



Élaboration d'un terreau pour la croissance des plantes à partir de résidus de bauxite neutralisés par une matière résiduelle régionale

Par Malek Ouichka

Maitrise présentée à l'Université du Québec à Chicoutimi en vue de l'obtention du grade de maitrise en sciences (M.sc.) en ressources renouvelables

Québec, Canada

© Malek Ouichka, 2026

Résumé

Cette étude s'inscrit dans une démarche d'économie circulaire visant la restauration écologique et durable du site de disposition des résidus de bauxite de la raffinerie Vaudreuil, RioTinto, située au Saguenay–Lac-Saint-Jean. Les résidus de bauxite, sous-produits issus du procédé d'extraction de l'alumine pour la production d'aluminium, se caractérisent par une alcalinité très élevée ($\text{pH} \approx 12$), représentant un facteur limitant à l'établissement de la végétation. L'objectif général du projet est de valoriser ces résidus en développant un substrat fonctionnel à base de résidus de bauxite, formulé à partir de résidus provenant d'industries régionales.

La méthodologie repose sur la neutralisation de résidus de bauxite à l'aide d'un effluent acide issu de la mine Niobec, combinée à l'ajout de boues de papetières comme source de matière organique, afin d'enrichir le substrat en carbone et en azote. Plusieurs formulations résidus de bauxite–effluent acide ont été testées selon différents dosages, et leur performance a été évaluée à partir de paramètres physicochimiques clés, notamment le pH, la conductivité et les éléments susceptibles d'être lixiviés. Les résultats ont mis en évidence une réduction marquée de l'alcalinité, avec un passage d'un pH initial de 12 à un pH proche de 8, compatible avec le développement végétal, qui doit être compris entre 5.5 et 9 selon les standards de restauration. Parmi les dosages étudiés, le dosage de 0.67 mol H^+ /kg de solide s'est révélé être le meilleur compromis entre l'atteinte du pH cible, la maîtrise de la conductivité et la limitation du relargage des éléments lixiviés. Ce dosage a ainsi été retenu comme formulation optimale dans le cadre de cette phase du projet. Cette recherche a le potentiel d'avoir des impacts environnementaux, économiques et sociaux significatifs, offrant un modèle exemplaire pour la gestion de résidus industriels et soulignant l'importance de l'économie circulaire locale et de la préservation de l'environnement dans le secteur industriel.

Mots clés : Résidus de bauxite, effluent acide, Boues de papetières, valorisation, économie circulaire

Table des matières

Résumé.....	ii
Liste des tableaux.....	v
Liste des figures.....	vi
Liste des abréviations.....	vii
Dédicace.....	viii
Remerciements.....	ix
Introduction générale.....	1
Objectifs et hypothèses.....	3
Originalité du projet de recherche.....	5
Chapitre 1 : Étude de la neutralisation des résidus de bauxite et de l'optimisation des capacités neutralisantes.....	7
I. Introduction.....	8
II. Matériel et méthodes.....	10
1. Matériel.....	10
2. Méthodes.....	10
2.1. Caractérisation physicochimique des matières premières.....	10
2.2. Dosage directe des résidus de bauxite et de l'effluent acide.....	12
2.3. Optimisation des paramètres.....	12
2.4. Essai de germination.....	13
III. Résultats.....	15
1. Composition des résidus de bauxite et de l'effluent acide.....	15
1.1. Analyse par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP).....	15
1.2. Lixiviation à l'eau (CTEU-9).....	16
1.3. Conductivité ionique (CI).....	17
2. Dosage direct des résidus de bauxite et de l'effluent acide de Niobec.....	18
3. Méthode de brassage.....	18
4. Choix du dosage d'acide adéquat pour la croissance des plantes.....	20
IV. Discussion.....	21
V. Conclusion.....	24
Chapitre 2 : Formulation d'un technosol issu de résidus industriels et évaluation de ses propriétés chimiques.....	26

I. Introduction	27
II. Matériel et méthodes	29
1. Matériel	29
2. Méthodes.....	30
2.1. Plan d'expérience.....	30
2.2. Protocole expérimental	31
2.3. Analyses chimiques	32
2.4. Biomasse aérienne	34
2.5. Analyses statistiques	34
III. Résultats.....	35
1. Composition chimique des matières premières	35
2. Trèfle.....	36
3. Gazon.....	37
3.1. L'évolution du pH en fonction du temps	37
3.2. L'évolution de la conductivité en fonction du temps	41
3.3. Les éléments lixiviés.....	44
3.4. Biomasse aérienne	56
IV. Discussion.....	57
1. La composition des résidus de bauxite	57
2. La neutralisation des résidus de bauxite	58
3. Comparaison des agents neutralisants : effluent acide vs HCl	61
4. La croissance des plantes	62
5. Détermination du meilleur dosage testé.....	64
V. Conclusion.....	65
Recommandations et perspectives	67
Conclusion générale.....	69
Références.....	71

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition des trois matières premières à savoir les résidus de bauxite, effluent acide et les boues de papetières	16
Tableau 2: Résultats de l'analyse de la composition des résidus de bauxite par ICP.....	17
Tableau 3: Analyse de la conductivité ionique des résidus de bauxite.....	17
Tableau 4: Mesure de pH et de la conductivité de la phase solide et liquide du mélange moyennant une seringue	19
Tableau 5: Plan d'expérience.....	31
Tableau 6: Les anions disponibles par chromatographie ionique d'une CTEU-9 des résidus de bauxite.....	35
Tableau 7: Résultats du modèle linéaire des effets du temps, de la végétation et des interactions sur la variation du pH pour les trois dosages testés	39
Tableau 8: Résultats du modèle global pour les trois dosages testés.....	39
Tableau 9: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la conductivité selon les dosages testés	43
Tableau 10: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration du sodium selon les trois dosages testés	45
Tableau 11: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration du fluor selon les trois dosages testés	49
Tableau 12: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration en chlorure selon les trois dosages testés	51
Tableau 13: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration en sulfate selon les trois dosages testés.....	54

Liste des figures

Figure 1: Courbe de dosage rapide des (a) résidus de bauxite par du HCl 0.5 M et du (b) effluent acide par KOH	18
Figure 2: Évolution du pH pendant 7 jours en utilisant la méthode de brassage par mélange	19
Figure 3: Évolution du (a) pH et de la (b) conductivité de la phase solide des trois dosages testés en fonction du temps.....	20
Figure 4: La croissance du gazon sur le mélange des résidus de bauxite neutralisés en utilisant un dosage de 0.83 mol H ⁺ /kg de solide	21
Figure 5: Plan expérimental en blocs aléatoires utilisé pour la disposition des pots en serre	32
Figure 6: Composition chimique des (a) résidus de bauxite et du (b) effluent acide analysés par ICP	35
Figure 7: Composition chimique des boues de papetières analysé par ICP-AES	36
Figure 8: Évolution du pH du lixiviat en fonction de l'espèce testée pour les dosages 0.67 et 0.83 mol H ⁺ /kg de solide.....	37
Figure 9: Évolution du pH en fonction du temps pour les trois dosages testés	38
Figure 10: Variation du pH en fonction des dosages testées en présence et en absence de végétation.....	40
Figure 11: Comparaison de l'effet du HCl et de l'effluent acide de Niobec sur le pH en présence et en absence de végétation	41
Figure 12: Évolution de la conductivité en fonction du temps pour les trois dosages testés.....	42
Figure 13: Comparaison de la conductivité entre les substrats neutralisés à l'aide de l'effluent acide et ceux neutralisés par le HCl.....	44
Figure 14: Évolution de la concentration en sodium au cours du temps pour les trois dosages testés.....	44
Figure 15: Comparaison de la concentration en sodium relargué entre les différents dosages testés.....	46
Figure 16: Comparaison des concentrations du sodium relargué dans les substrats neutralisés par l'effluent acide et le HCl.....	47
Figure 17: Évolution de la concentration du logarithme du fluor au cours du temps pour les trois dosages testés.....	48
Figure 18: Concentration en fluor en fonction des trois dosages testés.....	50
Figure 19: Comparaison du fluor relargué dans les substrats neutralisés par le effluent acide et le HCl.....	50
Figure 20: Concentration en chlorure au début et à la fin de l'expérience des trois dosages testés du (a) solide, après lixiviation à l'eau, et du (b) lixiviat	52
Figure 21: Concentration en sulfate au début et à la fin de l'expérience des trois dosages testés du (a) solide, après lixiviation à l'eau, et du (b) lixiviat	53
Figure 22: Mesure par ICP de la concentration des éléments relargués, à savoir le (a) Ca; (b) Mg; (c) Na; (d) Al; (e) Fe; (f) P, selon les trois dosages testés des lixiviats	55
Figure 23: Mesure par ICP de la concentration des éléments relargués, à savoir le (a) Ca; (b) Mg; (c) Na; (d) Al; (e) Fe; (f) P, selon la capacité neutralisante testées des solides	56
Figure 24: Évolution de la biomasse aérienne du gazon des substrats neutralisés selon les trois dosages testés, le HCl et la référence (terre noire)	57

Liste des abréviations

RB : Résidus de bauxite
RA : Effluent acide
BP : Boues de papetières
HCl : Acide chlorhydrique
pH : Potentiel hydrogène
CE : Conductivité électrique
Na : Sodium
F : Fluor
Cl⁻ : Ion chlorure
SO₄²⁻ : Ion sulfate
ICP : Plasma à couplage inductif
CI : Chromatographie ionique
CTEU-9 : Test de lixiviation à l'eau (méthode normalisée du Québec)
MRF : Matière résiduelle fertilisante
Al : Aluminium
Fe : Fer
Ca : Calcium
Mg : Magnesium

Dédicace

Je dédie ce mémoire à toutes les personnes qui m'ont soutenue tout au long de ce parcours académique.

À ma famille, pour leur patience, leur confiance et leurs encouragements constants, malgré la distance.

À mon partenaire, Omar, pour son soutien moral, sa compréhension et sa présence tout au long de cette aventure.

À mes amies Abir et Bochra, pour leur écoute sincère, leur amitié et les encouragements qui m'ont portée dans les moments les plus exigeants.

Ce travail est l'aboutissement de votre soutien et de vos encouragements.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma plus sincère gratitude à mon directeur de recherche, Sergio Rossi, pour son encadrement rigoureux, sa disponibilité et la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ce projet. Ses conseils scientifiques, sa vision et son soutien ont été déterminants dans la réalisation de ce mémoire.

Je remercie également ma codirectrice, Véronique Savard, pour son accompagnement, ses commentaires pertinents et son regard critique, qui ont grandement contribué à l'amélioration de la qualité scientifique de ce travail.

Je souhaite remercier chaleureusement nos partenaires industriels, Rio Tinto et Niobec, pour leur collaboration essentielle à la réalisation de ce projet. Mes remerciements s'adressent tout particulièrement à Julie Élise Guérin (Rio Tinto) et à Véronique Décarie (Niobec) pour leur disponibilité, leur expertise et leur engagement tout au long du projet.

Je remercie également Marie Côté, technicienne au CRDA, pour son aide précieuse, son professionnalisme et son soutien technique lors des différentes phases expérimentales.

Je tiens aussi à remercier l'ensemble des personnes ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail, que ce soit par leur aide technique, leurs conseils, leurs échanges scientifiques ou leur soutien moral.

Enfin, je remercie l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) et l'ensemble du personnel impliqué pour le cadre de travail offert et les ressources mises à disposition, qui ont permis la réalisation de ce projet de recherche.

Introduction générale

Dans un contexte mondial de transition vers une économie circulaire, la valorisation des résidus industriels est devenue une priorité stratégique pour de nombreuses industries cherchant à réduire leur empreinte environnementale (Geissdoerfer et al, 2016). Parmi ces résidus, les résidus de bauxite, un sous-produit alcalin généré en grandes quantités lors de la production d'alumine représente un défi majeur de gestion. En 2023, la production mondiale de résidus de bauxite a atteint environ 177,25 Mt, soulevant des défis importants en matière de gestion et de valorisation de ces résidus (AL Circle 2023). À cela s'ajoute le fait que la production d'une tonne d'aluminium peut engendrer jusqu'à deux tonnes de résidus de bauxite, ce qui renforce l'importance de développer des solutions durables pour la gestion de ces résidus (Soto-Montandon *et al.* 2025). La forte alcalinité, la présence de sodium et le risque de lixiviation de contaminants en font un matériau difficile à intégrer dans des boucles de réutilisation (Gräfe *et al.* 2011a).

Ce projet s'inscrit dans les orientations de Rio Tinto visant la fermeture progressive et la restauration des sites de disposition miniers, en accord avec les cadres réglementaires et les bonnes pratiques en vigueur. Dans ce contexte, plusieurs guides, dont le Guide de préparation du plan de réaménagement et de restauration des sites miniers au Québec, encadrent la planification et la mise en œuvre des actions de réhabilitation (Ministère des Ressources naturelles et des Forêts, 2024). À partir des zones fortement dénudées, le plan de restauration prévoit le rétablissement d'un couvert végétal stable et fonctionnel sur

l'ensemble de la surface déposée, conformément aux objectifs de fermeture et de remise en état des sites industriels.

Dans cette optique, le projet repose sur une approche d'écologie industrielle, combinant les résidus de bauxite à d'autres sous-produits régionaux, soit un effluent acide issu de l'industrie du niobium, utilisé comme agent de neutralisation, et des boues de papeteries, utilisées comme matière organique fertilisante.

Plusieurs projets internationaux de restauration utilisant du gypse, de l'eau de mer, du CO₂, des acides inorganiques ou des composts municipaux (Khaitan *et al.* 2009; Rai *et al.* 2017a; Li *et al.* 2018; Pravin Kannan *et al.* 2021) ont été répertoriés, mais sont trop coûteux ou ne conviennent pas à la réalité québécoise. Cette étude mise sur des résidus régionaux disponibles localement, réduisant ainsi les coûts logistiques et l'empreinte carbone.

Objectifs et hypothèses

L'objectif général de ce projet est de créer un sol propice à la croissance des plantes en utilisant trois résidus industriels régionaux, soit les résidus de bauxite, l'effluent acide et les boues de papetières.

Trois objectifs principaux structurent ce travail. Premièrement, il s'agit d'évaluer l'efficacité de l'effluent acide en tant qu'agent neutralisant des résidus de bauxite, afin de réduire leur forte alcalinité. Deuxièmement, le projet vise à formuler un substrat stable combinant les résidus de bauxite, l'effluent acide et les boues papetières, ces dernières contribuant notamment à l'apport en matière organique et à l'amélioration des propriétés physiques du sol. Troisièmement, la performance de ce substrat sera testée en conditions de serre à l'aide d'espèces végétales, afin de vérifier sa capacité à soutenir la croissance des plantes. Les analyses porteront principalement sur le suivi du pH, de la conductivité électrique ainsi que sur la lixiviation de certains contaminants, tels que le fluor, le sodium et les chlorures. La production de biomasse végétale sera également évaluée comme indicateur de la qualité du substrat. Ces analyses s'appuieront sur des méthodes reconnues, notamment la lixiviation à l'eau, le plasma à couplage inductif (ICP) et la chromatographie ionique (Cerclet et al. 2023).

Les objectifs définis dans ce projet visent à mettre à l'épreuve plusieurs hypothèses. D'une part, l'effluent acide pourrait permettre une neutralisation efficace des résidus de bauxite, facilitant ainsi leur valorisation. D'autre part, les boues de papetières devraient améliorer les propriétés du substrat et favoriser le développement des plantes. Enfin, certains éléments présents dans l'effluent acide, tels que les orthophosphates, pourraient contribuer à stimuler la croissance végétale. Le substrat obtenu devra également respecter

des critères environnementaux acceptables, notamment en termes de pH et de conductivité, afin d'envisager son utilisation dans des contextes de restauration.

Le chapitre 1 présentera l'évaluation des capacités neutralisantes de l'effluent acide et l'identification des conditions optimales de neutralisation des résidus de bauxite. Le chapitre 2 portera sur la formulation du substrat à partir des trois résidus et sur l'évaluation de ses performances en serre, notamment à travers le suivi des paramètres physico-chimiques et de la croissance végétale.

Originalité du projet de recherche

L'originalité de ce projet repose principalement sur l'approche adoptée pour valoriser plusieurs résidus industriels régionaux dans une logique d'économie circulaire. Dans la littérature, de nombreuses stratégies ont été proposées pour la neutralisation des résidus de bauxite, notamment l'utilisation de l'eau de mer, l'amendement par le gypse, la carbonatation, la neutralisation par des acides minéraux ou encore des approches biologiques telles que la fermentation microbienne (Sj *et al.* 2008; Khaitan *et al.* 2009; Gräfe *et al.* 2011a; Burke *et al.* 2013; Rai *et al.* 2017a; Li *et al.* 2018; Xue *et al.* 2019). Bien que ces méthodes aient démontré une certaine efficacité, elles présentent chacune des limites, notamment en termes de coûts, d'efficacité à long terme ou d'impacts environnementaux (Rai *et al.* 2017a).

Dans ce contexte, le choix d'utiliser un effluent acide issu de l'industrie du niobium comme agent neutralisant constitue un élément innovant de ce projet. Contrairement aux acides minéraux généralement utilisés, cet effluent est un résidu industriel qui peut être valorisé, ce qui permet de réduire l'utilisation de réactifs commerciaux et de s'inscrire dans une logique de symbiose industrielle. Ce type d'approche demeure encore peu documenté dans la littérature, en particulier pour la neutralisation des résidus de bauxite, où les études se concentrent davantage sur des agents conventionnels (Wong et Ho 1988; Cerclet *et al.* 2023).

