerne les cycles de séchage/mouillage, l'effet est plutôt mitigé puisque la plupart des impacts semblent principalement attribuables aux altérations chimiques. D'ailleurs, les résultats de la mesure des pH des eaux de trempage illustrent bien l'impact du nombre de cycle de séchage/mouillage sur les monolithes. Plus les échantillons subissaient de cycles, plus ils s'acidifiaient par un phénomène de carbonatation causé par le flux d'air et de dioxyde de carbone des périodes de séchage. Cette carbonatation n'a donc pas été

observée pour les échantillons soumis aux cycles de gel/dégel. Ainsi, pour tous les mélanges du projet, le séchage/mouillage n'a pas causé les altérations physiques espérées, soit des fissures dues au retrait lors des périodes de séchage. Il est possible que le nombre de cycles ait été tout simplement insuffisant et que des altérations mesurables auraient été observées après 50 ou 100 cycles. Toutefois, cette quantité de cycle engendre un délai plutôt déraisonnable pour la formulation d'un procédé efficace de S/S au ciment en laboratoire.

De plus, cette situation ne signifie pas non plus que l'essai de résistance aux cycles de séchage/mouillage ne constitue pas une bonne méthode pour altérer physiquement des échantillons, mais seulement qu'elle n'était pas efficace pour le type de procédé conçu dans le cadre du projet. Possiblement que ce type d'essai aurait été plus efficace en présence de monolithes aux sols plus silteux ou argileux, car les particules fines sont plus susceptibles aux changements de volume causés par gonflement et retrait.

En effet, chaque formulation de S/S est unique. Ainsi, les résultats obtenus ne s'appliquent qu'aux conditions spécifiques auxquels les échantillons ont été soumis. La modification d'un seul paramètre, des matériaux utilisés aux essais en laboratoire, aurait un impact direct sur les résultats. Le but de ce projet n'était pas de créer protocole expérimental applicable à une formulation de S/S d'un projet en particulier, mais d'établir les prémices d'une méthodologie qui permettrait aux concepteurs de simuler en laboratoire des dégradations causées à long terme sur une courte période.

Dans cette optique, le choix des essais de durabilité développés pour les bétons de type sol/ciment (normes ASTM C559-03 et C560-03) et les modifications apportées aux normes se sont avérées plutôt judicieuses. L'utilisation de moules cylindriques de 50 mm par 100 mm était bien adaptée aux essais de durabilité et a permis la réalisation de plusieurs autres essais de contrôle par la suite. Rappelons que les dimensions des échantillons devaient leur permettre d'être altérés intégralement dans un temps raisonnable, tout en conservant des dimensions géométriques mesurables. D'ailleurs, malgré les problèmes rencontrés lors de l'essai de résistance aux cycles de gel/dégel en milieu immergé (ASTM C1262-08), ce

dernier ne devrait pas être à proscrire pour altérer des monolithes puisque le comportement de chaque monolithe de sols traités par S/S est différent et inhérent à chaque formulation unique.

Un autre test est aussi envisageable pour altérer physiquement et rapidement les monolithes de même taille. En connaissant leur résistance à la compression, des échantillons pourraient être soumis à des cycles de chargement équivalents à une fraction de leur charge ultime. Ce type d'essai est fréquemment utilisé pour évaluer la résistance à la fatigue de certains matériaux. Cette méthode aurait comme avantage d'être plus rapide et efficace pour fissurer les monolithes avec un minimum d'altération chimique.

Dans un autre ordre d'idée, il pourrait être aussi intéressant d'étudier davantage la diffusion des contaminants d'un monolithe suite à une altération physique extrême, telles celles causées par les cycles de gel/dégel en milieu immergé. En effet, il a été observé que malgré la désagrégation partielle des monolithes et des pertes de masse pouvant aller jusqu'à 32 %, très peu d'impacts ont été mesurés sur la lixivabilité du cadmium, cuivre, plomb et zinc. Le broyage d'un monolithe pourrait peut-être représenter une altération physique extrême où un monolithe aurait perdu toute intégrité structurale. Tout comme les essais de résistance à la fatigue mentionnés précédemment, cette manipulation aurait comme avantage d'être très rapide et si le diamètre des particules est bien contrôlé lors du broyage, elles pourraient être soumises à un essai de diffusion.

4.5 Efficacité des essais à mesurer l'altération de sols traités par S/S

En somme, la mesure indirecte de la présence d'altérations physiques (fissures) par l'essai de résistance à la compression a été bien plus efficace et rapide que l'essai de conductivité hydraulique ou la mesure des pertes de masse suite aux essais d'altération. Pour l'essai de conductivité hydraulique, les essais étaient trop longs à réaliser sur plusieurs échantillons simultanément et pour les pertes de masse suite aux essais d'altération, elles n'étaient pas représentatives des altérations subies au cœur.

Par contre, tel que constaté lors des essais de séchage/mouillage, la mesure indirecte de la présence de fissures par l'évolution d'autres paramètres physiques peut s'avérer peu précise si les altérations ne sont pas assez importantes. Pour plus de précision, l'utilisation d'un microscope optique, d'un microscope à balayage électronique, d'un détecteur de fissures à ultrasons ou à d'un détecteur de fissures à rayon X aurait peut-être permis d'identifier des microfissures sur les monolithes. Toutefois, tout comme la mesure des pertes de masse, les fissures identifiées en surface des monolithes ne seraient peut-être pas représentatives de la situation au cœur de l'échantillon. Il faudrait alors tailler les échantillons, ce qui pourrait causer davantage de fissures.

Ainsi, en tenant compte de ces observations, la méthodologie la plus efficace pour simuler en laboratoire des dégradations causées à long terme sur une courte période serait de soumettre des monolithes frais à des essais altérants, de mesurer ensuite l'impact de ces altérations sur la lixivibilité des contaminants et de confirmer la présence d'altérations par des essais de résistance à la compression. Cette méthodologie permettrait aussi de réduire grandement la durée du protocole expérimental. Par exemple, si la perméabilité des monolithes le permet, réaliser les cycles de gel/dégel ou de séchage/mouillage en 24 h plutôt qu'en 48 h permettrait même de terminer le protocole expérimental après 28 jours (7 jours de cure, 12 jours d'altération, 5 jours pour l'essai de diffusion), soit l'âge à laquelle un béton de ciment normal atteint généralement 80 % de sa résistance maximale finale (Tremblay, 1983).

Finalement, les résultats obtenus suite aux altérations physiques montrent qu'une conductivité hydraulique plus élevée (mélanges C15) ou de mauvaises résistances aux cycles d'altération (séries GD12) ne sont pas nécessairement signe d'une mauvaise immobilisation des contaminants. Dans tous les cas, les indices de lixivibilité sont toujours demeurés au-delà de la limite minimale exigée par le MDDEP, et ce, même si d'autres paramètres physiques n'étaient pas conformes. L'USEPA considère d'ailleurs que la conductivité hydraulique et la résistance aux cycles d'altération ne constituent pas nécessairement des paramètres critiques si les contaminants sont bien stabilisés dans le monolithe (USEPA, 1989).

CONCLUSION

La stabilisation/solidification (S/S) au ciment est une technique de traitement qui vise à traiter des contaminants difficilement ou non dégradables en les confinant chimiquement et physiquement dans les sols. Plutôt que de les éliminer dans un site d'enfouissement, cette technique permet de laisser les sols traités sur le site d'origine si les risques de migration sont bien contrôlés. Ce contrôle est appliqué par la réalisation d'un ensemble de méthodes et d'essais permettant d'évaluer la performance du traitement par S/S, tant sur le plan chimique que physique. Toutefois, ces méthodes et essais sont appliqués sur des échantillons frais de sols traités et aucun protocole de méthodes et d'essais existant ne permet explicitement d'évaluer la performance physico-chimique du procédé à long terme en laboratoire.

Dans le but de présenter les prémices d'une telle méthodologie, cette étude a porté sur l'évaluation de l'impact d'une altération physique par gel/dégel ou par séchage/mouillage sur les propriétés physico-chimiques de monolithes de sols contaminés par des éléments traces métalliques et traités par S/S au ciment.