L'intégration des boues de papeteries constitue également un aspect important de l'originalité de ce projet. Bien que leur utilisation comme amendement organique soit bien documentée, notamment pour améliorer la fertilité des sols et favoriser la croissance des plantes, leur mobilisation dans ce contexte spécifique de valorisation des résidus de bauxite renforce le caractère innovant de l'approche (Faubert *et al.* 2019).

Un autre élément distinctif de ce travail est l'évaluation des propriétés physico-chimiques des substrats et de leur capacité à soutenir la croissance végétale. En effet, plusieurs études se limitent à la caractérisation chimique des résidus traités, sans valider leur fonctionnalité biologique (Rai *et al.* 2017a). Dans ce projet, les essais en serre ont permis de vérifier concrètement le comportement des substrats, notamment à travers la germination et la croissance des plantes, apportant ainsi une validation plus complète de leur potentiel.

Enfin, l'utilisation de résidus provenant d'industries locales du Saguenay–Lac-Saint-Jean confère à ce projet une dimension appliquée importante. Cette approche permet de réduire les distances de transport et de proposer une solution adaptée au contexte régional. Dans l'ensemble, ce travail se distingue par la combinaison de résidus peu étudiée dans la littérature et par son orientation vers une application concrète, ce qui en fait une base intéressante pour le développement de solutions durables de valorisation des résidus industriels.

**Chapitre 1 : Étude de la neutralisation des résidus
de bauxite et de l'optimisation des capacités
neutralisantes**

I. Introduction

La valorisation des résidus industriels, notamment ceux issus du procédé Bayer de production de l'alumine, représente aujourd'hui un enjeu majeur tant sur le plan environnemental que sur celui de la gestion durable des matières résiduelles (Geissdoerfer *et al.* 2017). Les résidus de bauxite générés en grandes quantités, présente une matrice fortement alcaline dont les caractéristiques physico-chimiques limitent considérablement son utilisation directe dans des applications de restauration ou de végétalisation (Poulin. 2005; Gräfe *et al.* 2011a). La recherche de solutions permettant de stabiliser ces résidus et de réduire leur alcalinité est donc essentielle afin de favoriser son intégration dans des approches de valorisation écoresponsables (Rossiter. 2007).

Parmi les stratégies proposées, l'utilisation d'un effluent acide comme agent neutralisant constitue une piste intéressante. En effet, en ajustant les propriétés chimiques, comme le pH et la conductivité, des résidus de bauxite, ce traitement pourrait permettre d'obtenir un substrat plus compatible avec la germination et la croissance des plantes, tout en contribuant à la réduction de l'empreinte environnementale de ces deux résidus. Cependant, l'efficacité de la neutralisation dépend de plusieurs paramètres opérationnels, notamment du mode de brassage utilisé lors du mélange et de la capacité neutralisante de l'effluent acide appliqué (Khaitan *et al.* 2009; Ren *et al.* 2022). Ces paramètres influencent non seulement l'homogénéité des mélanges et la cinétique des réactions acido-basiques, mais aussi la capacité du substrat neutralisé à maintenir dans le temps un pH adéquat pour le développement végétal.

Une optimisation en laboratoire des paramètres influençant la neutralisation constitue une étape essentielle avant toute mise à l'échelle en serre ou au champ. Cette étape permet d'identifier les conditions expérimentales permettant d'obtenir un pH proche de 8 favorable à la croissance de la végétation (Menzies *et al.* 2004). Plus précisément, l'ajustement de la capacité neutralisante est indispensable pour atteindre un pH stabilisé autour de valeurs favorables à la germination, tandis que le mode de brassage peut agir sur l'uniformité du mélange et donc sur la performance du substrat obtenu.

Ce chapitre vise à optimiser les principaux paramètres contrôlant le processus de neutralisation des résidus de bauxite à l'aide d'un effluent acide. Deux facteurs ont été ciblés : (1) le mode de brassage, afin d'évaluer son effet sur l'homogénéité du mélange et l'efficacité des réactions de neutralisation, et (2) le ratio résidus de bauxite : effluent acide, dont l'ajustement permet de déterminer les dosages à tester lors des phases ultérieures en serre. Les travaux présentés ici ont pour objectif d'établir une plage de conditions expérimentales favorables à l'obtention d'un substrat dont les propriétés chimiques sont compatibles avec la germination et la croissance du gazon, espèce végétale utilisée comme indicateur biologique.

L'hypothèse à valider est que le effluent acide permet de neutraliser efficacement l'alcalinité des résidus de bauxite en maintenant un pH proche de 8, valeur retenue comme référence dans le cadre de cette phase exploratoire, (Menzies *et al.* 2004) , tout en produisant, après ajout de boues de papetières, un terreau dont les propriétés sont adéquates pour soutenir la germination et la croissance des plantes. L'optimisation réalisée dans ce chapitre constitue ainsi une étape essentielle du processus global de valorisation, en assurant des conditions expérimentales reproductibles en vue du passage à l'échelle supérieure.

II. Matériel et méthodes

1. Matériel

Les matières sélectionnées pour cette étude proviennent de trois usines régionales du Saguenay–Lac-Saint-Jean, ce qui réduit les distances de transport. Ce choix repose non seulement sur des considérations logistiques, mais également sur les propriétés de ces matériaux, jugées particulièrement intéressantes pour la conception de technosols.

Les résidus de bauxite utilisés dans cette étude provient du processus d'extraction de l'alumine à la raffinerie Vaudreuil de Rio Tinto Saguenay-Lac-Saint-Jean, Arvida, au Québec. La seconde matrice utilisée dans ce projet est prélevée à partir de la mine de niobium canadienne, Niobec, située à Saint-Honoré au Saguenay-Lac-Saint-Jean, Québec, qui sert d'agent neutralisant, grâce à sa teneur en acide chlorhydrique (HCl). De plus, sa teneur en orthophosphates constitue un atout potentiel pour favoriser la croissance des plantes. Le troisième résidu, les boues de papeteries utilisées comme matière organique, provient de l'usine Résolu (maintenant Domtar) située à Alma, Québec, spécialisée dans la fabrication de papier. Toutes les matrices utilisées sont stockées à température ambiante dans des barils ou des chaudières hermétiquement fermés.

2. Méthodes

2.1. Caractérisation physicochimique des matières premières

Une analyse individuelle de chaque matrice a été faite au départ afin de connaître leurs propriétés physicochimiques et d'anticiper les variations de composition lors de leur mélange, en particulier entre les résidus de bauxite et l'effluent acide. En effet, la composition

chimique ainsi que la granulométrie des résidus de bauxite peuvent varier d'une raffinerie à une autre, ce qui justifie cette étape de caractérisation préalable (Snars et Gilkes 2009; Lyu *et al.* 2021; Cercllet *et al.* 2023) . Les résidus de bauxite ont donc été analysés, afin de caractériser leur composition chimique et d'évaluer leur potentiel de neutralisation dans le mélange à l'aide d'un ICP-MS Agilent 7900, produit par l'entreprise Agilent, en utilisant un faisceau de 55 μm , line analysis, 60 secondes d'acquisition, fluence de 5J cm^2 , 15Hz pulsing.

L'attention est portée particulièrement sur les éléments susceptibles d'être lixiviés après la formation du mélange de terreau, ce qui nécessite une évaluation approfondie de chacune des matières. Les résidus de bauxite ont ainsi été soumis au protocole CTEU-9, selon la méthode d'analyse MA.100 – Lix.Com.1.1 (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. 2023). Cette approche vise à quantifier les espèces inorganiques pouvant être lixiviées au contact de l'eau, dans le but d'explorer les possibilités de valorisation des résidus industriels non dangereux. Le protocole d'essai comprend plusieurs étapes : le séchage de l'échantillon à $60\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 heures, suivi d'un broyage puis d'un tamisage à 100 mesh (ou $150\text{ }\mu\text{m}$). Ensuite, 40 g de l'échantillon sont pesés dans une bouteille en plastique ou en verre, puis mélangés à un tampon d'eau à pH 7 de manière à obtenir un rapport solide/liquide de 1:4. Le mélange est agité pendant 7 jours \pm 2 heures à une vitesse d'environ 200 ± 2 tours/minute. Enfin, l'échantillon est filtré sur une membrane de $0.45\text{ }\mu\text{m}$. Les échantillons obtenus sont ensuite analysés à l'aide de deux méthodes : la mesure de la conductivité ionique (CI), permettant d'évaluer la concentration globale des ions en solution, et la spectrométrie par plasma à couplage inductif (ICP), pour une identification précise et quantitative des éléments présents dans le lixiviat (Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. 2023). De même, l'effluent acide a

également fait l'objet d'analyses chimiques. Les échantillons ont été analysés par ICP-MS et les boues de papeteries a été soumise à une analyse élémentaire par spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES).

2.2. Dosage directe des résidus de bauxite et de l'effluent acide

Dans le but de quantifier la basicité des résidus de bauxite et de déterminer la quantité nécessaire pour les neutraliser, un dosage acido-basique direct a été réalisé de manière rapide en utilisant une solution de HCl 0.5 M (Pravin Kannan *et al.* 2021). Des mesures de pH et de conductivité ont été effectuées à chaque ajout de 0.5 ml de HCl afin de tracer la courbe du pH en fonction du nombre de moles de H^+ /kg de solide. Cette courbe permettra de déterminer le nombre de mole de H^+ requise pour atteindre la neutralité par interpolation à $pH = 7$. Le même dosage a été effectué pour l'effluent acide en utilisant l'hydroxyde de potassium, KOH 2M, pour quantifier son acidité (Mou *et al.* 2023).

2.3. Optimisation des paramètres

2.3.1. Méthode de brassage

Deux méthodes de brassage ont été testées afin de déterminer la meilleure à adopter, à savoir la méthode de mélange sur une plaque à plateau et la méthode d'ajout par seringue (Menziez *et al.* 2004). Pour tester la méthode de la seringue, l'effluent acide a été ajouté aux mélanges de résidus de bauxite et la quantité à ajouter a été déterminée en se basant sur la courbe de dosage rapide des deux matrices. Des mesures de pH et de conductivité ont été réalisées à la fois sur le solide (mélange neutralisé) et sur le liquide qui s'est écoulé. Trois répétitions ont été effectuées pour cette méthode de brassage. Dans le cadre où la neutralisation des résidus de bauxite par des acides, tels que le HCl, a été largement documentée, le recours à une

seringue a été retenu afin de garantir un dosage précis et contrôlé des volumes d'acide ajoutés (Rai *et al.* 2017a). Ensuite, la méthode de brassage par mélange a été testée en utilisant le dosage 0.50 mol H⁺/kg de solide. Les deux matrices, c'est-à-dire l'effluent acide et les résidus de bauxite, ont été mélangées et agitées sur un agitateur à plateau pendant 15 min. L'évolution du pH du lixiviat a ensuite été suivie pendant 7 jours.

2.3.2. Effet du dosage d'acide

Afin de déterminer un profil de neutralisation des résidus de bauxite en fonction de la quantité d'effluent acide ajouté, trois proportions de mélange entre les résidus de bauxite et l'effluent acide ont été testées à savoir le 0.20 mol H⁺/kg de solide, le 0.83 mol H⁺/kg de solide et 1.67 mol H⁺/kg de solide. Le choix de ces dosages repose sur l'objectif de maintenir un pH proche de 8, intervalle jugé favorable à la croissance des plantes (Menzies *et al.* 2004) . Pour évaluer la stabilité et l'évolution des mélanges dans le temps, des mesures du pH et de la conductivité électrique ont été effectuées chaque jour sur une période de 10 jours.

2.4.Essai de germination

Sur la surface du substrat sélectionné composé des résidus de bauxite neutralisé avec 0.50 mol H⁺/kg de solide et 25 % de boues de papetières en base humide, ou la proportion a été déterminée en se basant sur les résultats antérieurs obtenus par le doctorant Tobie Cerclet, une quantité de 25 g/m² de semences de gazon, en se basant sur les recommandations du fournisseur, a été semée. Le mélange de semences utilisé était de la marque Botaflora et se composait de fétuque rouge traçante (*Festuca rubra*), d'ivraie vivace (*Lolium perenne*) et de pâturin du Kentucky (*Poa pratensis*). Des pots de 10 cm de diamètre ont été utilisés avec un papier filtre au fond pour empêcher le passage des particules de terreau, afin d'éviter toute

interférence avec les mesures prévues. Étant donné qu'il s'agissait d'un essai préliminaire, la germination a été réalisée sous une lampe, à une température ambiante dans le laboratoire. Cette approche s'inspire de travaux antérieurs où différentes méthodes de neutralisation ont permis la croissance de plantes (Menzies *et al.* 2004). Un test de germination a été réalisé en parallèle disposant 100 graines de semences de gazon sur un papier humidifié. Le papier a été maintenu humide tout au long de l'expérience afin de favoriser la germination. Le nombre de graines germées a été comptabilisé à chaque jour pour évaluer le taux de germination au fil du temps (Rossi *et al.* 2012).

III. Résultats

1. Composition des résidus de bauxite et de l'effluent acide

1.1. Analyse par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP)

Les résultats montrent que l'effluent acide est très riche en métaux dissous, ce qui n'est pas une surprise puisqu'il s'agit d'un rejet provenant d'une étape de lixiviation pour purifier un concentré d'oxyde de niobium (tableau 1). Les éléments en solution retrouvés sont principalement composés de calcium (Ca), de phosphore (P), de magnésium (Mg) et de fer (Fe). D'autres éléments y sont également présents en proportions importantes, notamment le sodium (Na) et l'aluminium (Al), ainsi que plusieurs autres éléments détectés à des concentrations variables, tels que le potassium (K) et le zinc (Zn).

Tableau 1: Composition des trois matières premières à savoir les résidus de bauxite, effluent acide et les boues de papetières

Éléments	Na	Mg	Al	P	K	Ca	Fe	Zn
chimiques								
RA (ppm)	7307.79	75698	5978.80	86994.21	947.69	393643.47	74114.42	46.27
RB (ppm)	72 449.73	315.69	120 622	545.08	468.40	17 018.99	342 369.3	46.28
BP (mg/L)	-	34	56	120	120	250	500	2.9

En outre, les résidus de bauxite se distinguent par des teneurs en Fe, en Al et en Na, comprises entre 342 369.3 et 72 449.73. D'autres éléments sont également présents en plus faibles quantités, notamment le P, le Zn et le Ca. Les résultats de l'analyse chimique des boues de papetières montrent que sa composition est principalement constituée de calcium, de fer, phosphore et potassium qui représentent les éléments majoritaires de cette matrice.

1.2.Lixiviation à l'eau (CTEU-9)

Les résultats analytiques des résidus de bauxite (tableau 2) montrent que le principal élément lixivié à l'eau est le Ca, qui présente la concentration la plus élevée, avec une moyenne de $122,33 \pm 2.082$ mg/L. Le Na et le Mg sont aussi lixiviés, mais ils sont retrouvés en plus faibles concentrations. En plus des éléments analysés en détail, d'autres éléments tels que le cuivre (Cu) et le potassium (K) ont également été détectés, mais à des concentrations très faibles.

Tableau 2: Résultats de l'analyse de la composition des résidus de bauxite par ICP

Éléments	Al	Ca	Fe	Mg	Na	P	Zn
Concentration (mg/L)	7.12	122.33	0.019	11.6	28.83	0.37	0.010
Écart Type	0.142	2.082	0.001	0.100	0.058	0.000	0.001

1.3. Conductivité ionique (CI)

Les résultats montrent une teneur élevée en sulfates (SO_4^{2-}) et en fluor (F) pour les résidus de bauxite. Le chlore (Cl) est présent à une concentration de 21.23 ± 2.15 mg/L, tandis que les nitrates (NO_3^-) atteignent 25 ± 0.45 mg/L. De plus, les résidus présentent une alcalinité marquée avec un pH de 12.21 (tableau 3).

Tableau 3: Analyse de la conductivité ionique des résidus de bauxite

Éléments		Mesurande				pH
		F ⁻	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	
Anions disponibles	Concentration	111.16	21.23	25	289.93	12.21
par CI	(mg/L)					
	Écart type	2.17	2.15	0.45	10.72	0.15

2. Dosage direct des résidus de bauxite et de l'effluent acide de Niobec

Les données obtenues ont permis de tracer une courbe du pH et de la conductivité en fonction du nombre de moles de H^+ ajoutées par kilogramme des résidus de bauxite. La quantité de H^+ requise pour atteindre la neutralité a été estimée à 0.416 mol de H^+ /kg de solide (figure 1a). De même pour l'effluent acide, la molarité de la matrice est estimée à 2.25 mol/kg (figure 1b).