Deux programmes expérimentaux ont ainsi été mis sur pied. Le premier a d'abord établi les variables permettant la réalisation de l'étude : altération physique par gel/dégel et séchage/mouillage, 3, 6 ou 12 cycles d'altération, des teneurs en ciment de 15 et 20 % pour traités des sols contaminés par S/S et finalement, la présence ou non d'une teneur de 5 % de carbonate de calcium dans des sols contaminés par des oxydes de cadmium, de chrome, de cuivre, de plomb et de zinc. Puis, le second programme expérimental visait à obtenir la résistance à la compression, la conductivité hydraulique et l'indice de lixivabilité des contaminants de chacun des monolithes de sols traités par S/S suite aux altérations.

Dans la mesure de l'impact de l'altération physique sur les paramètres physiques, les résultats obtenus suite aux essais en laboratoire varient surtout selon la méthode d'altération utilisée. D'abord, l'altération physique causée par les cycles de gel/dégel a clairement réduit la résistance à la compression des monolithes suite à la formation de fissures. Par exemple, la

série C15CC0-GD12 a présenté la plus importante baisse de résistance, soit en moyenne 33 % par rapport à la série C15CC0-C. Cet essai de contrôle s'est d'ailleurs montré le plus efficace pour constater l'impact de l'altération physique sur l'intégrité structurale des monolithes. En effet, alors qu'une baisse importante a été notée pour la résistance à la compression, les pertes de masse suite aux cycles de gel/dégel en milieu humide étaient négligeables. Cette situation s'explique du fait que l'apparition de fissures au cœur des monolithes ne se répercute pas sur les pertes de masses, lesquelles sont causées seulement en superficie. Par contre, les cycles de gel/dégel en milieu immergé ont aussi démontré qu'ils pouvaient être très agressifs en désagrégeant près du tiers des monolithes après seulement 3 cycles, mais cette altération extrême n'a pas permis de soumettre les échantillons au reste du protocole expérimental. Finalement, en ce qui concerne les conductivités hydrauliques, celles-ci étaient beaucoup trop faibles pour permettre leur mesure sur tous les échantillons, mais une baisse a tout de même été notée pour les échantillons des séries GD12.

Pour ce qui est des échantillons altérés par les cycles de séchage/mouillage, l'impact sur les paramètres physiques a été presque nul, soit aucune différence notable et concluante par rapport aux échantillons de contrôle. Il a d'ailleurs été avancé que le nombre de cycles d'altération était peut-être insuffisant pour altérer physiquement les échantillons dans les conditions expérimentales du projet.

Ensuite, l'altération physique n'a pas automatiquement engendré une augmentation de la lixivibilité des contaminants traces métalliques. Une augmentation découlant de la fissuration de la matrice des échantillons n'a été observée clairement que pour le chrome et seulement suite aux cycles de gel/dégel. À l'exception de la série C20CC5-GD12 ayant présenté des résultats similaires à la série de contrôle, toutes les autres séries GD3 et GD12 ont présenté des indices de lixivibilité inférieurs de 0,4 à 0,8 unité par rapport aux séries de contrôle correspondantes. De plus, le chrome est le seul élément trace métallique ayant été clairement influencé par la teneur en ciment plus élevée, laquelle a engendré une plus faible conductivité hydraulique, de meilleures résistances mécaniques et donc un meilleur piège hydraulique. Chaque série des mélanges C15CC0 et C15CC5 a présenté un indice de

lixiviabilité plus petit de 1 à 2 unités que celui de leur série correspondante des mélanges C20CC0 et C20CC5, et ce, toutes séries confondues. Le cadmium est le seul autre élément trace métallique à avoir été affecté par l'altération physique causée par le gel/dégel, et ce, de manière assez faible et pour seulement deux séries GD3. Ainsi, même face au cas d'altération physique extrême causé par les cycles de gel/dégel en milieu immergé, la lixiviabilité du plomb, du cuivre et du zinc n'a été aucunement affecté. Pourtant, les échantillons de cette série présentaient des faiblesses structurales très importantes, ce qui aurait dû favoriser la lixiviation des métaux hors des monolithes puisque le piège hydraulique était compromis.