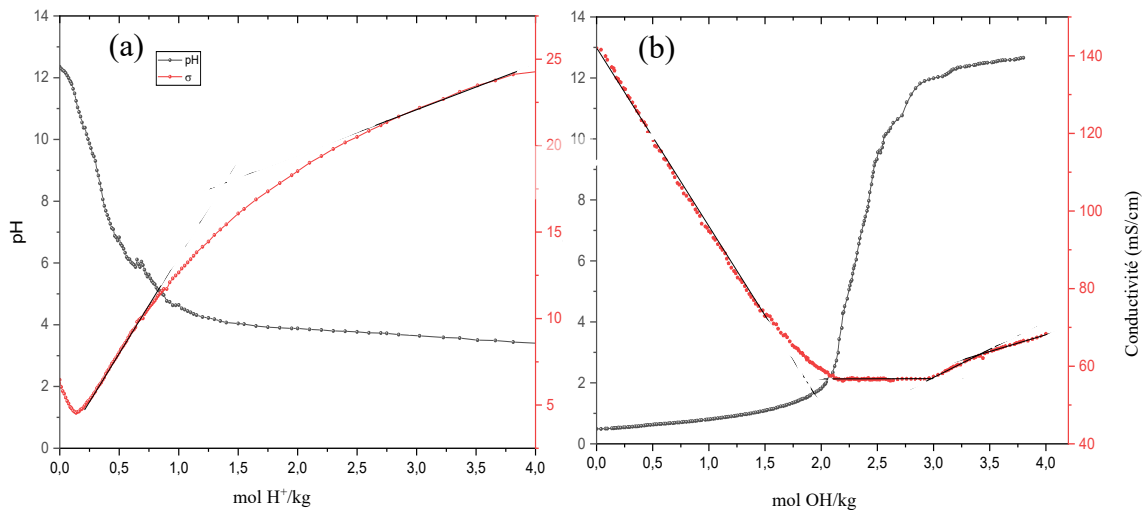


Figure 1: Courbe de dosage rapide des (a) résidus de bauxite par du HCl 0.5 M et du (b) effluent acide par KOH

3. Méthode de brassage

La première méthode testée est celle de l'injection à l'aide d'une seringue. Le pH mesuré du solide est de 7.9 ± 1.94 (tableau 4), tandis que celui du liquide récupéré après percolation à travers le substrat présente des valeurs négatives, avec une moyenne de -0.74 ± 0.01 . Cette

acidité pourrait s'expliquer par un temps de contact insuffisant entre les résidus de bauxite et l'effluent acide introduit par seringue.

Tableau 4: Mesure de pH et de la conductivité de la phase solide et liquide du mélange moyennant une seringue

Échantillons		pH			Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	
Phase	Initial	Solide	Liquide	Solide	Liquide	
Mesure	11.8	7.9	-0.74	16.96	246.87	
Écart type		1.94	0.01	2.179	11.98	

La deuxième méthode, basée sur le brassage du mélange, a donné de bons résultats. En utilisant la capacité neutralisante $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide, le pH au bout de 7 jours s'est stabilisé à 8, ce qui est favorable pour la croissance des plantes (figure 2).

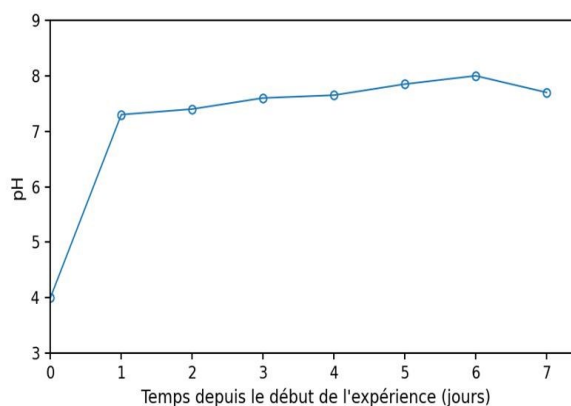


Figure 2: Évolution du pH pendant 7 jours en utilisant la méthode de brassage par mélange

4. Choix du dosage d'acide adéquat pour la croissance des plantes

Avant de semer le gazon sur les substrats neutralisés à différents dosages d'effluent acide, un test de germination a d'abord été réalisé. Ce test a montré un taux de germination de 94 % après 10 jours.

Les trois dosages testés (0.20, 0.83 et 1.67 mol H⁺/kg de solide) ont montré des comportements différents. Le dosage le plus élevé (1.67 mol H⁺/kg de solide) a conduit au pH du lixiviat le moins faible. Par ailleurs, le dosage de 0.83 mol H⁺/kg de solide a également donné un pH proche de 8 (figure 3).

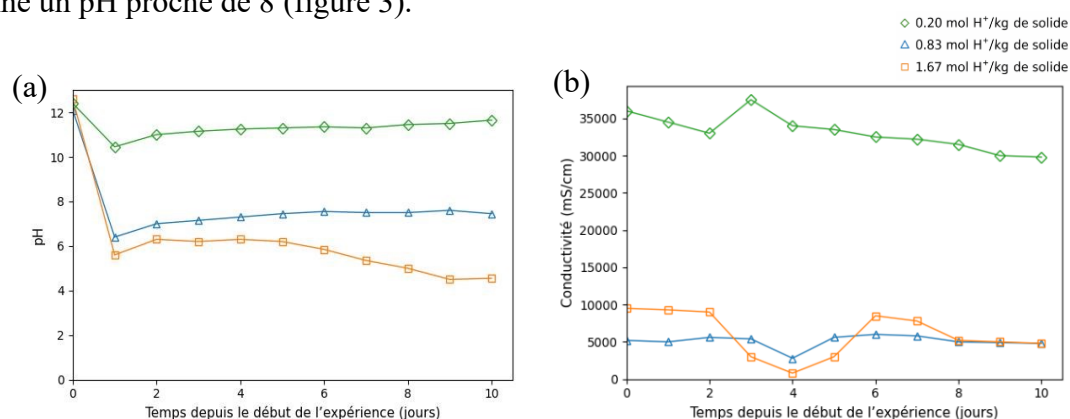


Figure 3: Évolution du (a) pH et de la (b) conductivité de la phase solide des trois dosages testés en fonction du temps

Dans une optique de minimisation de l'utilisation de l'effluent acide, le substrat produit avec un dosage de $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide, a été retenu pour l'ensemencement en gazon puisqu'il a permis la croissance de cette espèce (figure 4).



Figure 4: La croissance du gazon sur le mélange des résidus de bauxite neutralisés en utilisant un dosage de $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide

IV. Discussion

Cette étude avait pour objectif principal d'évaluer l'efficacité de l'effluent acide comme agent neutralisant des résidus de bauxite, tout en vérifiant sa capacité à permettre le développement d'une espèce végétale, telle que le gazon, sur ce substrat formé. Les résultats obtenus montrent que l'utilisation de ce résidu a permis d'abaisser efficacement l'alcalinité des résidus de bauxite et de réguler le pH, de manière comparable aux traitements réalisés avec des acides conventionnels (Wong et Ho 1988). Donc, cet effluent acide peut être une alternative aux acides utilisés, lesquels sont souvent coûteux (Qi 2021). En plus de son

efficacité sur la neutralisation, le traitement a permis de créer des conditions favorables au développement végétal.

La germination et la croissance observées confirment donc l'hypothèse de départ, selon laquelle la neutralisation des résidus de bauxite à l'aide d'un effluent acide peut conduire à l'obtention d'un substrat compatible avec la croissance des plantes.

En plus, l'un des grands avantages de ce projet réside dans la proximité des trois industries impliquées. Leur localisation dans une même région pourrait grandement faciliter la gestion des matières et ça permettrait potentiellement une bonne coordination entre les partenaires. Ce contexte local favorable rend la valorisation des résidus plus simple, plus rapide et plus durable.

Comme indiqué dans la littérature, plusieurs facteurs peuvent influencer la composition des matrices utilisées. Par exemple, la composition des résidus de bauxite peut varier en fonction de la méthode d'extraction de l'alumine utilisée, des conditions de gestion de ce résidu, ainsi que la variabilité géologique de la bauxite puisque chaque gisement peut avoir des caractéristiques différentes (Snars et Gilkes 2009; Rai *et al.* 2017b). Cette variabilité est bien illustrée dans l'étude de Snars et Gilkes (2009), qui montrent que les résidus issus d'un même gisement et traités dans différentes raffineries peuvent présenter des différences en termes de composition minéralogique et chimique. Par exemple, la teneur en Fe, élément responsable de la couleur rouge caractéristique des résidus de bauxite (Khaitan *et al.* 2009), atteint 32.64 % dans les résidus du Brésil, contre seulement 9.05 % dans ceux d'Italie. Cette différence reflète la présence variable de phases minérales telles que l'hématite (Fe_2O_3) et la goethite ($\alpha\text{-FeOOH}$). De même, la teneur en Al varie selon le pays d'origine : 6.52 % pour les résidus de bauxite italiens et 2.83 % pour ceux d'Espagne (Snars et Gilkes 2009). Cela

explique pourquoi le résidu issu de la raffinerie Vaudreuil Arvida, présente une composition différente par rapport à ceux d'autres provenances (Sutar *et al.* 2014). En effet, il se caractérise par une forte teneur en Fe, en Al et en Na, cette dernière étant directement liée au procédé Bayer, qui consiste à digérer la bauxite à l'aide d'hydroxyde de sodium sous haute température et pression (Rai *et al.* 2017b). Comme le résidu de Vaudreuil se distingue des autres résidus de bauxite rapportés dans la littérature et peut varier dans le temps, il est nécessaire de faire une caractérisation chimique avant d'effectuer les mélanges de terreau pour calculer les bons dosages de matières. C'est dans ce contexte qu'une analyse individuelle de chaque matrice a été faite, suivie de l'évaluation de la composition du terreau final, pour mieux comprendre les transformations chimiques ayant lieu lors du processus de neutralisation.

Il existe plusieurs façons d'ajouter ou de mélanger les résidus de bauxite avec l'effluent acide pour assurer sa neutralisation. Pour une neutralisation optimale, il est essentiel que le résidu soit en contact direct avec l'agent neutralisant et qu'il présente une surface d'interaction suffisamment large afin d'améliorer l'efficacité du processus. La méthode de mélange est reconnue par plusieurs auteurs comme la plus adaptée (Menzies *et al.* 2004; Pravin Kannan *et al.* 2021), car elle permet un brassage homogène des composants. C'est donc cette méthode qui a été retenue. Toutefois, d'autres approches ont également été explorées dans la littérature. Par exemple, la neutralisation par colonne et par irrigation dans le cas de l'eau de mer, utilisé comme agent neutralisant (Menzies *et al.* 2004). En plus de la méthode de brassage, le ratio entre les résidus de bauxite et l'effluent acide joue un rôle important dans l'efficacité du processus. Un dosage adéquat, garantissant un apport suffisant en ions H^+ , est essentiel pour neutraliser l'alcalinité du résidu. Un ratio mal ajusté pourrait soit laisser une

partie du résidu non neutralisée, maintenant un pH trop élevé, soit conduire à un excès d'acidité. C'est pourquoi plusieurs recherches ont été menées afin d'identifier les ratios de mélange les plus appropriés (Borra *et al.* 2015). Des études ont souligné l'importance de respecter les recommandations du Conseil australien et néo-zélandais de gestion de l'agriculture et des ressources, qui recommande que la liqueur fortement alcaline soit à un pH inférieur à 9, avec une plage optimale se situant entre 8.5 et 8.9 (Sj *et al.* 2008). Dans un contexte canadien, et plus particulièrement québécois, des critères similaires sont également considérés dans l'encadrement des rejets industriels. À titre d'exemple, la Directive 019 sur l'industrie minière recommande généralement que le pH des effluents se situe dans une plage comprise entre 6 et 9.5, afin de limiter les impacts sur les milieux récepteurs. Ces valeurs garantissent des conditions plus sûres pour les applications environnementales, notamment en matière de végétalisation et de réhabilitation des sites miniers. C'est en s'appuyant sur ces critères que le choix d'un dosage de 0.83 mol H⁺/kg de solide a été retenu dans ce chapitre, car il permet de maintenir un pH proche de 8.

V. Conclusion

Ce premier chapitre a permis d'établir une base pour la compréhension et l'optimisation du processus de neutralisation des résidus de bauxite en vue de leur valorisation. À travers une série d'essais exploratoires menés en conditions de laboratoire, l'étude s'est principalement concentrée sur l'évaluation de différents dosages de rejet acide, en mettant l'accent sur le contrôle du pH, la conductivité et la capacité du substrat à supporter une croissance végétale.

Les résultats obtenus ont mis en évidence une relation étroite entre le dosage appliqué et l'évolution du pH du mélange formé. Parmi les conditions testées, le dosage de 0.83 mol

H⁺/kg de solide s'est distingué comme le plus approprié, permettant d'atteindre et de maintenir un pH autour de 8, une plage généralement reconnue comme favorable au développement de nombreuses espèces végétales. Cette condition a également permis d'observer la germination du gazon dans des essais préliminaires.

Bien que ces premiers essais aient donné des résultats encourageants, ils restent exploratoires et nécessitent des analyses supplémentaires avant toute transposition à l'échelle terrain. En effet, la reproduction et l'application de ces formulations en conditions réelles requièrent une validation approfondie afin de garantir leur efficacité et leur stabilité à long terme.

Ces travaux ouvrent ainsi la voie à plusieurs perspectives, notamment l'évaluation du comportement du substrat en conditions plus proches de la réalité environnementale. Les essais qui seront présentés dans le chapitre suivant porteront sur des dosages inférieurs à 0.83 mol H⁺/kg de solide, dans l'objectif de minimiser l'utilisation de l'effluent acide, et intégreront l'étude de la croissance d'autres espèces végétales. Cela permettra de mieux caractériser la réponse biologique des substrats élaborés, d'en analyser la stabilité à moyen terme et d'optimiser les formulations en vue d'une application future à plus grande échelle.

**Chapitre 2 : Formulation d'un technosol issu de
résidus industriels et évaluation de ses propriétés
chimiques**

I. Introduction

Au cours des dernières années, la valorisation des résidus de bauxite dans des projets de restauration écologique est devenue un enjeu majeur, notamment en raison des quantités considérables générées par le procédé Bayer et des défis environnementaux liés à leur gestion (Snars et Gilkes 2009; Gräfe *et al.* 2011a). En effet, la production d'une tonne d'aluminium peut générer jusqu'à deux tonnes de résidus de bauxite, ce qui accentue l'ampleur de ce flux de résidus et renforce la nécessité de développer des solutions durables pour leur gestion (Le Comité français de l'UICN, 2024). De nombreuses études ont démontré que, malgré leur forte alcalinité et leur teneur élevée en sodium, ces résidus peuvent être transformés en substrats utilisables après neutralisation dans différents domaines, entre autres, leur intégration comme supports potentiels pour la végétation (Klauber *et al.* 2011). Mais l'utilisation de ces substrats dans des projets de restauration écologique nécessite de vérifier leur capacité à soutenir efficacement le développement d'une végétation (Menzies *et al.* 2004). Si la phase d'optimisation préalable a permis d'ajuster certaines conditions de neutralisation, la performance réelle de ces substrats doit être évaluée en présence de plantes en conditions contrôlées, car leur comportement physico-chimique peut évoluer lors de l'interaction avec la végétation. La mise en place d'un dispositif expérimental en serre constitue ainsi une étape essentielle pour valider le potentiel écologique de ces matériaux dans un environnement contrôlé avant leur application sur le terrain (Cerclet *et al.* 2023).

Dans cette optique, ce chapitre vise à étudier la réponse de substrats neutralisés soumis à la croissance de deux espèces herbacées : le gazon et le trèfle. Ces espèces ont été sélectionnées pour leur capacité à agir comme plantes pionnières dans des milieux perturbés, en facilitant la stabilisation du sol. L'évaluation de la performance des mélanges a été réalisée à travers

un suivi combinant des mesures de croissance végétale et l'analyse des paramètres physico-chimiques, tant dans le substrat soumis à une lixiviation à l'eau, que dans les liquides lixiviés. L'évolution du pH, de la conductivité et de certains éléments lixiviés a été examinée afin de mieux comprendre la stabilité chimique des substrats et leur influence sur la végétation (Menzies *et al.* 2004; Pravin Kannan *et al.* 2021). Cette approche permet non seulement d'identifier les mélanges les plus favorables à la croissance des plantes, mais également d'évaluer le comportement des contaminants susceptibles d'être relargués.

Ainsi, ce chapitre s'inscrit dans la continuité du processus de valorisation de résidus de bauxite, en cherchant à déterminer si les substrats neutralisés présentent les propriétés nécessaires pour soutenir une végétalisation efficace et contribuer à la réhabilitation de milieux dégradés. Les résultats obtenus permettront d'orienter la sélection des mélanges les plus performants en vue des phases ultérieures de l'étude.

Le dispositif expérimental présenté dans ce chapitre vise à mesurer la réponse du gazon et du trèfle, dans différents substrats formulés, en conditions contrôlées de serre. Cela inclut la préparation des mélanges selon les dosages choisis, l'installation des pots, ainsi que la mise en place de la végétalisation. L'hypothèse de cette phase expérimentale est que le dosage le plus élevé sélectionné (0.83 mol H⁺/kg de solide) permettra une réduction plus efficace du pH du terreau et tout en maintenant une conductivité inférieure aux seuils recommandés (4 mS/cm) pour la restauration (Klauber *et al.* 2011), ainsi qu'un relargage des contaminants en dessous des critères en vigueur, créant ainsi des conditions plus favorables à la croissance des plantes.

II. Matériel et méthodes

1. Matériel

Le matériel utilisé dans cette phase expérimentale est identique à celui mobilisé lors de la première partie de l'étude (chapitre 1), ce qui permet d'assurer une continuité méthodologique. Les principaux matériaux employés dans ce projet proviennent de trois usines situées dans la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean, Québec : les résidus de bauxite, l'effluent acide et les boues de papetières. L'ensemble des matrices a été entreposé à température ambiante dans des barils ou chaudières hermétiquement fermés, afin de préserver leurs caractéristiques physico-chimiques jusqu'à leur utilisation.