Pour ce qui est des altérations physiques causés par les cycles de séchage/mouillage, peu de conclusion ont pu être tirées bien que d'avantages d'impacts aient été notés. Le problème est qu'il était particulièrement difficile de distinguer si les différences d'indices de lixiviabilité étaient causées par des altérations physiques (fissuration) ou des altérations chimiques (carbonatation), tout en considérant que les résultats des essais de contrôle n'ont pas été très concluants dans la mesure de l'altération physique. En effet, les relevés du pH lors de l'essai de diffusion ont montré des baisses significatives du pH des eaux de trempage pour les monolithes soumis aux cycles de séchage/mouillage, soit de l'ordre de 0,77 et 1,45 unité et proportionnelles au nombre de cycles. Cette altération chimique est attribuable au contact des échantillons au flux d'air (CO_2) lors des périodes de séchage des échantillons, lequel crée un phénomène de carbonatation lorsqu'il entre en contact avec l'eau des monolithes et l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) du ciment Portland. En prenant par exemple le mélange C15CC0, les indices de lixiviabilité du chrome ont été plus élevés que les échantillons de contrôle, ce qui signifie que la baisse de pH a permis de mieux immobiliser le chrome par un phénomène de précipitation. Dans le cas du cuivre et du zinc par contre, une légère baisse des indices de lixiviabilité a été notée et il n'a pas été possible de déterminer avec certitude si elle provenait de la fissuration de la matrice ou d'une dissolution suite à la carbonatation.

De manière plus générale, le cadmium et le plomb sont les éléments qui ont le moins lixivié malgré leurs concentrations les plus élevées, et ce, peu importe les altérations subies. L'insolubilité des oxydes de cadmium et de plomb dans les eaux alcalines de l'essai de diffusion a été soulevée comme hypothèse aux résultats obtenus. Pour le chrome, bien que le mécanisme principal d'immobilisation semble avoir été l'encapsulation par formation d'un piège hydraulique, un phénomène possible de précipitation a été noté suite à la carbonatation des monolithes, mais seulement au sein du mélange C15CC0. Finalement, pour le cuivre et le zinc, seuls les échantillons altérés par des cycles de séchage/mouillage ont présenté des indices de lixivabilité plus faibles par rapport aux échantillons de contrôle. Il s'agirait donc d'une dissolution plus accrue des oxydes de cuivre et de zinc dans des solutions moins alcalines.

Bref, l'altération physique peut avoir un impact négatif sur le comportement physico-chimique de certains éléments traces métalliques présents dans des sols contaminés et traités par S/S au ciment, tel que constaté pour le chrome. Le protocole expérimental utilisé dans le cadre de cette étude pourrait donc représenter un outil additionnel intéressant pour étudier le comportement à long terme des monolithes face à ces altérations, et ce, dans un délai raisonnable pour la formulation d'un procédé efficace de S/S au ciment. La méthodologie la plus efficace serait de soumettre des monolithes frais à des essais altérants, de mesurer ensuite l'impact de ces altérations sur la lixivabilité des contaminants et de confirmer la présence d'altérations par des essais de résistance à la compression.

Bien que l'essai de résistance aux cycles de gel/dégel basé sur la norme ASTM D560-03 s'est avéré le plus efficace pour altérer physiquement les monolithes du projet sans détruire les échantillons, le choix des essais altérants devrait se faire en fonction du comportement des monolithes et des critères de performance établis par les concepteurs. Selon les objectifs visés, il est important de noter que l'utilisation des cycles de séchage/mouillage comme mode d'altération physique impliquera une altération chimique, ce qui peut compliquer l'interprétation des résultats.

RECOMMANDATIONS

En fonction des résultats obtenus dans le cadre du projet, des pistes expérimentales ont été considérées afin de poursuivre l'étude de l'évolution physico-chimique des sols contaminés par des éléments traces métalliques et traités par S/S au ciment :

- l'évaluation des mécanismes d'immobilisation ou de relargage des contaminants suite à l'essai de diffusion a souffert de l'absence des courbes de solubilité des métaux en fonction du pH. Il existe dans la littérature scientifique plusieurs courbes déjà établies pour certains composés chimiques, notamment certains hydroxydes métalliques. Pour un projet de recherche, le choix des contaminants pour une contamination artificielle de sols devrait plutôt être orienté par la disponibilité de ces courbes si les ressources ne permettent pas de les évaluer;
- le trioxyde de chrome s'est avéré très efficace pour étudier les effets des altérations sur la lixivabilité des monolithes de S/S en raison de sa solubilité très élevée. L'utilisation à la base de composés chimiques solubles dans l'eau afin de contaminer artificiellement des sols permet d'amplifier les effets lors des essais de diffusion. À première vue, l'oxyde de baryum et le pentoxyde d'arsenic pourraient aussi être de bons candidats (Patnaik, 2003);
- d'autres tests pourraient être utilisés pour altérer physiquement et rapidement les monolithes avant de les soumettre aux essais de diffusion. En connaissant leur résistance à la compression, des échantillons pourraient être soumis à des cycles de chargement équivalents à une fraction de leur charge ultime. Ce type d'essai est fréquemment utilisé pour évaluer la résistance à la fatigue de certains matériaux. Les échantillons pourraient également être broyés à un diamètre précis, ce qui pourrait représenter une altération physique extrême où un monolithe aurait perdu toute intégrité structurale. Dans les deux cas, les manipulations auraient comme avantage d'être réalisables en une seule journée;
- afin de confirmer la présence d'altération physique, l'utilisation d'un microscope optique, d'un microscope à balayage électronique, d'un détecteur de fissures à ultrasons ou à d'un détecteur de fissures à rayon X pourraient être utilisés afin d'identifier des microfissures en surface sur les monolithes.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abdoveis, Jahangir M. 2003. « An Examination of Concrete Durability ». Oklahoma, Massachusetts Institute of Technology, 82 p.
- ACI Symposium on Permeability of Concrete. 1988. *Permeability of concrete*. ACI Publication SP-108. Detroit, MI, 225 p.
- Association canadienne du ciment. 2010. « Types de ciment portland ». En ligne. <http://www.cement.ca/index.php/fr/Fabrication_durable/Types_de_ciment_portland.html>. Consulté le 4 février 2012.
- Brown, Richard J. C., Rachel E. Yardley, Andrew S. Brown et Martin J. T. Milton. 2004. « Sample matrix and critical interference effects on the recovery and accuracy of concentration measurements of arsenic in ambient particulate samples using ICP-MS ». *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, vol. 19, n° 5, p. 703-705.
- Conner, J.R. 1997. *Guide to Improving the Effectiveness of Cement-Based Solidification/Stabilization*. PCA EB211. Skokie, IL, 56 p.
- Conner, Jesse R., et Steve L. Hoeffner. 1998a. « A critical review of stabilization/solidification technology ». *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, vol. 28, n° 4, p. 397-462.
- Conner, Jesse R., et Steve L. Hoeffner. 1998b. « The History of Stabilization/Solidification Technology ». *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, vol. 28, n° 4, p. 325 - 396.
- Cooper, C. M., et S. Testa III. 2001. « A quick method of determining rock surface area for quantification of the invertebrate community ». *Hydrobiologia*, vol. 452, n° Compendex, p. 203-208.
- Deschamps, T., M. Benzaazoua, B. Bussière, T. Belem, M. Mbonimpa, P. Boudes, G. Belem, B. Sarrasin, C. Figuière et Cbrm Ratriomoarivony. 2006. « Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels ». *VertigO - la revue électronique en sciences de l'environnement*. En ligne. Vol. 7, n° 2. <<http://vertigo.revues.org/index2171.html>>.
- Federal Remediation Technologies Roundtable. 2007. « The Remediation Technologies Screening Matrix ». En ligne. <<http://www.frtr.gov/scrntools.htm>>. Consulté le 4 février 2012.