Les résidus de bauxite utilisés, fournis par la raffinerie Vaudreuil de Rio Tinto, se caractérisent par un pH fortement alcalin de 12.12 et une couleur rougeâtre, due à leur teneur élevée en oxydes de fer (Klauber *et al.* 2011). Leur granulométrie est très fine, de l'ordre de $\approx 10 \mu\text{m}$. L'effluent acide provenant de Niobec est quant à lui un effluent liquide, de couleur jaune, issu d'une étape de lixiviation à l'acide chlorhydrique (HCl) lors de la production de concentré d'oxyde de niobium. Sa composition acide et ionique, en se basant sur sa fiche technique, en fait un agent de neutralisation potentiellement efficace pour réduire l'alcalinité des résidus de bauxite. Enfin, les boues de papetières, obtenues d'une industrie régionalement implantée, constituent une source de matière organique et d'éléments nutritifs, dont la valorisation en sol représente une alternative à l'enfouissement, contribuant notamment à la réduction des émissions de gaz à effet de serre (Faubert *et al.* 2019).

Les semences utilisées dans ce projet provenaient de la marque Botaflora. Pour le gazon, le mélange était composé de fétuque rouge traçante (*Festuca rubra*), d'ivraie vivace (*Lolium*

perenne) et de pâturin du Kentucky (*Poa pratensis*). Selon les informations fournies par le fournisseur, ces espèces présentent un temps de germination généralement d'environ 7 jours dans des conditions favorables.

Concernant le trèfle, les semences étaient également de la marque Botaflora et correspondaient à du trèfle blanc nain (*Trifolium repens*). Ce type de trèfle est couramment utilisé pour la création de pelouses mixtes, tel que mentionné par le fournisseur.

2. Méthodes

2.1. Plan d'expérience

Cinq recettes ont été testées au cours de cette phase expérimentale : trois mélanges formulés selon différents dosages de effluent acide, un mélange neutralisé à l'acide chlorhydrique pur (HCl) à des fins comparatives (Wong et Ho 1988), ainsi qu'une référence constituée de terre noire afin de comparer la réponse de la végétation aux substrats à base de résidus de bauxite (Heil *et al.* 2022) (Tableau 5). De plus, une condition sans végétation (SV) a été considérée comme témoin afin d'évaluer l'effet de la présence de la végétation sur les paramètres étudiés. Le nombre de conditions expérimentales a été défini en fonction des substrats étudiés et des hypothèses de recherche, en s'appuyant sur les résultats obtenus au chapitre 1. Pour le mélange correspondant à un dosage de 0.50 mol H⁺/kg de solide, une seule condition expérimentale a été mise en place. Les mélanges de 0.67 mol H⁺/kg de solide et 0.83 mol H⁺/kg de solide ont, quant à eux, été testés sous trois conditions différentes afin de répondre aux objectifs principaux de l'étude. Enfin, pour la terre noire et le terreau neutralisé au HCl, deux conditions expérimentales ont été retenues. Dans tous les cas, chaque condition a été répétée six fois.

Tableau 5: Plan d'expérience

	Terre noire (Référence)	Terreau neutralisé à l'effluent acide			Terreau neutralisé au HCl
Dosage (mol H ⁺ /kg de solide)	0	0.50	0.67	0.83	0.67
Sans végétation (Témoin)	0	0	1	1	1
Gazon	1	1	1	1	1
Trèfle	1	0	1	1	0

2.2. Protocole expérimental

Pour la préparation des mélanges, 150 g des résidus de bauxite a été utilisé pour chaque échantillon. Celui-ci a été mélangé avec l'effluent acide de Niobec selon trois dosages différents : 0.50; 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide. Le choix de ces dosages repose sur les résultats obtenus lors du chapitre 1. Par la suite, 25% des boues de papetières ont été ajoutées en tant que matière organique. Une recette témoin a également été préparée, dans laquelle la terre noire a été mélangée avec les boues de papetières, sans ajout de résidus miniers. De plus, une recette a été formulée en mélangeant les résidus de bauxite avec du HCl concentré à 37 %, de manière à atteindre un dosage équivalent à celui de l'effluent acide de 0.67 mol H⁺/kg de solide, avant l'ajout des boues de papetières. Tous les mélanges ont fait l'objet d'agitation manuelle, réalisée par des rotations complètes de 360° et d'agitation mécanique à l'aide d'un agitateur à plateau, pendant 15 minutes entre chaque ajout de matière, afin d'assurer une homogénéisation optimale des composants. Enfin, les terreaux ont été placés dans des pots puis ensemencés en surface, selon les recommandations du fournisseur, avec du gazon ou du trèfle, conformément au plan d'expérience établi. Par la suite, les pots ont été

transférés à la serre où ils ont été maintenus sous des conditions environnementales contrôlées. En effet, les terreaux ont été exposés à des températures entre 18 et 21 °C avec une photopériode de 16 heures et un arrosage de 200 mL, d'eau de robinet, une à deux fois par semaine. L'humidité relative de la serre a été maintenue à environ 50 %. Les pots ont été disposés selon un plan expérimental en blocs (figure 5). Trois blocs ont été aménagés, chacun contenant deux répétitions pour chaque condition expérimentale, ce qui assure une répartition équilibrée des traitements et permet une analyse statistique significative des résultats.

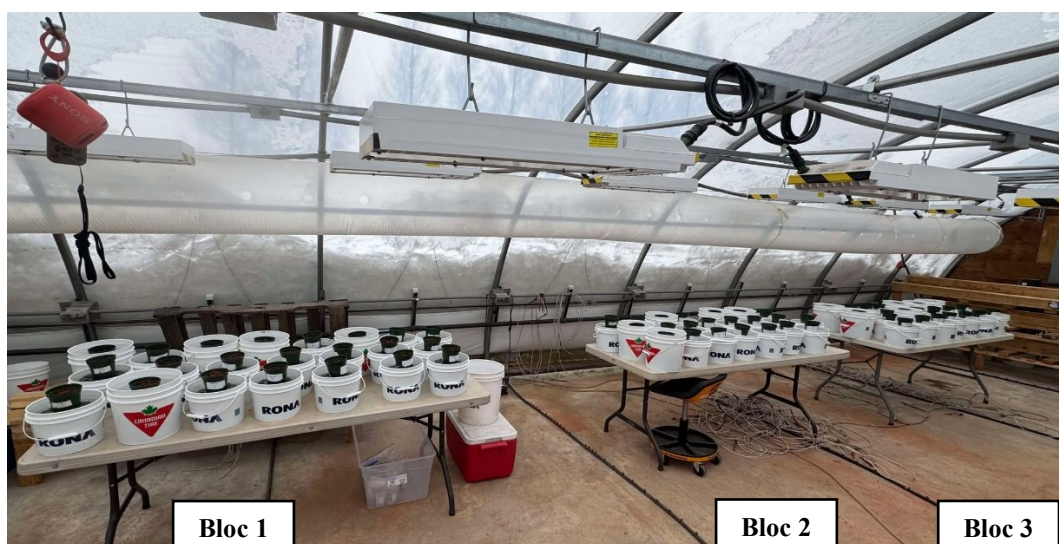


Figure 5: Plan expérimental en blocs aléatoires utilisé pour la disposition des pots en serre

2.3. Analyses chimiques

Trois répliques de chaque échantillon des matières premières utilisées, soit les résidus de bauxite et l'effluent acide, ont été analysés au début de l'expérimentation afin d'en caractériser les propriétés physico-chimiques initiales.

Après préparation des terreaux, les échantillons de terreau soumis à une lixiviation à l'eau (CTEU-9) et le lixiviat (le liquide percolant à travers le terreau formé) ont été prélevés au

début et à la fin de l'expérimentation. Avant d'être soumis aux analyses, ils ont été préparés selon la méthode d'analyse MA. 100 – Lix.Com. 1.1 (Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs 2023). En effet, les échantillons de terreau ont été séchés, broyés et tamisés à 100 mesh, puis mélangés avec de l'eau déionisée conformément au protocole, avant d'être filtrés afin d'obtenir un filtrat. Tous les échantillons ont été conservés et conditionnés de manière à préserver leur intégrité. Une fois préparés, ces échantillons ont été soumis aux analyses chimiques suivantes: les métaux dissous, ont été quantifiés par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP) et les ions chlorures (Cl^-) et sulfates (SO_4^{2-}) ont été déterminés par chromatographie ionique (CI). Le choix de mesurer ces paramètres s'appuie sur leur importance dans l'évaluation de la qualité chimique du milieu et sur leur influence directe sur la végétation. Les contaminants lixiviés risquent aussi d'avoir un impact sur le procédé Bayer lors de la réintroduction de l'eau de l'aire de disposition dans le procédé. Des mesures hebdomadaires ont été réalisées à l'aide de sondes spécifiques. Le pH, la conductivité, le F et le Na ont été suivis, par une sonde spécifique chaque semaine afin d'évaluer la réduction de l'alcalinité des terreaux et la lixiviation des contaminants à travers l'évolution de ces ions en solution (Wu *et al.* 2020).

Il est important de noter que, pour des raisons de confidentialité industrielle, ainsi que pour des contraintes liées au budget et au temps d'analyse, il n'a pas été possible de mesurer ni de présenter l'ensemble des éléments et composés potentiellement toxiques présents dans les échantillons. Ainsi, les analyses se sont concentrées sur des paramètres jugés pertinents pour atteindre les objectifs de cette étude.

2.4. Biomasse aérienne

Afin d'évaluer la croissance des espèces testées, la biomasse aérienne a été mesurée en fin d'expérimentation. Cette étape a permis de quantifier la partie végétative produite par chaque plante et ainsi de comparer l'effet des différents mélanges de substrats sur leur développement. Pour ce faire, la partie aérienne de chaque pot a été récoltée, pesée fraîche, puis séchée à 60 °C pendant 24h et pesée de nouveau (Poorter *et al.* 2013).

2.5. Analyses statistiques

Avant la réalisation des analyses statistiques, la normalité et l'homogénéité des variances ont été vérifiées pour l'ensemble des variables mesurées (pH, conductivité, éléments lixiviés et biomasse aérienne). Cette étape a permis de déterminer si les données suivaient une distribution normale à l'aide du test de Shapiro–Wilk. Lorsque les données ne répondaient pas aux conditions de normalité ou d'homogénéité des variances, une transformation logarithmique a été appliquée. Lorsque les conditions de normalité étaient respectées, une analyse de la variance (ANOVA) a été réalisée afin de déterminer l'effet du dosage testé et de la présence ou non de végétation sur les paramètres étudiés. Les comparaisons entre les moyennes ont été effectuées à l'aide du test de Tukey-Kramer pour identifier les groupes présentant des différences significatives. Les résultats ont été considérés comme statistiquement significatifs pour un seuil de probabilité de $P < 0.05$. Toutes les analyses statistiques ont été effectuées à l'aide du logiciel JMP®.

III. Résultats

1. Composition chimique des matières premières

Les analyses chimiques des résidus de bauxite ont révélé un pH très alcalin de 12.21. La concentration en F est égale à 111.82 mg/L. Les analyses par chromatographie ionique ont révélé la présence de SO_4^{2-} (289.93 mg/L), de NO_3^- (25 mg/L) et de Cl^- (21.23 mg/L).

Tableau 6: Les anions disponibles par chromatographie ionique d'une CTEU-9 des résidus de bauxite

Anions disponibles	F ⁻	Cl ⁻	NO ₃ ²⁻	SO ₄ ²⁻	pH
Concentration (mg/L)	111.82	21.23	25	289.93	12.21

Les analyses ICP (figure 6a) ont révélé que les résidus de bauxite, lorsque mis en contact avec l'eau, libère des concentrations élevées de Na (1661.16 mg/L) et d'Al (385.78 mg/L). En revanche, plusieurs éléments sont restés sous les limites de détection de la méthode de mesure.

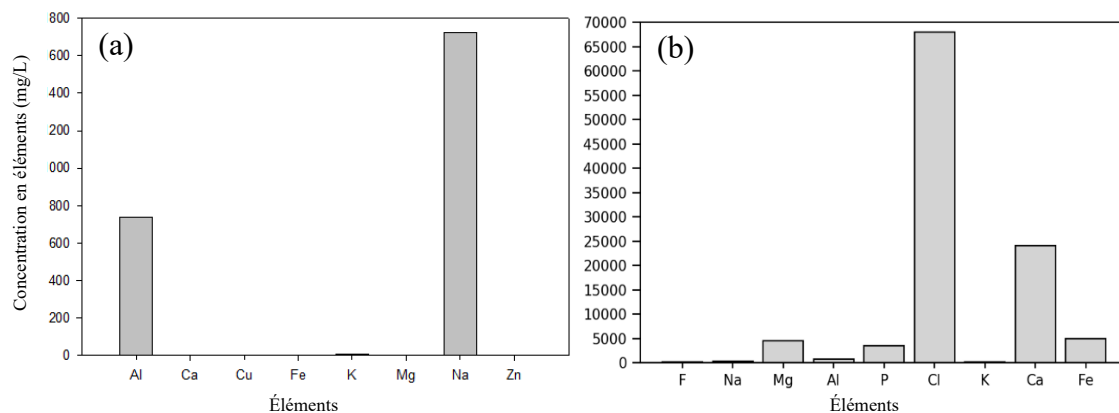


Figure 6: Composition chimique des (a) résidus de bauxite et du (b) effluent acide analysés par ICP

Les résultats de l'analyse de l'effluent acide (figure 6b) indiquent une forte concentration en Cl^- , avec une valeur de 68 295.12 ppm. Le Ca est le deuxième élément le plus concentré (24 313.50 ppm), suivi du Mg, du P et du F, qui présentent aussi des teneurs importantes. Le phosphore est majoritairement présent sous forme d'orthophosphates, correspondant à la forme directement assimilable par les plantes. Enfin, le F et le Na affichent les plus faibles valeurs mesurées.

Pour la troisième matrice utilisée dans ce projet (figure 7), les analyses chimiques réalisées sur les boues de papeteries indiquent que sa composition est majoritairement composée de sulfates, de fer et de calcium.

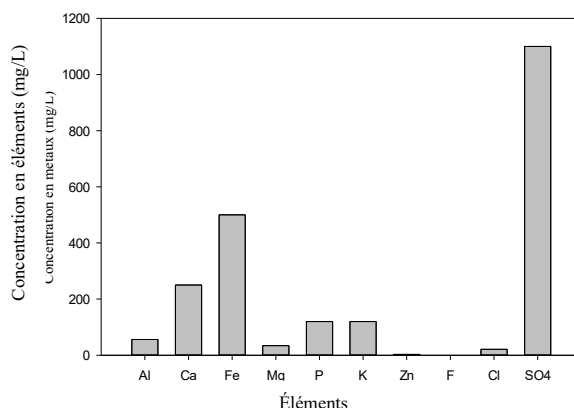


Figure 7: Composition chimique des boues de papeteries analysé par ICP-AES

2. Trèfle

Les substrats semés avec du trèfle n'ont montré aucune croissance, sur les substrats à base de résidus de bauxite neutralisés au cours de l'expérimentation. Contrairement aux substrats à base de résidus de bauxite, une croissance du trèfle et du gazon a été observée sur la terre noire. Les analyses statistiques (figure 8) confirment l'absence d'effet significatif de substrat

sur le pH pour les dosages de 0.67 mol H⁺/kg de solide (F = 1.3660 ; p = 0.2597 > 0.05) et 0.83 mol H⁺/kg de solide (F = 0.623 ; p = 0.539 > 0.05). En l'absence de croissance du trèfle sur les terreaux, et afin de faciliter l'interprétation des résultats, les pots semés avec du trèfle ont été écartés des analyses, et seules les données issues des pots de gazon et des témoins sans végétation ont été retenues pour la suite de l'étude.

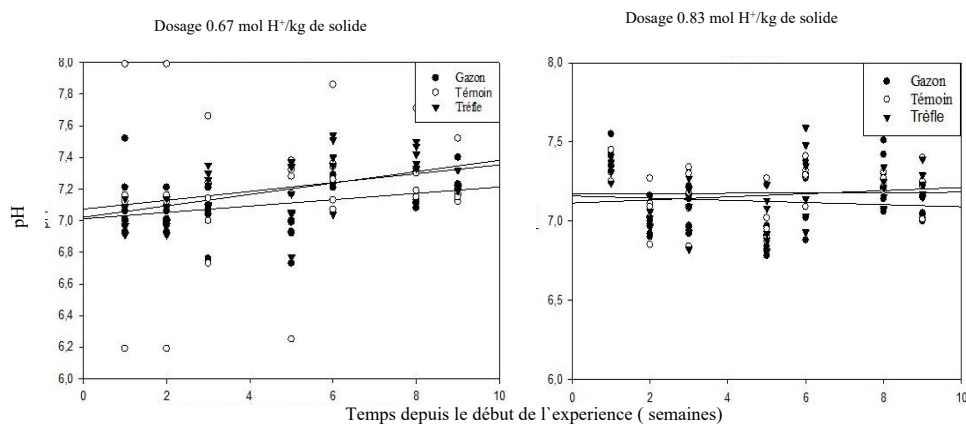


Figure 8: Évolution du pH du lixiviat en fonction de l'espèce testée pour les dosages 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide

3. Gazon

3.1. L'évolution du pH en fonction du temps

3.1.1. Étude de l'effet de l'effluent acide et de la végétation sur l'évolution du pH

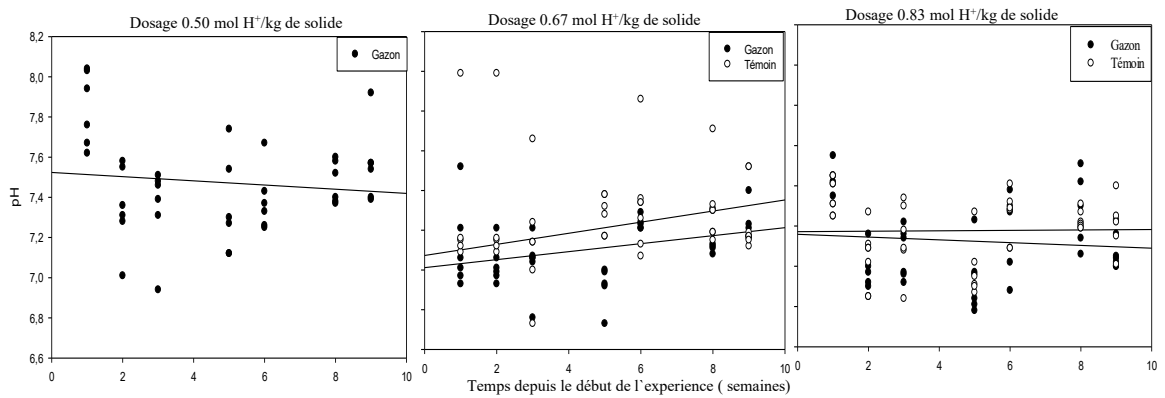


Figure 9: Évolution du pH en fonction du temps pour les trois dosages testés

L'évolution du pH au cours du temps (figure 9) a montré des dynamiques différentes selon les dosages testés, mais celles-ci n'ont pas été confirmées statistiquement (tableau 7). Pour 0.50 mol H⁺/kg de solide, le pH est resté stable autour de 7.4–7.6, sans effet significatif du temps ($p = 0.448$). À 0.67 mol H⁺/kg de solide, une augmentation du pH a été observée, plus marquée pour le témoin (substrat sans végétation) que pour les substrats ensemencés avec du gazon. Toutefois, bien qu'un effet du facteur temps ait été détecté ($p = 0.033$), le modèle global n'est pas significatif ($p = 0.068$), cet effet n'a pas été donc retenu dans l'analyse.

Pour la condition à 0.83 mol H⁺/kg de solide, le pH est resté autour de 7.1 à 7.3 tout au long de l'expérience, sans variation significative dans le temps ($p = 0.571$) ni différence entre les substrats avec gazon et les témoins. De manière générale, la présence ou l'absence de végétation n'a pas eu d'effet significatif sur le pH, que ce soit pour 0.67 ou 0.83 mol H⁺/kg de solide. De plus, aucune interaction entre le type de substrat (avec ou sans végétation) et le temps n'a été observée ($p > 0.05$). Cela indique que les variations visibles sur les graphiques ne correspondent pas à des différences statistiquement significatives.

Tableau 7: Résultats du modèle linéaire des effets du temps, de la végétation et des interactions sur la variation du pH pour les trois dosages testés

Dosage (mol H ⁺ /kg de solide)		Rapport	Probabilité	R ²	Rapport	Probabilité
		F	P		F	P
0.50				0.015	0.587	0.448
0.67	Substrat	2.567	0.113			
	Semaines	4.715	0.033*	0.085	2.47	0.068
	Substrat× Semaines	0.126	0.214			
0.83	Substrat	0.157	0.214	0.025	0.672	0.571
	Semaines	0.157	0.693			
	Substrat× Semaines	0.294	0.589			

3.1.2. Identification du dosage de l'effluent acide le plus efficace pour la réduction du pH

L'ANOVA à un facteur a révélé un effet significatif du dosage sur le pH ($p < 0.0001$) (tableau 8).

Tableau 8: Résultats du modèle global pour les trois dosages testés

Substrats	R ²	Rapport F	Probabilité P
Gazon	0.4036	28.272	< 0.0001*
Témoin	0.003	0.249	0.6194

Le dosage de 0.50 mol H⁺/kg de solide donne les valeurs du pH les plus élevées (± 7.5) par rapport aux dosages de 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide, qui affichent tous deux des valeurs

plus faibles (± 7.1). À partir de cette seule analyse, il n'était pas possible de distinguer si le dosage de $0.67 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide différait du $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide.

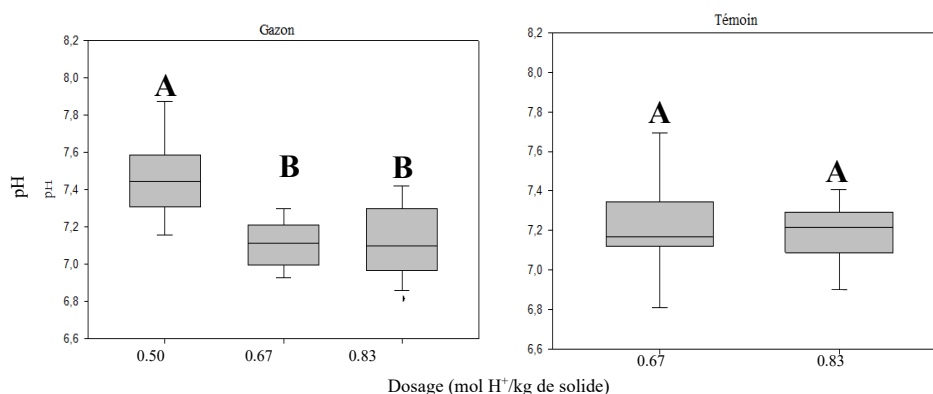


Figure 10: Variation du pH en fonction des dosages testés en présence et en absence de végétation

Un test de Tukey-Kramer (figure 10) a été effectué afin de comparer les moyennes calculées sur l'ensemble de la période expérimentale, soit les neuf semaines de suivi, entre les différents dosages. Les résultats ont montré que le dosage de $0.50 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide était significativement différent des deux autres dosages testés. Le $0.50 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide a ainsi été attribué au groupe A, tandis que le $0.67 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide et $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide ont été classés ensemble dans le groupe B, traduisant l'absence de différence significative entre eux.

3.1.3. Effet de l'effluent acide sur la neutralisation comparée au HCl

L'analyse statistique, réalisée à partir des valeurs moyennes mesurées à la neuvième semaine de l'expérience (dernier jour de suivi), a mis en évidence un effet significatif du type d'agent neutralisant sur le pH ($F = 18.386$; $p < 0.0001$), confirmant que l'effluent acide de Niobec et le HCl induisent des réponses différentes. Les terreux neutralisés avec l'effluent acide de Niobec ont maintenu un pH significativement plus bas que ceux neutralisés avec le HCl pour

un même dosage (figure 11). L'effet de substrat avec ou sans végétation est significatif ($F = 6.859$; $p = 0.009$), indiquant que la présence de végétation influence le pH. Contrairement au temps, qui n'a pas d'effet significatif ($p = 0.796$), ce qui signifie que le pH est resté stable au cours des semaines de l'expérience. En plus, aucune interaction n'a été détectée ($p > 0.05$), suggérant que ces effets sont indépendants les uns des autres. Dans l'ensemble, ces résultats confirment que l'effluent acide de Niobec constitue un agent neutralisant plus efficace groupe A) que le HCl (groupe B) pour la neutralisation des résidus de bauxite.

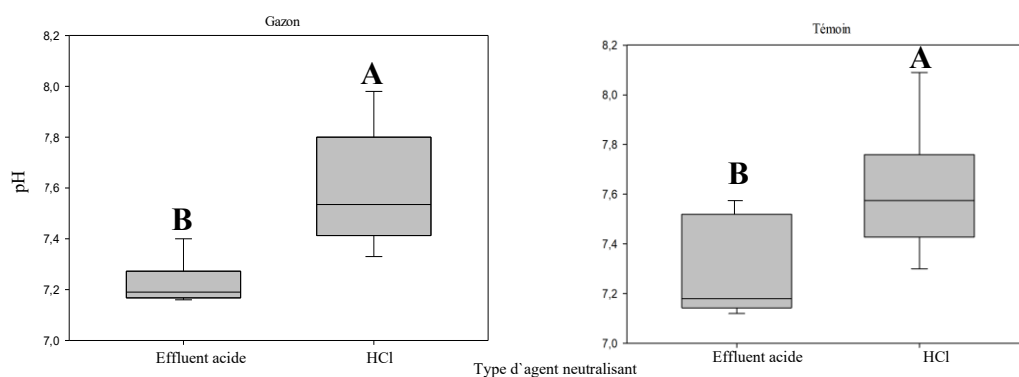


Figure 11: Comparaison de l'effet du HCl et de l'effluent acide de Niobec sur le pH, en présence et en absence de végétation

3.2. L'évolution de la conductivité en fonction du temps

L'évolution de la conductivité en fonction du temps montre une diminution significative pour l'ensemble des dosages testées (Figure 12).

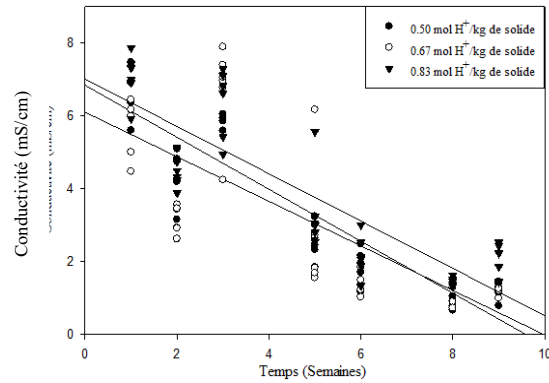


Figure 12: Évolution de la conductivité en fonction du temps pour les trois dosages testés

L'analyse statistique confirme cet effet marqué du facteur temps ($p < 0.0001$) pour les trois dosages (Tableau 9). En effet, pour $0.67 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide aucune différence entre les substrats ($p = 0.2539$) ni interaction substrat \times semaines ($p = 0.703$) n'a été détectée, indiquant que la baisse de conductivité est similaire dans les substrats avec ou sans végétation. Pour les pots avec le dosage de $0.83 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide, un effet significatif du substrat est observé ($F = 5.634$; $p = 0.020$), suggérant que le gazon et le témoin (sans végétation) n'influencent pas la conductivité de la même manière dans ce cas.

Tableau 9: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la conductivité selon les dosages testés

Dosage (mol H ⁺ /kg de solide)		Rapport F	Probabilité P	R ²	Rapport F	Probabilité P
0.50				0.869	224.936	<0.0001*
0.67	Substrat	1.324	0.2539			
	Semaines	209.9	<0.0001*	0.756	70.464	<0.0001*
	Substrat × Semaines	0.146	0.703			
0.83	Substrat	5.634	0.020*	0.777	79.168	<0.0001*
	Semaines	231.244	<0.0001*			
	Substrat × Semaines	0.624	0.432			

Le test de Tukey-Kramer a montré que les trois dosages appartiennent au même groupe (A), indiquant l'absence de différence significative entre eux ($R^2 = 0.030$; $F = 2.777$; $p = 0.064 > 0.05$).

3.2.1. Effet de l'effluent acide sur la conductivité comparée au HCl

La comparaison de l'évolution de la conductivité, basée sur les valeurs moyennes mesurées à la neuvième semaine de l'expérience (dernier jour de suivi), entre les substrats neutralisés à l'aide de l'effluent acide et ceux neutralisés à l'acide chlorhydrique (HCl) montre une tendance similaire au cours du temps (prob $P < 0.895$) (figure 13). En effet, aucune différence significative de la conductivité n'a été observée entre les deux agents neutralisants-(même groupe A).

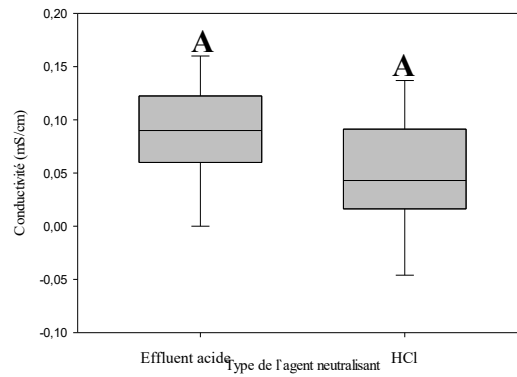


Figure 13: Comparaison de la conductivité entre les substrats neutralisés à l'aide de l'effluent acide et ceux neutralisés par le HCl

3.3. Les éléments lixiviés

3.3.1. L'évolution du sodium, mesuré par sonde, en fonction du temps

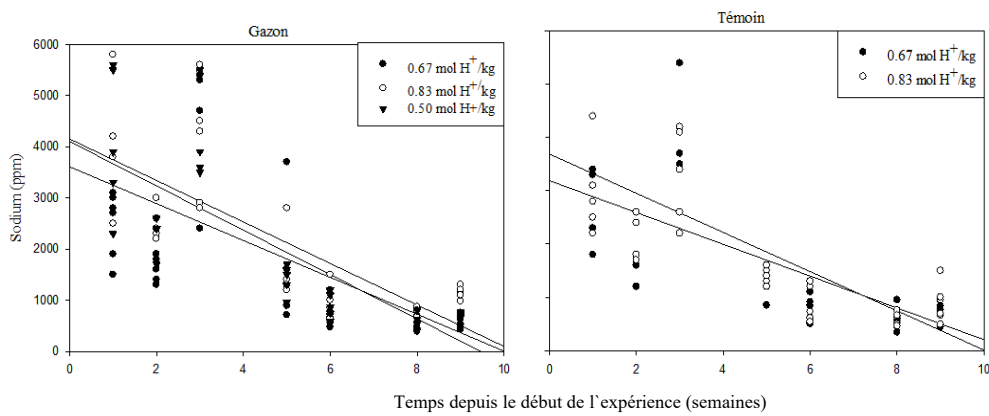


Figure 14: Évolution de la concentration en sodium au cours du temps pour les trois dosages testés

Ces résultats montrent que la concentration en sodium diminue de façon significative au cours du temps (figure 14) pour l'ensemble des dosages testés ($p < 0.0001$). Ni le substrat

avec ou sans végétation, ni l'interaction substrat × temps ($p > 0.05$) ne sont significatives, ce qui indique que la tendance est similaire avec ou sans végétation (tableau 10).

Tableau 10: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration du sodium selon les trois dosages testés

Dosage		Rapport	Probabilité	R²	Rapport	Probabilité
(mol H⁺/kg de solide)		F	P		F	P
0.50	Semaines			0.688	74.992	<0.0001*
0.67	Substrat	0.157	0.694			
				0.617	36.594	< 0.0001*
	Semaines	109.287	<0.0001*			
	Substrat× Semaines	0.340	0.562			
0.83	Substrat	2.143	0.148	0.642	40.709	<0.0001*
	Semaines	119.650	<0.0001*			
	Substrat× Semaines	0.333	0.566			

Le test de Tukey-Kramer (figure 15), réalisé à partir des valeurs moyennes calculées sur l'ensemble de la période expérimentale (neuf semaines), a montré qu'il existe une différence significative entre les trois dosages, ($R^2 = 0.035$; $F = 3.189$; $p = 0.043 > 0.05$). En effet ce test a permis de comparer les trois moyennes. Les résultats montrent que le 0.50 mol H⁺/kg de solide appartient au groupe AB, le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide au groupe B, et le 0.83 mol H⁺/kg de solide au groupe A. Cela signifie que le dosage 0.83 mol H⁺/kg de solide est statistiquement différent du 0.67 mol H⁺/kg de solide, car ils n'appartiennent pas au même groupe. Cependant, le 0.50 mol H⁺/kg de solide occupe une position intermédiaire : il ne diffère pas significativement du 0.83 et 0.67 mol H⁺/kg de solide.

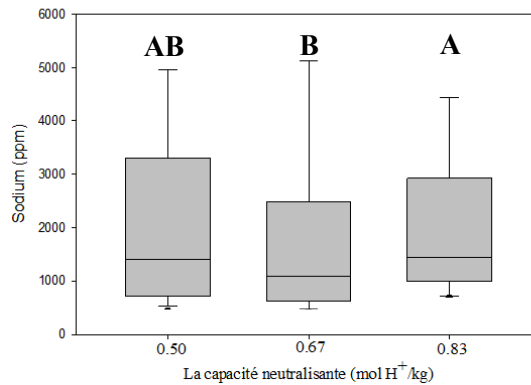


Figure 15: Comparaison de la concentration en sodium relargué entre les différents dosages testés

3.3.1.1. Effet de l'effluent acide sur le sodium relargué comparé au HCl

Les résultats présentés à la figure 16, basés sur les valeurs moyennes mesurées à la neuvième semaine de l'expérience (dernier jour de suivi), mettent en évidence une diminution progressive et significative de la concentration en sodium au cours du temps pour les deux types de substrats neutralisés. La concentration initiale en sodium mesurée dans le lixiviat des substrats neutralisés à l'acide chlorhydrique (HCl) est plus élevée que celle observée pour les substrats neutralisés à l'aide de l'effluent acide, indiquant un relargage initial plus important. Au fil des semaines, la concentration en sodium diminue de façon marquée pour l'ensemble des traitements, et à la 9^{ème} semaine, le sodium relargué par les substrats neutralisés au HCl devient plus faible (groupe B) que celui mesuré pour les substrats neutralisés avec l'effluent acide (groupe A).