- González, I., et G. W. Scherer. 2006. « Evaluation the potential damage to stones from wetting and drying cycles ». In *Measuring, Monitoring and Modeling Concrete Properties*, sous la dir. de Konsta-Gdoutos, Maria S., p. 685-693. Netherlands: Springer.
- Gouvernement des États-Unis. 1976, à jour au 23 février 2012. *Resource Conservation and Recovery Act : 40 USC § 239 to 282* En ligne. Washington (D.C.): Office of the Federal Register. < <http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&tpl=%2Findex.tpl> >. Consulté le 26 février 2012.
- Gouvernement des États-Unis. 1980, à jour au 23 février 2012. *Comprehensive Environmental Response, Compensation, and Liability Act : 42 USC § 9601 to 9675* En ligne. Washington (D.C.): Office of the Federal Register. < <http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&tpl=%2Findex.tpl> >. Consulté le 26 février 2012.
- Gouvernement du Québec. 1972, à jour au 1^{er} février 2012. *Loi sur la qualité de l'environnement : L.R.Q., chapitre Q-2*. En ligne. Québec (Qc.): Éditeur officiel du Québec. < http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/Q_2/Q2.htm >. Consulté le 4 février 2012.
- Gouvernement du Québec. 1997, à jour au 1^{er} février 2012. *Règlement sur les matières dangereuses : c. Q-2, r. 32*. En ligne. Québec (Qc.): Éditeur officiel du Québec. < http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/Q_2/Q2R32.HTM >. Consulté le 4 février 2012.
- Gouvernement du Québec. 2001, à jour au 1^{er} février 2012. *Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés : c. Q-2, r. 18*. En ligne. Québec (Qc.): Éditeur officiel du Québec. < http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/Q_2/Q2R18.HTM >. Consulté le 4 février 2012.
- Gouvernement du Québec. 2003, à jour au 1^{er} février 2012. *Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains : c. Q-2, r. 37*. En ligne. Québec (Qc.): Éditeur officiel du Québec. < http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/Q_2/Q2R37.htm >. Consulté le 4 février 2012.
- Interstate Technology & Regulatory Council. 2011. *Development of Performance Specifications for Solidification/Stabilization : Technical/Regulatory Guidance*. S/S-1. Washington, D.C.: Interstate Technology & Regulatory Council, Solidification/Stabilization Team, 162 p.
- Johnson, R. L., C. D. Palmer et W. Fish. 1989. « Subsurface chemical processes ». In *Transport and Fate of Contaminants in the Subsurface*. (Cincinnati, OH and Ada, OK), p. 41-56. United States Environmental Protection Agency. EPA/625/4-89/019.

- Knox, Robert C., David A. Sabatini et Larry W. Canter. 1993. *Subsurface transport and fate processes*. Boca Raton, FL: Lewis, 430 p.
- Kosson, D. S., H. A. Van Der Sloot, F. Sanchez et A. C. Garrabrants. 2002. « An Integrated Framework for Evaluating Leaching in Waste Management and Utilization of Secondary Materials ». *Environmental Engineering Science*, vol. 19, n° 3, p. 159-204.
- Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs. 1999. *Guide sur la gestion des matières résiduelles traitées par stabilisation et solidification*. 17 p.
- Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs. 2005. « Bilan sur les terrains contaminés ». En ligne. < <http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/bilan2005/Bilan2005-tc.pdf> >.
- Mulder, E., L. Feenstra, J.P. Brouwer, J.W. Frenay et S. Bos. 2005. « Stabilisation/solidification of dredging sludge containing polycyclic aromatic hydrocarbons ». In *Stabilisation/Solidification Treatment and Remediation : Advances in S/S for Waste and Contaminated Land*. (London, UK, Cambridge, 12-13 avril 2005), sous la dir. de Al-Tabbaa, Abir, et Julia A. Stegemann, p. 241-247. A.A. Balkema Publishers.
- Olmo, Ignacio Fernandez, Emilio Chacon et Angel Irabien. 2003. « Leaching Behavior of Lead, Chromium (III), and Zinc in Cement/Metal Oxides Systems ». *Journal of Environmental Engineering*, vol. 129, n° 6, p. 532-538.
- Paria, Santanu, et Pak K. Yuet. 2006. « Solidification-stabilization of organic and inorganic contaminants using portland cement: A literature review ». *Environmental Reviews*, vol. 14, n° 4, p. 217-255.
- Patnaik, Pradyot. 2003. *Handbook of inorganic chemicals*. New York: McGraw-Hill, 1086 p.
- Portland Cement Association. 1992. *Soil-cement laboratory handbook*. Skokie, Ill.: Portland Cement Association, 59 p.
- Rahman, K. S. M., et M. A. V. Murthy. 2005. « Stabilization of chromium by reductase enzyme treatment ». In *Stabilisation/Solidification Treatment and Remediation : Advances in S/S for Waste and Contaminated Land*. (London, UK, Cambridge, 12-13 avril 2005), sous la dir. de Al-Tabbaa, Abir, et Julia A. Stegemann, p. 347-355. A.A. Balkema Publishers.
- Ramachandran, V. S. 1984. *Concrete admixtures handbook : properties, science, and technology*. Park Ridge, NJ: Noyes Publications, 626 p.
- Robitaille, Vincent, et Denis Tremblay. 1997. *Mécanique des sols : théorie et pratique*. Mont-Royal, Québec: Modulo, 652 p.