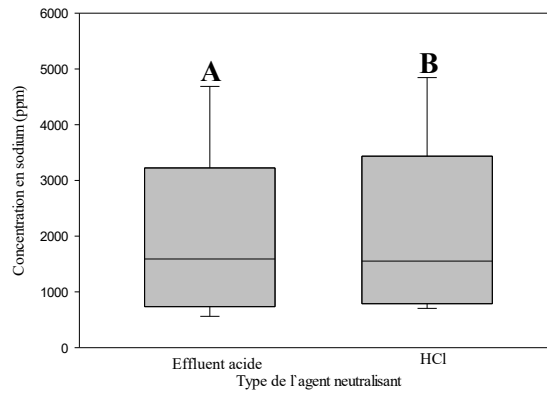


Figure 16: Comparaison des concentrations du sodium relargué dans les substrats neutralisés par l'effluent acide et le HCl

3.3.2. L'évolution du fluor en fonction du temps

Les données ont été transformés en logarithme dans le but de normaliser leur distribution. Les analyses statistiques (tableau 11) ont mis en évidence un effet significatif du temps sur l'évolution du fluor dans les substrats, pour l'ensemble des dosages testés. Le modèle global est significatif pour les trois niveaux ($p < 0.05$), confirmant une diminution du fluor relargué au fil des semaines (figure 17).

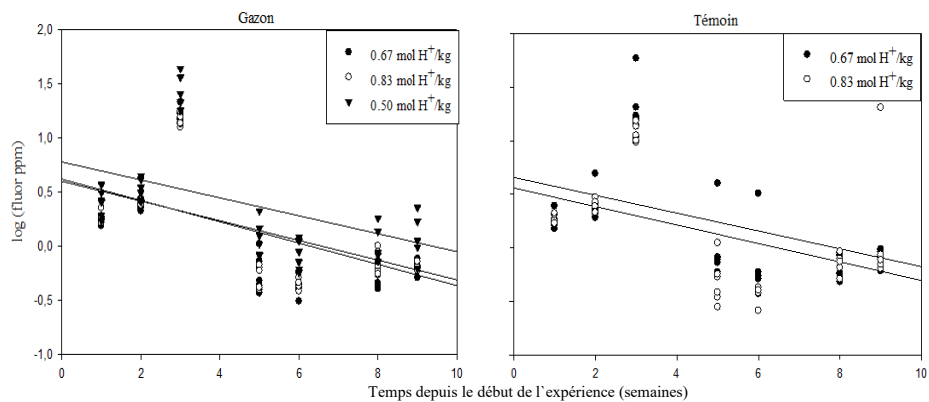


Figure 17: Évolution de la concentration du logarithme du fluor au cours du temps pour les trois dosages testés

Pour les capacités de 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide, le facteur temps est significatif (F = 15.09; p = 0.0002 ; F = 14.68; p = 0.0003), tandis que l'effet de substrat ainsi que l'interaction végétation × temps ne présentent pas de différences significatives (p > 0.05).

Tableau 11: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration du fluor selon les trois dosages testés

Dosage (mol H ⁺ /kg de solide)		Rapport F	Probabilité P	R ²	Rapport F	Probabilité P
0.50	Semaines			0.168	6.897	0.0128*
	Substrat	2.258	0.137	0.206	5.869	0.0013*
	Semaines	15.090	0.0002*			
	Substrat × Semaines	0.254	0.615			
0.83	Substrat	0.0067	0.9351	0.177	4.897	0.0088*
	Semaines	14.682	0.0003*			
	Substrat × Semaines	0.0047	0.945			

Le test de Tukey-Kramer (figure 18), réalisé à partir des moyennes calculées sur l'ensemble de la période expérimentale (neuf semaines), a révélé une différence significative entre les traitements, indiquant que le dosage influence la concentration en fluor. Le traitement à 0.50 mol H⁺/kg de solide (groupe A) présente des valeurs de log (Fluor) significativement plus élevées que celles observées pour les dosages 0.67 mol H⁺/kg de solide et 0.83 mol H⁺/kg de solide (groupe B). Cependant, aucune différence significative n'a été détectée entre ces deux dernières, qui appartiennent au même groupe statistique.

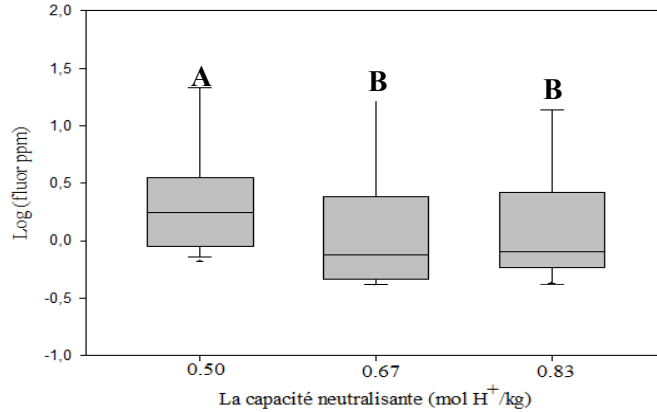


Figure 18: Concentration en fluor en fonction des trois dosages testés

3.3.2.1. Effet de l'effluent acide sur le fluor relargué comparé au HCl

Pour les deux types de substrats, une lixiviation du fluor est observée au cours de l'expérimentation. Les résultats, basés sur les valeurs moyennes mesurées à la neuvième semaine de l'expérience (fin du suivi), montrent que les concentrations en fluor dans les lixiviats sont plus faibles pour les pots neutralisés avec l'effluent acide (groupe B) que pour ceux neutralisés avec le HCl (groupe A), confirmant ainsi l'influence du type d'agent neutralisant sur le relargage du fluor (figure 19).

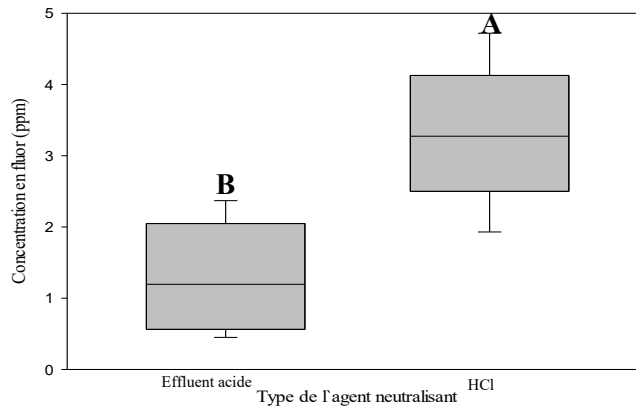


Figure 19: Comparaison du fluor relargué dans les substrats neutralisés par le effluent acide et le HCl

3.3.3. L'évolution du chlorure en fonction du temps

Les résultats indiquent que le temps (début ou fin de l'expérience) a un effet significatif ($p < 0.001$) sur les concentrations en chlorure pour l'ensemble des dosages testés (tableau 12).

Tableau 12: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration en chlorure selon les trois dosages testés

Dosage		Rapport	Probabilité	R ²	Rapport	Probabilité
(mol H ⁺ /kg de solide)		F	P		F	P
0.50	Semaines			0.998	978.84	0.0010*
0.67	Semaines	894.587	0.0001*	0.994	894.588	0.0001*
0.83	Semaines	10197.69	0.0001*	0.999	5946.477	0.0001*
	Substrat	7.9032	0.0483*			

Cela confirme que les concentrations en Cl⁻ ont évolué entre le début et la fin de l'expérience (figure 20), où une diminution des concentrations en Cl⁻ est observée. Les résultats indiquent que le Cl⁻ est majoritairement retenu dans la phase solide comparativement au lixiviat. En début d'expérience, la concentration la plus élevée en chlorure a été détectée dans le solide lixivié à l'eau pour le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide, tandis que dans le lixiviat, la concentration maximale lixiviées a été observée pour le dosage de 0.83 mol H⁺/kg.

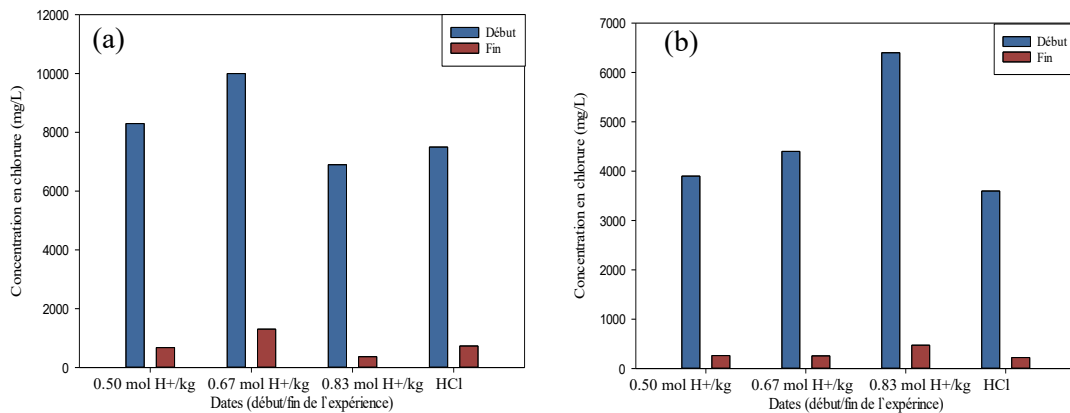


Figure 20: Concentration en chlorure au début et à la fin de l'expérience des trois dosages testés du (a) solide, après lixiviation à l'eau, et du (b) lixiviat

3.3.3.1. Effet de l'effluent acide sur la concentration en chlorure relargué comparé au HCl

Les substrats neutralisés à l'aide du HCl présentent, dans les lixiviats, les concentrations en chlorure les plus faibles comparativement aux substrats neutralisés avec l'effluent acide. De plus, le relargage de chlorure diminue en fin d'expérimentation, suivant une évolution similaire à celle observée pour les autres substrats. Dans la phase solide, lixivié à l'eau, les substrats neutralisés au HCl affichent des concentrations en chlorure relargué comparables à celles des substrats neutralisés avec l'effluent acide. Toutefois, une diminution progressive de ces concentrations est également observée au cours du temps, en cohérence avec la tendance générale (figure 20).

3.3.4. L'évolution de sulfate en fonction du temps

Les trois dosages présentent des variations significatives entre le début et la fin de l'expérience (tableau 13). Les résultats indiquent que les concentrations en sulfate relarguées

sont plus élevées dans la phase solide lixivié à l'eau que dans le lixiviat. En effet, la concentration en sulfate diminue entre la première et la neuvième semaine (figure 21).

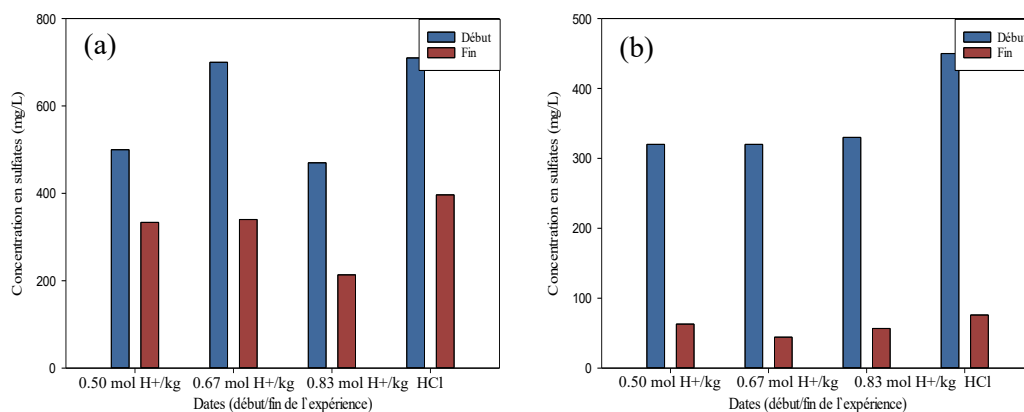


Figure 21: Concentration en sulfate au début et à la fin de l'expérience des trois dosages testés du (a) solide, après lixiviation à l'eau, et du (b) lixiviat

Le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide montre une concentration initiale en sulfate plus élevée que celles observées pour les dosages 0.50 et 0.83 mol H⁺/kg de solide dans le solide des substrats neutralisés avec l'effluent acide. Cette valeur est proche à la concentration relarguée à partir du solide des substrats neutralisés avec le HCl. Cependant, dans le lixiviat, les concentrations en sulfate sont similaires pour les trois dosages. Toutefois, le HCl entraîne un relargage en sulfate plus important comparativement à l'effluent acide.

Tableau 13: Résultats de l'analyse par modèle linéaire et global de la variation de la concentration en sulfate selon les trois dosages testés

Dosage (mol H ⁺ /kg de solide)			R ²	Rapport F	Probabilité P
Lixiviat	0.50	Semaines	0.996	544.359	0.0018*
	0.67	Semaines	0.959	118.125	0.0001*
	0.83	Semaines	0.999	2039.22	0.0001*
Solide (CTEU-9)	0.50	Semaines	0.701	4.699	0.1625
	0.67	Semaines	0.953	41.375	0.0021*
	0.83	Semaines	0.905	19.101	0.009*

3.3.5. L' évolution des éléments en solution

3.3.5.1. Dans le lixiviat

Afin de limiter les coûts analytiques et de ne pas dépasser les fonds réservés à ce projet, les analyses ont été réalisées sur des échantillons composites, obtenus par la combinaison de deux répétitions sur les six initiales, conduisant ainsi à trois échantillons analysés par traitement. Des différences de concentration selon les dosages testés entre le début et la fin de l'expérience ont été observées dans le lixiviat (figure 22). Les résultats montrent que les éléments majoritairement relargués à fortes concentrations sont le sodium, le calcium, le phosphore, le fer et l'aluminium, avec des valeurs plus élevées en début d'essai, tant pour les substrats neutralisés avec l'effluent acide que pour ceux neutralisés avec le HCl, où les concentrations initiales les plus élevées concernent principalement le sodium, le phosphore, le fer et l'aluminium. Une diminution progressive de ces concentrations est observée en fin

d'essai dans tous les lixiviats de substrats contrairement au dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide qui ne montre pas de relargage significatif de ces éléments à l'exception de l'Al.

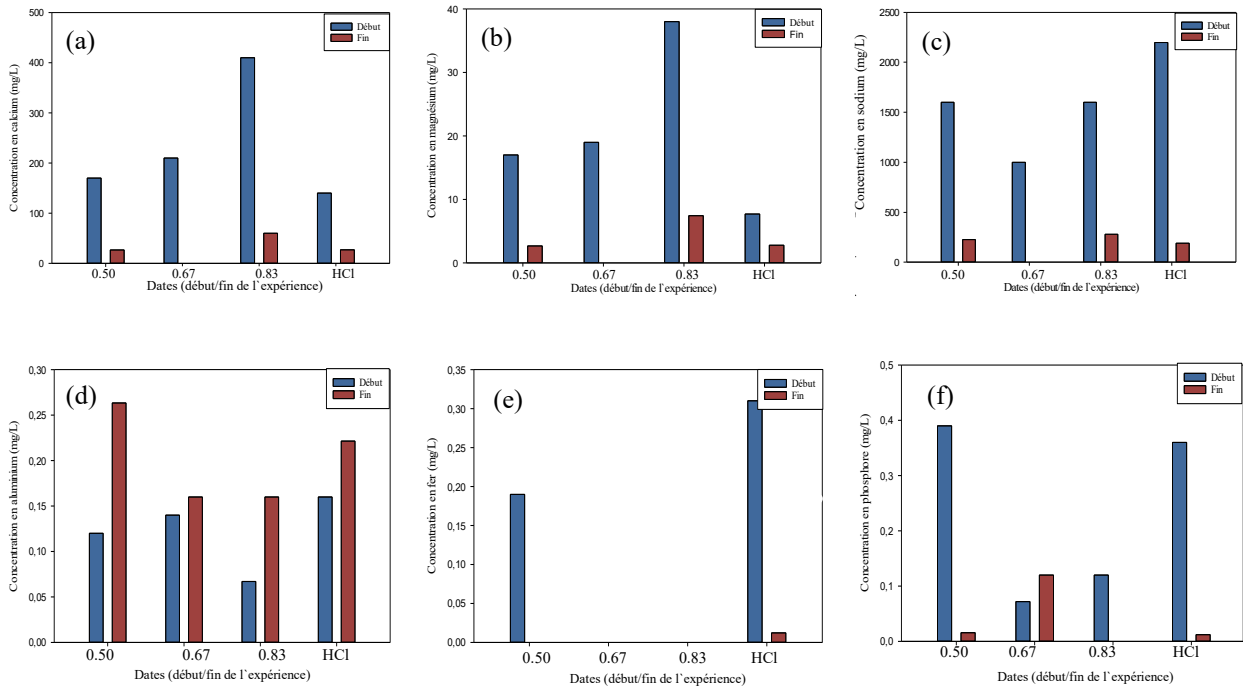


Figure 22: Mesure par ICP de la concentration des éléments relargués, à savoir le (a) Ca; (b) Mg; (c) Na; (d) Al; (e) Fe; (f) P, selon les trois dosages testés des lixiviats

3.3.5.2. Dans le solide, après lixiviation à l'eau, (CTEU-9)

Concernant les éléments relargués détectés dans l'analyse de la phase solide, après lixiviation à l'eau, les résultats montrent une diminution des concentrations en sodium, magnésium et calcium au cours de l'expérimentation. Cependant, une augmentation des concentrations relarguées en Al, Fe et P est observée dans l'ensemble des substrats à la fin de l'expérience (figure 23). Les substrats neutralisés à l'aide du HCl suivent la même évolution de relargage

pour les éléments identifiés, bien que des différences de concentration soient observées par rapport aux substrats neutralisés avec l'effluent acide.