- Roy, D.M., P.W. Brown, D. Shi, B.E. Scheetz et W. May. 1993. *Concrete Microstructure Porosity and Permeability*, Volume 628. Coll. « Strategic Highway Research Program ». Washington, DC: National Academy of Sciences, 86 p.
- Sanchez, F., C. Gervais, A. C. Garrabrants, R. Barna et D. S. Kosson. 2002. « Leaching of inorganic contaminants from cement-based waste materials as a result of carbonation during intermittent wetting ». *Waste Management*, vol. 22, p. 249-260.
- Spence, Roger D., et Caijun Shi. 2004. *Stabilization and solidification of hazardous, radioactive, and mixed wastes*. Boca Raton, FL: CRC Press, 378 p.
- Stegemann, J. A., et Q. Zhou. 2009. « Screening tests for assessing treatability of inorganic industrial wastes by stabilisation/solidification with cement ». *Journal of Hazardous Materials*, vol. 161, n° 1, p. 300-306.
- Tremblay, Denis. 1983. *Béton de ciment*. Outremont, Québec: Modulo, 274 p.
- United States Environmental Protection Agency. 1989. *Stabilization/Solidification of CERCLA and RCRA Wastes : Physical Tests, Chemical Testing Procedures, Technology Screening, and Field Activities*. EPA/625/6-89/022. Cincinnati, OH, 79 p.
- United States Environmental Protection Agency. 1993. *Technical Resource Document : Solidification/ Stabilization and its Application to Waste Materials*. EPA/530/R-93/012. Washington, DC, 372 p.
- United States Environmental Protection Agency. 2000. *Solidification/Stabilization Use at Superfund Sites*. EPA/542/R-00/010. Washington, DC, 23 p.
- United States Environmental Protection Agency Science Advisory Board. 1999. *Waste Leachability: The Need for Review of Current Agency Procedures*. EPA-SAB-EEC-COM-99-002. Washington, DC, 17 p.
- Van Der Sloot, H. A., et J.J. Dijkstra. 2004. *Development of horizontally standardized leaching tests for construction materials : a material based or release based approach?*, ECN-C--04-060, Energy Research Centre of the Netherlands. Petten, Netherlands, 56 p.

Normes et méthodes consultées

- ANSI/ANS-16.1-2003 American National Standards Institute. 2003. *Measurement of the leachability of solidified low-level radioactive wastes by a short-term test procedure*. Norme nationale américaine, ANSI/ANS-16.1-2003. La Grange Park (IL) : American Nuclear Society, 40 p.