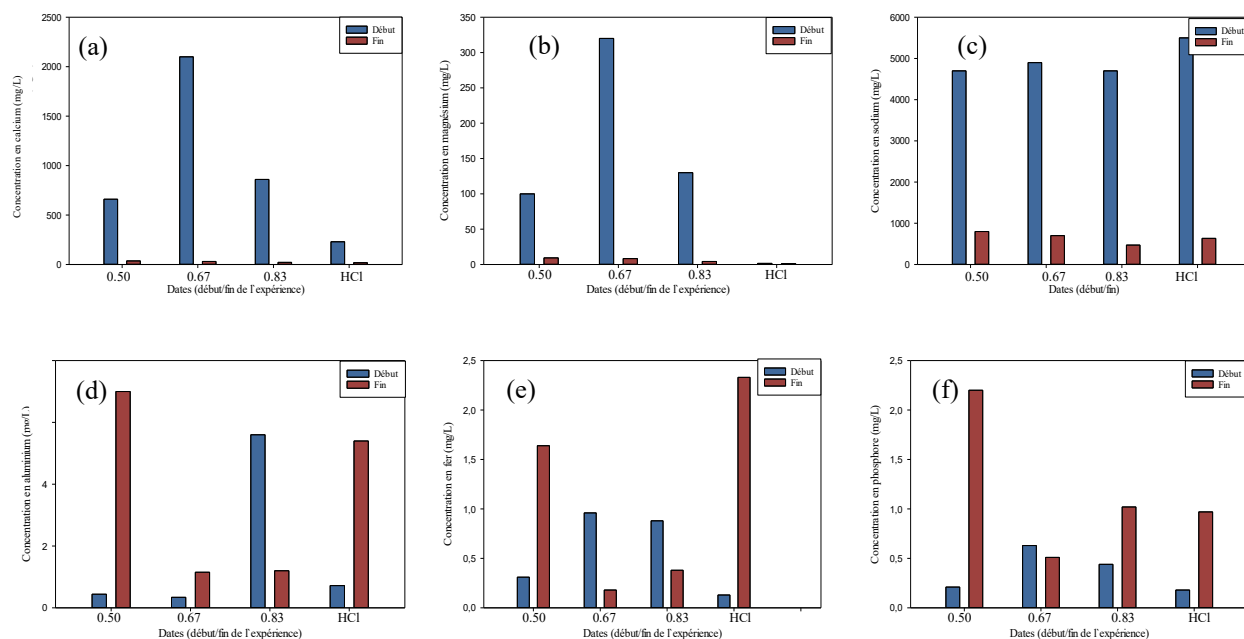


Figure 23: Mesure par ICP de la concentration des éléments relargués, à savoir le (a) Ca; (b) Mg; (c) Na; (d) Al; (e) Fe; (f) P, selon la capacité neutralisante testées des solides

On observe une augmentation de la biomasse aérienne du gazon au fil des semaines pour l'ensemble des dosages testés (figure 24). Le test statistique met en évidence une différence significative entre les trois dosages ($R^2=0.097$, Rapport F =3.724, $p=0.029 < 0.05$). Le 0.83 mol H⁺/kg de solide a produit la biomasse la plus élevée. En comparaison avec la référence (terre noire), dont la biomasse aérienne moyenne est de 1.26 g, la biomasse la plus élevée parmi les substrats neutralisés est observée pour le dosage 0.83 mol H⁺/kg de solide, avec une valeur moyenne de 1.18 g, tandis que la biomasse la plus faible est associée aux substrats neutralisés à l'acide chlorhydrique (HCl).

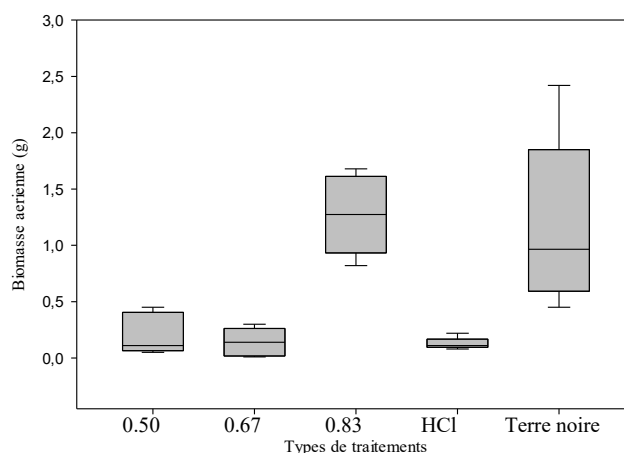


Figure 24: Évolution de la biomasse aérienne du gazon des substrats neutralisés selon les trois dosages testés, le HCl et la référence (terre noire)

IV. Discussion

1. La composition des résidus de bauxite

Les résidus de bauxite présentent une composition chimique et minéralogique fortement variable, principalement déterminée par la nature du minerai de bauxite d'origine et par le procédé Bayer utilisé pour l'extraction de l'alumine. Comme le soulignent plusieurs auteurs, la composition minéralogique initiale du minerai constitue l'un des facteurs les plus déterminants influençant les propriétés physico-chimiques de ce résidu (Snars et Gilkes 2009). De manière générale, les résidus de bauxite contiennent des proportions variables d'oxydes de fer (Fe_2O_3), d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), de dioxyde de silicium (SiO_2), ainsi que divers minéraux secondaires formés durant la digestion alcaline tels que l'hydrogarnet, la sodalite, la cancrinite ou encore la gibbsite (Klauber *et al.* 2011; Lyu *et al.* 2021). Dans cette étude, les résidus de bauxite utilisés, provenant de l'usine Vaudreuil, se distinguent par

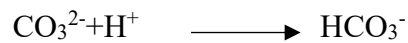
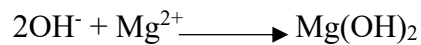
une composition dominée principalement par l'oxyde de fer, ce qui reflète à la fois la nature du minerai traité localement et les conditions spécifiques du procédé industriel. Bien que ces résultats fournissent un aperçu de la composition élémentaire du matériau, une caractérisation plus approfondie, notamment par diffraction des rayons X (XRD), aurait permis d'identifier précisément les phases minérales présentes et ainsi d'obtenir une compréhension plus complète de la structure et des propriétés du résidu utilisé (Klauber *et al.* 2011; Wang *et al.* 2023).

2. La neutralisation des résidus de bauxite

Ce projet constitue une preuve de concept visant à développer une méthode de neutralisation des résidus de bauxite à l'aide de matières résiduelles régionales, dans la perspective de restaurer un site de disposition de résidus de bauxite. Dans la littérature, de nombreuses études ont exploré la valorisation des résidus de bauxite dans différents domaines industriels (Maneesh Singh *et al.* 1996; Lago Araújo Seixas, João Augusto 2021, Varnavas *et al.*, 2005). Toutefois, pour les voies les plus étudiées, la neutralisation chimique des résidus de bauxite est une étape indispensable à la réutilisation environnementale. Les méthodes de neutralisation des résidus de bauxite ont fait l'objet de nombreuses recherches visant à réduire la forte alcalinité des résidus de bauxite. Parmi elles, l'utilisation de l'eau de mer constitue une approche largement étudiée qui fait abaisser le pH jusqu'à 8–8.5 (Menzies *et al.* 2004). Bien que simple et efficace, cette méthode présente certaines limites, notamment la dépendance à la proximité du littoral et la production d'effluents salins en grande quantité. De plus, les résidus de bauxite neutralisés à l'eau de mer ne peuvent pas soutenir la végétation (Menzies *et al.* 2004). Pour surmonter ces contraintes, plusieurs chercheurs se sont tournés vers l'utilisation d'acides minéraux (HCl, H₂SO₄) ou organiques (acides citrique et oxalique),

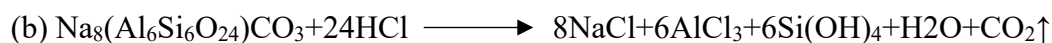
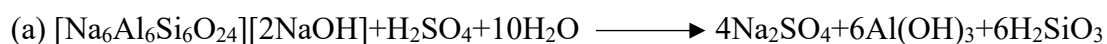
qui permettent d'abaisser le pH des résidus de bauxite, tout en améliorant leur stabilité chimique et en réduisant la mobilité de l'aluminium et du fer (Khaitan *et al.* 2009). Néanmoins, l'emploi d'acides peut poser des problèmes de corrosion, de gestion sécuritaire et une colonisation végétale souvent limitée par le manque de matière organique et la faible disponibilité des nutriments (Neina 2019; Xue *et al.* 2019). Dans cette optique, Taki *et al.* (2023) ont proposé une approche combinant des matériaux résiduels locaux pour créer une couche de couverture sur les sites d'enfouissement. Bien qu'efficace, cette technique était limitée par la persistance de l'alcalinité élevée des résidus de bauxite. C'est précisément dans cette continuité que s'inscrit le présent projet, en cherchant à neutraliser les résidus de bauxite à l'aide de l'effluent acide de Niobec avant son intégration dans un mélange destiné à la végétalisation. Plusieurs travaux antérieurs (Thornber et Binet, 1999; Fuller *et al.*, 1982 ; Meecham et Bell, 1977) ont également démontré que les résidus de bauxite possèdent une capacité à neutraliser les acides, exprimée par leur capacité de neutralisation acide (ANC), qui mesure la quantité d'acide minéral nécessaire pour atteindre un certain pH cible (Chuxia Lin *et al.* 2004; Chanelle M. Carter *et al.* 2008). En effet, les résultats obtenus dans cette étude confirment la pertinence de cette approche : les trois dosages testés, à savoir le 0.50 ; 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide, ont permis d'abaisser le pH initial de 12.12 à des valeurs comprises entre 7 et 7.5, soit dans l'intervalle recommandé pour la restauration des sites miniers (Gräfe *et al.* 2011b). Ce comportement met en évidence le potentiel de l'effluent acide de Niobec comme agent neutralisant efficace, capable d'abaisser le pH. En effet, pour 0.83 mol H⁺/kg de solide, on a eu un pH de 7.1 alors que l'emploi d'acides minéraux, dans la littérature, ont montré qu'un apport d'environ 0.9 et 2.5 mol H⁺/kg de solide permettait d'obtenir un pH compris entre 7 et 6 (Cerclet *et al.* 2023). Cette diminution du pH observée au cours de l'expérience s'explique par les réactions acido-basiques qui se produisent entre

les ions présents dans l'effluent acide de Niobec et les phases alcalines présentes dans les résidus de bauxite. En effet, les ions hydrogène (H^+), calcium (Ca^{2+}) et magnésium (Mg^{2+}) contenus dans l'effluent acide réagissent avec les hydroxydes, carbonates et silicates des résidus de bauxite, entraînant potentiellement la formation de phases solides telles que l'hydrotalcite, la brucite, les hydroxydes de calcium et de magnésium, ainsi que des carbonates de sodium (Jinglei Yang *et al.* 2025). Les réactions chimiques pouvant se produire au cours de la neutralisation sont représentées par les équations ci-dessous (Kong *et al.* 2017; Rai *et al.* 2017a; Pravin Kannan *et al.* 2021; Jinglei Yang *et al.* 2025).



Ces réactions consomment les ions libres en solution, réduisant ainsi la quantité d'espèces échangeables, ce qui contribue directement à la diminution de la conductivité (Pravin Kannan *et al.* 2021), comme il a été observé dans les résultats expérimentaux. Et puisque la conductivité étant largement influencée par la présence d'ions sodium, leur réduction en solution pourrait également expliquer la baisse importante de la conductivité au fil du temps. Parallèlement à ces mécanismes de précipitation, une partie de la diminution du pH résulterait également de la dissolution des solides alcalins et de l'élimination des produits de réaction responsables de la forte basicité des résidus de bauxite (Thornber et Binet, 1999). Des

minéraux tels que la sodalite (Guo et al,2020), la calcite ou encore le fluorure de calcium peuvent ainsi se dissoudre (Réactions a, b et c) sous certaines conditions de pH, ce qui peut expliquer la présence résiduelle de sodium, de calcium et de fluorure dans la solution (Couperthwaite,S.J et al, 2013).



Ces phénomènes simultanés de dissolution et de précipitation permettent d'expliquer la dynamique chimique observée et l'évolution du pH, de la conductivité et des ions dissous au cours du temps. Des analyses complémentaires sur le solide auraient permis de confirmer les réactions ayant eu lieu au cours de l'expérience.

3. Comparaison des agents neutralisants : effluent acide vs HCl

Les deux agents neutralisants utilisés dans cette étude, soit le HCl et l'effluent acide, étant de même nature, des réponses similaires étaient attendues pour certains paramètres de suivi. Cette similarité a notamment été observée au niveau de la conductivité électrique, qui reste comparable entre les substrats neutralisés avec l'effluent acide et ceux traités au HCl. Toutefois, le pH le plus faible a été détecté dans les substrats neutralisés avec l'effluent acide, ce qui pourrait s'expliquer par la formation de complexes chimiques supplémentaires, notamment des hydroxydes de magnésium et de calcium, dû à la concentration en Ca et Mg de l'effluent acide. Ces précipitations contribueraient à réduire le relargage de ces éléments dans le lixiviat, comme rapporté par(Jinglei Yang *et al.* 2025).

De plus, la diminution du fluor observée avec l'effluent acide pourrait être attribuée à la formation de fluorures de calcium et de magnésium. De façon similaire, l'aluminium pourrait précipiter sous forme d'hydroxydes ou d'oxyhydroxydes, conformément aux observations rapportées dans la littérature (Merelle, 1998). En revanche, les substrats neutralisés avec le HCl présentent les plus faibles concentrations relarguées en chlorure et en sodium dans le lixiviat.

En effet, le type des éléments relargués ainsi que leurs concentrations diffèrent d'un procédé de neutralisation à un autre, en fonction de la nature de l'acide utilisé, de la quantité appliquée et du pH cible visé, ce qui conditionne la mobilité des espèces chimiques dans le lixiviat (Rubinos *et al.* 2011). Selon les résultats obtenus et en accord avec les études antérieures, le HCl apparaît comme un agent neutralisant efficace mais, l'utilisation de l'effluent acide permet d'obtenir un relargage plus faible de certains éléments, ce qui contribue à réduire les risques environnementaux associés à la mobilisation des contaminants. Cette efficacité de l'effluent acide pourrait s'expliquer par la présence simultanée de plusieurs acides dans sa composition, augmentant ainsi son pouvoir neutralisant et sa capacité de stabilisation des éléments. Cette hypothèse est appuyée par les courbes de dosage rapide présentées au chapitre 1, qui mettent en évidence trois paliers bien définis. Ces paliers suggèrent l'intervention successive de différents acides.

4. La croissance des plantes

Selon Courtney et Kirwan (2012), seul un nombre limité d'espèces végétales est capable de se développer sur des résidus de bauxite en raison de leurs conditions physico-chimiques ce qui explique que le trèfle n'a pas réussi à croître dans les substrats testés. Cela peut s'expliquer par une concentration trop élevée en sodium ou autres ions au départ de

l'expérience puisque que cette espèce a déjà été observée sur le site de disposition des résidus de bauxite à Arvida, Québec (SDRB) en 2021, où elle avait colonisé naturellement une cellule déjà revégétalisée. Cette contradiction peut s'expliquer par les différences marquées entre les propriétés physiques et chimiques des terreaux formées et celles des sols du SDRB qui peuvent également limiter la croissance et la colonisation des micro-organismes (Klauber *et al.* 2011). Par ailleurs, plusieurs études ont mis en évidence la capacité de certaines espèces pionnières à se développer sur les résidus de bauxite, notamment *Populus alba* L., *Robinia pseudoacacia* L. et *Sida hermaphrodita* L. (Heil *et al.* 2022). Et comme l'ont indiqué Mendez et Maier (2007), pour qu'un substrat soit propice à la croissance des plantes, sa masse volumique apparente doit être inférieure à 1,6 g/cm³, le taux de sodium échangeable inférieur à 9.5 %, le pH compris entre 5.5 et 9, et la conductivité électrique inférieure à 4 mS/cm (Klauber *et al.* 2011). De plus, les concentrations en Na, Al et en Fe doivent être suffisamment réduites pour permettre non seulement l'enracinement des plantes, mais aussi la colonisation des micro-organismes du sol (Shengguo Xue *et al.*, 2015).

Les observations de cette étude s'inscrivent ainsi dans la continuité des travaux de Power *et al.* (2011) et de Courtney & Kirwan (2012), qui démontrent que la réduction de l'alcalinité et de la salinité favorise la germination des espèces herbacées pionnières sur les résidus neutralisés. Cela explique que le gazon ait pu se développer dans les substrats neutralisés. En complément, les résultats montrent également que la croissance la plus élevée a été obtenue dans les pots traités avec 0.67 mol H⁺/kg de solide. Cette condition s'accompagnait d'un volume plus important d'effluent acide appliqué, ce qui a non seulement favorisé une neutralisation plus efficace du substrat, mais aussi fourni une quantité supplémentaire

d'orthophosphates, éléments essentiels au développement racinaire et à la croissance végétative (Bechtaoui *et al.* 2021).