- ASTM C39-05 American Standard for Testing and Materials. 2005. *Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens*. Norme internationale, ASTM C39-05. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM C128-07 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of fine aggregate*. Norme internationale, ASTM C127-07. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM C136-06 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates*. Norme internationale, ASTM C136-06. West Conshohocken (PA) : ASTM, 5 p.
- ASTM C192-07 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard practice for making and curing concrete test specimens in the laboratory*. Norme internationale, ASTM C192-07. West Conshohocken (PA) : ASTM, 8 p.
- ASTM C1262-08 American Standard for Testing and Materials. 2008. *Standard test method for evaluating the freeze-thaw durability of dry-cast segmental retaining wall units and related concrete units*. Norme internationale, ASTM C1262-08. West Conshohocken (PA) : ASTM, 5 p.
- ASTM D422-63 American Standard for Testing and Materials. 1963. *Standard test method for particle-size analysis of soils*. Norme internationale, ASTM D422-63. West Conshohocken (PA) : ASTM, 8 p.
- ASTM D559-03 American Standard for Testing and Materials. 2003. *Standard test methods for wetting and drying compacted soil-cement mixtures*. Norme internationale, ASTM D559-03. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM D560-03 American Standard for Testing and Materials. 2003. *Standard test methods for freezing and thawing compacted soil-cement mixtures*. Norme internationale, ASTM D560-03. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM D698-07 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard test methods for laboratory compaction characteristics of soil using standard effort (12,400 ft-lbf-ft³ (600 kN-m/m³))*. Norme internationale, ASTM D698-07. West Conshohocken (PA) : ASTM, 13 p.

- ASTM D854-06 American Standard for Testing and Materials. 2006. *Standard test methods for specific gravity of soil solids by water pycnometer*. Norme internationale, ASTM D854-06. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM D1140-00 American Standard for Testing and Materials. 2000. *Standard test methods for amount of material in soils finer than no. 200 (75- μ m) sieve*. Norme internationale, ASTM D1140-00. West Conshohocken (PA) : ASTM, 4 p.
- ASTM D1557-07 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard test methods for laboratory compaction characteristics of soil using modified effort (56,000 ft-lbf-ft³ (2,700 kN-m/m³))*. Norme internationale, ASTM D1557-07. West Conshohocken (PA) : ASTM, 13 p.
- ASTM D1632-07 American Standard for Testing and Materials. 2007. *Standard practice for making and curing soil-cement compression and flexure test specimens in the laboratory*. Norme internationale, ASTM D1632-07. West Conshohocken (PA) : ASTM, 6 p.
- ASTM D2216-05 American Standard for Testing and Materials. 2005. *Standard test methods for laboratory determination of water (moisture) content of soil and rock by mass*. Norme internationale, ASTM D2216-05. West Conshohocken (PA) : ASTM, 7 p.
- ASTM D2487-06 American Standard for Testing and Materials. 2006. *Classification of soils for engineering purposes (unified soil classification system)*. Norme internationale, ASTM D2487-06. West Conshohocken (PA) : ASTM, 12 p.
- ASTM D3282-93 American Standard for Testing and Materials. 1993. *Standard practice for classification of soils and soil-aggregate mixtures for highway construction purposes*. Norme internationale, ASTM D3282-93. West Conshohocken (PA) : ASTM, 6 p.
- ASTM D4842-90 American Standard for Testing and Materials. 1990. *Standard test method for determining the resistance of solid wastes to freezing and thawing*. Norme internationale, ASTM D4842-90. West Conshohocken (PA) : ASTM, 4 p.
- ASTM D4843-88 American Standard for Testing and Materials. 1988. *Standard test method for wetting and drying test of solid wastes*. Norme internationale, ASTM D4843-88. West Conshohocken (PA) : ASTM, 4 p.

- ASTM D5084-03 American Standard for Testing and Materials. 2003. *Standard test methods for measurement of hydraulic conductivity of saturated porous materials using a flexible wall permeameter*. Norme internationale, ASTM D5084-03. West Conshohocken (PA) : ASTM, 23 p.
- MA. 200 – Mét. 1.2 Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. 2012. *Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon*. Méthode analytique provinciale, MA. 200 – Mét. 1.2, Rév. 2. Québec (Qc) : Ministère du Développement, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 34 p.