5. Détermination du meilleur dosage testé

Afin d'identifier le meilleur dosage testé, l'évaluation s'est appuyée sur plusieurs paramètres de suivi permettant d'apprécier l'évolution chimique et environnementale des substrats. Les paramètres retenus incluent le pH, la conductivité électrique ainsi que les concentrations des éléments lixiviés. Les résultats montrent que l'ensemble des dosages testés a maintenu un pH stable durant les neuf semaines d'expérimentation. Cette stabilité est cohérente avec les observations rapportées dans la littérature, où des dosages proches de la neutralité sont associées à un pouvoir tampon des résidus de bauxite (Khaitan *et al.* 2008). Bien que des remontées de pH puissent être observées à plus long terme, la durée relativement courte de la présente expérimentation (neuf semaines) n'a probablement pas permis de mettre en évidence ce phénomène, ce qui explique l'absence de variations au cours de la période de suivi. Les valeurs de pH les plus faibles ont été observées pour les substrats présentant les dosages de 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide. La conductivité électrique reste similaire pour les trois dosages évalués. En ce qui concerne les éléments lixiviés, le plus faible relargage de Na a été observé pour le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide. Pour le F⁻, des concentrations relarguées comparables ont été mesurées pour les dosages 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide. Quant au chlorure, les concentrations les plus élevées ont été observées dans les lixiviats des substrats à 0.83 mol H⁺/kg de solide, tandis que dans la phase solide après lixiviation à l'eau, le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide présente des concentrations plus importantes. Après neuf semaines, les substrats à 0.67 mol H⁺/kg de solide ne montrent plus de relargage significatif de Fe, élément majoritaire des résidus de bauxite, ni de Na, Mg et Ca. Cette observation est

en accord avec les résultats rapportés dans la littérature, où il est indiqué que les phases d'hématite (Fe) ne sont pas présentes dans une large gamme de pH allant de 3 à 13, tandis que, les concentrations de Na et de Ca diminuent progressivement avec la baisse du pH (Khaitan *et al.* 2008). Dans le cadre de ce projet, le sodium a été suivi à l'aide de deux approches analytiques complémentaires. Un suivi hebdomadaire a été réalisé à l'aide d'une sonde spécifique, permettant de mesurer l'évolution du sodium tout au long de la période d'essai. En parallèle, des analyses par ICP ont été effectuées uniquement au début et à la fin de l'expérience, afin d'obtenir des valeurs quantitatives précises. Le recours à ces deux méthodes s'explique par la volonté de limiter le nombre d'échantillons analysés par ICP, une technique coûteuse, dans le but de respecter les contraintes budgétaires du projet. Néanmoins, les mesures obtenues par sonde constituent un indicateur pertinent de la dynamique du sodium au cours du temps, permettant d'interpréter son comportement pendant l'ensemble de la durée expérimentale.

Par ailleurs, la biomasse végétale la plus élevée a été observée avec le dosage 0.83 mol H⁺/kg, indiquant une meilleure performance biologique pour ce ratio. En conclusion, les différents dosages 0.67 et 0.83 mol H⁺/kg de solide se distinguent comme les plus performants. Dans une optique de réduction de l'utilisation de l'effluent acide et de limitation du relargage potentiel de contaminants, le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide apparaît comme le meilleur compromis pour une neutralisation efficace et environnementalement plus durable.

V. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'évaluer, en conditions contrôlées, le comportement de différents substrats élaborés à partir des résidus de bauxite neutralisés à l'aide de différents

dosages d'un effluent acide combiné à de la matière organique, ainsi que leur performance en présence de végétation. En s'appuyant sur les différents dosages identifiés au chapitre 1, cette phase expérimentale a permis de d'étudier l'évolution des propriétés physico-chimiques des substrats et des lixiviats associés, tout en suivant la croissance du gazon et du trèfle comme indicateurs biologiques de la qualité du milieu. Les résultats démontrent que la neutralisation des résidus de bauxite par l'effluent acide permet d'obtenir des substrats dont le pH est compatible avec la croissance végétale, validant ainsi les différents dosages retenus. Parmi ceux-ci, le dosage 0.67 mol H⁺/kg de solide s'est distinguée non seulement par une croissance végétale comparable à celle observée sur la terre noire de référence, mais également par un relargage plus faible des éléments dissous (Na, Cl, F). À l'inverse, les substrats neutralisés à l'acide chlorhydrique ont généré la biomasse la plus faible, confirmant que l'utilisation d'un résidu industriel régional comme agent neutralisant est non seulement plus efficace, mais également plus avantageuse dans une perspective de valorisation circulaire.

Recommandations et perspectives

Les résultats obtenus dans cette étude constituent une base pour la valorisation des résidus de bauxite, de l'effluent acide et des boues de papeteries dans un contexte de restauration environnementale. Ils mettent en évidence le potentiel de cette approche pour la neutralisation des résidus alcalins ainsi que pour le développement d'un substrat propice à la croissance végétale. Toutefois, des travaux complémentaires demeurent nécessaires afin de consolider ces acquis et d'envisager leur application à plus grande échelle. Il serait notamment pertinent d'évaluer le comportement à long terme des substrats en conditions réelles de terrain, afin de valider leur stabilité physico-chimique, leur durabilité et leur performance agronomique au-delà des conditions contrôlées de serre. Par ailleurs, il aurait été intéressant d'intégrer une étape de lessivage en début d'expérimentation afin de réduire l'excès de sodium et d'évaluer l'impact de cette étape sur la croissance d'autres espèces végétales, notamment le trèfle, dont le développement s'est avéré limité. L'intégration d'analyses portant sur un plus grand nombre de contaminants potentiels permettrait également de mieux caractériser les risques environnementaux associés et de répondre aux exigences réglementaires. Enfin, la réalisation d'essais à plus grande échelle, accompagnés d'analyses technico-économiques et environnementales, permettrait d'évaluer la faisabilité d'une mise en œuvre industrielle et de favoriser l'intégration de cette approche dans des stratégies de gestion durable des résidus industriels.

Dans une perspective d'opérationnalisation, les résultats obtenus démontrent un potentiel intéressant pour une application à plus grande échelle. Toutefois, la transposition de cette approche vers un contexte industriel soulève plusieurs enjeux, notamment liés à la gestion

des volumes importants de résidus, au contrôle des conditions de mélange et de neutralisation, ainsi qu'à la variabilité des matières premières. Des considérations logistiques, économiques et réglementaires devront également être prises en compte, en particulier en ce qui concerne le transport des résidus, les coûts de traitement et la conformité aux normes environnementales. Malgré ces défis, cette étude constitue une première étape prometteuse vers le développement de solutions concrètes de valorisation des résidus de bauxite, en mettant en évidence la faisabilité d'une approche intégrée reposant sur l'utilisation de résidus industriels régionaux.

Conclusion générale

Ce mémoire s'inscrit dans une démarche d'économie circulaire visant la valorisation des résidus de bauxite à des fins de restauration écologique. L'objectif principal était de réduire l'alcalinité élevée de ces résidus et de développer un substrat fonctionnel à partir de résidus industriels régionaux. L'ensemble des résultats obtenus montre que l'utilisation d'un effluent acide, avec un dosage de $0.67 \text{ mol H}^+/\text{kg}$ de solide, permet une neutralisation efficace des résidus de bauxite et conduit à l'obtention de substrats propice à la croissance du gazon. L'ajout des boues de papetières a contribué à améliorer les caractéristiques organiques des substrats élaborés. L'analyse des paramètres suivis, notamment le pH, la conductivité et les éléments susceptibles d'être lixiviés, a permis d'évaluer de manière cohérente la performance des différentes formulations testées et d'identifier une recette répondant aux objectifs fixés dans le cadre de cette étude.

Ce travail présente toutefois certaines limites. Les essais ont été réalisés dans des conditions contrôlées et sur une période limitée, ce qui ne permet pas d'appréhender pleinement le comportement à long terme des substrats élaborés ni leur évolution en conditions naturelles. Par ailleurs, l'évaluation environnementale s'est concentrée sur des paramètres physicochimiques généraux, sans approfondir l'analyse des mécanismes minéralogiques ni des processus de transformation à long terme. Dans cette perspective, les travaux futurs s'inscriront dans la continuité de cette recherche, avec des essais en serre et éventuellement en parcelle sur terrain, sur une période estimée à deux ans. Ces essais viseront l'évaluation de plusieurs recettes de substrats et permettront d'approfondir la compréhension de la réponse biologique des plantes, d'optimiser les formulations et de limiter les risques

environnementaux avant un déploiement à grande échelle. Par ailleurs, des analyses complémentaires, telles que des analyses minéralogiques par diffraction des rayons X (XRD) et des essais de lixiviation à l'eau, pourraient être réalisées afin de mieux caractériser le comportement des éléments dans les substrats et de vérifier la conformité des lixiviats aux critères de qualité de l'eau de surface pour la protection de la vie aquatique.

Références

- AL Circle. 2023. Analyse complète des résidus de bauxite - boues rouges. Consulté le 5 janvier 2026, <https://www.alcircle.com/specialreport/2427/a-comprehensive-analysis-of-bauxite-residue-red-mud>.
- Bechtaoui N, Rabiou MK, Raklami A, Oufdou K, Hafidi M et Jemo M. 2021. Phosphate-Dependent Regulation of Growth and Stresses Management in Plants. *Frontiers in Plant Science*, 12 : 679916.
- Borra CR, Pontikes Y, Binnemans K et Van Gerven T. 2015. Leaching of rare earths from bauxite residue (red mud). *Minerals Engineering*, 76 : 20–27.
- Burke IT, Peacock CL, Lockwood CL, Stewart DI, Mortimer RJG, Ward MB, Renforth P, Gruiz K et Mayes WM. 2013. Behavior of Aluminum, Arsenic, and Vanadium during the Neutralization of Red Mud Leachate by HCl, Gypsum, or Seawater. *Environmental Science & Technology*, 47 : 6527–6535.
- Cerclet T, Guérin JÉ, Savard V, Zarrougui R, Simard M-C, Côté M, Boucher J-F et Chesnaux R. 2023. Cover layer design based on bauxite residue for ecological restoration: A Northern climatic zone study case—geochemical phase.
- Chanelle M. Carter, Hans A. van der Sloot, David Cooling, André van Zomeren et Tina Matheson. 2008. Characterization of Untreated and Neutralized Bauxite Residue for Improved Waste Management. *Environmental Engineering Science*, 25: 475–488.
- Chuxia Lin, Greg Maddocks, Jing Lin, Graham Lancaster et Chengxing Chu. 2004. Acid neutralising capacity of two different bauxite residues (red mud) and their potential applications for treating acid sulfate water and soils. p. 649–657.
- Faubert P, Lemay Bélisle C, Bertrand N, Bouchard S, Chantigny MH, Paré MC, Rochette P, Ziadi N et Villeneuve C. 2019. Land application of pulp and paper mill sludge may reduce greenhouse gas emissions compared to landfilling. 150 .
- Geissdoerfer M, Savaget P, Bocken NMP et Hultink EJ. 2017. The Circular Economy – A new sustainability paradigm? *Journal of Cleaner Production*, 143 : 757–768.
- Gräfe M, Power G et Klauber C. 2011a. Bauxite residue issues: III. Alkalinity and associated chemistry. *Hydrometallurgy*, 108 : 60–79.
- Gräfe M, Power G et Klauber C. 2011b. Bauxite residue issues: III. Alkalinity and associated chemistry. *Hydrometallurgy*, 108 : 60–79.
- Heil B, Heilig D, Csanády V, Berta K, Kurdi R, Fejes R et Kovács G. 2022. Effects of Red Mud on Plant Growth in an Artificial Soil Mixture. *Acta Silvatica et Lignaria Hungarica*, 18 : 151–166.

Jinglei Yang, Xiao Liu, Kaibo Cu, Jingwei Lyu, Haoze Liu et Jun Qiu. 2025. Hazards and Dealkalization Technology of Red Mud—A Critical Review. 15(4), 343.

Khaitan S, Dzombak DA et Lowry GV. 2008. Chemistry of the Acid Neutralization Capacity of Bauxite Residue. *Environmental Engineering Science*, 26 : 873–881.

Khaitan S, Dzombak DA et Lowry GV. 2009. Mechanisms of Neutralization of Bauxite Residue by Carbon Dioxide. *Journal of Environmental Engineering*, 135 : 433–438.

Klauber C, Gräfe M et Power G. 2011. Bauxite residue issues: II. options for residue utilization. *Hydrometallurgy*, 108 : 11–32.

Kong X, Guo Y, Xue S, Hartley W, Wu C, Ye Y et Cheng Q. 2017. Natural evolution of alkaline characteristics in bauxite residue. *Journal of Cleaner Production*, 143 : 224–230.

Lago Araújo Seixas, João Augusto. 2021. Développement d'un béton électriquement conducteur par utilisation des résidus de bauxite bruts ou transformés.

Li Y, Haynes RJ, Chandrawana I et Zhou Y-F. 2018. Properties of seawater neutralized bauxite residues and changes in chemical, physical and microbial properties induced by additions of gypsum and organic matter. *Journal of Environmental Management*, 223 : 489–494.

Lyu F, Hu Y, Wang L et Sun W. 2021. Dealkalization processes of bauxite residue: A comprehensive review. *Journal of Hazardous Materials*, 403 : 123671.

Maneesh Singh, , S.N. Upadhayay, , et P.M. Prasad. 1996. Preparation of special cements from red mud. 16 : 665–670.

Menzies NW, Fulton IM et Morrell WJ. 2004. Seawater Neutralization of Alkaline Bauxite Residue and Implications for Revegetation. *Journal of Environmental Quality*, 33 : 1877–1884.

Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. 2023. Méthode d'analyse MA. 100 – Lix.Com. 1.1 2023-04-03 (révision 3) Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques.

Mou P, Song L, Zhou S, Wang J, Yuan Z, Hong J, Wang R, Zhang X, Chen G et Huang L. 2023. A New “Mix and Measure” Method for Rapid Quantitative Determination of Alkalinity Based on Proton Equilibrium and Definite Integral of Buffer Capacity. *ACS Omega*, 8 : 46261–46266.

Neina D. 2019. The Role of Soil pH in Plant Nutrition and Soil Remediation. *Applied and Environmental Soil Science*, 2019 : 1–9.

Poorter H, Niklas KJ, Reich PB, Oleksyn J, Poot P et Mommer L. 2013. Biomass allocation to leaves, stems and roots: meta-analyses of interspecific variation and environmental control. 193 : 30–50.

Poulin É. 2005. Transformation et valorisation des boues rouges de l'industrie de l'aluminium en tant qu'agent de déphosphatation. Université du Québec Institut national de la recherche scientifique Centre Eau, Terre et Environnement, 127 p.

Pravin Kannan, Fawzi Banat, Shadi W. Hasan et Mohammad Abu Haija. 2021. Neutralization of Bayer bauxite residue (red mud) by various brines: A review of chemistry and engineering processes. 206 : 105758.

Qi Y. 2021. The neutralization and recycling of red mud – a review. Journal of Physics: Conference Series, 1759 : 012004.

Rai S, Wasewar K et Agnihotri A. 2017a. Treatment of alumina refinery waste (red mud) through neutralization techniques: A review. Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy, 35 : 563–580.

Rai S, Wasewar K et Agnihotri A. 2017b. Treatment of alumina refinery waste (red mud) through neutralization techniques: A review. Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy, 35 : 563–580.

Ren X, Zhang X, Tuo P, Yang B, Chen J, Guo W et Ren J. 2022. Neutralization of bauxite residue with high calcium content in abating pH rebound by using ferrous sulfate. Environmental Science and Pollution Research, 29 : 13167–13176.

Rossi S, Morin H, Laprise D et Gionest F. 2012. Testing masting mechanisms of boreal forest species at different stand densities. Oikos, 121 : 665–674.

Rossiter DG. 2007. Classification of Urban and Industrial Soils in the World Reference Base for Soil Resources (5 pp). Journal of Soils and Sediments, 7 : 96–100.

Rubinos D, Díaz-Fierros F et Barral MT. 2011. Neutralization and Decontamination of Acid Leachates using Bauxite Red Mud. Mine Water, 4–20.

Sj P, Ri F et Bj R. 2008. Characterisation of bauxite residue and seawater neutralised bauxite residue using vibrational spectroscopic techniques.

Snars K et Gilkes RJ. 2009. Evaluation of bauxite residues (red muds) of different origins for environmental applications. Applied Clay Science, 46 : 13–20.

Soto-Montandon F, Gillane R, Marcellin E, Harrison STL et Villa-Gomez D. 2025. Bioleaching for critical metal recovery from bauxite residue- unlocking waste valorization. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, 13 : 1685819.

Sutar H, Mishra SC, Sahoo SK, chakraverty AP et Maharana HS. 2014. Progress of Red Mud Utilization: An Overview. American Chemical Science Journal, 4 : 255–279.

Thornber M et Binet D. 1999. Caustic soda adsorption on bayer residues caustic soda.

Wang X, Jing H, Zhang M, Li J, Ma Y et Yan L. 2023. Analysis of Alkali in Bayer Red Mud: Content and Occurrence State in Different Structures. *Sustainability*, 15 : 12686.

Wong JWC et Ho GE. 1988. Neutralization and cation dissolution characteristics of bauxite refining residue. *Hazardous Materials Control Research Institute*, 247–264.

Wu Y, Li M, Zhu F, Hartley W, Liao J, An W, Xue S et Jiang J. 2020. Variation on leaching behavior of caustic compounds in bauxite residue during dealkalization process. *Journal of Environmental Sciences*, 92 : 141–150.

Xue S, Wu Y, Li Y, Kong X, Zhu F, William H, Li X et Ye Y. 2019. Industrial wastes applications for alkalinity regulation in bauxite residue: A comprehensive review. *Journal of Central South University*, 26 : 268–288.